



CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA DE RECUBRIMIENTOS PVD BASE OXINITRURO

BAJO LA OPCIÓN:
TESIS

PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
DOCTOR EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA

PRESENTA:
JESÚS CORNELIO MENDOZA MENDOZA

ASESOR:
DR. EDGAR ERNESTO VERA CÁRDENAS
DR. JUAN MANUEL GONZÁLEZ CARMONA

SINODALES:
DR. ARMANDO IRVIN MARTÍNEZ PÉREZ
DRA. ERIKA OSIRIS ÁVILA DÁVILA
DRA. MARISA MORENO RÍOS

Pachuca de Soto, Hgo. FEBRERO 2025
91 páginas

Carretera México-Pachuca Km. 87.5, Col. Venta Prieta

C.P. 42083 Pachuca de Soto, Hidalgo.

Tels. 771 7113073, 771 7113596, 771 7113140, 771 7115119 y 771 7113399
e-mail: cd_info@pachuca.tecnm.mx | www.pachuca.tecnm.mx



2025
Año de
**La Mujer
Indígena**





Instituto Tecnológico de Pachuca
Subdirección Académica

Pachuca de Soto, Hidalgo, **19/febrero/2025**
Circular No. DEPI/025/2025

**C. MTRO. JESÚS CORNELIO MENDOZA MENDOZA
PRESENTE**

La que suscribe, jefa de la División de Estudios de Posgrado e Investigación, le comunica que los miembros de la Comisión Revisora, designada por el Claustro Doctoral del Doctorado en Ciencias en Ingeniería Mecánica para examinar su Tesis:

Caracterización tribológica de recubrimientos PVD base oxinitruro

se han reunido, y después de intercambiar opiniones manifiestan su aprobación de la Tesis, en virtud que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes y, en consecuencia, se autoriza su impresión.

Sin otro particular por el momento, me despido agradeciendo de antemano la atención que sirva dar a la presente.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica:

"El Hombre Alimenta el Ingenio en Contacto con la Ciencia"

M. A. C. ELODIA CLAUDIA GUERRERO ORTIZ
JEFA DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

ccp. Archivo
ECGO/smg



2025
Año de
La Mujer
Indígena

Carretera México-Pachuca Km. 87.5, Col. Venta Prieta
C.P. 42083 Pachuca de Soto, Hidalgo.
Tels. 771 7113073, 771 7113596, 771 7113140, 771 7115119 y 771 7113399 e-
mail: depi@pachuca.tecnm.mx | www.pachuca.tecnm.mx





EDUCACIÓN

SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico de Pachuca

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

Pachuca, Hgo., 20/marzo/2020

OFICIO No. DEPI-028/2020

Asunto: Constancia de Liberación del protocolo de trabajo

C. JESÚS CORNELIO MENDOZA MENDOZA
ESTUDIANTE DEL DOCTORADO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA
P R E S E N T E

Por este conducto le comunico que derivado de la revisión a la propuesta del protocolo de trabajo de su tema de tesis "Caracterización tribológica de recubrimientos PVD base oxinitruro" por parte del Comité Tutorial, se ha dictaminado en común acuerdo la Aceptación del mismo.

No omito mencionar que la aceptación implica que a partir de la presente fecha y hasta la conclusión de su tesis, deberá reportar semestralmente o cuando así lo determine su Comité Tutorial, la atención a las observaciones y el avance en el desarrollo de su tema de tesis. En caso contrario, deberá consultar con su Tutor Académico y/o Coordinador del programa de posgrado el proceder ante la situación en particular que tenga presente.

Sin otro particular, aprovecho la ocasión para enviarles un cordial saludo.

A T E N T A M E N T E
El Nombre Alimenta el Ingenio en Contacto con la Ciencia



SEP
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

M.A.C. ELIODIA CLAUDIA GUERRERO ORTIZ
JEFA DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
ITPACHUCA

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE PACHUCA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

Ccp. Dr. Edgar Ernesto Vera Cárdenas.- Director de Tesis y Tutor Académico
Dra. Erika Osiris Ávila Dávila.- Coordinadora del Doctorado en Ciencias en Ingeniería Mecánica
Dr. Edgar Ernesto Vera Cárdenas.-Presidente del Claustro Doctoral del Doctorado en Ciencias en Ingeniería Mecánica
c.p. Archivo

ECGO/eevc



Carretera México-Pachuca Km. 87.5, Col. Venta Prieta, Pachuca, Hidalgo, C.P.
42080, A. P. 276.

Tels.: (01 771) 719 52 51, 170 03 45, 170 03 01, 170 06 87
www.tecnm.mx | www.itpachuca.edu.mx



Pachuca de Soto, Hidalgo a, 24 de febrero de 2025.

**CARTA DE RECONOCIMIENTO DEL(LA) AUTOR(A) DE LOS DERECHOS
A FAVOR DEL TECN**

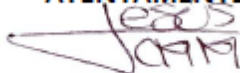
**TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO
P R E S E N T E:**

Bajo protesta de decir verdad, **JESÚS CORNELIO MENDOZA MENDOZA**, adscrito(a) al Tecnológico Nacional de México Campus Pachuca, manifiesto que en cumplimiento con mis actividades relacionadas con la TESIS DEL DOCTORADO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA titulada **CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA DE RECUBRIMIENTOS PVD BASE OXINITRURO**.

Con base en lo anterior, y con fundamento en los artículos 83 de la Ley Federal del Derecho de Autor y 46 de su reglamento, reconozco que el Tecnológico Nacional de México es titular de los derechos primordiales sobre la misma y le corresponden las facultades relativas a la divulgación, integridad de la obra y de colección, conservando el derecho a figurar como autor.

Así mismo respondo por la autoría y originalidad de la citada obra y relevo de toda responsabilidad al Tecnológico Nacional de México de cualquier demanda o reclamo que llegara a formular alguna persona física o moral que considere que con esta obra afecta en alguno de los derechos protegidos por la ley en cita, asumiendo todas las consecuencias legales y económicas.

ATENTAMENTE



JESÚS CORNELIO MENDOZA MENDOZA

Carretera México-Pachuca Km. 87.5, Col. Venta Prieta

C.P. 42083 Pachuca de Soto, Hidalgo.

Tels. 771 7113073, 771 7113596, 771 7113140, 771 7115119 y 771 7113399 e-

mail: cd_info@pachuca.tecnm.mx | www.pachuca.tecnm.mx



2025
Año de
La Mujer
Indígena



Agradecimientos

A la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (CECIHTI) por la beca otorgada durante el periodo de estudios de Doctorado en el cual desarrollé la presente tesis de investigación.

A mi director de tesis Dr. Edgar Ernesto Vera Cárdenas por su apoyo, su valiosa orientación y sus críticas constructivas que fueron fundamentales para el desarrollo de este estudio. Su paciencia, dedicación y compromiso fueron esenciales para que pudiera llevar a cabo este proyecto de investigación con éxito.

A mi codirector de tesis Dr. Juan Manuel González Carmona por su colaboración, sugerencias y valiosos aportes a este trabajo de investigación, además por proporcionarme el acceso y el asesoramiento en el uso de equipo de laboratorio.

A mis sinodales: Dr. Armando Irvin Martínez Pérez, Dra. Erika Osiris Ávila Dávila, Dra. Marisa Moreno Ríos, por formar parte de la comisión revisora y por los valiosos consejos para la mejora de esta investigación.

Al Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial (CIDESI), por brindarme la oportunidad de utilizar sus instalaciones y equipos de laboratorio, para el desarrollo de este trabajo de tesis.

A los Doctores de la División de Estudios de Posgrado (DEPI) por haber colaborado en mi formación profesional.

A mi madre, a mis hermanos, y especialmente a mi esposa Guadalupe y a mi hija Maritza, por su apoyo incondicional durante todo este proceso.

CONTENIDO

LISTA DE FIGURAS	V
LISTA DE TABLAS	IX
RESUMEN	X
ABSTRACT	XI
CAPITULO I. INTRODUCCIÓN	1
1.1. Planteamiento del problema y justificación	1
1.2. Objetivos	3
1.2.1. Objetivo general	3
1.2.2. Objetivos específicos	3
1.3. Hipótesis.....	3
1.4. Metodología de trabajo.....	4
CAPITULO II. ESTADO DEL ARTE	6
CAPITULO III. MARCO TEORICO.....	13
3.1. Tribología.....	13
3.2. Tipos de desgaste	13
3.2.1. Desgaste abrasivo	13
3.2.2. Desgaste adhesivo.....	14
3.2.3. Desgaste por fatiga.....	15
3.2.4. Desgaste por erosión.....	15
3.3. Deposición Física de Vapor PVD	16
3.3.1. Evaporación	17
3.3.2. Arco catódico	18
3.3.3. Recubrimientos resistentes a temperaturas elevadas	20
3.3.4. Recubrimientos basados en óxidos	20
3.4. Modelo de estructuras de zonas	21
3.5. Normas para pruebas de desgaste	22
3.5.1. ASTM C-1624 Método de prueba de adherencia por rayado dinámico	22
3.5.2. ASTM G-99 Método de prueba de desgaste perno sobre disco	24

3.5.3. ASTM G-133 Método de prueba de bola sobre plano con deslizamiento recíprocante	25
CAPITULO IV. DESARROLLO EXPERIMENTAL	29
4.1. Tamaño de muestra para pruebas	30
4.2. Materiales	30
4.3. Tratamiento térmico	31
4.4. Deposición del recubrimiento PVD por Arco Catódico	31
4.5. Caracterización de materiales	32
4.6. Prueba de desgaste perno sobre disco	34
4.7. Pruebas de desgaste por deslizamiento recíprocante	35
CAPITULO V. RESULTADOS Y DISCUSIONES	37
5.1. Difracción de rayos x y composición química del recubrimiento de TiAlON	37
5.2 Microscopia de transmisión TEM	39
5.3. Acero H13 con recubrimiento de TiAlON	42
5.3.1. Microestructura	42
5.3.2. Espesor, rugosidad y dureza	43
5.3.3. Prueba de adherencia por método de rayado	45
5.3.4. Prueba de adherencia por método de indentación Rockwell C	49
5.3.5. Pruebas de perno sobre disco	50
5.3.5.1 Coeficientes de fricción	50
5.3.5.2 Perfilometría y tasas de desgaste	51
5.3.5.3. Microscopia óptica y análisis SEM/EDS	53
5.3.6. Pruebas de deslizamiento recíprocante	55
5.3.6.1. Coeficientes de fricción	55
5.3.6.2. Perfilometría y tasas de desgaste	56
5.3.6.3. Microscopia óptica y análisis SEM/EDS	57
5.4. Acero D2 con recubrimiento de TiAlON	59
5.4.1. Microestructura	59
5.4.2. Espesor, rugosidad y dureza	60
5.4.3. Prueba de adherencia por el método de rayado	61

5.4.4. Prueba de adherencia por método de indentación Rockwell C	66
5.4.5. Pruebas de perno sobre disco	66
5.4.5.1 Coeficientes de fricción	66
5.4.5.2 Perfiles y tasas de desgaste	67
5.4.5.3. Microscopia óptica y análisis SEM/EDS	68
5.4.6. Desgaste por movimiento recíprocante.....	70
5.4.6.1. Coeficientes de fricción	70
5.4.6.2. Perfilometría y coeficientes de desgaste	70
5.4.6.3. Microscopia óptica y análisis SEM/EDS	71
5.5. Comparación de propiedades de sustratos con y sin recubrimiento	76
CAPITULO VI. CONCLUSIONES	80
REFERENCIAS	81
ANEXOS	86
Anexo 1. Publicaciones	86
Anexo 2. Participación en eventos académicos	87

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Metodología de trabajo.	4
Figura 2. Proceso de desgaste abrasivo: a) abrasión de dos cuerpos, b) abrasión de tres cuerpos [44].	14
Figura 3. Proceso de desgaste adhesivo [43].	14
Figura 4. Proceso de desgaste por fatiga [45].	15
Figura 5. Proceso de desgaste por erosión [46].	15
Figura 6. Desgaste corrosivo donde el deslizamiento rompe el	16
Figura 7. Evaporación térmica: diseño básico de fuentes de evaporación; (a) crisol, (b) alambre retorcido	18
Figura 8. Reactor para deposición de arco catódico [49].	19
Figura 9. Diagrama del cráter formado por el arco en el cátodo y generación de plasma [51].	20
Figura 10. Diagrama de Thornton [53].	22
Figura 11. Esquema del método de prueba de rayado [54].	23
Figura 12. Esquema de prueba de desgaste de perno sobre disco. F es la fuerza normal sobre el perno, d es el diámetro del perno, D es el diámetro del disco, R es el radio de la pista de desgaste y w es la velocidad de rotación del disco [55].	24
Figura 13. Esquema del probador de desgaste de deslizamiento recíprocante: 1. Celda de carga, 2. Perno o bola, 3. Probeta, 4. Porta probetas, 5. Carga, 6. Motor recíprocante.	26
Figura 14. Posibles situaciones de diferente resistencia al desgaste de probetas planas y de bola [56].	28
Figura 15. Metodología experimental.	29
Figura 16. Muestras de acero grado herramienta: a) AISI D2 y b) AISI H13.	31
Figura 17. Reactor PVD METAPLAS: a) Cámara, b) Cátodos, c) Sistema Planetario y d) Probetas con TiAlON.	32
Figura 18. Equipo experimental: a) Difractómetro de rayos x, b) SEM/EDS, c) Microscopio óptico confocal, d) perfilómetro de contacto y e) Durómetro/probador de adherencia.	34
Figura 19. Tribómetro perno sobre disco.	35
Figura 20. Tribómetro para ensayos de desgaste recíprocante.	36
Figura 21. Huella de desgaste de ranura perfecta [65].	36

Figura 22. Difracción de rayos X del recubrimiento (TiAlON) en función de la temperatura.	37
Figura 23. XRD de recubrimiento de TiAlON: a) XRD de 25 °C, 800 °C y 900 °C,	38
Figura 24. Imágenes TEM y patrones de difracción del recubrimiento de TiAlON.....	39
Figura 25. Imágenes TEM de granos en el recubrimiento de TiAlON.	40
Figura 26. Imágenes TEM: a) Difusión del recubrimiento de TiAlON, b) Microgota.	40
Figura 27. Sección transversal del sustrato y recubrimiento de TiAlON.....	41
Figura 28. Mapeo químico del sustrato: a) Cromo, b) Molibdeno, c) Vanadio, d) Carbono.	41
Figura 29. Mapeo químico del recubrimiento de TiAlON: a) Titanio, b) Aluminio, c) Nitrógeno, d) Oxígeno.	42
Figura 30. Microestructura del acero H13: a) Magnificación x2000, b) Magnificación x10,000.	43
Figura 31. Análisis EDS, composición química del acero H13.	43
Figura 32. Imágenes SEM: a) Sección transversal y b) superficie del recubrimiento de TiAlON.....	44
Figura 33. Gráfica del coeficiente de arrastre-fuerza normal-emisión acústica vs desplazamiento.	46
Figura 34. Imágenes SEM: a) Primera falla Lc1, b) Segunda falla Lc2, c) Final de huella de rayado,	47
Figura 35. Mapeos químicos de huella de rayado: a) Hierro, b) Titanio, c) Aluminio, d) Nitrógeno y e) Oxígeno.	47
Figura 36. Primera sección: huellas de ensayo de adherencia en acero H13 con TiAlON.	48
Figura 37. Segunda sección: huellas de ensayo de adherencia en acero H13 con TiAlON.....	49
Figura 38. Prueba de adhesión Rockwell C.	50
Figura 39. Coeficientes de fricción de acero H13 y recubrimiento de TiAlON.	51
Figura 40. Gráficas: a) Perfilometría, b) Coeficientes de desgaste.	52
Figura 41. Pistas de desgaste: a) Acero H13 25 °C b) TiAlON 25°C y c) TiAlON 900°C.	53
Figura 42. Imágenes SEM de pistas de desgaste: a) Acero H13, b) Mapeo químico acero H13, c) TiAlON 25 °C, d) Mapeo químico TiAlON, e) TiAlON 900 °C y f) Mapeo químico TiAlON 900 °C.....	54
Figura 43. Coeficientes de fricción en pruebas a temperatura ambiente (25 °C) y con 200 °C.....	55
Figura 44. Gráficas: a) Perfilometría, b) coeficientes de desgaste.	56

Figura 45. Huellas de desgaste recíprocante: a) Acero H13 y b) Acero H13 con recubrimiento de TiAlON, c) Magnificación zona c y d) Magnificación zona d.....	57
Figura 46. SEM: a) acero H13 TA, b) acero H13 200 °C, c) TiAlON TA y d) TiAlON 200 °C.	58
Figura 47. SEM: a) Acero H13 TA y b) Distribución de oxígeno TA; c) Acero H13 200 °C,	58
Figura 48. SEM: a) TiAlON TA y b) Distribución de oxígeno TA; c) TiAlON 200 °C y d) Distribución de oxígeno 200 °C.....	59
Figura 49. Microestructura acero D2: a) Magnificación x500, b) Magnificación x5000.	60
Figura 50. Análisis EDS, composición química del acero AISI D2.	60
Figura 51. Imágenes SEM: a) espesor y b) superficie del recubrimiento de TiAlON.	61
Figura 52. Gráfica del coeficiente de arrastre-emisión acústica-carga vs desplazamiento.	62
Figura 53. Imágenes SEM: a) Primera falla Lc1, b) Segunda falla Lc2, c) Final de huella de rayado, d) Mapeo químico falla Lc2 y d) Mapeo químico final de huella de rayado.	63
Figura 54. Mapeos químicos de final de huella de rayado: a) Hierro, b) Titanio, c) Aluminio,	63
Figura 55. Primera sección: huellas de ensayo de adherencia en acero D2 con TiAlON.	64
Figura 56. Segunda sección: huellas de ensayo de adherencia en acero D2 con TiAlON.	65
Figura 57. Huella de prueba de adherencia Rockwell C en acero D2 con TiAlON.	66
Figura 58. Coeficientes de fricción en acero D2 y recubrimiento de TiAlON.	67
Figura 59. Gráficas: a) Perfilometría, b) coeficientes de desgaste.	68
Figura 60. Pistas de desgaste: a) Acero D2, b) Acero D2 con TiAlON y c) Acero D2 con TiAlON a 900 °C.	68
Figura 61. Imágenes SEM de pistas de desgaste: a) Acero D2, b) Mapeo químico acero D2, c) TiAlON 25 °C, d) Mapeo químico TiAlON, e) TiAlON 900 °C y f) Mapeo químico TiAlON 900 °C.....	69
Figura 62. Coeficientes de fricción en acero D2 y recubrimiento de TiAlON.	70
Figura 63. Gráficas: a) Perfilometría, b) coeficientes de desgaste.	71
Figura 64. Huellas de desgaste recíprocante: a) Acero AISI D2, b) Acero D2 con recubrimiento de TiAlON, c) Magnificación zona c y d) Magnificación zona d.....	72
Figura 65. SEM: a) Acero D2 TA, b) Acero D2 200 °C, c) TiAlON TA y d) TiAlON 200 °C.	73
Figura 66. SEM: a) D2 TA y b) Distribución de oxígeno TA; c) D2 200 °C, d) Distribución de oxígeno 200 °C.....	74

Figura 67. SEM: a) TiAlON TA y b) Distribución de oxígeno TA; c) TiAlON 200 °C,	75
Figura 68. Gráficas: a) rugosidad, b) dureza, c) carga crítica Lc1, d) carga crítica Lc2.....	76
Figura 69. Coeficientes de fricción de pruebas de perno sobre disco.	77
Figura 70. Coeficientes de fricción de pruebas de deslizamiento recíprocante.	78

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Aplicaciones comunes en la industria de los recubrimientos depositados por PVD [48].	17
Tabla 2. Cantidad de pruebas experimentales.	30
Tabla 3. Composición química del recubrimiento de TiAlON.	39
Tabla 4. Propiedades del acero H13 y del recubrimiento de TiAlON.	45
Tabla 5. Propiedades de acero D2 y recubrimiento de TiAlON.	61
Tabla 6. Mecanismos de desgaste en pruebas de perno sobre disco.	78
Tabla 7. Mecanismos de desgaste en pruebas de deslizamiento recíprocante.	79

RESUMEN

El presente trabajo de investigación se realizó con la finalidad de evaluar y caracterizar las propiedades tribológicas del recubrimiento de Oxinitruro de Titanio Aluminio (TiAlON), aplicado por el método de deposición física de vapor PVD por arco catódico, la finalidad es conocer la resistencia al desgaste y la estabilidad térmica de este recubrimiento para poder aplicarlo en herramientas de corte para aumentar la vida útil y eficiencia de corte. El recubrimiento se depositó en sustratos de acero grado herramienta AISI H13 y D2. Se caracterizaron las superficies de los recubrimientos antes y después de las pruebas mediante estudios SEM, EDS, rugosidad, perfilometría, microindentación, nanoindentación y difracción de rayos X. Se realizaron pruebas de adhesión usando el método de prueba estándar para modos de resistencia de adhesión y falla mecánica de recubrimientos duros mediante prueba cuantitativa de rayadura de punto único bajo la norma ASTM C1624. Se realizaron pruebas de desgaste por deslizamiento perno sobre disco y desgaste por movimiento recíprocante bola sobre plano, en base a las normas ASTM G-99 y G-133, respectivamente.

ABSTRACT

The present research work was carried out with the purpose of evaluating and characterizing the tribological properties of the Titanium Aluminum Oxinitride (TiAlON) coating, applied by the PVD physical vapor deposition method by cathodic arc, the purpose is to know the wear resistance and the thermal stability of this coating to be able to apply it to cutting tools to increase useful life and cutting efficiency. The coating was deposited on AISI H13 and D2 tool grade steel specimens. The surfaces of the coatings were characterized before and after testing by SEM, EDS, roughness, profilometry, microindentation, nanoindentation and X-ray diffraction studies. Adhesion tests were performed using the standard test method for adhesion strength modes and mechanical failure of hard coatings by quantitative single point scratch test under ASTM C1624. Wear tests were carried out by sliding bolt on disc and wear by reciprocating movement of ball on plane, based on ASTM G-99 and G-133 standards, respectively.

CAPITULO I. INTRODUCCIÓN

1.1. Planteamiento del problema y justificación

Los requisitos de la industria relacionados con el aumento de la eficiencia y la velocidad de los procesos de maquinado hacen que el problema de la durabilidad y la fiabilidad de las herramientas de corte sea extremadamente importante. El daño severo por desgaste en herramientas de corte usados en el sector industrial, causa pérdidas de eficiencia y en última instancia puede ocasionar el paro de la planta o interrupción del servicio. Hasta la fecha, encontrar mejores soluciones para la protección de herramientas de corte para aumentar la vida útil sigue siendo un tema importante. Para mejorar la vida útil de estos componentes se han aplicado recubrimientos duros para disminuir el desgaste. El desgaste y el daño de las herramientas de corte constituye una contribución significativa a los costos de producción. En la actualidad, se estima que los costos de las herramientas pueden constituir incluso del 8 al 15% de los costos totales de producción [1]. El PVD (Physical Vapour Deposition) es una de las técnicas englobadas en la ingeniería de superficies, una de las más extensas en la industria manufacturera, ya que permite mejorar propiedades superficiales tales como la dureza, la resistencia al desgaste y el coeficiente de fricción. La industria del maquinado y conformado, sigue siendo uno de los principales ámbitos de aplicación de recubrimientos de tipo PVD. A medida que los procesos de fabricación han ido evolucionando, cada vez son más exigentes los requerimientos que los recubrimientos deben cumplir: mayor dureza, mejor adherencia, mayor resistencia al desgaste, mejor comportamiento ante la corrosión y, cada vez más, mayor resistencia a la oxidación a temperaturas elevadas [2]. El PVD permite depositar recubrimientos con composiciones muy variadas, incluso fuera del equilibrio termodinámico [3]. Gracias a sus excelentes propiedades mecánicas, su excelente resistencia al desgaste y a la corrosión, los nitruros ternarios y cuaternarios se han utilizado ampliamente en industrias productivas como la metalurgia, el desarrollo de herramientas de corte y los recubrimientos resistentes a altas temperaturas. Los recubrimientos de nitruro se basan en combinaciones de Ti, Al y Cr, entre otros [4]. Los recubrimientos de TiAlN incrementan la capacidad de carga, reducen la transferencia de material y aumentan la resistencia al desgaste [5], sin embargo, la adición de oxígeno permitirá aplicarlas a mayores temperaturas, el recubrimiento de TiAlON con el contenido de oxígeno adecuado muestra una ligera disminución en la dureza, una mejora en el rendimiento a altas temperaturas y un mejor rendimiento de corte en seco [6]. Las

propiedades de los recubrimientos de oxinitruro están muy influenciadas por la incorporación de oxígeno debido a los enlaces iónicos y metálicos que tienen efecto sobre la oxidación, la estabilidad térmica mejora con la introducción de oxígeno [7]. Las actividades de investigación especiales se concentran en optimizar las propiedades del recubrimiento para mejorar el rendimiento de las herramientas en aplicaciones de corte en seco, debido a la alta temperatura en el filo de la herramienta durante el corte, es importante una alta estabilidad a la oxidación de los recubrimientos [8]. Las temperaturas de corte en seco de algunas herramientas están entre 350 y 950 °C [9], las herramientas de corte se dañan sustancialmente en el flanco y filo debido a severas condiciones de servicio y tiene que ser reemplazadas cuando la herramienta no puede generar el producto deseado [10]. La resistencia a la oxidación a altas temperaturas y la resistencia al desgaste abrasivo son necesarios en la superficie de herramientas de corte y los recubrimientos de oxinitruro son una solución prometedora [11]. El comportamiento tribológico real solo puede determinarse experimentalmente, los estudios tribológicos de recubrimientos duros se realizan mediante ensayos de deslizamiento, principalmente realizando pruebas de rayado (scratch test) y perno sobre disco [12-14], analizando la superficie de la pista desgastada se puede obtener información importante del proceso de desgaste y el comportamiento de adhesión entre el sustrato y el recubrimiento. Este proyecto de investigación pretende aportar conocimiento en el campo de la ingeniería de superficies de los recubrimientos para aplicaciones en herramientas de corte a altas temperaturas. Para ello se estudiará tribológicamente el recubrimiento de TiAlON aplicado por PVD por arco catódico sobre acero grado herramienta AISI H13 y AISI D2.

1.2. Objetivos

1.2.1. Objetivo general

Evaluar y caracterizar las propiedades tribológicas del recubrimiento de TiAlON aplicados por el método de deposición física de vapor (PVD) por arco catódico, con el fin de evaluar su resistencia al desgaste y utilizarlo como recubrimiento en herramientas de corte para aplicaciones a altas temperaturas.

1.2.2. Objetivos específicos

1. Depositar recubrimiento de TiAlON sobre sustratos de acero grado herramienta AISI H13 y AISI D2 por la técnica PVD por arco catódico, para estudiar sus propiedades básicas (estructura cristalina, morfología y composición química) y su influencia en el comportamiento mecánico y la adhesión de las superficies recubiertas.
2. Desarrollar la metodología experimental que permita simular de la manera más cercana posible las condiciones de operación en aplicaciones de herramientas de corte, utilizando los equipos tribológicos de perno sobre disco y reciprocante.
3. Evaluar el comportamiento tribo-corrosivo del recubrimiento de TiAlON, utilizando técnicas complementarias para evaluar y cuantificar el desgaste, tales como microscopía óptica confocal, electrónica de barrido y de transmisión, con el fin de determinar la capacidad de los recubrimientos para ser aplicados como tratamientos superficiales en herramientas de corte.

1.3. Hipótesis

La aplicación de recubrimientos de Oxinitruro de titanio aluminio (TiAlON) sobre materiales metálicos, con el método de deposición física de vapor por arco catódico (PVD), puede mejorar la resistencia al desgaste y aumentar la vida útil de las herramientas de corte, al reducir el uso de líquidos refrigerantes con lo que se impactara favorablemente al medio ambiente.

1.4. Metodología de trabajo

En la figura 1 se muestra el diagrama de flujo de la metodología empleada en la realización de este proyecto. Cada una de las etapas mencionadas se describe posteriormente.

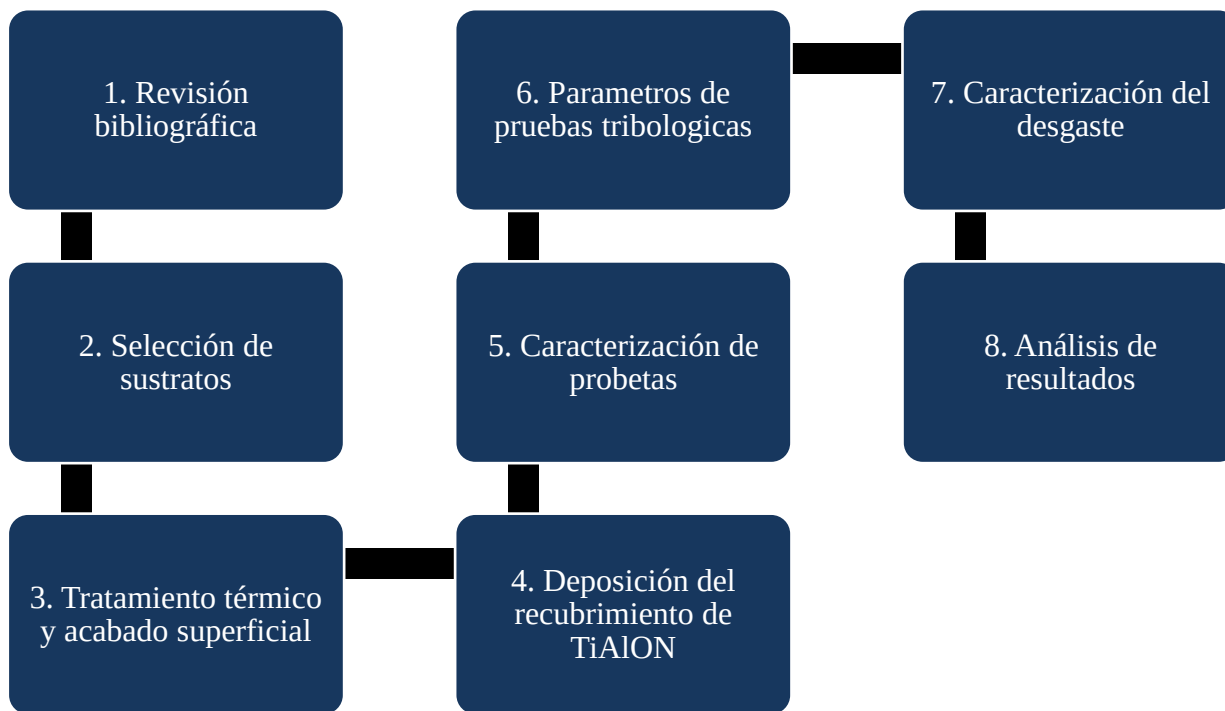


Figura 1. Metodología de trabajo.

1. Revisión bibliográfica: Actualizar los conocimientos a través de la revisión de la literatura sobre trabajos académicos e informes técnicos de la industria de los recubrimientos metálicos de oxinitruro.
2. Selección de sustratos: Investigar acerca de los materiales de acero grado herramienta adecuados para depositar el recubrimiento.
3. Tratamiento térmico y acabado superficial: A las probetas se les aplicara un tratamiento térmico principalmente para eliminar esfuerzos residuales en el material.
4. Deposición del recubrimiento de TiAlON: La aplicación del recubrimiento en las probetas de acero grado herramienta se realizará en un laboratorio del centro de ingeniería y desarrollo industrial CIDESI.
5. Caracterización de probetas: Se caracterizarán las probetas con y sin recubrimiento para determinar su microestructura, composición química, dureza, rugosidad.

6. Parámetros de pruebas tribológicas: Los parámetros de las pruebas de desgaste se establecerán con base a las normas ASTM G-99 Y G-133 para ensayos de perno sobre disco y deslizamiento recíprocante respectivamente.
7. Caracterización del desgaste: Para caracterizar el desgaste se utilizarán técnicas como microcopia óptica, SEM/EDS, perfilometría de contacto y pruebas de adhesión por rayado.
8. Análisis de resultados: Se realizará la discusión de resultados en base a las pruebas realizadas para determinar si el recubrimiento aplicado en sustratos de acero grado herramienta se podrá utilizar para aplicaciones de herramientas de corte.

CAPITULO II. ESTADO DEL ARTE

El acrónimo inglés PVD (Physical Vapour Deposition) engloba toda una familia de técnicas de deposición en vacío en los que la evaporación de un metal por medios físicos se utiliza con el fin de recubrir la superficie de una pieza, modificando de esta manera las propiedades superficiales del material que va a ser tratado.

A continuación, se dan a conocer una serie de investigaciones realizadas que guardan relación con el tema a tratar.

Koskigen et. al. (2014) menciona que los procesos de deposición por arco catódico y evaporación térmica tienen casi un siglo de historia como soluciones técnicas para producir películas delgadas. Sin embargo, también tienen grandes diferencias, como la ionización y la energía cinética de las especies en crecimiento. El mayor problema relacionado con la deposición de arco catódico es la evolución inherente de las micropartículas. Posiblemente, esto ha frenado su desarrollo en comparación con las nuevas tecnologías de deposición recientes, como la pulverización catódica de magnetrón de alta potencia. La evaporación térmica permite un control limitado de la microestructura de la película en crecimiento, lo que ha llevado al desarrollo de varios procesos de deposición asistida por plasma [15]. La pulverización catódica con magnetrón es una forma de deposición física de vapor que se ha aplicado ampliamente para depositar una variedad de recubrimientos destinados a mejorar las propiedades ópticas, resistencia al desgaste, resistencia a la corrosión, resistencia a la fricción, propiedades eléctricas y apariencia, muchas de las cuales son de importancia industrial [16].

Paiva et. al. (2017) encontraron que el desgaste de la herramienta de corte se ve afectado directamente por los fenómenos tribológicos que ocurren entre las superficies de la pieza de trabajo y la herramienta de corte, el rendimiento de la herramienta de corte está fuertemente asociado con las condiciones del proceso de maquinado. Las aleaciones de titanio se utilizan ampliamente para componentes en la industria aeroespacial, debido a su buena combinación de propiedades mecánicas (resistencia a altas temperaturas, alta ductilidad y tenacidad) y resistencia a la corrosión a temperaturas elevadas. Sin embargo, el maquinado de estas aleaciones plantea un desafío debido a las altas temperaturas generadas durante el corte como resultado de la intensa adhesión del material de la pieza a la superficie de la herramienta [17].

Nohava et al. (2015) en su investigación “Caracterización del comportamiento tribológico y mecanismos de desgaste de nuevos recubrimientos PVD de oxinitruro diseñados para aplicaciones a altas temperaturas” realizaron pruebas tribológicas perno sobre disco a temperaturas entre 600 y 800 °C y los resultados se compararon con un recubrimiento convencional de AlTiN. Los recubrimientos AlCrN y AlCrON mostraron una resistencia al desgaste aceptable hasta 600 °C, mientras que, a 800 °C, ambos recubrimientos fallaron. La capacidad de un recubrimiento para resistir la oxidación y retrasar la oxidación del sustrato, junto con una excelente resistencia al desgaste por abrasión, se identificaron como los principales factores que influyen en las tasas de desgaste en condiciones severas a altas temperaturas [18].

Schulz et al. (2001) en su trabajo de investigación “Rendimiento de recubrimientos PVD de óxido en operaciones de corte en seco” muestran el rendimiento de los recubrimientos depositados de Al, O y ZrO en barrenado en seco de fundición de grafito esferoidal de alta resistencia. Se destacan las influencias de la composición de recubrimientos en el comportamiento de desgaste de la herramienta, las fuerzas de corte y el flujo de viruta. Los procesos de corte en seco aumentan la eficiencia económica y al mismo tiempo cumplen con los requisitos ecológicos. Sin embargo, la eliminación de refrigerantes implica la ausencia de sus influencias positivas en el proceso de corte de metales, como la lubricación, la disipación de calor y la evacuación de virutas. Esto conduce a un alto desgaste adhesivo, abrasivo y triboquímico en herramientas de corte. Los materiales de óxido proporcionan una alta resistencia contra el desgaste adhesivo, debido a la alta energía de unión. Además, el coeficiente de fricción puede disminuir al aumentar la temperatura, y se proporciona una alta dureza incluso a temperaturas elevadas [19].

Jingjing et. al. (2017) afirman que los recubrimientos meta estables de Ti-Al-N con estructura cúbica se han utilizado ampliamente como capa protectora para herramientas, matrices, moldes y también componentes mecánicos en la industria automotriz y aeroespacial durante varias décadas debido a sus excelentes propiedades mecánicas en combinación con su resistencia al desgaste, alta estabilidad térmica, resistencia a la oxidación y endurecimiento por envejecimiento [20].

Los recubrimientos multicapa Ti-Al Si-N presentan una alta resistencia al calor en el rango de temperatura de 800 °C. A pesar de valores relativamente altos de los coeficientes de fricción los perfiles de la zona de fricción no mostraron un desgaste notable de los recubrimientos. Los recubrimientos de Ti-Al Si-N son altamente eficientes en la protección de una herramienta de corte

contra la corrosión y el desgaste [21]. Otros estudios experimentales de desgaste perno sobre disco realizados en recubrimientos de TiAlN/Cr-Ni a 400, 500 y 600 °C, mostraron coeficientes de fricción de 0.458, 0.318 y 0.449, respectivamente. En este estudio se observan mecanismos de desgaste por adhesión y por oxidación, además que la menor tasa de desgaste se encontró a los 600 °C [22].

En la investigación de Abdoos et. al. (2019), estudian el espesor del recubrimiento sobre el desgaste de la herramienta en recubrimientos PVD TiAlN, se desarrolló un recubrimiento PVD de bajo esfuerzo de compresión residual utilizando la tecnología de cátodo super fino (SFC) recientemente introducida. Se depositaron tres recubrimientos diferentes de Ti₄₀Al₆₀N de baja compresión con espesores de alrededor de 5, 11 y 17 µm. Los recubrimientos se caracterizaron por difracción de rayos X, prueba de rayado, y nanoindentación. Se encontró que el espesor del recubrimiento afecta significativamente el comportamiento del desgaste de la herramienta de corte y las propiedades mecánicas de los recubrimientos. El recubrimiento de TiAlN SFC multicapa de bajo esfuerzo residual logra mejorar la vida útil de la herramienta y la calidad de la superficie de la pieza de trabajo al disminuir la formación de bordes acumulados y retrasar la exposición al sustrato [23].

Se estudiaron las propiedades del efecto de la superficie del sustrato y las condiciones de deposición de recubrimientos Inconel 625/Cr multicapa PVD mediante XRD, SEM, EDX y pruebas de rayado. Se observó que este recubrimiento tiene una buena capacidad para actuar como barrera contra la corrosión. Los recubrimientos multicapa producen una mejora en la resistencia al rayado, pero no hacen diferencia en la resistencia contra la corrosión [24].

