



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**  
POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

**“PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE RECUBRIMIENTOS UTILIZANDO PRUEBAS DE  
MICRO ABRASIÓN CON SENSORES DE PROFUNDIDAD Y FUERZA LATERAL”**

**T E S I S**  
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE  
MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

**PRESENTA**  
FÍS. IDALIA MARQUEZ JURADO

**TUTOR**  
DR. STEPHEN MUHL SAUNDERS  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

**COMITÉ TUTOR**  
DRA. SANDRA ELIZABETH RODIL POSADA  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES  
DR. HORACIO ESTRADA VAZQUEZ  
POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES  
**México, D.F. JUNIO 2015**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

A mi mamá y mi abuelita

## AGRADECIMIENTOS

A mi mamá y mi abue por todo el amor y soporte, por siempre preocuparse por mi y motivarme a seguir adelante a pesar de todo.

A Saúl por creer en mí siempre, por alentarme, escucharme y guiarme.

A mi tío Jose Luis por todo su apoyo siempre.

A mis amigos de tantos años, Abraham, Adriana, Brenda, Isis, Nancy, por la amistad que continúa intacta a pesar del tiempo y la distancia.

A las amigas que han llegado a mi vida durante este camino: Lizeth, Marie, Rebeca, Vanesa.

A mis amigos y compañeros de la maestría y en el grupo de Plasnamat: Pedro, Genaro, Johan, Ernesto, Abril, Clau.

Al Dr. Stephen Muhl por aceptarme en su grupo, por compartir sus conocimientos conmigo, por guiarme y enfocarme en éste trabajo, y por ser un modelo a seguir en mi crecimiento profesional.

A mi tutora, la Dra. Sandra Rodil y a mis sinodales Dr. Eduardo Andrade, Dr. Bernardo Campillo, Dra. Citlali Sánchez y Dr. Francisco Sánchez, por sus valiosos comentarios y aportaciones.

A Ernesto por su apoyo y disposición para colaborar en éste proyecto. Al Señor Adrián Gallardo† por la precisa y ágil fabricación de piezas. A Aaron Hidalgo, Phaedra Silva y Martín Flores por la preparación de muestras. A Johan por ayudarme con la medición de dureza en el ININ. Al Dr. Enrique Camps por su participación en éste trabajo.

Al Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales por haberme aceptado y contribuido a mi crecimiento personal y profesional, así como por el financiamiento.

Al Instituto de Investigaciones en Materiales por los conocimientos brindados, las oportunidades ofrecidas y por haberme acogido éstos años.

A la UNAM, mi Alma Mater por tanto que me ha dado.

Al CONACYT por el financiamiento durante el posgrado. Al proyecto DGAPA IN109314. Ésta investigación fue apoyada por European Community Seventh Framework Programme FP7NMP2010 y Conacyt bajo acuerdos No. 263878 y 125141 respectivamente.

# ÍNDICE

---

VARIABLES UTILIZADAS	7
RESUMEN	8
INTRODUCCIÓN	9
CAPÍTULO 1	12
1. Antecedentes	12
1.1. Recubrimientos para aplicaciones tribológicas	12
1.2. Micro abrasión o ball cratering	13
1.2.1. Variaciones de la prueba	14
1.2.2. Estado del arte. Equipos de Ball Cratering	17
1.3. Objetivos.	18
1.3.1. Objetivos generales	18
1.3.2. Objetivos particulares	18
CAPÍTULO 2	20
2. Base teórica de los fenómenos involucrados en la tribología y mecánica	20
2.1. Fricción.	20
2.1.1. Mecanismos macrométricos de fricción	22
2.1.1.1. Dureza del recubrimiento	23
2.1.1.2. Uso del recubrimiento	24
2.1.1.3. Rugosidad en la superficie	26
2.1.1.4. Tribocapa	27
2.1.1.5. Acumulación de escombros en la interfaz	27
2.2. Desgaste	29
2.2.1. Mecanismos macrométricos de desgaste en recubrimientos	33
2.2.1.1. Desgaste abrasivo	34
2.3. Mecanismos tribológicos micrométricos	35
2.4. Mecanismos de transferencia de material	35
2.5. Pruebas Tribológicas	36
2.5.1. Ball cratering y caracterización en el equipo	37
2.5.1.1. Sensor de profundidad	42
2.5.1.2. Sensor de fuerza de fricción	43
2.5.1.3. Fotodiodo	44
2.6. Caracterización de muestras	44
2.6.1. Microscopio óptico	45
2.6.2. Perfilometría	45
2.6.3. Microdurómetro	46
2.7. Muestras analizadas	47
2.7.1. Materiales	48
2.7.2. Depósito	48
CAPÍTULO 3	53

3. Diseño experimental	53
3.1. Sistema de ball cratering	53
3.2. Modificación del sistema de ball cratering	56
3.2.1. Cambio de motor	56
3.2.1.1. Instalación del motor	57
3.2.1.2. Conexiones del motor	57
3.2.1.3. Calibración de la velocidad de giro del motor	58
3.2.2. Sensor de profundidad	59
3.2.2.1. Instalación del sensor de profundidad	59
3.2.2.2. Conexiones eléctricas y electrónicas del sensor de prof.	61
3.2.2.3. Calibración del sensor de profundidad	62
3.2.3. Sensor de fuerza lateral	62
3.2.3.1. Instalación del sensor de fuerza lateral	63
3.2.3.2. Conexiones eléctricas y electrónicas del sensor de fuerza	63
3.2.3.3. Calibración del sensor de fuerza lateral	64
3.2.4. Mesa antivibraciones	65
3.2.5. Corrección de conexión a tierra	66
3.2.6. Corrección soporte del sensor de profundidad	67
3.3. Depósito de recubrimientos.	67
3.3.1. Recubrimientos duros sobre sustratos suaves	67
3.3.2. Recubrimientos suaves sobre sustratos duros	68
3.3.3. Multicapas	68
3.4. Procedimiento experimental	68
3.4.1. Características de las muestras	68
3.4.2. Procedimiento	70
CAPÍTULO 4	72
4. Resultados y discusión	72
4.1. Resultados y discusión específica	72
4.1.1. Reproducibilidad.	72
4.1.2. Medición de espesores con ball cratering	74
4.1.3. Películas duras sobre sustratos suaves	74
4.1.3.1. TiN sobre acero 304	74
4.1.3.2. TiVN sobre acero 304	79
4.1.3.3. TiBCN sobre acero 304	85
4.1.4. Películas suaves sobre sustratos duros	91
4.1.4.1. Ti sobre D2 tratado térmicamente	92
4.1.5. Multicapas	98
4.1.5.1. TiN/Ti multicapas sobre acero H13	98
4.2. Resultados y discusión general	103
CONCLUSIONES	107
TRABAJO A FUTURO	108
BIBLIOGRAFÍA	109

ANEXOS	
A.1 Trabajo con aceites adicionados con nanopartículas	112
A.2 Manual ball cratering	116
A.3 Manual del programa Agilent	121
A.4 Manual del perfilómetro	126
A.5 Manual del scratch tester	131

# VARIABLES UTILIZADAS

---

$\mu_s$	Coefficiente de fricción estático
$F_{\text{máx estática}}$	Fuerza máxima antes de iniciar el movimiento
$N$	Carga normal
$\mu$	Coefficiente de fricción dinámico
$F$	Fricción (fuerza) tangencial
$S$	Esfuerzo cortante del recubrimiento
$R$	Radio de la esfera
$E'$	Módulo de elasticidad reducido de los materiales de contacto
$V$	Volumen del cráter
$b$	Radio del cráter
$K_c$	Tasa de desgaste del recubrimiento
$S$	Distancia deslizada
$K_s$	Tasa de desgaste del sustrato
$V_c$	Volumen desgastado del recubrimiento
$V_s$	Volumen desgastado del sustrato
$V_t$	Volumen total desgastado
$t$	Espesor del recubrimiento
$h$	Profundidad del cráter
$D$	Diámetro mayor del cráter
$d$	Diámetro menor del cráter
$R_b$	Radio de la bola
$X_c$	Reactancia en la placa del capacitor
$C$	Capacitancia
$\epsilon_0$	Permitividad del vacío
$\epsilon_r$	Permitividad relativa
$A$	Área
$d$	Distancia
$\omega$	Frecuencia angular
$j$	Unidad imaginaria
$K$	Constante
$d_1$	Diagonal 1 en la prueba de Vickers
$d_2$	Diagonal 2 en la prueba de Vickers
$d$	Valor promedio de $d_1$ y $d_2$
$HV$	Número de dureza de Vickers

# RESUMEN

---

El ball cratering o prueba de micro abrasión consiste en una bola que gira contra la cual se coloca una muestra sometida a cierta carga determinada y se suministra algún abrasivo en la zona de contacto entre la bola y la muestra. Después de cierto tiempo en que gira la bola, ésta se detiene y se analiza la huella obtenida bajo dichas condiciones de carga y distancia recorrida.

En este trabajo se hizo una adaptación del ball cratering para poder operar el sistema con sensores de profundidad y de fuerza lateral midiendo in situ, esto con la finalidad de observar a cada momento el proceso de desgaste llevado a cabo en el material. Para optimizar el funcionamiento, se instaló una mesa anti vibraciones, se corrigió la conexión a tierra de todos los sensores y además se mejoraron los soportes de los sensores instalados.

Además de la adaptación de los sensores, se cambió el motor del sistema con dos motivaciones: primero, tener la potencia necesaria para hacer pruebas con una amplia variedad de cargas y la segunda, para que en trabajos futuros se puedan hacer pruebas con distintas velocidades.

Para éste trabajo se decidió hacer pruebas manteniendo constantes la velocidad y distancia recorrida (o tiempo de prueba) pero variando las cargas; además se utilizaron como muestras recubrimientos duros sobre substratos suaves, recubrimientos suaves sobre substratos duros y multicapas con la finalidad de poder distinguir, a través de los sensores, el momento de la prueba en que el desgaste se da en el recubrimiento y cuando se ha llegado a desgastar el recubrimiento junto con el substrato.

Después de hacer las pruebas con los distintos materiales y las condiciones elegidas, se hizo el análisis de coeficiente de fricción y de profundidad, el cual mostró que se puede obtener mucha información sobre el desgaste que se da en el recubrimiento, la interfaz y el recubrimiento con substrato; además, lo anterior se complementa con lo observado en las imágenes de microscopía y que determinan los regímenes de desgaste que se llevan a cabo durante la prueba. También la información de los sensores fue útil para conocer el comportamiento del escombros y del abrasivo.

# Introducción

---

La tribología es la ciencia y tecnología que tiene que ver con el contacto de superficies en movimiento relativo, es decir, que estudia los fenómenos relacionados a la fricción y desgaste. (Holmberg & Matthews, 1998)

El término “Tribología” fue sugerido por Peter Jost en 1966 como nombre para el área de investigación e ingeniería que se ocupa del contacto, fricción y desgaste. A pesar de que el nombre sea reciente, el concepto ha estado desde la creación de fuego a partir de calentamiento por fricción, el descubrimiento de la rueda y el uso de fluidos para reducir fuerzas de fricción, “inventos tribológicos” conocidos y utilizados muchos años antes de Cristo. (Popov, 2010)

En la actualidad, en las sociedades industrializadas, existe una necesidad creciente de reducir o controlar la fricción y el desgaste por muchas razones como extender el tiempo de vida de la maquinaria, para hacer motores y equipos eficientes, para conservar materiales escasos, ahorrar energía y mejorar la seguridad. Estas metas han sido alcanzadas gradualmente al hacer cambios en el diseño, seleccionar mejores materiales o utilizar técnicas de lubricación. Dependiendo de la aplicación, la elección de materiales puede mejorar: se puede incluir cerámica o polímeros, o lubricantes líquidos como aceites minerales o sintéticos.

Recientemente, el desarrollo de la tribología ha extendido el uso de tratamientos y recubrimientos para controlar la fricción y el desgaste, lo que ha llevado al crecimiento de una nueva disciplina llamada ingeniería de superficies; de hecho la parte más importante de los componentes ingenieriles es la superficie, pues es ahí donde se presentan la mayoría de las fallas, desgaste, fatiga y corrosión. El crecimiento de dicha disciplina se ha dado gracias a nuevos tratamientos y recubrimientos que proveen características triboquímicas antes imposibles de alcanzar.

Un sistema destinado a aplicaciones tribológicas debe cumplir ciertas cualidades (requerimientos tribológicos) como disminuir (o aumentar) la fricción, disminuir desgaste, aumentar lubricación, etcétera. Para diseñar dichos requerimientos tribológicos en un contacto entre superficies, se debe precisar:

1. Los valores máximos del coeficiente de fricción inicial, el coeficiente de fricción en estado estacionario y la inestabilidad de fricción.
2. El valor máximo del desgaste de la superficie recubierta y del contracuerpo.
3. El tiempo de vida del sistema, el cual debe ser mayor al tiempo de vida requerido de acuerdo a la aplicación que se le dará.

Los requerimientos tribológicos que una superficie recubierta debe poseer incluyen una combinación adecuada de propiedades como dureza, elasticidad, esfuerzo cortante, resistencia a la fractura y adhesión

El espesor es una de las primeras características que se busca conocer en un recubrimiento y para lo cual se usan técnicas como la perfilometría, ball cratering, SEM, elipsometría, etc. De las técnicas mencionadas, el ball cratering (micro-abrasión) también se utiliza como método para el ensayo de abrasión en la superficie de materiales y posee ventajas sobre otros métodos para pruebas de abrasión pues pueden probarse pequeños volúmenes de material y recubrimiento, es sencillo de utilizar, además de que el equipamiento para la prueba es de bajo costo y de gran versatilidad.

En éste trabajo se utiliza un sistema de ball cratering al que se le añadieron sensores de fuerza de fricción lateral y profundidad para obtener información **en tiempo real** sobre el desgaste llevado a cabo en distintas muestras. En los métodos utilizados actualmente, la información se obtiene una vez que la prueba ha finalizado. Para éste estudio se seleccionaron sustratos duros con recubrimientos suaves, sustratos suaves con recubrimientos duros y multicapas para distinguir el desgaste entre el sustrato, la interfaz y el recubrimiento.

En el capítulo 1 se muestran los antecedentes a este trabajo, se presentan los avances hechos tanto en la prueba de ball cratering como de los recubrimientos tribológicos, además de que se introducen los objetivos generales y particulares.

En el capítulo 2 se habla de las propiedades mecánicas y tribológicas de los recubrimientos, es decir, de fricción, desgaste, dureza, espesor y rugosidad del recubrimiento, el escombros en la interfaz y mecanismos de transferencia de material.

En el capítulo 3 se presenta el diseño experimental, en él se describen las modificaciones que se le hicieron al equipo de Ball Cratering, sensores que se añadieron, procesos de depósito y características de las muestras.

En el capítulo 4 se exhiben y discuten los resultados obtenidos según los tipos de muestras.

Finalmente se reúnen las conclusiones y se comentan las posibilidades para continuar el trabajo en un futuro.

En la sección de anexos están los manuales de operación del equipo utilizado y una selección de resultados del trabajo hecho con éste sistema pero con lubricantes (aceites minerales con distintas concentraciones de nanopartículas).

# Capítulo 1. Antecedentes

---

La tribología es la ciencia y tecnología que trata del contacto de superficies en movimiento relativo y que resulta en el estudio de los fenómenos relacionados con la fricción, desgaste y lubricación (Holmberg & Matthews, 1998).

Entre las principales funciones de la ingeniería de recubrimientos y superficies se encuentra mejorar la resistencia al desgaste para aumentar la durabilidad de los componentes de determinados productos, así como reducir la fricción para aumentar el ahorro de energía. En contraste, en otros productos como pisos o frenos, se busca aumentar la fricción y durabilidad de los materiales utilizados. Para determinar el comportamiento tribológico y mecánico de los materiales, se han desarrollado distintas técnicas entre las que destaca el ball cratering debido al tipo de prueba que representa, además permite medir espesor de recubrimientos y hacer ensayos del efecto abrasivo, entre otras.

## *1.1 Recubrimientos para aplicaciones tribológicas*

Los recubrimientos resultan indispensables en un amplio sector de la industria y en otras áreas tecnológicas debido a que han contribuido a la disminución de costos y al aumento en el desempeño de herramientas y componentes industriales. En algunos casos, las aplicaciones de los recubrimientos están orientados a trabajar eficazmente en ambientes a altas temperaturas, con cargas abrasivas, deslizamientos a altas velocidades, ambientes agresivos, para evitar el desgaste, de decoración, entre otras.

La composición de dichos recubrimientos puede ser metálica y cerámica pues la cerámica permite mayor estabilidad térmica, química y provee alta dureza y alta durabilidad y desempeño del recubrimiento. Entre los cerámicos utilizados para recubrimientos duros, se encuentran los óxidos, nitruros, boruros, carburos, etc.

Una superficie recubierta para aplicaciones tribológicas debe tener una adecuada combinación de propiedades en términos de dureza, elasticidad, esfuerzo cortante, resistencia a la fractura, expansión térmica y adhesión.

Como se muestra en la Figura 1, en una superficie con recubrimiento se pueden distinguir distintos tipos de zonas, cada una con distintas propiedades que deben considerarse.

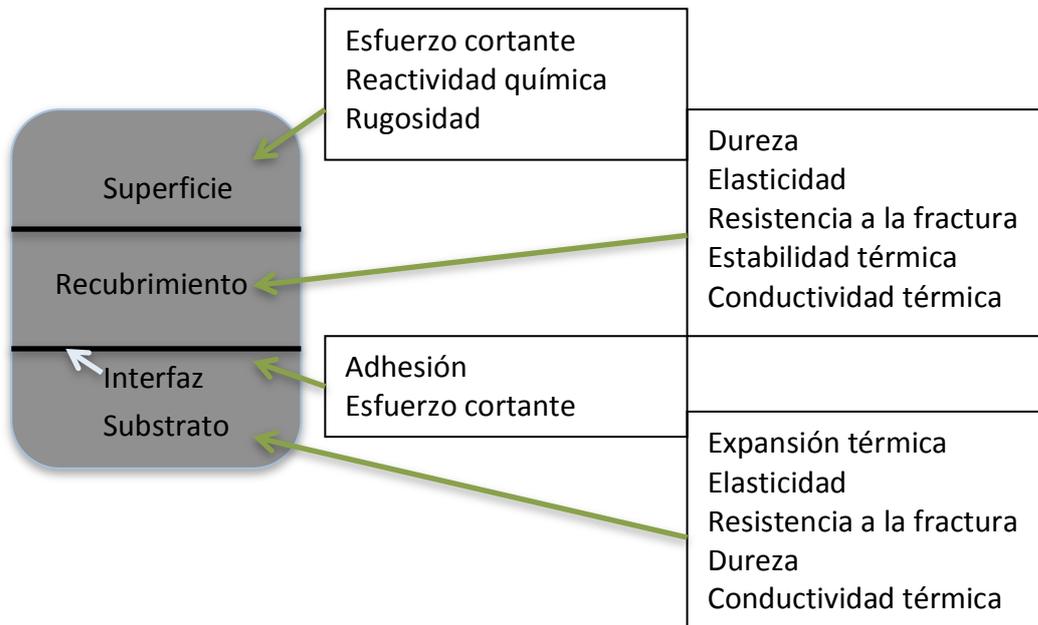


Figura 1 Propiedades tribológicas importantes en distintas zonas de una superficie recubierta

Las propiedades requeridas en el sustrato y en el recubrimiento incluyen la resistencia (al desgaste, a la tensión, etc.), porosidad y homogeneidad del material, así como sus atributos térmicos (capacidad calorífica, dilatación y conductividad térmica, etc.) determinados por su composición y micro estructura. En la interfaz, son muy importantes la adhesión y esfuerzo cortante. En la superficie del recubrimiento deben considerarse la reactividad química, la rugosidad y el esfuerzo cortante.

### 1.2 Micro Abrasión o ball cratering

El principio básico de la prueba de ball cratering es el de presionar una superficie muestra contra una bola que gira, en presencia de una suspensión de abrasivo que es alimentada en la interfaz entre la muestra y la bola (Figura 2). Después de realizar la prueba, se produce un cráter en la muestra que provee una medida del desgaste que se ha producido en la misma. Comparando el tamaño del cráter producido en diferentes materiales bajo las mismas condiciones, se puede comparar la resistencia al desgaste entre ellos; además, haciendo mediciones de las dimensiones de la huella, se puede obtener el espesor de recubrimientos. El tamaño del cráter puede medirse por varios métodos como el microscopio óptico y varios tipos de perfilometría.

El concepto básico de la prueba deriva de un método, en la espectroscopía electrónica Auger, para determinar perfiles de composición y profundidad en distintos materiales (Happ W W, 1956), usado para obtener perfiles precisos en profundidades mayores a 1µm para la caracterización de películas gruesas, recubrimientos, tratamientos superficiales y otras aplicaciones tecnológicas. Anteriormente las muestras se preparaban usando el bombardeo iónico como método para remover las capas superficiales a escala micrométrica (Happ W W, 1956) (McDonald B. a., 1962) (Thompson V. H., 1979) (Walls J. M., 1979) pero se encontró que el bombardeo era

largo y tedioso cuando la única intención era remover material con profundidad del orden de micrómetros

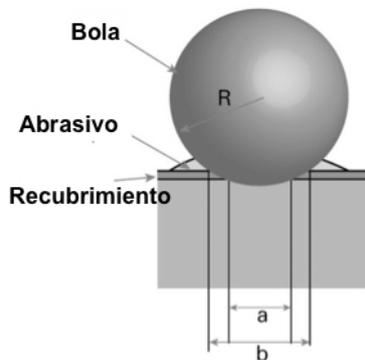


Figura 2 Diagrama esquemático de la prueba de micro abrasión (Ball Cratering)

Posteriormente se encontró un nuevo método que ofrecía la posibilidad de remover material de manera más rápida y sencilla. Esencialmente la prueba consistía en poner a rotar libremente un cilindro (Happ W W, 1956), (McDonald B. G., 1962)) o una bola (Thompson V. H., 1979), (Walls J. M., 1979)) contra una muestra, en presencia de un abrasivo que era una pasta fina metalográfica (1 micra) en la interfaz (Thompson V. H., 1979) o un abrasivo esférico suspendido en un medio de aceite ligero (Happ W W, 1956), (McDonald B. G., 1962).

Los primeros en señalar las limitaciones de ciertos materiales para hacer la prueba fueron Walls (Walls J. M., 1979) y Bromark (Bromark M. G., 1995) y establecieron que no se podrían utilizar superficies fácilmente quebradizas como películas gruesas de óxido u óxidos sueltos, pues se fracturan en vez de desgastarse de manera controlada, y tampoco materiales suaves que se embarran.

### 1.2.1 Variaciones de la prueba

Existen dos variantes principales de la prueba de ball cratering que dependen de la maneta en que se gira: los sistemas de “bola libre” y “bola fija”.

#### a) Bola libre.

En ésta variante se usa un eje de rotación con muescas que hace que la bola rote debido a la fricción entre la muestra y el eje. La bola se sitúa sobre en el eje. Ya que la bola no es impulsada directamente, existe la posibilidad de que ocurra un **deslizamiento** entre el eje y la bola, aumentando la incertidumbre en términos de la velocidad de rotación de la bola y del número de revoluciones realizadas. Esto puede disminuirse usando elementos de goma en el eje que la impulsen (Bromark M. G., 1995) (Bromark M. L., 1997). La carga normal se produce por peso muerto de la bola sobre la probeta y se ajusta cambiando la inclinación de la muestra. Si la inclinación de la muestra se reduce demasiado, la bola puede deslizarse hacia arriba, produciendo cráteres no esféricos.

Las cargas normales son calculadas por equilibrio de fuerzas en un plano inclinado y no toman en cuenta la fricción entre la bola y el plano. La carga aplicada en este formato de la prueba es limitada por el peso de la bola y por el rango de inclinaciones que pueden utilizarse para producir cráteres esféricos; en términos prácticos, la carga máxima se limita a un máximo de 0.4 N aproximadamente.

Existe otro tipo de máquina del tipo de bola libre que utiliza una bola de 30 mm soportada en los surcos de dos ejes rotatorios (Figura 3). La muestra se sujeta en un brazo pivote con peso muerto y la carga aplicada se sostiene directamente encima de la bola. La superficie de la muestra es presionada contra la parte superior de la bola y el rango de carga aplicada puede ser entre 0.5 y 5N. Ésta variante del sistema sufre de incertidumbre en la velocidad de la bola debido a la falta de accionamiento directo; sin embargo, usando el arreglo de ejes gemelos se evita el error potencial de carga aplicada debido a la fricción entre la bola y muestra. Ésta variante permite cargas mayores que en el sistema del plano inclinado.

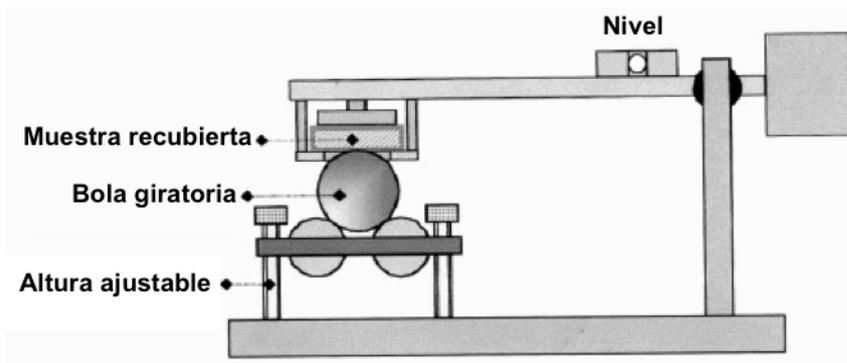


Figura 3 Sistema de bola libre con dos ejes.

#### b) Bola fijada o girada.

En ésta configuración (Figura 4) la bola se rota debido a que está sujeta entre dos ejes co-axiales de accionamiento y que permiten que la bola se pueda quitar y poner fácilmente. También se incorpora un O-ring en el eje coaxial para evitar deslizamiento entre la bola y el eje, asegurando un reporte preciso del número de revoluciones completadas y por tanto, la distancia recorrida. La muestra es presionada contra la bola que gira por cargas de prueba colocadas en un colgador de peso, lo que permite la aplicación de cargas variadas. Un inconveniente de éste sistema es que la bola sólo gira en una dirección, lo que aumenta la posibilidad de que no se obtengan cráteres esféricos en la muestra.

A pesar de que el tamaño de la zona de contacto entre la muestra y la bola es relativamente grande (del orden de 1 mm), el ball cratering es adecuado para probar muestras pequeñas de material. Además, es apropiado para probar el desgaste en recubrimientos debido a la localización de la huella. A pesar de que las pruebas de micro abrasión, se realizan con una suspensión de abrasivo, éstas también pueden hacerse en condiciones secas o lubricadas. En el caso de pruebas con lubricantes, la fricción se puede medir si se añade un dispositivo de medición de fuerza en el sistema.

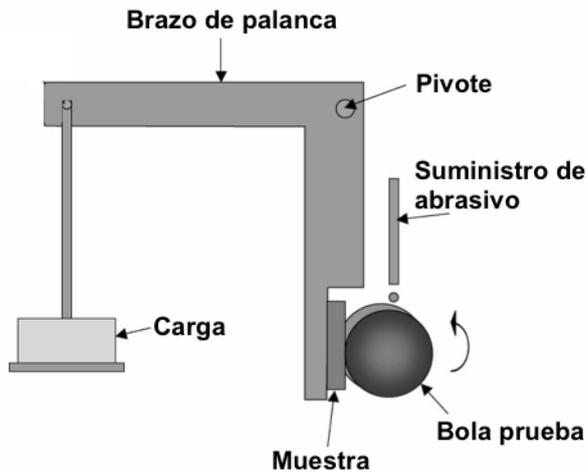


Figura 4 Diagrama esquemático de la prueba de bola fija

Existen dos variantes de la prueba para recubrimientos. En la primera se tiene una duración pequeña o un recubrimiento relativamente grueso, por lo que sólo el recubrimiento es desgastado. La segunda variante es la prueba que se lleva a cabo en recubrimientos delgados y también se desgasta el sustrato; en este caso se obtienen las tasas de desgaste de ambos (el recubrimiento y el sustrato).

La **reproducibilidad** de la prueba es equiparable a otras pruebas de desgaste, como por ejemplo pin on disc (Gant, 2011).

Se ha visto que los **abrasivos** gruesos (incluyendo algunos hechos de carburo de silicio) producen bordes poco definidos en los cráteres, lo que impacta en la precisión de la medición del espesor del recubrimiento, medición de volumen desgastado, y que añade incertidumbre a las mediciones realizadas.

La gran mayoría de los trabajos reportados con ball cratering utilizan abrasivos finos, siendo el más popular el carburo de silicio de 4  $\mu\text{m}$  y el diamante. Con éste medio abrasivo se pueden obtener una gran variedad de cráteres bien definidos bajo el régimen de contacto de **tres cuerpos** para materiales monolíticos y recubrimientos. El desgaste abrasivo de tres cuerpos es un modo de desgaste por abrasión en el cual las partículas abrasivas no están fijas en el contra cuerpo, sino que pueden rotar, deslizarse o fluir libremente (Stachowiak G. B., 2004).

Otros autores han utilizado arena de Silicio y otros abrasivos (Stachowiak G. B., 2004) (Rutherford K. L., 1996) con tamaños de partículas que pueden encontrarse en pruebas macrométricas de abrasión (250-300  $\mu\text{m}$ ), pero se encontraron dos desventajas: la definición del cráter era menor que cuando se utilizan micro abrasivos y que el control sobre la prevalencia del **régimen de desgaste** se dificultaba, dando lugar a la coexistencia de regiones de abrasión entre dos y tres cuerpos.

Las aplicaciones de ésta prueba han sido ampliamente estudiadas para polímeros, cerámicos, vidrio, aceros para herramientas, metales y recubrimientos duros, para recubrimientos hechos por PVD, tratamientos superficiales y otro tipo de recubrimientos (Gant, 2011).

Rutherford et al. (Rutherford K. L., 1996) estuvieron entre los primeros que pudieron usar el ball cratering, según los requerimientos necesarios, para la caracterización del desgaste de materiales recubiertos. Preece (Preece, 1979), trabajando con recubrimientos hechos por PVD de TiN, TiCN, TiAlN y acero M2 de alta velocidad recubierto con CrN, mostró que la prueba de micro abrasión era capaz de discriminar claramente entre los tipos recubrimientos que estudió y pudo obtener un coeficiente de desgaste ( $\kappa_s$ ) estadísticamente consistente para los sustratos. Los resultados indicaron que la **micro abrasión podía ser usada para medir independientemente coeficientes de fricción para el sustrato y el recubrimiento en una sola prueba**, además se mostró que el ball cratering es capaz de producir coeficientes de desgaste del recubrimiento independientes de la adhesión del recubrimiento, siempre y cuando, el desgaste no llegue al sustrato o interfaz.

Batista et al. (Batista, 2002) usaron ball cratering para estudiar sustratos de acero H13 con y sin recubrimiento de CrN y encontraron que los que estaban recubiertos tenían un coeficiente de desgaste mayor que los aceros H13 que no lo estaban. El CrN era relativamente suave con respecto a la dureza del abrasivo de SiC, y además, las partículas de SiC eran más grandes que el espesor del recubrimiento, llevando a la delaminación del recubrimiento más que a abrasión. Éste método, en el sentido estricto, no era ball cratering pero sirvió para producir los cráteres por micro abrasión y de hecho, fue utilizado por Hedenqvist et al. (Hedenqvist, 1994) para estudiar recubrimientos de TiN por PVD depositados a baja temperatura. La prueba produjo micro cortaduras, una forma de abrasión de dos cuerpos, pero también de falla adhesiva y cohesiva en acero ASP30 de alta velocidad recubierto con TiN. La falla adhesiva se da si la distribución de tensiones y esfuerzos se producen a lo largo de la interfaz entre el sustrato y el recubrimiento; por otro lado, la falla cohesiva es producida si la distribución de tensiones y esfuerzos provocan fuentes de nucleación y propagación de grietas en el recubrimiento (Fukumasu, 2014).

### *1.2.2 Estado del arte. Equipos de Ball Cratering*

A pesar de que la prueba de ball cratering tuvo origen en la segunda mitad del siglo pasado, ésta era utilizada principalmente para remover material y hacer otros tipos de análisis posteriormente (por ejemplo análisis químico) (Happ W W, 1956); de hecho, las ecuaciones para calcular el material removido en sistemas recubiertos fueron revisadas en la década de 1990 (Rutherford K. L., 1996) y a partir de entonces fue que el ball cratering comenzó a ser utilizado ampliamente para medir espesores de recubrimientos, además de remover material.

Fue hasta 2003 que Gee et al. (Gee M. G., 2003) hicieron publicaron un trabajo enfocado en estandarizar el uso del ball cratering como método para estudiar desgaste y micro abrasión. Debido al relativo poco tiempo que tiene la prueba como método para estudiar desgaste, la variedad de equipos de ball cratering que se encuentran disponibles en el mercado es muy limitada. La mayoría de los equipos que se ofrecen

consisten únicamente en la bola que gira con cierta carga aplicada y con aditamentos para gotear el abrasivo.

CSM (ahora Anton Paar TriTec) fue de los primeros en ofrecer equipos de ball cratering (Calotest® (Paar)) pero enfocados a la medición de espesores de recubrimientos, sobre todo para aplicaciones industriales. Éstos equipos cuentan con un sistema óptico de medición para determinar las dimensiones del cráter y así calcular el espesor. Recientemente comenzaron a ofrecer otro producto (Calowear® (Paar)) para determinar la tasa de desgaste durante la prueba; en éste equipo la fuerza normal aplicada y la geometría del cráter se miden en ciertos intervalos de tiempo con una celda de carga y el sistema óptico respectivamente.

Por otro lado, PLINT Tribology products ofrece equipos de ball cratering al que se le pueden agregar distintos aditamentos como microscopios ópticos, agitador magnético para el abrasivo o un sistema para medición de fuerza en pruebas de adhesión, entre otros. El sistema de medición de fuerza incorpora un transductor de fuerza para medir la fuerza de fricción.

No existen aún en el mercado equipos que incluyan medición de profundidad en la huella o de tasa de desgaste en cada momento de la prueba. Y los que cuentan con mediciones de fuerza están orientados a controlar con precisión la carga normal aplicada, o para pruebas de adhesión.

### *1.3 Objetivos*

#### *1.3.1 Objetivos Generales*

Realizar un estudio de las propiedades tribológicas de distintos tipos de recubrimientos y substratos utilizando un ball cratering con sensores de fricción y fuerza lateral.

#### *1.3.2 Objetivos Particulares*

Para hacer el estudio tribológico, se planteó acondicionar el ball cratering con sensores de profundidad y de fuerza de fricción (fuerza lateral, debido a la geometría). El sensor de profundidad servirá para obtener una medida de profundidad de la huella (y por tanto de la magnitud del desgaste por abrasión) a cada instante de la prueba. Por su parte, el sensor de fuerza lateral servirá para obtener mediciones precisas de la fuerza de fricción (y coeficiente de fricción) durante el ensayo.

Otro de los objetivos fue el cambio de motor, debido a que algunos de los parámetros que determinan fuertemente las características de desgaste son: la velocidad de giro, la distancia deslizada y la carga. Un motor de voltaje variable y mayor potencia permitirá, en un futuro, hacer pruebas con distintas velocidades y con un intervalo más amplio de cargas aplicadas.

Además, se planteó analizar las propiedades tribológicas de las muestras seleccionadas (recubrimiento duro sobre substrato suave, recubrimiento suave sobre substrato duro y multicapas) directamente con el equipo de Ball Cratering y los sensores instalados.

Los sensores añadidos servirán para hacer mediciones de desgaste usando las muestras duro/suave, suave/duro y detectar el momento en que se llega al sustrato, además se distinguirá entre el desgaste del recubrimiento y el del sustrato. Asimismo, con la información de los sensores, será se posible identificar los regímenes de desgaste durante la prueba.

Para complementar la información obtenida con los sensores, los cráteres se analizarán posteriormente con microscopía óptica. Se buscará ampliar el estudio sobre el coeficiente de fricción y desgaste.

Con toda la información recabada se buscarán diferencias en el desgaste entre los diferentes tipos de muestras.

# Capítulo 2. Base teórica de los fenómenos involucrados en la tribología y mecánica

---

## 2.1 Fricción

La fricción es la resistencia tangencial al movimiento, el cual experimenta un cuerpo cuando se mueve relativamente a otro. Existen dos tipos de fricción: la estática y la dinámica. La estática es la máxima fricción que se debe superar para iniciar el movimiento relativo entre dos cuerpos (Hwang, 2003) y es caracterizada por el coeficiente de fricción estático:

$$\mu_s = \frac{F_{m\acute{a}x. est\acute{a}tica}}{N} \quad 1a$$

Donde  $\mu_s$  es el coeficiente de fricción estática,  $F_{m\acute{a}x. est\acute{a}tica}$  es la fuerza máxima antes de iniciar el movimiento y  $N$  es la carga normal

Una vez que se ha iniciado el movimiento, se tiene fricción dinámica. Ésta se caracteriza por el coeficiente de fricción dinámico  $\mu$  (que suele ser de menor magnitud que el coeficiente de fricción estático) y está determinado por la fuerza de fricción tangencial  $F$  dividida por la carga normal  $N$  en el contacto. (Holmberg & Matthews, 1998)

$$\mu = \frac{F}{N} \quad 1b$$

El mecanismo de fricción en **contacto deslizante** ha sido explicado por el **efecto adhesivo** entre las asperezas de las superficies (Bowden, 1950): cuando las dos asperezas son forzadas al contacto, estas se soldarán debido a la adhesión entre los dos materiales (Figura 5). Cuando uno de los sólidos es movido en dirección tangencial relativa a la otra, las uniones micro soldadas se romperán pero el esfuerzo tangencial causará resistencia al movimiento. Durante el deslizamiento, se forman y rompen uniones micro soldadas continuamente. Éste modelo se ha usado tradicionalmente a pesar de que no ofrece mucha concordancia entre los valores de coeficiente de fricción calculados teóricamente y los obtenidos experimentalmente.