Zhang y Dong en su investigación “Recubrimientos CrAlON CAE-PVD para la oxidación y protección contra el desgaste de aleaciones TZM (Titanio-Zirconio-Molibdeno) en aplicaciones de sinterización rápida, utilizan capas múltiples depositadas por evaporación por arco catódico. Las películas se caracterizaron en términos de su composición, microestructura, propiedades mecánicas y estabilidad térmica en el aire a altas temperaturas entre 800 °C y 1100 °C. Las muestras depositadas tienen una alta dureza, entre 25 y 30 GPa, que son estables incluso después del recocido a 1000 °C. Los resultados experimentales muestran que las formulaciones de recubrimiento a base de óxido pueden proteger las herramientas contra el desgaste, la adherencia y la oxidación de sus superficies [25].

Chim, et al. en su investigación de “Resistencia a la oxidación de los recubrimientos de TiN, CrN, TiAlN y CrAlN depositados mediante arco catódico de rotación lateral. Estudiaron recubrimientos depositados que fueron recocidos en atmósfera ambiente a diferentes temperaturas (500-1000 °C) durante 1 h. Se descubrió que los recubrimientos ternarios de TiAlN y CrAlN tienen mejor resistencia a la oxidación que sus contrapartes binarias, los recubrimientos de TiN y CrN. El recubrimiento de TiN comenzó a oxidarse a 500 °C. Después del recocido a 800 °C, el recubrimiento se delaminó completamente del sustrato. El recubrimiento de TiAlN comenzó a oxidarse a 600°C. Los recubrimientos a base de Ti (TiN y TiAlN) no pudieron retener su dureza a temperaturas más altas (≥ 700 ° C) [26].

Hsieh, et al. en el trabajo de investigación de “Efectos de los parámetros de deposición sobre la estructura y las propiedades mecánicas de las películas de nitruro de aleación de alta entropía”. En este trabajo prepararon películas de alta entropía AlCrNbSiTiV utilizando pulverización catódica de magnetrón reactiva de corriente continua (CC), con un objetivo de aleación AlCrNbSiTiV equiatómico. Las muestras con recubrimiento de película AlCrNbSiTiV exhiben buena resistencia adhesiva. Se usó la prueba de indentación Rockwell C, la indentación es clara y suave, excepto por algunas grietas radiales que se inician desde el centro de la indentación, por lo tanto, las muestras recubiertas con películas AlCrNbSiTiV tienen una buena fuerza de adhesión [27].

Ali, et al. desarrollaron el trabajo “Efecto de los parámetros de PVD por arco catódico sobre la rugosidad del recubrimiento de TiN en el sustrato de acero”, investigaron la rugosidad de la superficie en función de la velocidad de deposición, el ángulo y la temperatura del sustrato, la velocidad de flujo de nitrógeno y el grabado de iones metálicos. El estudio mostró que el aumento de la rugosidad de la superficie depende principalmente de la condición de la preparación de la muestra, el tratamiento de la superficie, las microgotas, los defectos de picadura, los defectos de crecimiento y, en menor medida, la selección de la superficie. Se observó que el grabado con iones de cromo redujo significativamente la rugosidad de la superficie en comparación con el grabado con iones de titanio. El aumento de la rugosidad de la superficie, resultante de la deposición de los recubrimientos de TiN, debe atribuirse al carácter del proceso PVD del arco catódico y a la aparición de las microgotas características. Nuevamente, la variación en la rugosidad de la superficie se debe a la deposición de las gotas de titanio puro, y los hoyos se desarrollan debido a

la caída de las micropartículas de titanio, inmediatamente después de que se completa el proceso de deposición del recubrimiento [28].

Xie y Hawthorne en el desarrollo de la investigación “Efecto de la geometría de contacto en los modos de falla de recubrimientos delgados en la prueba de adherencia por rayado” demuestran, teórica y experimentalmente, que es muy probable que el esfuerzo de flexión inducido por la penetración provoque fallas cohesivas, por lo tanto, la adhesión de un recubrimiento al sustrato no puede evaluarse en muchas pruebas de adherencia por rayado. Para evaluar recubrimientos con buena adherencia al sustrato, el radio del penetrador Rockwell C, más comúnmente usado, puede no ser lo suficientemente grande. Este análisis teórico y la investigación experimental han descubierto que el modo de falla de un recubrimiento delgado y duro sobre un sustrato dúctil en el ensayo de adhesión al rayado está controlado por la geometría del penetrador de rayaduras. Cuanto más agudo es el penetrador, más severo es el campo de tensión de flexión [29].

La fase hexagonal en recubrimientos PVD de arco AlTiN tiene un efecto en el comportamiento al desgaste al aumentar el contenido de aluminio y la fuerza del campo de dirección magnética. Los recubrimientos se depositaron en una atmósfera de nitrógeno puro a una presión de 3.5 Pa y una corriente de cátodo de 200 A. El voltaje de polarización del sustrato se fijó en -60 V. La temperatura en la cámara se mantuvo constante a 500 °C controlada por termopares. Se utilizaron cátodos pulvimetalúrgicos AlTi con un diámetro de 120 mm. El tiempo de deposición se mantuvo constante a 150 min. Los recubrimientos de AlTiN se depositaron por arco PVD sobre muestras de carburo con variación del contenido de Al. Se descubrió que una dureza reducida no significa una disminución inmediata de la resistencia al desgaste. Una cierta proporción de fase blanda puede ayudar a mejorar la resistencia al agrietamiento [30].

La vida útil y el desgaste prematuro de las herramientas de maquinado repercuten en la eficiencia y la productividad de la fabricación. Una proporción significativa de los daños de las herramientas de maquinado se puede atribuir al desgaste de los componentes. El nitrato de titanio y aluminio (TiAlN) multicapa con diboruro de titanio (TiB₂) preparado mediante pulverización catódica de PVD sobre sustratos H13 se estudian como posibles recubrimientos resistentes al desgaste para aplicaciones de matrices de forja. Las pruebas de desgaste bidireccionales revelan que las bicapas con espesores superiores a 1 µm tienen coeficientes de fricción que son aproximadamente un 50%

más bajos que aquellos donde la bicapa mide menos de 1 μm . Esto se debe a la mayor capacidad de las bicapas más gruesas para distribuir uniformemente la tensión dentro de las capas [31].

Los recubrimientos de nitruro de aluminio y cromo (AlCrN) y los recubrimientos de oxinitruro de aluminio y cromo (AlCrON) se depositan por arco catódico con polarización pulsada. Pruebas experimentales realizados en estos recubrimientos indican que los recubrimientos de AlCrN y AlCrON tienen un coeficiente de fricción más bajo contra la bola del rodamiento AISI 52100 en condiciones secas que el recubrimiento de CrN. La dureza del recubrimiento de AlCrN está en el rango de 30 GPa, dos veces más alta que la del recubrimiento AlCrON. El recubrimiento AlCrON presenta mejor estabilidad térmica [32].

Los recubrimientos de AlCrN y AlCrON depositados sobre aceros H13 nitrurados con plasma a través de un recubrimiento de iones de arco mejorado con fuente de iones muestran buenas propiedades contra el desgaste. Tras la adición de una capa fina de AlCrON, la dureza del recubrimiento de AlCrN/AlCrON disminuyó ligeramente de aproximadamente 30.5 GPa a 28.6 GPa, y la estabilidad térmica mejoró después del recocido a 700°C. Ambos recubrimientos exhibieron una excelente resistencia al desgaste a temperatura ambiente, mientras que todo proceso de desgaste involucró una combinación de mecanismos de desgaste, incluyendo abrasión severa y oxidación a una temperatura elevada. El recubrimiento de oxinitruro bicapa de AlCrON presenta una mayor resistencia al desgaste que el recubrimiento de AlCrN debido a una densa capa antioxidante y una mejor adhesión a alta temperatura, lo que lo hace adecuado para recubrimientos de protección de herramientas de corte principalmente en troqueles [33].

Las actividades de investigación se concentran en optimizar las propiedades del recubrimiento para mejorar el rendimiento de la herramienta para aplicaciones de corte en húmedo y en seco. En particular, en el maquinado en seco se pueden alcanzar altas temperaturas en el filo de la herramienta durante el corte, y para ello es crucial una alta estabilidad a la oxidación del recubrimiento [8]. Las temperaturas de corte en seco en algunos casos son mayores a 1000 °C [29, 34]. Durante el maquinado del acero se producen cargas térmicas y mecánicas en el filo de corte de la herramienta. Esto provoca graves daños en el filo de las herramientas por desgaste abrasivo y adhesivo, así como por oxidación [35]. En consecuencia, se necesita resistencia contra la oxidación a alta temperatura y superficies que resistan el desgaste abrasivo y los recubrimientos de oxinitruros que sean estables a altas temperaturas son candidatos prometedores.

Una estrategia de diseño que permite la aplicación del recubrimiento a temperaturas más altas es la adición de oxígeno a la red de nitruro, produciendo así oxinitruro de titanio y aluminio (TiAlON). Este oxinitruro de TiAlON, con un contenido adecuado de oxígeno, mejora el rendimiento de corte en seco y a alta temperatura, sin embargo, también provoca una ligera disminución en el módulo elástico y la dureza (o aumento de la ductilidad) en comparación con el TiAlN [36]. El recubrimiento TiAlON se ha convertido en un candidato resistente al desgaste para aplicaciones de corte de metales debido a su resistencia mejorada a la oxidación a altas temperaturas, mejor resistencia al desgaste químico, endurecimiento de aleaciones y tamaño de grano endurecido [37]. La incorporación de oxígeno influye en las propiedades de los recubrimientos de oxinitruro debido a la formación de enlaces iónicos y metálicos que aumentan la estabilidad térmica y tienen un efecto positivo sobre la oxidación [38], que es uno de los factores clave que determinan el rendimiento de los recubrimientos protectores en secciones calientes de herramientas de corte. El impacto del contenido de O en la estabilidad térmica de los recubrimientos de TiAlON ha sido estudiado previamente, encontrándose una mejor estabilidad térmica de TiAlON en comparación con TiAlN, revelando un proceso de descomposición térmica retrasado al aumentar la energía de activación de difusión de Al causada por la incorporación de O en la estructura cúbica centrada en la cara [39]. Sin embargo, existe escasa información sobre el comportamiento tribológico del recubrimiento de TiAlON a altas temperaturas. Los autores informaron de un análisis comparativo sobre el comportamiento tribológico de c-AlTiN frente a c-AlTiON realizando experimentos de bola sobre disco solo a 750 °C, e informaron que la naturaleza de los óxidos afectó fuertemente el comportamiento tribológico del recubrimiento. La mejor respuesta tribológica del recubrimiento de TiAlON se relacionó únicamente con la resistencia a la oxidación de este oxinitruro [39]. La tribología a alta temperatura (cerca de 900 °C) de nitruros basados en recubrimientos de TiAlN es un proceso altamente dinámico y cíclico que involucra oxidación constante, formación de alúmina y TiO₂ estables [40].

En general, el comportamiento tribológico a alta temperatura que involucra nitruros y oxinitruros es muy complejo y necesita más explicación. El objetivo de esta investigación es correlacionar las características microestructurales y la respuesta tribológica a alta temperatura de los recubrimientos de TiAlON depositados sobre acero grado herramienta AISI H13 y AISI D2 mediante arco catódico.

CAPITULO III. MARCO TEORICO

3.1. Tribología

La palabra tribología, se deriva del griego “tribos” cuyo significado es rozamiento o fricción y logos, estudio o tratado. Por ello, desde el punto de vista etimológico, se define como el estudio o tratado de los fenómenos de la frotación o fricción. Sin embargo, un grupo de científicos del Ministerio Británico de Ciencia y Educación, encabezado por el Prof. Peter Jost, en 1966, la definió como: “La ciencia y tecnología que estudia los sólidos que se encuentran en contacto y movimiento relativo, así como los fenómenos que de ello se derivan”. En consecuencia, la fricción, el desgaste, y la lubricación son áreas importantes en dicha ciencia. Para el estudio de la tribología, esta se ve apoyada por otras ciencias, como ciencia de los materiales, física, ingeniería mecánica y química. Es necesario, estudiar tanto las características como las condiciones en que se lleva a cabo las interacciones de las superficies de los pares mecánicos, a este entorno, se le conoce como tribosistema [41].

3.2. Tipos de desgaste

En un sistema tribológico, al desgaste se le considera como todo material removido o indeseablemente desplazado por efecto de las superficies interactuantes, dentro del medio ambiente en el que trabajan. También se le define como el daño de la superficie o la remoción de material de una o ambas superficies sólidas en movimiento relativo, ya sea por deslizamiento, rodamiento o impacto. Primeramente, el material en la superficie de contacto es desplazado por lo que las propiedades del sólido, cerca de la misma, se alteran, pero muy poco o nada de material se pierde. Posteriormente, el material puede ser removido de la superficie, es decir, se transfiere a la otra superficie, o bien, puede perderse como un residuo de desgaste conocido como debris. Existen diferentes tipos de mecanismos de desgaste, los cuales habitualmente actúan en forma combinada sobre los sistemas tribológicos, denominados tribosistemas. Estos son: Desgaste por adhesión, desgaste por erosión, desgaste por fatiga, desgaste por corrosión y desgaste de abrasión [42].

3.2.1. Desgaste abrasivo

El desgaste abrasivo se produce cuando las asperezas de una superficie dura, o partículas duras, se deslizan sobre una superficie de igual o menor dureza causando deformación plástica o removiendo

material. Se puede decir que existen dos tipos de desgaste abrasivo: desgaste abrasivo de dos y tres cuerpos, como se muestra en la figura 2. En la abrasión por dos cuerpos, las asperezas de una superficie dura (o partículas duras) se deslizan sobre una superficie de menor dureza. Lo anterior se puede ejemplificar con la acción del pulido de una superficie. En la abrasión por tres cuerpos, la superficie dura es un tercer cuerpo, generalmente partículas pequeñas de abrasivo atrapadas entre dos superficies, siendo dichas partículas abrasivas lo suficientemente duras para desgastar una o ambas de las superficies de contacto [43].

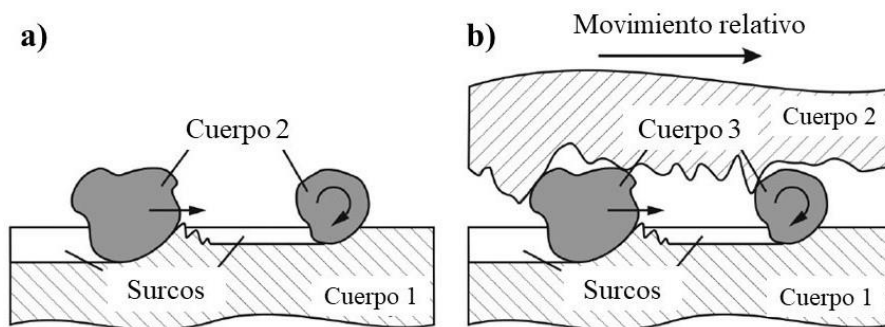


Figura 2. Proceso de desgaste abrasivo: a) abrasión de dos cuerpos, b) abrasión de tres cuerpos [44].

3.2.2. Desgaste adhesivo

También conocido como desgaste por deslizamiento, el desgaste adhesivo se produce cuando dos superficies se deslizan una contra otra bajo presión, como se muestra en la figura 3. La adhesión se produce por el contacto entre asperezas en la interface, al ser cizalladas por deslizamiento, lo que puede resultar en el desprendimiento de un fragmento de una de las superficies adhiriéndose a la contraparte. A medida que el deslizamiento continúa, los fragmentos transferidos podrían desprenderse de la superficie sobre la que se adhirieron y ser transferidos nuevamente a la superficie original [43].

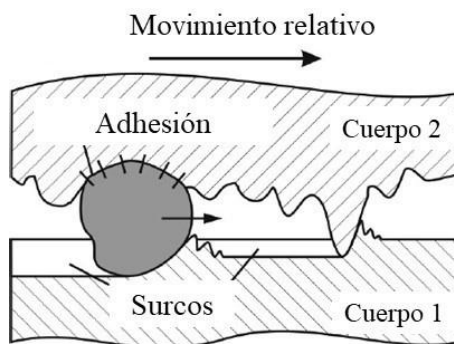


Figura 3. Proceso de desgaste adhesivo [43].

3.2.3. Desgaste por fatiga

Es el desprendimiento de material como resultado de variaciones de esfuerzos cíclicos. Surge por concentración de esfuerzos mayores a los que puede soportar el material. Este tipo de desgaste incluye dislocaciones, formación de cavidades y grietas. La fatiga superficial se puede observar durante el rodamiento o deslizamiento cíclico de dos superficies. Los ciclos continuos de carga y descarga a los que se encuentran expuestos los materiales pueden inducir la formación de grietas superficiales, con lo cual, después de un número crítico de ciclos (cientos, miles o incluso millones de ciclos) dará como resultado el desprendimiento de fragmentos de material, dejando grandes cavidades o picaduras en la superficie como se muestra en la figura 4 [43].

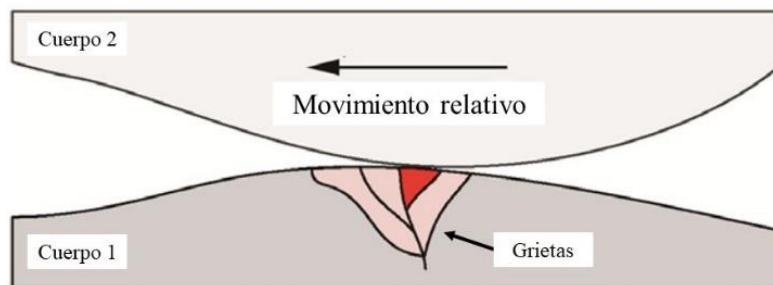


Figura 4. Proceso de desgaste por fatiga [45].

3.2.4. Desgaste por erosión

Es la pérdida de material de una superficie sólida ocasionada por la corriente de un fluido el cual contiene partículas sólidas como se muestra en la figura 5. Si no hay partículas presentes, la erosión también puede ocurrir, tal como en la erosión por lluvia y la cavitación. Este tipo de desgaste es común en turbinas de gas, tubos de escape y motores [43].

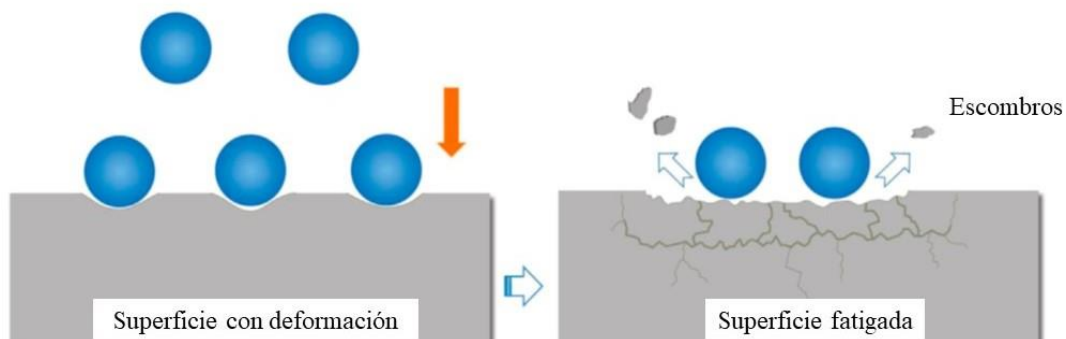


Figura 5. Proceso de desgaste por erosión [46].

3.2.5. Desgaste por corrosión

Es el proceso en el cual se presentan reacciones químicas o electroquímicas con el ambiente, principalmente con la humedad, formando una capa de óxido en la superficie del material, seguido de la eliminación por abrasión, fatiga o erosión de dicha capa, como se muestra en la figura 6 [43].

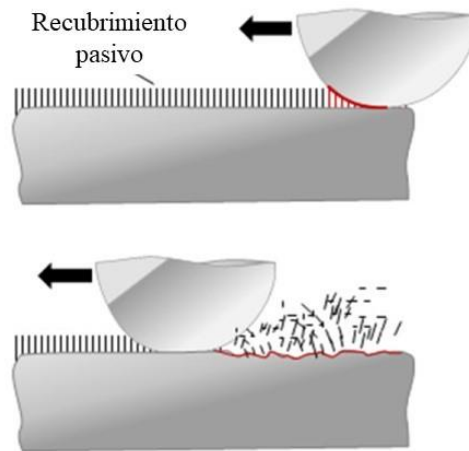


Figura 6. Desgaste corrosivo donde el deslizamiento rompe el recubrimiento pasivo exponiéndolo a ambientes corrosivos [47].

3.3. Deposición Física de Vapor PVD

El acrónimo inglés PVD (Physical Vapour Deposition) engloba toda una familia de técnicas de deposición en vacío en las que la evaporación de un metal por medios físicos se utiliza con el fin de recubrir la superficie de una pieza, modificando de esta manera las propiedades mecánicas y tribológicas. Los recubrimientos duros se depositan sobre herramientas de arranque de viruta aumentando así el rendimiento de mecanizado e incrementando su vida útil. Para aplicaciones de conformado en las que se emplean matrices, moldes y otros elementos, la disminución del coeficiente de fricción y el mantenimiento de un buen acabado superficial permite mejoras del proceso asociadas a la disminución de grietas y problemas de microsoldadura, incluso en las zonas de mayor carga mecánica, donde el material tiene tendencia a acumularse o estirarse. En la Tabla 1 se muestran algunos campos donde los recubrimientos PVD están presentes [48].

Tabla 1. Aplicaciones comunes en la industria de los recubrimientos depositados por PVD [48].

Recubrimientos	Ejemplos	Aplicación	Ejemplos
Duros y ultraduros	TiN, TiCN, TiAlN.	Desgaste, corrosión.	Matrices, punzones.
Tribológicos	MoS ₂ , DLC.	Fricción.	Rodamientos, componentes mecánicos.
Decorativos	Ti, TiN, TiO ₂ , CrN.	Apariencia, desgaste.	Grifería, cerámicas.
Biomédicos	TiN, CrN, TiO ₂ .	Biocompatibilidad.	Protesis, implantes.
Ópticos, electrónicos.	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , SiC.	Óptica, electrónica.	Lentes, circuitos.

3.3.1. Evaporación

Los métodos de evaporación térmica incluyen el caso simple de emisión en la fuente calentada del material que se condensa en el sustrato frío. La fuente puede ser un cable refractivo o un crisol calentado eléctricamente y que contiene el material a evaporar. La velocidad de evaporación está determinada por la presión de vapor del material fuente a la temperatura de evaporación. El calentamiento del crisol típico de tungsteno permite alcanzar 2800 K, lo que proporciona presiones de vapor suficientes de la mayoría de los metales. Es necesaria una cámara de deposición bajo alto vacío ($<10^{-2}$ Pa) para evitar la oxidación de la fuente. Para evitar la reacción nociva entre la fuente y el crisol, el calentamiento puede realizarse rápidamente y el proceso se conoce como evaporación instantánea. Las propiedades de las películas depositadas suelen ser diferentes si se evaporan térmica o instantáneamente. El calentamiento inductivo del crisol también es posible. La evaporación térmica de materiales altamente sensibles, en particular en ultra alto vacío (UHV) ($<10^{-6}$ Pa), se logra mediante calentamiento por haz de electrones (e-beam) como se muestra en la figura 7. Las fuentes de haz de electrones se generan por emisión termoiónica o por cátodos de efecto de campo. Cada proceso de evaporación puede ser asistido por plasma, microondas o resonancia electrónica, para influir en la tasa de deposición o las propiedades de los materiales que se condensan en el sustrato [49].

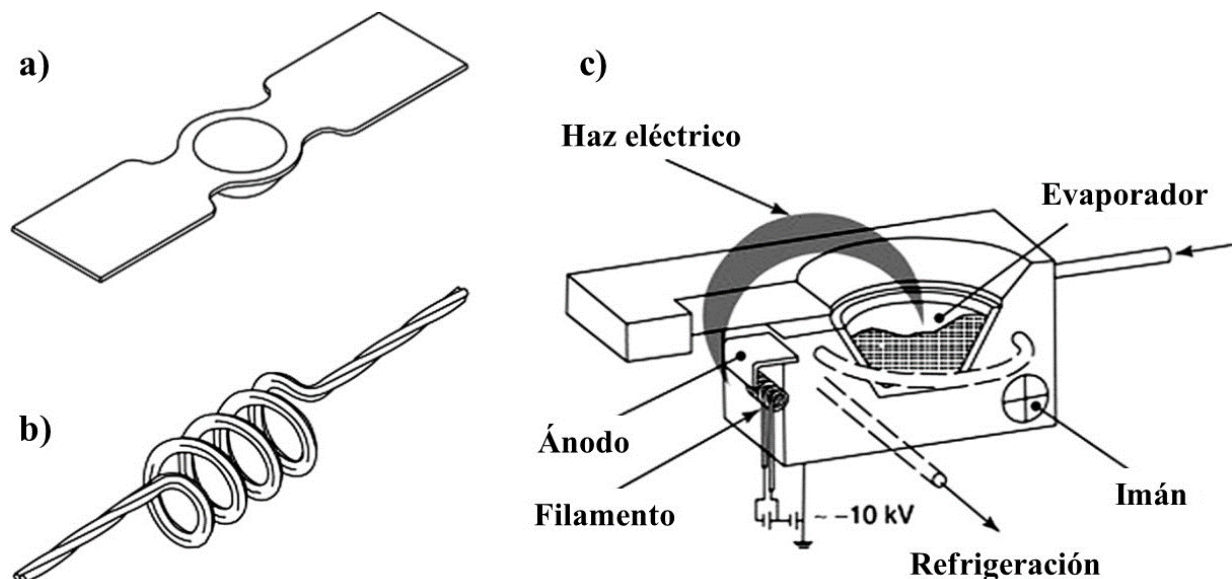


Figura 7. Evaporación térmica: diseño básico de fuentes de evaporación; (a) crisol, (b) alambre retorcido y (c) evaporador de haz de electrones [49].

3.3.2. Arco catódico

La deposición de arco catódico tiene lugar entre dos electrodos metálicos en vacío (1 Pa). Un arco catódico es una descarga de plasma de baja tensión y alta corriente. El proceso puede hacerse reactivo mediante la introducción de un gas reactivo, por ejemplo, nitrógeno, en el plasma de argón. La corriente de arco se concentra en el cátodo en sitios discretos llamados puntos de cátodo de 1-10 μm de tamaño. La corriente transportada por un punto catódico alcanza 1-10 A. Una corriente típica de descarga de arco de unos 100 A da lugar a un plasma denso de material catódico. El equipo se extiende desde unos pocos cátodos milimétricos hasta plantas típicamente grandes de un tamaño de metro con fuentes de alimentación adecuadas como se muestra en la figura 8. El material extraído puede estar en forma de átomos o moléculas, o gotas metálicas rápidamente solidificadas de 1-10 μm de diámetro. Este proceso es una de las técnicas más utilizadas industrialmente y es adecuado, por ejemplo, para recubrimientos de TiN [49].

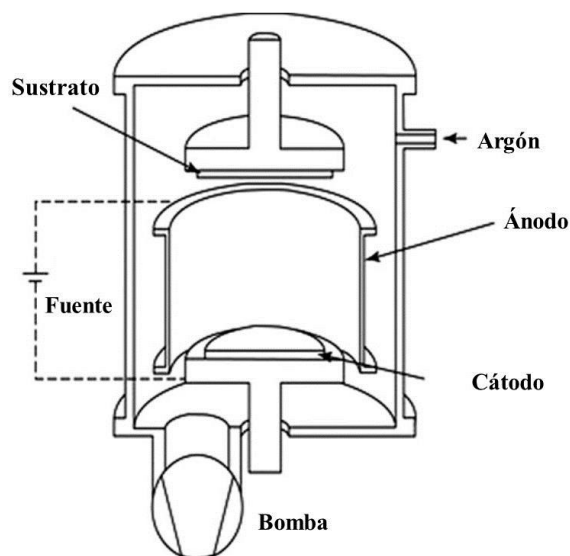


Figura 8. Reactor para deposición de arco catódico [49].

Los iones pueden dirigirse o acelerarse hacia las partes a recubrir. Esto, a su vez, puede proporcionar una mejor adhesión, densidad de película y estequiometría de composición en el caso de recubrimientos compuestos. Los iones generados por el arco catódico tienen altos valores de energía cinética natural en el rango de 20-200 eV, lo que conduce a una mayor movilidad de la superficie durante el proceso de deposición e incluso la suplantación de iones. En muchos casos, se logran recubrimientos densos incluso cuando los iones llegan a ángulos no normales. Una ventaja importante del proceso de arco catódico es la formación de una gran cantidad de iones del material del cátodo. Esto contrasta con otras técnicas físicas de deposición de vapor, como la pulverización catódica con magnetrón y la evaporación por haz de electrones, en las que las especies de depósito que forman el recubrimiento son principalmente átomos neutros. En muchos casos, los iones generados por el arco catódico están cargados de forma múltiple y con una energía cinética casi óptima para formar recubrimientos densos y adherentes en formas complejas. A diferencia de la pulverización catódica por magnetrón y la evaporación por haz de electrones, donde la distribución de los átomos de deposición que forman el recubrimiento es principalmente neutra, las partículas cargadas producidas por el proceso de arco catódico se pueden controlar tanto con respecto a la ruta tomada desde el cátodo de arco hasta la pieza que se está recubriendo y la energía cinética con la que golpean la pieza [50].

La técnica de arco catódico consiste en aplicar un arco de elevada corriente y bajo voltaje en la superficie de un cátodo, o blanco, dando lugar a la sublimación del material en dicho punto, creando

un cráter como se muestra en la figura 9. Dicho arco solo permanece activo por un periodo de tiempo muy corto y se autoextingue, activándose de nuevo en una zona cercana a la del cráter anterior. El material evaporado lo hace en forma de vapor neutro, iones y macropartículas, generando un plasma altamente ionizado (30 % – 100 %). La elevada ionización del plasma permite polarizar el sustrato, pudiendo hacer un uso eficiente de un bias (potencial negativo) sobre el sustrato. Además, la elevada energía del plasma influye en la nucleación y crecimiento del recubrimiento, dando lugar a microestructuras densas y bien adheridas [51].

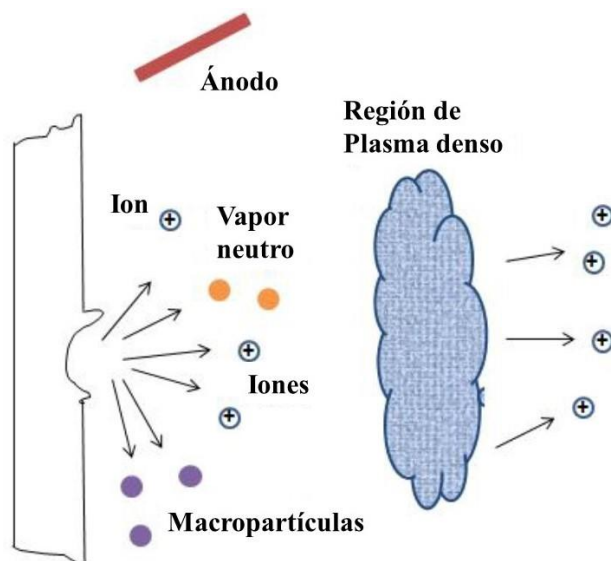


Figura 9. Diagrama del cráter formado por el arco en el cátodo y generación de plasma [51].

3.3.3. Recubrimientos resistentes a temperaturas elevadas

La búsqueda de recubrimientos PVD que resistan temperaturas elevadas ha seguido principalmente dos vías: por un lado, el desarrollo de recubrimientos basados en nitruros de titanio y cromo aleados con Al, Si y otros elementos, manteniendo, e incluso mejorando considerablemente en algunos casos, las propiedades mecánicas y tribológicas del TiN y el CrN; por otro lado, el desarrollo de recubrimientos basados en óxidos protectores.

3.3.4. Recubrimientos basados en óxidos

Otra vía para la obtención de recubrimientos duros con elevada resistencia a la oxidación y estabilidad térmica es la deposición de compuestos óxidos. Para aplicaciones relativas al sector de las herramientas de mecanizado habitualmente se utiliza la técnica CVD para obtener alúmina,

cromia y zirconia, ya que permite sintetizar capas de óxidos ultraduros y grandes espesores. Dicha técnica tiene la limitación de que no todos los sustratos resisten las elevadas temperaturas a las que se depositan los recubrimientos. De ahí que se hayan desarrollado este tipo de recubrimientos por PVD a temperaturas menores. La alúmina, Al_2O_3 , es uno de los óxidos más empleados en la industria, ya que presenta varias estructuras polimorfas con propiedades distintas entre sí, lo que la hace interesante para aplicaciones industriales muy diversas, tanto como material estructural como en forma de recubrimiento [52].

3.4. Modelo de estructuras de zonas

El modelo de estructura de zonas (SZM por sus siglas en inglés) ayuda a relacionar la microestructura de un recubrimiento con los parámetros de depósito. A pesar de que se han desarrollado diversos modelos, en los procesos de sputtering uno de los más aceptados es el modelo propuesto por Thornton. Este modelo relaciona la presión del proceso con la temperatura homologada (T/T_m), donde T es la temperatura del sustrato y T_m es la temperatura de fusión del recubrimiento. Como se observa en la figura 10, el modelo identifica cuatro zonas según su microestructura. La zona I o zona de baja temperatura ($0 < T/T_m < 0.1$) está caracterizada por límites de grano vacíos, resultado de un efecto sombra durante el crecimiento del recubrimiento. El efecto sombra se atribuye a la reducida movilidad de los átomos, que puede ser al mismo tiempo favorecida por la rugosidad del sustrato. En una superficie rugosa, los puntos más altos recogen mayor número de partículas que los valles o puntos más bajos. La zona T o zona de transición ($0.1 < T/T_m < 0.3$) muestra una morfología fibrosa densamente empaquetada. Esta morfología presenta buenas propiedades mecánicas y eléctricas. La zona II ($0.3 < T/T_m < 0.5$) registra un crecimiento columnar denso, motivado por la difusión superficial de los átomos. La zona III ($0.5 < T/T_m < 1$), se favorece por los procesos de difusión y cristalización motivados por la alta energía que poseen los átomos. Se caracteriza por la presencia de granos equiaxiales de gran tamaño. En los sistemas de sputtering reactivo, la presencia del gas puede influenciar el crecimiento, la estructura, la morfología y las propiedades de los recubrimientos debido al cambio en la movilidad superficial de los átomos. Incluso, pueden llegar a presentarse estructuras columnares en altas temperaturas de depósito [53].

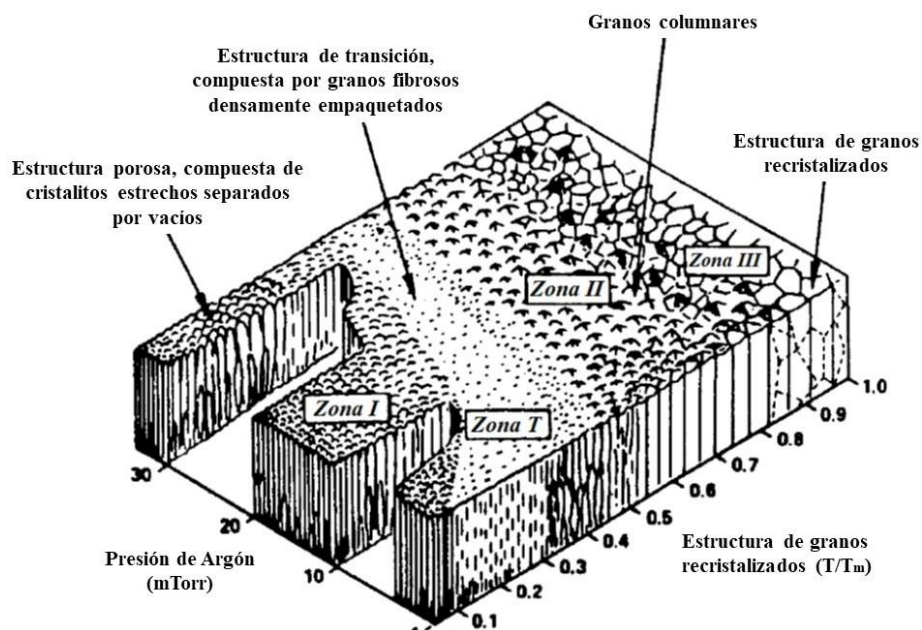


Figura 10. Diagrama de Thornton [53].

3.5. Normas para pruebas de desgaste

Las pruebas de desgaste tribológico son importantes para evaluar la resistencia al desgaste de materiales y lubricantes. A continuación, se dan a conocer las normas que se utilizarán para la evaluación de la resistencia al desgaste del recubrimiento de TiAlON.

3.5.1. ASTM C-1624 Método de prueba de adherencia por rayado dinámico

Este método de prueba cubre la determinación de la fuerza de adhesión práctica y los modos de falla mecánica de recubrimientos cerámicos duros (Vickers Dureza HV = 5 GPa o más), delgados (30 μm) sobre sustratos metálicos y cerámicos a temperatura ambiente. Estos recubrimientos cerámicos se usan comúnmente para resistencia al desgaste por abrasión, protección contra la oxidación y mejora del rendimiento funcional (óptico, magnético, electrónico, biológico). Esta prueba consiste en producir y evaluar el daño controlado en un recubrimiento cerámico duro por acción de rayaduras de un solo punto como se muestra en la figura 11. El rayado se desarrolla en una muestra de prueba recubierta, utilizando un lápiz de diamante de geometría y tamaño de punta definidos (Rockwell C, radio de 200 μm) a través de la superficie plana de la muestra a una velocidad constante y una fuerza normal controlada y medida (constante o progresivamente creciente). Con el aumento de la fuerza normal aplicada, el pin produce daños mecánicos

progresivos en el recubrimiento y el sustrato a través de la combinación compleja de tensiones de indentación elástica/plástica, fuerzas de fricción y tensiones internas residuales en el sistema de recubrimiento/sustrato.

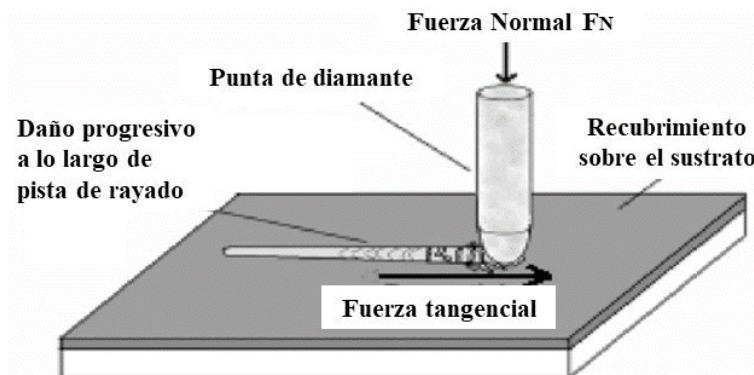


Figura 11. Esquema del método de prueba de rayado [54].