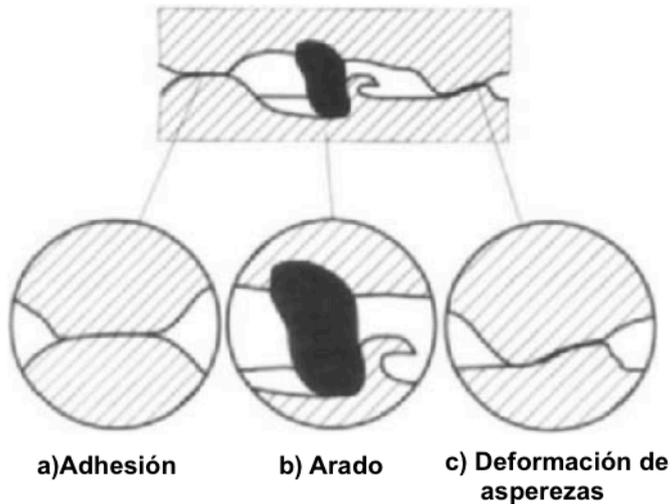


Figura 5 Los tres componentes de la fricción por deslizamiento: a) adhesión, b) ploughing y c) formación de asperezas

(Bowden, 1950) Y su grupo también incluyeron el efecto de **arado (ploughing)** en su concepto de fricción. Cuando una aspereza dura o partícula dura (figuras oscuras en la Figura 5) penetra en un material más suave y por flujo plástico remueve el material en un surco en el material suave se genera resistencia al movimiento (Figura 5 b).

Durante años recientes se han publicado trabajos importantes que ofrecen ecuaciones más generales de la fricción; uno de éstos modelos es el de fricción de dos superficies elasto-plásticas en un estado de deslizamiento casi estático hecha por (Zhang, 1991). El modelo considera por separado los efectos de la interacción de las asperezas y la deformación, la interacción entre las partículas producidas por el desgaste (escombro) y el arado (ploughing), y la adhesión, con partición de la carga normal y las áreas de contacto entre diferentes elementos de contacto. El análisis es restringido a deslizamiento en estado estacionario en donde los parámetros de contacto son invariables estadísticamente. Los autores enfatizan que **en los sistemas tribológicos no hay condiciones de equilibrio en las cuales los efectos de la fricción sean constantes**. A partir de estos modelos, diversos autores han formulado teorías que expliquen el mecanismo de fricción tomando en cuenta efectos moleculares, metalúrgicos, mecánicos, etc. (Holmberg & Matthews, 1998).

En el caso de tener un tipo de contacto rodante, las principales contribuciones a la fricción son:

- Efectos de micro deslizamiento dentro del área de contacto.
- Histéresis elástica de los materiales de contacto.
- Deformación plástica de los materiales.
- Efectos de adhesión en el contacto.

La mecánica de contacto por rodamiento es compleja pero ha sido entendida a nivel macrométrico (Halling, 1975) (Czichos, 1978) (Johnson, 1985). A nivel microscópico se

ha entendido menos, pero en este nivel dominan la física y química, además los mecanismos de contacto son similares a los de contacto por deslizamiento que se discutieron previamente.

### 2.1.1 Mecanismos macrométricos de fricción

Entre los mecanismos macrométricos que describen los fenómenos de fricción y desgaste se encuentran: la distribución de esfuerzos y tensiones en todo el contacto, las deformaciones plásticas y elásticas totales que resultan, y el proceso total de formación de partículas de desgaste y su dinámica. En los contactos entre una o dos superficies recubiertas, pueden definirse cuatro parámetros principales que controlan el proceso de contacto tribológico:

- La relación de durezas entre el sustrato y el recubrimiento
- El espesor del recubrimiento
- La rugosidad de la superficie
- El tamaño y la dureza del escombros en el contacto, es decir, el material removido, partículas de abrasivo, etc que se encuentran en la interfaz

La relación entre éstos parámetros resultará en ciertas condiciones de contacto que se caracterizan por mecanismos tribológicos de contacto específicos (Holmberg K. , 1992). Doce de los principales tipos de contactos tribológicos cuando un deslizador esférico se mueve sobre una superficie plana, se muestran en la Figura 6.

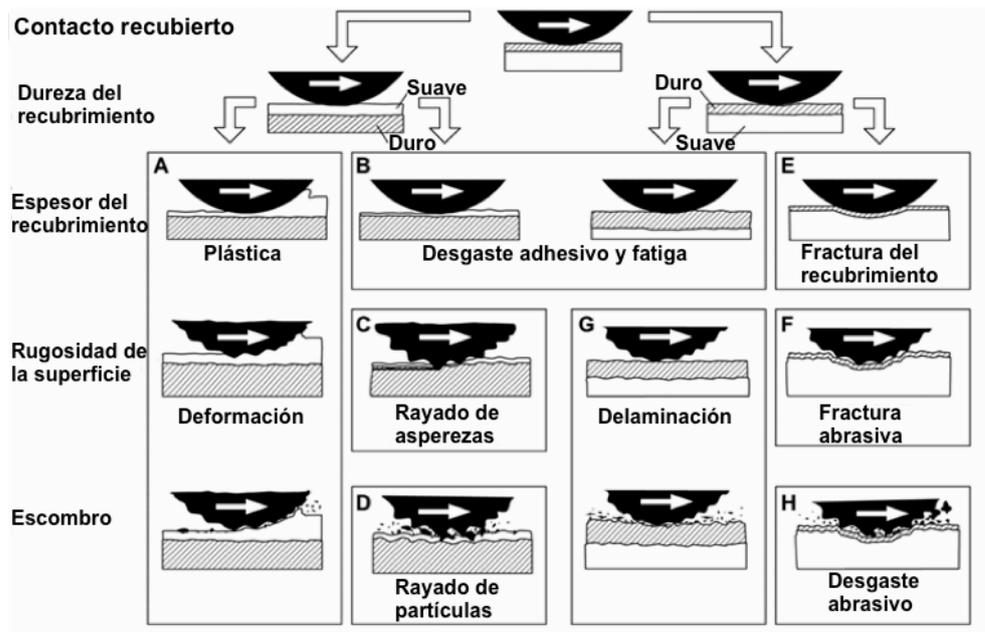


Figura 6 Mecanismos tribológicos macrométricos en un contacto con superficies recubiertas (Matthews, 2007)

Los contactos están caracterizados por los fenómenos típicos tribológicos de contacto: arado, cizalladura, soporte de carga del recubrimiento, deformación del sustrato, rayado, penetración, área de contacto reducida y engranado, fatiga de las asperezas,

incrustación de las partículas, atrapamiento de las partículas, ocultación de las partículas y aplastamiento de las partículas.

### 2.1.1.1 Dureza del recubrimiento

La **dureza** se define como la resistencia de un metal a la deformación plástica, usualmente por indentación (Davis, 1998); sin embargo, el término también puede referirse a la rigidez, resistencia al rayado, abrasión o corte. Es la propiedad de un metal que le da la habilidad de resistir una deformación permanente (doblarse, romperse, cambiar de forma) cuando se le aplica una carga. Entre más duro sea un material, más resistencia tendrá a la deformación. Uno de los parámetros más importantes que influyen el comportamiento tribológico de una superficie recubierta es la dureza del recubrimiento y su relación con la dureza del sustrato. Es común considerar por separado recubrimientos duros y suaves (Suh, Tribophysics, 1986) (Arnell).

En el caso de tener recubrimientos blandos, cuando la bola se desliza sobre la probeta, idealmente, la fuerza de fricción es el producto de la fuerza cortante por el área de contacto (Figura 7b). Si se busca disminuir la fricción, se puede agregar una película delgada suave sobre la probeta, la cual reduce tanto el área de contacto como la fuerza cortante en la interfaz (Figura 7c).

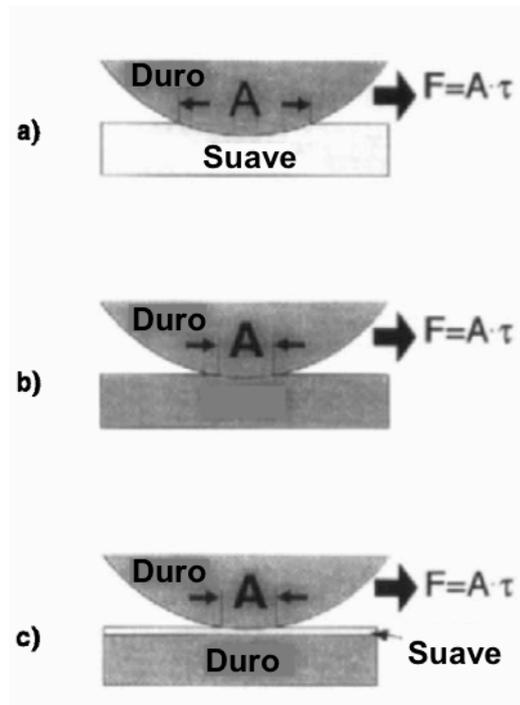


Figura 7 La fuerza de fricción no es fuertemente dependiente de la dureza pero una fricción baja puede ser obtenida depositando una película delgada suave sobre un sustrato duro en un contacto deslizante ideal (Bowden y Tabor, 1950). (Holmberg & Matthews, 1998)

En el caso de **recubrimientos duros sobre sustratos suaves**, el desgaste puede reducirse previniendo el ploughing en las escalas micro y macrométricas (Suh, Tribophysics, 1986), Figura 8). Debido a lo anterior, los recubrimientos duros son

particularmente útiles en ambientes abrasivos. La baja fricción puede lograrse en recubrimientos duros si se deposita en la superficie del recubrimiento una micro película de fuerza cortante baja, así la cizalla se dará en la micro película y la carga será bien soportada por el recubrimiento duro (Figura 8 b).

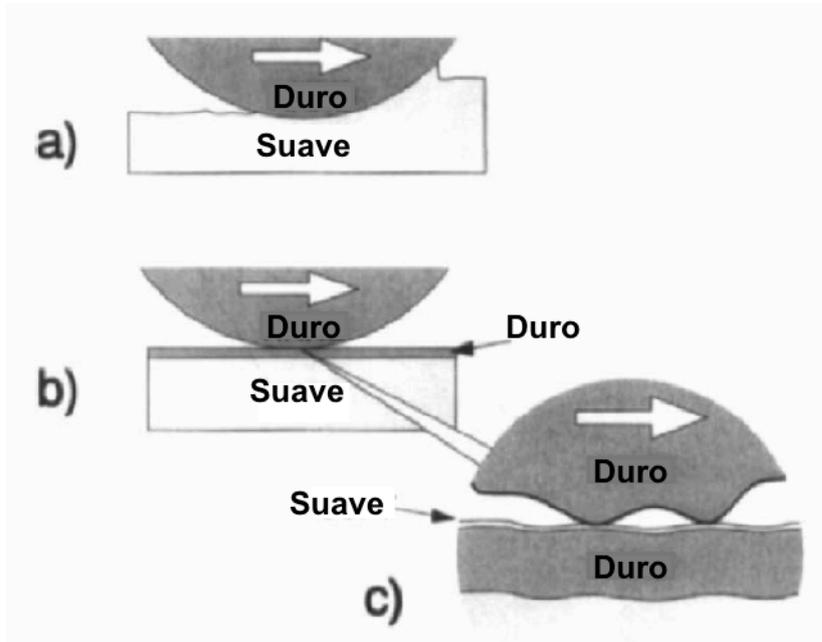


Figura 8 a) Una punta dura que se mueve sobre un sustrato suave resulta en ploughing, b) El ploughing puede disminuirse utilizando un recubrimiento duro en el sustrato suave, c) una micro película suave en la superficie del recubrimiento duro puede disminuir la fricción. (Holmberg & Matthews, 1998)

### 2.1.1.2 Espesor del recubrimiento

Si consideramos una película lo suficientemente delgada y suave en un sustrato duro con superficies lisas y sin escombros presentes, el efecto del arado será pequeño, por lo que la fricción estará determinada por el esfuerzo cortante y el área de contacto, la cual está relacionada con las propiedades de deformación del sustrato. Para una esfera deslizando sobre una probeta dura con una recubierta suave, el área de contacto está determinada por la ecuación Hertziana y entonces el coeficiente de fricción está dado por (Roberts, 1989):

$$\mu = \frac{\pi S}{N^{1/3}} \left( \frac{3R}{4E'} \right)^{2/3} \quad 2$$

Donde S es el esfuerzo cortante del recubrimiento (esfuerzo resultante de las tensiones paralelas a la sección transversal del recubrimiento), N la carga normal, R el radio de la esfera que se desliza sobre el sustrato y E' el módulo de elasticidad reducido de los materiales de contacto. La ecuación muestra que para disminuir el coeficiente de fricción se necesita que el recubrimiento tenga un esfuerzo cortante bajo y la superficie sea dura o posea módulo elástico alto.

El incremento en la fricción, para **películas delgadas suaves**, con el incremento del espesor por arriba del valor óptimo es explicado por un decremento en la capacidad de carga de la superficie y la fricción incrementada debido al arado. El coeficiente de fricción se incrementa debido a la deformación plástica o elástica del recubrimiento. Si ahora se considera la situación en la que una esfera dura y lisa se desliza sobre un sustrato liso y suave cubierto con un **recubrimiento duro** sin partículas producidas por desgaste presentes (Figura 9), y si el recubrimiento es muy delgado (Figura 9b), éste es incapaz de soportar la carga. La función del recubrimiento es separar el sustrato del contra cuerpo y prevenir el arado por endurecimiento de la capa más superficial del plano. La prevención del arado reduce tanto la fricción como el desgaste. El recubrimiento duro introduce un esfuerzo cortante en la interfaz de contacto que resulta en el incremento de la fricción de deslizamiento, en el caso de que no se formen micro películas. Esto puede ser una explicación para coeficientes de fricción muy altos que pueden obtenerse en contactos deslizantes con recubrimientos duros.

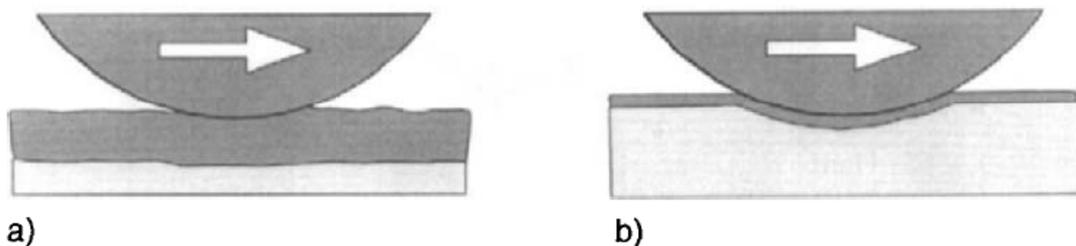


Figura 9 Contacto de un deslizador duro que se mueve y una superficie suave recubierta por una película dura se caracteriza por a) soporte de carga del recubrimiento para películas gruesas y b) deformación del sustrato para películas delgadas (Holmberg & Matthews, 1998)

Cuando se introduce carga, el recubrimiento se desviará según la deformación del sustrato (Leroy, 1990). El sustrato se deformará elástica o plásticamente, y como el recubrimiento no soporta la carga, la deformación se puede calcular como un material en bulto. Para sustratos más suaves, la deformación será considerable y añadirá efecto de arado o histéresis a la fricción. La desviación constante del recubrimiento puede causar fractura o fisura en el recubrimiento y el sustrato.

Cuando el **recubrimiento duro** tiene espesor mayor, puede soportar parte de la carga debido a su rigidez, provocando que la deformación del sustrato sea más pequeña. Comparada con los recubrimientos duros delgados, la situación de fricción es más favorable porque los efectos de arado e histéresis (debido a la deformación del sustrato) serán relativamente menores. El efecto de arado puede disminuirse si el recubrimiento tiene alta dureza y el área de contacto entre el recubrimiento y la esfera, donde se da la cizalla, se reduce (debido a una desviación pequeña del recubrimiento).

Un recubrimiento duro grueso modificara el efecto del tamaño y la forma de la zona de tensiones debajo del recubrimiento (Burnett P. J., 1987) (Burnett P. J., 1987).

### 2.1.1.3 Rugosidad de la superficie

Para **recubrimientos suaves gruesos**, la rugosidad del sustrato puede ser despreciable si es considerablemente más pequeña que el espesor del recubrimiento y éste es lo suficientemente rígido para soportar la carga (Figura 10 a); sin embargo, los efectos de fricción pueden ser observados si la rugosidad de la superficie es alrededor de un orden de magnitud más pequeña que el espesor del recubrimiento. Si el deslizador tiene una superficie rugosa, habrá un arado similar al descrito antes en superficies suaves, y deberán considerarse efectos de la rugosidad de la superficie. Debido a la suavidad del recubrimiento, no habrá un incremento en el efecto en los campos de esfuerzos y tensiones (Sainsot, 1990) aunque las asperezas en la superficie de la esfera contribuirán a un efecto de micro arado en la fricción

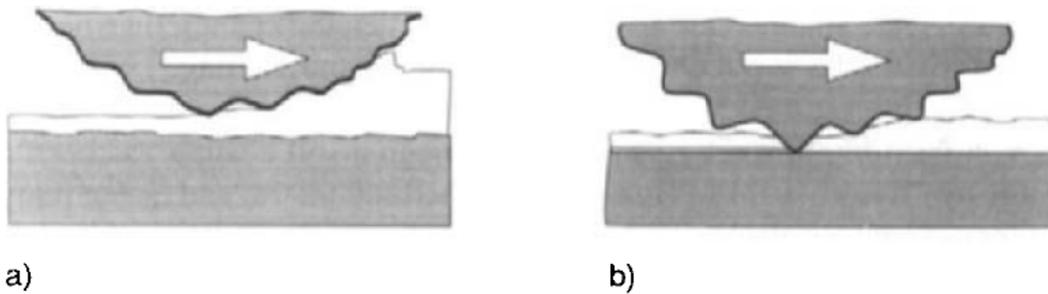


Figura 10 Contacto de un deslizador dura moviéndose en una superficie plana dura recubierta con una película suave, ambos con superficies rugosas caracterizadas por a) rayado para recubrimientos gruesos y b) penetración para recubrimientos delgados. (Holmberg & Matthews, 1998)

Para **recubrimientos suaves y delgados** sobre sustratos duros (Figura 10 b), la influencia de la rugosidad de la superficie es considerable. La penetración de las asperezas a través de la película incrementará la resistencia al corte y el arado en el sustrato o en el contra cuerpo dando como resultado un incremento en la fricción.

Si una **superficie rugosa** se cubre con un **recubrimiento delgado y duro**, la rugosidad de la superficie se mantendrá igual o se modificará dependiendo del método de depósito. Cuando un deslizador rugoso y duro se mueve sobre una superficie en ausencia de deformaciones plásticas o elásticas, se tiene como resultado la situación de contacto mostrada en la Figura 11 a, en la cual el deslizador se mueve sobre un pequeño número de asperezas. El área efectiva de adhesión entre las superficies deslizantes se reduce a unas cuantas contactos de asperezas. Ésta situación solo prevalece con combinaciones de materiales muy duros y resistentes debido a que la presión de contacto en las asperezas será extremadamente alto (Sainsot, 1990).

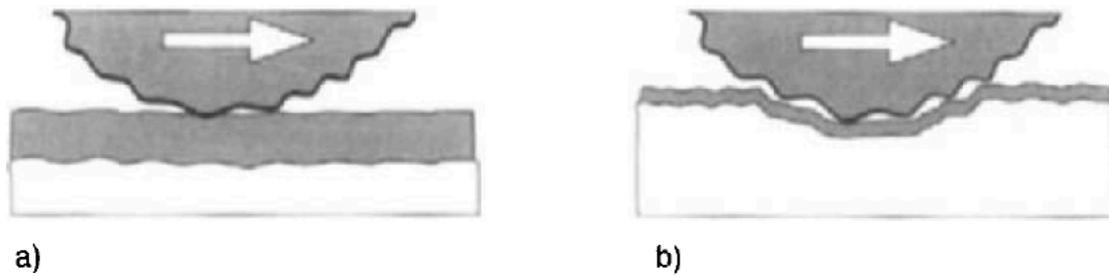


Figura 11 El contacto entre un deslizador duro moviéndose en una superficie suave con recubrimiento duro se caracteriza por a) área de contacto reducida y enclavamiento para recubrimientos gruesos y b) fatiga de asperezas para recubrimientos delgados. (Holmberg & Matthews, 1998)

Si el esfuerzo cortante en las asperezas es bajo, el coeficiente de fricción también es extremadamente bajo. Además, debido a la alta tensión de contacto y la fragilidad del recubrimiento, se necesita un substrato duro que pueda soportar la carga. La fricción puede aumentar considerablemente si las asperezas se entrelazan o debido a los mecanismos de ruptura si ambas superficies son rugosas.

Un deslizador duro moviéndose en un **recubrimiento suave** sobre un substrato suave, resultará en la deformación plástica o elástica del material del substrato que está abajo del contacto (Figura 11 b). En el caso de superficies rugosas, esto resulta en un incremento del número de asperezas de contacto y en la disminución de tensiones debido a la gran cantidad de asperezas que soportan la carga. Conforme las asperezas son cargadas repetidamente por el contra cuerpo que se desliza, hay una alta probabilidad de falla por fatiga.

#### 2.1.1.4 Tribocapa

La fricción entre metales depende, entre otras cosas, del tipo de capas interfaciales que pueden desarrollarse conforme se da el desgaste. Por ejemplo, cuando dos metales o aleaciones se ponen juntas inicialmente, usualmente cada una tiene una capa de óxido en su superficie. Después de un cierto periodo de frotamiento, puede formarse una capa de partículas producidas por el desgaste de óxidos y partículas metálicas finas mezcladas mecánicamente. Ésta capa (llamada capa de tercer cuerpo o tribocapa) es la que determina el comportamiento de la fricción (su magnitud, y su variación como función del tiempo de deslizamiento), y puede amortiguar la carga o fracturar y actúa como la fuente de las partículas sueltas por desgaste.

Kerridge y Lancaster, a mediados de la década de 1950, analizaron las etapas del desgaste metálico y propusieron que una capa de material metálico se forma y es transferida a la superficie opuesta para producir transiciones en fricción y desgaste (Blau, 1989).

#### 2.1.1.5 Acumulación de escombros en la interfaz

Las partículas sueltas o escombros, se presentan frecuentemente en los contactos deslizantes. Éstas pueden originarse del ambiente circundante o pueden ser generadas por distintos mecanismos de desgaste en el contacto deslizante. Su influencia en la

fricción en ciertas condiciones de contacto puede ser considerable, dependiendo del diámetro de las partículas, la relación entre el espesor de la película y la rugosidad superficial, así como entre la partícula y la relación de dureza entre el recubrimiento y el substrato.

Si se considera el caso de **partículas duras** con un diámetro considerablemente más chico que el espesor del recubrimiento suave en un substrato duro (Figura 12 a), cuando las partículas son introducidas en el contacto, ellas serán presionadas en el recubrimiento suave y serán incrustadas en él sin ningún otro tipo de contacto con el deslizador. Las partículas no tendrán gran efecto en la fricción, que es básicamente controlado por el mecanismo de arado.

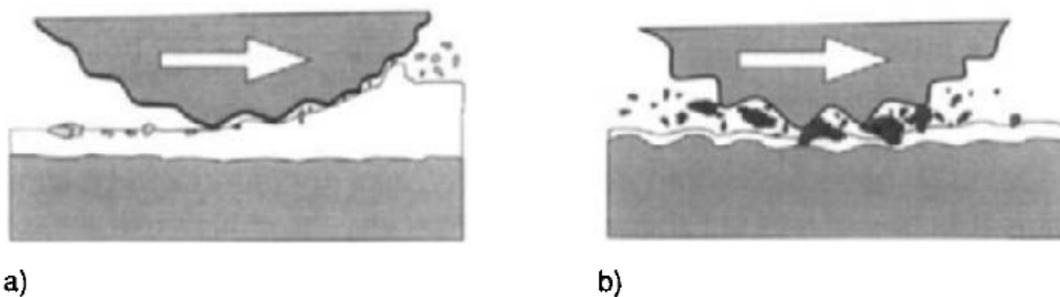


Figura 12 El contacto de un deslizador duro moviéndose en una superficie plana dura con un recubrimiento suave, teniendo ambas superficies rugosas y escombros duros presentes en el contacto es caracterizado por a) incrustación de las partículas para recubrimientos gruesos y b) atrapamiento de partículas para recubrimientos delgados. (Holmberg & Matthews, 1998)

Para recubrimientos suaves y delgados, en el cual la dimensión de las partículas son de magnitud igual o mayor que el espesor del recubrimiento y la rugosidad de la superficie (Figura 12 b), la influencia en la fricción será considerable. Si las **partículas** son más duras que el recubrimiento pero más suaves que el substrato entonces serán atrapadas fácilmente por la rugosidad del cuerpo o hundidas parcialmente en él y crearán surcos como cuando se tiene penetración de asperezas. La fricción aumentará debido al arado de las partículas en el recubrimiento.

Si existen **partículas pequeñas** en el contacto deslizante de superficies duras y rugosas (Figura 13 a), éstas pueden ocultarse en los valles formados por las asperezas mientras que en la parte superior se da el deslizamiento; si esto sucede, las partículas no tendrán un gran efecto en la fricción o en el desgaste. Es importante tomar en cuenta que una rugosidad disminuida en las superficies puede incrementar tanto la fricción como el desgaste debido a que las partículas no pueden ocultarse en los valles y producen rayado y enclavamiento.

Cuando en el contacto de dos superficies duras se introducen **partículas** que son más grandes que la rugosidad de la superficie, el resultado puede ser el aplastamiento de las partículas, rayado o rodamiento (Figura 13 b). Si las partículas tienen una dureza menor que la superficie, entonces serán aplastadas y destruidas bajo la carga en el contacto con escombros más pequeños y algún aumento en la fricción como resultado.

Si las partículas tienen una dureza mayor que las superficies, entonces serán atrapadas por la rugosidad de las superficies con arado y rayado resultantes. **La presencia de partículas duras entre las superficies puede incluso reducir el coeficiente de fricción.** Si las partículas son bastante redondas, suficientemente duras para soportar la carga y al menos una de las superficies es suave, las partículas pueden actuar como rodillos y disminuir el coeficiente de fricción (Blomberg, 1993)

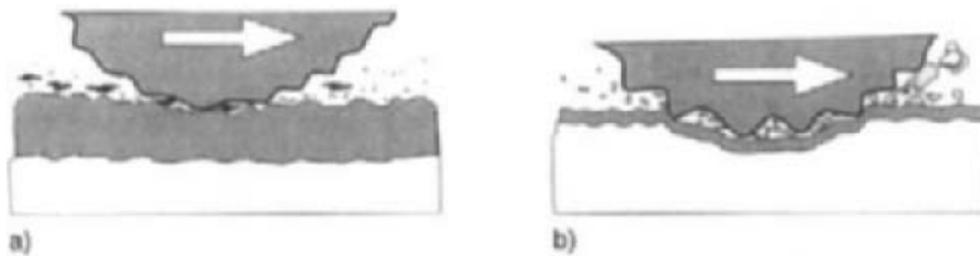


Figura 13 El contacto de un deslizador duro en una superficie plana y suave con un recubrimiento duro, ambos teniendo rugosidad superficial y con escombros presente en el contacto está caracterizado por a) ocultamiento de las partículas para recubrimientos gruesos y b) aplastamiento de las partículas para recubrimientos delgados. (Holmberg & Matthews, 1998)

## 2.2 Desgaste

El **desgaste** se ha definido como la remoción de material de superficies sólidas como resultado de una superficie de contacto que se mueve sobre otra. Así, tanto la fricción como el desgaste son resultados simultáneos del mismo proceso tribológico de contacto que tiene lugar entre dos superficies que se mueven. Sin embargo, su interrelación no está muy bien entendida. Es común encontrar que una fricción baja corresponde a bajo desgaste y fricción elevada a alto desgaste (Saka, 1980) pero no es una regla general y existen muchos ejemplos de comportamiento contradictorio (p. Ej. (Franklin, 1991). Además se ha visto que el coeficiente de desgaste puede cambiar en diferentes condiciones en varios órdenes de magnitud en relación con los cambios en el coeficiente de fricción, el cual raramente cambia aun en un orden de magnitud.

La manera en la cual se da la remoción de material en una superficie es descrita bajo distintos mecanismos básicos que son: adhesivo, abrasivo, fatiga y químico. Es muy común que en el contacto real actúen más de un mecanismo de desgaste al mismo tiempo (Holmberg K. , 1991).

La combinación de mecanismos de desgaste depende de las condiciones de contacto y resultarán en un tipo de desgaste específico. Algunos ejemplos de modos de desgaste son:

- *Scuffing*: Se presenta cuando dos piezas que tienen rozamiento se sueldan por efecto de las altas temperaturas alcanzadas
- *Fretting*: Ocurre entre dos superficies en contacto, las cuales experimentan pequeñas oscilaciones cíclicas (de entre 1 y 100  $\mu\text{m}$ ).

- Rayado o *Scoring*: Es un daño superficial debido a la acumulación de pequeños agarrotamientos causados por el deslizamiento bajo una mala lubricación o en condiciones de trabajo severa.
- Desgaste leve: Es generado debido a la operación de un elemento en un tiempo esperado.
- Desgaste severo: Se da cuando algún elemento es sometido a grandes pesos, temperaturas, revoluciones, provocando que se dañe antes de lo previsto.
- Cavitación: Daño que ocurre debido al crecimiento y colapso de pequeñas burbujas que surgen debido a las variaciones de presión durante el flujo de un fluido.

El **modo de desgaste** es usualmente definido basándose en como la **superficie se encuentra después del contacto** y no tanto en los mecanismos físicos y químicos de la remoción de material.

A pesar de lo anterior, aún no hay un consenso general acerca de la clasificación de los modos y mecanismos de desgaste. Los mecanismos básicos de desgaste que son más comunes (Blau, 1989) son adhesivo, abrasivo, fatiga y desgaste químico y adelante se describe con detalle (Figura 14).

#### **Desgaste adhesivo.**

Cuando las asperezas en una superficie entran en contacto con las asperezas de la contracara, pueden adherirse fuertemente entre ellas y formar uniones de asperezas (Figura 14 a). El movimiento relativo tangencial de las superficies causa la separación de las asperezas más suaves en el material en bulto y el material es removido. Si el material es dúctil, la deformación que se produce antes de la separación de la partícula es mucho mayor, la partícula que ha sido separada de la aspereza puede permanecer unida a la otra aspereza como material transferido de una superficie a otra o puede ser liberada como escombros (formación de tribocapa).

En algunos casos, el punto de cedencia del material es excedido y las asperezas se deforman plásticamente hasta que el área real de contacto se incrementa lo suficiente para soportar la carga aplicada, de tal modo que las superficies pueden adherirse. Esto causará que se presente una soldadura en frío. Si hay deslizamientos continuos, las asperezas serán cizalladas y se formaran nuevas uniones. Algunos factores como partículas de contaminantes en la superficie pueden ayudar a minimizar esta adhesión, las cuales se dispersan del área de contacto por el movimiento relativo tangencial que ocurre en la interfaz (Bhushan, 1997).

Existe evidencia experimental que sustenta que el desgaste adhesivo ocurre en muchas situaciones de deslizamiento aunque parece que éste no juega necesariamente un papel dominante en el contacto real como tradicionalmente se consideró (Holmberg & Matthews, 1998). Este mecanismo es el que suele dar como resultado la formación de la capa tribológica.

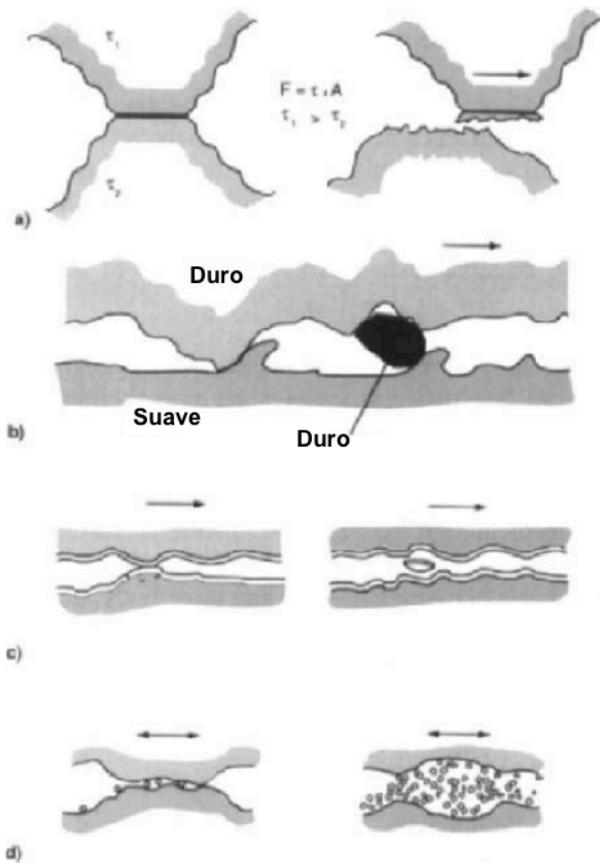


Figura 14 Mecanismos básicos de desgaste: a) adhesivo, b) abrasivo, c) fatiga y d) desgaste químico (Holmberg & Matthews, 1998)

### Desgaste abrasivo y deformación de asperezas.

El desgaste por deformación plástica tiene lugar tanto en el desgaste abrasivo como en la deformación de asperezas como se muestra en la figura (Figura 14 b).

El desgaste abrasivo ocurre en contactos en los cuales una de las superficies es considerablemente más dura que la otra o cuando se introducen partículas duras en el contacto. Las asperezas más duras de la superficie son presionadas en la superficie suave, lo que resulta en un flujo plástico del material más suave alrededor del más duro. Cuando la superficie más dura se mueve tangencialmente, se da a lugar el ploughing y la remoción de material más suave dando como resultado con *grooves* o rayones en la superficie.

Existen dos formas básicas de abrasión: abrasión por desgaste de dos cuerpos (Figura 15 a) y abrasión por desgaste de tres cuerpos (Figura 15 b).

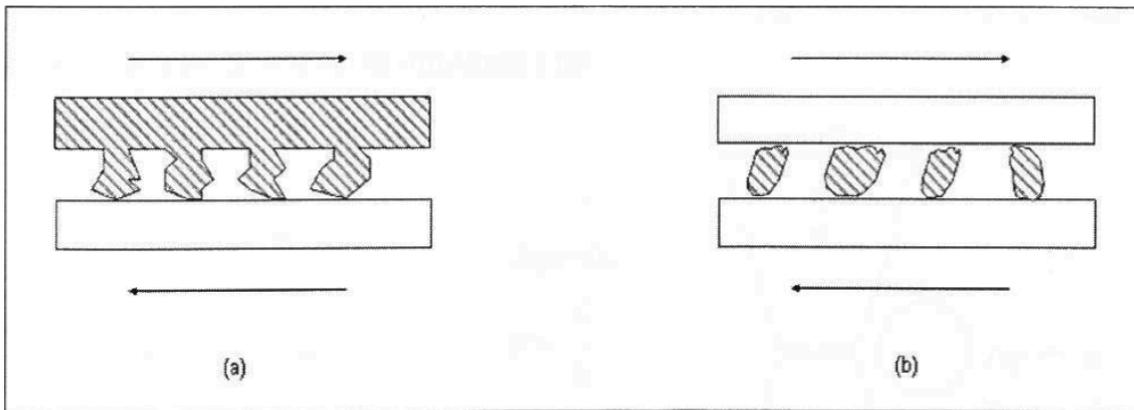


Figura 15 Tipos de abrasión. (a) Abrasión de dos cuerpos y (b) abrasión de tres cuerpos (Treviño Acevedo, 2004).

El desgaste por **abrasión de dos cuerpos** ocurre cuando las protuberancias duras de una superficie son deslizadas contra otra. Un ejemplo de esto es el pulido de muestras utilizando lijas. El desgaste de **abrasión por tres cuerpos** se presenta en sistemas donde las partículas tienen la libertad de deslizarse o girar entre dos superficies en contacto, un ejemplo de ese tipo de abrasión es el caso de aceites lubricantes contaminados en un sistema de deslizamiento.

#### **Desgaste erosivo.**

El desgaste efectuado por el mecanismo de erosión genera la pérdida de material en la superficie, debido a que ésta se encuentra expuesta a repetidos impactos de partículas sólidas o líquidos.

La erosión por lodo se define como la pérdida de material que experimenta una superficie debido al flujo de una mezcla de partículas sólidas en un líquido a altas velocidades.

La erosión por impacto de partículas sólidas es la pérdida de material resultante de repetidos impactos de pequeñas partículas sólidas. En este tipo de erosión influyen aspectos como la forma, tamaño, velocidad y dureza de la partícula erosiva, así como la dureza de la superficie, la distancia que recorre la partícula antes del impacto y el ángulo de impacto (Treviño Acevedo, 2004).

#### **Desgaste por fatiga.**

El desgaste por fatiga es el resultado de esfuerzos cíclicos entre las asperezas de dos superficies en contacto. El coeficiente de fricción es factor determinante, ya que si las superficies están lubricadas, la adhesión es mínima, pero en sistemas con altos coeficientes de fricción existen zonas de intensa deformación muy cercanas a la superficie, creando grietas superficiales y sub- superficiales, las cuales coalescerán.

#### **Desgaste por Oxidación.**

El desgaste por oxidación se presenta en superficies metálicas bajo deslizamiento con poca o nula lubricación, en presencia de aire u oxígeno. El calor generado por la fricción en contacto deslizante, en presencia de oxígeno provoca la oxidación

acelerada (Figura 16). El desgaste por oxidación también puede presentarse bajo sistemas de deslizamientos lubricados, en donde el espesor de la película lubricante se encuentra por debajo de los valores de la rugosidad de las superficies en contacto (Treviño Acevedo, 2004).

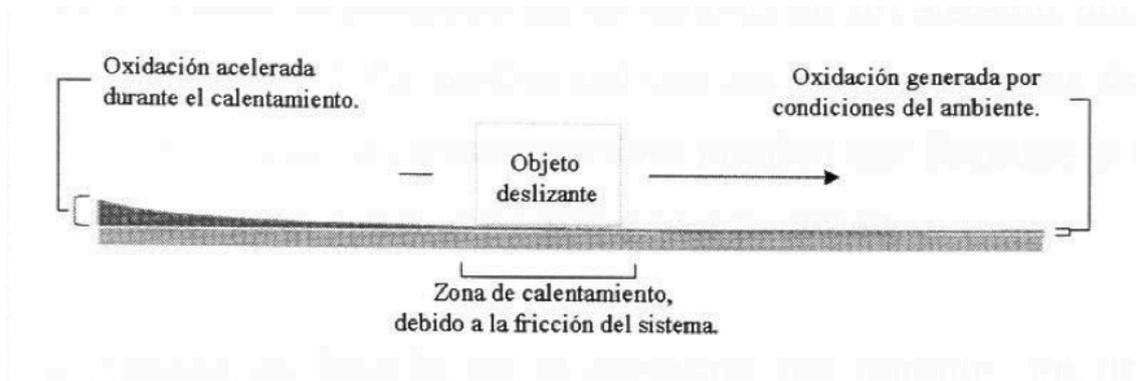


Figura 16 Desgaste por oxidación. Crecimiento de óxido debido al calor generado por fricción en un contacto deslizante. (Treviño Acevedo, 2004)

### 2.2.1 Mecanismos macrométricos de desgaste en recubrimientos

Los mecanismos macrométricos de desgaste pueden observarse en la Figura 6 y comúnmente se presentan mezclados. Los distintos mecanismos que se presenten dependen de las condiciones de contacto entre las superficies.

- **Deformación plástica:** se da si un deslizador se mueve en un recubrimiento suave y grueso, el cual es lo suficientemente rígido para soportar la carga; el resultado será un surco en el recubrimiento. La situación es similar a la que se tiene en el contacto con un deslizador duro arando en un material suave en bulto.
- **Desgaste adhesivo y fatiga:** El desgaste adhesivo está presente, en cierta medida, en muchas de las situaciones de contacto: aún si otros mecanismos de desgaste han sido eliminados por un buen diseño tribológico, existirá el desgaste adhesivo; éste es típico de una esfera dura deslizándose en un recubrimiento duro grueso o en un sustrato duro recubierto con una película delgada suave.
- **Rayado de asperezas:** Las asperezas en la superficie de un deslizador rugoso que se mueve sobre un sustrato duro con una recubierta suave penetran el recubrimiento y se deslizan direccionalmente en el sustrato. Si las asperezas son más duras que el sustrato, también penetraran en el sustrato produciendo surcos por arado tanto en el recubrimiento como en el sustrato. Cuando un deslizador relativamente suave se mueve sobre un sustrato áspero con una recubierta delgada y suave, el primer paso en el proceso de desgaste es una combinación de deformación plástica y desgaste adhesivo, el cual disminuye en espesor del recubrimiento hasta que hay contacto entre la esfera y las asperezas del sustrato a través del recubrimiento, después de eso, el desgaste se incrementa considerablemente debido al desgaste adhesivo y rayado entre las asperezas del sustrato y la superficie del deslizador.

- **Rayado de partículas:** Se da cuando se introducen partículas duras de magnitud semejante al espesor del sustrato y rugosidad de la superficie, en el contacto de una esfera rugosa que se desliza sobre un sustrato con recubierta suave y delgada. Las partículas son atrapadas en la rugosidad de la superficie y causan micro arado y rayado tanto en el recubrimiento suave como en el sustrato duro.
- **Fractura del recubrimiento:** El aumento en los esfuerzos en el recubrimiento o en la interfaz entre el recubrimiento y el sustrato conforme se deforma el recubrimiento a lo largo de la superficie del sustrato puede ser mayor que la fuerza cortante o de tensión del material, resultando en la nucleación de una grieta y su propagación.
- **Fractura de asperezas:** En el contacto entre un deslizador duro y un recubrimiento duro, ambos con altas rugosidades superficiales y ángulos de contacto grandes, existe una fuerte tendencia al enclavamiento de asperezas con alta fricción en el inicio del deslizamiento. Se dará un desgaste considerable al inicio y la ruptura de los picos de las asperezas suavizando la superficie. Se considera que las partículas duras y afiladas que están sueltas afectan el desgaste durante el deslizamiento continuo.
- **Delaminación:** Es la situación más común cuando existe un deslizador áspero y duro contra un recubrimiento duro y áspero con bajos ángulos de las asperezas. El deslizamiento se da en la punta de las asperezas de contacto, hay deformación plástica principalmente, aunque el esfuerzo total en el contacto puede ser menor que límite elástico del material, debido a que la tensión local en las pequeñas áreas de asperezas es mucho más alto. Las altas tensiones en las asperezas generaran dislocaciones, apilamientos de dislocaciones y nucleación de grietas a unos pocos micrómetros por debajo de la superficie (Suh, 1973) (Suh, Tribophysics, 1986).
- **Corrosión:** Según el glosario del manual de corrosión de la American Society of Metals (ASM): se le llama corrosión a la reacción química o electroquímica entre un material, generalmente un metal, con su ambiente, que produce un deterioro del material y sus propiedades. El deterioro por causas físicas no es llamado corrosión sino erosión, abrasión o desgaste. En algunos casos el ataque químico es acompañado de deterioro físico, entonces es llamado corrosión-erosión, desgaste corrosivo o corrosión por fricción (Flores Martínez, 2004). Además, la fricción produce aumento de la temperatura local que puede promover las reacciones químicas.

### *2.2.1.1 Desgaste abrasivo*

El desgaste que se da en el **Ball Cratering** es de micro abrasión. En el desgaste por abrasión se tiene un deslizador duro y rugoso en contacto con un recubrimiento duro, con partículas duras de tamaños mayores que la magnitud de la rugosidad de la superficie presente en el contacto. Las partículas atrapadas producen rayado en ambas

superficies, y conforme soportan parte de la carga causan picos de presión concentrados en ambas superficie mientras tratan de penetrar (régimen de desgaste de **dos cuerpos**). Los picos de alta presión pueden originar nucleación de fracturas en el recubrimiento y a veces, la fricción disminuye debido al rodamiento de las partículas (régimen de desgaste de **tres cuerpos**). Se ha reportado que el modo de desgaste dominante en pruebas de micro abrasión dependen de la carga normal aplicada (Trenzona R. I., 1999), la concentración del abrasivo (Trenzona R. I., 1999), el material abrasivo (Trenzona R. I., 1999), los materiales de la bola y la muestra (Trenzona R. I., 1999) y las condiciones superficiales de la bola (Allsopp, 1998).

El proceso de deslizamiento frecuentemente tiene influencia en las propiedades del material del contra cuerpo: debido al endurecimiento por trabajo, transición de fase o formación de tercer cuerpo, la microdureza de la superficie del acero desgastado puede ser hasta de tres veces mayor que la dureza inicial del material en bulto.

### *2.3 Mecanismos tribológicos micrométricos*

El origen de los fenómenos de desgaste y fricción que se observa a nivel macrométrico viene de los mecanismos que tienen lugar a nivel micrométrico. La integración de todos los mecanismos micrométricos resulta en los mecanismos macrométricos mencionados previamente.

Los mecanismos micrométricos tribológicos consideran las tensiones y esfuerzos a nivel de asperezas, la generación y propagación de grietas, liberación de material y formación de partículas sueltas. Éstos fenómenos se da a un nivel de alrededor de un micrómetro o hasta un nanómetro.

La cizalladura y fractura son los dos mecanismos básicos para la primera nucleación de las grietas y para su propagación hasta que hay una liberación de materia y la formación de una marca y partícula de desgaste

### *2.4 Mecanismos de transferencia de material*

Los mecanismos tribológicos micro y macrométricos explican el fenómeno de la resistencia al movimiento, es decir, la fricción y la liberación de material superficial, es decir, la generación de productos de desgaste.

Las partículas sueltas en el contacto pueden influir en la fricción, como se mencionó previamente, pero también puede atacar el contracuerpo y forma una capa de transferencia. Puede formarse una capa por el flujo de material sin partículas sueltas cuando una aspereza se pega fuertemente al contra cuerpo y la parte superior es removida por el contra cuerpo arrancándola. Las capas de transferencia generalmente cambian las propiedades tribológicas del contra cuerpo (Figura 17); de hecho se puede decir que un nuevo contra cuerpo se forma, resultando en una nueva pareja de materiales.

La transferencia de material toma lugar frecuentemente en contactos deslizantes con películas de metales suaves.

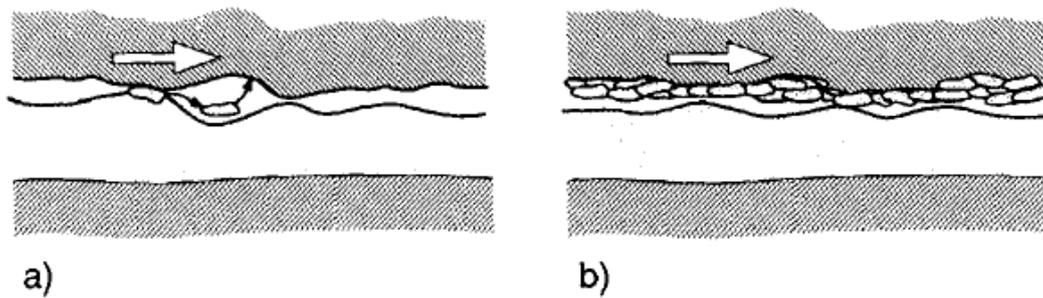


Figura 17 El escombros de desgaste se adhiere al contra cuerpo y produce una nueva superficie deslizante con nuevas propiedades tribológicas. (Holmberg & Matthews, 1998)

### 2.5 Pruebas tribológicas

Los **tribómetros** son dispositivos que miden la fricción y el desgaste bajo condiciones controladas y son la tecnología básica utilizada en las investigaciones tribológicas. Existe una gran variedad de tribómetros disponibles, y si se selecciona cuidadosamente el que se va a utilizar, las características críticas de desgaste o fricción pueden simularse sin las dificultades que conllevan los experimentos en un equipo real. Por el contrario, si se selecciona equivocadamente un tribómetro, se pueden obtener resultados falsos. Debido a lo anterior, es esencial un amplio conocimiento de las características de los tribómetros para cualquier prueba tribológica que se requiera.

El propósito de un tribómetro es proveer la simulación de fricción y desgaste bajo **condiciones controladas**. La fricción y desgaste son muy sensibles a factores como variaciones en la temperatura, carga o humedad, por lo cual es esencial proveer un aparato en el cual estos factores son controlados y monitoreados. Otra razón por la cual se utilizan los tribómetros es que éstos pueden ser diseñados para permitir mediciones precisas de fricción, desgaste y parámetros relacionados en una manera en la que no es posible hacerlo en equipos industriales.

De acuerdo con la sociedad de Tribologistas e Ingenieros de lubricación, existen 243 diseños reconocidos de tribómetros (Stachowiak G. W., 2004). A pesar de la cantidad de diseños disponibles, el rango real de opciones para experimentos útiles es limitada pues cada uno de ellos está enfocado a una aplicación determinada.

Todos los tribómetros contienen un contacto desgastante que forma el núcleo del aparato; también puede contener varios equipos para proveer el movimiento, imponer una carga y proveer un lubricante o alguna atmósfera específica. Algunos tribómetros están equipados con instrumentación para medir el coeficiente de fricción, cocientes de desgaste y temperatura.

Los tribómetros son diseñados usualmente para cubrir un **rango específico de mecanismos de desgaste** y usualmente son ineficientes para condiciones experimentales fuera del rango de condiciones de operación.

Los tribómetros diseñados para contactos deslizantes secos o parcialmente lubricados, son posiblemente los más desarrollados y más extensamente utilizados ya que pueden

incluso evaluar lubricantes. Las configuraciones más comunes se esquematizan en la Figura 18.

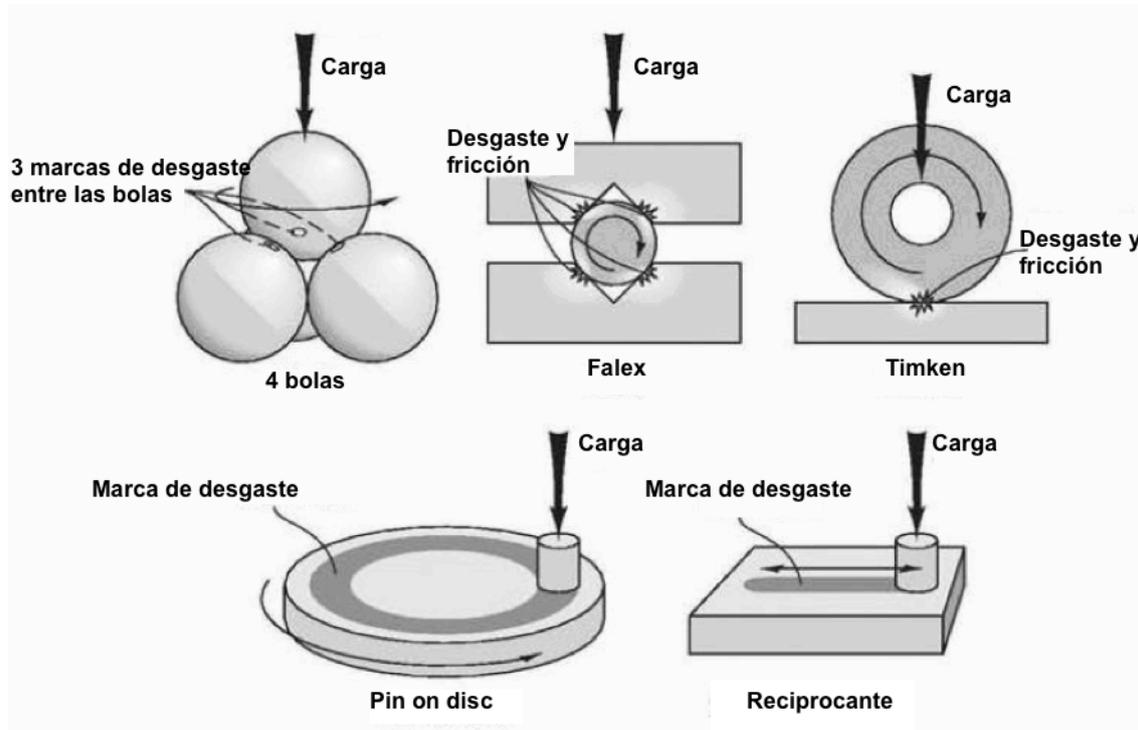


Figura 18 Ejemplos de configuraciones básicas utilizadas en simulaciones de contactos deslizantes secos o parcialmente lubricados. (Stachowiak G. W., 2004)

Existen también tribómetros para desgaste **abrasivo**, erosivo y por cavitación, ésta clase de tribómetros es radicalmente diferente en diseño a los que están destinados para contactos deslizantes secos o parcialmente lubricados, aunque hay excepciones. Por ejemplo el pin on disk o pin on slab puede ser utilizado para estudiar el desgaste abrasivo de 2 cuerpos añadiendo papel abrasivo en el disco o la plancha o preparando un disco especial cubierto con partículas abrasivas. En este caso el pin se convierte en el único espécimen desgastante pero para el estudio de abrasión de 3 cuerpos y desgaste erosivo es necesario manejar partículas abrasivas en una pasta o sobre el espécimen de prueba. Para controlar el goteo de abrasivo, los equipos comerciales cuentan con una bomba peristáltica que controla el goteo.

### 2.5.1 Ball Cratering y caracterización en el equipo.

En la prueba de ball cratering se gotea un compuesto acuoso en el contacto entre la bola y la muestra. La prueba puede hacerse controlando la duración para que haya o no perforación del recubrimiento. Cuando esto ocurre, analizar las medidas del diámetro del cráter en el recubrimiento y en el sustrato, en un conjunto de pruebas con distintas duraciones, puede dar como resultado tasas de desgaste para el recubrimiento y el sustrato.

Cuando la prueba se lleva a cabo en materiales monolíticos o que **no existe perforación** del recubrimiento el Volumen del cráter esta dado por

$$V = \frac{\pi b^4}{64R} \quad 3$$

con b el radio del cráter y R el radio de la bola ( $b \ll R$ ). En ésta relación se asume que la forma del cráter es correspondiente con la forma de la bola (se ha demostrado que esto es cierto para muchos casos).

La ley de Archard de desgaste dice que el volumen de desgaste es  $V=K_cSN$  donde  $K_c$  es una constante (la tasa de desgaste), S es la distancia deslizada y N es la carga aplicada. Esto es casi siempre cierto; pero en algunos casos se ha encontrado una fuerte dependencia de la tasa de desgaste con el número de revoluciones y por tanto, de la distancia deslizada. A pesar de lo anterior y por la ley de Archard, se sigue que la constante  $K_c$  esta descrita por:

$$K_C = \frac{\pi b^4}{64R} \frac{1}{SN} \quad 4$$

Y llevando a cabo varios experimentos sin perforar el recubrimiento, las tasas de desgaste pueden ser medidas para distintos tipos de recubrimientos.

Conforme la duración de la prueba aumenta, el tamaño de cráter también aumenta y puede suceder que algunos recubrimientos hayan sido perforados (dependiendo de su espesor).

La ecuación 4 se utiliza para calcular las tasas de desgaste ( $\text{mm}^2/\text{N}$ ).

Cuando se lleva a cabo la **perforación del recubrimiento**, se puede utilizar el procedimiento que desarrollaron Rutherford y Hutchings (Rutherford K. L., 1996) (Rutherford K. L., 1997). Se llevan a cabo varias pruebas con distintas duraciones, se miden los diámetros interno y el externo (Figura 19 ). Se puede observar que, de hecho, hay un aumento constante en el tamaño de ambos diámetros. Debe notarse que la perforación del recubrimiento se lleva a cabo en etapas tempranas (Gee M. G., 2003) .

El análisis asume que el progreso del desgaste en la prueba sigue la ley de Archard, pero ésta debe ser modificada para tomar en cuenta la perforación del recubrimiento después de un intervalo de tiempo pequeño, para esto se utiliza una extensión de la ley de Archard para el sistema sustrato-recubrimiento:

$$SN = \frac{1}{K_C} V_C + \frac{1}{K_S} V_S \quad 5$$

en donde  $K_c$  y  $K_s$  son los coeficientes de desgaste para el recubrimiento y el sustrato respectivamente,  $V_c$  y  $V_s$  son los volúmenes desgastados medidos y SN es el producto de la distancia deslizada por la carga aplicada.

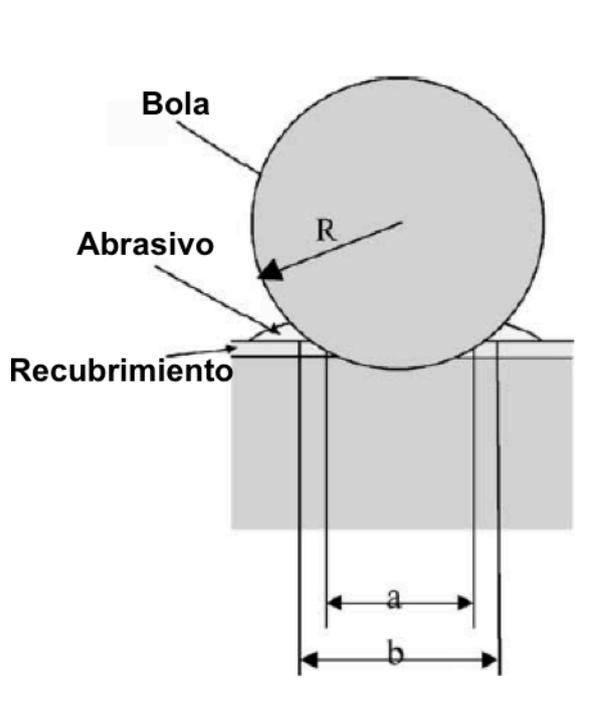


Figura 19 Principio en la prueba de Ball Cratering (Gee M. G., 2003)

El volumen desgastado del recubrimiento es:

$$V_C = \pi t \left( \frac{b^2}{4} - Rt \right) \quad 6$$

con  $h \ll R$  y  $b$  el diámetro externo del cráter,  $R$  el radio de la bola y  $h$  es la profundidad del cráter.

Existen distintos métodos de usar la ecuación (5). Se puede resolver utilizando una aproximación de mínimos cuadrados múltiple en donde los coeficientes  $K_C$  y  $K_S$  son consideradas como incógnitas. A pesar de lo anterior, la ecuación es inestable debido a la relación entre  $V_C$  y  $V_S$ .

Una mejor metodología es reescribir la ecuación (5) como una función lineal. Convencionalmente se utilizan dos formas, la primera es:

$$\frac{SN}{V_t} = \left( \frac{1}{K_C} - \frac{1}{K_S} \right) \frac{V_C}{V_t} + \frac{1}{K_S} \quad 7$$

donde  $V_t$  es el volumen total desgastado. La fórmula se estabiliza cuando  $\frac{V_C}{V_t} < 0.5$ .

El uso de la ecuación 6 puede facilitarse usando una estimación del volumen desgastado introduciendo el espesor  $t$  del recubrimiento (Rutherford K. L., 1996):

$$SN \left( \frac{64R}{\pi b^4} \right) = \left( \frac{1}{K_C} - \frac{1}{K_S} \right) \left( \frac{16Rt}{b^2} + \frac{64R^2 t^2}{b^4} \right) + \frac{1}{K_S} \quad 8$$

Reescribiendo de nuevo la ecuación (7) se tiene (Gee M. G., 2001):

$$\frac{SN}{V_t} = \left( \frac{1}{K_S} - \frac{1}{K_C} \right) \frac{V_S}{V_t} + \frac{1}{K_C} \quad 9$$

La forma más sencilla de aplicar la ecuación a pruebas reales (Rutherford K. L., 1996) es:

$$SN \left( \frac{64R}{\pi b^4} \right) = \left( \frac{1}{K_S} - \frac{1}{K_C} \right) \left( 1 - \frac{16Rt}{b^2} + \frac{64R^2 t^2}{b^4} \right) + \frac{1}{K_C} \quad 10$$

Cabe mencionar, que el Ball Cratering, aparte de ser utilizado para medir el desgaste, también es ampliamente utilizado para medir el espesor de recubrimientos, sobre todo en el área industrial (también es conocido como Calotest<sup>MR</sup>).

La ecuación que se utiliza para determinar el espesor del recubrimiento está determinada por la geometría de la prueba (Figura 20), donde D es el diámetro mayor del cráter, d el diámetro menor y Rb el radio de la bola. La ecuación es:

$$Espesor = \sqrt{R_b^2 - \left( \frac{d}{2} \right)^2} - \sqrt{R_b^2 - \left( \frac{D}{2} \right)^2} \quad 11$$

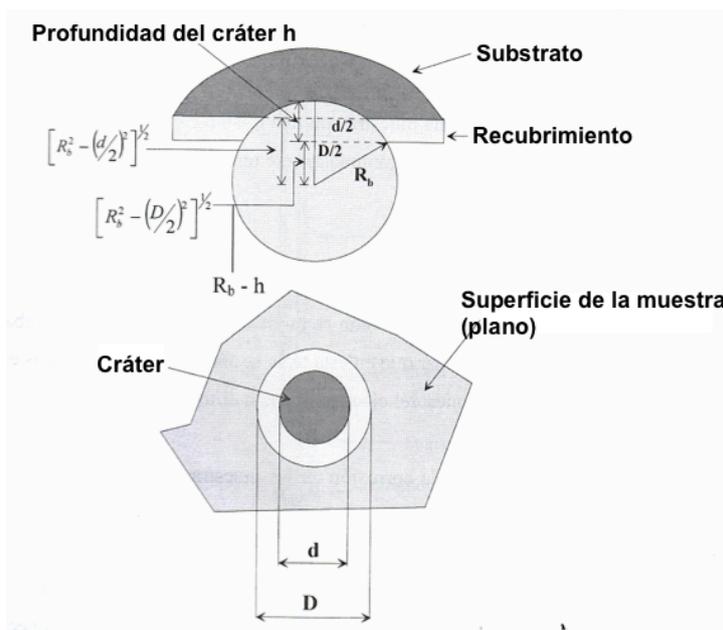


Figura 20 Geometría del Ball Cratering (Flores Martínez, Multicapas de TiN-Ti depositadas por espurreo asistido con campos magnéticos variables, 2004)

Y re acomodando términos y simplificando, la ecuación 11 queda como:

$$Espesor = \frac{(D^2 - d^2)}{8R_b} \quad 11a$$

**Parámetros que afectan los resultados** (Gee M. G., 2002).

Existe un gran número de parámetros que afectan las pruebas de Ball Cratering, las cuales incluyen:

- El material abrasivo
- Tamaño del abrasivo
- Forma del abrasivo
- Carga abrasiva
- Tipo del fluido de suspensión
- La carga

- La velocidad
- El material de la bola
- Las condiciones superficiales de la bola.

Una de las razones por las que el **abrasivo** influye en los resultados de la prueba es porque entre más duro sea (de entre la relación del abrasivo, el material de la bola y la muestra), se tendrá una tasa de desgaste mayor.

El **tamaño del abrasivo** también es importante pues se ha mostrado que hay un límite superior de tamaño que puede ser arrastrado a la interfaz entre la película y la muestra (Allsop, 1999), y es evidente que **si no hay abrasivo en la interfaz, el mecanismo de desgaste cambiará radicalmente**. Se ha visto que, para las dimensiones de las bolas utilizadas comúnmente en Ball Cratering (25-30 mm de diámetro), el límite superior de tamaño de partícula de abrasivo es de entre 10 y 20  $\mu\text{m}$ , por lo que es apropiado utilizar abrasivos finos. Por otro lado, los cráteres hechos con abrasivos gruesos, son más difíciles de medir debido a que la orilla se desvanece por el efecto de los surcos hechos por el abrasivo.

Además, los abrasivos con formas más angulares darán una carga más alta cuando son presionados contra la muestra provocando un mayor daño de desgaste.

El efecto de la **carga** y de la **concentración de abrasivo** en la solución están ligados: **cuando la carga se incrementa, hay una transición de un mecanismo de desgaste de deslizamiento de tres cuerpos a un mecanismo de arado de dos cuerpos**. Inversamente, **conforme la fracción de volumen del abrasivo se incrementa, hay una transición de arado de dos cuerpos a rodamiento de tres cuerpos**.

Cuando **se incrementa la carga** hay un desgaste pequeño o inexistente que ocurre en el centro de la marca debido al bloqueo del ingreso del abrasivo en el centro del contacto resultante de las presiones de contacto Hertzianas en el centro del contacto. Lo anterior evita que el abrasivo entre en la región de contacto y reduzca o elimine el desgaste en el centro de la huella.

Por otro lado, si **el fluido de la suspensión** fomenta la **corrosión** o una reacción química con la muestra, habrá un efecto sinérgico o la tasa de desgaste cambiará. Además se ha sospechado (a pesar de que no hay pruebas claras), que la **suspensión** puede **lubricar** el contacto entre la bola, la partícula abrasiva y la muestra.

Además, la tasa de desgaste (a distancia deslizada constante) es independiente en gran medida de la **velocidad de deslizamiento**, pero de alguna manera se incrementa a velocidades muy bajas (Gachon, Mayo 2001)

Se ha demostrado que la rugosidad de la bola tiene un efecto mayor en la manera que ocurre el desgaste. Conforme las bolas son usadas en las pruebas, éstas se vuelven rugosas debido a la abrasión y a que están expuestas a un posible daño corrosivo.

**Factores que afectan la medición** (Gee M. G., 2002).

- La dificultad de determinar los bordes de los cráteres

- El método para medir el tamaño de las marcas
- El hecho de que frecuentemente no se obtienen cráteres perfectos en las pruebas.
- La teoría para el análisis de resultados puede no ser apropiada para todos los materiales y condiciones de la prueba.

**Métodos para medir** (Gee M. G., 2002).

Los diferentes métodos que pueden utilizarse para medir el tamaño de los cráteres son:

- Microscopía óptica, a través del análisis de imagen.
- Perfilometría a través de microscopia de interferencia, técnicas ópticas con laser, o dispositivos con sonda mecánica.

### 2.5.1.1 Sensor de Profundidad

El presente trabajo se centra en modificar el sistema de Ball Cratering para obtener mayor información del proceso de micro abrasión; para esto se agregaron dos sensores: uno de capacitancia (capaNDCT de la Empresa Micro Epsilon)) para medir profundidad y una celda de carga para medir fuerza de fricción.

El principio de la medición de distancia capacitiva con el sensor capaNCDT está basado en el principio de un capacitor de placas paralelas. Los dos electrodos en forma de placas están formados por el sensor y el blanco opuesto (que debe ser conductivo).

Si una corriente AC constante fluye a través del sensor capacitivo, la amplitud del voltaje AC en el sensor es proporcional a la distancia entre los electrodos del capacitor (en el Ball Cratering los electrodos son el sensor y las pesas metálicas que se colocan como carga normal en cada prueba). El voltaje AC es demodulado, amplificado y da como respuesta de salida una señal analógica.

El sistema capaNDCT evalúa la reactancia  $X_c$  en la placa del capacitor, la cual varía estrictamente proporcional a la distancia.

$$X_c = \frac{1}{j \cdot \omega \cdot C} \quad 12$$

donde C es la capacitancia:

$$C = \epsilon_r \cdot \epsilon_0 \cdot \frac{A}{d} \quad 13$$

con  $\epsilon_0$  la permitividad del vacío,  $\epsilon_r$  la permitividad relativa, A el área, d la distancia,  $\omega$  la frecuencia angular, y j la unidad imaginaria.

Debido a que j  $\omega$   $\epsilon_0$   $\epsilon_r$  y A no cambian durante las mediciones, se define una constante K:

$$K = \frac{1}{j \omega \epsilon_0 \epsilon_r A} \quad 14$$

Y de lo anterior,  $X_c$  sólo depende de la distancia pues se reescribe como:

$$X_c = Kd$$

15

En la práctica, ésta relación teórica se obtiene casi perfectamente debido al diseño de los sensores capacitores en forma de anillos (Epsilon).

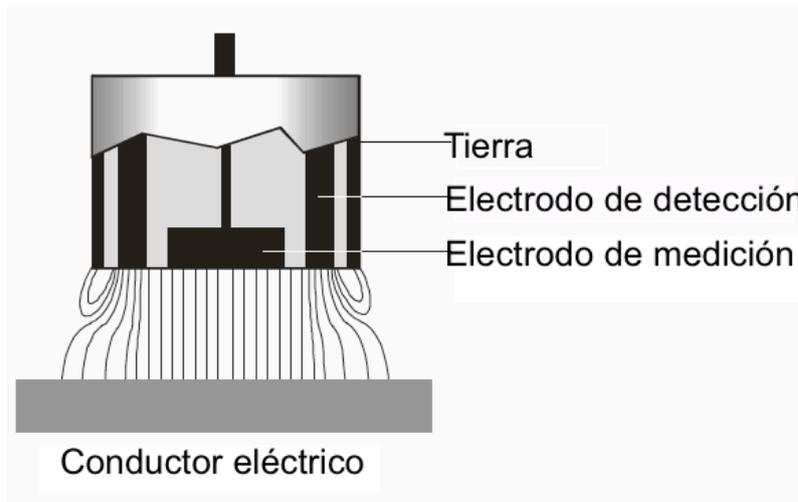


Figura 21 Principio de Funcionamiento del sensor capacitivo capaNCDT (Micro-Epsilon, 2008)

Para conocer la distancia desplazada en el sistema de Ball Cratering, se hace una calibración, es decir, se plantea una función para las características específicas del sistema que relaciona la reactancia (en forma de una variación de voltaje) y la distancia entre el sensor y la muestra (Ver sección 3.1.2.3).

#### 2.5.1.2 Sensor de fuerza de fricción

Como se mencionó anteriormente, dos de los parámetros que se busca conocer cuando se hacen pruebas tribológicas, son fuerza y coeficiente de fricción. Como se describe en la ecuación (1) el coeficiente de fricción está determinado por el cociente entre la fuerza de fricción y la fuerza normal de la carga. En el caso del Ball Cratering, la carga normal es uno de los parámetros que pueden controlarse, por lo que para determinar el coeficiente de fricción, se debe de conocer la Fuerza de Fricción. Para medir dicha fuerza, se instaló una celda de carga en el equipo, éste es un dispositivo utilizado para medir compresiones, esfuerzos de tensión, y peso, el cual transforma la fuerza mecánica en una señal eléctrica (transductor de fuerza). El dispositivo está hecho de una pieza de metal templada que funciona como un resorte. Al menos cuatro medidores de tensión están unidos en el interior de la superficie para formar una configuración semejante a un puente de Wheatstone (Figura 22). El medidor de tensión imita la configuración del puente de Wheatstone para convertir cierta cantidad de tensión o fuerza en una señal eléctrica. Cada medidor tiene el mismo valor de resistencia. Los cuatro medidores permanecen iguales cuando ninguna fuerza se aplica

a la celda de carga pero cuando se aplica una tensión, dos de los medidores serán estirados ligeramente e incrementaran su resistencia. Los otros dos medidores serán comprimidos y disminuirán su resistencia. Al aplicar tensiones, el puente se desbalancea, y este desbalance de resistencias es proporcional a la cantidad de tensión aplicada (Technologies, 2013).

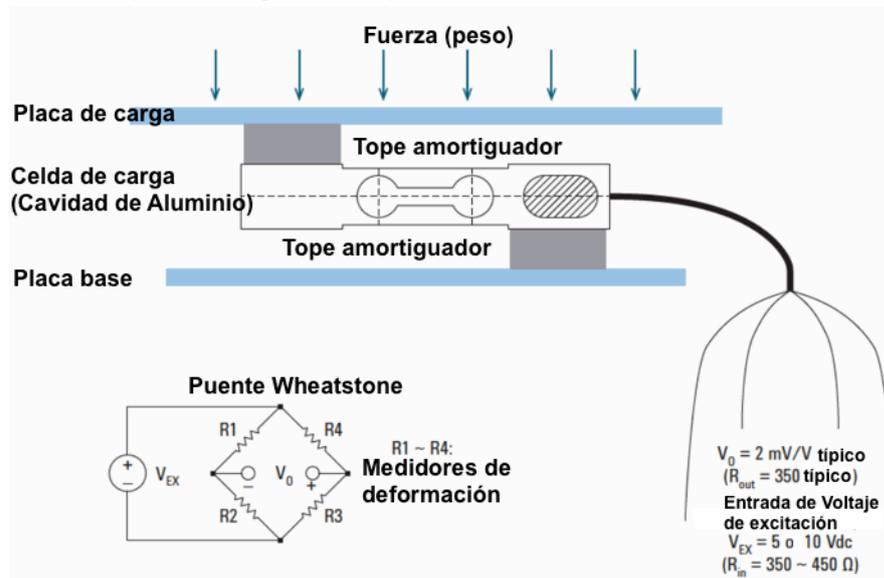


Figura 22 Estructura de una celda de carga (Technologies, 2013)

Para calibrar la celda de carga, ésta se somete a una serie de fuerzas conocidas y se registra el voltaje de salida para cada caso.

### 2.5.1.3 Fotodiodo

Otra de las modificaciones hechas al sistema fue la de la instalación de un nuevo motor que permitiera mayor variedad de cargas y distintas velocidades.

Para conocer la velocidad de giro de la bola cuando se aplica cierto voltaje, se utilizó un láser apuntado hacia un punto fijo del sistema donde se fijó un fotodiodo, (Sección 3.1.1.3), además se colocó un obturador para que el fotodiodo registrara la frecuencia con la que se completaba un giro completo de la bola.

Los fotodetectores o fotodiodos se basan en el efecto fotoeléctrico, en el cual la absorción de fotones de algunos materiales resulta en una transición electrónica a un nivel energético mayor y en la generación de portadores de carga móviles. Bajo el efecto del campo eléctrico, estos portadores se mueven para producir una corriente eléctrica medible (Saleh, 1991) (Figura 23).

## 2.6 Caracterización de Muestras

Debido a que las características de los materiales utilizados son importantes en la elaboración del presente trabajo, se hizo un estudio cuidadoso de las muestras para poder cumplir los objetivos del mismo. Se utilizó microscopía óptica, Perfilometría de contacto y Microdurómetro.

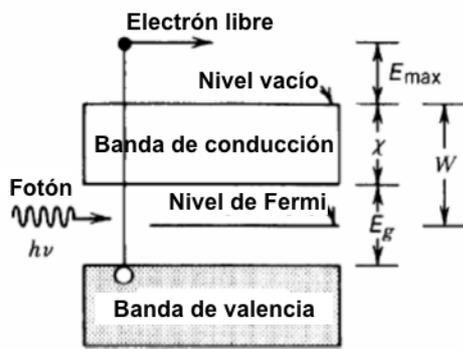


Figura 23 Emisión fotoeléctrica de un semiconductor (Saleh, 1991)

### 2.6.1 Microscopio óptico

El microscopio óptico utiliza luz visible y un sistema de lentes para magnificar imágenes de muestras pequeñas.

Los microscopios modernos proveen una imagen magnificada bidimensional (Figura 24) que puede ser enfocada axialmente en planos focales sucesivos, lo que permite una examinación minuciosa de un espécimen con detalle estructural fino en dos y tres dimensiones. Los componentes ópticos estaban montados en una base estable que permite el cambio rápido, centrado preciso y alineación cuidadosa entre los componentes que son ópticamente interdependientes (Nikon Microscopy U).