Los niveles y tipos específicos de daño progresivo en el rayado son evaluados y asociados con las fuerzas normales aplicadas del pin. La fuerza normal que produce un tipo/nivel de daño específico, definido y reproducible se define como una carga de rayado crítica (LC). Para un sistema dado de recubrimiento-sustrato, se pueden definir una o más cargas de rayado críticas (LCN) diferentes para niveles progresivos de daño de recubrimiento definido.

El daño del recubrimiento se evalúa mediante microscopía óptica o microscopía electrónica de barrido, o ambas, durante o después de la prueba de rayado. La fuerza tangencial y las señales de emisión acústica también pueden medirse y registrarse durante el proceso de prueba de rayado y usarse como datos de prueba complementarios para identificar diferentes niveles de daños en el recubrimiento. Los dos modos principales de prueba de adherencia son la carga constante y la carga progresiva. En las pruebas de rayado de carga constante (CL), la fuerza normal sobre el pin se mantiene a un nivel constante a medida que el pin se mueve en relación con la superficie de la muestra de prueba. Las pruebas de rayado secuenciales se realizan con incrementos de fuerza crecientes para determinar la carga de rayado crítica para un nivel de daño dado. En las pruebas de rayado de carga progresiva (PL), la fuerza aplicada del pin se aumenta linealmente a una fuerza máxima definida a medida que el perno se mueve en relación con la superficie de la muestra de prueba. Las cargas de rayado críticas en las que ocurre un evento de falla de recubrimiento definido dependen de una interacción compleja de las propiedades del sustrato de recubrimiento y los parámetros/condiciones de prueba [54].

3.5.2. ASTM G-99 Método de prueba de desgaste perno sobre disco

Este método de prueba cubre un procedimiento de laboratorio para determinar el desgaste de los materiales durante el deslizamiento utilizando un aparato perno sobre disco. Los materiales se prueban en pares en condiciones nominalmente no abrasivas. Se describen las principales áreas de atención experimental en el uso de este tipo de aparatos para medir el desgaste. El coeficiente de fricción también se puede determinar. Esta norma utiliza un conjunto específico de parámetros de prueba (carga, velocidad de deslizamiento, materiales, etc.) [55]. Los materiales que se están probando se describirán por dimensiones, acabado de la superficie, tipo de material, forma, composición, microestructura, tratamientos de procesamiento y dureza por indentación.

La figura 12 muestra un dibujo esquemático de un sistema típico de prueba de desgaste de perno sobre disco. Un tipo de sistema típico consiste en un eje accionado y un mandril para sujetar el disco giratorio, un dispositivo de brazo de palanca para sujetar el pasador y los accesorios para permitir que la muestra del pasador sea forzada contra la muestra del disco giratorio con una carga controlada. Otro tipo de sistema carga un perno que gira alrededor del centro del disco contra un disco estacionario. En cualquier caso, la pista de desgaste del disco es un círculo que implica múltiples pasadas de desgaste en la misma pista. El sistema puede tener un sistema de medición de la fuerza de fricción, por ejemplo, una celda de carga, que permite determinar el coeficiente de fricción.

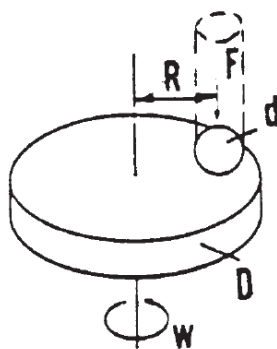


Figura 12. Esquema de prueba de desgaste de perno sobre disco. F es la fuerza normal sobre el perno, d es el diámetro del perno, D es el diámetro del disco, R es el radio de la pista de desgaste y w es la velocidad de rotación del disco [55].

Los parámetros de prueba de este ensayo son los siguientes: Carga: valores de la fuerza en newtons en el contacto de desgaste. Velocidad: la velocidad de deslizamiento relativa entre las superficies en contacto en metros por segundo. Distancia: la distancia de deslizamiento acumulada en metros.

Temperatura: la temperatura de una o ambas muestras en lugares cercanos al contacto de uso.

Atmósfera: la atmósfera (aire de laboratorio, humedad relativa, argón, lubricante, etc.) que rodea al contacto de desgaste.

La ecuación 1 calcula las pérdidas de volumen cuando el perno tiene inicialmente una forma de extremo esférico de radio R y el disco es inicialmente plano, en las condiciones en que solo uno de los dos miembros se desgasta significativamente:

Pérdida de volumen del pin (extremo esférico), mm³

$$= \frac{\pi(\text{diámetro de la huella de desgaste,mm})^4}{64(\text{radio de la esfera,mm})} \quad \text{ecuación 1}$$

La ecuación 2 asume que no hay un desgaste significativo del disco. Ésta es una relación geométrica aproximada que es correcta al 1% para (diámetro de la huella de desgaste / radio de la esfera) <0.3, y es correcta al 5% para (diámetro de la huella de desgaste / radio de la esfera) <0.7.

Pérdida de volumen del disco en mm³

$$= \frac{\pi(\text{radio de la pista de desgaste,mm})(\text{ancho de pista,mm})^3}{6(\text{radio de la esfera,mm})} \quad \text{ecuación 2}$$

La ecuación 3 asume que no hay un desgaste significativo del pasador. Ésta es una relación geométrica aproximada que es correcta al 1% para (ancho de vía de desgaste / radio de esfera) <0.3, y es correcta al 5% para (ancho de vía de desgaste / radio de esfera) <0.8.

La siguiente ecuación es para convertir la pérdida de masa en pérdida de volumen.

$$\text{Volumen perdido} = \left(\frac{\text{masa perdida,g}}{\text{densidad,}\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}} \right) (1000) \quad \text{ecuación 3}$$

3.5.3. ASTM G-133 Método de prueba de bola sobre plano con deslizamiento recíprocante

Este método de prueba describe los procedimientos de laboratorio para determinar el desgaste por deslizamiento de cerámicos, metales y otros materiales candidatos resistentes al desgaste utilizando una geometría de bola sobre plano con un movimiento lineal recíprocante. La dirección del movimiento relativo entre las superficies de deslizamiento se invierte de forma periódica de modo que el deslizamiento se produce hacia adelante y hacia atrás en línea recta. Las principales cantidades de interés son los volúmenes de desgaste de la bola en contacto y los materiales de la muestra plana; sin embargo, el coeficiente de fricción cinética también se puede medir. Este método de prueba abarca procedimientos de prueba lubricados y sin lubricar.

Las siguientes definiciones de términos importantes utilizados en este método de prueba son:

Fuerza de fricción: la fuerza de resistencia tangencial a la interfaz entre dos cuerpos cuando, bajo la acción de una fuerza externa, un cuerpo se mueve o tiende a moverse en relación con el otro.

Presión de contacto hertziana: la magnitud de la presión en cualquier ubicación especificada en un área de contacto hertziana, calculada a partir de las ecuaciones de deformación elástica de Hertz.

Desgaste: daño a una superficie sólida, que generalmente involucra la pérdida progresiva de material, debido al movimiento relativo entre esa superficie y una superficie o superficies en contacto.

Tasa de desgaste: tasa de eliminación de material o cambio dimensional debido al desgaste por unidad de parámetro de exposición, por ejemplo, cantidad eliminada (masa, volumen, espesor) en unidad de distancia de deslizamiento o unidad de tiempo.

La figura 13 muestra la disposición para la prueba de desgaste de bola sobre plano recíprocante. La bola está montada rígidamente y tiene una punta esférica que se mueve hacia adelante y hacia atrás a través de la superficie de una muestra plana pulida. Se proporciona capacidad de medición y control de temperatura para calentar y monitorear la muestra plana que puede sumergirse en un baño de lubricante o probarse sin lubricante.

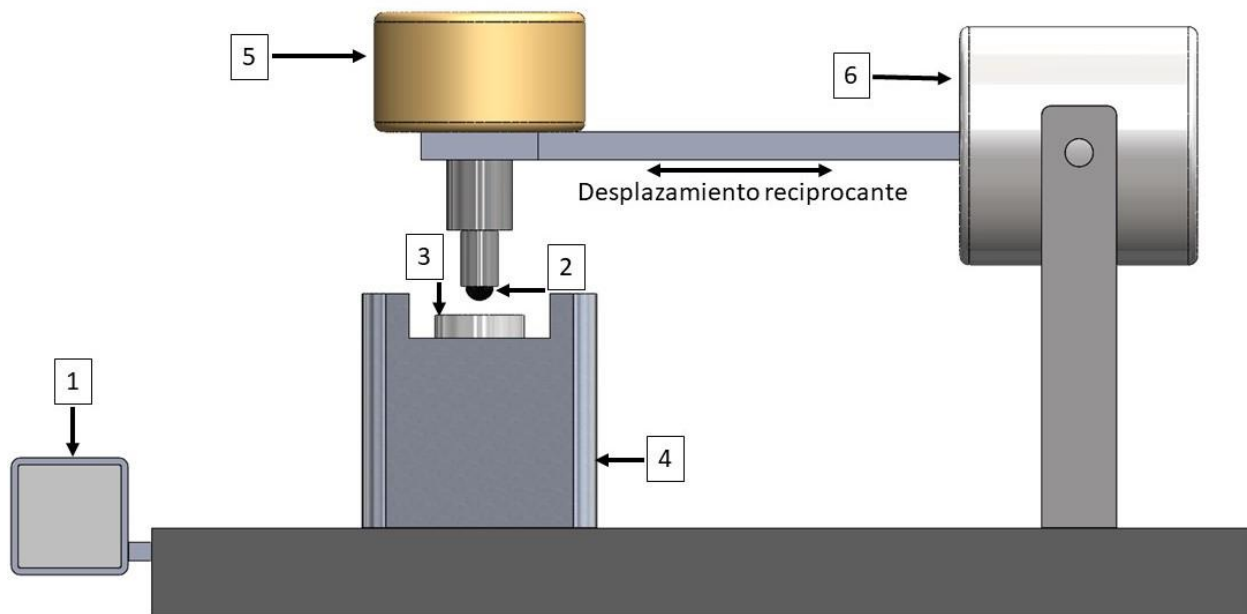


Figura 13. Esquema del probador de desgaste de deslizamiento recíprocante: 1. Celda de carga, 2. Perno o bola, 3. Probeta, 4. Porta probetas, 5. Carga, 6. Motor recíprocante.

Este método de prueba está diseñado para simular la geometría y los movimientos que se experimentan en muchos tipos de componentes de fricción cuyo funcionamiento normal da como resultado inversiones periódicas en la dirección del deslizamiento relativo.

El desgaste resultante de este modo de movimiento puede diferir del experimentado por los mismos materiales que se deslizan continuamente en una sola dirección (deslizamiento unidireccional) incluso para duraciones de contacto comparables.

Preparación de muestras: la muestra de bola y la muestra de plano se utilizarán en estado pulido o en un estado especificado de acuerdo con la aplicación de interés.

En una condición pulida, la superficie debe estar lo más libre posible de daños por la preparación, como grietas inducidas por el esmerilado, marcas de esmerilado y desprendimiento de grano. Se recomiendan rugosidades superficiales Ra de entre 0.02 a 0.05 μm .

Limpiar las muestras mediante el siguiente procedimiento: Lavar con un limpiador líquido suave para cristalería de laboratorio, secar con aire caliente, limpiar ultrasónicamente en acetona (2 min), secar con aire caliente, limpiar ultrasónicamente en metanol (2 min), secar con aire caliente.

Medición y cálculo del desgaste:

El volumen de desgaste (V_p) para una marca de desgaste de bola plana de diámetro efectivo D (el caso en la figura 14, se encuentra a partir de la ecuación 4.

$$V_p = \left(\frac{\pi h}{6}\right) \left[\frac{3D^2}{4} + h^2\right] \quad \text{ecuación 4}$$

Dónde h: altura del material eliminado en mm

Suponiendo un volumen de desgaste esférico, la altura del material eliminado se puede calcular a partir de la ecuación 5.

$$h = R - \left[R^2 - \left(\frac{D^2}{4}\right)\right]^{1/2} \quad \text{ecuación 5}$$

Donde:

R = radio de bola original en mm

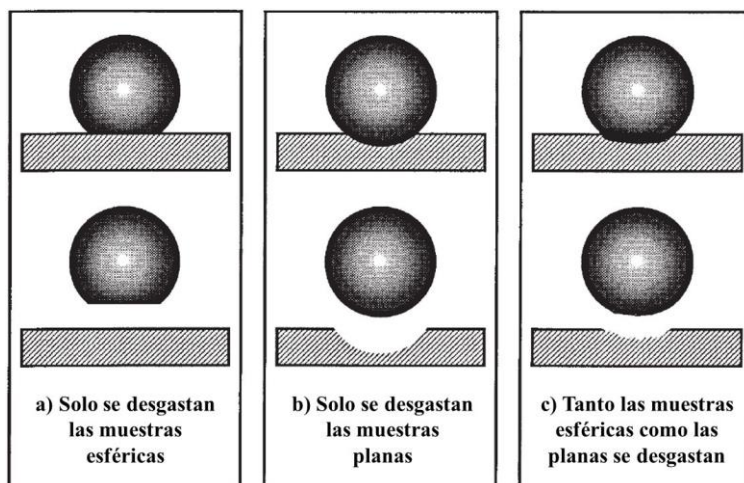


Figura 14. Posibles situaciones de diferente resistencia al desgaste de probetas planas y de bola [56].

El volumen de desgaste de la muestra plana se calcula a partir de la longitud de la carrera y el área de la sección transversal promedio de la pista de desgaste, medida en lugares igualmente espaciados a lo largo de su longitud. En la mayoría de los casos, el ancho y la profundidad de la huella de desgaste en la muestra plana serán relativamente uniformes en toda su longitud. Si las áreas de los tres perfiles iniciales difieren en menos del 25%, tres perfiles serán suficientes. Si el desgaste no es uniforme, se obtendrán seis perfiles de sección transversal para calcular el área de sección transversal promedio. Generalmente, al calcular el volumen de desgaste de la muestra plana, se pueden ignorar los errores geométricos menores asociados con los puntos de inversión de dirección en cada extremo de la pista [56].

CAPITULO IV. DESARROLLO EXPERIMENTAL

El desarrollo experimental de este trabajo de investigación se realizó en base a la siguiente metodología que se muestra en la figura 15.



Figura 15. Metodología experimental.

4.1. Tamaño de muestra para pruebas

Para determinar el tamaño de la muestra se utilizó el método de experimentos factoriales 2^k . El objetivo de un diseño factorial es estudiar el efecto de varios factores sobre una o varias respuestas cuando se tiene el mismo interés sobre todos los factores. Los factores pueden ser de tipo cualitativo (máquinas, tipos de material, operador, la presencia o ausencia de una operación previa, etc.), o de tipo cuantitativo (temperatura, humedad, velocidad, presión, etc.). Para estudiar la manera en que influye cada factor sobre la variable de respuesta es necesario elegir al menos dos niveles de prueba para cada uno de ellos. Para el caso de este trabajo se trata de un diseño factorial de dos factores los cuales son la temperatura y número de ciclos (tiempo). Esto significa que $k=2$ por lo tanto $2^2 = 4$. Esto quiere decir que para cada material y tipo de recubrimiento se deben utilizar al menos 4 ensayos como se muestra en la tabla 2.

Tabla 2. Cantidad de pruebas experimentales.

Material base	Recubrimiento	Sin recubrimiento	Total
Acero H13	4	4	8
Acero D2	4	4	8
Total			16

4.2. Materiales

Para el desarrollo de experimentos tribológicos de este trabajo de tesis se realizaron 30 probetas de cada material (Acero H13 y D2). El acero AISI H13 provee un buen balance de tenacidad, alta resistencia a la formación de grietas causadas por el choque térmico y resistencia al revenido, junto con resistencia al desgaste moderada. La composición química del H13 contiene: 0.40% de C, 1% de Si, 5.2% de Cr, Mo de 1.3% y 0.95% de V. El acero AISI D2 es un acero al alto carbón y cromo, estable de excelentes rendimientos al corte y resistencia al desgaste. La composición química de este material contiene: 1.55% de C, 0.35% de Mn, 0.35% de Si, 11.8% de Cr, 0.85% de Mo y 0.85% de V. Las muestras de ambos materiales se cortaron de un redondo de 19 mm de diámetro con un espesor de 7 mm. Todas las piezas fueron careadas por ambos lados. Posteriormente fueron sometidas a un proceso de acabado tipo espejo, para ello se utilizaron lijas de agua de carburo de silicio de grano fino de 300, 600, 900, 1200, 1500, 1800 y 2000, por último, se pulieron utilizando

una solución de alúmina de 1 μm . Las muestras que se muestran en la figura 16 fueron limpiadas con acetona en un baño ultrasónico por un tiempo de cinco minutos.

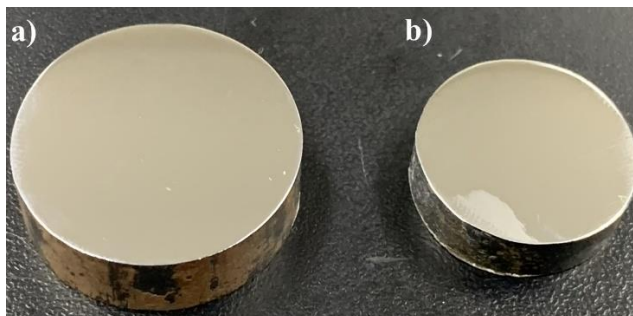


Figura 16. Muestras de acero grado herramienta: a) AISI D2 y b) AISI H13.

4.3. Tratamiento térmico

Las muestras se sujetaron con alambre de acero y se sumergieron en viruta de acero para protegerlos de la descarburación y oxidación a altas temperaturas. Posteriormente se ingresaron a un horno tipo mufla donde se realizó el tratamiento térmico de temple para obtener endurecimiento del núcleo. Para ello, se llevó el horno a 1000°C en 90 minutos, con un tiempo de sostenimiento a esa temperatura de 30 minutos. Finalmente se enfriaron las muestras en aceite vegetal. Una vez obtenidas las muestras con el tratamiento térmico de temple, se realizó doble revenido para liberar tensiones del material. Para ello, se calentó el horno a 400°C en 40 minutos, con un tiempo de sostenimiento a esa temperatura de 90 minutos. Finalmente, las muestras se enfriaron en aire, este proceso se realizó dos veces.

4.4. Deposición del recubrimiento PVD por Arco Catódico

En el laboratorio de ingeniería de superficies del Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial (CIDESI) en el Estado de Querétaro, se realizaron recubrimientos de Oxinitruro de Titanio Aluminio (TiAlON), este recubrimiento se depositó sobre sustratos de acero grado herramienta AISI H13 y D2. La aplicación del recubrimiento se realizó en un equipo Oerlikon METAPLAS DOMINO MINI utilizando la técnica de arco catódico que se muestra en la figura 17a). Los blancos de Titanio y Aluminio se colocan en la parte lateral del reactor como se muestra en la figura 17b). Las probetas a recubrir se colocaron sobre un sistema planetario que se muestra en la figura 17c). Se depositó el recubrimiento de Oxinitruro de Titanio Aluminio (TiAlON) utilizando blancos de

TiAl (55/45 wt%) a una presión de trabajo de 1 Pa con flujos de N₂/O₂ de 400/100 sccm, Temperatura de 650 °C, 5 kW de potencia y -80 V de voltaje de polarización. Anterior al proceso de depósito se realizó una limpieza por plasma de Ar (278 sccm) por 20 minutos, con un voltaje de polarización de -250 V.

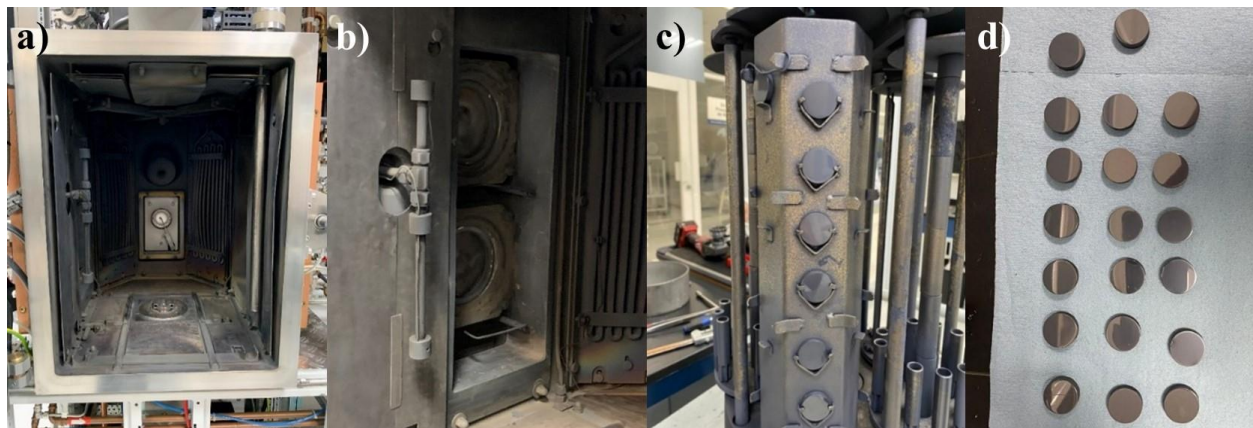


Figura 17. Reactor PVD METAPLAS: a) Cámara, b) Cátodos, c) Sistema Planetario y d) Probetas con TiAlON.

4.5. Caracterización de materiales

La estructura cristalina se estudió por medio de difracción de rayos X (XRD) de ángulo rasante en un difractómetro Rigaku smartlab que se muestra en la figura 18a), utilizando radiación CuK α ($\lambda=1.5406$ Å), en un rango 2θ de 20 a 90 grados, ángulo rasante de 1°, un paso de 0.02° y una velocidad de 0.4°/paso, se realizaron mediciones a 25 °C, después cada 100 °C hasta llegar a una temperatura de 400 °C, posterior a los 450 °C se realizaron mediciones cada 50 °C hasta una temperatura de 900 °C, con una tasa de calentamiento de 10 °C/min y un tiempo de sostenimiento de 20 min, la finalidad es observar cambios en la fase cristalina en función de la temperatura.

El espesor, la morfología y la composición química elemental se obtuvieron por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM) en un microscopio JEOL JSM-7200F equipado con una sonda de espectroscopía de energía dispersa (EDS) marca Oxford, modelo ultimax 100 que se muestra en la figura 18b). Las huellas de desgaste fueron observadas con microscopia óptica confocal de la marca OLYMPUS modelo DSX-HRSU que se muestra en la figura 18c).

El perfilómetro es un equipo de caracterización utilizado para analizar la rugosidad de una superficie. De acuerdo con su principio de funcionamiento, existen dos métodos: de contacto y sin contacto. Las técnicas basadas en el primer método utilizan un dispositivo que entra en contacto

con la superficie de la muestra y mide los cambios de altura, proporcionando así una imagen de su aspereza superficial.

Los métodos de no contacto aprovechan los cambios en la focalización de la luz que son provocados por las irregularidades de la superficie. Sus ventajas radican en su alta velocidad de trabajo y en la protección de la superficie de la muestra al no estar en contacto con ella.

En este estudio se utilizó un rugosímetro de contacto DektakXT que se muestra en la figura 18d). Los parámetros de prueba son los siguientes: una carga de 3mg, una distancia de 4 mm, resolución de 0.666 micrómetros por punto y un tiempo de prueba de 20 segundos. El procedimiento utilizado se basa en la norma ASME B46.1 [57], realizando 6 mediciones de rugosidad y 6 mediciones del área desgastada en la superficie de los sustratos antes y después del recubrimiento.

La dureza superficial de los sustratos H13 y D2 tratados térmicamente, se determinó con un durómetro Vickers Anton Paar RTS3 que se muestra en la figura 18e). Se realizaron 5 mediciones en la superficie con una carga aplicada de 1 N y un tiempo de sostenimiento de 15 s.

La dureza del recubrimiento se obtuvo por nanoindentación en un equipo Hysitron TI 700 UBI, utilizando una carga de 1 mN, la profundidad de indentación se limitó al 10 % del espesor del recubrimiento para evitar que el sustrato afectara las mediciones.

La adherencia del recubrimiento de TiAlON sobre la superficie de los sustratos de H13 y D2 se determinó por medio de rayado dinámico en un equipo Anton Paar RTS3 que se muestra en la figura 18e). La prueba se realizó en base a la norma ASTM C1624 [58]. Los parámetros de los ensayos son los siguientes: rayado lineal, una carga progresiva con una carga inicial de 0.1 N y una carga final de 60 N, una tasa de carga de 70 N/min, longitud de 6 mm y una velocidad de 7 mm/min. El indentador es del tipo Rockwell con punta de diamante y radio de 200 μm .

La adherencia del recubrimiento de TiAlON sobre la superficie de los sustratos H13 y D2 también se determinó por el método de indentación Rockwell C en base a la prueba VDI 3198 [59].



Figura 18. Equipo experimental: a) Difractómetro de rayos x, b) SEM/EDS, c) Microscopio óptico confocal, d) perfilómetro de contacto y e) Durómetro/probador de adherencia.

4.6. Prueba de desgaste perno sobre disco

Se realizaron pruebas de desgaste tribológico con la configuración de perno sobre disco con base a la norma ASTM G-99, la figura 19 muestra el tribómetro utilizado. Como par estático se utilizó una bola de alúmina de 6 mm de diámetro con una dureza aproximadamente de 1300 HV [60], debido a su alta resistencia a la oxidación y abrasión este material se utiliza comúnmente en pruebas tribológicas a altas temperaturas [61-63]. La presión de contacto Hertziano entre la bola y la probeta de acero recubierta fue de 1430 MPa correspondiente a una carga de 5 N. Se realizaron pruebas a temperatura ambiente (25 °C) y pruebas con temperatura (900 °C) en atmosfera de aire, radio de pista de 3 mm y velocidad de 10 cm/s. Las pruebas de desgaste perno sobre disco se realizaron con

parámetros experimentales que simulan las condiciones de trabajo más severas a las que puede estar sometidas las herramientas de corte. Posterior al ensayo tribológico, se obtuvieron los perfiles de la superficie desgastada y se determinó el área promedio de desgaste a partir de 6 medidas tomadas cada 45°. Posteriormente se calculó el volumen desgastado (V_{desg}) utilizando el teorema de Papuss [64] y se calculó el coeficiente de desgaste (k) utilizando el modelo de Archard, a través de la ecuación 6 [65] :

$$k = V_{\text{desg}} / Ld, \quad \text{ecuación 6}$$

Donde L es la carga y d la distancia.

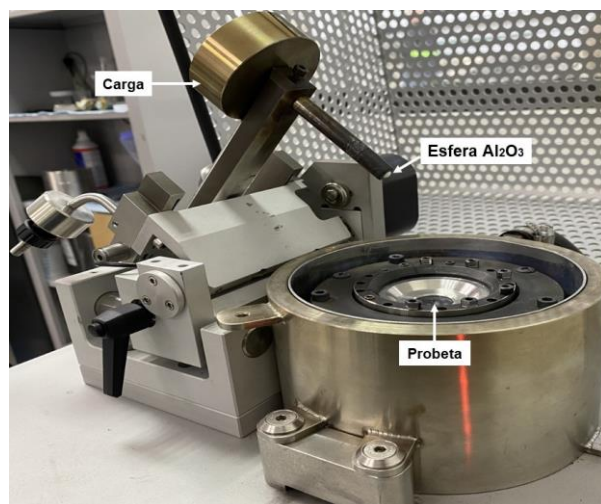


Figura 19. Tribómetro perno sobre disco.

4.7. Pruebas de desgaste por deslizamiento recíprocante

Se realizaron pruebas de desgaste con la configuración de movimiento recíprocante de bola sobre plano en base a la norma ASTM G-133. El tribómetro de desgaste recíprocante se muestra en la figura 20. Debido a que el recubrimiento a evaluar tiene una alta dureza que es superior a los aceros convencionales se utilizaron parámetros severos para desgastar rápidamente el recubrimiento y observar los diferentes mecanismos de desgaste y conocer el comportamiento del coeficiente de fricción en los aceros AISI H13, D2 y el recubrimiento de TiAlON. Los parámetros fueron los siguientes: Como par dinámico se utilizó una esfera de Alúmina (Al_2O_3) con diámetro de 6 mm, el par estático son las probetas de acero H13, D2 y recubrimiento de TiAlON, se utilizó una frecuencia de 4 Hz, una longitud de prueba de 8 mm, una distancia total de 108 m y una carga de 7.54 N. Se

realizaron pruebas sin recubrimiento en los aceros y con recubrimiento de TiAlON, bajo condiciones secas a temperatura ambiente y con 200 °C.

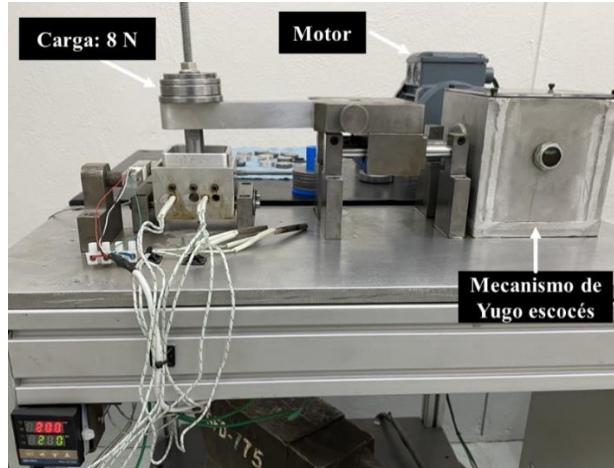


Figura 20. Tribómetro para ensayos de desgaste recíprocante.

El volumen total desgastado (ecuación 9) se calculó de acuerdo a la suma de la ecuación 7 (segmento cilíndrico) y ecuación 8 (secciones semiesféricas) de la huella de desgaste de ranura perfecta [66]. Donde d , l y r se muestran en la figura 21, y R es el radio del pin con el que se realizaron las pruebas, que en este caso es de 3 mm. Los coeficientes de desgaste (k) se calcularon utilizando el modelo de Archard [65].

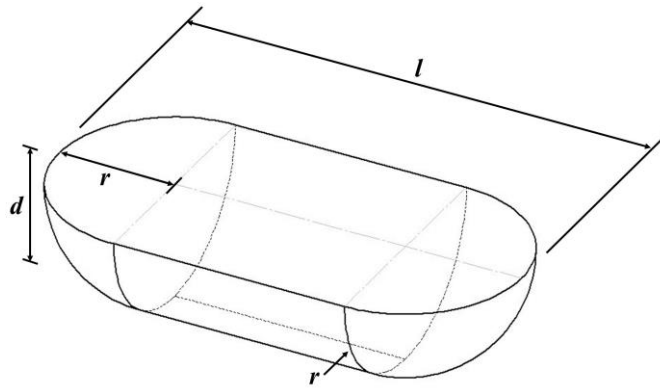


Figura 21. Huella de desgaste de ranura perfecta [65].

$$V_1 = \left(R^2 \cos^{-1} \left(\frac{R-d}{R} \right) - (R-d) \sqrt{2Rd - d^2} \right) (l - 2r) \quad \text{ecuación 7}$$

$$V_2 = \frac{1}{3} \pi d^2 (3R - d) \quad \text{ecuación 8}$$

$$V_{\text{Total}} = V_1 + V_2 \quad \text{ecuación 9}$$

CAPITULO V. RESULTADOS Y DISCUSIONES

5.1. Difracción de rayos x y composición química del recubrimiento de TiAlON

La figura 22 muestra un análisis de los patrones de difracción de rayos X (XRD) del comportamiento del recubrimiento en función de la temperatura, se observaron cambios a partir de una temperatura de 900 °C.

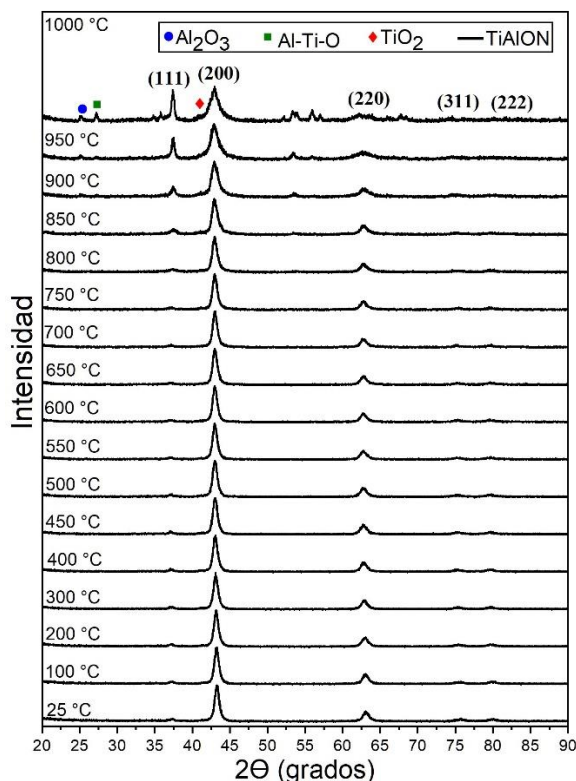


Figura 22. Difracción de rayos X del recubrimiento (TiAlON) en función de la temperatura.

El material presentó una estructura cristalina cúbica centrada en las caras FCC con grupo de simetría Fm3m y un parámetro de red $a \sim 4.16 \text{ \AA}$ a una temperatura de 25 °C. Algunos estudios han demostrado que este tipo de estructuras tienen mejores propiedades tribológicas y mecánicas [67, 68]. El patrón de difracción a temperatura de 25 °C al no encontrar picos correspondientes a óxidos de Ti o Al, se determinó que el material se compone de una solución sólida, donde los átomos de oxígeno sustituyen a los átomos de nitrógeno en la red cristalina del TiAlN. En diferentes investigaciones se ha demostrado una mayor resistencia a la oxidación del TiAlN en comparación con el TiN. Mientras que el TiN se oxida a temperaturas superiores a los 500 °C [69], el TiAlN muestra una alta resistencia a la oxidación cercana a 700 °C. La figura 23a) principalmente muestra los patrones XRD a una temperatura de 900 °C donde se observó la formación de nuevas fases,

existe la formación de fases de óxido de aluminio y titanio, esto se debe que al incluir el oxígeno en el recubrimiento de TiAlN se incrementa su temperatura de oxidación, se forma una pequeña capa de óxido densa y firmemente adherida a la superficie que ayuda a mejorar la estabilidad térmica del recubrimiento. El desplazamiento de picos se atribuye a la incorporación de oxígeno, la incorporación de oxígeno produce vacantes en la red cristalina, estas vacantes producen que el parámetro de red aumente cuando el contenido de oxígeno aumenta y da como resultado el desplazamiento de los picos, este comportamiento se ha encontrado en otras investigaciones [70, 71]. En la figura 23b) se puede observar el desplazamiento del pico (2 0 0), este desplazamiento aumenta el parámetro de red hasta a~4.4 Å como se observa en la figura 23c), que se debe al incremento del contenido de oxígeno.

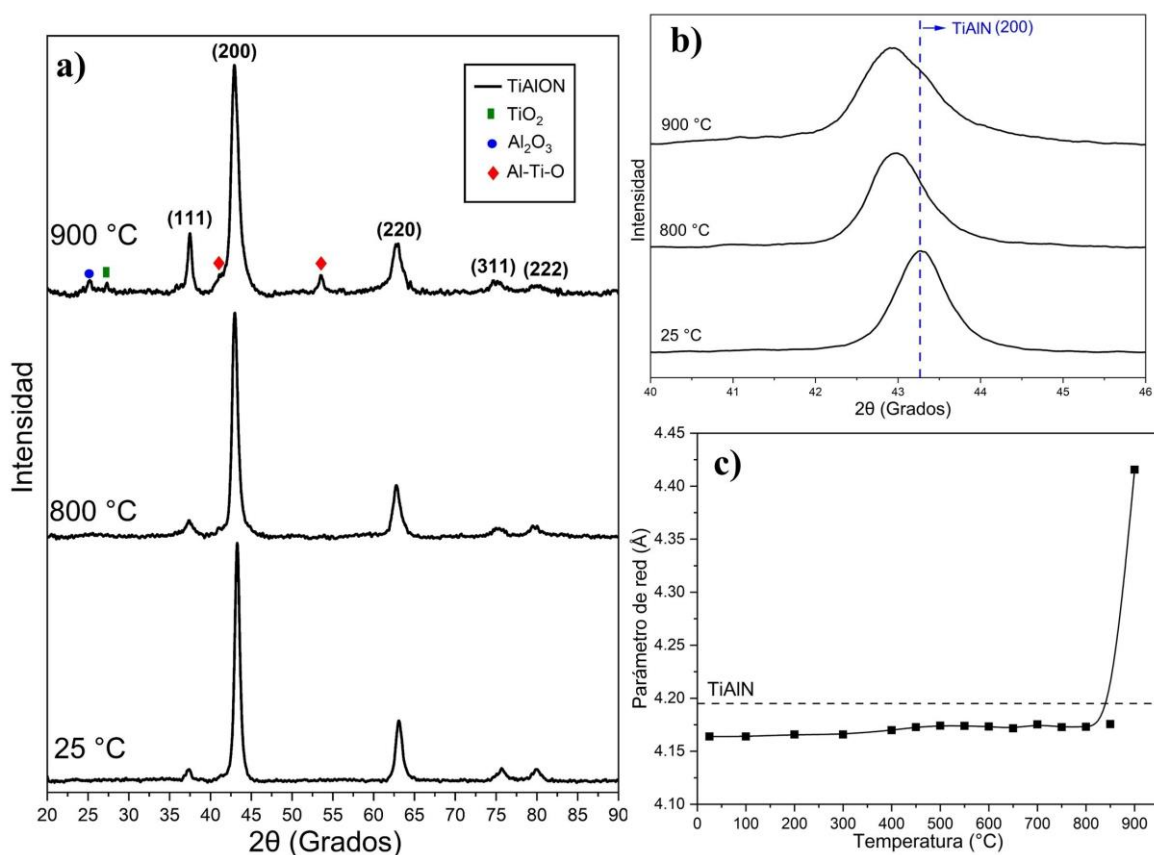


Figura 23. XRD de recubrimiento de TiAlN: a) XRD de 25 °C, 800 °C y 900 °C,

b) Desplazamiento del pico (2 0 0) y c) parámetro de red en función de la temperatura.

Para identificar la composición química elemental del recubrimiento y de las microgotas se realizó un análisis EDS en diferentes puntos del perfil transversal, en la tabla 3 se muestra el porcentaje atómico de los elementos. Los resultados de los espectros evaluados indican un alto contenido de

Titanio y Aluminio, no se observaron diferencias significativas en términos de composición entre las microgotas y las demás porciones del recubrimiento, por lo que el oxígeno está distribuido homogéneamente en la película de TiAlON.

Tabla 3. Composición química del recubrimiento de TiAlON.

Elemento	Ti	Al	N	O	Total
% Atómico	18.9 ± 4.86	27.9 ± 6.2	46.9 ± 7	6.3 ± 1.1	100
% Peso	37.2 ± 7.5	31.68 ± 6.1	27.04 ± 6.6	4.1 ± 0.8	100

5.2 Microscopia de transmisión TEM

Con el fin de observar en detalle la microestructura de los recubrimientos se analizaron por microscopia de transmisión TEM, en la figura 24 se muestra una imagen de difracción obtenida sobre la zona del recubrimiento. A partir de los anillos de difracción se pudo obtener las distancias interplanares 2.165 nm, 1.518 nm, 1.223 nm, 1.048 nm que corresponden con las distancias interplanares del TiAlON.

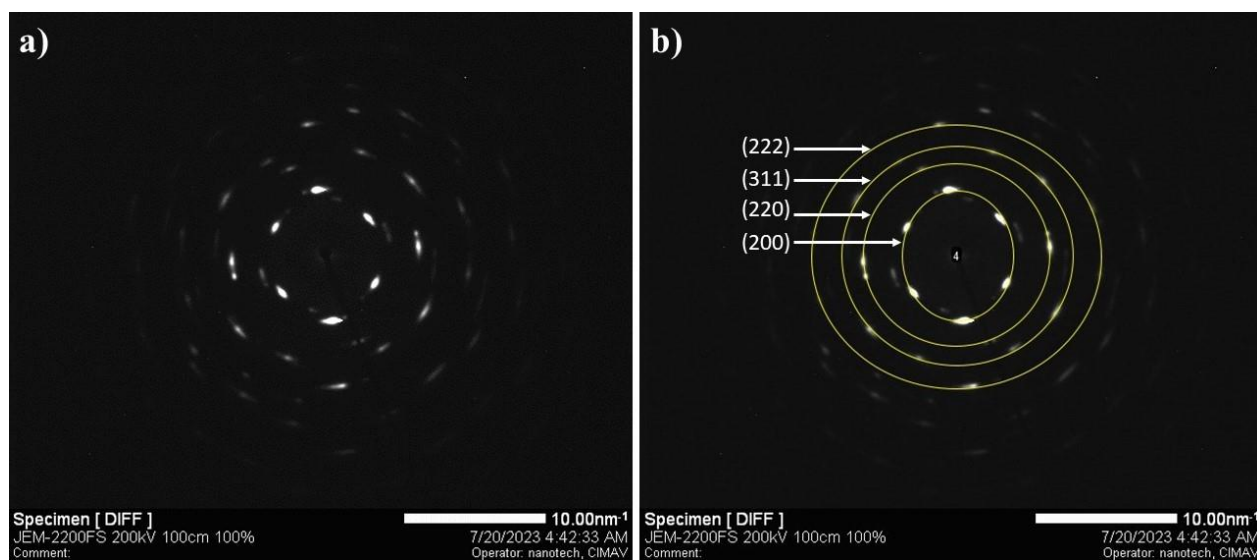


Figura 24. Imágenes TEM y patrones de difracción del recubrimiento de TiAlON.

En la figura 25a) se pueden observar la formación de granos direccionados en el recubrimiento, el tamaño de estos granos esta entre 20 y 25 nm. En la figura 25b) se puede observar más claramente la poli orientación del material, esto confirma el comportamiento policristalino del material.

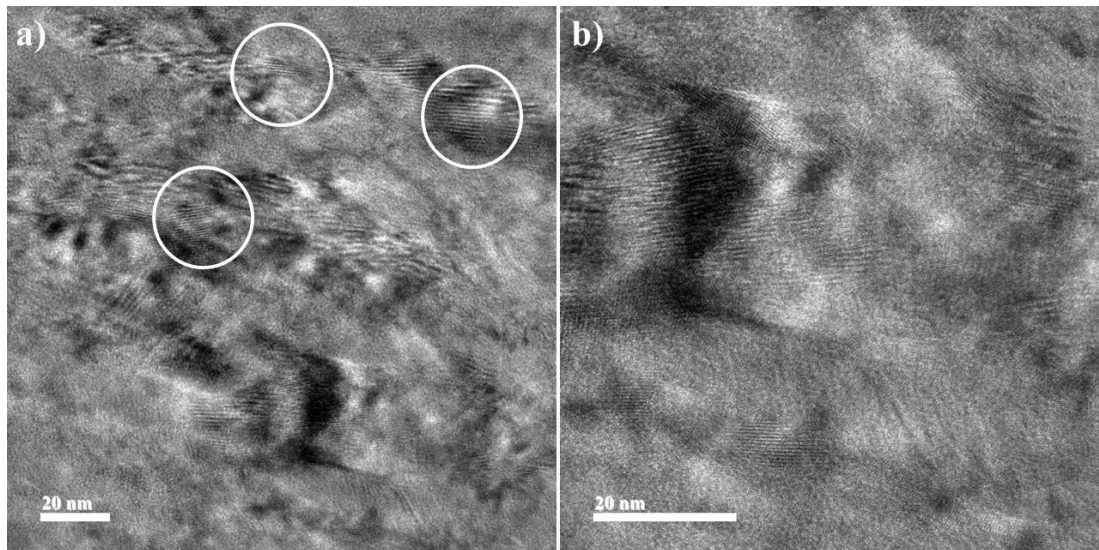


Figura 25. Imágenes TEM de granos en el recubrimiento de TiAlON.

En la figura 26a) se muestra la interfaz de la difusión del recubrimiento con el sustrato, es de aproximadamente 8 nm, en la figura 26b) se puede observar el comportamiento columnar de la microestructura, también se puede observar la formación una microgota.

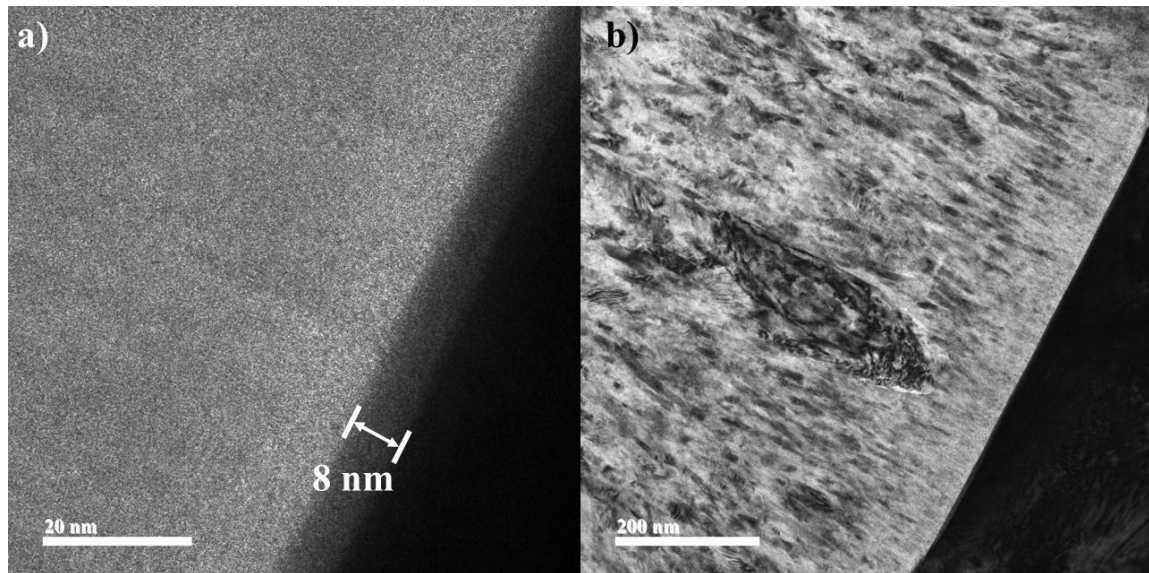


Figura 26. Imágenes TEM: a) Difusión del recubrimiento de TiAlON, b) Microgota.

La figura 27 muestra una sección transversal del recubrimiento de TiAlON, en esta sección se realizó un análisis EDS para observar la distribución del contenido de los elementos presentes en el recubrimiento y sustrato. La figura 28 muestra la distribución de los elementos presentes en el sustrato, el elemento más abundante es el Cromo. La figura 29 muestra la distribución del contenido

de Titanio, Aluminio, Nitrógeno y Oxígeno presentes en el recubrimiento, los elementos mas abundantes son Titanio y Aluminio.

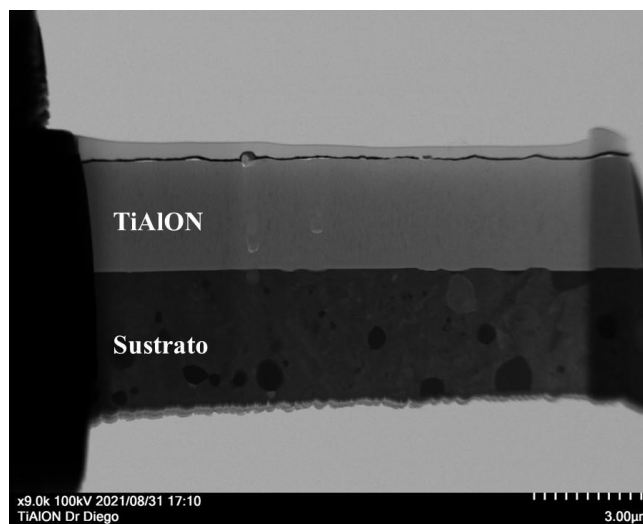


Figura 27. Sección transversal del sustrato y recubrimiento de TiAlN.

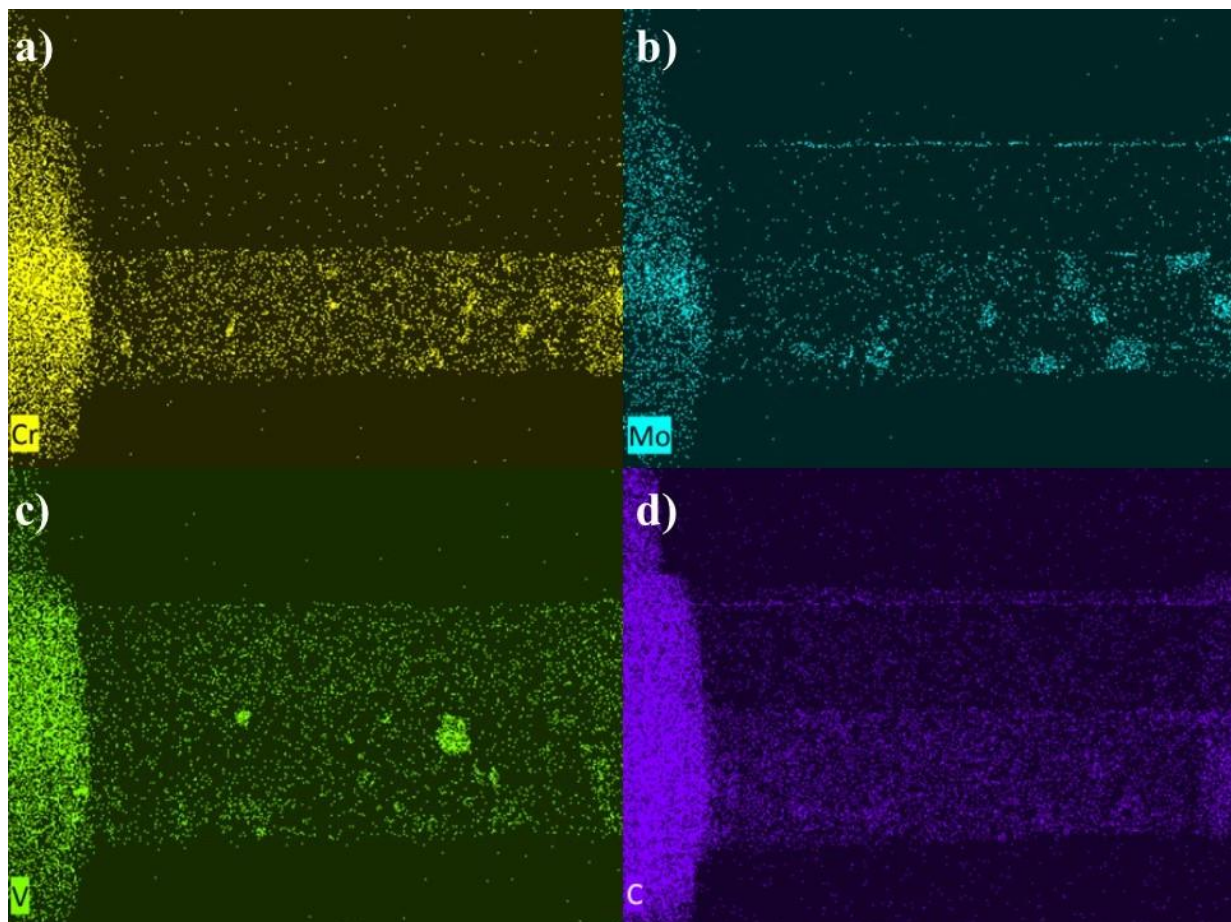


Figura 28. Mapeo químico del sustrato: a) Cromo, b) Molibdeno, c) Vanadio, d) Carbono.

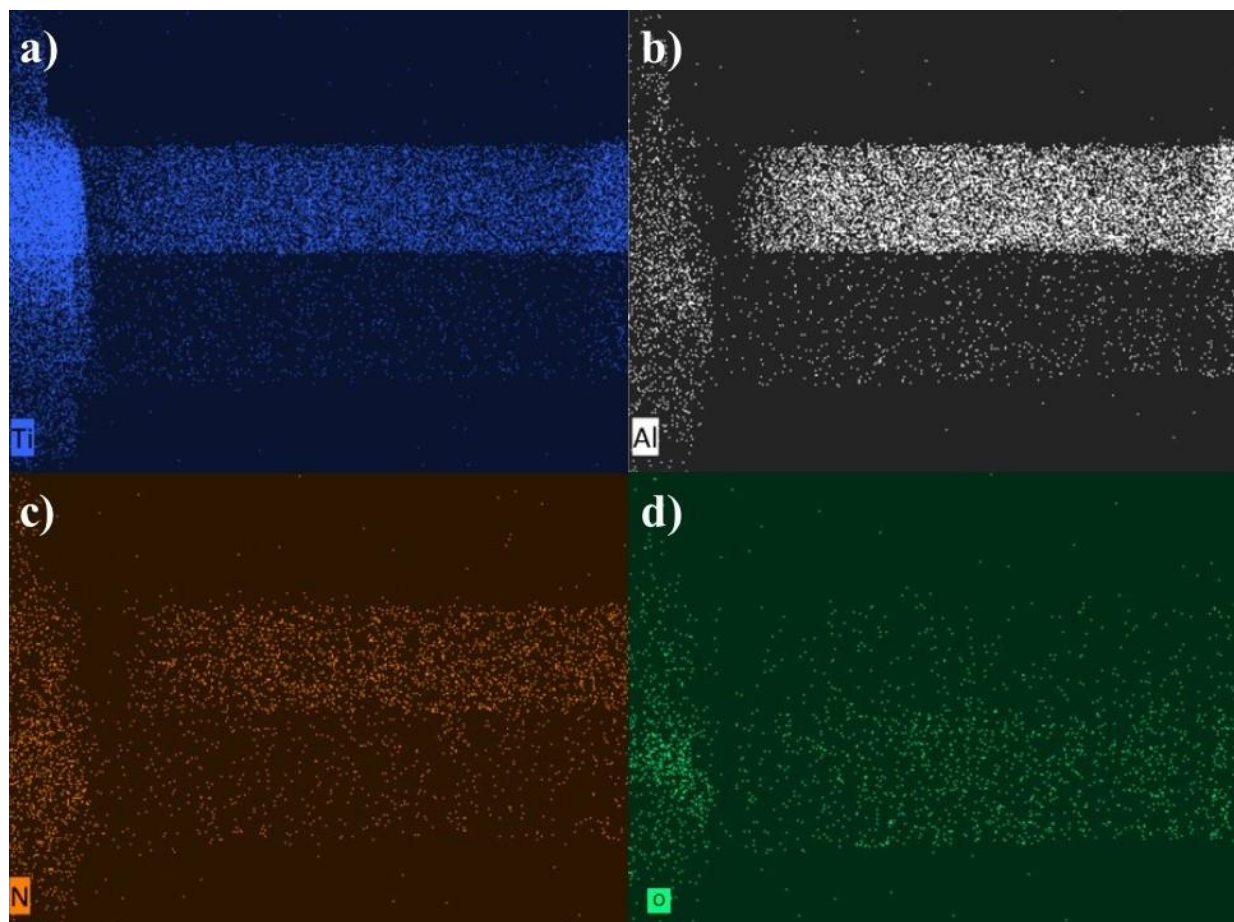


Figura 29. Mapeo químico del recubrimiento de TiAlON: a) Titanio, b) Aluminio, c) Nitrógeno, d) Oxígeno.

5.3. Acero H13 con recubrimiento de TiAlON

El acero AISI H13 es un tipo de acero para herramientas que se utiliza en aplicaciones donde se requiere alta resistencia al desgaste y buena tenacidad. A continuación, se muestran los resultados y la discusión del sustrato H13 con y sin recubrimiento de TiAlON.

5.3.1. Microestructura

La microestructura del sustrato H13 se muestra en la figura 30, la microestructura incluye martensita, perlita de grano fino y una gran cantidad de carburos eutécticos, esta microestructura muestra que el tratamiento térmico se realizó adecuadamente. Se llevó a cabo un análisis EDS para determinar la composición química presente en la microestructura del acero H13, se evaluaron

diferentes puntos, principalmente en las zonas con carburos, los valores promedio se muestran en la figura 31, los elementos más abundantes en los carburos son el carbono y el cromo.

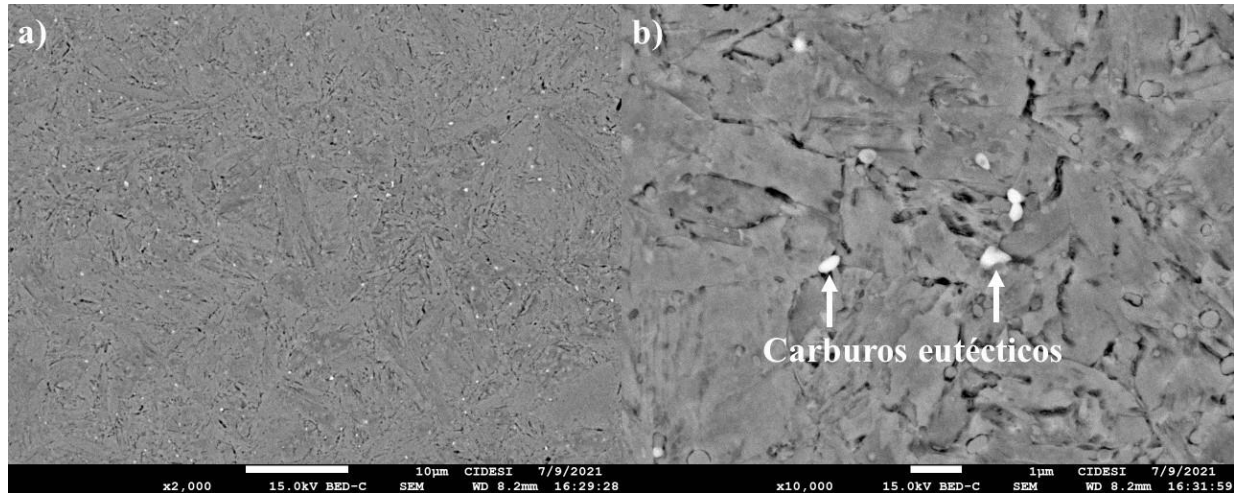


Figura 30. Microestructura del acero H13: a) Magnificación x2000, b) Magnificación x10,000.

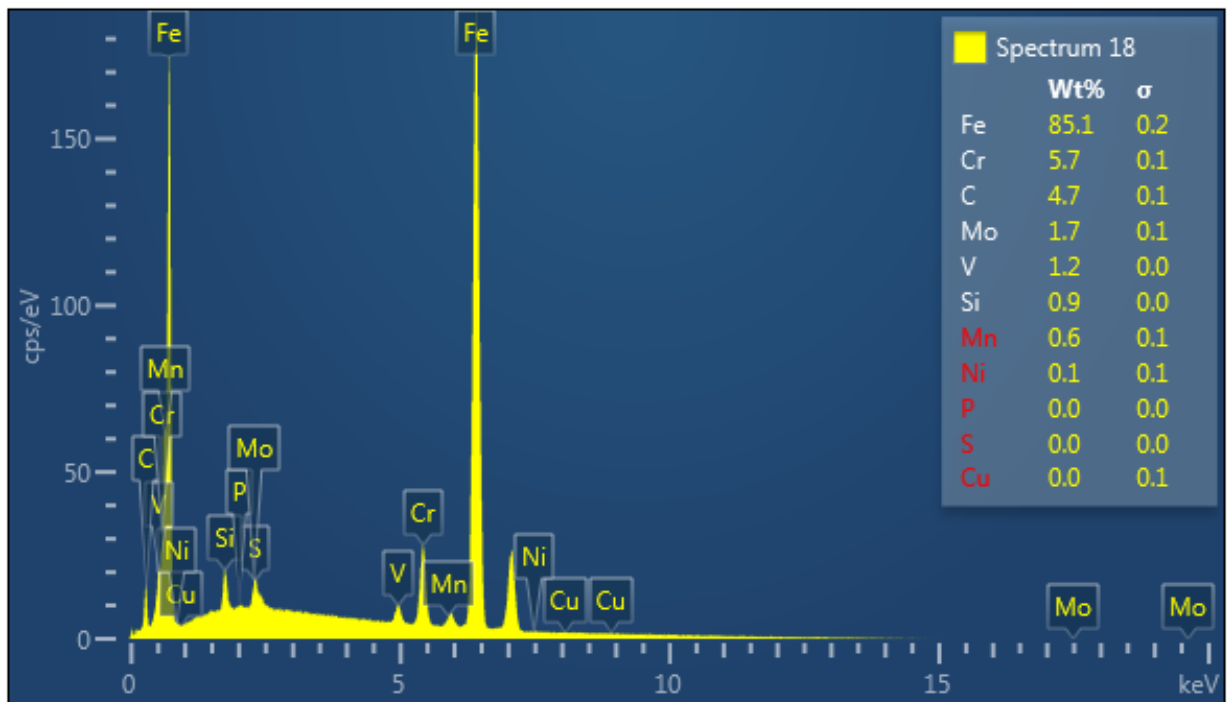


Figura 31. Análisis EDS, composición química del acero H13.

5.3.2. Espesor, rugosidad y dureza

La figura 32 muestra la sección transversal y la vista superior del recubrimiento de TiAlON depositado sobre el sustrato H13, cuyo espesor promedio fue de 5.9 µm, se puede observar una

morfología densa del recubrimiento y una superficie granular con una rugosidad promedio de 17.2 nm. Existen microgotas de 3 tipos: en forma de esfera, en forma de elipse o lágrima y en forma de lente, la que se observó en este estudio (figura 32a) es del tipo elipse o lágrima que son microgotas que generalmente miden entre un rango promedio 3 y 5 μm de longitud [72].

La figura 32b) muestra la superficie del recubrimiento de TiAlON, se puede observar la formación de poros y presencia de microgotas en el recubrimiento, estas son comunes en la deposición PVD por arco catódico [73]. También es notable un crecimiento columnar coherente con la zona II del diagrama de Thorton. A medida que aumenta el contenido de oxígeno, los recubrimientos se vuelven cada vez más columnares, con mayor rugosidad y mayor textura [74].

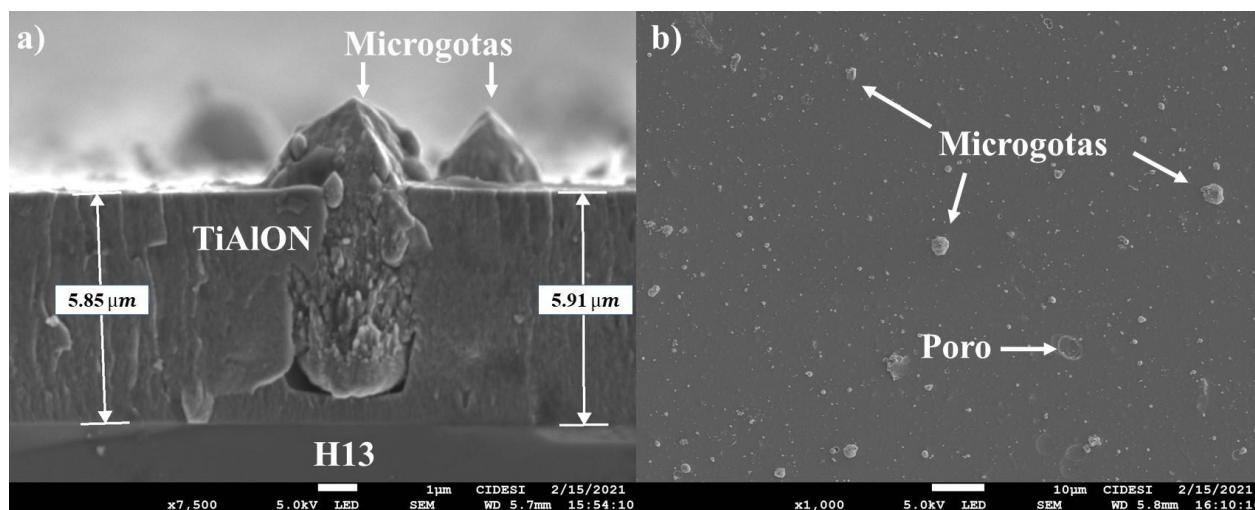


Figura 32. Imágenes SEM: a) Sección transversal y b) superficie del recubrimiento de TiAlON.

Los valores promedio obtenidos de la rugosidad, dureza y módulo de Young se reportan en la tabla 4. La rugosidad de la superficie del recubrimiento de TiAlON es mayor que la del sustrato H13 sin recubrimiento, esto se debe a la formación de microgotas en la superficie que cambian la rugosidad inicial [71]. La dureza mostrada del acero H13 se determinó después del tratamiento térmico. El TiAlON mostró una alta dureza debido a que, como se demostró por XRD, se conforma de una solución sólida, la dureza del recubrimiento es superior a tres veces más que la dureza inicial del acero H13 con tratamiento térmico. La dureza es un parámetro fundamental para evaluar el rendimiento mecánico que tiene relación con el límite elástico y la resistencia al desgaste, una alta dureza contribuye a mejorar la resistencia al desgaste [75].

Tabla 4. Propiedades del acero H13 y del recubrimiento de TiAlON.

Medición	Acero H13	TiAlON
Espesor, μm	7000	5.9
Rugosidad R_a , nm	17.28 ± 3.46	73.89 ± 9.98
R_q , nm	22.27 ± 4.17	130.78 ± 17.08
Dureza, GPa	6.85 ± 0.19	21.7 ± 0.57
Módulo de Young, GPa	207 ± 1.4	418.3 ± 0.71

5.3.3. Prueba de adherencia por método de rayado

La prueba de rayado dinámico es el método comúnmente utilizado para evaluar la adherencia entre el sustrato y el recubrimiento [58]. Durante el proceso se aplica una carga progresiva normal al recubrimiento, la superficie se somete a esfuerzos y deformaciones continuamente lo que hace que el recubrimiento se agriete y se separe del sustrato, de esta manera se encuentran las cargas críticas por falla cohesiva o adhesiva.

En la figura 33a) se observa la gráfica del coeficiente de arrastre (verde)- emisión acústica (negro) -carga (rojo) en función del desplazamiento. Cada pico de la emisión acústica representa una falla en la huella de desgaste generada que se muestra en la figura 33b), la huella mostrada corresponde a 6 mm de prueba de rayado y corresponde con la distancia de rayado de la gráfica, de esta manera se comparan los resultados obtenidos por la emisión acústica y la huella de rayado. La carga crítica por cohesión (L_c1) se considera cuando se observa el primer pico en la emisión acústica, la cual se produce a los 8.07 N. La carga crítica de adhesión (L_c2), se generó cuando aparecen picos sucesivos de alta intensidad en la emisión acústica, los cuales inician a una carga de 19.05 N.

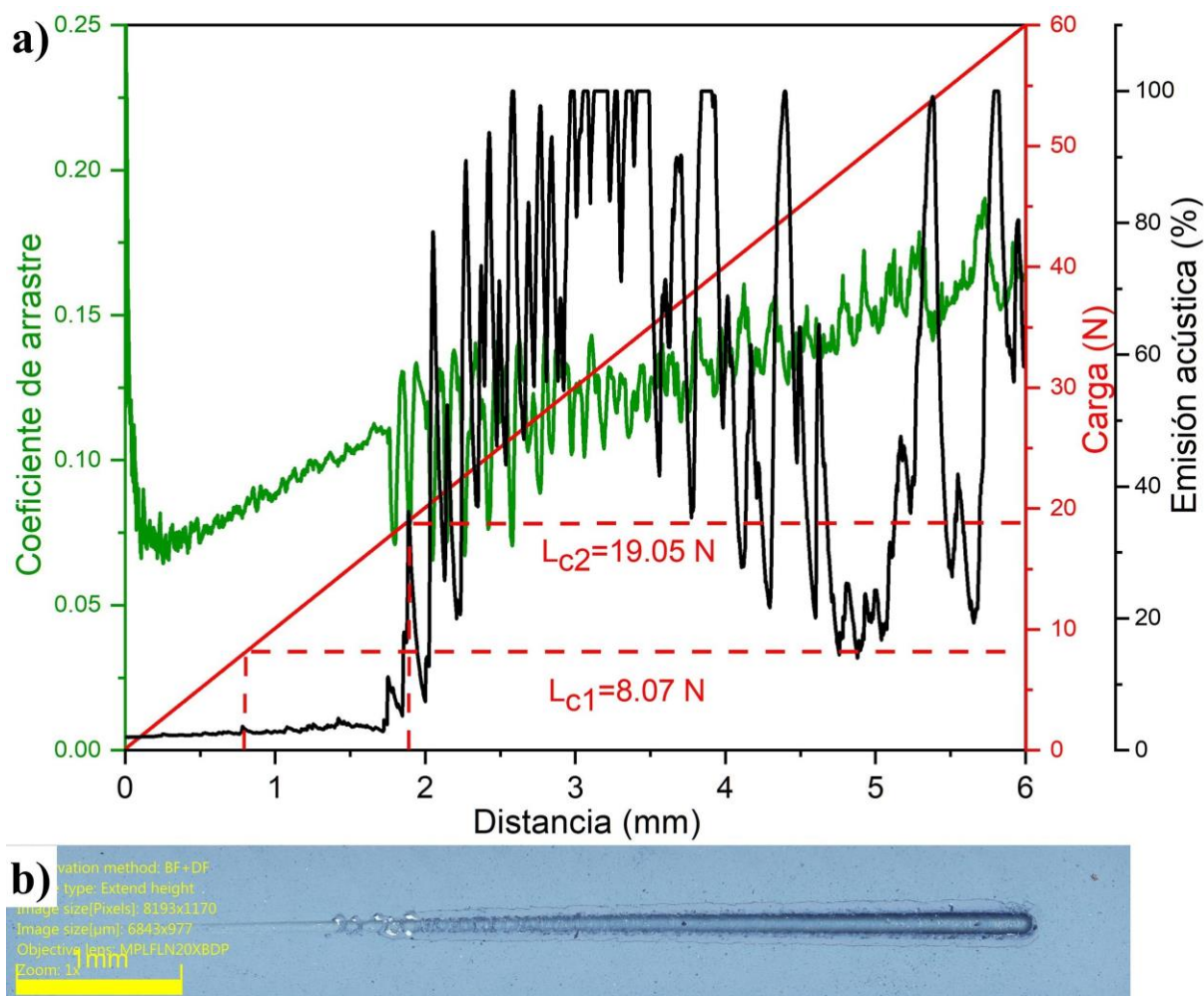


Figura 33. Gráfica del coeficiente de arrastre-fuerza normal-emisión acústica vs desplazamiento.

En la figura 34a) se muestra una imagen SEM de la zona donde comenzó la carga crítica L_{c1} que se debe a la deformación plástica del recubrimiento. La figura 34b) muestra una imagen de la falla adhesiva L_{c2} , es notable que las fallas adhesivas se generan por microgrietas, en el mapeo químico se observa que la delaminación del recubrimiento deja expuesto al sustrato H13 que está marcado de color rojo, también se observan grietas conformales, esto se debe a que el recubrimiento intenta deformarse a la forma de la huella de desgaste del rayado.

No se observó la aparición de la carga crítica final (L_{c3}), la cual se genera con la separación total del recubrimiento del sustrato, esto indica que la adhesión del recubrimiento es aceptable y podría aplicarse en herramientas de corte.

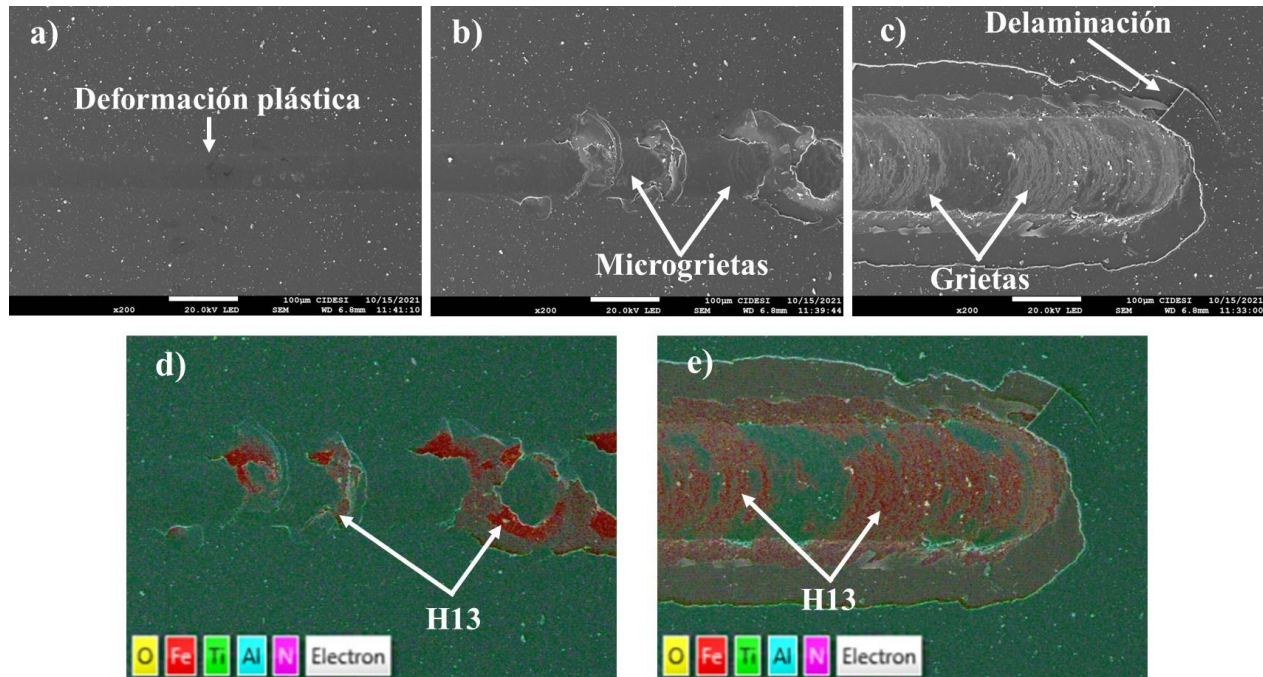


Figura 34. Imágenes SEM: a) Primera falla Lc1, b) Segunda falla Lc2, c) Final de huella de rayado, d) Mapeo químico falla Lc2 y e) Mapeo químico final de huella de rayado.

La figura 35 muestra el mapeo químico de la huella final de desgaste de la prueba de rayado, claramente se puede observar espalación o delaminación y zonas del sustrato H13 expuestas. Los mapeos muestran los elementos base del recubrimiento de Oxinitruro de Titanio Aluminio, a pesar de que existen zonas sin recubrimiento, los elementos siguen presentes en la superficie del sustrato como es el oxígeno y nitrógeno que posiblemente formen una capa trasferida del recubrimiento.

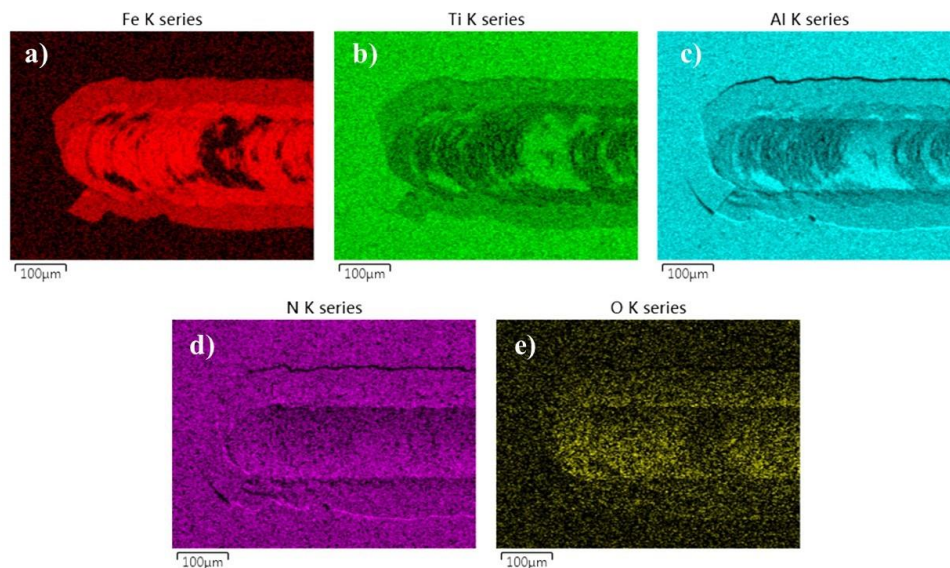


Figura 35. Mapeos químicos de huella de rayado: a) Hierro, b) Titanio, c) Aluminio, d) Nitrógeno y e) Oxígeno.

La figura 36 muestra las primeras 6 micrografías SEM de la primera sección de la huella de desgaste en el acero H13 con TiAlON de la prueba de adhesión, la figura 37 muestra las ultimas 6 micrografías del final de la huella desgastada, cada micrografía es de 500 μm , se puede observar una grieta que rodea toda la huella de desgaste, esto se debe a que existe una baja adherencia del recubrimiento con el sustrato H13, también se encuentran mecanismos de desgaste como espalación o delaminación del recubrimiento, grietas conformales y algunas zonas con astilladuras. La adherencia del recubrimiento con el acero H13 es aceptable, pero puede mejorar si se aplica primero una capa de TiN para mejorar la adherencia del recubrimiento de Oxinitruro como sugirieren otras investigaciones.