Los objetivos de los microscopios tienen magnificaciones desde los 5x hasta los 100x.

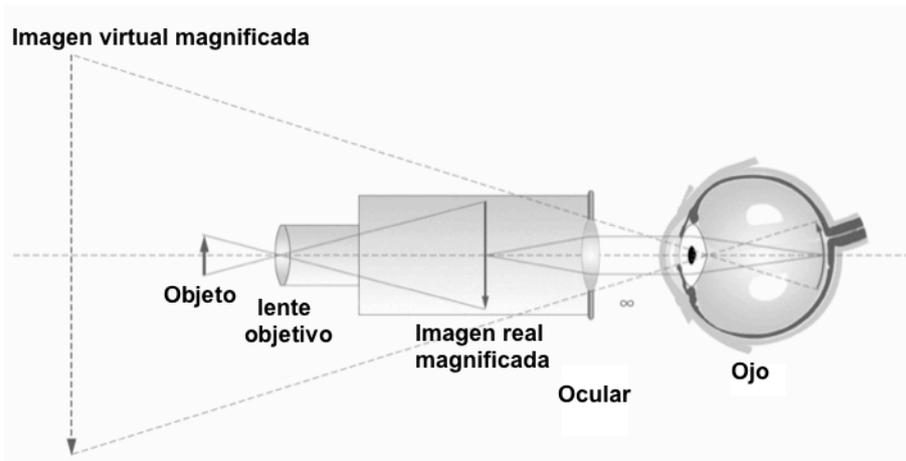


Figura 24 Esquema de un microscopio compuesto (Science lab).

### 2.6.2 Perfilometría

En la técnica de perfilometría de contacto, una punta de diamante se pone en contacto sobre una muestra y ésta se hace mover una distancia determinada de manera lateral a través de la misma con una fuerza determinada (Figura 25). El perfilómetro puede medir pequeñas variaciones superficiales normales a la superficie en función de la posición. Usualmente los perfilómetros pueden detectar cambios verticales que van desde 1 nanómetro hasta 1 milímetro. La altura de la punta de diamante genera una señal analógica que es convertida a señal digital y almacenada para después mostrarla

en un dispositivo de salida. El radio de la punta de diamante usualmente es de entre 20 nanómetros y 50 micrómetros. La resolución horizontal es controlada por la velocidad de barrido y la tasa de muestreo de señal. La fuerza aplicada en la punta usualmente va de 1 a 50 miligramos.

Debido a que el equipo mide la variación en la altura mientras se desplaza por una superficie determinada, éste se utiliza para medir espesores mediante la variación de la altura de un escalón que se hace sobre una muestra recubierta, así como para medir la rugosidad de superficies. (Instituto de Cerámica y Vidrio).

Por otro lado, si se miden varios perfiles, uno a lado del otro (mapeo), se puede obtener un perfil tridimensional de una zona determinada de la muestra. La perfilometría de mapeo sirve para analizar detalles de huellas de desgaste, superficies, rugosidad, etc.



Figura 25 Perfilómetro de contacto Veeco Dektak 150

### 2.6.3 Microdurómetro

En las pruebas de macrodureza (material en bulto), el material que se quiere estudiar se penetra con una punta de distintas formas y que puede ser de acero de alta dureza o de diamante; y se aplican distintas cargas dependiendo de la técnica que se utilice (Flores Martínez, 1997).

En el caso de películas delgadas, se utilizan las técnicas de microdureza Vickers (HV) o Knoop (HK), en ambas se utiliza como indentador una punta pequeña de diamante en forma de pirámide y cargas de 1 a 120 kgf.

En éste trabajo se usó la técnica Vickers, la cual utiliza un indentador con forma de pirámide de base cuadrada con un ángulo de  $136^\circ$  entre sus caras ( $148.1^\circ$  entre sus aristas), como se muestra en la Figura 26.

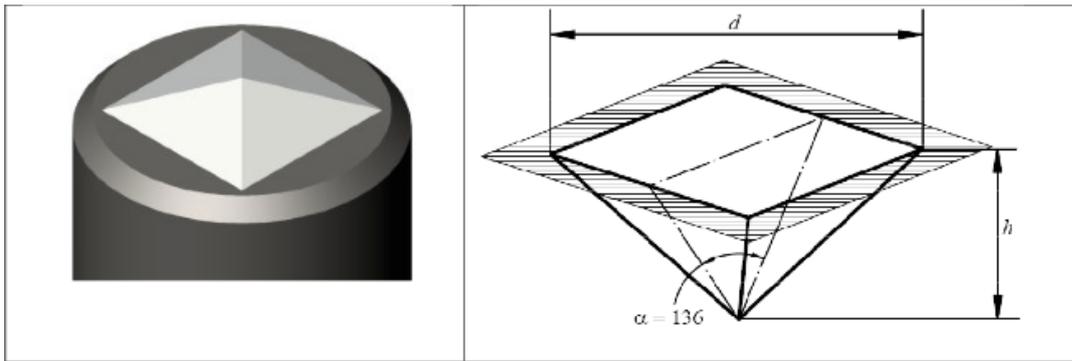


Figura 26 Geometría del indentador en la prueba Vickers. (Vickers)

En las mediciones de microdureza se utiliza un microscopio óptico para medir las diagonales de las huellas dejadas en la superficie por el indentador (Figura 27) y entonces la dureza puede calcularse de la siguiente manera:

$$HV = 1.8544W/d^2 \quad 13$$

Donde  $d$  es el valor promedio de las diagonales (en mm),  $W$  es la carga aplicada (kg) y  $HV$  el número de dureza Vickers (en  $\text{kg}/\text{mm}^2$ ).

En las mediciones de dureza en substratos recubiertos, se debe cuidar que la penetración del indentador sea menor a 1/10 del espesor del recubrimiento, ya que si éste llega al substrato, se estaría obteniendo una dureza combinada (del substrato y del recubrimiento).

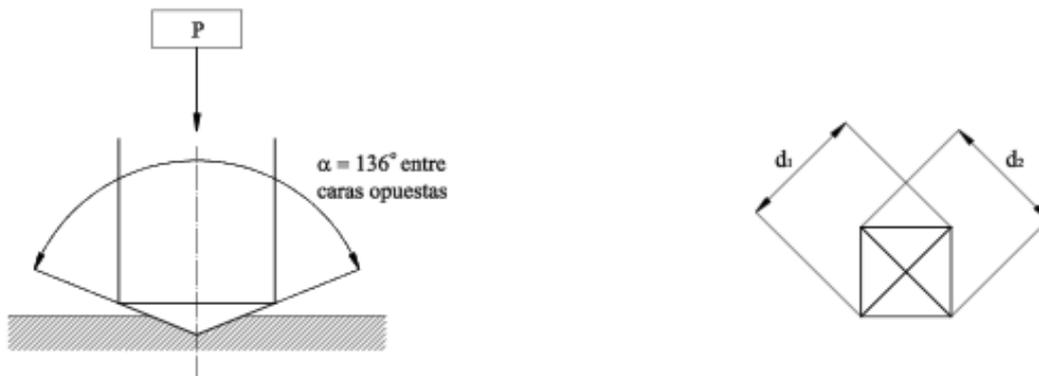


Figura 27 Geometría en la prueba Vickers. Tomado del estándar ASTM E-92

### 2.7 Muestras Analizadas

Ya que el objetivo del trabajo fue utilizar sensores de profundidad y fricción para observar el cambio en las condiciones de desgaste en el recubrimiento, en el substrato o combinado, se eligieron películas duras sobre substratos suaves, películas suaves sobre substratos duros y multicapas, para facilitar la distinción. Además se escogieron recubrimientos de entre 1 y 6  $\mu\text{m}$  de espesor para que el tiempo necesario en las pruebas fuera apropiado para observar el fenómeno.

Las muestras analizadas fueron elaboradas en el Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM (utilizando Magnetron Sputtering) y en Sadosa\* (por evaporación por arco catódico).

\*Sadosa es una PyME en la Ciudad de México con la que trabajamos en algunos proyectos de Investigación. <http://www.sadosa.com>

### 2.7.1 Materiales

Para las películas duras sobre sustratos suaves, se escogieron recubrimientos de TiN sobre acero inoxidable debido a su diferencia relativa de durezas (TiN: 23.54 GPa y AISI 304: 1.27 GPA, Sección 3.3.1). Además se eligieron recubrimientos de TiBCN y TiVN por su contenido de Nitrógeno, Boro y Carbono. Para éstos recubrimientos también se utilizó acero inoxidable (AISI 304) como sustrato.

Para los recubrimientos suaves sobre sustratos duros se usó un sustrato de acero D2 con un tratamiento térmico (para aumentar la dureza del mismo) recubierto con Titanio, que es conocido por su baja dureza (Ti: 0.98 GPa, acero D2: 7.74 GPa, Sección 3.3.1).

También se eligieron multicapas de TiN/Ti debido a la alternancia de propiedades entre los materiales; en éste caso se utilizó acero H13 para hacer el depósito. Éstas multicapas fueron hechas por Martín Flores (Flores Martínez, 2004).

### 2.7.2 Depósito

Para el depósito de los recubrimientos se utilizaron las técnicas de Magnetron Sputtering y de evaporación por arco catódico.

#### **Magnetron Sputtering.**

El sputtering es un proceso de descarga luminosa o plasma que emplea a los átomos o moléculas ionizadas del gas en el sistema para bombardear al material superficial de un blanco; dichas partículas ionizadas son aceleradas por efecto de un campo eléctrico y ocasionan que átomos del blanco salgan proyectados como fase gaseosa y posteriormente sean depositados sobre la pieza de trabajo o sustrato. El proceso descrito se debe enteramente a la transferencia de momento entre las partículas.

Al blanco se le aplica un intenso campo eléctrico negativo con la finalidad de atraer a los iones positivos, por lo que al blanco se le denomina como cátodo. Para el caso en que se desee que la película depositada tenga la misma composición que el blanco, el proceso se lleva a cabo en una atmósfera inerte.

Un evento típico de sputtering comienza cuando una partícula energética golpea a un átomo en la superficie de un blanco. Ésta partícula incidente cede energía al átomo del blanco por medio de dos mecanismos: por colisiones atómicas elásticas, en donde se conserva la energía cinética y la segunda, por pérdidas electrónicas inelásticas, lo cual conlleva a excitación electrónica, ionización y colisiones electrón-electrón.

Cuando el ion incidente se encuentra a pocos Angstroms de la superficie ocurre un proceso de intercambio electrónico en el que dicho ion captura electrones del sólido, por lo que es neutralizado (esto siempre que la energía de ionización de la partícula incidente sea mayor a la función de trabajo del sólido). Esto ocurre en un lapso de  $10^{-15}$  s. Al decrecer aún más la distancia, el átomo gaseoso (que ahora es neutro) y el átomo inmediato del sólido forman una especie cuasi-molecular en el que los orbitales atómicos comienzan a traslaparse formando una especie inestable. Al disminuir aún más la distancia, comienzan a dominar tanto la repulsión electrón-electrón, como el principio de exclusión de Pauli, resultando en la separación y en la colisión de re-ionización de la partícula incidente.

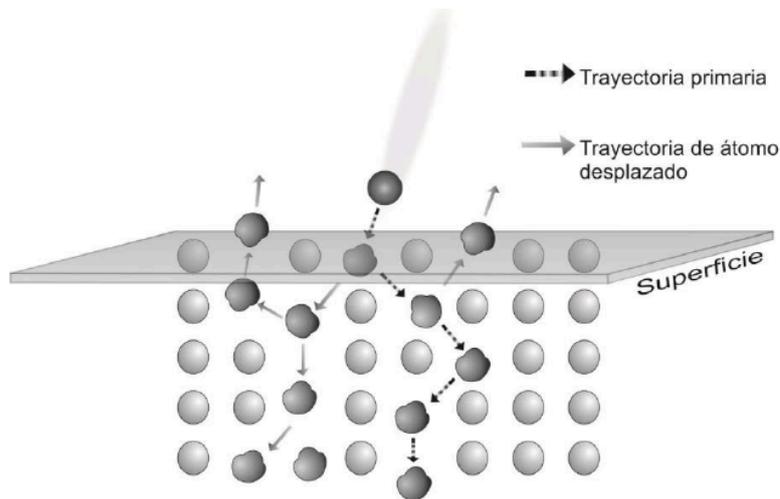


Figura 28 Esquema bi-dimensional de una típica colisión en cascada en el proceso de sputtering (Tenorio Luna, 2014)

Los átomos en la superficie del blanco que colisionan con las partículas incidentes son llamados átomos primarios de retroceso. Para que ambos pueda ser desplazados de su posición en la red cristalina se debe superar el umbral de energía de desplazamiento. Al ser sobrepasada dicha energía, los átomos primarios colisionan con otros átomos de la red, llamados átomos secundarios de retroceso, los cuales a su vez colisionan con los átomos terciarios de retroceso, generando una cascada de colisiones (Figura 28).

Un átomo del blanco es proyectado fuera de la red cristalina cuando es desplazado cerca de la superficie con una trayectoria que lo aleja del bulto y con una energía cinética suficiente para romper la interacción con otros átomos superficiales, de modo que escape del material convirtiéndose en un átomo proyectado en fase gaseosa (Tenorio Luna, 2014). El substrato es colocado frente al blanco de tal forma que reciba el flujo de átomos y permita su condensación para formar el recubrimiento (Figura 29).

#### Evaporación por arco catódico.

El depósito por plasma con arco catódico ocurre cuando la evaporación de un material ocurre principalmente por erosión por arco de una superficie catódica. En la Figura 30 se presenta el esquema de un sistema de depósito por arco catódico, así como de los eventos microscópicos en el cátodo. En este tipo de sistemas, el mecanismo de ignición del arco (usualmente es un golpeador mecánico) y los medios para confinar el punto de arco en la superficie catódica, son particularmente importantes. Los arcos se pueden confinar con blindajes en la frontera que extingan el arco (por campos magnéticos, y por fronteras pasivas, como por ejemplo anillos hechos de nitruro de boro que rodean al cátodo) cuando éste deja el cátodo.

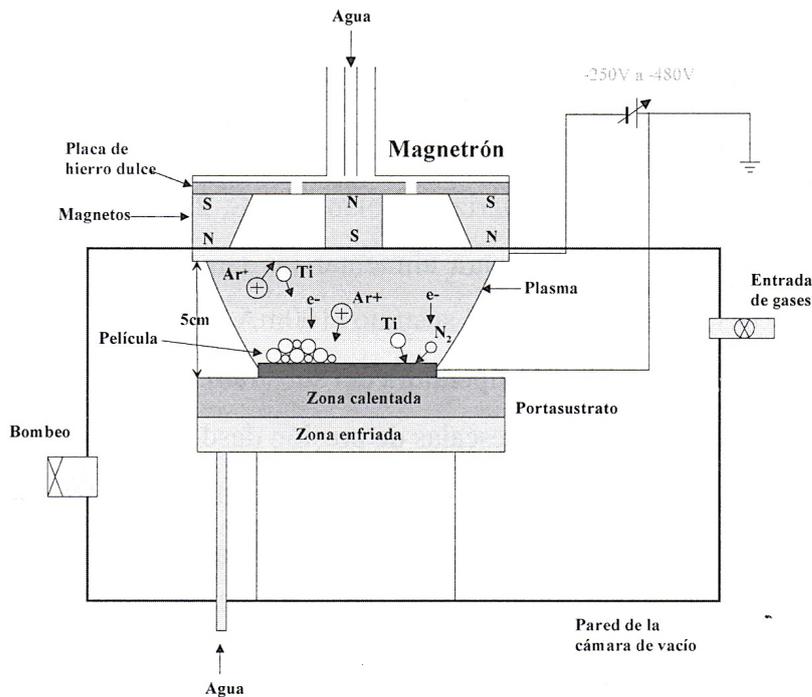


Figura 29 Representación esquemática del sistema de Magnetron Sputtering utilizado para depositar los recubrimientos de TiN, TiN/Ti y Ti. (Flores Martínez, 2004)

Para alcanzar un depósito uniforme, el arco es dirigido magnéticamente, lo que causa que el material del cátodo se erosione en una serie de destellos. Las configuraciones magnéticas que se utilizan son distintas a las utilizadas en el magnetron sputtering. Desde el punto de vista de la deposición de películas, las especies deseadas son normalmente los iones metálicos y neutros emitidos, mientras que las microgotas que logran incidir en el sustratos son un problema. Dichas microgotas (que pueden ser desde menores a una micra, hasta varios micrómetros), surgen de la ablación de partículas sólidas o fundidas del cátodo debido al choque térmico y a efectos hidrodinámicos. Debido a sus dimensiones, las microgotas no son bienvenidas en éste proceso como lo serían, por ejemplo, en la deposición por laser pulsado. La mayoría de los glóbulos fundidos (conocidos como "macros" y que pueden influenciar la rugosidad del recubrimiento (Gómez Botero, 2005)), afortunadamente son emitidos a ángulos pequeños ( $0^\circ$  a  $30^\circ$ ) respecto a la superficie del cátodo.

Debido a lo anterior, es muy efectivo el blindaje a ángulos pequeños para minimizar el número de macros que alcanzan al sustrato. Otra estrategia efectiva para éste propósito incluye la reducción de la corriente del arco, el ajuste de la presión de gas en el proceso reactivo, aumento de la velocidad en el movimiento del punto cátodo por métodos magnéticos, así como el empleo de un sector curvo de filtros electromagnéticos de masa. La tasa de depósito por arco catódico es mayor que la del sputtering pero menor que la evaporación por haz de electrones (e-gun).

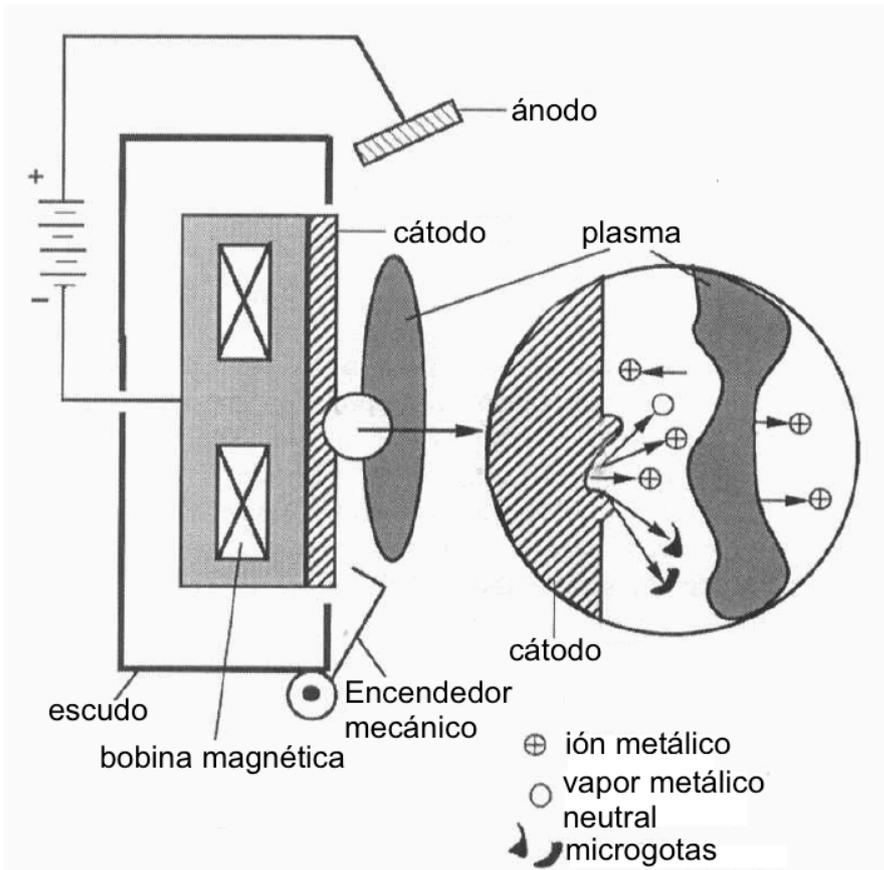


Figura 30 Sección transversal de un sistema de depósito por arco catódico con un modelo de actividad en el punto catódico (Ohring, 1991)

Los arcos catódicos han sido utilizados en vacío y en atmósferas reactivas para depositar comercialmente una amplia gama de aleaciones metálicas y películas compuestas. Esto incluye recubrimientos adherentes, metales refractarios, aleaciones, nitruros, nitruros ternarios, carburos, carbonitruros y óxidos. También se han producido películas de carbón amorfo o de tipo diamante (DLC) por arcos catódicos (Ohring, 1991).

En la Figura 31 se muestra esquemáticamente el sistema de recubrimientos utilizado para las muestras de TiVN y TiBCN sobre acero 304.

Las secciones del sistema se numeran en seguida: 1 cámara de recubrimiento, 2 Base con sistemas de suministro, 3 Estación de bombeo, 4 Suministro de gas de proceso y aire comprimido, 5 Armario de alimentación eléctrica, 6 Armario de alimentación de alta tensión (con unidad enfriadora), 7 Armario de suministro de corriente a los evaporadores, 8 Armario de control, 9 Armario de la computadora.

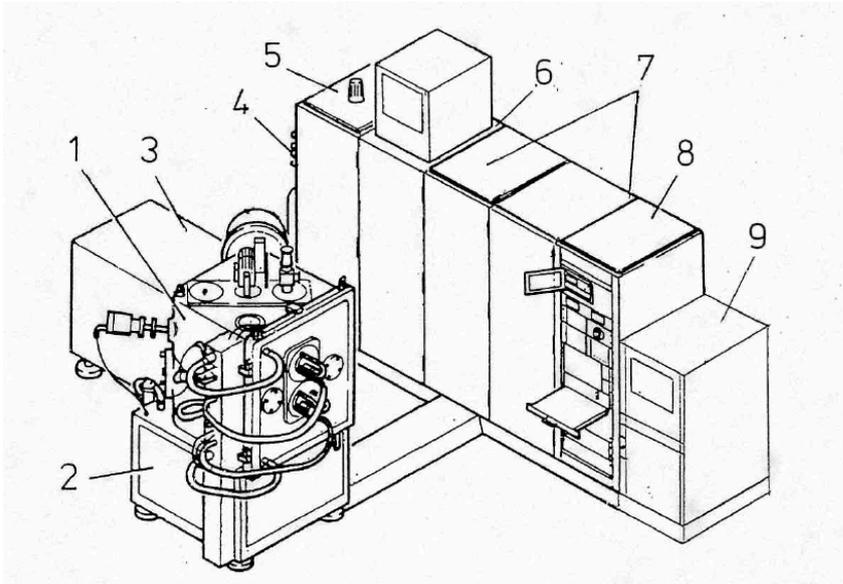


Figura 31 Diagrama esquemático del sistema de evaporación por arco catódico de Sadosa. En éste se hicieron los recubrimientos de TiVN y TiBCN (Proporcionado por Sadosa)

# Capítulo 3. Diseño experimental

En el presente capítulo se describe el sistema de Ball Cratering y se detallan los cambios que se hicieron para mejorarlo; además se presentan las características de los recubrimientos seleccionados y el procedimiento experimental.

## 3.1 Sistema de Ball Cratering

El Ball Cratering que se utilizó es una modificación de un sistema de bola libre con dos ejes al que se le cambió el sistema de transmisión mecánica por un eje seccionado y la bola sujeta bajo presión y con sellos de goma en medio del mismo (Figura 32). A continuación se describirá el sistema.

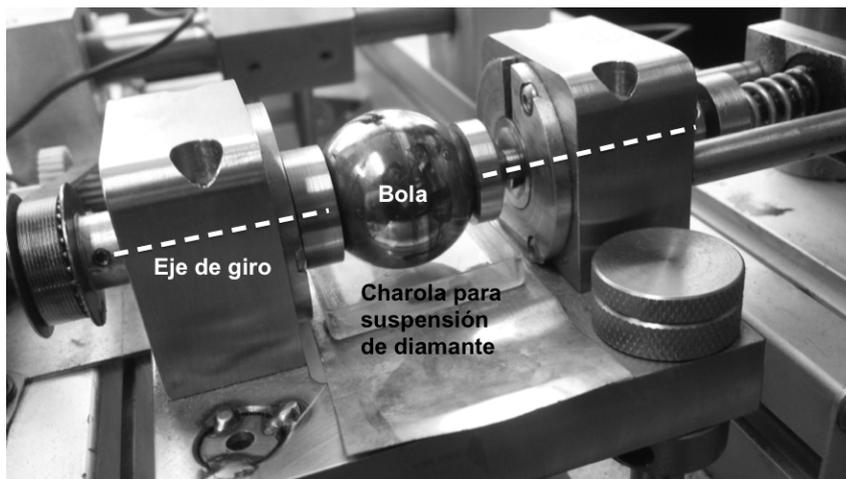


Figura 32 Sistema de ball cratering

### **Balanceo.**

Es importante que el equipo esté balanceado correctamente para que la geometría en el punto de contacto se cumpla de acuerdo a la Figura 20, y para asegurar que la carga sea normal en dicho punto. Si la carga no se coloca normalmente, se estaría aplicando sólo una fracción de la misma (una componente de su peso de acuerdo al ángulo en que se encuentre colocada).

El equipo cuenta con 4 patas de altura ajustable y un nivel de burbuja (Figura 33) para verificar el balanceo. Además, la montura del sistema de giro también pueden ajustarse a la altura deseada.

### **Brazo del Ball Cratering, Porta muestras y pesas.**

Una de las partes más importantes de éste equipo es el brazo, pues ahí está colocado el porta muestras y la carga; además, ahí se instaló la celda de carga, que es una de las modificaciones que se hicieron para el presente trabajo con la finalidad de medir la fuerza lateral.



Figura 33 Nivel de burbuja utilizado para verificar el balanceo del equipo

En uno de los extremos del brazo, va colocado un contrapeso que tiene dos funciones: primero para contribuir en el balanceo del sistema y segundo, como masa de inercia que ayude a disminuir las vibraciones y a aumentar la estabilidad en el punto de contacto durante el movimiento de la bola.

En el otro extremo del brazo (Figura 34) se montaron dos piezas de soporte para instalar la celda de carga (los detalles de ésta instalación se abordan en la sección 3.2.3.1), y además se encuentra el portamuestras. El portamuestras (Figura 35) consiste en un tornillo con un disco sobre el cual reposan las **pesas** (que son discos de metal) durante la prueba; por el otro lado lleva atornillada una tuerca en la cual se pega la muestra.

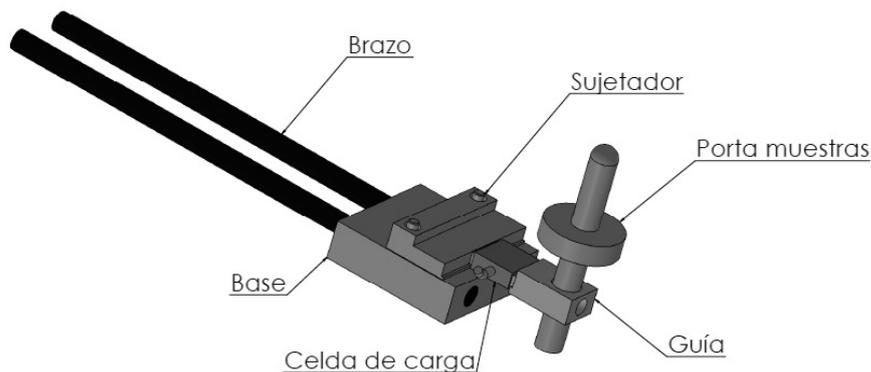


Figura 34 Esquema del brazo del Ball Cratering. Se indica la posición de la celda de carga y el portamuestras.

#### Sistema de transmisión mecánica.

El equipo de Ball Cratering, incluía un motor instalado dentro de una de las secciones de la base. Al comenzar a hacer pruebas con el sistema de giro modificado, se determinó que era necesario utilizar un nuevo motor. El motor nuevo se instaló en la parte externa de la base y se agregó una banda para transmitir el movimiento del motor al eje de giro de la bola (La instalación se detalla en la sección 3.2.1.1, Figura 38)

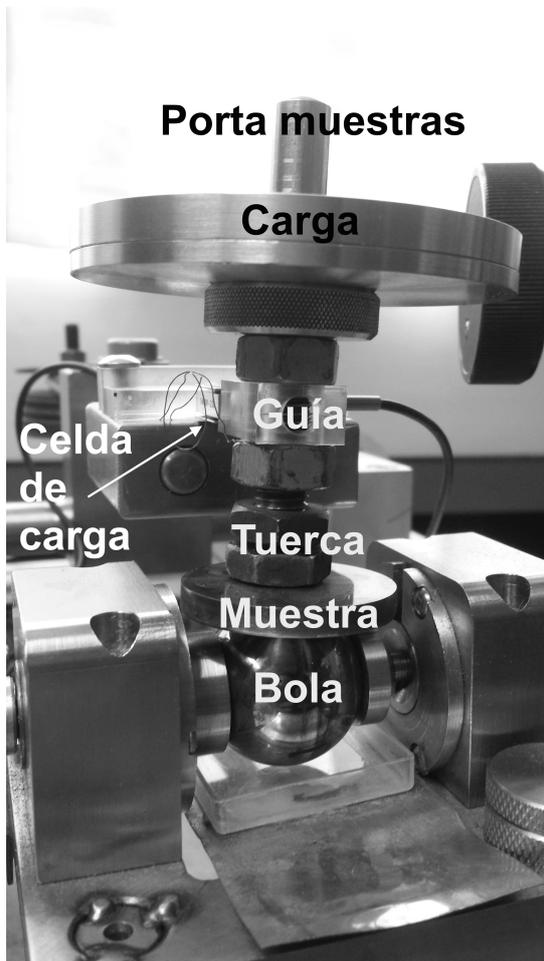


Figura 35 Portamuestras

### **Bola, punto de contacto y abrasivo.**

En éste diseño modificado de Ball Cratering, la bola se encuentra fija en medio de un eje que gira y ajustada con sellos de goma para mantener correctamente la posición de la bola durante el giro. El diseño del sistema permite que la bola se pueda quitar para limpiarla entre cada prueba; es importante revisar que cuando ésta se vuelva a colocar en su posición, esté alineada con el eje de giro para evitar que rote en otras direcciones.

Como se comentó en secciones anteriores, en las pruebas de Ball Cratering se suministra un **abrasivo** en el punto de contacto; para el presente trabajo se utilizó un **coloide** de diamante (tamaño de  $1/10 \mu\text{m}$ ) en agua destilada suministrado en el punto de contacto al inicio de la prueba y se colocó más suspensión en una charola por debajo de la bola para que el suministro continuara durante el tiempo de la prueba.

### **Sensores**

Al Ball Cratering se le agregaron sensores de profundidad y de fuerza lateral. Para colocar el sensor capacitivo se agregó un poste en los rieles de la base, y la celda de

carga se instaló en el brazo del equipo (en la sección 3.2.2.1 y 3.2.3.1 se explicará con detalle la instalación).

El Ball Cratering se bosqueja en la Figura 36 y se muestra la localización de los componentes descritos previamente. No se muestra la otra sección de la base (donde se encuentra el motor) para apreciar la posición de las poleas y la montura de la bola.

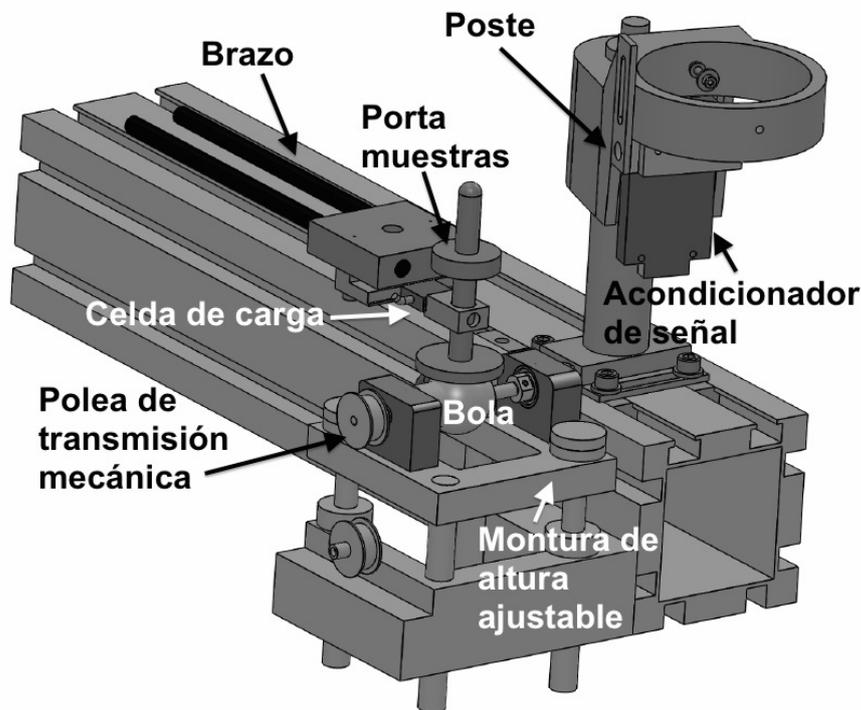


Figura 36 Esquema del sistema del Ball Cratering con los Sensores de Profundidad y Fuerza de Fricción montados

### 3.2 Modificación del sistema de Ball Cratering.

En el sistema de Ball Cratering se rectificó el sistema de giro y se hizo cambio de motor, además se ajustó el brazo donde se fijó la celda de carga, así como el soporte del sensor de profundidad; también se corrigió ruido electrónico, y ruido mecánico proveniente del exterior. A continuación se detalla el proceso.

#### 3.2.1 Cambio de Motor

El motor que se utilizó es un motor modelo DC MM4056E de NISCA Corporation que trabaja entre 15-40 V (280-950 RPM) y se seleccionó debido a que tiene un torque adecuado para ésta aplicación. El motor cuenta con reductores de velocidad que se utilizaron para la transmisión mecánica y está fijo en una lámina rígida con la cual se fijó al brazo del ball cratering.

### 3.2.1.1 Instalación del Motor

Para fijar el motor se diseñaron y maquinaron cuatro soportes que ajustan en el riel del brazo del Ball Cratering (Figura 37); se hicieron perforaciones en la lámina del motor y se fijó con tornillos y rondanas en los soportes.

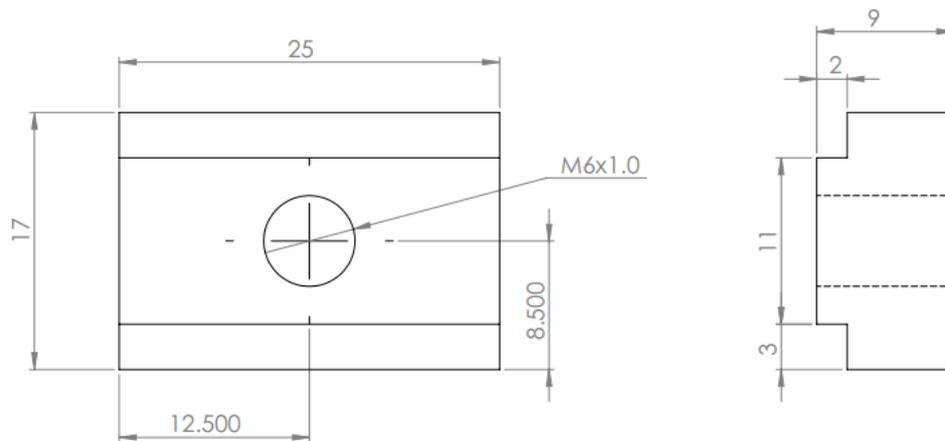


Figura 37 Plano de fabricación para los soportes de motor. Se mandaron a hacer 4 unidades iguales en aluminio (dimensiones en mm)

Para la transmisión de movimiento se utilizó una banda de 5 mm de ancho, que ajusta en los dientes de la polea de giro y del reductor de velocidad del motor, y que permite distancia entre ejes de 5 a 6 cm (Figura 38).

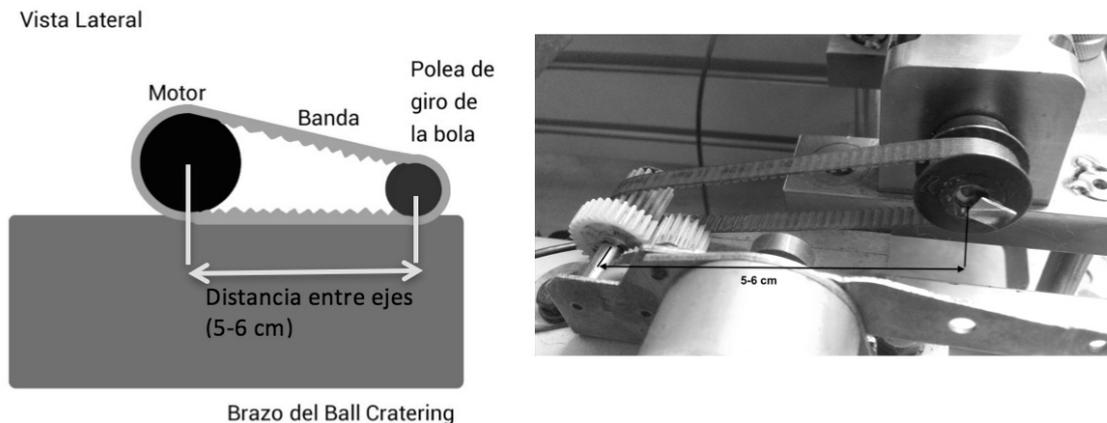


Figura 38 Montaje y transmisión mecánica en el motor

Para confirmar que la banda funciona adecuadamente se hicieron ensayos con distintas cargas y velocidades.

### 3.2.1.2 Conexiones del Motor.

Para alimentar el motor se utilizó una fuente variable y se conectó un multímetro para conocer el valor del voltaje suministrado al motor. Las conexiones se muestran en la Figura 39.