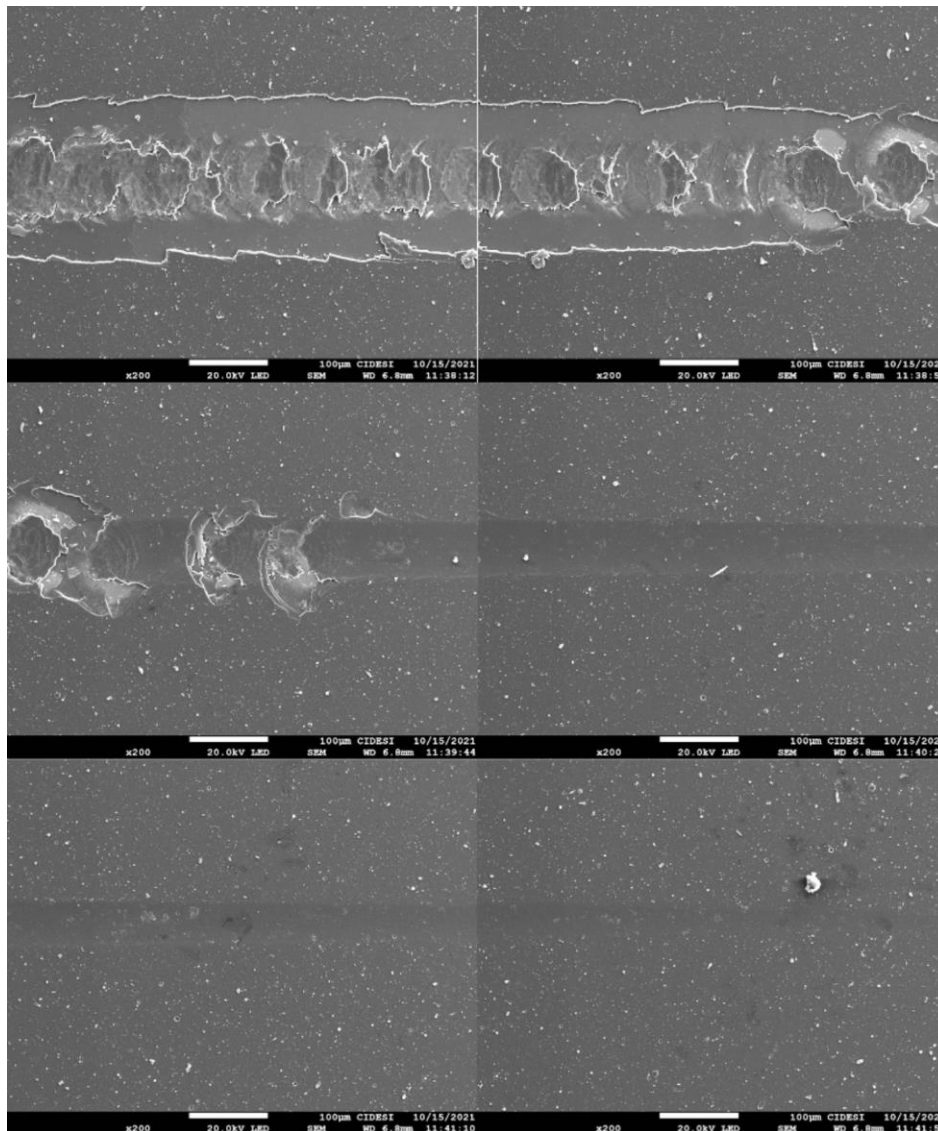


Figura 36. Primera sección: huellas de ensayo de adherencia en acero H13 con TiAlON.

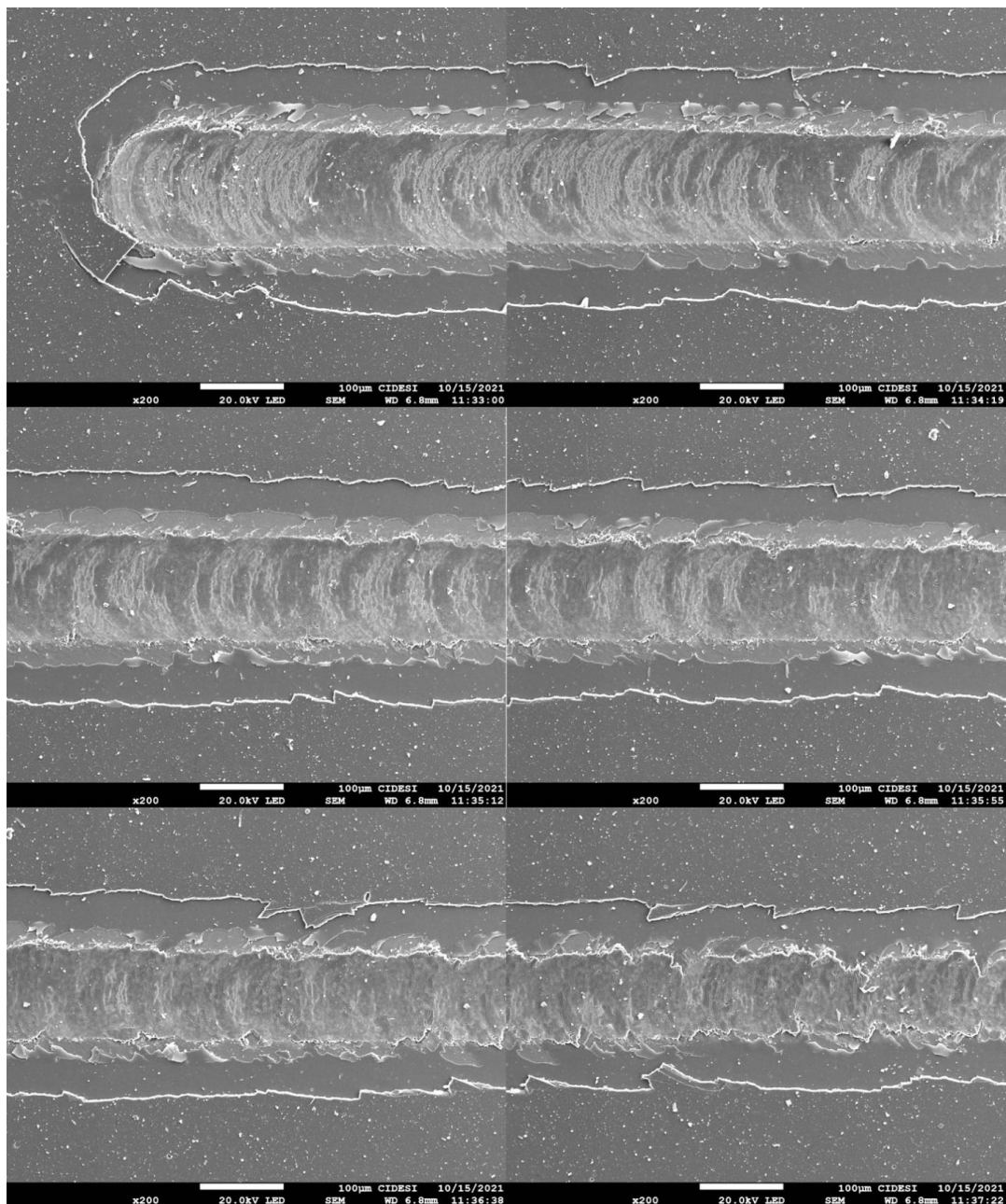


Figura 37. Segunda sección: huellas de ensayo de adherencia en acero H13 con TiAlON.

5.3.4. Prueba de adherencia por método de indentacion Rockwell C

La figura 38 muestra la huella de la prueba de adherencia Rockwell C, un indentador de diamante cónico penetró en la superficie del recubrimiento investigado, induciendo así una deformación plástica masiva del sustrato y la fractura de la capa de TiAlON, se pueden observar algunas zonas con delaminación y bastantes zonas con microgrietas, esto deja en claro una fuerza de adherencia insuficiente del recubrimiento de TiAlON con el sustrato H13.

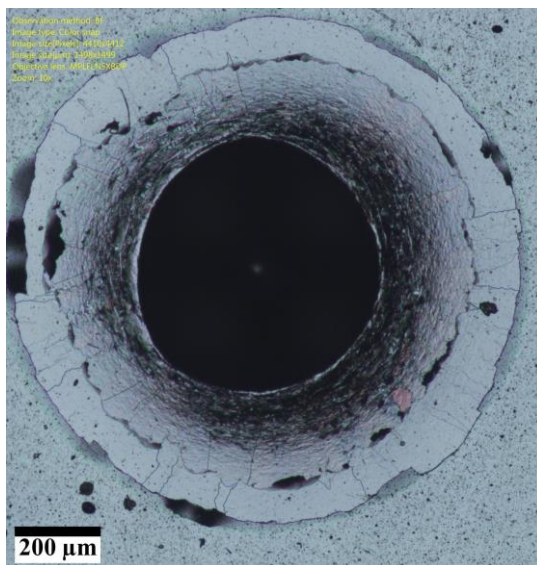


Figura 38. Prueba de adhesión Rockwell C.

5.3.5. Pruebas de perno sobre disco

5.3.5.1 Coeficientes de fricción

Se determinaron los coeficientes de fricción por el método de perno sobre disco bajo condiciones secas, para el acero se realizaron pruebas a temperatura ambiente y para el recubrimiento pruebas a temperatura ambiente y pruebas con una temperatura de 900 °C. En la figura 39 se observan los coeficientes de fricción (COF) a temperatura ambiente (25 °C) del acero H13 y del recubrimiento de TiAlON. Los COF son de 0.65 y 0.83 para el sustrato y el TiAlON, respectivamente. El comportamiento del COF en el sustrato H13 varía sustancialmente, debido a que existe un mayor desgaste, principalmente adhesivo [76]. El COF del TiAlON a temperatura de 900 °C es de 0.58 en promedio. Los cambios en el COF de los materiales son generados por la formación de partículas abrasivas producidas por los pares tribológicos, las cuales se someten a un proceso cíclico de deformación plástica, endurecimiento y fractura. En las pruebas a temperatura ambiente el COF del TiAlON inicialmente se muestra estable, las variaciones del COF después de los 9000 ciclos se debe a que se está produciendo un mayor desgaste abrasivo por la formación la formación de partículas duras que provienen del recubrimiento de TiAlON. A una temperatura de 900 °C en el recubrimiento, el COF comienza con un comportamiento estable y decreciente, la disminución del COF puede ser el resultado de la formación de una pequeña capa protectora de óxido (Tribofilm), algo similar fue encontrado en los estudios de Qi y Tuchida [77, 78], quienes observaron que a medida que la temperatura alcanza los 900 °C se forma una capa de óxido suficiente para lubricar

el contacto entre los pares tribológicos, esta tribofilms tiene un efecto de auto lubricación que reduce la fricción, esta información se confirma en este estudio con respecto al análisis XRD del recubrimiento de TiAlON donde se observa el inicio de la formación de los óxidos de Alúmina (Al_2O_3), óxidos de Titanio (TiO_2) y óxidos binarios de Aluminio Titanio (Al-Ti-O) a los 900 ° C, como se muestra en la figura 23 del capítulo 5.1. En algunos casos los bajos coeficientes de fricción producen un menor desgaste. En este estudio el recubrimiento de TiAlON, a los 6000 ciclos de la prueba a 900 °C, el COF comienza a aumentar, esto se debe a que el recubrimiento se ha desgastado y se llega a la zona de la superficie del sustrato H13, por lo tanto, las partículas duras producen un mayor desgaste y la fricción aumenta, el mecanismo de desgaste está dominado principalmente por desgaste adhesivo y desgaste abrasivo. De las pruebas realizadas, el COF promedio del recubrimiento de TiAlON se encuentra entre un rango de 0.6 a 0.8, son valores aceptables que en otros estudios se han encontrado [39, 79].

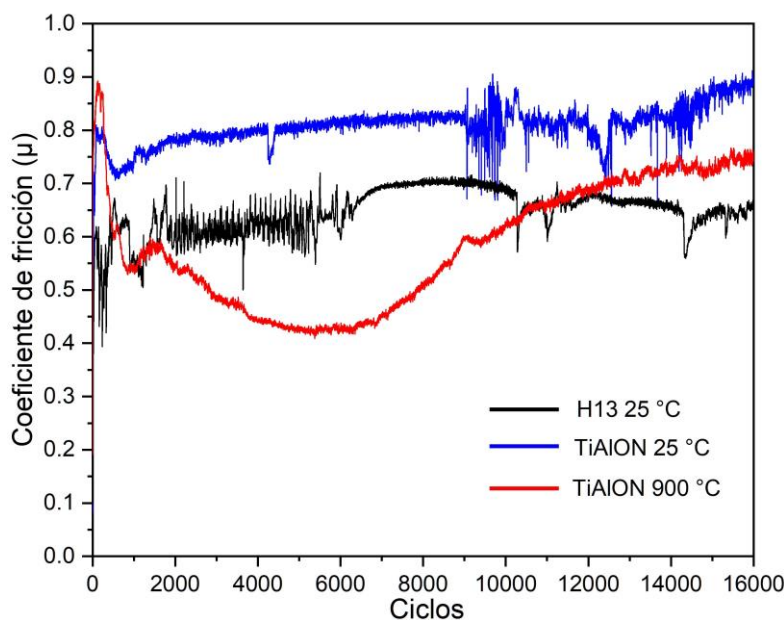


Figura 39. Coeficientes de fricción de acero H13 y recubrimiento de TiAlON.

5.3.5.2 Perfilometría y tasas de desgaste

La figura 40 muestra las profundidades de desgaste para el acero H13 y el recubrimiento de TiAlON. Se observa en la figura 40a) que el mecanismo de desgaste principal encontrado en los bordes de la pista es adhesión, caracterizado por partículas, que probablemente vienen del acero, que tienen alta capacidad de deformarse plásticamente, las cuales se adhieren a la superficie y son continuamente deformadas. En la figura 40b) se observa que la profundidad máxima del desgaste

en el recubrimiento de TiAlON es de 5.5 μm . Comparando los perfiles de la figura 40a) y 40b), es evidente que existe un mayor desgaste en el acero H13 sin recubrimiento. La película del TiAlON de 5.9 μm presenta una dureza tres veces más alta que la del acero H13, es por ello que tiene una mayor resistencia al desgaste. En la figura 40c) se muestra la profundidad del desgaste de la prueba a 900 $^{\circ}\text{C}$, al desgastarse el recubrimiento y llegar a la zona del sustrato H13, las partículas duras del TiAlON causan mayor abrasión debido al efecto de la temperatura, es por ello que la profundidad de desgaste es mucho mayor que en las pruebas a temperatura ambiente. Se puede concluir que el comportamiento del desgaste depende de la rugosidad superficial, la dureza, la carga aplicada y la composición química del recubrimiento. En la figura 40d) se muestran los coeficientes de desgaste, en las pruebas a temperatura ambiente existe un mayor coeficiente de desgaste en el acero H13 sin recubrimiento, esto se debe a que su dureza es mucho menor que la del TiAlON. El coeficiente de desgaste del recubrimiento de TiAlON a 900 $^{\circ}\text{C}$ aumentó, esto se debe a que existe un mayor ancho de pista que tiene relación con el ablandamiento térmico del recubrimiento y el sustrato por efecto de la temperatura [80].

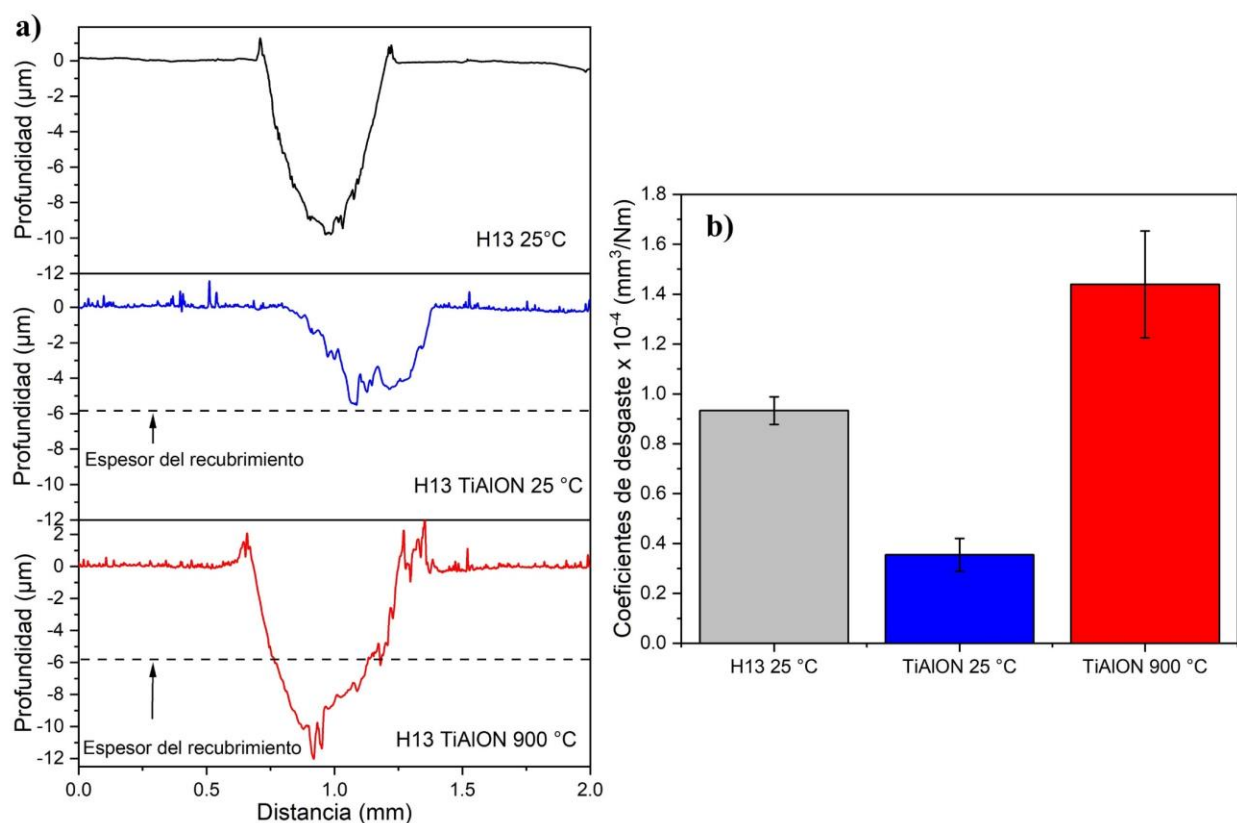


Figura 40. Gráficas: a) Perfilometría, b) Coeficientes de desgaste.

5.3.5.3. Microscopia óptica y análisis SEM/EDS

La figura 41 muestra las imágenes de las pistas de desgaste obtenidas con un microscopio óptico confocal, la figura 41a) muestra el acero H13, la figura 41b) muestra el recubrimiento de TiAlON y la figura 41c) muestra la pista de desgaste del recubrimiento de TiAlON para una prueba de 900 °C, en el acero H13 es evidente una pista de desgaste más profunda y para el H13 con TiAlON es muy notable el mecanismo de desgaste por ploughing para pruebas a temperatura ambiente. A 900 °C se muestra un mayor ancho de pista y mayor abrasión debido al efecto de la temperatura en los materiales.

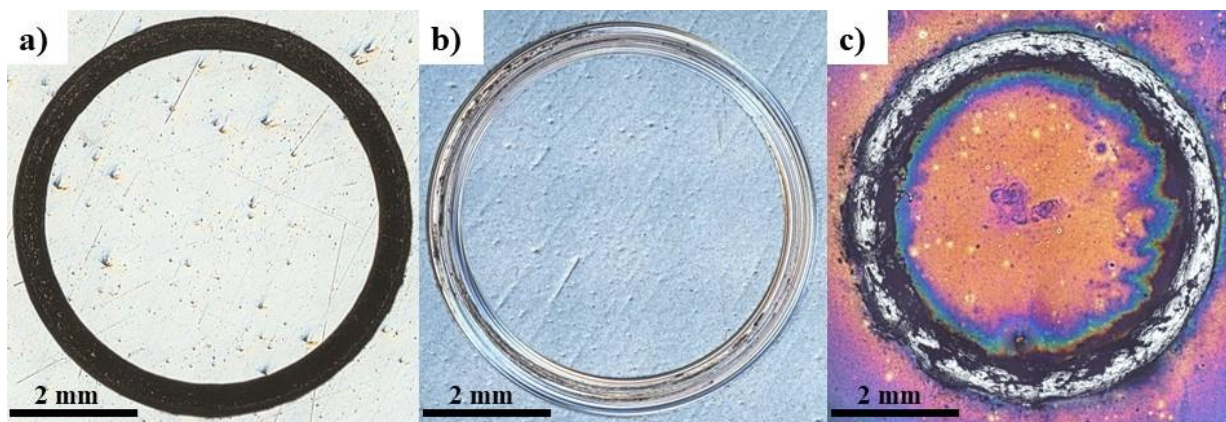


Figura 41. Pistas de desgaste: a) Acero H13 25 °C b) TiAlON 25°C y c) TiAlON 900°C.

La figura 42 muestra las imágenes SEM a temperatura ambiente de las pistas de desgaste para el acero H13 y el recubrimiento de TiAlON, también la pista del TiAlON con 900 °C. En la figura 42a) se muestra el mecanismo de desgaste del acero H13, se observa que el principal encontrado es desgaste adhesivo y la figura 42b) muestra un mapeo químico de la pista, revelando la existencia de un mecanismo de desgaste por oxidación debido al frotamiento repetitivo de la bola de alúmina con la superficie del sustrato H13. La figura 42c) muestra la superficie del TiAlON para pruebas a temperatura ambiente (25 °C), se encontró una pista caracterizada por zonas de ploughing en dirección del deslizamiento, las cuales son características de la formación de partículas duras que vienen del recubrimiento. La figura 42e) muestra la pista de desgaste del recubrimiento de TiAlON a 900 °C, se pueden observar muchas zonas con desgaste alisado además de escombros (debris) en el borde interior de la pista, la abrasión y adhesión son los mecanismos de desgaste principales observados. A pesar de la presencia de grandes zonas de desgaste, la apariencia de la pista no corresponde con la falla de adhesión catastrófica, no hay presencia de espalación del TiAlON, esto quiere decir que el recubrimiento presenta buena adherencia a una temperatura de 900 °C. El

contenido de oxígeno en las pistas de desgaste del recubrimiento de TiAlON se investigó mediante el mapeo químico que se observa en las figuras 42d) y 42f), es evidente que existe la formación de óxidos, por efecto de la temperatura se forma una capa protectora o tribofilm, esta pequeña capa de óxidos lubrica el contacto entre los pares tribológicos disminuyendo el COF.

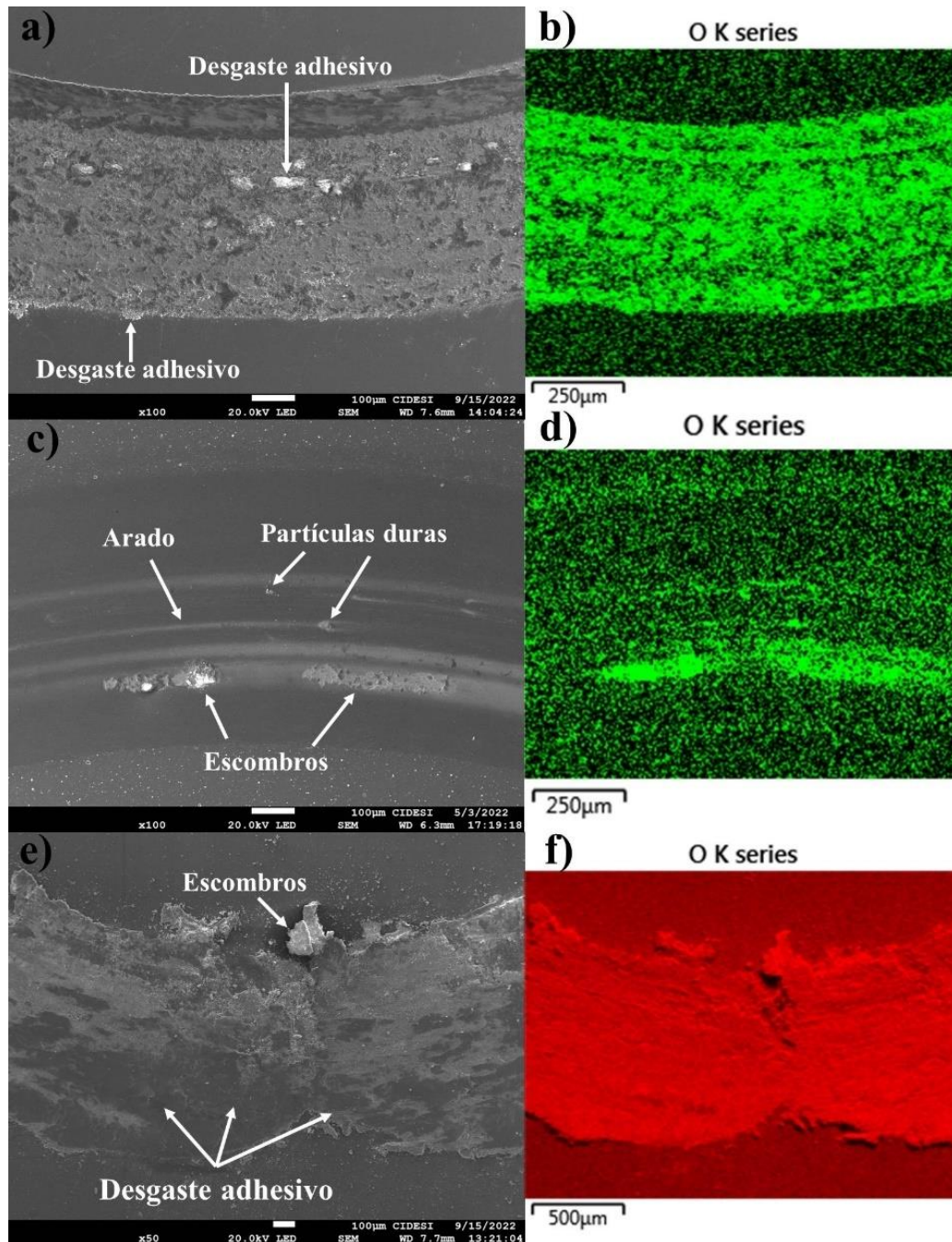


Figura 42. Imágenes SEM de pistas de desgaste: a) Acero H13, b) Mapeo químico acero H13, c) TiAlON 25 °C, d) Mapeo químico TiAlON, e) TiAlON 900 °C y f) Mapeo químico TiAlON 900 °C.

5.3.6. Pruebas de deslizamiento recíprocante

5.3.6.1. Coeficientes de fricción

La figura 43 muestra los coeficientes de fricción del acero AISI H13 y el recubrimiento de TiAlON, los valores promedio del COF a temperatura ambiente son 0.65 y 0.7 para el acero y el recubrimiento, respectivamente. Los valores promedio del COF con temperatura de 200 °C son de 0.25 y 0.20 para el acero H13 y recubrimiento, respectivamente.

Las variaciones del COF en las pruebas en acero H13 se debe fuertemente al desgaste adhesivo que se produce, la bola de alúmina al tener mejores propiedades mecánicas y tribológicas que el acero, desgasta severamente la superficie del sustrato, provocando que pequeñas partículas del acero se desprendan y actúen como un tercer cuerpo, estas partículas por el movimiento recíprocante son continuamente deformadas produciendo las fluctuaciones a partir de los 1000 ciclos que se observan en el comportamiento del COF del acero H13.

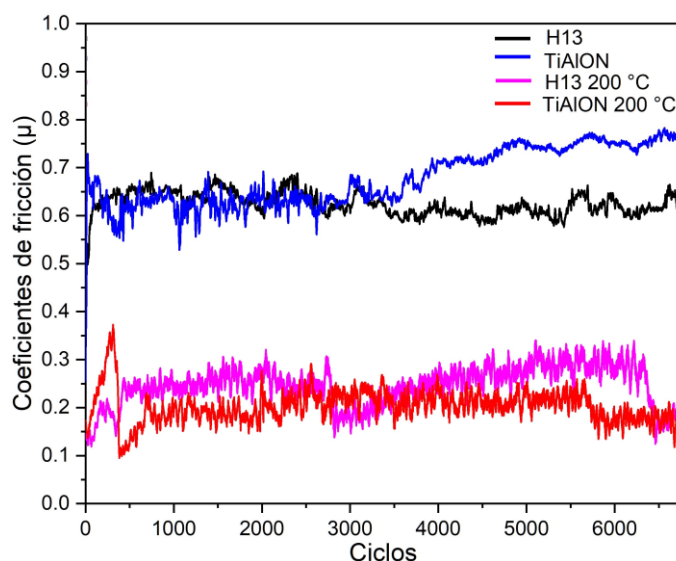


Figura 43. Coeficientes de fricción en pruebas a temperatura ambiente (25 °C) y con 200 °C.

El comportamiento del COF del recubrimiento de TiAlON se debe a que en esta prueba debido a las partículas duras del recubrimiento se produce un mayor desgaste, principalmente desgaste abrasivo. El COF del recubrimiento del TiAlON presenta un incremento que llega hasta un máximo valor de 0.75, se debe a que después de los 15 min de prueba el recubrimiento se ha desgastado dejando expuesto la zona del sustrato H13 y las partículas duras que existen entre los pares tribológicos actúan como tercer cuerpo, produciendo en este caso abrasión de tres cuerpos dejando un mayor desgaste. Los valores obtenidos del COF son valores muy cercanos a los

obtenidos por las pruebas de perno sobre disco. Con el aumento de la temperatura a 200 °C, los materiales muestran bajos COF's, esto se puede explicar debido al ablandamiento térmico de las superficies en contacto, las superficies se vuelven más dúctiles y son fácilmente penetradas por la esfera de alúmina, lo cual produce mecanismos de desgaste por deformación plástica y desgaste adhesivo que se relacionan con los bajos COF's encontrados.

5.3.6.2. Perfilometría y tasas de desgaste

La figura 44a) muestra los perfiles de desgaste recíprocante del acero H13 y recubrimiento de TiAlON, de pruebas a TA y con 200 °C, la mayor profundidad se encontró en el acero sin recubrimiento en pruebas con 200 °C, evidentemente el sustrato sin algún tipo de recubrimiento tiene una muy baja resistencia al desgaste por contacto deslizante, los sustratos de H13 con el recubrimiento de Oxinitruro de TiAlON, muestran la mayor resistencia al desgaste como se puede observar en la figura 44b) el recubrimiento tiene los menores coeficientes de desgaste, esto se debe a que el TiAlON aumenta la capacidad de carga y aumenta la resistencia al desgaste.

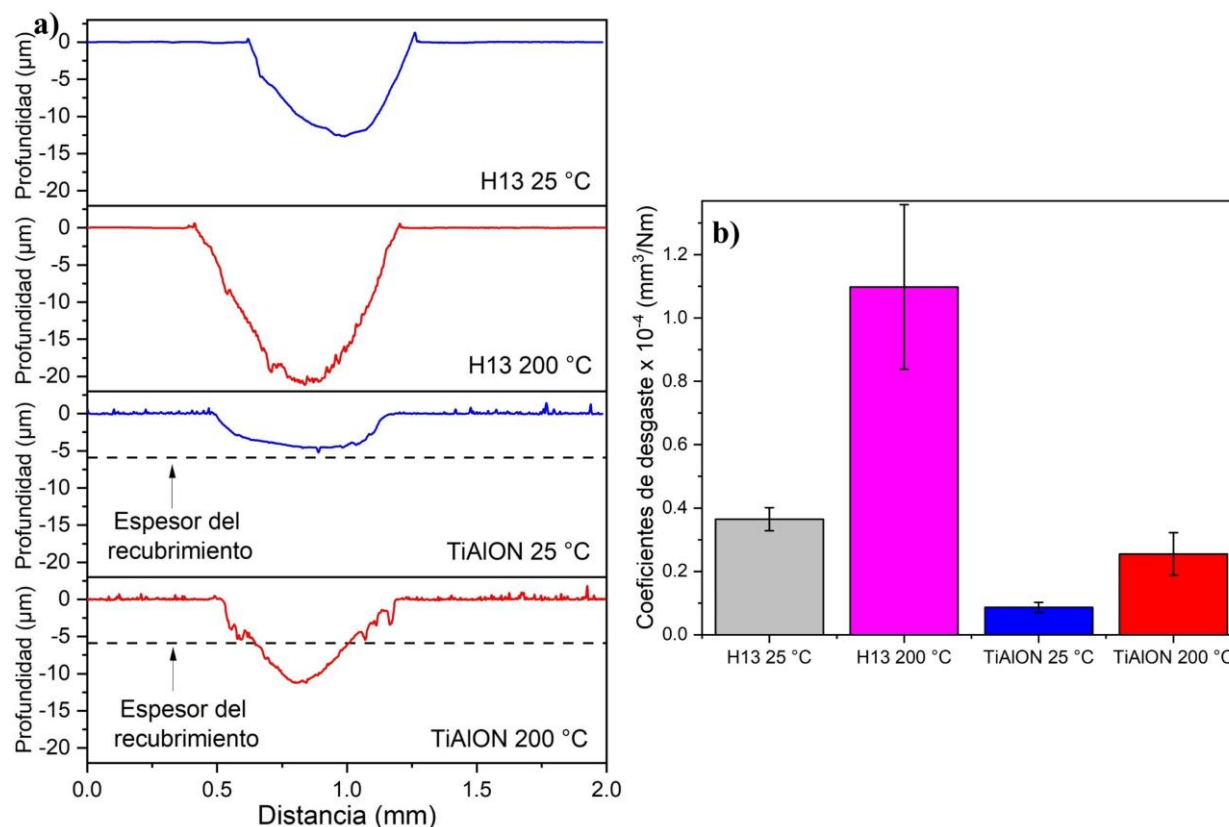


Figura 44. Gráficas: a) Perfilometría, b) coeficientes de desgaste.

5.3.6.3. Microscopia óptica y análisis SEM/EDS

La figura 45 muestra la microscopia óptica de las huellas de desgaste recíprocante del acero H13 (figura 45a) y del recubrimiento de TiAlON (figura 39b). La prueba en acero H13 muestra un mayor desgaste adhesivo mientras que la prueba en el recubrimiento de TiAlON muestra desgaste abrasivo en la zona central de la huella y desgaste adhesivo en los bordes de la huella. La figura 45c) y 45b) muestran la magnificación de las zonas de desgaste punteadas para el acero y el recubrimiento respectivamente, en el acero existen mecanismos de desgaste como debris y ploughing mientras que en el recubrimiento es más evidente la formación de mecanismos de desgaste como plow grooves que dejan surcos de arado muy grandes y dejan claro la formación de macro partículas duras que vienen del recubrimiento que producen estos grandes surcos de desgaste.

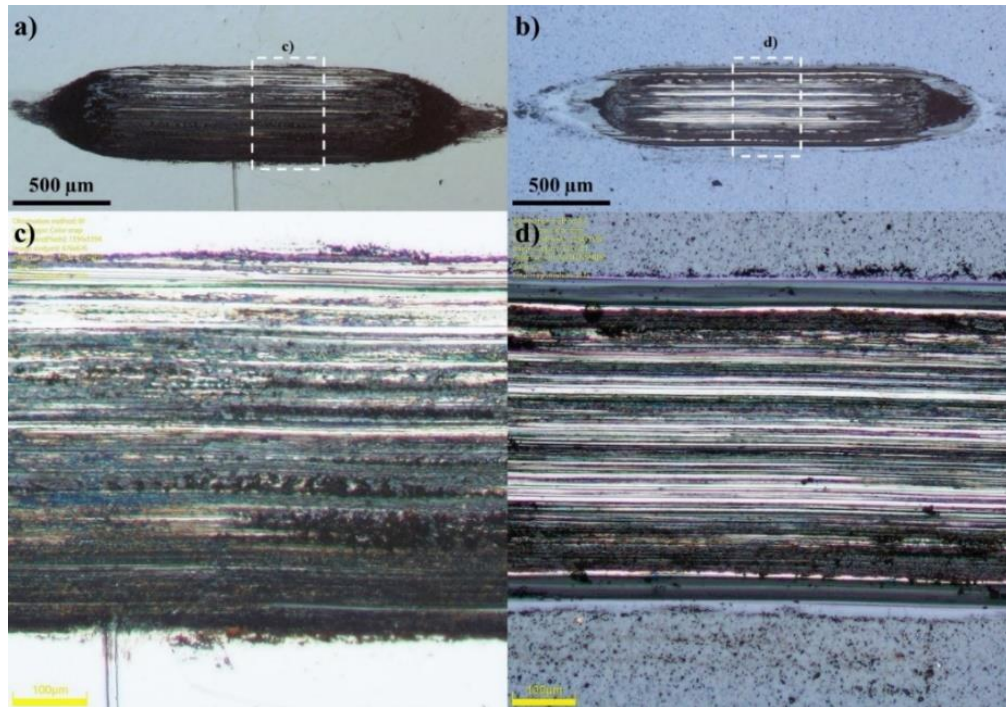


Figura 45. Huellas de desgaste recíprocante: a) Acero H13 y b) Acero H13 con recubrimiento de TiAlON, c) Magnificación zona c y d) Magnificación zona d.

La figura 46 muestra una magnificación de zonas de desgaste del acero y del recubrimiento de pruebas a temperatura ambiente y con temperatura de 200 °C. En los aceros el desgaste se caracteriza por deformación plástica, mientras que en los recubrimientos existe abrasión y formación de grietas.

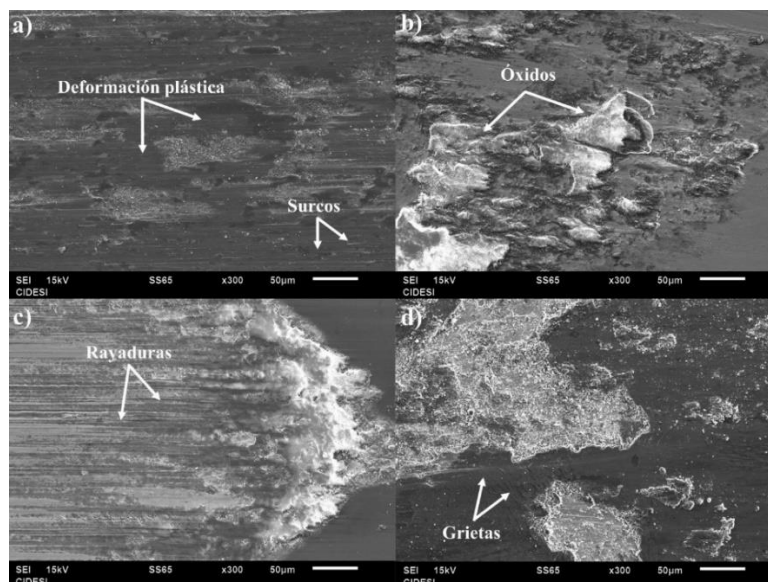


Figura 46. SEM: a) acero H13 TA, b) acero H13 200 °C, c) TiAlON TA y d) TiAlON 200 °C.

La figura 47 muestra imágenes SEM del desgaste en el sustrato H13 de pruebas a temperatura ambiente y con 200 °C, principalmente se encontraron mecanismos de desgaste por adhesión y desgaste por oxidación como se puede observar en el mapeo químico de la distribución de oxígeno de la figura 47b) y 47d).

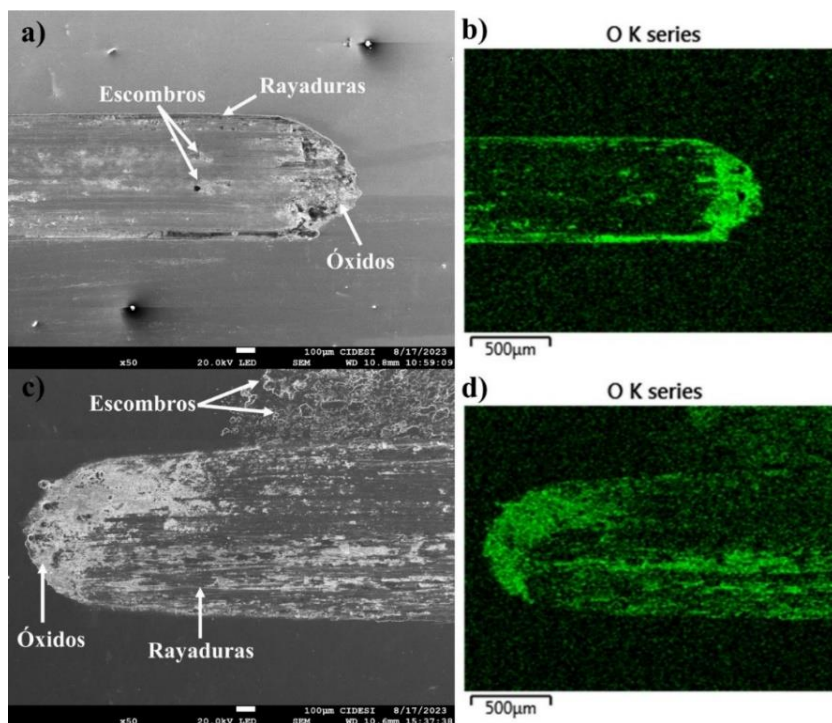


Figura 47. SEM: a) Acero H13 TA y b) Distribución de oxígeno TA; c) Acero H13 200 °C, d) Distribución de oxígeno 200 °C.

La figura 48 muestra imágenes SEM de las huellas de desgaste de las pruebas en el recubrimiento de TiAlON de pruebas a temperatura ambiente y con 200°C, existen bastantes zonas con delaminación del recubrimiento que deja en claro la falta de adherencia del sustrato con el recubrimiento, los mapeos químicos muestran que la oxidación en el recubrimiento de TiAlON es mucho menor que en el acero H13.

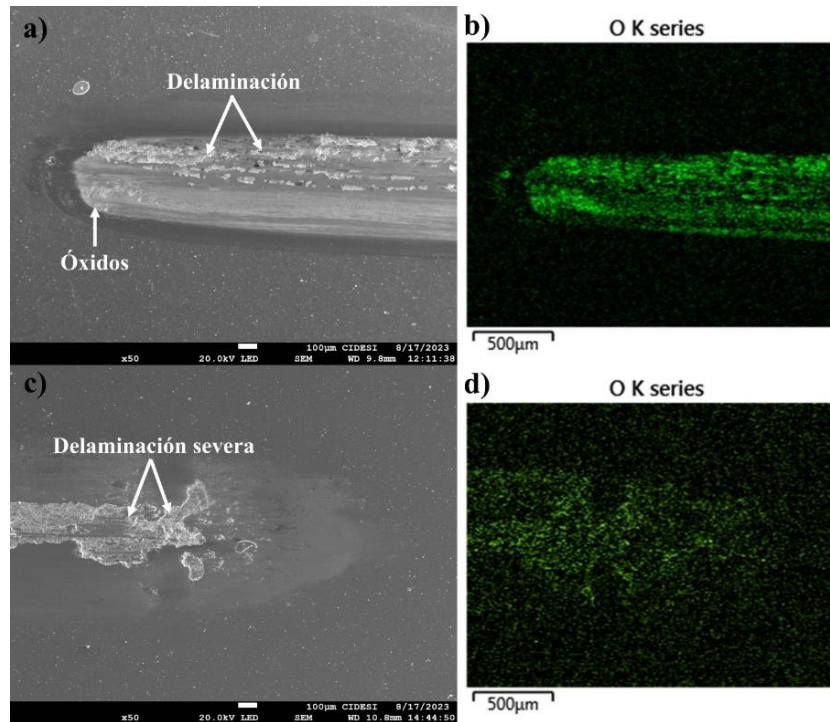


Figura 48. SEM: a) TiAlON TA y b) Distribución de oxígeno TA; c) TiAlON 200 °C y d) Distribución de oxígeno 200 °C.

5.4. Acero D2 con recubrimiento de TiAlON

El acero AISI D2 es otro tipo de acero para herramientas que se utiliza ampliamente en aplicaciones donde se requiere alta resistencia al desgaste y buena tenacidad. A continuación, se muestran los resultados y la discusión del sustrato D2 con y sin recubrimiento de TiAlON.

5.4.1. Microestructura

La microestructura de AISI D2 que se muestra en la figura 49 consiste en una matriz ferrítica en la que se distribuyen diferentes excedentes de carburos masivos y semi-elípticos. Se realizó un

análisis EDS para determinar la composición química de los carburos presentes en la microestructura del acero D2, los valores promedio se muestran en la figura 50, estos carburos semi-elípticos tienen un alto contenido de cromo mucho mayor a la del acero H13, lo que puede contribuir a una mejor adherencia con el recubrimiento de TiAlON [81].

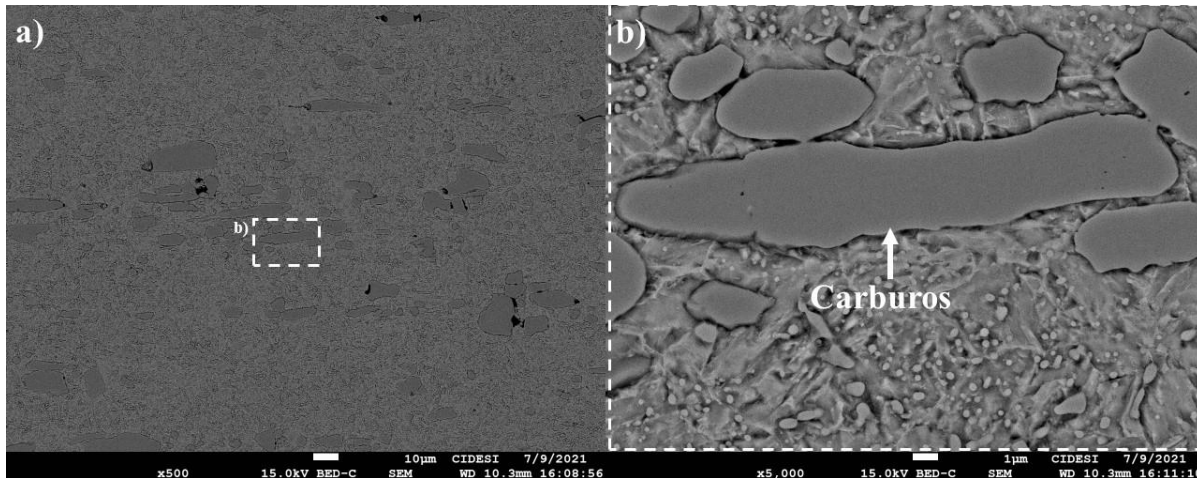


Figura 49. Microestructura acero D2: a) Magnificación x500, b) Magnificación x5000.

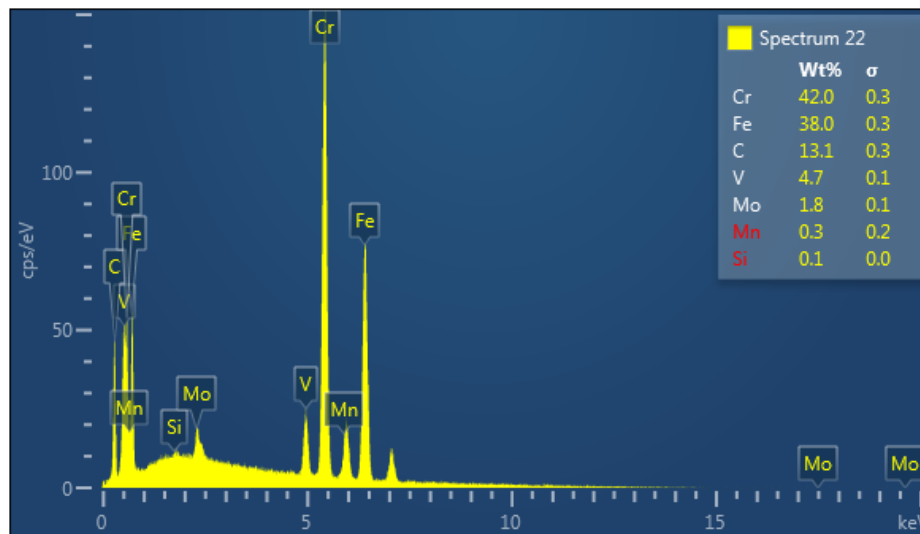


Figura 50. Análisis EDS, composición química del acero AISI D2.

5.4.2. Espesor, rugosidad y dureza

La figura 51a) muestra la sección transversal y la vista superior del recubrimiento de TiAlON depositado sobre el sustrato de acero AISI D2, el espesor promedio fue de 5.9 µm, este tiene una morfología densa del recubrimiento y una superficie granular con una rugosidad promedio de 79.1

nm. La figura 51b) muestra la superficie del recubrimiento de TiAlON, se puede observar la formación de poros y presencia de microgotas en el recubrimiento, que como se comentó en el acero H13 estas son típicas de la deposición física de vapor por arco catódico.

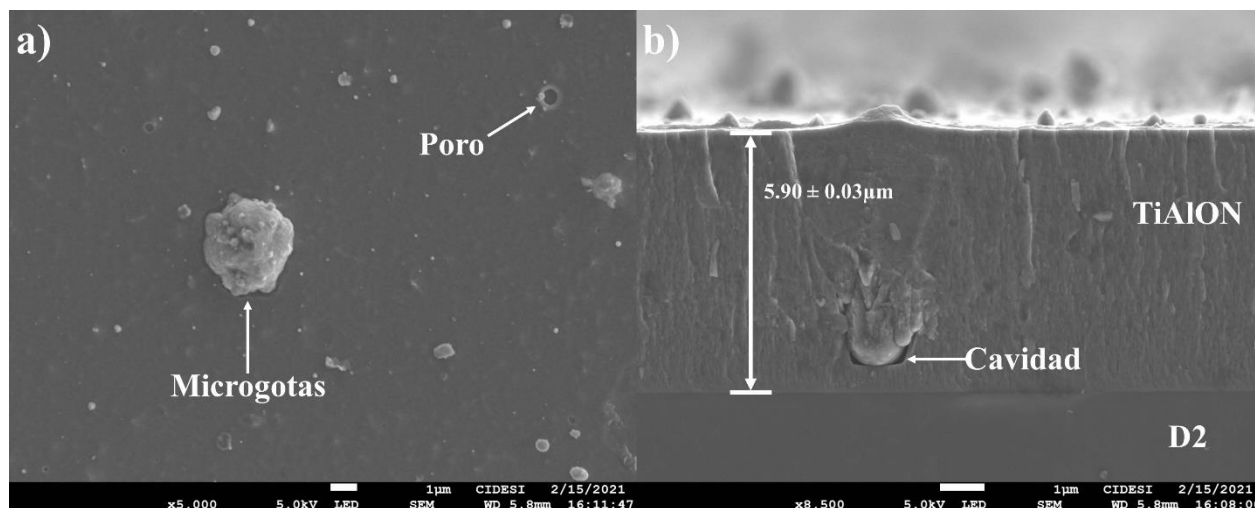


Figura 51. Imágenes SEM: a) espesor y b) superficie del recubrimiento de TiAlON.

Los valores promedio obtenidos de la rugosidad, dureza y módulo de Young se reportan en la tabla 5. La dureza del acero D2 es superior a la del acero H13, las mediciones de rugosidad en el acero y el recubrimiento están en un rango muy cercano en comparación con el H13, esto se debe a que el acabado superficial es el mismo para ambos materiales y las mismas condiciones para la aplicación del recubrimiento.

Tabla 5. Propiedades de acero D2 y recubrimiento de TiAlON.

Medición	Acero D2	TiAlON
Espesor, μm	7000	5.9
Rugosidad R_a , nm	30.3 ± 4.63	79.1 ± 2.47
R_q , nm	44.15 ± 6.31	137.2 ± 13.4
Dureza, GPa	7.23 ± 0.15	21.7 ± 0.57
Módulo de Young, GPa	207 ± 1.5	418.3 ± 0.71

5.4.3. Prueba de adherencia por el método de rayado

La figura 52a) muestra la gráfica del coeficiente de arrastre (verde)- emisión acústica (negro) - carga (rojo) en función del desplazamiento. La carga crítica por cohesión (L_{c1}) se considera cuando se observa el primer pico en la emisión acústica, la cual se produce a los 6.65 N. La carga crítica

de adhesión (Lc2), se generó cuando aparecen picos sucesivos de alta intensidad en la emisión acústica, los cuales inician a una carga de 33.6 N. Los resultados de la prueba de rayado del acero D2 muestran mayor adherencia del recubrimiento que con el acero H13. La huella de desgaste que se muestra en la figura 52b) tiene una longitud de 6 mm y corresponde con la distancia de rayado de la gráfica, cada pico de la emisión acústica corresponde a una falla del recubrimiento y es comparable con la imagen de la huella de rayado. El mecanismo de desgaste por chipping se encuentra alrededor de toda la huella, no se encuentra la carga crítica Lc3 que es cuando sucede la separación severa del recubrimiento, por lo tanto este recubrimiento presenta una adherencia suficiente y mucho más alta que en el acero H13.

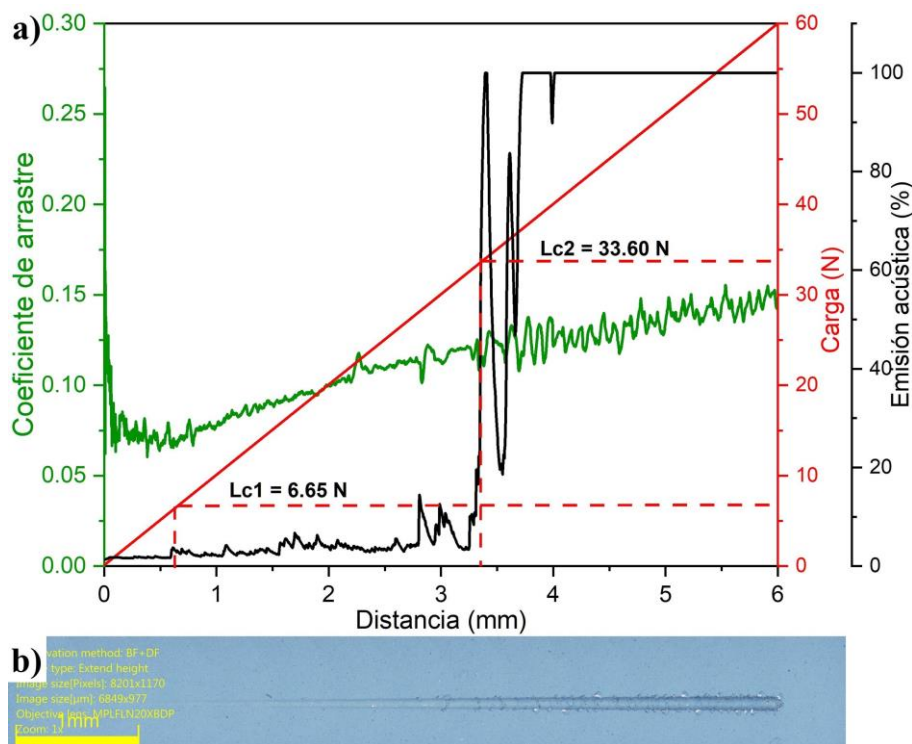


Figura 52. Gráfica del coeficiente de arrastre-emisión acústica-carga vs desplazamiento.

La figura 53 muestra una imagen de la zona de la falla adhesiva Lc2, las fallas adhesivas se generan por chipping, que se caracteriza por regiones semi redondas donde se remueve el material de la película en los bordes del rayado, claramente se puede observar en el mapeo químico que el chipping deja expuesto al sustrato D2 marcado de color rojo, debido a que existe una alta adherencia del recubrimiento, se forman este tipo de astilladuras. La figura 46c) muestra el final de la huella, no se observa espalación ni delaminación del recubrimiento, únicamente chipping, estas astilladuras indican una alta adherencia del recubrimiento con el sustrato.

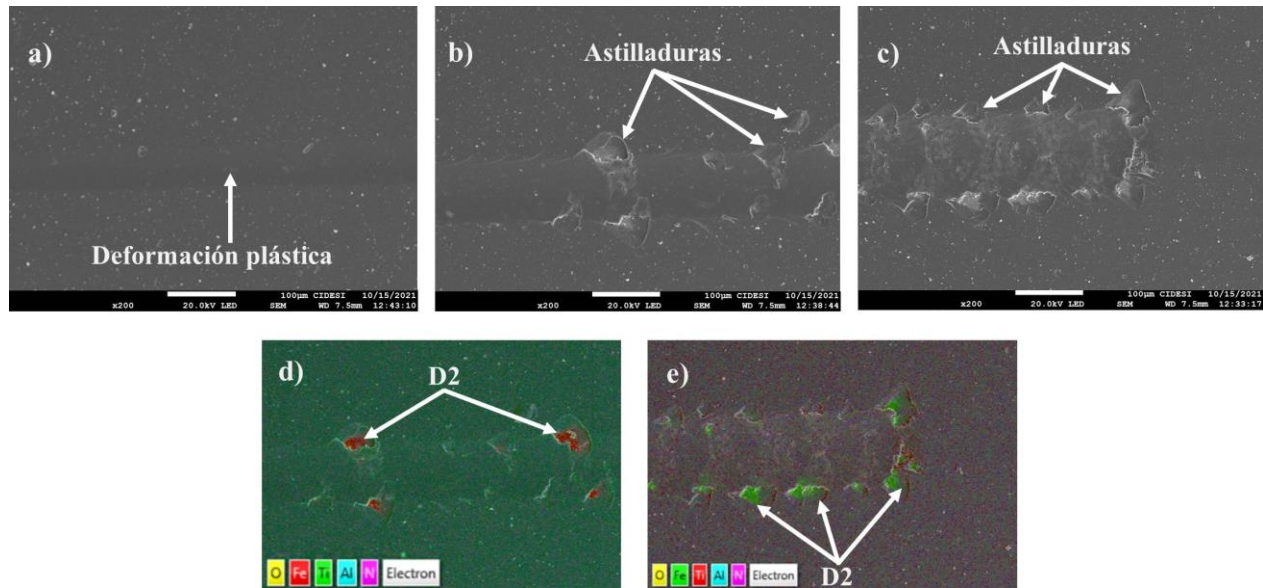


Figura 53. Imágenes SEM: a) Primera falla Lc1, b) Segunda falla Lc2, c) Final de huella de rayado, d) Mapeo químico falla Lc2 y e) Mapeo químico final de huella de rayado.

Los mapeos químicos de la figura 54 muestran el final de la huella de desgaste por adherencia, el recubrimiento solo presenta desgaste por chipping dejando expuesto algunas zonas del sustrato D2, este mecanismo de desgaste es común en recubrimientos que presentan una alta adherencia.

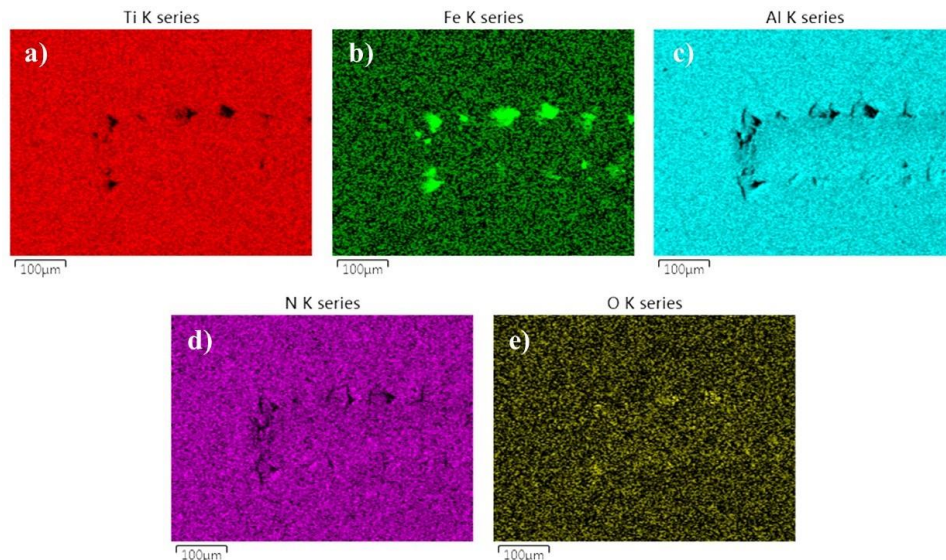


Figura 54. Mapeos químicos de final de huella de rayado: a) Hierro, b) Titanio, c) Aluminio, d) Nitrógeno y e) Oxígeno.

La figura 55 muestra las primeras 6 microfotografías SEM de la huella de desgaste generada por la prueba de rayado, cada microfotografía corresponde a 500 µm de longitud, la huella tiene una longitud

de 6mm. La figura 56 muestra las ultimas 6 micrografías del final de huella de rayado. Se puede observar que desde que comienza la primera falla por adhesión, esta se debe al mecanismo de desgaste por chipping, es notable que toda la prueba de rayado y en el final de la huella únicamente presenta chipping, esto deja en claro la alta fuerza de adherencia que existe entre el sustrato D2 y el Oxinitruro de TiAlON, una de las posibles causas de la alta adherencia es el alto contenido de cromo que presenta el sustrato D2 como se discutió en la sección 5.3.1, también se piensa que puede influir la rugosidad superficial que es 10 μm mayor que la del H13.

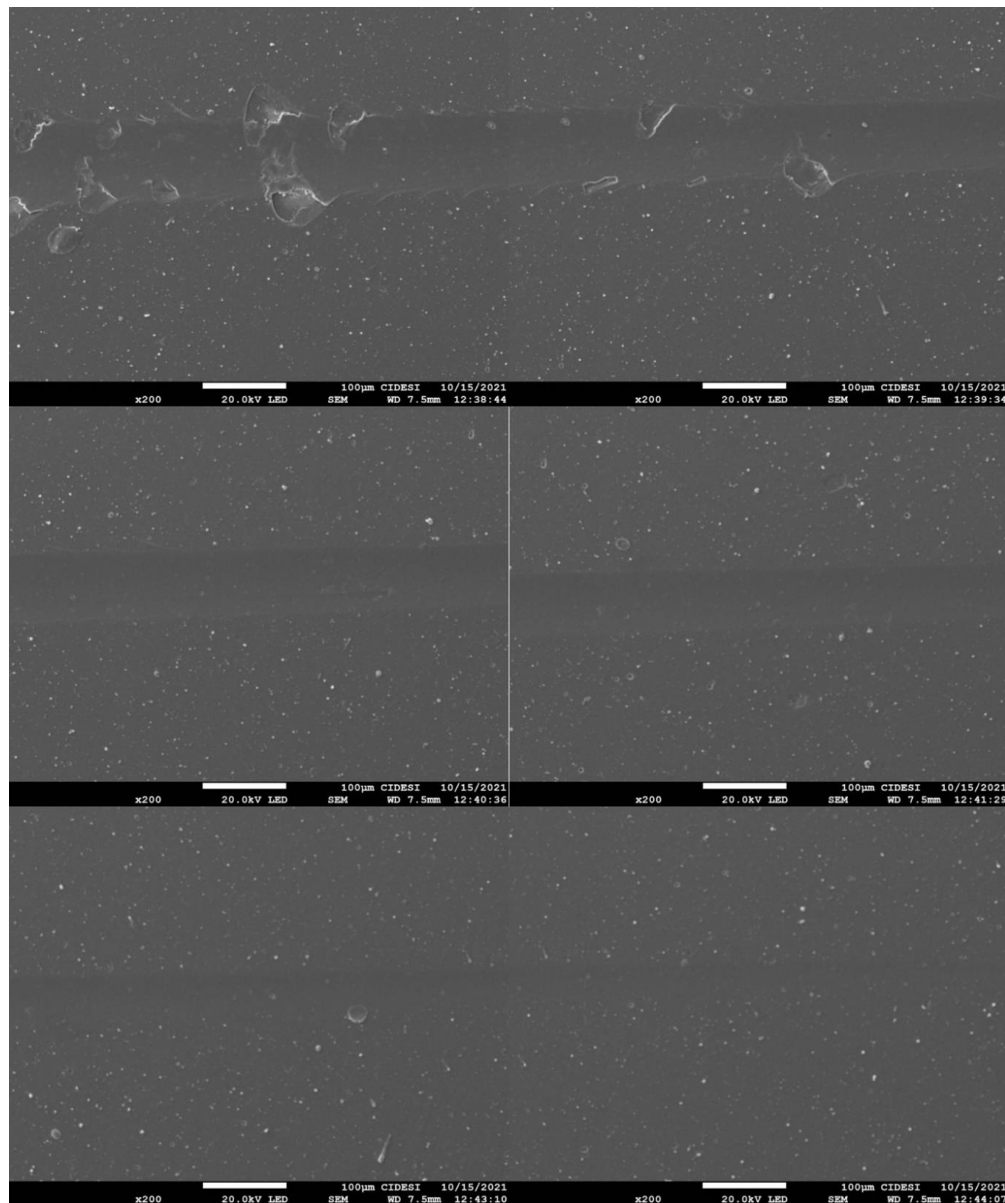


Figura 55. Primera sección: huellas de ensayo de adherencia en acero D2 con TiAlON.

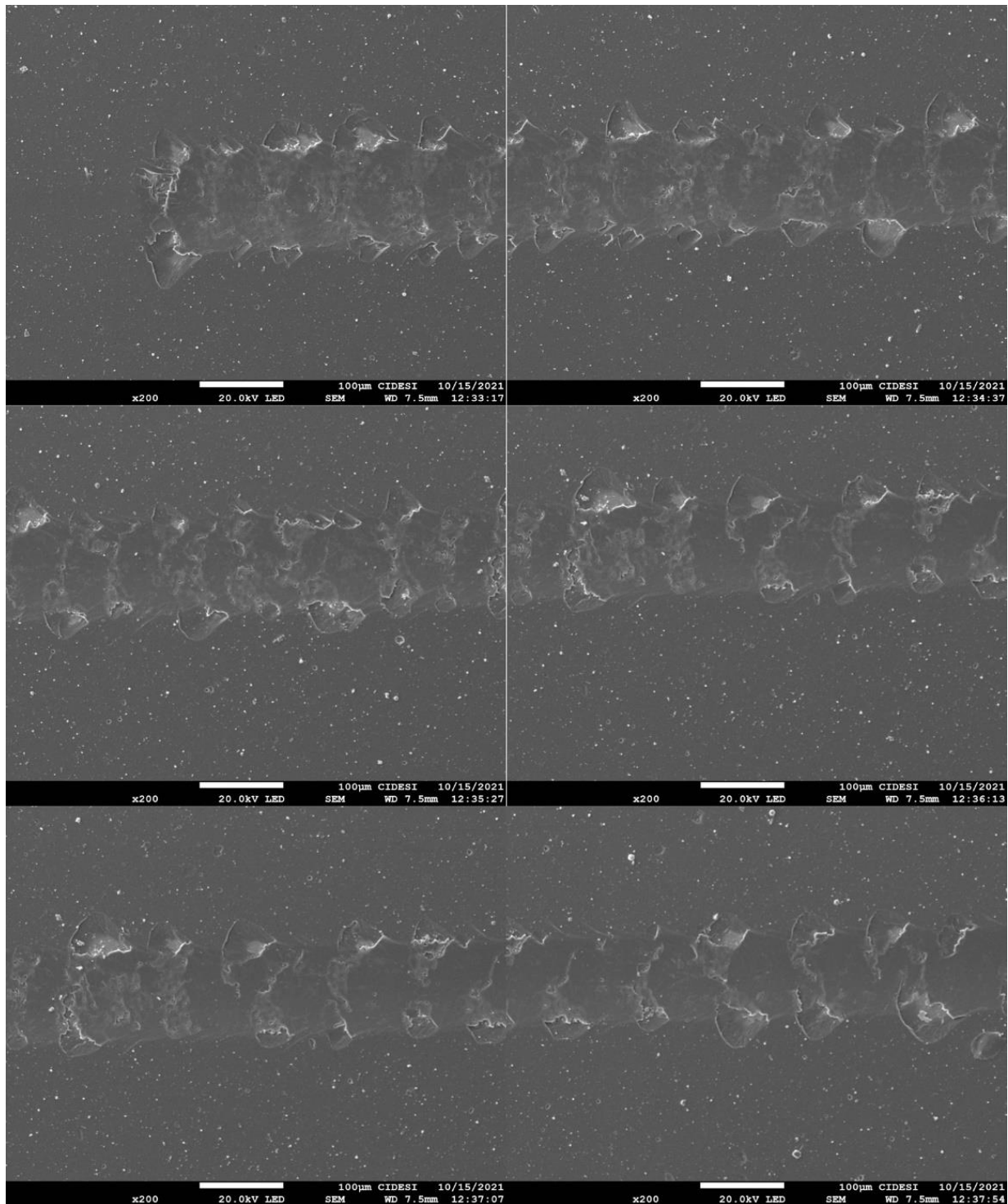


Figura 56. Segunda sección: huellas de ensayo de adherencia en acero D2 con TiAlN.

elevadas temperaturas forma una capa protectora de óxido que impide la difusión de oxígeno del recubrimiento provocando bajos coeficientes de fricción. Estos resultados concuerdan con los obtenidos en otros estudios [39, 78]. Las variaciones del COF en el recubrimiento de TiAlON a 900 °C después de los 11,000 ciclos se debe a que el recubrimiento se ha desgastado provocando mayores coeficientes de fricción.

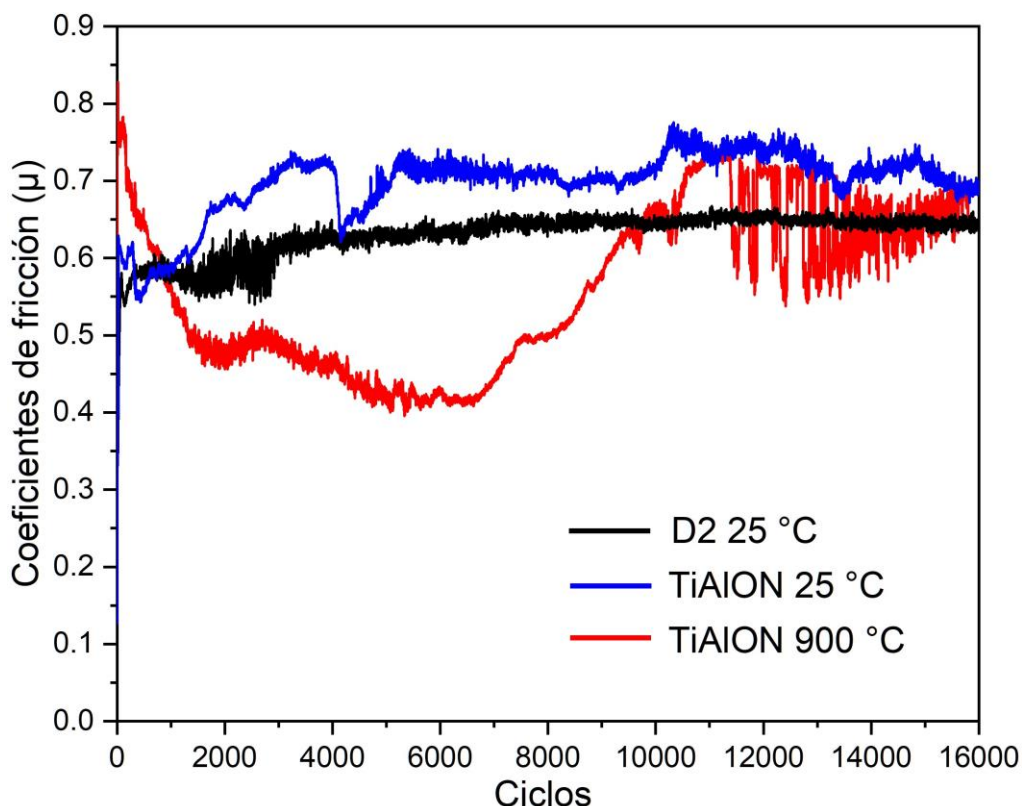


Figura 58. Coeficientes de fricción en acero D2 y recubrimiento de TiAlON.

5.4.5.2 Perfiles y tasas de desgaste

La figura 59 muestra los perfiles y la tasa de desgaste de los materiales acero D2 y del recubrimiento de TiAlON. La menor profundidad de desgaste se encuentra en el recubrimiento de TiAlON en pruebas a temperatura ambiente. En general las profundidades y tasas de desgaste del TiAlON depositado sobre acero D2 son mucho más bajas que con el acero H13, esto se puede explicar debido a que el acero D2 tiene una mayor dureza, además que el recubrimiento exhibe una mayor adherencia con sustrato D2 por su alto contenido de C y Cr, de esta manera este material con el recubrimiento de oxinitruro presentó una mayor resistencia al desgaste y estabilidad térmica.

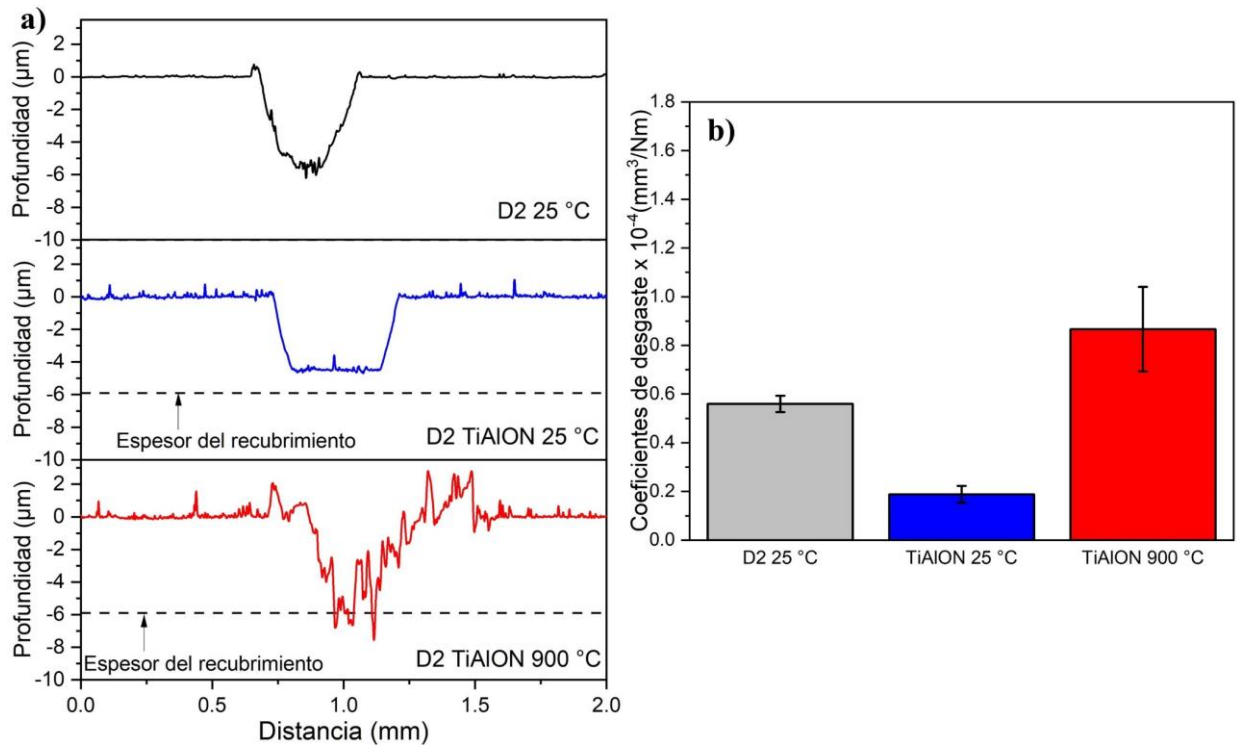


Figura 59. Gráficas: a) Perfilometría, b) coeficientes de desgaste.

5.4.5.3. Microscopia óptica y análisis SEM/EDS

La figura 60 muestra las pistas de desgaste del acero D2 con y sin recubrimiento de TiAlON. La primera huella se caracteriza por desgaste adhesivo, la segunda huella por desgaste de tres cuerpos debido a la formación de partículas duras, y en la tercera huella por desgaste abrasivo y adhesivo, existen debris en los bordes de la pista y zonas con desgaste por oxidación, es notable un mayor ancho de pista que los otros dos casos.

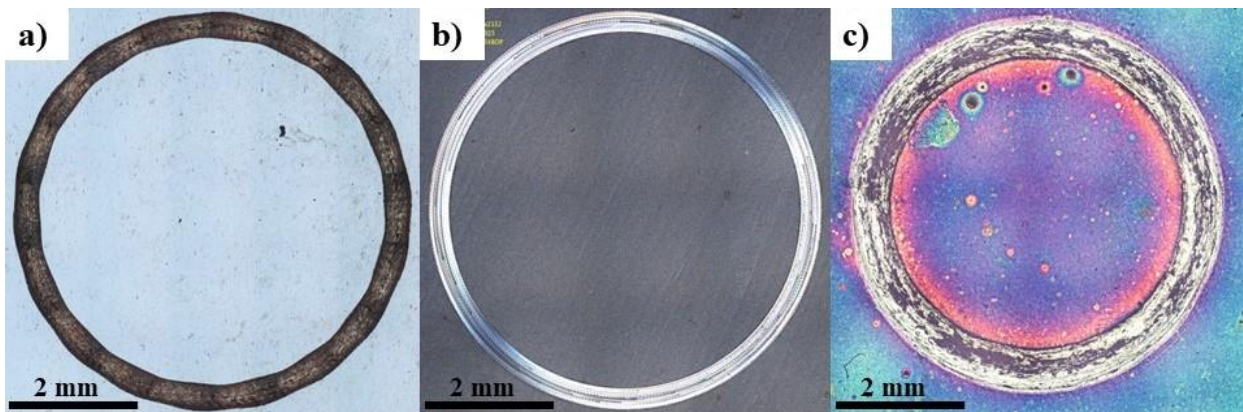


Figura 60. Pistas de desgaste: a) Acero D2, b) Acero D2 con TiAlON y c) Acero D2 con TiAlON a 900 °C.