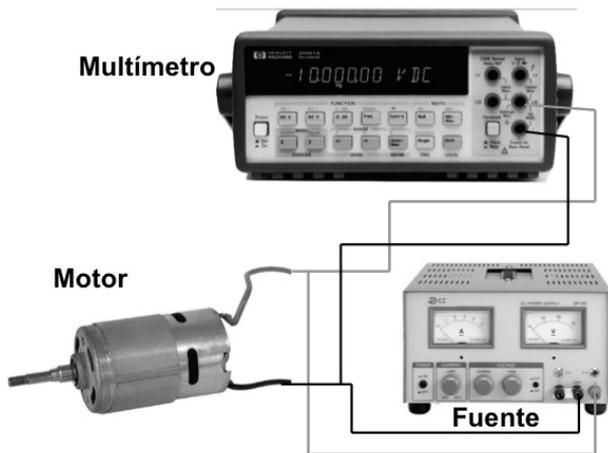


Figura 39 Conexiones del Motor

### 3.2.1.3 Calibración de la velocidad de giro del motor

Una vez instalado el motor, se calibró la velocidad de giro respecto al voltaje suministrado; para esto se utilizó un fotodiodo, un láser y un obturador como se muestra en la Figura 40.

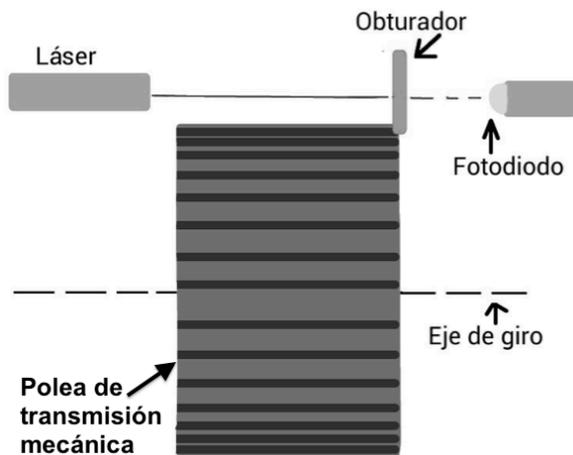
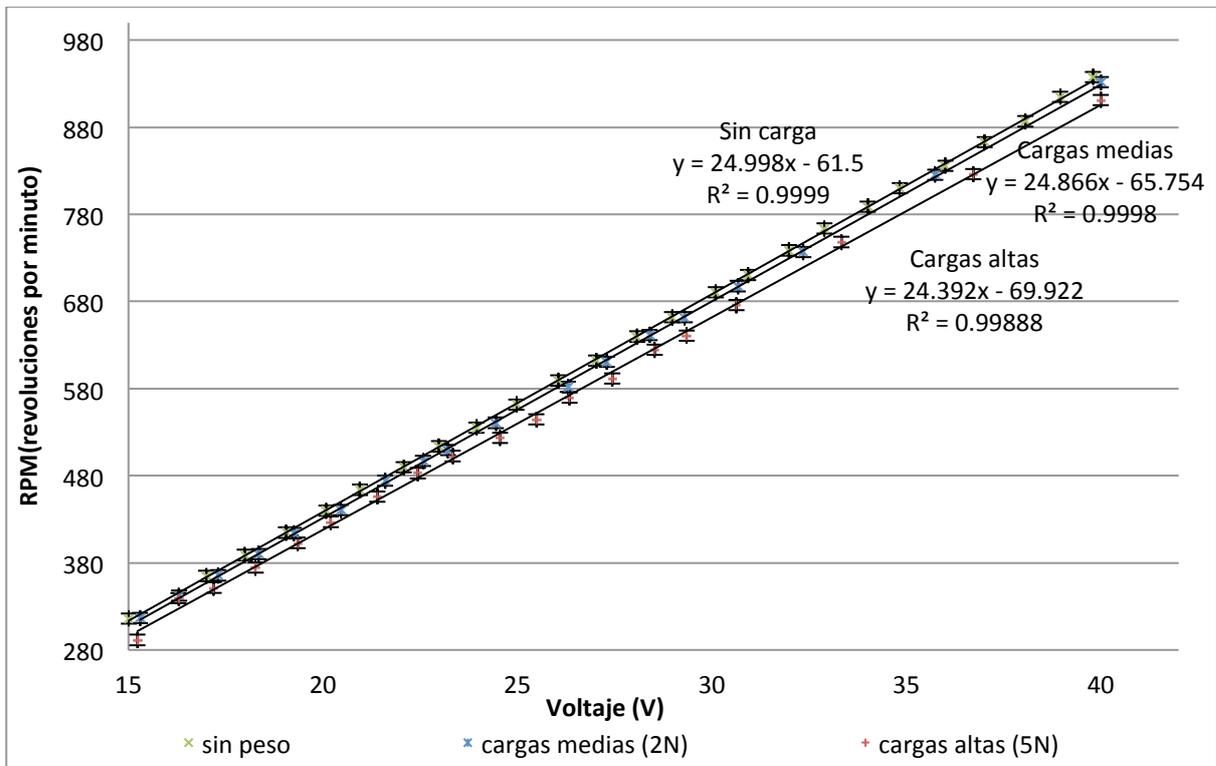


Figura 40 Calibración de giro del motor usando fotodiodo y láser

Se fijó un obturador en la polea de transmisión mecánica y se colocó un láser que lo enfocaba; de ésta manera el fotodiodo (que se encuentra alineado con el laser) puede registrar el momento en que la bola completa un giro (pues registra una "sombra" cada que el obturador pasa frente a él). La información fue recogida con un osciloscopio, y las frecuencias obtenidas se graficaron respecto al Voltaje de entrada (Gráfica 1).



Gráfica 1 Calibración de frecuencia de giro del motor

Se hicieron varias pruebas y se encontró que la velocidad del motor varía ligeramente cuando se tienen cargas ligeras y cargas pesadas. Para disminuir la incertidumbre cuando se hace la transformación de tiempo (de la prueba) a distancia recorrida, se hicieron tres calibraciones: sin peso, 2N (cargas medias) y 5N (cargas altas).

### 3.2.2 Sensor de Profundidad

El sensor que se utilizó para hacer la medición in situ de la profundidad de la huella fue un sensor capacitivo Micro Epsilon CS2 SN 1723 con controlador capaNCDT DT6019 y resolución de 15 nm.

#### 3.2.2.1 Instalación del sensor de profundidad

La manera en que se instaló el sensor de profundidad se muestra en la Figura 41. El objetivo fue que el sensor registre el cambio en la distancia entre sí mismo y la muestra (y por tanto los disco de carga); de esta manera, conforme el cráter se fuera formando, la muestra descendería, es decir que la profundidad en el cráter se observaría como un aumento en la distancia ( $d$ ) entre él y la muestra (carga)

Debido a que el principio de funcionamiento del sensor es el de capacitancia, es necesario que la condición de placas paralelas se cumpla (sección 2.5.1.1, Figura 21); para esto se instaló un soporte de microscopio con tornillo macrométrico en uno de los brazos del Ball Cratering utilizando una pieza como las utilizadas para montar el motor (Figura 37). En el anillo superior se colocó una pieza de acrílico (Figura 42) con 4 tornillos milimétricos para controlar con precisión la posición del sensor.

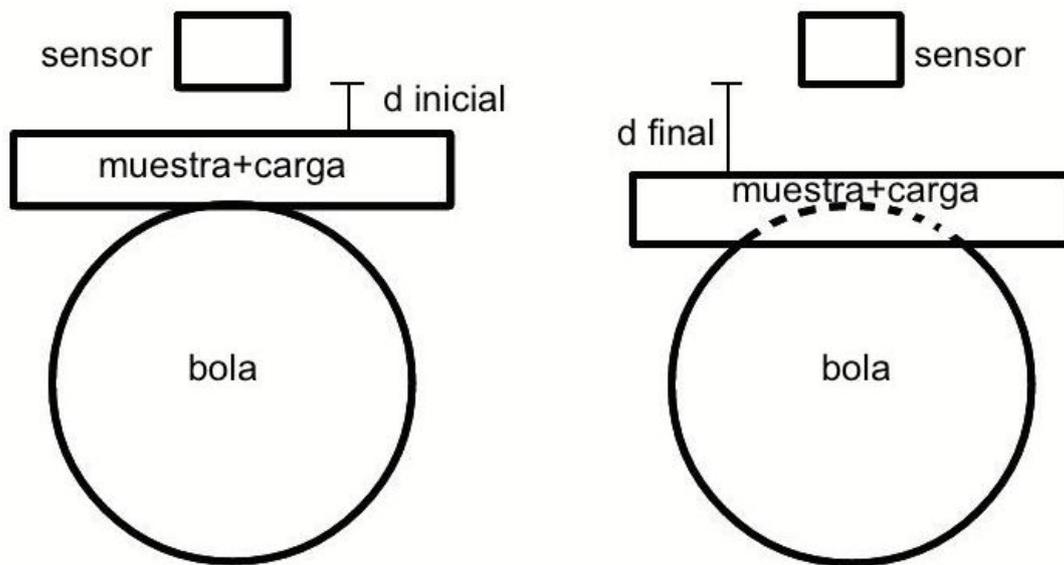


Figura 41 Diagrama de funcionamiento del sensor de profundidad

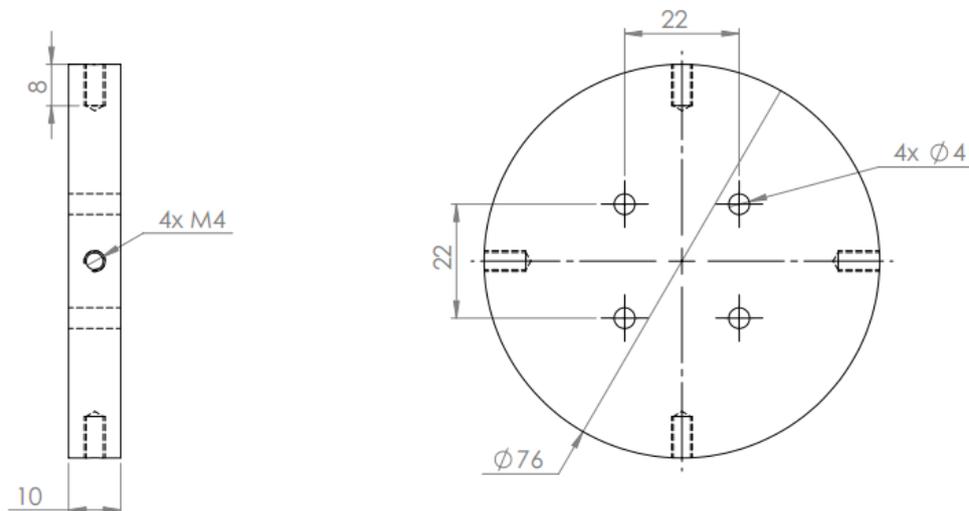


Figura 42 Diagrama de fabricación del porta sensor de profundidad. Construido en acrílico (dimensiones en mm)

La instalación del sensor de profundidad quedó como se muestra en la Figura 43. Las perillas del poste sirven para controlar el giro de la base móvil (para montar y desmontar la muestra) y para la altura del sensor.

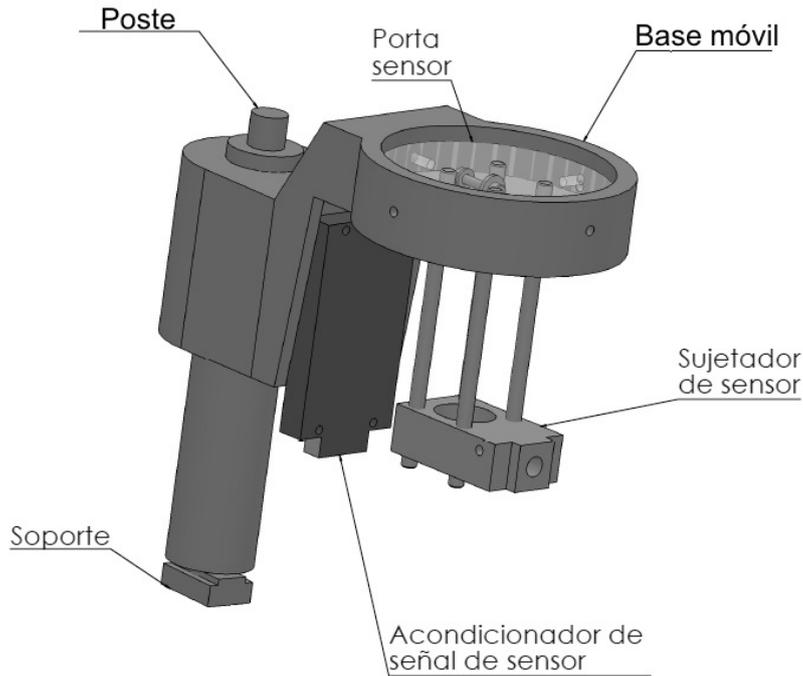


Figura 43 Posición del sensor de profundidad

### 3.2.2.2 Conexiones eléctricas y electrónicas del sensor de profundidad

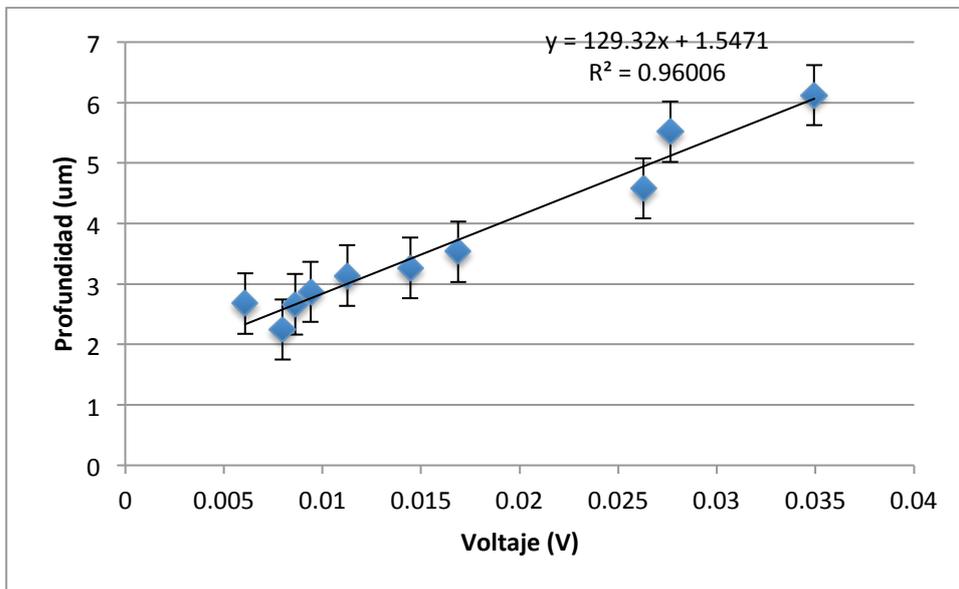
El sensor se conecta a su acondicionador de señal, el cual tiene 5 conexiones: 2 de alimentación y 1 de Tierra (a la Fuente), además de 2 de señal (al Multímetro) (Figura 44). Para la alimentación se utiliza una fuente de 15 V y para recolectar la señal se usa un multímetro HP conectado a una computadora. Las mediciones se guardan utilizando el programa Agilent DMM (ver Anexo Manual del Programa Agilent, Anexo A.3).



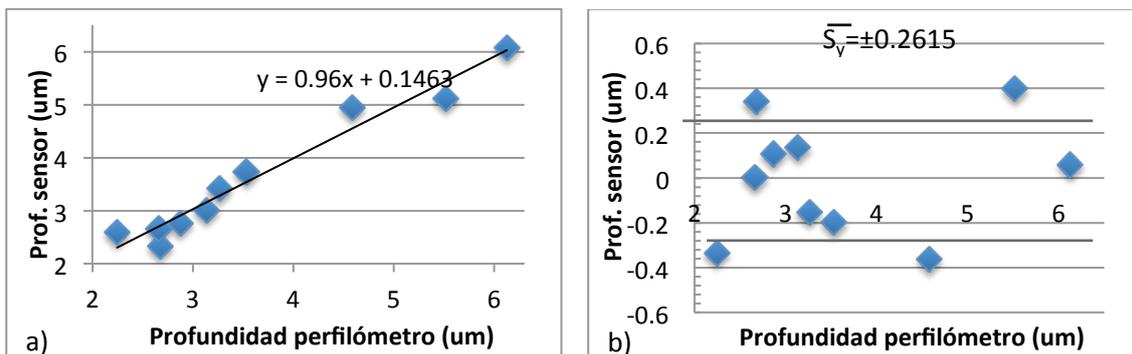
Figura 44 Diagrama de Conexiones del Sensor de Profundidad

### 3.2.2.3 Calibración del sensor de profundidad

La calibración del sensor de profundidad (Gráfica 2) se hizo graficando y comparando los valores obtenidos con el sensor con profundidades conocidas de varias huellas medidas con perfilometría de contacto. Se hicieron varias mediciones con distintas huellas. En la gráfica 3 a) se muestra la comparación de ambos resultados y en la gráfica 3 b) se muestran los residuales, de donde se obtiene que experimentalmente, el sensor tiene una incertidumbre de  $\pm 0.2615 \mu\text{m}$ .



Gráfica 2 Calibración del sensor de profundidad



Gráfica 3 a) Gráfica de ajuste de calibración b) Gráfica de residuales y desviación estándar

### 3.2.3 Sensor de Fuerza lateral

Para hacer un análisis más detallado de la evolución del sistema en el ball cratering, se utilizó una celda de carga para medir la fuerza lateral durante la prueba y así determinar el coeficiente de fricción. La celda fue de la marca Futek de tipo S-Beam Junior, modelo FSH 00092 y capacidad de 2 lb (8.9 N).

### 3.2.3.1 Instalación del sensor de fuerza lateral

Se determinó que la mejor manera de montar la celda de carga es en el brazo del Ball Cratering y se mandaron hacer las piezas para la montura.

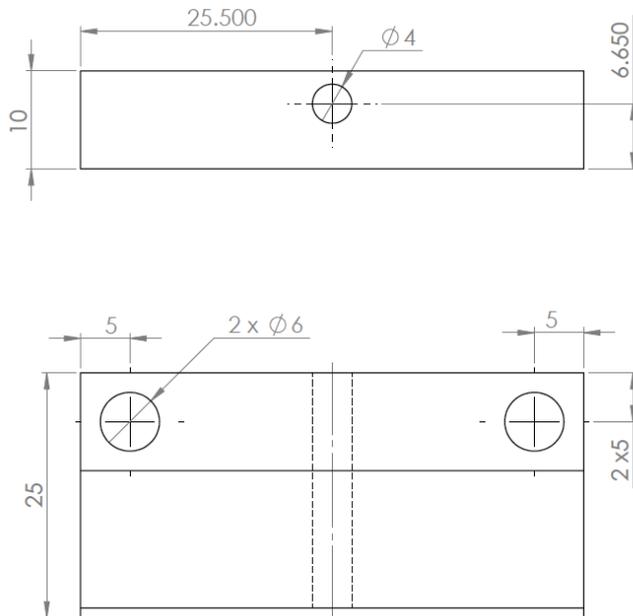


Figura 45 Pieza 1 (sujetador) para montar la celda de carga. Fabricada en acrílico

En la Figura 45 se observa la pieza que se sirve de sujetador para la celda de carga (Figura 34) en el brazo del ball cratering. La pieza tiene un bisel para asegurar la posición perpendicular del sensor; es decir, para evitar que en la medición aparezcan componentes en otras direcciones que agreguen incertidumbre a la medición.

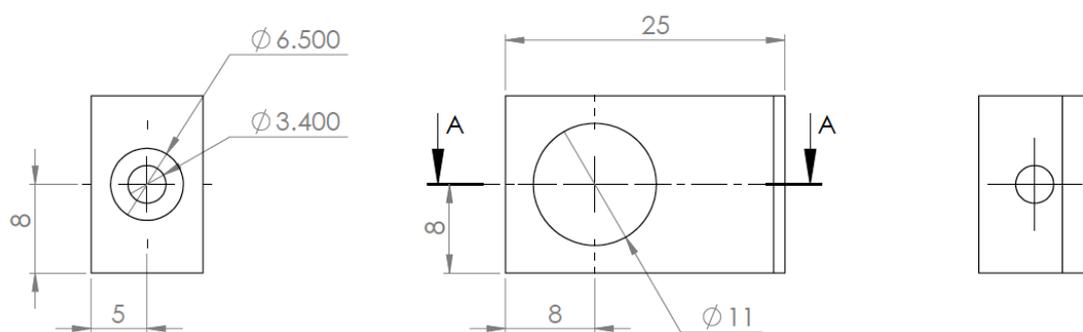


Figura 46 Pieza 2 (guía) para montar la celda de carga. Fabricada en acrílico

La Figura 46 corresponde a la segunda pieza para soportar la celda de carga y que sirve de guía. Ésta posee un espacio para sujetar el porta muestras. El sistema completo de soporte de la se muestra en la Figura 36

### 3.2.3.2 Conexiones eléctricas y electrónicas del sensor de fuerza lateral

La celda de carga también tiene dos canales de alimentación y dos de señal. La celda se conectó a una tarjeta acondicionadora de señal que, a su vez, cuenta con alimentación y señal.

La alimentación de la tarjeta se realizó con una fuente fija en 4 V, y la señal fue recabada con un multímetro HP (Figura 47). Los datos también se colectaron utilizando en sistema Agilent (ver Manual, Anexo A.3)

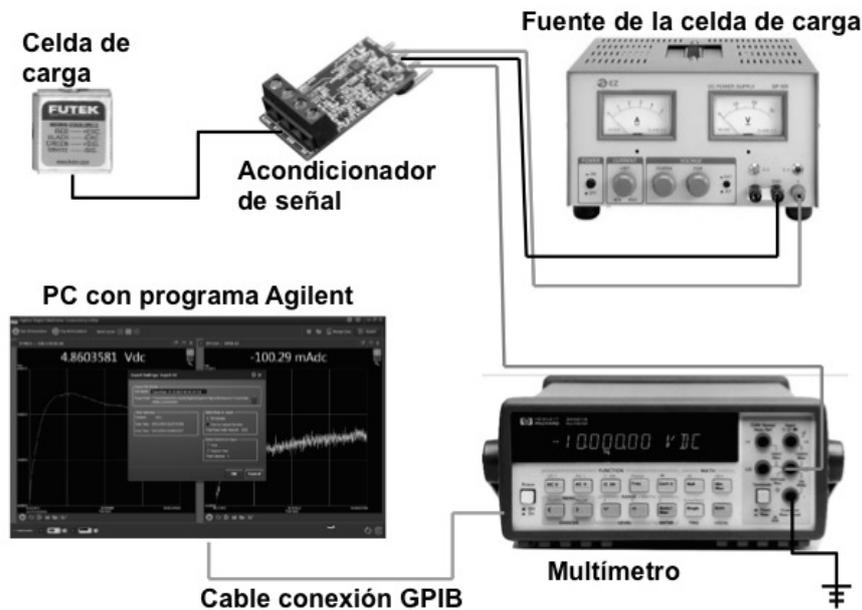


Figura 47 Diagrama de Conexiones de la Celda de Carga

### 3.2.3.3 Calibración del sensor de fuerza lateral

Para calibrar, la celda de carga se fijó en una base (cuidando que se encontrara normal a la superficie, Figura 48) y se le colocaron masas de diferentes magnitudes encima. El voltaje de salida para cada carga se fue registrando con un multímetro y se graficaron los valores obtenidos.

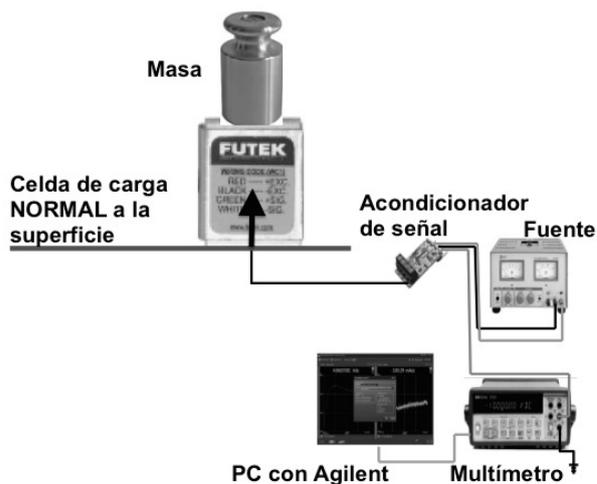
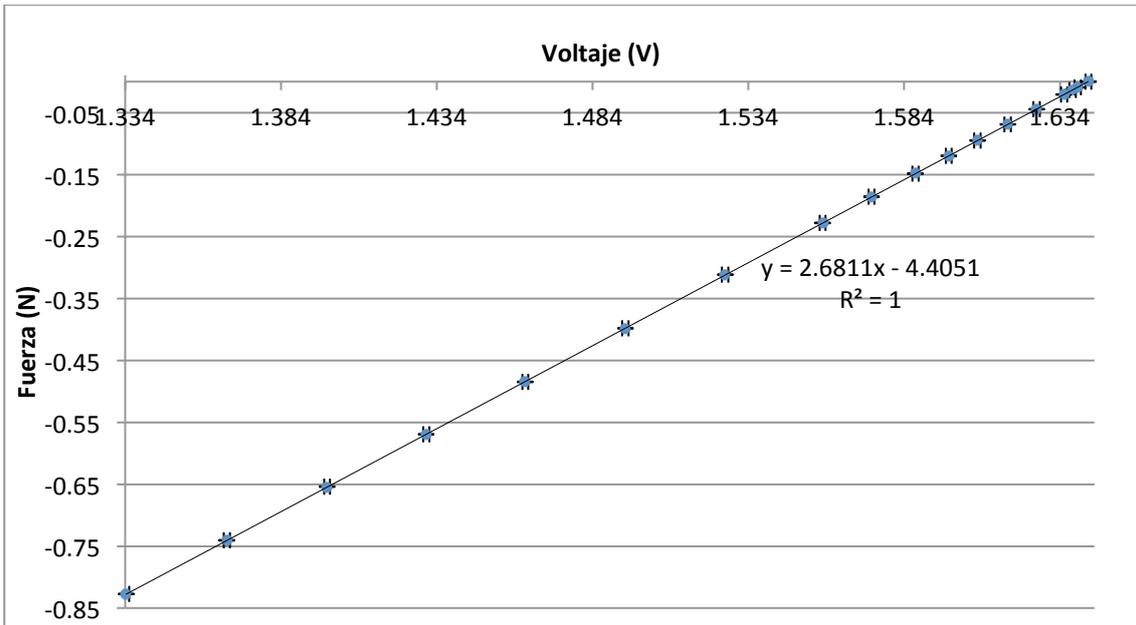
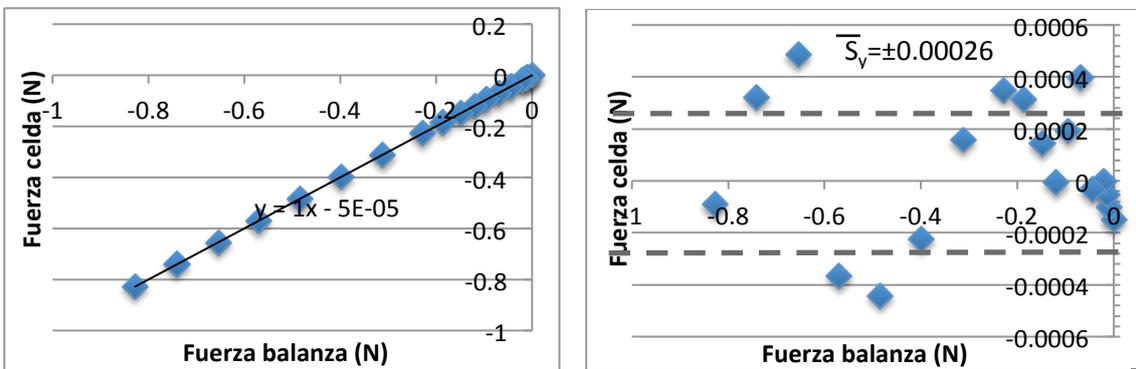


Figura 48 Calibración de la celda de carga

La Gráfica 4 muestra los valores obtenidos y la ecuación de calibración.



Gráfica 4 Calibración de celda de carga



Gráfica 5 a) Ajuste de calibración de celda de carga y b) Gráfica de residuos y desviación estándar

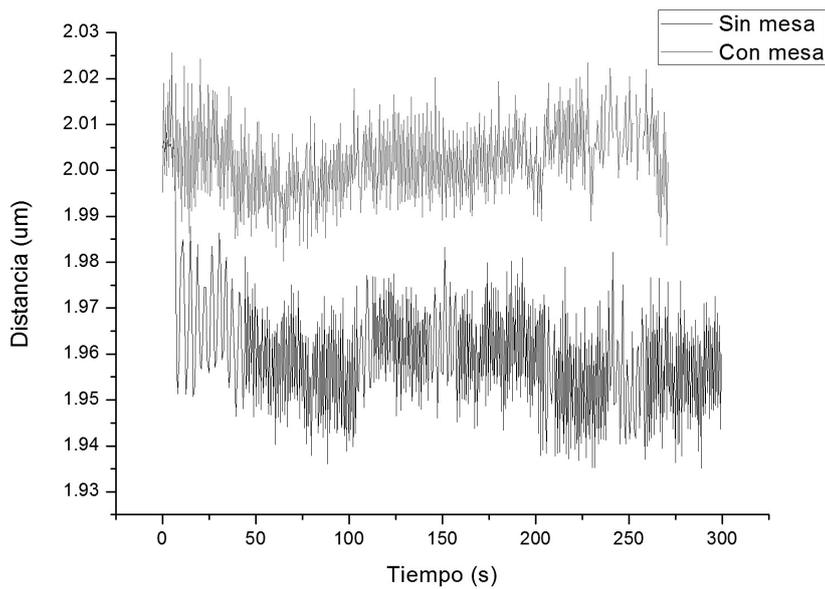
La calibración se comparó con los valores obtenidos utilizando una balanza analítica (Gráfica 5 a). Y en la gráfica 5 b) se muestran los residuales, de donde se obtiene que experimentalmente, la celda tiene una incertidumbre de  $\pm 0.00026$  N.

### 3.2.4 Mesa antivibraciones

Se realizó un estudio y se determinó que existía un ruido provocado por las vibraciones externas al sistema, debido a esto se montó una mesa antivibraciones.

Para construir la mesa se colocaron varias capas de hule espuma, metal y madera de distintas densidades para absorber distintas longitudes de onda.

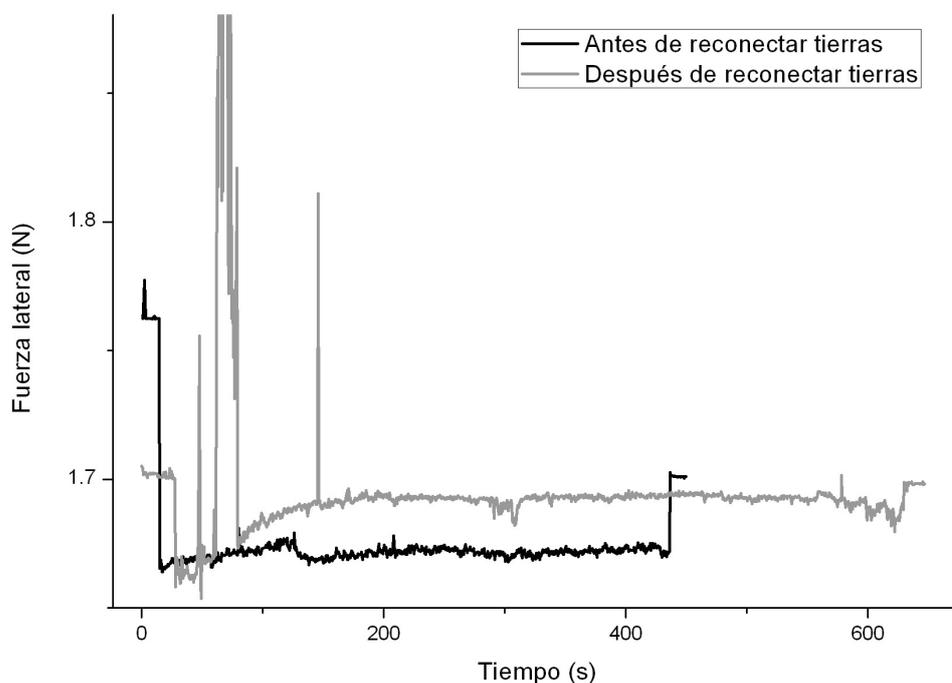
Una vez situada la mesa, se hicieron mediciones en las mismas condiciones de las que se habían hecho previamente y como se observa en la Gráfica 6, el ruido externo pudo reducirse considerablemente. La gráfica se obtuvo haciendo mediciones en las mismas condiciones (sensores, fuentes y motor encendidos), una se antes de colocar la mesa y otra después de colocar la mesa.



Gráfica 6 Comparación de mediciones con y sin mesa antivibraciones

### 3.2.5 Corrección de conexión a tierra

En las pruebas de arranque se detectó que, además del ruido mecánico, existía ruido electrónico derivado de las conexiones a tierra; para corregir dicho ruido se añadieron conexiones a tierra en los sensores y se re hicieron todas las conexiones existentes. En la Gráfica 7 se observa que después de la modificación realizada, los ruidos electrónicos (los picos abruptos) se redujeron de manera satisfactoria. Las pruebas de la Gráfica 7 fueron hechas con una muestra montada, todas las fuentes y sensores encendidos pero el motor sin conectar.

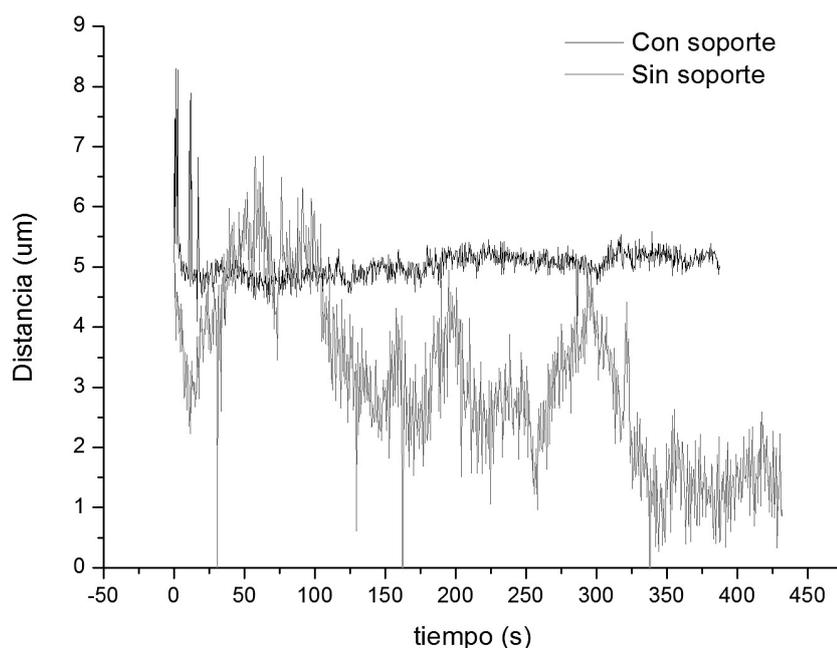


Gráfica 7 Comparación de mediciones antes y después de la corrección de tierras

### 3.2.6 Corrección soporte del sensor de profundidad

Además de lo descrito anteriormente, se encontró que el soporte del sensor de profundidad se movía de su posición conforme pasaba el tiempo; para corregir esto, se colocaron piezas de acrílico en el poste que sirvieron como topes para asegurar la posición del mismo.

Se hicieron mediciones en las mismas condiciones, antes y después del cambio y los resultados se muestran en la Gráfica 8. Como se puede apreciar, la gráfica que tiene el soporte extra se muestra considerablemente más estable.



Gráfica 8 Comparación de mediciones antes y después de colocar tope al soporte del sensor de profundidad

### 3.3 Depósito de recubrimientos

A continuación se presentan las condiciones de depósito de los recubrimientos utilizados en éste trabajo y que fueron preparados por Martín Flores en el Instituto de Investigaciones en Materiales (Flores Martínez, 1997) (Flores Martínez, 2004) y por Aaron Hidalgo en Sadosa para trabajos previos.

#### 3.3.1 Recubrimientos duros sobre sustratos suaves

El recubrimiento de **TiN sobre acero 304** fue realizado por magnetrón sputtering. Se hizo un prevacío de  $6 \times 10^{-6}$  Torr, el sustrato calentado a  $100^{\circ}$  C. la presión de trabajo de 4mTorr con una atmosfera de Nitrógeno y Argón (6 sccm de  $N_2$  y 4 sccm de Ar), corriente de 0.4 A, Voltaje de 460 V. (Flores Martínez, 1997)

Los recubrimientos de **TiVN** y **TiBCN sobre acero 304** fueron hechos en Sadosa utilizando la técnica de evaporación por arco catódico.

Para el caso del recubrimiento de TiVN se utilizó una presión base de  $3.7 \times 10^{-5}$  Torr un cátodo de V-Ti con 75 Amperes, Voltaje polarizado de -150V, la atmósfera fue de 100%  $N_2$  y 17.25 mTorr.

Para el recubrimiento de **TiBCN sobre acero 304** se utilizó presión base de  $3.7 \times 10^{-5}$  Torr, un cátodo de  $TiB_2$  con 45 Amperes y Voltaje polarizado de -20V, una atmósfera de  $N_2 + C_2H_2 + Ar$  con flujos de 100 sccm de  $N_2$ , 10 sccm de  $C_2H_2$  y variable el de Argón para mantener una presión total constante de 34 mTorr.

### 3.3.2 Recubrimientos suaves sobre substratos duros

La película utilizada fue de **Ti sobre acero D2** tratado térmicamente.

El recubrimiento fue depositado por magnetrón sputtering, utilizando potencia de 200 W y fuente RF a partir de un blanco de Titanio puro. Se utilizó una atmósfera de Ar con 10 sccm, y la presión de trabajo constante de  $3 \times 10^{-6}$  Torr.

### 3.3.3 Multicapas

Las **multicapas sobre acero H13** se depositaron por magnetrón sputtering con un blanco de Titanio. Se hizo prevacío de  $6 \times 10^{-6}$  Torr, el substrato (acero H13) se calentó hasta llegar a una temperatura de entre  $400^\circ C$  y  $500^\circ C$ .

La presión de trabajo fue de 4 mTorr con mezcla de gases de 5.6 sccm de  $N_2$  y 4 sccm de Ar y Voltaje de 410 para el Ti y 420 para el TiN.

## 3.4 Procedimiento Experimental

Debido a la naturaleza de éste trabajo, es importante caracterizar las muestras seleccionadas, para ello se midieron sus dimensiones, dureza del substrato, dureza del recubrimiento, espesor del recubrimiento y rugosidad.

Luego de la caracterización de las muestras, se hicieron las pruebas de Ball Cratering manteniendo la velocidad y distancia deslizada constante y variando la carga aplicada. El **abrasivo** utilizado es un coloide compuesto por agua con **partículas de diamante** de tamaño de **0.1  $\mu m$** .

A continuación se enumeran las características de las muestras y el procedimiento de las pruebas tribológicas.

### 3.4.1 Características de las muestras

#### TiN

La muestra de TiN fue una pastilla (Figura 49) de acero 304 recubierta con TiN por Magnetron Sputtering.

- **Substrato:** Acero 304  
**Dureza:** 1.27 GPa
- **Recubrimiento:** TiN  
**Dureza:** 23.54 GPa  
**Espesor:**  $1.05 \pm 0.11 \mu m$   
**Rugosidad:**  $5.31 \pm 1.70 nm$

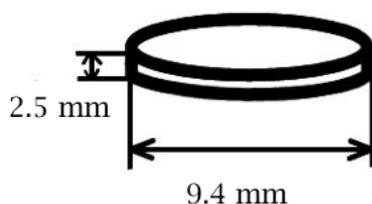


Figura 49 Substrato de acero 304 utilizado para el recubrimiento de TiN

### TiVN

La muestra es un disco (Figura 50) de acero 304 recubierto con TiVN por Evaporación de arco catódico.

- **Substrato:** Acero 304  
**Dureza:** 1.27 GPa
- **Recubrimiento:** TiVN  
**Dureza:** 32.67 GPa  
**Espesor:**  $2.50 \pm 0.39 \mu\text{m}$   
**Rugosidad:**  $15.74 \pm 3.99 \text{ nm}$

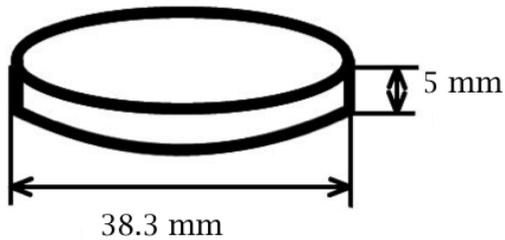


Figura 50 Substrato de acero 304 y D2 utilizado para los recubrimientos de TiBCN, TiVN y Ti respectivamente

### TiBCN

La muestra de TiBCN es un disco (Figura 50) de acero 304 recubierta con TiBCN por Evaporación de arco catódico.

- **Substrato:** Acero 304  
**Dureza:** 1.27 GPa
- **Recubrimiento:** TiBCN  
**Dureza:** 6.82 GPa  
**Espesor:**  $4.61 \pm 0.43 \mu\text{m}$   
**Rugosidad:**  $21.64 \pm 5.48 \text{ nm}$

### Ti

La muestra de Ti es un disco (Figura 50) de acero D2 tratado térmicamente recubierta con Ti por Magnetron Sputtering.

- **Substrato:** Acero D2 tratado térmicamente  
**Dureza:** 7.74 GPa
- **Recubrimiento:** Ti  
**Dureza:** 0.976 GPa  
**Espesor total:**  $0.80 \pm 0.05 \mu\text{m}$   
**Rugosidad:**  $34.86 \pm 7.90 \text{ nm}$

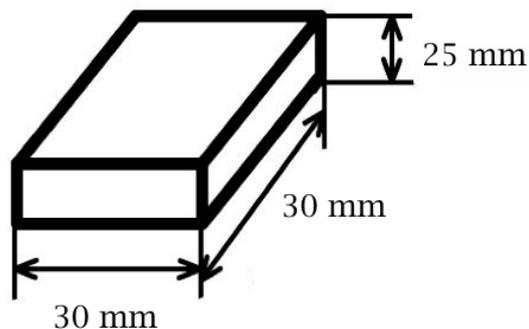


Figura 51 Bloque de acero H13 utilizado para las multicapas TiN/Ti

## Multicapas

La muestra de multicapas TiN/Ti es un bloque (Figura 51) de acero H13 recubierto con Ti por Magnetron Sputtering (Flores Martínez, 2004).

- **Substrato:** acero H13  
**Dureza:** 2.14 GPa
- **Recubrimiento:** TiN/Ti  
**Dureza:** 14.97 GPa  
**Espesor:**  $2.75 \pm 0.17 \mu\text{m}$   
**Rugosidad:**  $9.20 \pm 3.25 \text{ nm}$

El diseño de las multicapas se muestra en la Figura 52

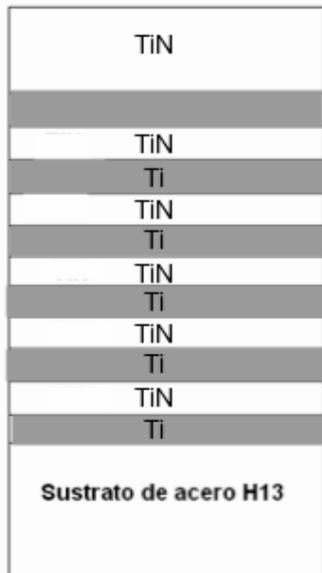


Figura 52 Diseño de Multicapas TiN/Ti

### 3.4.2 Procedimiento

Para determinar el tiempo de las pruebas que era necesario para llegar al sustrato en las muestras, se hicieron **ensayos previos**; en el caso del recubrimiento suave (Ti sobre D2) se trabajó con una velocidad del motor menor que con las otras muestras, y la magnitud de las cargas se disminuyó ya que la película se desprendía y desgastaba rápidamente (hay que recordar que la película de Ti es la de menor espesor y dureza, Sección 3.4.1).

Antes de iniciar las pruebas de Ball Cratering, las muestras fueron limpiadas en un baño ultrasónico con acetona y otro con isopropanol. Para iniciar las prueba se cercioró que el Ball Cratering se encontraba correctamente nivelado, que las conexiones eléctricas, electrónicas y mecánicas fueran correctas (Figura 39, Figura 44, Figura 47) y que todas las fuentes, multímetros y PC se encontraran encendidos y listos para usar .

En seguida, se colocó la muestra en su soporte y se añadió el **coloide** asegurándose que hubieran gotas encima de la bola para garantizar la existencia de abrasivo en el punto de contacto desde el inicio de la prueba. El brazo del Ball Cratering se bajó con mucho cuidado (recordar que en el brazo está montada la celda de carga y es delicada) y ya que estuviera acomodado en su posición, se pusieron los discos de **carga** encima.

Ya que el brazo con la muestra y la carga estaban acomodados, se giró el poste que sostiene el sensor de profundidad hasta que el sensor quedó encima de los discos de carga y se fijó apretando la perilla en el poste. En seguida se ajustó cuidadosamente la altura del sensor cuidando que quedara paralelo a los discos de carga (Figura 53).

Se inició la adquisición de datos y el giro del motor y se detuvieron cuando el transcurrió el tiempo establecido (ver Anexos A2 y A3).

Las pruebas realizadas fueron de entre 15 y 45 minutos. El motor trabajó con voltaje de entre 4 y 8V. Las cargas utilizadas fueron de entre 0.64 y 5 N y se hicieron 3 repeticiones de cada prueba.

Después de que se hicieron las pruebas, los datos obtenidos con los sensores (que estaban en forma de voltaje), se transformaron a valores de fuerza de fricción (utilizando la ecuación de la Gráfica 4), para posteriormente transformar a CoF (según la ecuación 1b); y a valores de profundidad utilizando la ecuación de calibración (Gráfica 2), Secciones 3.2.2.3, 3.2.3.3, 4.1.1) y se realizó el proceso de eliminación de ruido y normalización de señal de los datos obtenidos.

Posteriormente, se hizo perfilometría para obtener mayor información sobre las dimensiones (ancho y espesor) de cada huella y se obtuvieron imágenes de las mismas con microscopio óptico.

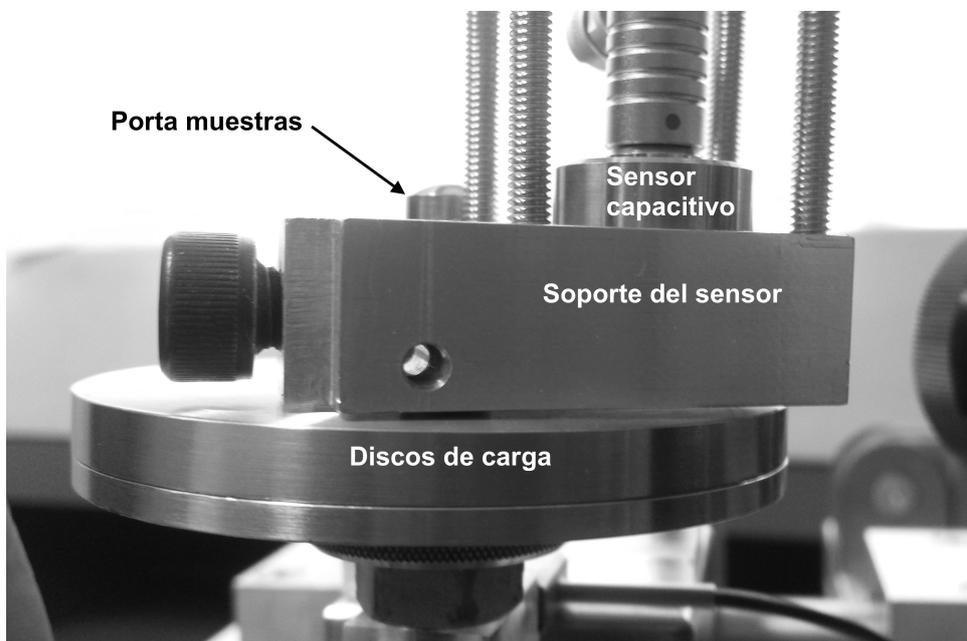


Figura 53 Detalle de la posición paralela entre el sensor capacitivo y los discos de carga

# Capítulo 4. Resultados y discusión

---

## *4. Resultados y discusión*

En ésta sección se presentarán los resultados obtenidos y se discutirán según el material y las condiciones. Posteriormente se mostrarán los resultados generales y su discusión.

### *4.1 Resultados y discusión específica*

En ésta sección se ahondará en el proceso utilizado para calibrar el sensor de profundidad y se presentarán los resultados clasificados según el tipo de recubrimiento y de substrato, así como las multicapas, según la carga aplicada.

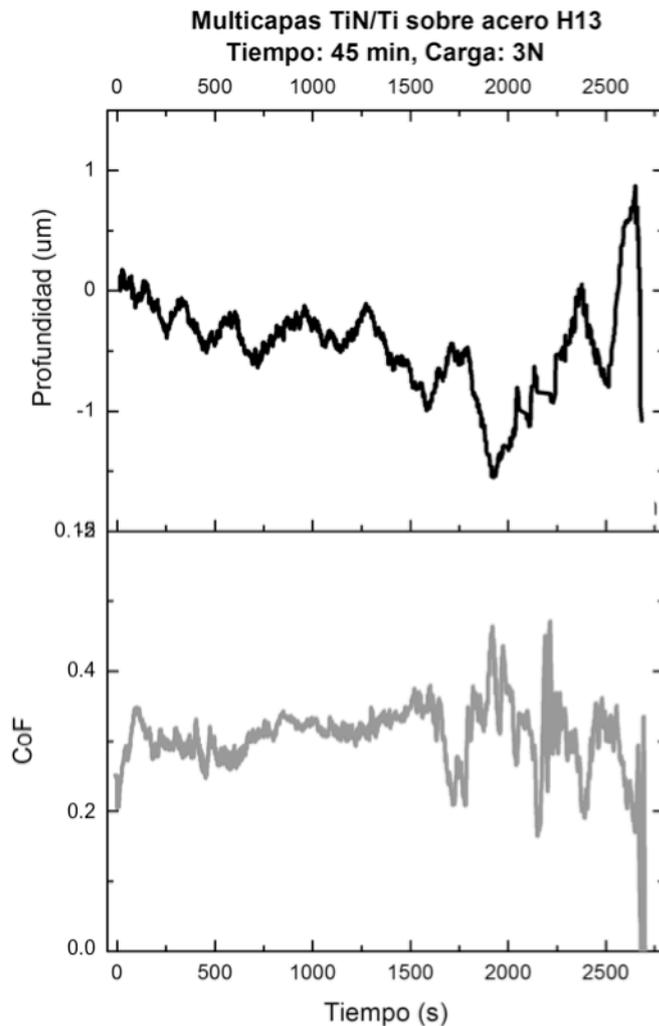
#### *4.1.1 Reproducibilidad*

El sensor capacitivo que se utilizó en este trabajo es extremadamente sensible, tiene resolución del orden de 500 nm, además que la información obtenida con el sensor fue comparada con las mediciones con perfilómetro de contacto. Si se toma en cuenta que existe variación en la altura debida al giro asimétrico de la bola, se establece que existe una variación senoidal en el desplazamiento que se ve reflejado en la diferencia de Voltaje; con el fin de contrarrestar éste efecto se ajustó la montura de la bola logrando que la diferencia entre el máximo y mínimo de esa variación fuera el menor posible (0.3 V) y tomando en cuenta dichas circunstancias se pudo hacer un filtro digital para remover esa señal senoidal.

Tomando en cuenta lo anterior, se hicieron tres repeticiones de cada una de las pruebas para asegurar que se tuvieran la información necesaria del proceso. A pesar de esto, se observó una diferencia entre el desplazamiento final y la profundidad de la huella medida por medio del perfilómetro, por lo cual algunas de las señales de voltajes se calibraron utilizando la profundidad final de la huella. Las tres repeticiones fueron consistentes, por lo que se considera que la prueba tiene buena reproducibilidad.

Los primeros resultados obtenidos con el Ball Cratering son los de la muestra de multicapas TiN/Ti (Sección 4.1.4.1); si se observan las gráficas (Gráfica 29, Gráfica 30, Gráfica 31) para cada una de las cargas, se aprecia que cuando el desgaste pasa de una capa a otra, los sensores registran un cambio notorio y simultáneo.

En la Gráfica 9 se muestra un ejemplo particular del cambio sincrónico en los sensores conforme se da el desgaste entre capas. Al inicio de la prueba el cambio es más notorio en la señal del sensor de profundidad, pero a partir del segundo 1500 y hasta el final de la prueba, es evidente el cambio periódico y preciso en ambos sensores.



Gráfica 9 Profundidad y CoF vs. tiempo en multicapas TiN/Ti sobre acero H13 con 3N de carga

Otros resultados importantes son los de un trabajo que se hizo previamente con el mismo equipo pero utilizando lubricantes (aceites minerales con distintas concentraciones de nanopartículas de Bismuto). En dicho trabajo se utilizaron muestras de acero 304 sin recubrir y en vez de utilizar suspensión de diamante como abrasivo, se suministró aceite mineral adicionado con distintas concentraciones de nanopartículas de bismuto (hechas por ablación laser). Después de transformar y normalizar la señal del sensor de profundidad, se observa que cuando no se agrega ningún medio líquido y cuando si existe aceite en la interfaz, la variación promedio en el sensor es de 0.2  $\mu\text{m}$ . Por otro lado, la variación promedio en el sensor, cambia conforme cambia la concentración de nanopartículas (Gráfica 32); por ejemplo, cuando se agregó aceite mineral con concentración de nanopartículas de 190 mg/L, la variación en el sensor fue de 0.3  $\mu\text{m}$ , y cuando la concentración de nanopartículas fue de 550 mg/L, dicha variación fue de 1  $\mu\text{m}$  aproximadamente. De lo anterior se observa que la señal de salida del sensor coincide adecuadamente con las condiciones experimentales en cada caso; es decir, la variación en la señal del sensor de profundidad corresponde a la variación en la concentración de nanopartículas en el aceite.

En el **Anexo A.1.** se amplían los detalles de éste trabajo.

#### 4.1.2 Medición de espesores con el Ball Cratering

Como se ha mencionado, el Ball Cratering es utilizado ampliamente para determinar el espesor de recubrimientos conforme a la Ecuación 11a (Figura 20), por lo que en éste trabajo fue utilizado para conocer el espesor de las películas en las muestras; a continuación se presentan algunos de los cálculos realizados.

El radio de la bola es  $R_b = 15,000 \mu\text{m}$  constante, y para TiN, algunos de los diámetros medidos de las huellas fueron:

$$D = 624.8, d = 508.0 \Rightarrow \text{Espesor} = \frac{((624.8 \mu\text{m})^2 - (508.0 \mu\text{m})^2)}{8(15,000 \mu\text{m})} = 1.10 \mu\text{m}$$

y de ésta manera se obtuvo un valor promedio para el espesor de cada uno de los recubrimientos.

#### 4.1.3 Películas duras sobre substratos suaves

En ésta sección se presentan los casos de películas duras sobre recubrimientos suaves.

##### 4.1.3.1 TiN (Espesor $1.05 \pm 0.11 \mu\text{m}$ ) sobre acero 304

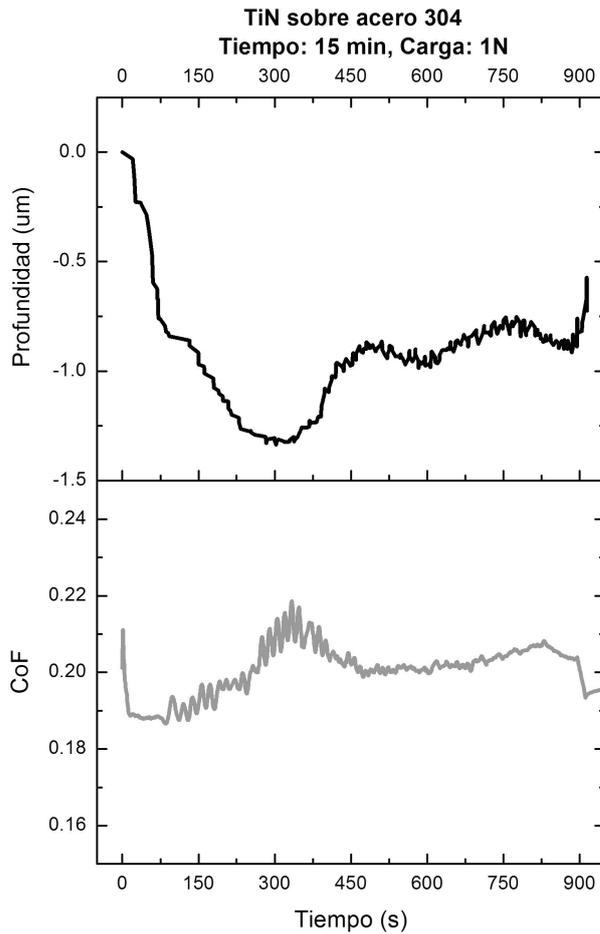
Se hicieron pruebas de 15 minutos con cargas de 1, 2, 3 y 4N y 3 repeticiones. El voltaje suministrado al motor fue de  $7.7 \pm 0.1 \text{ V}$ , y utilizando la calibración de la sección 3.1.1.3, se calculó la velocidad de giro de la bola. Utilizando la ecuación mostrada en la Gráfica 1 se determinó que la velocidad de giro fue de  $124.2 \pm 3.9 \text{ RPM}$ , y tomando en cuenta que la bola tiene un diámetro de 30 mm, la distancia recorrida durante los 15 minutos de prueba es de  $175.6 \pm 5.5$  metros (éste procedimiento es análogo en todas las pruebas, tomando en cuenta el voltaje suministrado y el tiempo de la prueba. El diámetro de la bola es constante).

##### **Carga: 1 Newton**

En la Gráfica 10, se puede observar, de la información de profundidad, que el desgaste llegó hasta el substrato y que coincide en lo mostrado en la Figura 54.

Desde el inicio de la prueba se observa que el desgaste aumentó hasta llegar a la máxima profundidad de la huella (al llegar al substrato). En ese intervalo el Coeficiente de fricción aumenta, y luego de pasar éste punto, la profundidad también tiene una disminución aparente, probablemente por la acumulación de escombros alrededor del cráter. También hay una baja en el coeficiente de fricción que pudo deberse a que agua del coloide estuvo funcionando como lubricante y que ocasionó que éste se mantenga prácticamente constante.

En la Figura 54 se aprecia un régimen combinado de desgaste de dos y tres cuerpos y, como se ha reportado por otros autores (Trenzona R. I., 1999), la abrasión de dos cuerpos predomina al centro de la huella, mientras el desgaste de tres cuerpos es más notorio cercano a las orillas.



Gráfica 10 Profundidad y CoF obtenidas en TiN sobre acero 304 utilizando 1N de carga



Figura 54 Huella obtenida en TiN sobre acero 304 utilizando 1N de carga

### Carga: 2 Newtons

En éste caso se observa (Gráfica 11) que el desgaste llega al sustrato más rápido que cuando se tiene 1N de carga; como en el caso anterior, el desgaste es creciente hasta que se ha llegado al sustrato (mínimo en la gráfica).

A diferencia de las condiciones anteriores, se observa que el coeficiente de fricción disminuye durante el tiempo en que se llega a la máxima profundidad y después de que se ha llegado al sustrato tiende a estabilizarse; además alrededor del segundo 500 observa una elevación en la gráfica que igual que en el caso anterior es signo de

que hay acumulación de escombro alrededor de la huella. También se observa el descenso del coeficiente de fricción.

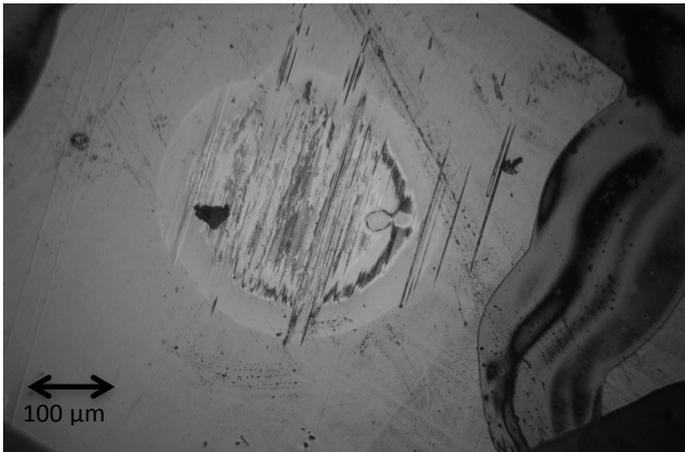
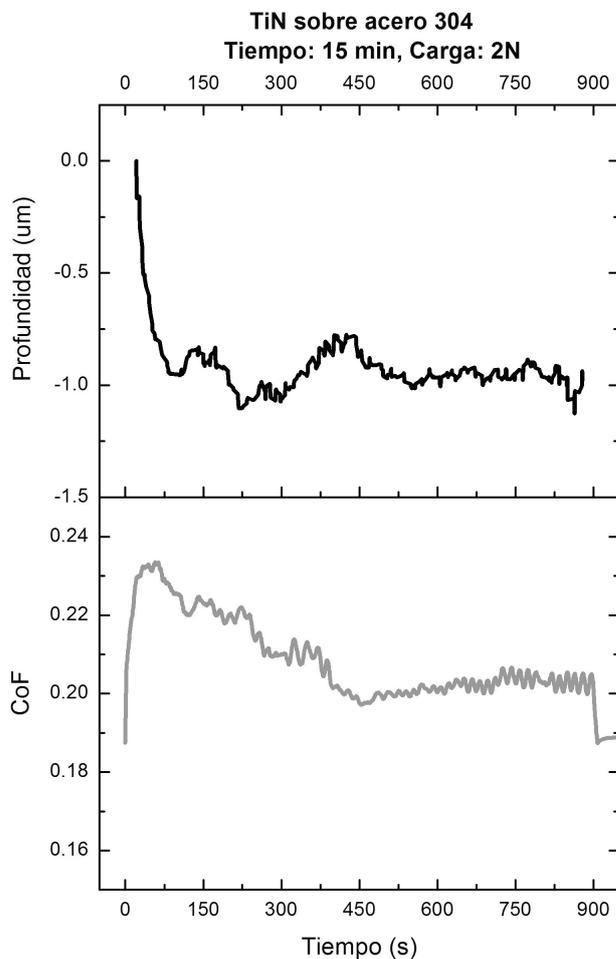


Figura 55 Huella obtenida en TiN sobre acero 304 utilizando 2N de carga

En la Figura 55 se observa la huella obtenida al usar 2N de carga, no se aprecia un efecto importante de delaminación y además, los bordes del cráter están bien definidos. Se aprecian marcas predominantes de desgaste por abrasión (dos cuerpos) debidos probablemente a una baja concentración en el coloide, que coincide con lo observado en la Gráfica 11 y la disminución del coeficiente de Fricción.



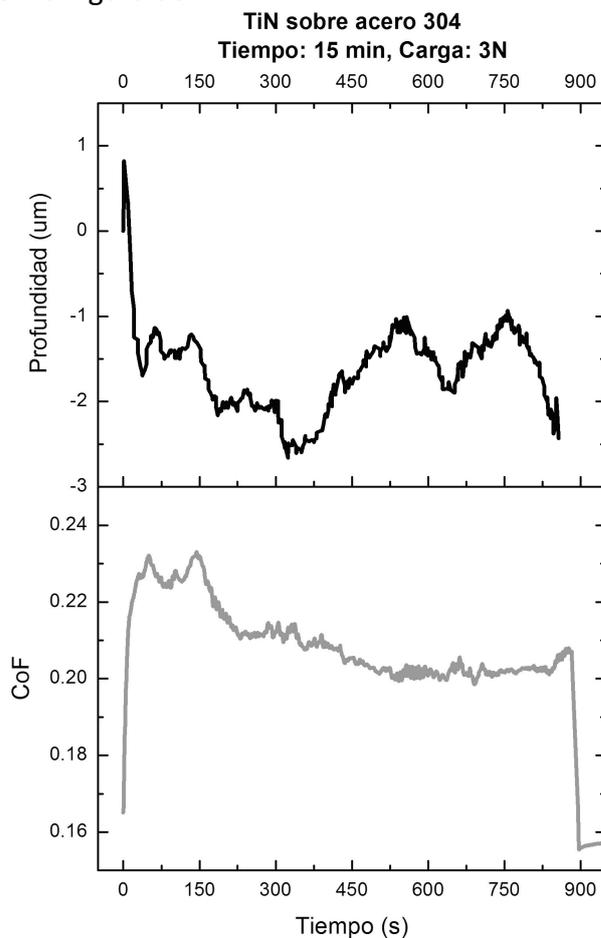
Gráfica 11 Profundidad y CoF obtenida el TiN sobre acero 304 utilizando 2N de carga

### Carga: 3 Newtons

Utilizando 3N de carga, se vuelve a observar (Gráfica 12) una tasa de desgaste elevada (profundidad/tiempo, es decir, la pendiente de la gráfica de profundidad) hasta que se llega al sustrato, además, en este intervalo el coeficiente de fricción aumenta hasta mantenerse casi constante. Después de ese punto, en que el desgaste era combinado entre el sustrato y el recubrimiento, se aprecia que la tasa de desgaste siguió aumentando hasta llegar al mínimo alrededor de 350 segundos, en ese mismo intervalo el coeficiente de fricción disminuyó hasta estabilizarse, de nuevo se infiere que esto debido al efecto lubricante del agua en el punto de contacto.

En ésta prueba existe un mayor volumen desgastado que puede verse reflejada en la última etapa de la prueba: se aprecian máximos locales en la gráfica de profundidad provocados probablemente por la acumulación de escombros alrededor del cráter.

En los casos de cargas menores, se había presentado un modo de abrasión mezclado de dos y tres cuerpos, el primero debido a la baja concentración del coloide. En éste caso, como la carga aumentó, predominó el desgaste de dos cuerpos como se observa en la Figura 56.



Gráfica 12 Profundidad y CoF obtenido en TiN sobre acero 304 utilizando 3N de carga

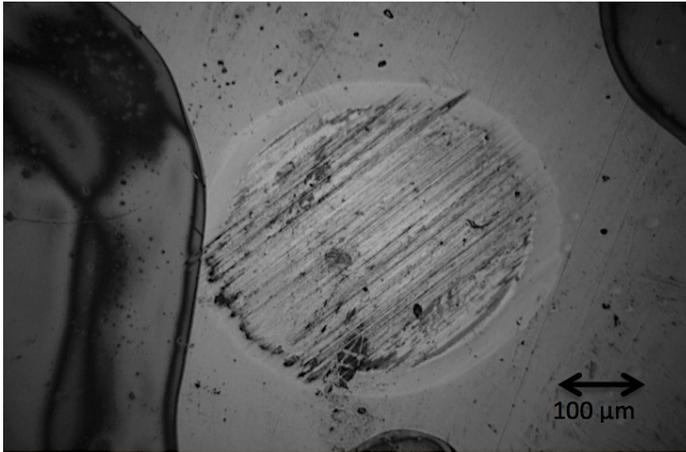
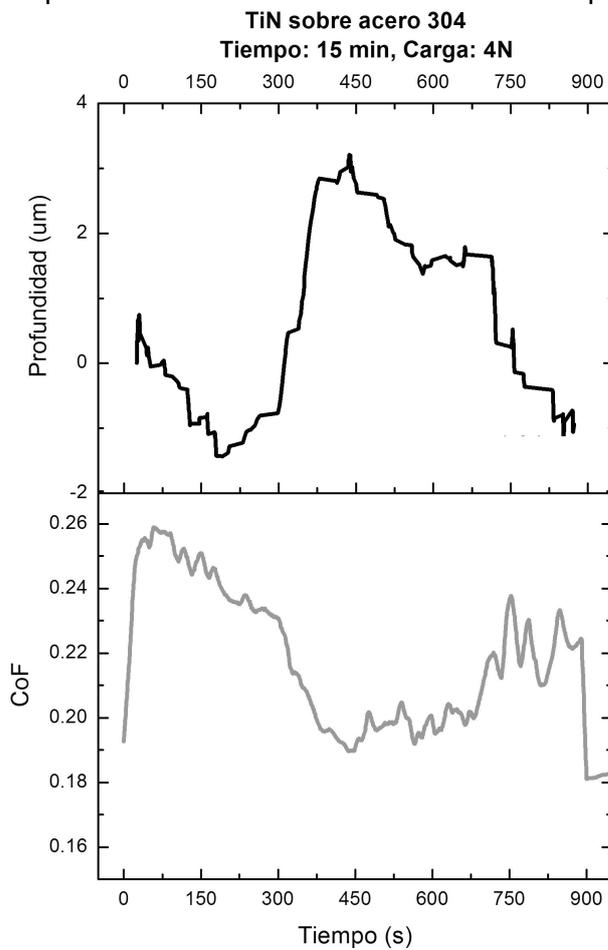


Figura 56 Huella obtenida en TiN sobre acero 304 utilizando 3N de carga

**Carga: 4 Newtons**

En la prueba hecha utilizando 4N se observa tanto en la Gráfica 13, como en la Figura 57 que el cráter tiene dimensiones menores que cuando se utilizaron 3N.



Gráfica 13 Profundidad y CoF obtenido en TiN sobre acero 304 utilizando 4N de carga

En la Gráfica 13 se observa un comportamiento semejante a los casos anteriores durante la primera parte de la prueba: la profundidad del cráter aumentó constantemente hasta el punto en que se ha llegado al sustrato, mientras que el comportamiento del coeficiente de fricción también es creciente hasta estabilizarse. Después se observa la tendencia creciente en la profundidad, como en todos los casos

anteriores. El coeficiente de fricción también disminuyó pero no tan notoriamente como las pruebas anteriores y además el tipo de desgaste continúa siendo del tipo de dos cuerpos (Figura 57). El comportamiento del Coeficiente de fricción que no se reduce tanto como en los casos previos puede estar involucrado con el hecho de la acumulación de escombros en la huella y la carga elevada: como se ha venido mencionando previamente, el comportamiento de abrasión entre dos cuerpos, plenamente distinguido en la micrografía, fue debido a la baja concentración en el coloide y/o a las cargas elevadas; bajo las condiciones de esta prueba, el coloide puede que haya cambiado de concentración al mezclarse con el escombros, pero como la carga es elevada, se mantiene el régimen de desgaste.

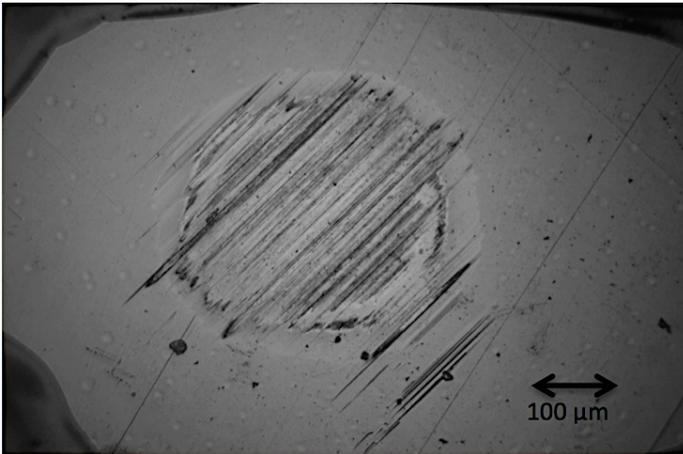


Figura 57 Huella obtenida en TiN sobre acero 304 utilizando 4N de carga

#### 4.1.3.2 TiVN (Espesor $2.50 \pm 0.39\mu\text{m}$ ) sobre acero 304

Se hicieron pruebas de 30 minutos con cargas de 1, 2, 3, 4 y 5N y repitiendo cada una 3 veces. El voltaje suministrado al motor fue de  $7.7 \pm 0.1$  V y haciendo el procedimiento mencionado en la sección anterior se determinó que la velocidad de giro es de  $124.2 \pm 3.9$  RPM, es decir  $348.0 \pm 12.1$  metros.

##### **Carga: 1 Newton**

En la prueba con carga de 1N apenas se llegó al sustrato. En la Gráfica 14, del sensor de profundidad se observa que, a pesar de haber subidas y bajadas (en algunos momentos hay acumulación de escombros), el desgaste se mantuvo creciente. En la segunda parte de la prueba, parece que el desgaste se mantuvo constante pero con una rapidez distinta que al inicio.

Respecto al coeficiente de fricción, se observa un máximo alrededor del segundo 600 que pudiera asociarse con la acumulación de escombros: el pico se presenta justo después de una zona de descenso en la profundidad. Después de éste punto el coeficiente vuelve a disminuir hasta estabilizarse.

De la Figura 58, se observa que todo el desgaste obedece al régimen de desgaste de dos cuerpos. El arado se observa en todo el cráter, lo que vuelve a sugerir que la concentración del coloide fue baja.