La figura 61 muestra las imágenes SEM de los mecanismos de desgaste presentes en estas pruebas, para el acero D2 se encuentra debris en la superficie lo que provoca el desgaste por adhesión. La figura 61b) muestra el mapeo químico para observar el contenido de oxígeno en la pista, se puede observar una mayor concentración de oxígeno en los bordes de la pista, lo que indica que existe desgaste por oxidación que es por el contacto deslizante repetitivo con la bola de alúmina que puede llegar a producir partículas de Al_2O_3 . La figura 61c) muestra la pista de desgaste del recubrimiento de TiAlON y se observa el mecanismo de desgaste de ploughing debido a la formación de partículas duras. La figura 61e) muestra la pista de desgaste de pruebas con temperatura de 900 °C, es notable la formación de debris y óxidos, también se observan muchas zonas con desgaste suave o alisado. Los mapeos químicos de la figura 61d) y f) muestran la cantidad de oxígeno que se concentra en las pistas y muy abundante para pruebas con temperatura, como se mencionaba anteriormente en las pruebas con acero H13, por efecto de la temperatura y contacto deslizante de rodadura se forma una tribofilm protectora que ayuda a disminuir el COF.

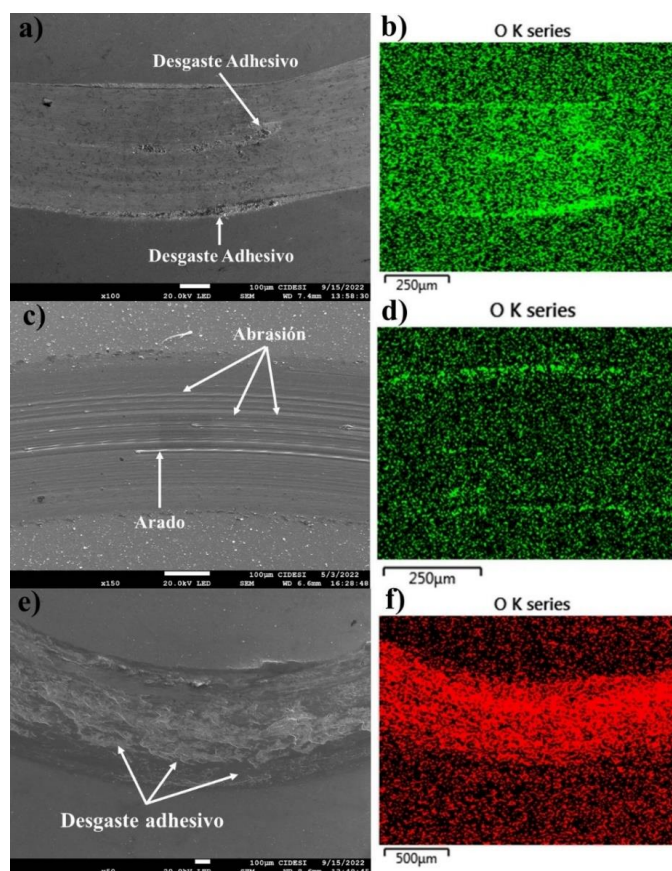


Figura 61. Imágenes SEM de pistas de desgaste: a) Acero D2, b) Mapeo químico acero D2, c) TiAlON 25 °C, d) Mapeo químico TiAlON, e) TiAlON 900 °C y f) Mapeo químico TiAlON 900 °C.

5.4.6. Desgaste por movimiento recíprocante

5.4.6.1. Coeficientes de fricción

La figura 62 muestra los COF's del acero D2 sin recubrimiento y con recubrimiento de TiAlON. Los COF's a TA son 0.65 y 0.6 en promedio para el sustrato y el recubrimiento, respectivamente. Los COF's con temperatura de 200 °C son de 0.36 y 0.27 para el sustrato y el recubrimiento, respectivamente. Las mayores fluctuaciones del COF se generan en el recubrimiento a 200 °C debido a la alta dureza y la rugosidad de este oxinitruro, estas comienzan a partir de los 3000 ciclos, cada una de estas fluctuaciones indica un diferente tipo de mecanismo de desgaste que se está produciendo, las mayores fluctuaciones indican un desgaste mas abrasivo mientras que en los periodos con COF's constantes indican mecanismos de desgaste por deformación plástica y desgaste adhesivo o en algunos casos desgaste por oxidación, las pequeñas partículas de óxido causan COF's mas bajos.

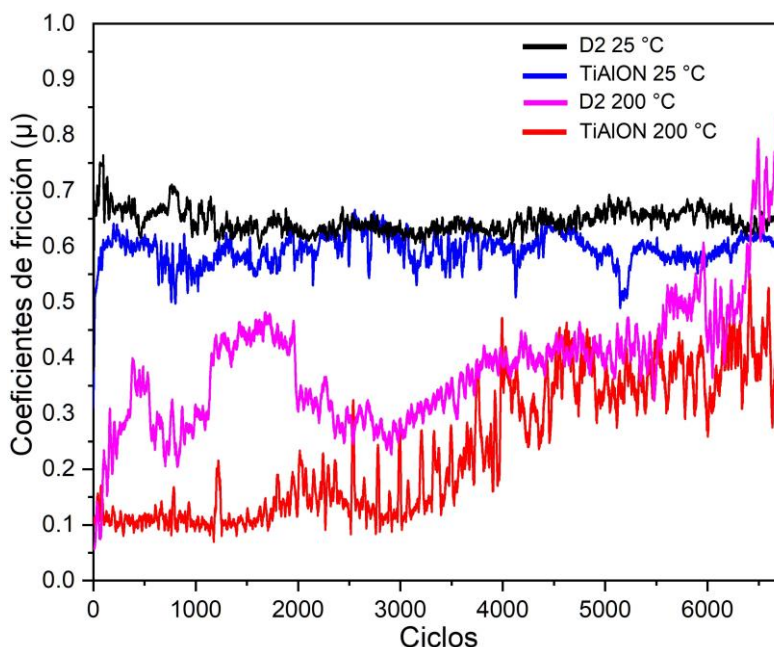


Figura 62. Coeficientes de fricción en acero D2 y recubrimiento de TiAlON.

5.4.6.2. Perfilometría y coeficientes de desgaste

La figura 63a) muestra los perfiles de desgaste, se observa que la mayor profundidad de desgaste es de aproximadamente 8 μm y la tiene el acero D2 sin recubrimiento en pruebas a temperatura ambiente. La figura 63b) muestra los coeficientes de desgaste calculados por volumen perdido, el

mayor coeficiente de desgaste se encuentra en el acero D2 sin recubrimiento esto se debe a sus profundidades de desgaste y mayores anchos de pista. El material como la mayor resistencia al desgaste es el acero D2 con TiAlON en pruebas a 200 °C, la alta compatibilidad entre estos dos materiales aumenta la capacidad de carga y reduce la transferencia de material, por estas razones presenta la mayor resistencia al desgaste por deslizamiento recíprocante.

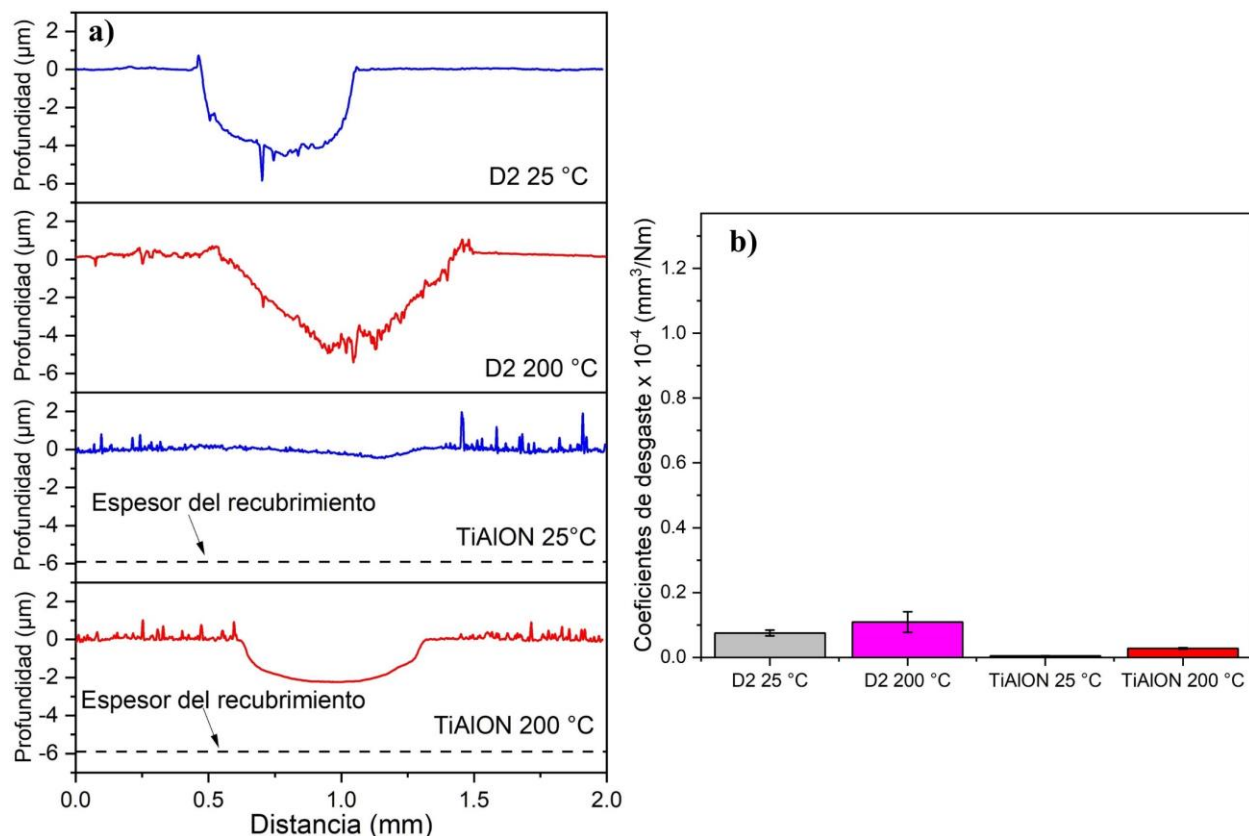


Figura 63. Gráficas: a) Perfilometría, b) coeficientes de desgaste.

5.4.6.3. Microscopia óptica y análisis SEM/EDS

La figura 64 muestra las huellas de desgaste generadas por las pruebas tribológicas con movimiento recíprocante. La figura 65a) muestra la huella del acero D2, se observan un desgaste muy severo caracterizado por desgaste debido a deformación plástica y desgaste adhesivo en los bordes de la huella que se puede observar en la magnificación de la figura 66c). La figura 66b) muestra la huella que se produjo en el acero D2 con recubrimiento de TiAlON, el desgaste es menos severo, se puede observar un desgaste por pulido en los bordes de la huella, mientras que el centro el desgaste es mayormente abrasivo debido a que es donde se encuentra el mayor esfuerzo de contacto. La

magnificación de la figura 66d) muestra la zona central de la huella de desgaste, se alcanza a ver el desgaste por ploughing debido a partículas duras del recubrimiento de TiAlON. Las huellas de desgaste del acero D2 son menos anchas y profundas que las del acero H13 por lo tanto el material que presenta una mayor resistencia al desgaste es el acero D2 con recubrimiento de TiAlON, esto se debe fuertemente a su elevada dureza y su alta adherencia entre el sustrato y el recubrimiento.

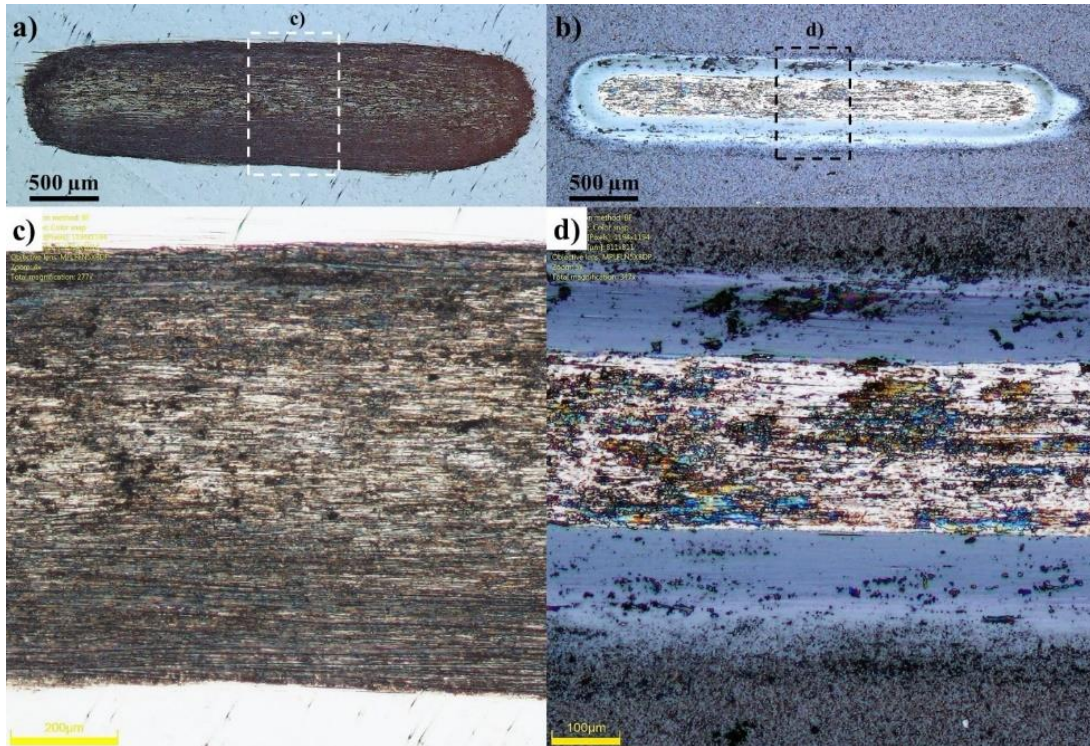


Figura 64. Huellas de desgaste recíprocante: a) Acero AISI D2, b) Acero D2 con recubrimiento de TiAlON, c) Magnificación zona c y d) Magnificación zona d.

La figura 65 muestra una magnificación de algunas zonas de desgaste de los aceros y del recubrimiento de TiAlON de pruebas a TA y con 200 °C. En los aceros (Figura 65a) y 65b)) se encontraron mecanismos de desgaste por adhesión, deformación plástica y formación de ranuras, lo que generó superficies ásperas, esto puede provocar una mayor fricción y mayor desgaste de las superficies en contacto. En la figura 65c) y 65d) se muestra las superficies desgastadas del recubrimiento de TiAlON, el desgaste es menos severo que en los aceros, se debe fuertemente a las propiedades mecánicas y tribológicas del recubrimiento. Se encuentra poco desgaste adhesivo en los bordes de la pista y algunos poros en la superficie del recubrimiento. El mecanismo dominante en estas pruebas es el desgaste abrasivo que es generado por las partículas duras que provienen del recubrimiento.

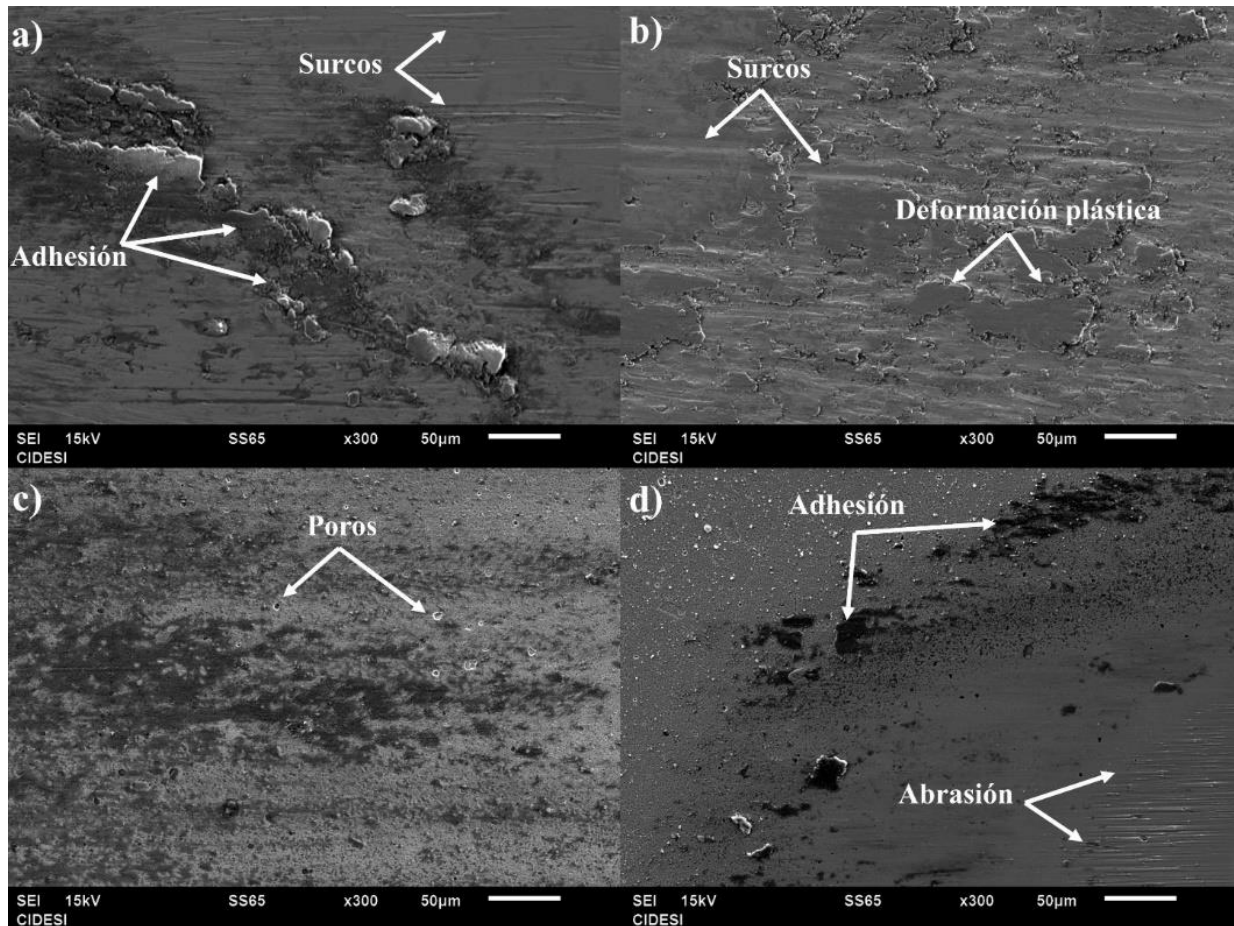


Figura 65. SEM: a) Acero D2 TA, b) Acero D2 200 °C, c) TiAlON TA y d) TiAlON 200 °C.

En la figura 66 se muestra la microscopia SEM de las huellas de desgaste por deslizamiento recíprocante de los sustratos de acero D2, también se muestra el mapeo químico de la distribución de la cantidad de oxígeno en las pistas. La figura 66a) y 66b) muestra la pista de desgaste del acero D2 de pruebas con temperatura ambiente. La figura 66c) y 66d) muestra la pista de desgaste del acero D2 de pruebas con temperatura de 200 °C. El mecanismo de desgaste fue dominado por deformación plástica, existe un mayor desgaste en pruebas con temperatura, debido a que los aceros con el aumento de la temperatura tienden a perder su dureza y resistencia mecánica, esto hace que el acero D2 este más expuesto al desgaste ya que se vuelve menos capaz de resistir la deformación plástica debido al contacto repetitivo por deslizamiento recíprocante. Los mapeos químicos evidencian un alto contenido de oxígeno en las pistas de desgaste, a altas temperaturas los aceros son más propensos a la oxidación lo que puede debilitar la superficie del material y aumentar el desgaste por deslizamiento.

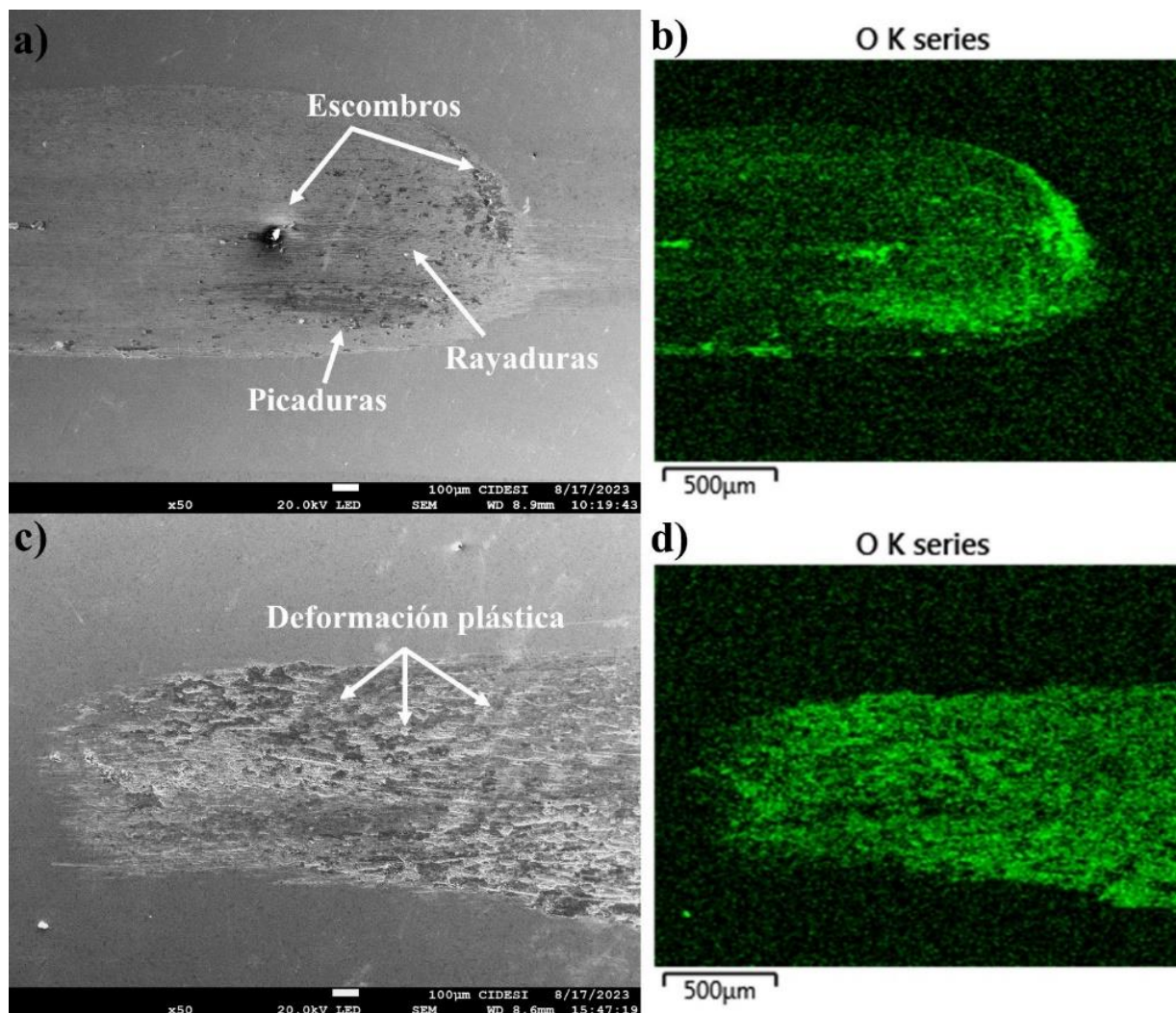


Figura 66. SEM: a) D2 TA y b) Distribución de oxígeno TA; c) D2 200 °C, d) Distribución de oxígeno 200 °C.

La figura 67 muestra las huellas de desgaste de las pruebas realizadas en el recubrimiento de TiAlON con TA y con temperatura de 200 °C. En ambas pruebas es notable que el desgaste es mucho menor comparado con los aceros, esto se debe a que la película delgada del recubrimiento de TiAlON brinda excelentes propiedades mecánicas y tribológicas, su alta dureza aporta una alta resistencia al desgaste y a la abrasión, por tal motivo lo hace adecuado para aplicaciones de herramientas de corte donde las superficies están sujetas a deslizamiento y fricción repetitivos. Al no encontrar otros tipos de mecanismos de desgaste en el recubrimiento de TiAlON se puede atribuir a que este recubrimiento también tiene una alta resistencia a la fatiga, lo que significa que mantiene su integridad estructural bajo cargas cíclicas repetitivas. Los mapeos químicos de la figura 67b) y 67d) muestran que la concentración de oxígeno es mínima y se encuentra en los

escombros (debris) del material desgastado, esto evidencia que el recubrimiento tiene una alta resistencia a la oxidación como se demostró también con el estudio de difracción de rayos x. La resistencia a la oxidación es una propiedad clave de los recubrimientos de oxinitruro, a altas temperaturas los recubrimientos de oxinitruro tienden a formar una capa superficial de óxidos de aluminio y titanio que actúa como barrera protectora, esta capa es estable y resistente a la penetración del oxígeno lo que protege al sustrato de la oxidación adicional.

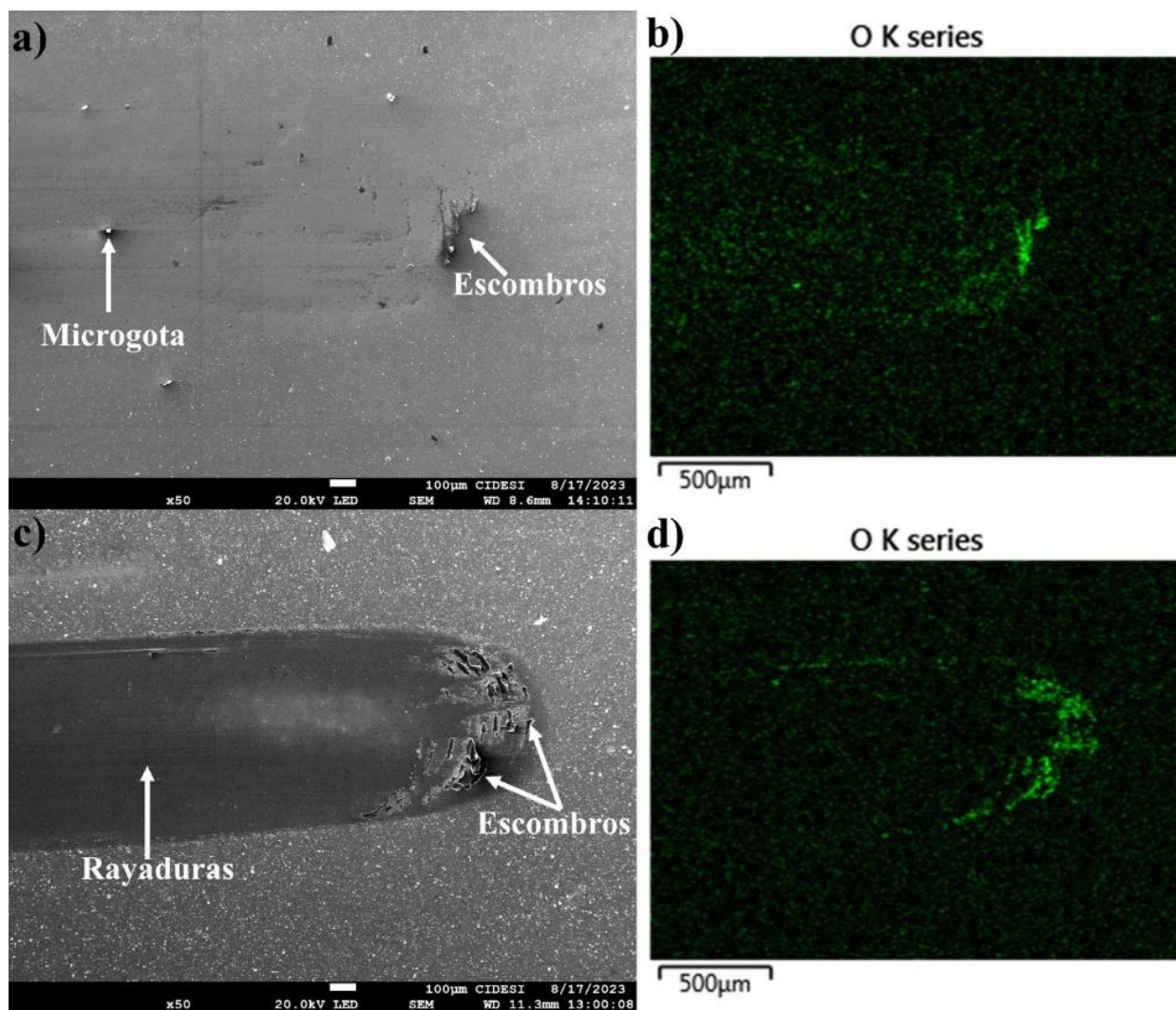


Figura 67. SEM: a) TiAlON TA y b) Distribución de oxígeno TA; c) TiAlON 200 °C, d) Distribución de oxígeno 200 °C.

5.5. Comparación de propiedades de sustratos con y sin recubrimiento

En la figura 68 se muestra una comparación de las propiedades del sustrato H13 y D2, evidentemente la pequeña película (5.9 μm) del recubrimiento aumenta la dureza superficial de los sustratos hasta 3 veces más.

El sustrato D2 presenta la mayor rugosidad y dureza como se muestra en la figura 68a) y 68b), se piensa que estas mayores propiedades tienen efecto con la alta adherencia que presenta este sustrato con el recubrimiento de TiAlON, como se puede observar en la figura 68c) soporta una carga crítica de aproximadamente 35 N. También la alta adherencia del recubrimiento con el sustrato D2 se atribuye a la microestructura que posee este material como se discutió en la sección 5.3.1, presenta principalmente carburos masivos y semi-elípticos con una matriz compuesta de ferrita con alta solución en Cr.

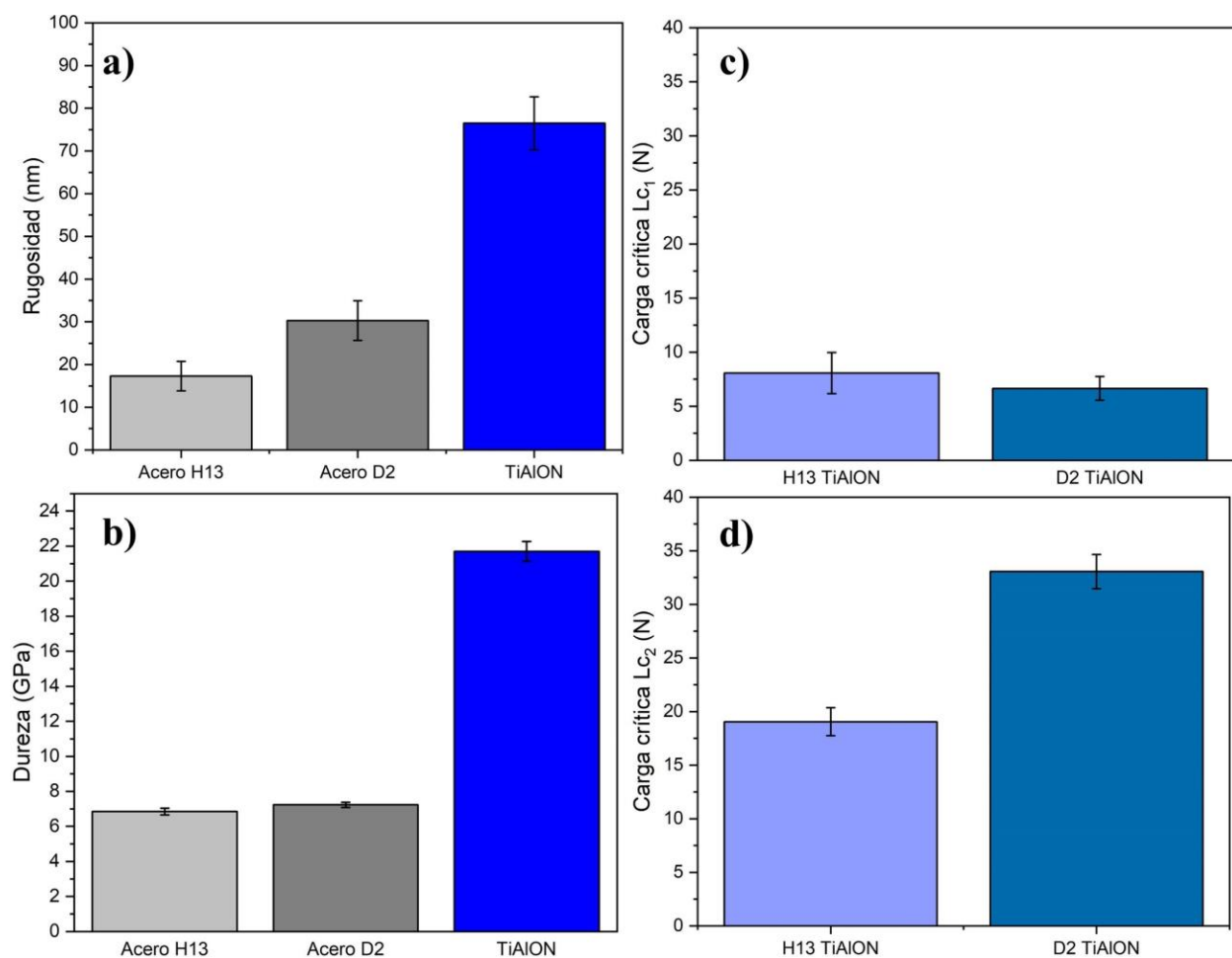


Figura 68. Gráficas: a) rugosidad, b) dureza, c) carga crítica L_{c1} , d) carga crítica L_{c2} .

En la figura 69 se muestra la comparación de los coeficientes de fricción obtenidos mediante las pruebas de perno sobre disco, el mejor comportamiento de los coeficientes de fricción de pruebas con temperatura ambiente y temperatura controlada de 900 °C se encuentran con el sustrato D2 con y sin recubrimiento de TiAlON, se consideró que el mejor rendimiento tiene relación con las propiedades del sustrato D2, como se discutió anteriormente.

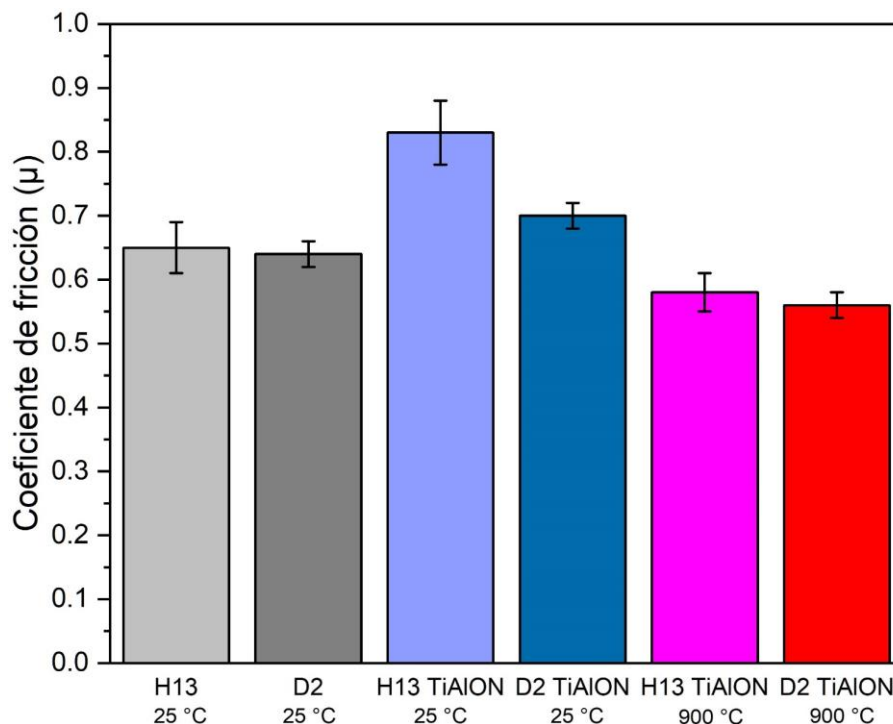


Figura 69. Coeficientes de fricción de pruebas de perno sobre disco.

En la figura 70 se muestra la comparación de los coeficientes de fricción obtenidos mediante la prueba de deslizamiento recíprocante, en este caso en la mayoría de las pruebas, el menor coeficiente de fricción se presenta con el sustrato H13, pero como se demostró con microscopía SEM existe mayor desgaste en los materiales con H13, por lo tanto el mejor comportamiento de deslizamiento recíprocante se sigue manteniendo con el sustrato D2 debido a sus altas propiedades mecánicas y tribológicas.

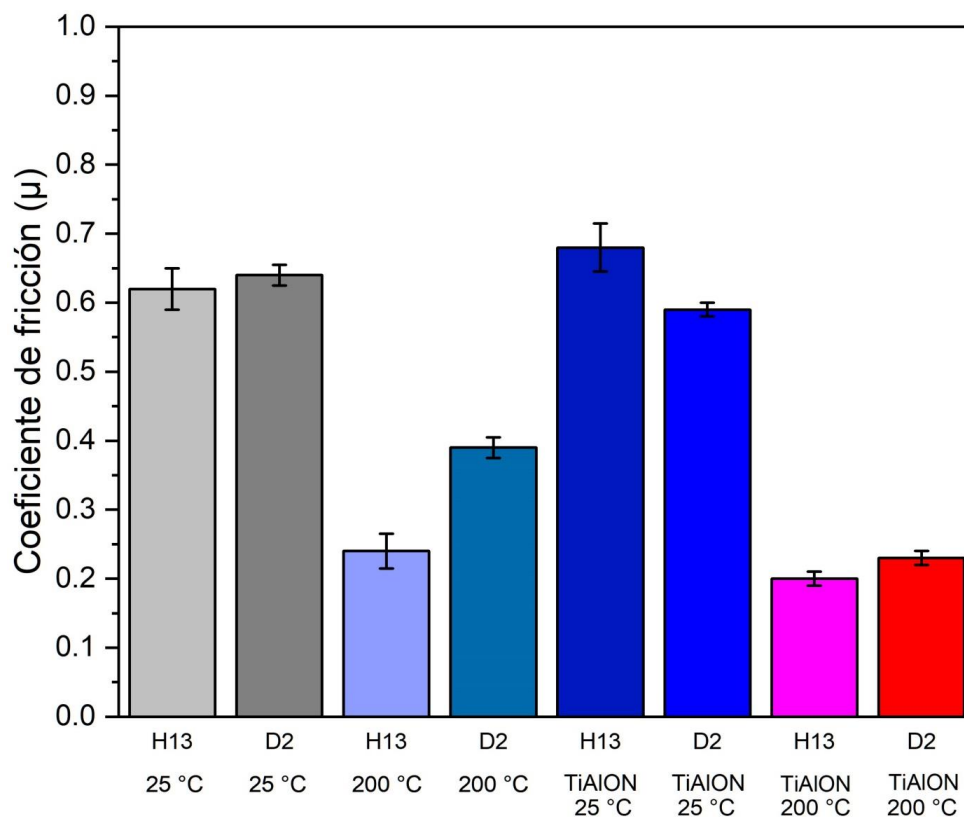


Figura 70. Coeficientes de fricción de pruebas de deslizamiento recíprocante.