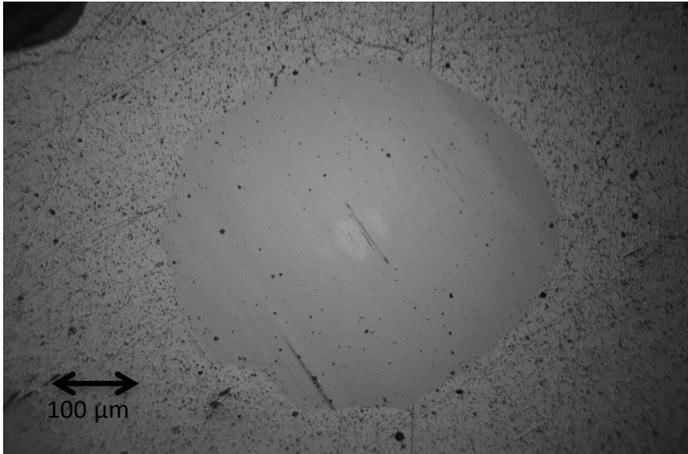
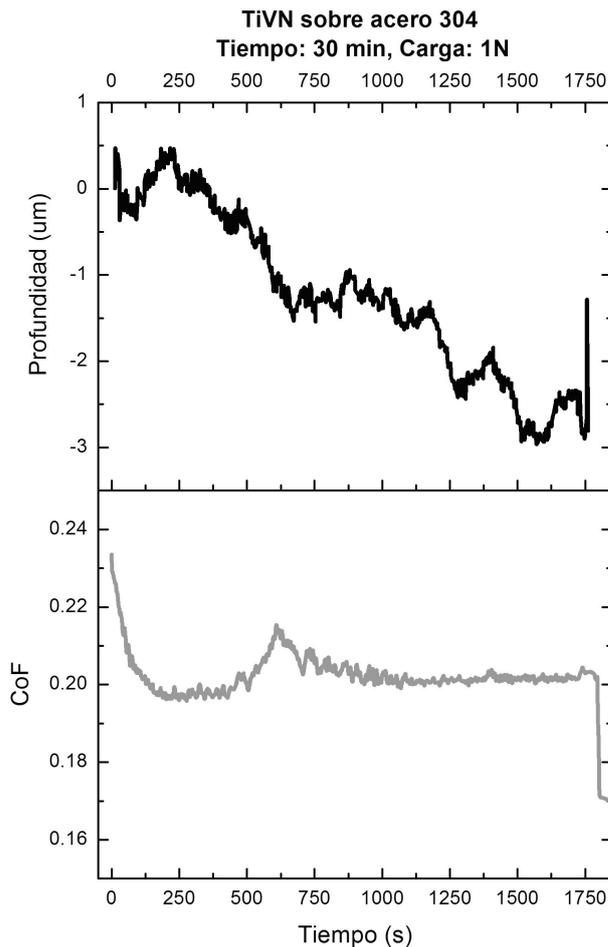


Figura 58 Huella obtenida en TiVN sobre acero 304 utilizando 1N de carga



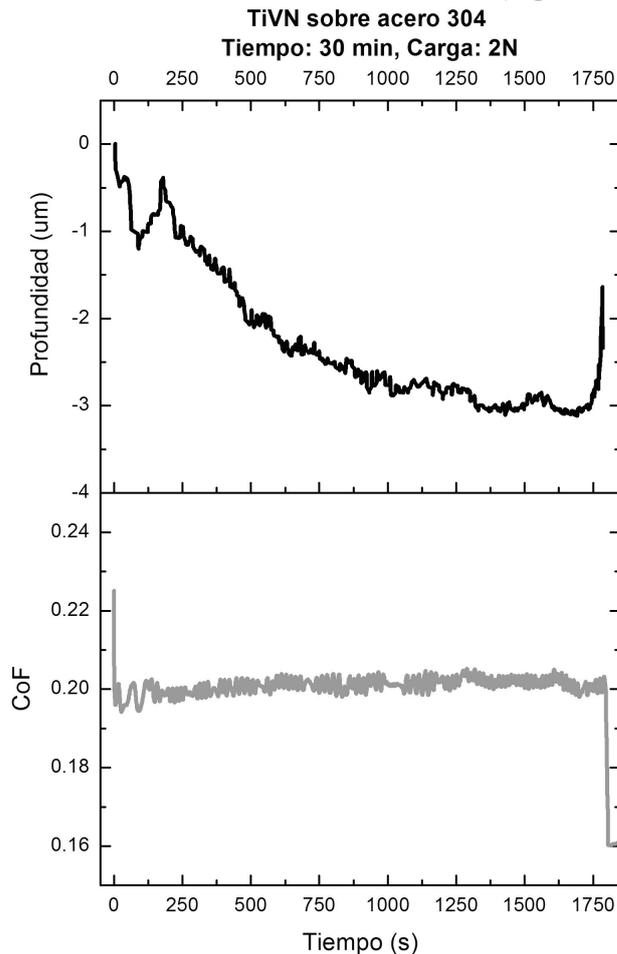
Gráfica 14 Profundidad y CoF obtenidos en TiVN sobre acero 304 utilizando 1N de carga

### **Carga: 2 Newtons**

En la Gráfica 15 se observa que al utilizar 2N de carga hubo un comportamiento muy semejante al previo: el desgaste fue aproximadamente constante con cierta tasa hasta que se llega al sustrato, después la tasa baja y el desgaste se mantiene constante hasta el final de la prueba.

El coeficiente de fricción no es concluyente debido a que permaneció prácticamente constante a lo largo de toda la prueba y no se observa ningún cambio significativo sobre todo en la zona de transición.

En la Figura 59 también se observa el predominio de desgaste de dos cuerpos; el arado se aprecia claramente en toda la huella, a diferencia de lo observado en el recubrimiento de TiN sobre acero 304 (Figura 54).



Gráfica 15 Profundidad y CoF obtenido en TiVN sobre acero 304 utilizando 2N de carga

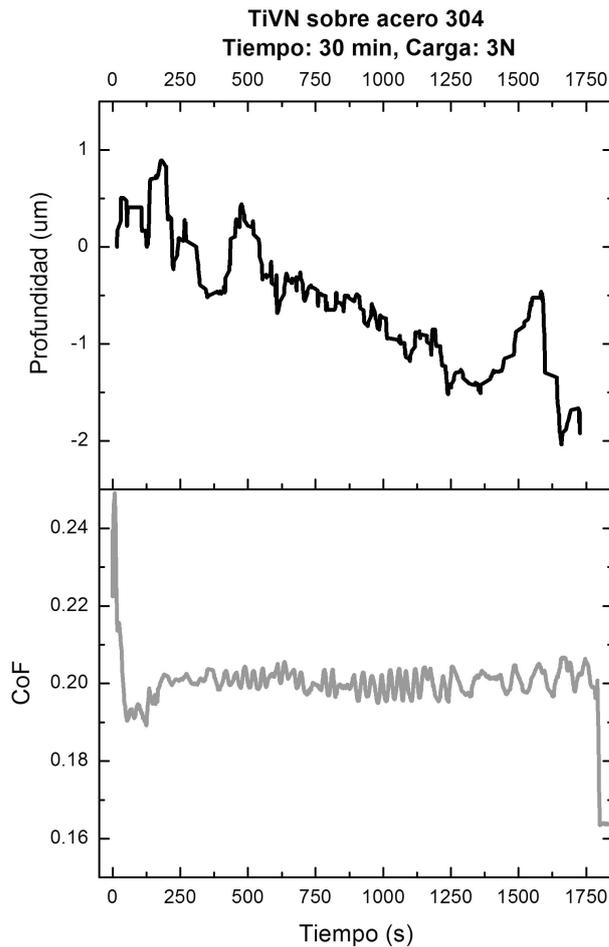


Figura 59 Huella obtenida en TiVN sobre acero 304 utilizando 2N de carga

### **Carga: 3 Newtons**

En la Gráfica 16 se observa que al inicio el sensor de profundidad muestra un aumento, esto puede deberse a que más coloide llegó al punto de contacto debido al giro de la bola. Para evitar éstos fenómenos, se colocaron gotas de coloide en la interfaz, pero

como el medio líquido es agua (baja viscosidad), éste pudo haberse escurrido, y cuando la bola comenzó a girar, el coloide volvió a llegar al punto de contacto.



Gráfica 16 Profundidad y CoF obtenido en TiVN sobre acero 304 utilizando 3N de carga

Se observa una tasa de desgaste que tiende a ser constante a pesar de los mínimos y máximos locales. Como el desgaste apenas llegó al sustrato al final de la prueba, no existe mucha información sobre las condiciones de desgaste en esa etapa. Además, al observar el comportamiento en el coeficiente de fricción, como en el caso previo, se observa una caída en los primeros segundos, para luego estabilizarse durante casi toda la prueba.

En la Figura 60 se reitera que el régimen de desgaste de dos cuerpos existe en todo el cráter.

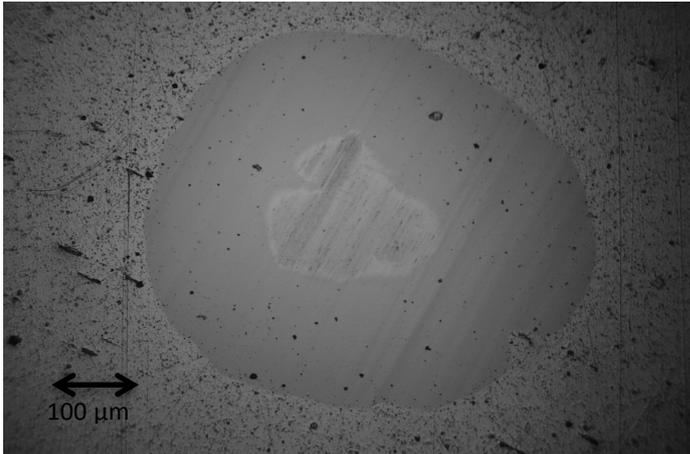


Figura 60 Huella obtenida en TiVN sobre acero 304 utilizando 3N de carga

#### **Carga: 4 Newtons**

Al inicio de la prueba se ve (Gráfica 17) una subida abrupta y un descenso considerable: la subida puede deberse al acomodo del sistema luego de que la bola comienza a girar. En las pruebas con TiVN el desgaste apenas comienza a darse en la zona del sustrato al final de la prueba y luego de ese punto, parece que la tasa de desgaste baja considerablemente.

Se observa que en los primeros 500 segundos de la prueba, el Coeficiente de fricción baja y sube rápidamente, probablemente debido al acomodo del sistema luego de que la bola comenzó a girar. Después del segundo 500, el valor del coeficiente de fricción se estabiliza hasta el final de la prueba.

En la Figura 61 se observa que, a pesar de haber hecho la prueba con una carga mayor, el cráter es más pequeño que los anteriores, y en la huella se observa que el desgaste apenas llegó al sustrato. Como en los casos anteriores, el régimen que predomina es el desgaste de dos cuerpos que coincide con el desgaste obtenido en las pruebas anteriores y además, con el aumento de carga.

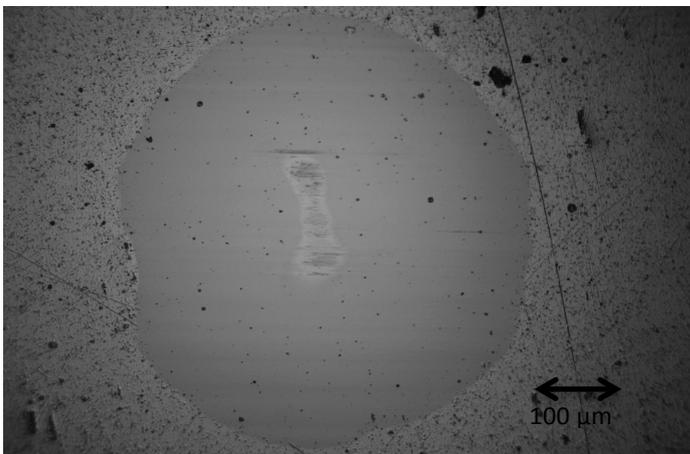
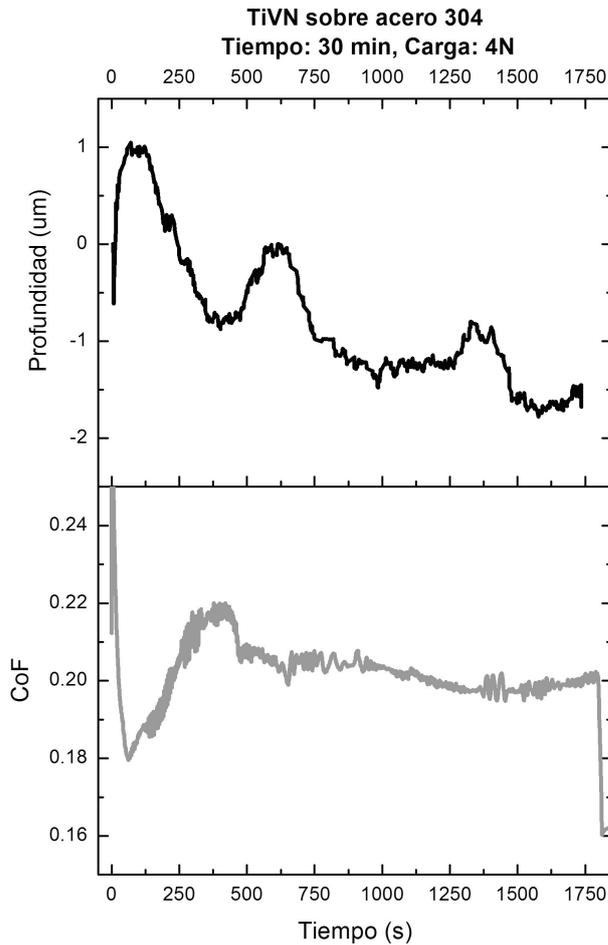


Figura 61 Huella obtenida en TiVN sobre acero 304 utilizando 4N de carga



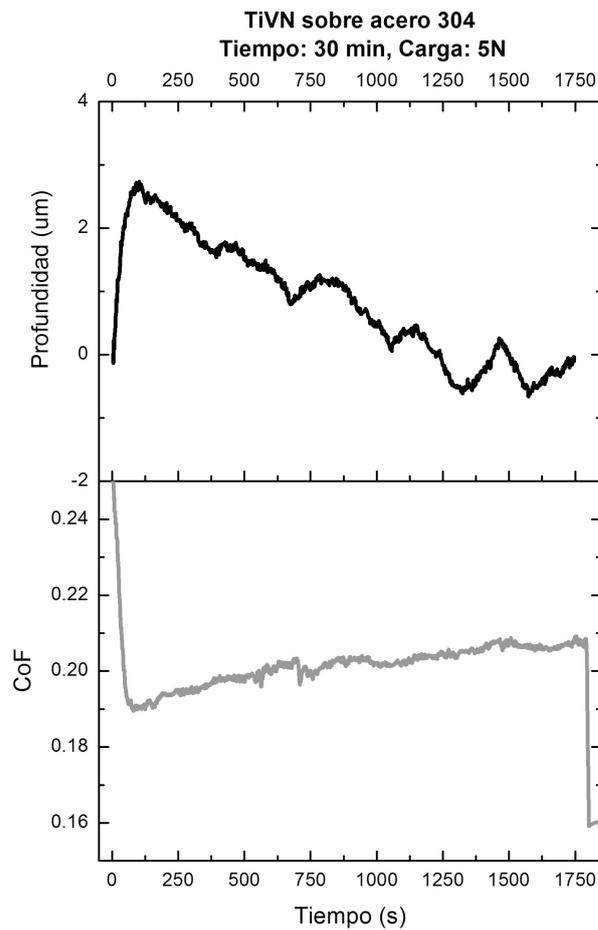
Gráfica 17 Profundidad y CoF obtenido en TiVN sobre acero 304 utilizando 4N de carga

#### **Carga: 5 Newtons**

En la Gráfica 18 se observa de nuevo que al inicio de la prueba hay una elevación abrupta y luego de llegar al sustrato, la tasa baja. Al inicio, la profundidad tiene un incremento pero se debe al acomodo del sistema, en gráficas que muestran este comportamiento, se sugiere tomar como cero el valor máximo de los primeros instantes de la prueba.

En éste caso, el coeficiente de fricción se mantiene prácticamente constante.

La Figura 62 muestra claramente el desgaste de dos cuerpos. En éstas condiciones, el arado es aun más notorio en todo el cráter debido a la carga elevada durante la prueba. La huella se observa bien definida en los bordes pero poco simétrica, esto puede deberse a que como la película fue depositada por evaporación de arco catódico, la homogeneidad en el espesor del recubrimiento varía más que cuando se deposita por sputtering.



Gráfica 18 Profundidad y CoF obtenido en TiVN sobre acero 304 utilizando 5N de carga

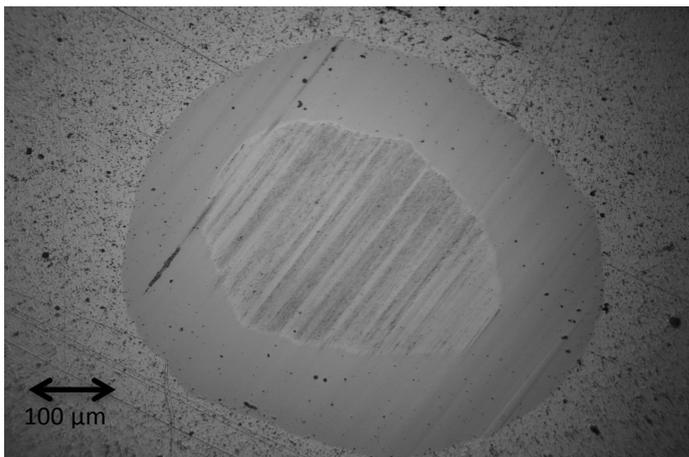


Figura 62 Huella obtenida en TiVN sobre acero 304 utilizando 5N de carga

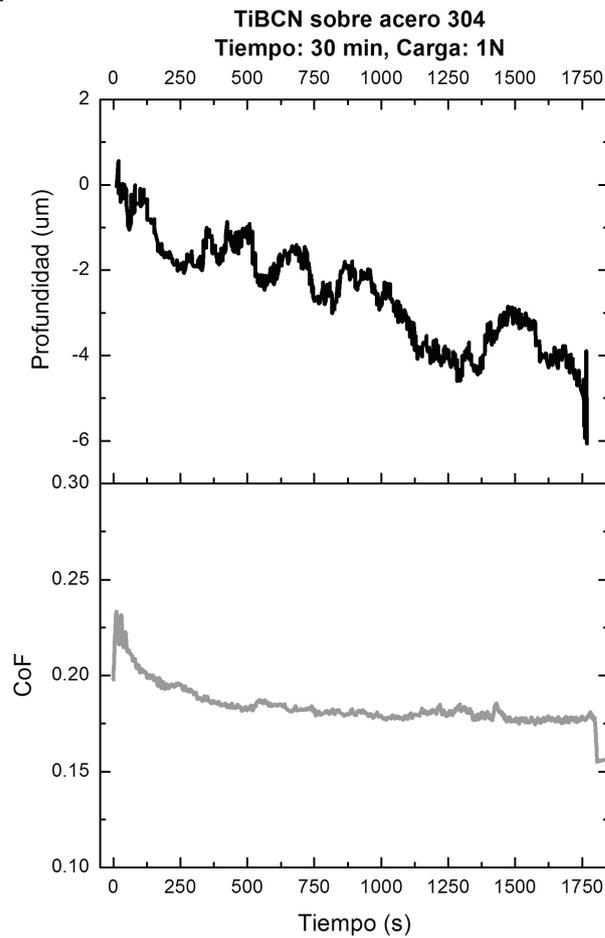
#### 4.1.3.3 TiBCN ( $4.61 \pm 0.43 \mu\text{m}$ ) sobre acero 304

Se llevaron a cabo pruebas de 30 minutos con cargas de 1, 2, 3, 4 y 5N, 3 repeticiones de cada una. El voltaje en el motor de  $7.7 \pm 0.1 \text{ V}$ , es decir,  $124.2 \pm 3.91 \text{ RPM}$  y  $347.96 \pm 12.12 \text{ metros}$ .

#### Carga: 1 Newton

En la Gráfica 19 se aprecia que la tasa de desgaste en la primera parte de la prueba es mayor que cuando se llega a desgastar también el sustrato. Del coeficiente de fricción

se observa que éste disminuye abruptamente en los primeros 500 segundos de la prueba hasta estabilizarse.



Gráfica 19 Profundidad y CoF obtenido en TiBCN sobre acero 304 utilizando 1N de carga

En la Figura 63 se observa, igual que en el TiVN, el dominio del régimen de desgaste de dos cuerpos; además, a pesar de utilizar una carga muy pequeña, la huella obtenida tiene dimensiones mucho mayores que cualquiera de los materiales previamente descritos. El cráter se observa bien definido en los bordes y con arado predominante en toda la huella.

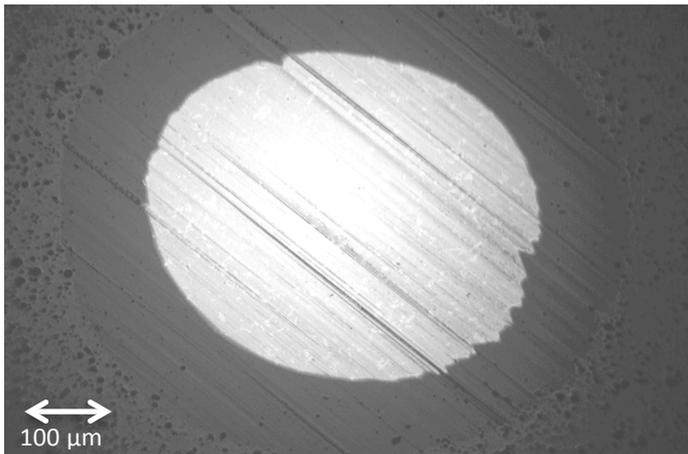


Figura 63 Huella obtenida en TiBCN sobre acero 304 utilizando 1N de carga

### **Carga: 2 Newtons**

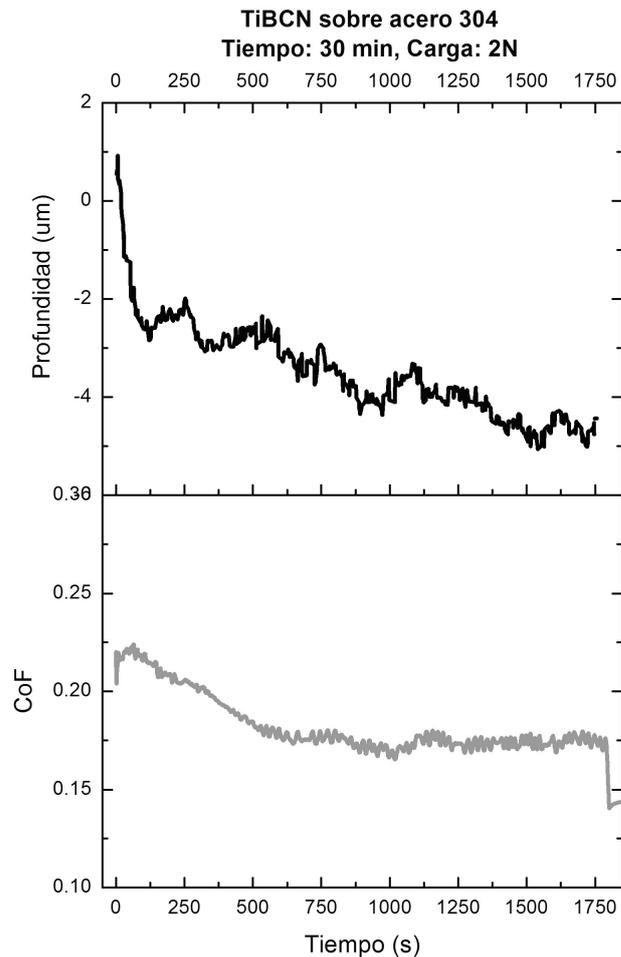
En la Gráfica 20 se aprecia de nuevo el comportamiento observado en TiN sobre acero 304: en los primeros segundos, el sensor de profundidad indica un desgaste abrupto, luego disminuye su tasa hasta que llega al sustrato. A partir de ese punto, la tasa de desgaste vuelve a disminuir, manteniendo ese comportamiento hasta el final de la prueba. En éste caso, no se observan prominencias considerables que sugieran la acumulación excesiva de escombros en el cráter.

El coeficiente de fricción mantiene una clara tendencia de disminución en la primera parte de la prueba, luego comienza a estabilizarse y cuando se llega a la interfaz entre el recubrimiento y el sustrato (segundo 1000), el coeficiente sube y baja ligeramente estabilizándose.



**Figura 64** Huella obtenida en TiBCN sobre acero 304 utilizando 2N de carga

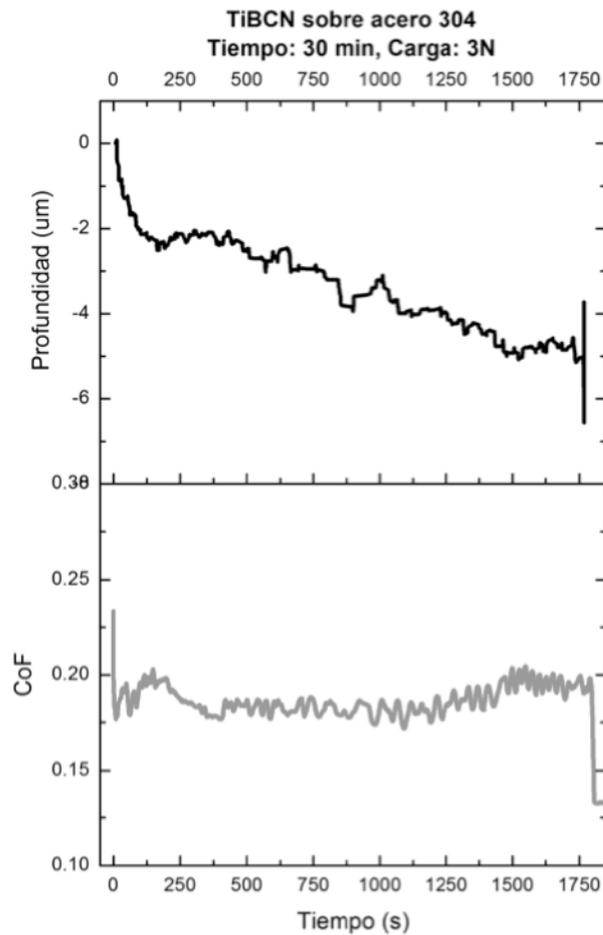
En la Figura 64 se aprecia claramente el arado dentro de la huella, los bordes se encuentran definidos pero el cráter tiene una forma alargada en el sentido del desgaste.



Gráfica 20 Profundidad y CoF obtenido en TiBCN sobre acero 304 utilizando 2N de carga

### **Carga: 3 Newtons**

En la Gráfica 21, se vuelve a apreciar el desgaste elevado en los primeros segundos de la prueba, luego la tasa disminuye hasta el punto en que se llega al substrato. Igualmente, los ascensos y descensos en la profundidad son más moderados que otras pruebas. Luego de llegar al substrato se vuelve a disminuir la tasa de desgaste ligeramente hasta el final de la prueba. También se observa que después de que el sistema se acomoda, en los primeros segundos de la prueba, el coeficiente de fricción comienza a disminuir significativamente y se estabiliza aunque aumenta su valor ligeramente en el momento en que se ha llegado al substrato (segundo 1500). En la Figura 65 se observan las mismas características que las huellas hechas con 1 y 2N, pero de dimensiones mayores. Se observa que el desgaste de dos cuerpos predomina.



Gráfica 21 Profundidad y CoF obtenida en TiBCN sobre acero 304 utilizando 3N de carga

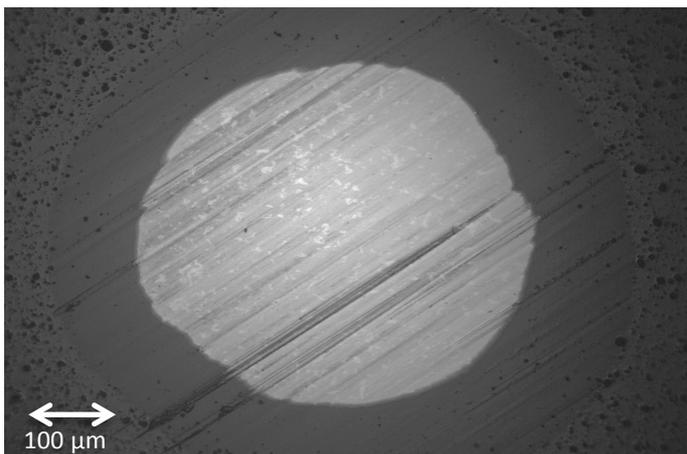
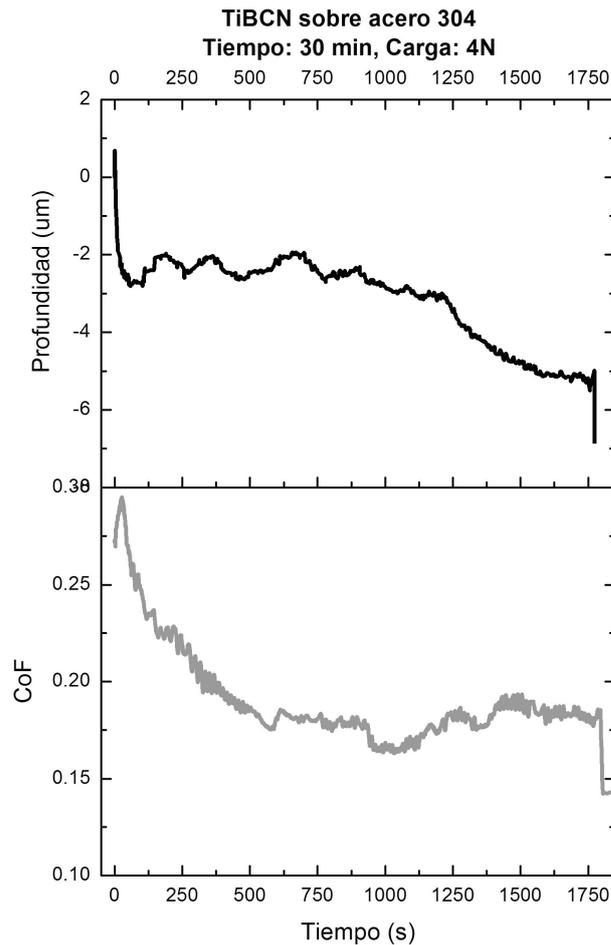


Figura 65 Huella obtenida en TiBCN sobre acero 304 utilizando 3N de carga

#### Carga: 4 Newtons

En la Gráfica 22, también se aprecia el desgaste acelerado en los primeros segundos de la prueba, luego la tasa de desgaste disminuye y se estabiliza hasta llegar al sustrato segundo 1500. En la gráfica del coeficiente de fricción se muestra, como en los casos con cargas menores, que la tendencia es de disminución hasta que el valor se estabiliza; cuando se pasa por la interfaz entre el sustrato y el recubrimiento se observa un ligero cambio en el valor del coeficiente, pero siempre manteniéndose alrededor de un valor estable.



Gráfica 22 Profundidad y CoF obtenido en TiBCN sobre acero 304 utilizando 4N de carga

En la Figura 66, la huella es tan grande que apenas se alcanza a visualizar el anillo que indica la interfaz entre el sustrato y el recubrimiento. Se observa un cráter más redondo que los anteriores y el evidente modo de desgaste de dos cuerpos.

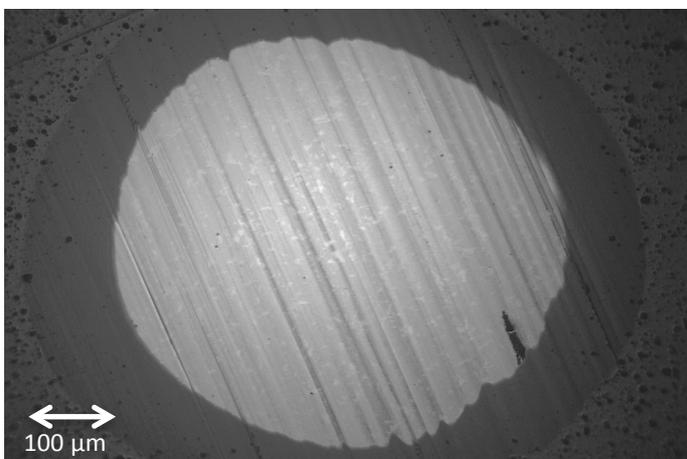


Figura 66 Huella obtenida en TiBCN sobre acero 304 utilizando 4N de carga

### Carga: 5 Newtons

En la Gráfica 23 se muestra que el sistema se reacomodó al inicio de la prueba. El desgaste llega al sustrato alrededor del segundo 1500. El coeficiente de fricción no

muestra cambios notorios cuando el desgaste ha llegado al sustrato y de hecho se estabiliza al llegar al segundo 750.

En la Figura 67 se presenta el cráter obtenido en ésta prueba. Como la carga sigue aumentando, el efecto de arado (desgaste de dos cuerpos) se intensifica.

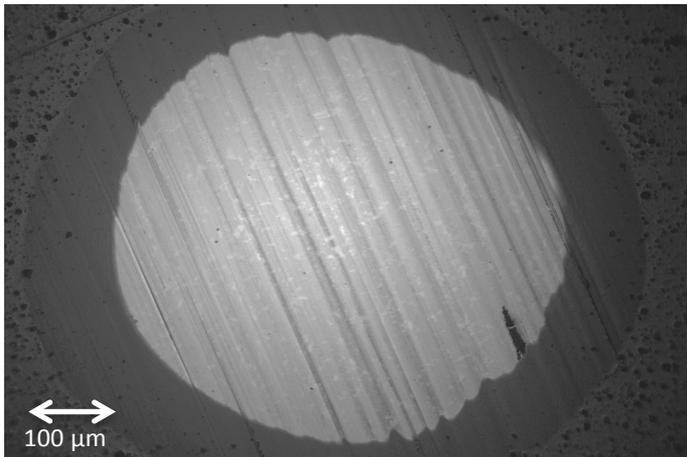
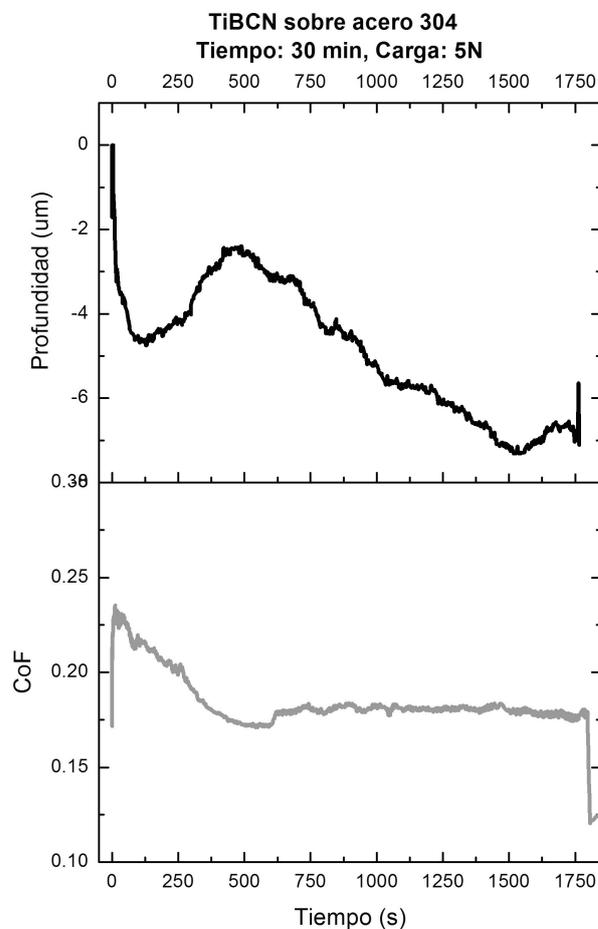


Figura 67 Huella obtenida en TiBCN sobre acero 304 utilizando 5N de carga



Gráfica 23 Profundidad y CoF obtenido en TiBCN sobre acero 304 utilizando 5N de carga

#### 4.1.4 Películas suaves sobre sustratos duros

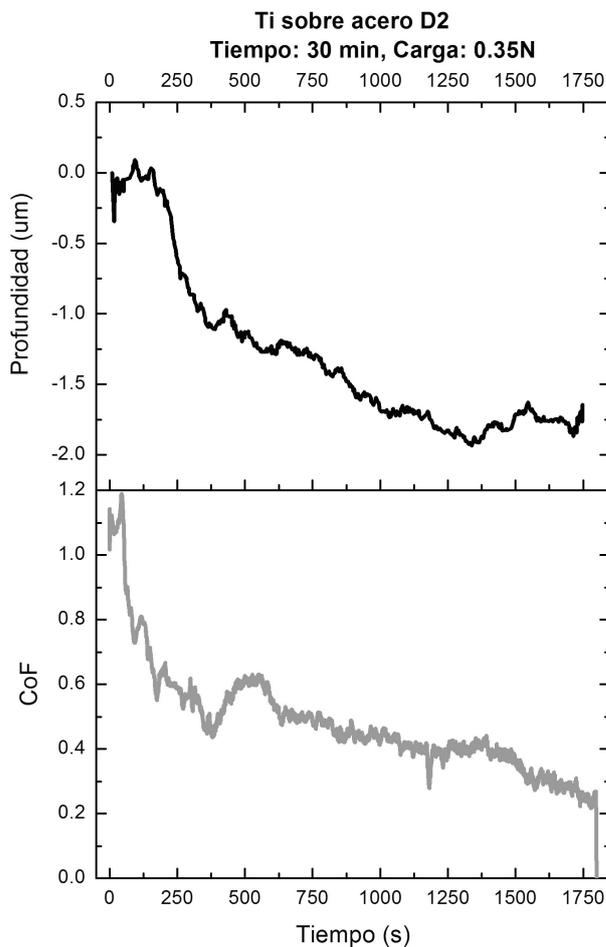
En seguida se muestran los resultados obtenidos con las película suave sobre sustrato duro.

#### 4.1.4.1 Ti sobre D2 ( $0.80 \pm 0.05 \mu\text{m}$ ) tratado térmicamente

En éste caso, como se explicó en la sección 3.3.2, el voltaje utilizado y las cargas fueron reducidas. El voltaje fue  $4.37 \pm 0.05$  V, dando  $42.9 \pm 0.1$  RPM y la prueba de 30 minutos. De lo anterior, se determinó que la distancia recorrida es de  $12.3 \pm 0.7$  metros. Las cargas fueron de 0.35N, 0.64N, 1N, 1.57N y 2N y haciendo 3 repeticiones de cada una.

#### Carga: 0.35 Newton

En la Gráfica 24, en los primeros 200 segundos el sensor de profundidad muestra que la profundidad oscila en valores cercanos a cero, esto puede deberse a que el material removido (probablemente por delaminación) se queda en el punto de contacto (posiblemente mezclándose con el coloide). Después de ese instante, el material se mueve del punto del contacto y por eso se observa el cambio en la profundidad. También se observa que el coeficiente de fricción disminuye abruptamente en los primeros 300 segundos de la prueba y luego tiende a estabilizarse al final de la misma.