En la tabla 6 se muestra la comparación de los mecanismos de desgaste producidos en los materiales sometidos a pruebas de desgaste por perno sobre disco. El mecanismo de desgaste dominante en pruebas a temperatura ambiente es desgaste adhesivo, mientras que en el recubrimiento existe desgaste por arado y desgaste abrasivo debido a la formación de partículas duras provenientes del recubrimiento, en las pruebas a 900 °C se presentó el mecanismo de desgaste adhesivo debido al ablandamiento térmico de los materiales.

Tabla 6. Mecanismos de desgaste en pruebas de perno sobre disco.

Material	Mecanismos de desgaste	
	Temperatura 25 °C	Temperatura 900 °C
H13	Desgaste adhesivo	
D2	Desgaste adhesivo	
H13 TiAlON	Arado (Ploughing)	Desgaste adhesivo, Grietas
D2 TiAlON	Desgaste abrasivo, Arado	Desgaste adhesivo

En la tabla 7 se muestran los mecanismos de desgaste de las pruebas de deslizamiento recíprocante, en los aceros se encuentra la formación de escombros, en los recubrimientos con sustrato H13, existe una delaminación severa, mientras que con el acero D2 el desgaste a temperatura ambiente es muy suave a temperatura ambiente y en la prueba a 200 °C se presentan pequeñas zonas con desgaste abrasivo.

Tabla 7. Mecanismos de desgaste en pruebas de deslizamiento recíprocante.

Mecanismos de desgaste		
Material	Temperatura 25 °C	Temperatura 200 °C
H13	Escombros, rayaduras, deformación plástica	Escombros, rayaduras
D2	Picaduras, rayaduras	Deformación plástica
H13 TiAlON	Delaminación	Delaminación severa
D2 TiAlON	Escombros	Desgaste abrasivo

CAPITULO VI. CONCLUSIONES

El recubrimiento de Oxinitruro de Titanio Aluminio (TiAlON) se aplicó sobre acero AISI H13 y acero AISI D2 mediante deposición física de vapor por arco catódico, se estudiaron las propiedades mecánicas y tribológicas. Las conclusiones son las siguientes:

1. Los ensayos tribológicos, realizados por medio de perno sobre disco en acero H13 con TiAlON, mostraron coeficientes de fricción en promedio de 0.65 y 0.83 a temperatura ambiente para el sustrato y el recubrimiento, respectivamente, el coeficiente de fricción a una temperatura de 900 °C para el TiAlON fue de 0.58 en promedio.
2. Los ensayos tribológicos, realizados por medio de perno sobre disco en acero D2 con TiAlON, mostraron coeficientes de fricción en promedio de 0.64 y 0.70 a temperatura ambiente para el sustrato y el recubrimiento, respectivamente, el coeficiente de fricción a una temperatura de 900 °C para el TiAlON fue de 0.56 en promedio.
3. El coeficiente de fricción del TiAlON a una temperatura de 900 °C disminuyó, se forma una capa protectora o tribofilm que actúa como lubricante y disminuye la fricción entre los materiales en contacto.
4. El estudio de difracción de rayos X del TiAlON mostró una estabilidad de fase hasta 900 °C lo cual es aceptable para aplicarlo como recubrimiento protector en herramientas de corte.
5. Los mecanismos de desgaste encontrados son: Adhesión predominante para los aceros H13 y D2, abrasión para el recubrimiento. Este comportamiento se relaciona principalmente con la dureza obtenida en cada material.
6. El recubrimiento de TiAlON presentó la adherencia más alta con el acero D2, la falla por adhesión sucede a los 34 N, es una carga crítica considerable para este tipo de recubrimientos de Oxinitruro.
7. En este trabajo se encontró que el comportamiento del desgaste del sustrato y del recubrimiento depende de la rugosidad superficial, la dureza, la carga aplicada y la composición química del recubrimiento.
8. En base a los estudios realizados el recubrimiento de TiAlON presentó una buena resistencia al desgaste hasta temperaturas de 900 °C, por lo tanto, puede ser utilizado para aplicaciones de herramientas de corte en la industria de los maquinados.

REFERENCIAS

- [1] M. Prado, A. Pereire, J. Pérez y T. Mathia, «Methodology for tool wear analysis by a simple procedure during milling of AISI H13 and its impact on surface morphology,» *Procedia Manufacturing*, vol. 13, pp. 348-355, 2017.
- [2] K. Bobzin, «High-performance coatings for cutting tools,» *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, vol. 18, pp. 1-9, 2016.
- [3] C. Suryanarayana, *Non-equilibrium Processing of Materials*, Pergamon, 1999.
- [4] R. J K Wood, «Tribocorrosion of coatings: a review,» *JOURNAL OF PHYSICS D: APPLIED PHYSICS*, vol. 40, p. 5502–5521, 2007.
- [5] X. Xu, F. Su y Z. Li, «Tribological properties of nanostructured TiAlN/W2N multilayer coating produced by PVD,» *Wear*, vol. 430, pp. 67-75, 2019.
- [6] Y. Gao, F. Cai, W. Fang, Y. Chen y S. Z. Q. Wang, «Effect of Oxygen Content on Wear and Cutting Performance of AlCrON Coatings,» *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 28, pp. 828-837, 2019.
- [7] T. Brögelmann, K. Bobzin, N. Kruppe y M. Carlet, «(Cr,Al)ON Deposited by Hybrid dcMS/HPPMS: A study on Incorporation of Oxygen,» *Surface & Coatings Technology*, vol. 369, pp. 238-243, 2019.
- [8] S. Neeraj y G. Kapil, «Influence of coated and uncoated carbide tools on tool wear and surface quality during dry machining of stainless steel 304,» *Mater. Res. Express*, vol. 6, pp. 1-18, 2019.
- [9] T. Ogedengbe y A. P. Okediji, «The Effects of Heat Generation on Cutting Tool and Machined Workpiece,» *Journal of Physics: Conference Series*, pp. 1-10, 2019.
- [10] A. Inspektor y P. A. Salvador, «Architecture of PVD coatings for metalcutting applications: A review,» *Surface & Coatings Technology*, vol. 257, pp. 138-153, 2014.
- [11] A. Pilkington, S.J. Dowey, J.T. Toton y E.D. Doyle, «Machining with AlCr-oxinitride PVD coated cutting tools,» *Tribology International*, vol. 65, pp. 303-313, 2013.
- [12] M. Hagarová, D. Jakubčzyová, M. Fides, M. Vojtko y J. Savková, «Pin-on-Disc Study of Tribological Performance of PVD Coatings,» *Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology*, vol. 8, pp. 15-25, 2018.
- [13] P. Jalalova, F. Fülöp y M. B. Maros, «Investigation of the Tribological Behaviour of Advanced TiAlN and CrAlN Hard Coatings Deposited on X153CrMoV12 Cold Work Tool Steel,» *Vehicle and Automotive Engineering*, vol. 4, pp. 604-619, 2022.
- [14] K. Holmberg, H. Ronkainen y A. Matthews, «Tribology of thin coatings,» *Ceramics International*, vol. 26, pp. 787-795, 2000.
- [15] J. Koskinen, «Films and Coatings: Technology and Recent Development,» *Comprehensive Materials Processing*, 2014.
- [16] L. Pederson, P. Singh y X. Singh, «Application of vacuum deposition methods to solid oxide fuel cells,» *Vacuum*, vol. 80, pp. 1066-1083, 2006.
- [17] J. M. Paiva, M. A. Monim Shalaby y M. Chowdhury, «Tribological and Wear Performance of Carbide Tools with TiB2 PVD Coating under Varying Machining Conditions of TiAl6V4 Aerospace Alloy,» *Coatings*, vol. 7, nº 187, pp. 1-16, 2017.
- [18] N. Jiri, D. Pascal, K. Pavla y M. Marcus, «Characterization of tribological behavior and wear mechanisms of novel oxynitride PVD coatings designed for applications at high temperatures,» *Tribology International*, vol. 81, pp. 231-239, 2015.

- [19] H. Schulz, J. Dörr, I. Rass, M. Schulze, T. Leyendecker y G. Erkens, «Performance of oxide PVD-coatings in dry cutting operations,» *Surface and Coatings Technology*, pp. 480-485, 2001.
- [20] Z. Jingjing, Z. Jing, C. Li, Z. Lijun, D. Yong, L. Zi-Kui y H. M. Paul, «Phase equilibria, thermodynamics and microstructure simulation of metastable spinodal decomposition in c-Ti_{1-x}Al_xN coatings,» *CALPHAD: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*, vol. 56, pp. 92-101, 2017.
- [21] I. V. Blinkov, D. S. Belov, A. O. Volkhonsky, V. S. Sergevnnin, A. N. Nizamova, A. V. Chernogor y F. V. Kiryukhantsev-Korneev, «Heat Resistance, High-Temperature Tribological Characteristics, and Electrochemical Behavior of Arc-PVD Nanostructural Multilayer Ti–Al–Si–N Coatings,» *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*, vol. 54, n° 3, pp. 416-424, 2018.
- [22] L. Jiahong y K. Dejun, «Characteristics and Tribological Behaviors of TiAlN/Cr-Ni Composite Coatings at Elevated Temperatures,» *Journal of Materials Engineering and Performance*, pp. <https://doi.org/10.1007/s11665-019-04429-w>, 2019.
- [23] M. Abdoos, K. Yamamoto, B. Bose y G. V. S. Fox-Rabinovich, «Effect of coating thickness on the tool wear performance of low stress TiAlN PVD coating during turning of compacted graphite iron (CGI),» *Wear*, vol. 422, pp. 128-136, 2019.
- [24] J. Daure, K. Voisey, P. Shipway y D. Stewart, «The effect of coating architecture and defects on the corrosion behaviour of a PVD multilayer Inconel 625/Cr coating,» *Surface & Coatings Technology*, vol. 324, pp. 403-412, 2017.
- [25] Z. Zhenxue y D. Hanshan, «CrAlON CAE-PVD coatings for oxidation and wear protection of TZM alloys in FAST sintering applications,» *Materials Chemistry and Physics*, vol. 208, pp. 189-197, 2018.
- [26] Y. Chim, X. Ding, X. Zeng y S. Zhang, «Oxidation resistance of TiN, CrN, TiAlN and CrAlN coatings deposited by lateral rotating cathode arc,» *Thin Solid Films*, vol. 517, pp. 4845-4849, 2009.
- [27] T. Hsieh, C. Hsu, C. Wu, J. Kao y C. Hsu, «Effects of deposition parameters on the structure and mechanical properties of high-entropy alloy nitride films,» *Current Applied Physics*, vol. 18, pp. 512-518, 2018.
- [28] M. Ali, E. Hamzah, I. Qazi y M. Toff, «Effect of cathodic arc PVD parameters on roughness of TiN coating on steel substrate,» *Current Applied Physics*, vol. 10, pp. 471-474, 2010.
- [29] Y. Xie y H. Hawthorne, «Effect of contact geometry on the failure modes of thin coatings in the scratch adhesion test,» *Surface and Coatings Technology*, vol. 155, pp. 121-129, 2002.
- [30] J. Kohlscheen y C. Bareiss, «Effect of Hexagonal Phase Content on Wear Behaviour of AlTiN Arc PVD Coatings,» *Coatings*, vol. 8, n° 72, pp. 1-9, 2018.
- [31] J. Rao, A. Sharma y T. Rose, «Titanium Aluminium Nitride and Titanium Boride Multilayer Coatings Designed to Combat ToolWear,» *Coatings*, vol. 8, n° 12, pp. 1-12, 2018.
- [32] W.-Y. Ho, P.-H. Hsu y C.-L. Lin, «Characteristics of Aluminum Chromium Nitride, and Aluminum Chromium Oxynitride Coating through Cathodic Arc Deposition,» *Key Engineering Materials*, vol. 735, pp. 70-74, 2017.
- [33] F. Ahmad, L. Zhang, J. Zheng, I. Sidra y S. Zhang, «Characterization of AlCrN and AlCrON Coatings Deposited on Plasma Nitrided AISI H13 Steels Using Ion-Source-Enhanced Arc Ion Plating,» *COATINGS*, vol. 10, n° 306, pp. 1-14, 2020.
- [34] G. Sutter y N. Ranc, «Flash temperature measurement during dry friction process at high sliding speed,» *Wear*, pp. 1237-1242, 2010.
- [35] P. V. Moghaddam, B. Prakash, E. Vuorinen, M. Fallqvist, J. M. Andersson y J. Hardell, «High temperature tribology of TiAlN PVD coating sliding against 316L stainless steel and carbide-free bainitic steel,» *Tribology International*, vol. 159, pp. 1-17, 2021.

- [36] F. Mei, Y. Dong, Y. Li y G. Li, «Microstructure and mechanical properties of (Ti,Al)(O,N) films synthesized by reactive sputtering,» *Materials Letters*, vol. 60, pp. 375-378, 2006.
- [37] J. Sjöln, L. Karlsson, S. Braun, R. Murdey, A. Hörling y L. Hultman, «Structure and mechanical properties of arc evaporated Ti–Al–O–N thin films,» *Surface & Coatings Technology*, vol. 201, pp. 6392-6403, 2007.
- [38] D. M. Holzapfel, D. Music, M. Hans, S. Wolff-Goodrich, D. Holec, D. Bogdanovski, M. Arndt, A. O. Eriksson, K. Yalamanchili, D. Primetzhofer, C. H. Liebscher y J. M. Schneider, «Enhanced thermal stability of (Ti,Al)N coatings by oxygen incorporation,» *Acta Materialia* 218 (2021) 117204, vol. 218, pp. 1-13, 2021.
- [39] Z. Zhang, L. Zhang, H. Yuan, M. Qiu, X. Zhang, B. Liao, F. Zhang y X. Ouyang, «Tribological Behaviors of Super-Hard TiAlN Coatings Deposited by Filtered Cathode Vacuum Arc Deposition,» *materials*, vol. 15, pp. 1-18, 2022.
- [40] G. M. Rodríguez, J. H. Mendoza, A. G. Ovalle, J. G. Carmona, C. O. Portilla, N. Camacho, A. H. Macías, D. E. Arbeláez y J. A. Orozco, «High-temperature tribology of Hf doped c-Al_{0.64}Ti_{0.36}N cathodic arc PVD coatings deposited on M2 tool steel,» *Surface and Coatings Technology*, vol. 422, 2021.
- [41] D. Dowson, History of Tribology, Longmas Group, 1979.
- [42] R. Arnell y et al, Tribology, Principiles and Design Applications, Macmillan Education LTD, U.K., 1991.
- [43] M. A. G. Botero, Caracterización de la propiedades tribológicas de los recubrimientos duros, Barcelona, 2005.
- [44] M. K. Ivanova, A. Vencl y D. Karastoyanov, Advanced Tribological Coatings for Heavy-Duty Applications: Case Studies, Sofia, 2016.
- [45] W. HONG, W. CAI, S. WANG y M. M. TOMOVIC, «Mechanical wear debris feature, detection, and diagnosis: A review,» *Chinese Journal of Aeronautics*, pp. 867-882, 2018.
- [46] H. Zhang, L. y. Zhou y Z. Zhang, «Chapter 18 - Transparent wear resistant multifunctional polymeric nanocoatings,» *Multifunctionality of Polymer Composites*, pp. 573-587, 2015.
- [47] M. Bahshwan, C. W. Myant, T. Reddyhoff y M.-S. Pham, «The role of microstructure on wear mechanisms and anisotropy of additively manufactured 316L stainless steel in dry sliding,» *Materials and Design*, 2020.
- [48] E. A. Sánchez, DESARROLLO DE RECUBRIMIENTOS PVD CUATERNARIOS DE TIPO NITRURO, ÓXIDO Y OXINITRURO PARA APLICACIONES DE TRABAJO EN CALIENTE, Pamplona, 2017.
- [49] F. Lévy, «Film Growth and Epitaxy: Methods,» *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*, 2016.
- [50] D. M. Sanders y A. Anders, «Review of cathodic arc deposition technology at the start of the new millennium,» *Surf. Coat. Technol.*, pp. 133-134, 2000.
- [51] E. Almandoz Sánchez, Desarrollo de recubrimientos PVD cuaternarios de tipo nitruro, oxido y oxinitruro para aplicaciones de trabajo en caliente, Pamplona, 2017.
- [52] D. M. Mattox, Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing, Burlington USA: Elsevier Inc., 2010.
- [53] H. A. Macías Ramírez, «Recubrimientos nanoestructurados de TiWSiN depositados mediante la técnica de co-sputtering magnetrón reactivo y caracterización de sus propiedades mecánicas, tribológicas y electroquímicas,» Bogotá, Colombia, 2020.

- [54] «ASTM C-1624 Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing,» *ASTM International*, 2009.
- [55] «ASTM G-99 Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus,» *ASTM International*, 2017.
- [56] «ASTM G-133 Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear,» *ASTM International*, 2016.
- [57] «ASME B-46.1 Surface Texture (Surface Roughness, Waviness, and Lay),» *ASTM International*, 2019.
- [58] «ASTM C-1624 Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing,» *ASTM International*, 2022.
- [59] N. Vidakis, A. Antoniadis y N. Bilalis, «The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds,» *Journal of Materials Processing Technology*, p. 143, 2003.
- [60] M. Hua, X. Wei y J. Li, «Friction and wear behavior of SUS 304 austenitic stainless steel against Al₂O₃ ceramic ball under relative high load,» *Wear*, vol. 265, pp. 799-810, 2008.
- [61] T. Polcar y A. Cavaleiro, «High-temperature tribological properties of CrAlN, CrAlSiN and AlCrSiN coatings,» *Surface & Coatings Technology*, vol. 206, pp. 1244-1251, 2011.
- [62] J. Nohava, P. Dessarzin, P. Karvankova y M. Morstein, «Characterization of tribological behavior and wear mechanisms of novel oxynitride PVD coatings designed for applications at high temperatures,» *Tribology International*, vol. 81, pp. 231-239, 2015.
- [63] E. Santecchia, M. Cabibbo, A. M. S. Hamouda, F. Musharavati, A. Popelka y S. Spigarelli, «Investigation of the Temperature-Related Wear Performance of Hard Nanostructured Coatings Deposited on a S600 High Speed Steel,» *Metals*, vol. 9, pp. 1-13, 2019.
- [64] C. SCHOFIELD, «Theorems of Pappus,» *Technical Tables for Schools and Colleges*, 1966.
- [65] J. F. Archard, «Contact and Rubbing of Flat Surfaces,» *Journal of Applied Physics*, vol. 24, pp. 981-988, 1953.
- [66] D. A. Green, R. Lewis y R. S. Dwyer-Joyce, «Wear effects and mechanisms of soot-contaminated automotive lubricants,» *Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology*, pp. 159 - 169, 2006.
- [67] D. M. Devia, A. R. Muñoz, J. Restrepo y J. M. González, «The Tribological Characteristics of TiN, TiC, TiC/TiN Films Prepared by Reactive Pulsed Arc Evaporation Technique,» *Society of Vacuum Coaters*, pp. 32-36, 2009.
- [68] K. Dejun, Z. Donghui y G. Haoyuan, «Microstructures and friction–wear performances of cathodic arc ion plated TiAlN coatings on YT14 cemented carbide cutting tools,» *Journal of Materials Research*, vol. 32, pp. 1693-1700, 2017.
- [69] Y. Liu, S. Yu, Q. Shi, X. Ge y W. Wang, «Multilayer Coatings for Tribology: A Mini Review,» *nanomaterials*, vol. 12, pp. 1-18, 2022.
- [70] K. Bobzin, C. Kalscheuer, G. Grundmeier, T. d. l. Arcos, S. Schwiderek y M. Carlet, «Design of a TiAlON multilayer coating: Oxidation stability and deformation behavior,» *Surface & Coatings Technology* 421 (2021) 127417, vol. 421, pp. 1-13, 2021.
- [71] M. Dinu, A. C. Parau, A. Vladescu, A. E. Kiss, I. Pana, E. S. M. Mouele, L. F. Petrik y V. Braic, «Corrosion Improvement of 304L Stainless Steel by ZrSiN and ZrSi(N,O) Mono- and Double-Layers Prepared by Reactive Cathodic Arc Evaporation,» *coatings*, vol. 11, pp. 1-19, 2021.
- [72] S. Grigoriev, A. Vereschaka, F. Milovich y N. Sitnikov, «Investigation of the Influence of Microdroplets on the Coatings Nanolayer Structure,» *coatings*, vol. 10, pp. 1-15, 2020.

- [73] D. Geng, H. Li, Q. Zhang, X. Z. C. Wang, Z. Wu y Q. Wang, «Effect of incorporating oxygen on microstructure and mechanical properties of AlCrSiON coatings deposited by arc ion plating,» *Surface & Coatings Technology*, vol. 310, pp. 223-230, 2017.
- [74] K. Bobzin, T. Brögelmann, N. Kruppe y M. Carlet, «Investigation on the incorporation of oxygen and thermal stability of HPPMS TiAlCrSiON nanolayer coatings,» *Surface and Coatings Technology*, vol. 418, pp. 1-13, 2021.
- [75] M.-R. Alhafian, J.-B. Chemin, Y. Fleming, L. Bourgeois, M. Penoy, R. Useldinger, F. Soldera, F. Mücklich y P. Choquet, «Comparison on the structural, mechanical and tribological properties of TiAlN coatings deposited by HiPIMS and Cathodic Arc Evaporation,» *Surface & Coatings Technology* 423 (2021) 127529, vol. 423, pp. 1-13, 2021.
- [76] E. Lotfi-khojasteh, M. Sahebazamani, H. Elmkhah, M. Nouri, O. Imantalab y A. Fattah-alhosseini, «A study of the electrochemical and tribological properties of TiN/CrN nanolayer layer coating deposited on carburized-H13 hot-work steel by Arc-PVD technique,» *JOURNAL OF ASIAN CERAMIC SOCIETIES*, pp. 270-282, 2021.
- [77] Z. Qi, P. Sun, F. Zhu, Z. Wu, B. Liu, Z. Wang, D. Peng y C. Wu, «Relationship between tribological properties and oxidation behavior of Ti_{0.34}Al_{0.66}N coatings at elevated temperature up to 900 °C,» *Surface & Coatings Technology*, vol. 231, pp. 267-272, 2013.
- [78] K. Tuchida, K. Wathanyu, C. Auechalitanukul y S. Surinphong, «High Temperature Performance of TiAlON Thin Films,» *Advanced Materials Research*, vol. 622, pp. 690-694, 2013.
- [79] H. Yan, Q. Tian, D. Gao y F. Yang, «Microstructure and properties of TiAlN/AlN multilayers with different modulation periods,» *Surface and Coatings Technology*, vol. 363, pp. 61-65, 2019.
- [80] M. H. Staia, M. D', Alessandria, D. T. Quinto, F. Roudet y M. M. Astort, «High-temperature tribological characterization of commercial TiAlN coatings,» *JOURNAL OF PHYSICS: CONDENSED MATTER*, vol. 1736, p. 1727, 2006.
- [81] E. E. Vera Cárdenas, R. Lewis, A. I. Martinez Pérez, J. L. Bernal Ponce, F. J. Perez Pinal, M. Ortiz Dominguez y E. D. Rivera Arreola, «Characterization and wear performance of boride phases over tool steel substrates,» *Advances in Mechanical Engineering*, vol. 8, pp. 1-10, 2016.

ANEXOS

Anexo 1. Publicaciones

Tribology International 189 (2023) 108979



Contents lists available at ScienceDirect

Tribology International

journal homepage: www.elsevier.com/locate/triboint



Tribological study at high temperature of the c-TiAlN oxynitride coating deposited by cathodic arc on H13 tool steel

J.C. Mendoza-Mendoza^a, E.E. Vera-Cardenas^a, C. Ortega-Portilla^b,
G.C. Mondragón-Rodríguez^b, A.I. Martínez-Pérez^a, E.O. Ávila-Dávila^a, M. Moreno-Rios^a,
J.M. González-Carmona^{b,*}

^a División de Estudios de Posgrado e Investigación, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Pachuca, Carretera México-Pachuca Km. 87.5, Colonia Venta Prieta, Pachuca de Soto 42080, Mexico

^b CONAHCYT, Center for Engineering and Industrial Development, CIDESI, Av. Pie de la Cuesta 702, 76125 Santiago de Querétaro, Mexico

ARTICLE INFO

Keywords:
TiAlN
Oxynitride
Cathodic arc
High temperature tribology

ABSTRACT

Coatings were deposited on AISI-H13 steel by cathodic arc Physical Vapor deposition (arc-PVD). Grazing Incidence X-Ray diffraction (GI-XRD) showed that Oxygen atoms (O) replace Nitrogen atoms (N) in the cubic-Titanium Aluminum Nitride (c-TiAlN) lattice. The coating had ~5.9 μm thickness, ~6.3 at% O content and average roughness of $R_a = 73.9$ nm. High-temperature GI-XRD showed improved oxidation resistance up to 850 °C, at 900 °C the constituent oxides appeared. A columnar microstructure resulted in 21.72 GPa hardness and 418.31 GPa elastic-moduli. Adhesion tests showed critical loads > 19 N, with chipping and conformal-cracking. The pin-on-disk tests at room temperature (RT) showed coefficients of friction (COF) of 0.65 and 0.83 for the steel and the oxynitride, respectively. At 900 °C the COF decreased due to a tribolayer formation. Cyclic tribo-oxidation cause this tribolayer to wear and partially expose the substrate, showing wear mechanisms due to combined processes of the coating and the steel.

1. Introduction

Titanium aluminum nitride coatings (c-TiAlN) have been extensively applied in industry as surface protection for conventional steels, due to their high mechanical and tribological response. The nitride has shown to increase load-carrying capacity, reduce material transfer and increase wear resistance under mild operating conditions, where the temperature does not exceed the oxidation temperature (<600 °C) and the contact stresses do not exceed the adhesion stresses of the film [1–3]. However, by increasing the working temperature, the properties of the material are rapidly reduced. The onset oxidation temperature is close to 700 °C, and is governed by the inward diffusion of oxygen to form an amorphous oxide layer, which produces brittle oxides that easily spallate from the coating surface. Additionally these oxides present tribological responses that are inferior to those of the non-oxidized c-TiAlN coating [4].

Various techniques have been employed to investigate the tribological response of modified surfaces, facilitating the simulation of events that occur during material cutting. These techniques also allow for a certain degree of correlation between the obtained results and real-

world cutting scenarios. In these tests, fatigue movements are applied to the coated surface using a counterpart material, which is typically characterized by its greater hardness, enhanced chemical stability, or similar properties to the materials to be cut [5–7]. In general, these tests aim to replicate situations where the cutting tool rotates and advances while the workpiece remains stationary, resembling the action of a drill bit. Conversely, they can simulate scenarios where the tool remains static while the workpiece rotates, akin to the operation of an insert. The two most commonly employed techniques for such studies are the pin-on-disc geometry and the reciprocating motion geometry [7–10]. Additional requirements, such as speed or stroke, are adjusted to achieve specific conditions based on the intended simulation. However, the parameter deemed most influential in these types of tests is the contact pressure, aimed at replicating the pressures generated during the cutting process. While these stresses are dynamic during sliding, quantifying them can be complex. To approach values reported in the literature, the Hertzian contact model has been employed [11,12]. Thus, meticulous selection of laboratory test parameters enables a reliable simulation of some of the processes occurring during the wear of cutting tools, such as

* Corresponding author.

E-mail address: juan.gonzalez@cidesi.edu.mx (J.M. González-Carmona).

<https://doi.org/10.1016/j.triboint.2023.108979>

Received 13 March 2023; Received in revised form 14 September 2023; Accepted 23 September 2023

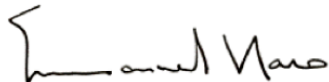
Available online 27 September 2023

0301-679X/© 2023 Elsevier Ltd. All rights reserved.

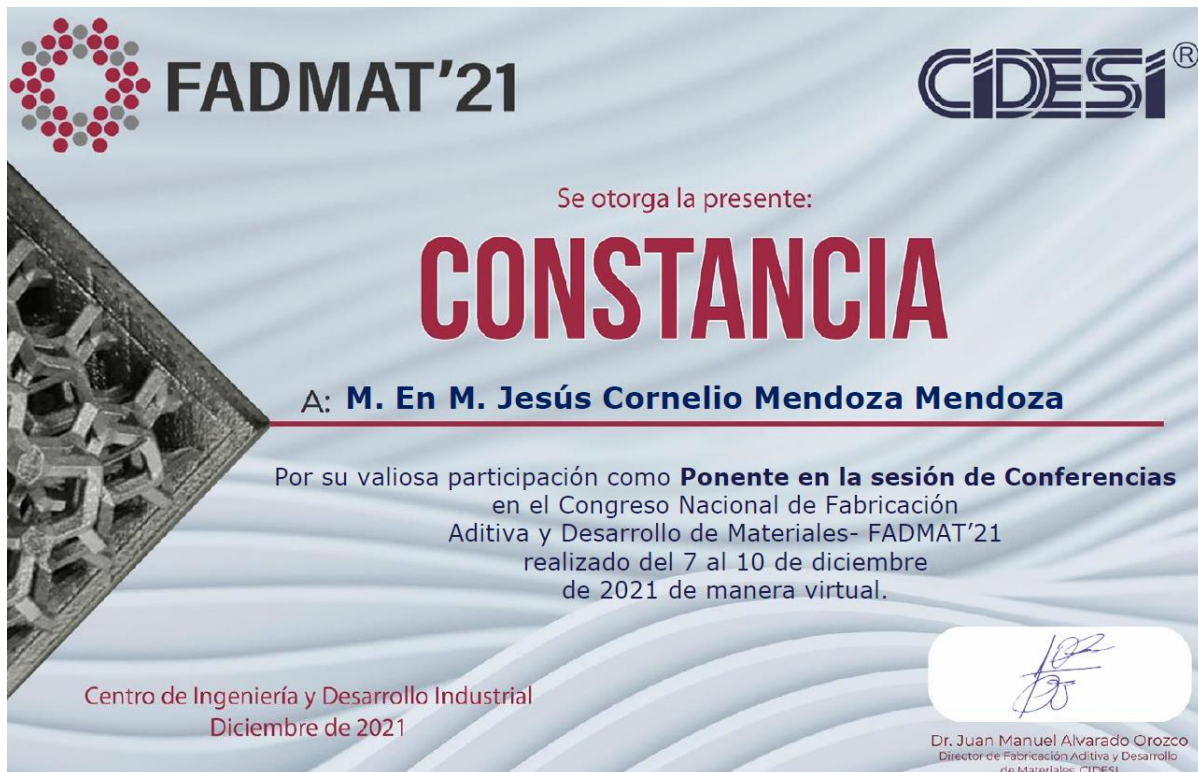
Anexo 2. Participación en eventos académicos






Emmanuel Haro Poniatowski
SMCTSM-PRESIDENT

Puerto Vallarta, Jalisco
September 26th to 29th, 2022



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA

IPN
Instituto Politécnico Nacional
"La Unidad al Servicio de la Pátria"

XX CONGRESO NACIONAL DE INGENIERÍA ELECTROMECAÁNICA Y DE SISTEMAS

Otorga el presente diploma a:

Jesús Cornelio Mendoza Mendoza, Juan Manuel González Carmona, Edgar Ernesto Vera Cárdenas, Carolina Ortega Portilla, Juan Manuel Alvarado Orozco, Armando Irvin Martínez Pérez, Erika Osiris Ávila Dávila, Marisa Moreno Rios.

Por su participación como

Ponente con el trabajo:

Estudio experimental del desgaste en acero H13 con recubrimiento de TiAlON

24 al 26 de Noviembre de 2021
Edición 2021 Sin Sede física
Av Instituto Politécnico Nacional S/N, San Pedro Zacatenco,
Gustavo A. Madero, 07738 Ciudad de México, CDMX

Dr. José Martínez Trinidad
Jefe de la Sección de Estudios de Posgrado e Investigación de la ESIME
Unidad Zacatenco

M. en C. Hugo Quintana Espinosa
Director de la ESIME
Unidad Zacatenco

www.ipn.mx



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO®

**EL TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO
A TRAVÉS DEL INSTITUTO TECNOLÓGICO DE PACHUCA**

OTORGA EL PRESENTE

RECONOCIMIENTO

A

JESÚS CORNELIO MENDOZA MENDOZA

POR HABER OBTENIDO LA **MAYOR PRODUCTIVIDAD CIENTÍFICA** DEL
PROGRAMA DE DOCTORADO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA
EN EL PERIODO AGOSTO-DICIEMBRE 2021.

PACHUCA DE SOTO, HGO., 20 DE MAYO DE 2022.

ING. FRANCISCO RAFAEL SALDAÑA IBARRA
DIRECTOR DEL INSTITUTO TECNOLÓGICO DE PACHUCA



Logo de la Secretaría de Educación Pública
Logo de la Universidad Nacional de México
Logo de la Universidad Laboral de México
Logo de la Universidad Tecnológica de México
Logo de la Universidad Tecnológica de Pachuca
Logo de la Universidad Tecnológica de Toluca
Logo de la Universidad Tecnológica de Tlaxcala
Logo de la Universidad Tecnológica de Veracruz
Logo de la Universidad Tecnológica de Yucatán
Logo de la Universidad Tecnológica de Zulia
Logo de la Universidad Tecnológica de Argentina
Logo de la Universidad Tecnológica de Brasil
Logo de la Universidad Tecnológica de Chile
Logo de la Universidad Tecnológica de Colombia
Logo de la Universidad Tecnológica de Ecuador
Logo de la Universidad Tecnológica de España
Logo de la Universidad Tecnológica de Francia
Logo de la Universidad Tecnológica de Alemania
Logo de la Universidad Tecnológica de Italia
Logo de la Universidad Tecnológica de Japón
Logo de la Universidad Tecnológica de Corea del Sur
Logo de la Universidad Tecnológica de Taiwán
Logo de la Universidad Tecnológica de Tailandia
Logo de la Universidad Tecnológica de Vietnam
Logo de la Universidad Tecnológica de Indonesia
Logo de la Universidad Tecnológica de Filipinas
Logo de la Universidad Tecnológica de Australia
Logo de la Universidad Tecnológica de Nueva Zelanda
Logo de la Universidad Tecnológica de Sudáfrica
Logo de la Universidad Tecnológica de Kenia
Logo de la Universidad Tecnológica de Nigeria
Logo de la Universidad Tecnológica de Ghana
Logo de la Universidad Tecnológica de Senegal
Logo de la Universidad Tecnológica de Gambia
Logo de la Universidad Tecnológica de Guinea
Logo de la Universidad Tecnológica de Sierra Leona
Logo de la Universidad Tecnológica de Liberia
Logo de la Universidad Tecnológica de Costa Rica
Logo de la Universidad Tecnológica de Panamá
Logo de la Universidad Tecnológica de Haití
Logo de la Universidad Tecnológica de República Dominicana
Logo de la Universidad Tecnológica de Puerto Rico
Logo de la Universidad Tecnológica de Uruguay
Logo de la Universidad Tecnológica de Paraguay
Logo de la Universidad Tecnológica de Argentina
Logo de la Universidad Tecnológica de Brasil
Logo de la Universidad Tecnológica de Chile
Logo de la Universidad Tecnológica de Colombia
Logo de la Universidad Tecnológica de Ecuador
Logo de la Universidad Tecnológica de España
Logo de la Universidad Tecnológica de Francia
Logo de la Universidad Tecnológica de Alemania
Logo de la Universidad Tecnológica de Italia
Logo de la Universidad Tecnológica de Japón
Logo de la Universidad Tecnológica de Corea del Sur
Logo de la Universidad Tecnológica de Taiwán
Logo de la Universidad Tecnológica de Tailandia
Logo de la Universidad Tecnológica de Vietnam
Logo de la Universidad Tecnológica de Indonesia
Logo de la Universidad Tecnológica de Filipinas
Logo de la Universidad Tecnológica de Australia
Logo de la Universidad Tecnológica de Nueva Zelanda
Logo de la Universidad Tecnológica de Sudáfrica
Logo de la Universidad Tecnológica de Kenia
Logo de la Universidad Tecnológica de Nigeria
Logo de la Universidad Tecnológica de Ghana
Logo de la Universidad Tecnológica de Senegal
Logo de la Universidad Tecnológica de Gambia
Logo de la Universidad Tecnológica de Guinea
Logo de la Universidad Tecnológica de Sierra Leona
Logo de la Universidad Tecnológica de Liberia
Logo de la Universidad Tecnológica de Costa Rica
Logo de la Universidad Tecnológica de Panamá
Logo de la Universidad Tecnológica de Haití
Logo de la Universidad Tecnológica de República Dominicana
Logo de la Universidad Tecnológica de Puerto Rico



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

**EL TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO
A TRAVÉS DEL INSTITUTO TECNOLÓGICO DE PACHUCA**

OTORGA EL PRESENTE

RECONOCIMIENTO

A

M.I. JESÚS CORNELIO MENDOZA MENDOZA

POR HABER IMPARTIDO LA CONFERENCIA VIRTUAL
“ESTUDIO EXPERIMENTAL DEL DESGASTE EROSIVO POR CHORRO DE AGUA EN MATERIALES
COMPUESTOS DE FIBRA DE CARBONO Y FIBRA DE VIDRIO” EN EL
1ER. SEMINARIO DE POSGRADO - HACIA LA CREACIÓN DE REDES DE EGRESADOS Y EGRESADOS,
REALIZADO DE MANERA VIRTUAL DEL 28 AL 30 DEL PRESENTE.

PACHUCA DE SOTO, HGO., A 29 DE ABRIL DE 2021.

ING. FRANCISCO RAFAEL SALDAÑA IBARRA
DIRECTOR DEL INSTITUTO TECNOLÓGICO DE PACHUCA