Gráfica 24 Profundidad y CoF obtenido en Ti sobre acero D2 tratado térmicamente utilizando 0.35N de carga

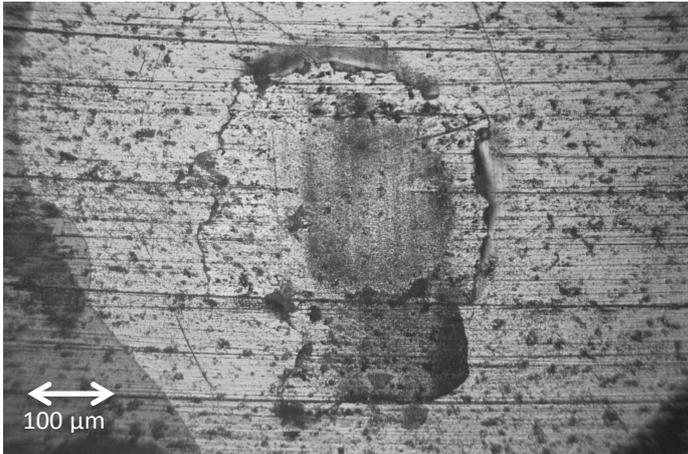


Figura 68 Huella obtenida en Ti sobre acero D2 tratado térmicamente utilizando 0.35N de carga

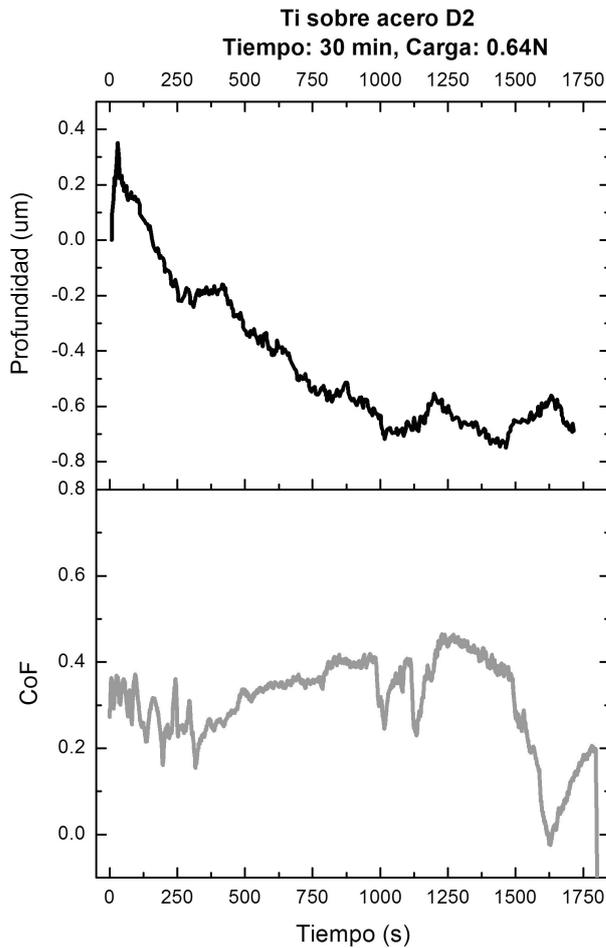
En la Figura 68 se muestra que el recubrimiento ha sido removido mayoritariamente por delaminación; en el sustrato se observa un cráter con bordes poco definidos y con un régimen de desgaste mezclado de dos y tres cuerpos, esto pudiera ser debido a que el material removido del recubrimiento se mezcla con el coloide, provocando abrasión por rodamiento (tres cuerpos).

#### **Carga: 0.64 Newton**

Al inicio en la Gráfica 25 se observa aumento en la profundidad, probablemente debido al coloide que llegó al punto de contacto luego de que la bola inició el giro, después de eso se observa que la pendiente de la gráfica es elevada hasta el segundo 200 (probablemente por delaminación), luego se estabiliza unos segundos (el material removido se queda en el cráter) y vuelve a disminuir hasta el momento de llegar al sustrato (el material ha cambiado de lugar). Después de llegar al sustrato se mantiene un comportamiento decreciente en la profundidad pero con una velocidad de cambio menor.

El coeficiente de fricción se mantiene variando ligeramente antes del momento en que se llega al sustrato. Cerca del segundo 200, el coeficiente registra un cambio perceptible que coincide con el momento en que el material delaminado se acumula en el cráter y luego cambia de lugar. Posteriormente, al llegar al segundo 1000 (que es cuando se ha llegado al sustrato) se percibe que la tasa de desgaste disminuye y además, el coeficiente de fricción muestra un cambio debido a que se ha llegado a la interfaz.

En la Figura 69 se ve la zona delaminada del recubrimiento de Titanio; además, dentro se observa el cráter hecho en el sustrato de acero, en él se ve una mezcla de desgaste de dos cuerpos, que predomina al centro y tres cuerpos cercano a las orillas. De las pruebas anteriores, se ha observado que el coloide probablemente posee baja concentración, pero en este caso como una cantidad considerable de recubrimiento de Ti fue delaminado y probablemente se mezcló con el coloide, la concentración varió dando como resultado la mezcla de regímenes de desgaste.



Gráfica 25 Profundidad y CoF obtenido en Ti sobre acero D2 tratado térmicamente utilizando 0.64N de carga

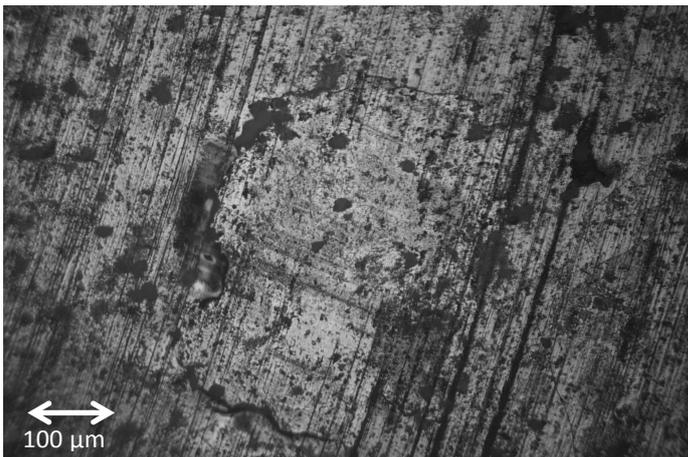
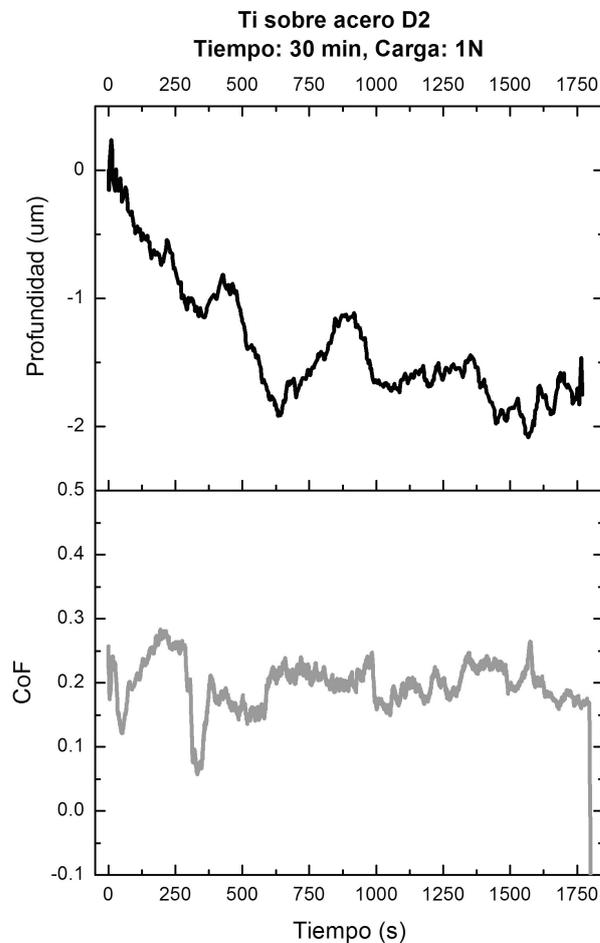


Figura 69 Huella obtenida en Ti sobre acero D2 tratado térmicamente utilizando 0.64N de carga

**Carga: 1 Newton**

En la Gráfica 26 se muestra que en los primeros 200 minutos, la velocidad de desgaste es considerablemente elevada, lo que sugiere que se trata del fenómeno de delaminación observado en la Figura 70; cuando la profundidad indica que se ha llegado al sustrato (segundo 300 aproximadamente), la gráfica del coeficiente de fricción también muestra un cambio; además, cuando se ha llegado al sustrato, la tasa de desgaste disminuye.

Como se mencionó anteriormente, el efecto de delaminación es considerable al inicio de la prueba y provoca que en la segunda parte del experimento no haya un desgaste combinado entre el sustrato y el recubrimiento, sino que al inicio se aprecia la delaminación y después se ve solamente abrasión en el sustrato como material en bulto. La información relevante es acerca de ese proceso de delaminación y como se comporta ese material removido durante la prueba.



Gráfica 26 Profundidad y CoF obtenido en Ti sobre acero D2 tratado térmicamente utilizando 1N de carga

En la Figura 70 se observa claramente el cráter obtenido en el sustrato en medio de una zona de extensa delaminación; a pesar que esto es más evidente en una de las mitades del cráter, se aprecia que en la otra mitad, dicha delaminación se localiza fuera de los bordes de la huella; es decir, que se confirma que el cráter se fue formando sin que la bola estuviera en contacto con el sustrato y el recubrimiento simultáneamente.

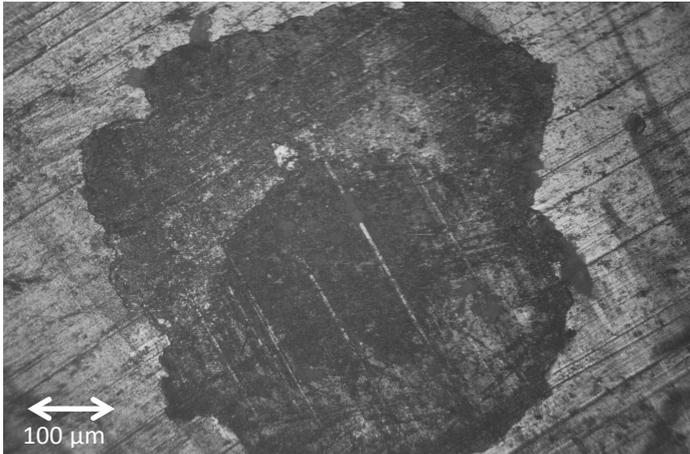


Figura 70 Huella obtenida en Ti sobre acero D2 tratado térmicamente utilizando 1N de carga

**Carga: 1.57 Newtons**

En la Gráfica 27 se observa al inicio una tasa alta de desgaste debido a que hay mezcla de delaminación (en menor medida que con las cargas previas) y desgaste. Como se observa en la Figura 71, la delaminación es menor aunque de nueva cuenta predomina en una de las mitades del cráter y en la otra mitad se observa que en los bordes de la huella aún permanece el recubrimiento que ha sido desgastado.

De las gráficas de profundidad y coeficiente de fricción se distingue que una vez que se ha llegado al sustrato(segundo 500), la tasa de desgaste disminuye considerablemente y que además el cambio es notorio en el coeficiente pero desfasado unos segundos como se ha venido mostrando con las otras cargas.

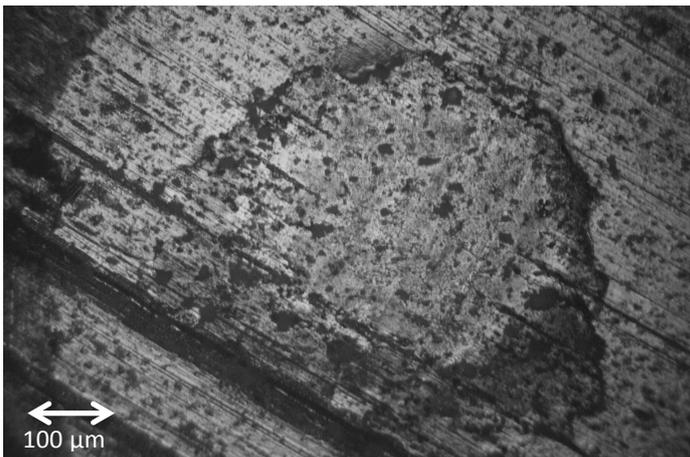
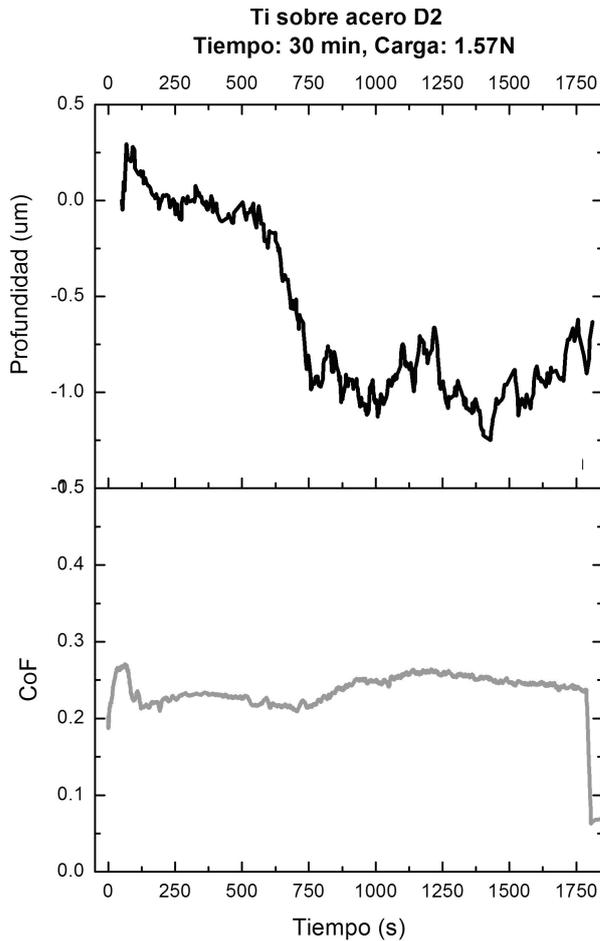


Figura 71 Huella obtenida en Ti sobre acero D2 tratado térmicamente utilizando 1.57N de carga

En la Figura 71 se observa que dentro del cráter ya no domina el desgaste de dos cuerpos, de hecho ya no se observan las marcas de arado, esto puede deberse a que los restos de recubrimiento se han mezclado con el coloide cambiando la concentración del mismo, lo que hace que predomine la abrasión por rodamiento (tres cuerpos).

En todas las imágenes de ésta muestra (Figura 68, Figura 69, Figura 70, Figura 71, Figura 72) se perciben marcas semejantes al arado pero éstas son debidas al acabado (maquinado) que posee el acero D2. Como se ha mencionado, éste sustrato fue tratado térmicamente, situación que hizo difícil darle un acabado menos rugoso.



Gráfica 27 Profundidad y CoF obtenido en Ti sobre acero D2 tratado térmicamente utilizando 1.57N de carga

**Carga: 2 Newtons**

En la Gráfica 28 se observa claramente el cambio de pendiente (tasa de desgaste) antes y después del haber llegado a la profundidad del sustrato (segundo 500). La gráfica de coeficiente de fricción muestra un cambio abrupto alrededor del segundo 250 pero ésta es debida a un cambio en el offset del sensor; a pesar del cambio, se observa el comportamiento del coeficiente de fricción a lo largo de la prueba.

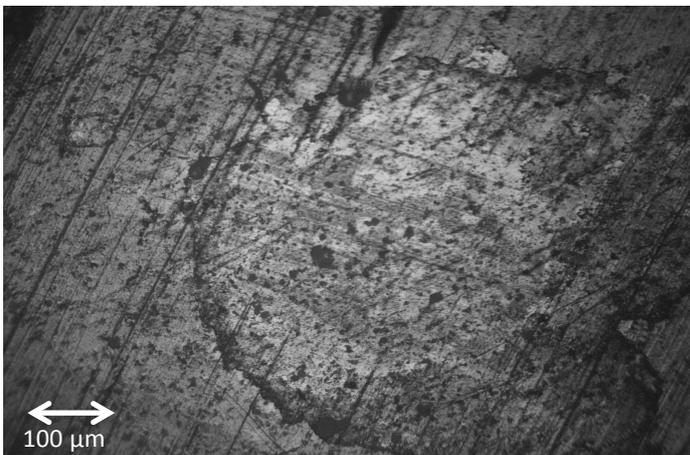
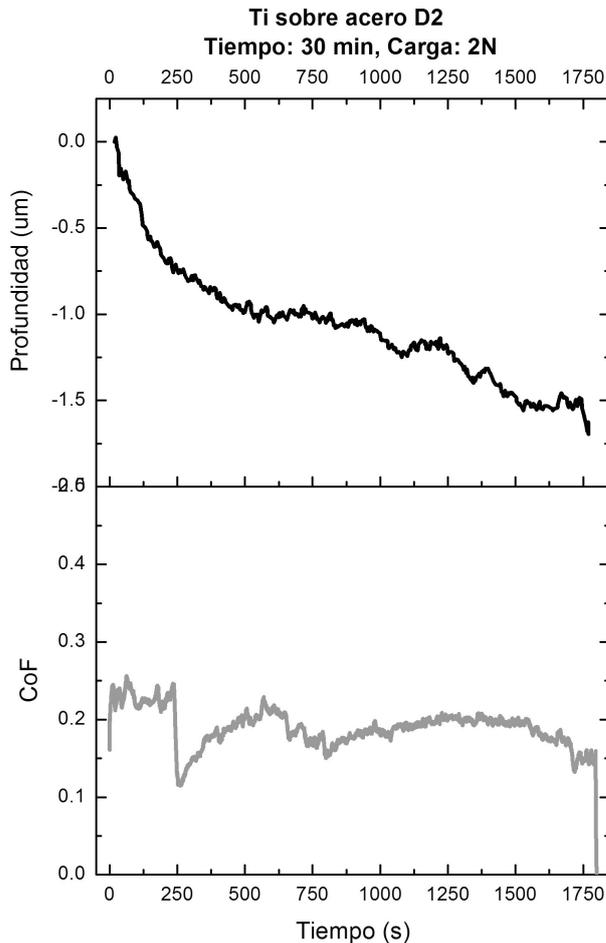


Figura 72 Huella obtenida en Ti sobre acero D2 tratado térmicamente utilizando 2N de carga



Gráfica 28 Profundidad y CoF obtenido en Ti sobre acero D2 tratado térmicamente utilizando 2N de carga

En los primeros 400 segundos, la tasa de desgaste es elevada, en parte por la delaminación que sigue presentando en la prueba. Después de que el sensor registra la profundidad a la que se ha llegado al sustrato, la gráfica muestra que la pendiente es cercana a cero, lo que coincide con todas las pruebas anteriores de ésta muestra. En la Figura 72 se vuelve a percibir delaminación predominantemente afuera de la mitad del cráter, mientras en la otra mitad se vuelve a observar que el recubrimiento ha sido desgastado al tiempo que el sustrato. Dentro del cráter se observa abrasión (de dos cuerpos) al centro de la huella y régimen de tres cuerpos cercano a las orillas, esto de nuevo por efecto del cambio de concentración del coloide.

#### 4.1.5 Multicapas

Además de las muestras descritas previamente, se decidió hacer pruebas en multicapas, esto debido al interés del presente trabajo de tener las condiciones más distintas posibles que hagan notorios los cambios en el desgaste. Cabe recordar que el TiN tiene dureza de 23.54 GPa y el Ti tiene de 0.98 GPa.

##### 4.1.5.1 TiN/Ti multicapas ( $2.75 \pm 0.17 \mu\text{m}$ ) sobre acero H13

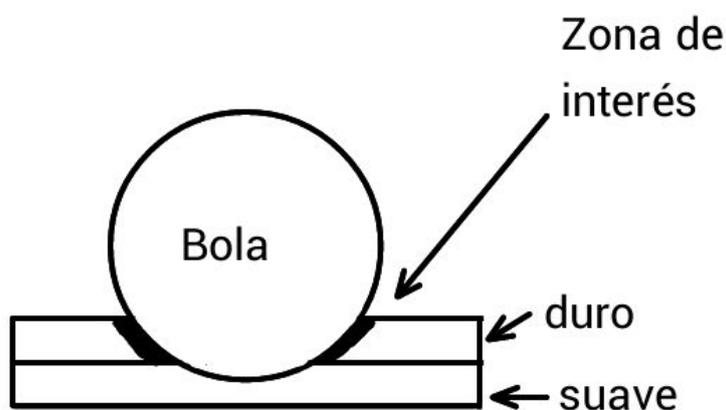
Igual que en los otros caso, se hicieron pruebas de arranque para determinar las condiciones de las pruebas y poder obtener la información necesaria. Se observó que las multicapas tardaban mucho tiempo en desgastarse y a veces se delaminaban. Se determinó que para llegar el sustrato se realizarían pruebas de 45 minutos, aplicando

voltaje de  $7.7 \pm 0.1$  V al motor; es decir,  $124.2 \pm 3.9$  RPM y  $513.1 \pm 19.2$  metros. Por lo mismo de la necesidad de llegar al sustrato, se decidió usar las mayores cargas: se utilizaron 3, 4 y 5N y 3 repeticiones de cada una.

### **Carga: 3 Newtons**

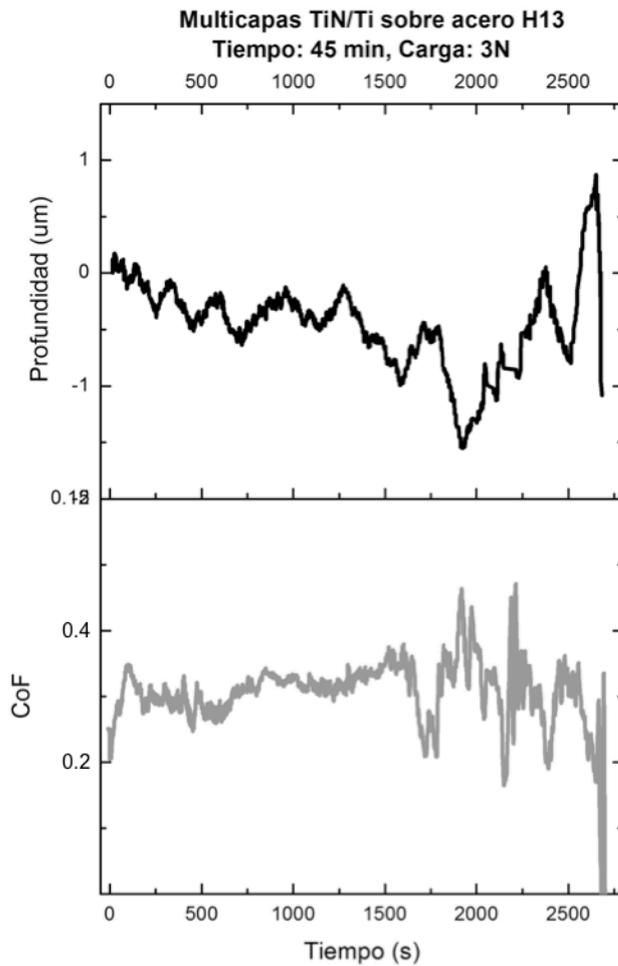
En la Gráfica 29 se aprecia que el cambio en la profundidad presenta un comportamiento periódico que coincide con que se tienen multicapas de Titanio y Nitruro de Titanio (Figura 52). El espesor del recubrimiento es de  $2.8 \pm 0.2$   $\mu\text{m}$ , sin embargo no se ha alcanzado por completo el sustrato, según la gráfica y la Figura 74; a pesar de esto, existe una zona de delaminación en el exterior del cráter, en la cual se han removido por completo las multicapas.

También se observa en la gráfica que alrededor del segundo 1800 (en que se llega a la profundidad máxima), la tendencia de la prueba no es de desgaste, sino de acumulación de material en la superficie de la muestra; a pesar de esto, es posible distinguir las diferencias al pasar por las multicapas, debido a que el contacto alrededor del cráter (zona de interés) es el que determina el comportamiento de la muestra como se muestra en la Figura 73.



**Figura 73 Diagrama de las zonas que determinan las condiciones de desgaste cuando se tiene un recubrimiento suave sobre un sustrato duro**

Además de lo anterior, la Gráfica 29 muestra claramente el cambio de comportamiento simultáneamente en el coeficiente de fricción y en la profundidad, lo que corresponde a cada una de las multicapas, como se ha venido mencionando. Precisamente, después de haberse alcanzado la máxima profundidad, el cambio en el coeficiente al pasar por las multicapas se vuelve más notorio debido a lo expresado previamente.



Gráfica 29 Profundidad y CoF obtenido en multicapas TiN/Ti sobre acero H13 utilizando 3N de carga

En la Figura 74 se observa la delaminación fuera del cráter. Se observa todo el cráter marcado con huellas de arado, por lo que se concluye que el régimen que prevalece es el de dos cuerpos. También se observa que, igual que se observa en la gráfica de profundidad, el desgaste no llega por completo al sustrato.

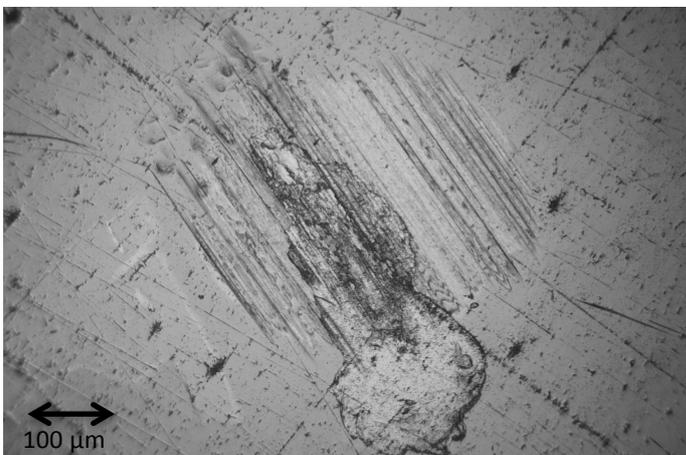
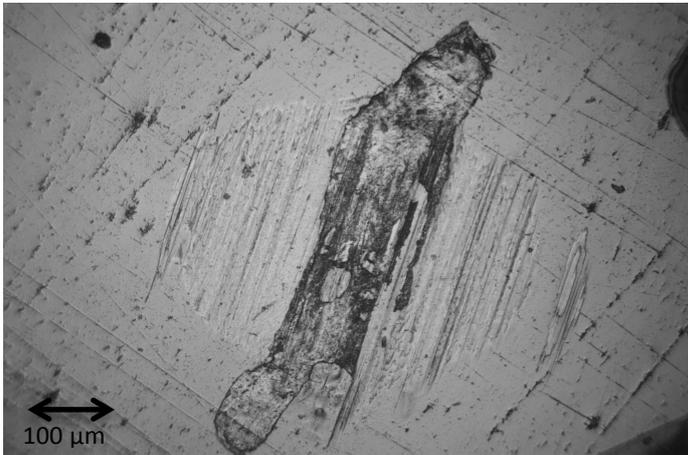


Figura 74 Huella obtenida en multicapas TiN/Ti sobre acero H13 utilizando 3N de carga

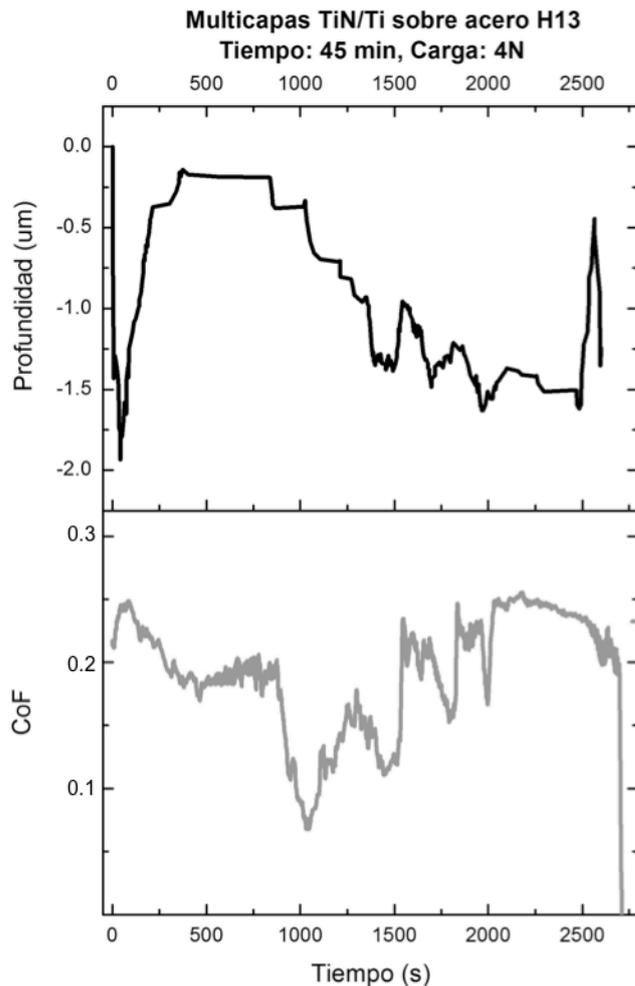
### **Carga: 4 Newtons**

En la Gráfica 30 se observa en los primeros segundos un descenso considerable, probablemente ocasionado por la delaminación que se da en medio de la huella conforme a lo observado en la Figura 75; luego se observa que se ha re acomodado el sistema (debido a tensiones residuales, el fluido en la interfaz, etc) y es cuando comienza a registrarse a detalle el proceso de desgaste. De nuevo se observa tanto en la gráfica como en la micrografía, que el desgaste no llegó por completo al sustrato, el cual se observa en el centro del cráter pero más bien por la delaminación que por desgaste.



**Figura 75** Huella obtenida en multicapas TiN/Ti sobre acero H13 utilizando 4N de carga

A pesar de lo anterior, es perceptible el cambio de condiciones de profundidad y fricción al pasar de una capa a otra pero por efecto del contacto en borde del cráter el que es determinante en el comportamiento del registro de los sensores (Figura 73).

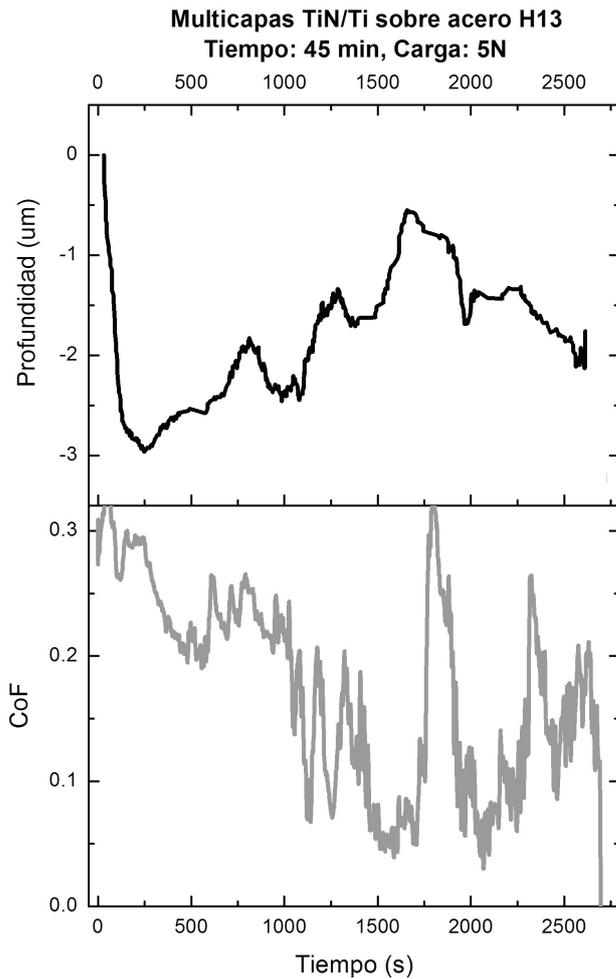


Gráfica 30 Profundidad y CoF obtenido en multicapas TiN/Ti sobre acero H13 utilizando 4N de carga

#### **Carga: 5 Newtons**

En la Gráfica 31 se vuelve a observar delaminación al inicio de la prueba, la profundidad máxima registrada por el sistema coincide con el espesor del recubrimiento; después de eso, el sistema vuelve a reconfigurarse para mostrar desgaste y acumulaciones de material a lo largo de toda la prueba. Probablemente las acumulaciones de material correspondan con las zonas en que se desgasta Titanio, pues como se observó previamente, éste tiende a acumularse en la huella luego de haberse desprendido.

En éste caso y conforme a lo observado en la Figura 76, tampoco se llega al sustrato, excepto por la zona en que la película se ha delaminado en un extremo del cráter. De nuevo, predominan las marcas de arado (desgaste de dos cuerpos).



Gráfica 31 Profundidad y CoF obtenido en multicapas TiN/Ti sobre acero H13 utilizando 5N

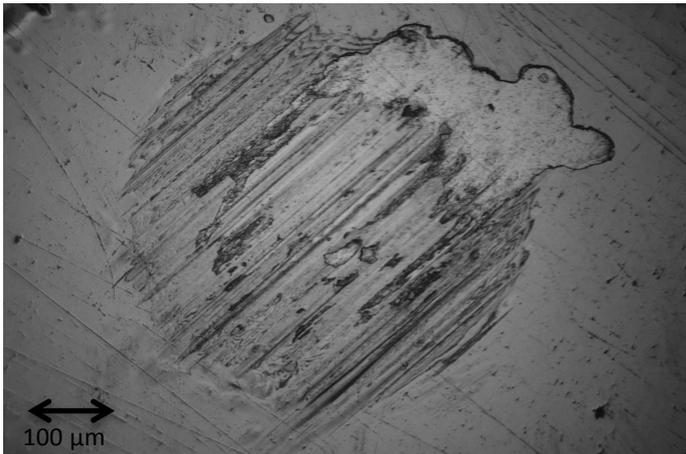


Figura 76 Huella obtenida en multicapas TiN/Ti sobre acero H13 utilizando 5N de carga

#### 4.2 Resultados y discusión general

Para los recubrimientos duros sobre sustratos suaves se observa que la tasa de desgaste es elevada hasta que se ha llegado al sustrato y luego disminuye debido al contacto del material duro en los bordes del cráter (Figura 73). El coeficiente de fricción tiende a disminuir conforme transcurre la prueba hasta llegar a estabilizarse

alrededor de un valor pero cuando se pasa por la transición entre el recubrimiento y el sustrato, generalmente el coeficiente de fricción varía.

El desgaste de dos cuerpos predomina a pesar de utilizar distintas cargas, de lo que se sospecha que la concentración del coloide es baja; usando cargas pequeñas se ve una mezcla de dos y tres cuerpos pero al elevar las cargas y sobre todo con los recubrimientos de TiVN y TiBCN domina el régimen de dos cuerpos.

Se observa que el escombros tiende a acumularse alrededor del cráter pues se presenta un aumento en el la medición de la profundidad pero no cambia el régimen de desgaste.

Del recubrimiento suave sobre sustrato duro, se esperaba obtener un comportamiento distinto al mostrado en recubrimientos duros sobre sustratos suaves, pero no sucedió; lo que se aprecia es un efecto de delaminación importante que obstaculiza el estudio de desgaste del sustrato junto con recubrimiento.

Como se observa en la Figura 77, después de la delaminación, la bola tiene contacto solo con el sustrato, el coloide, y probablemente con todo el material que ha sido removido en forma de escombros por lo que el efecto de desgaste del sustrato junto con el recubrimiento no se aprecia.

A pesar de lo anterior, se pudo concluir que el recubrimiento de Titanio tiende a concentrarse unos minutos en el punto de contacto y se mezcla con el coloide provocando variación en la concentración del mismo, afectando el régimen de desgaste en las huellas.

Respecto al coeficiente de fricción, éste también tiende a estabilizarse alrededor de un valor pero cambia cuando el escombros acumulado se ha removido de la zona de contacto.

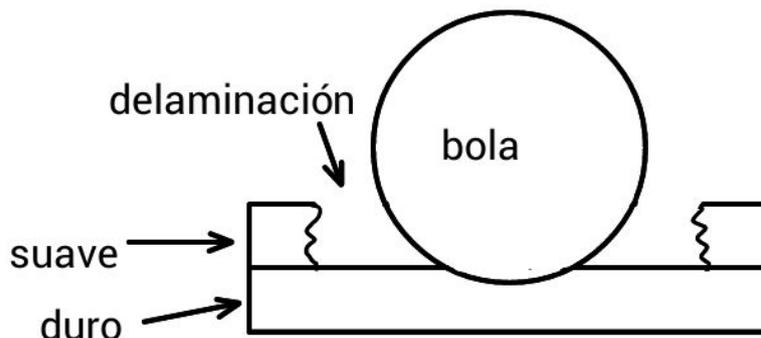


Figura 77 Esquema de las condiciones que se tienen en una prueba en la que se ha presentado una delaminación significativa del recubrimiento

Para hacer un análisis más detallado de recubrimiento suave sobre sustrato duro, se sugiere buscar un recubrimiento que no se delamine, así se podría confirmar el comportamiento esperado del cambio en las tasas de depósito.

Las multicapas también presentaron delaminación persistente, además de que a pesar de haber aumentado el tiempo de la prueba (distancia recorrida) y de solo usar cargas grandes, el desgaste no llegó al sustrato. Los sensores de profundidad y de fuerza muestran el cambio de condiciones entre una capa a pesar de la acumulación de material en la superficie, debido a que la zona de contacto entre la bola y los bordes del cráter resulta determinante en las mediciones del sensor de fuerza.

Las modificaciones realizadas al Ball Cratering funcionaron correctamente y ayudarán a seguir con distintas líneas de investigación. Se comprobó que medir espesores

utilizando Ball Cratering es eficiente; sin embargo, si se quieren hacer mediciones de profundidad con el sensor, se deberán hacer en seco, ya que se observó que agregar líquido en la interfaz aumenta la incertidumbre en la medición.

A continuación se presentan dos tablas (Tabla 1 y Tabla 2) que resumen los resultados principales obtenidos dependiendo el tipo de muestras.

Substrato	Recubrimiento	Espesor	Dureza del recubrimiento	Tiempo de la prueba (min)	Voltaje motor (V)	Velocidad (rpm)	Distancia (m)	Tiempo de estabilización del CoF	Profundidad máxima medida
Acero 304	TiN	1.05±0.11	23.54 GPa	15	7.72±0.05	123.15±4.37	347.95±12.12	450±50 s	4.5 μm
Acero 304	TiVN	2.5±0.39	32.67 GPa	30	7.72±0.05	123.15±4.37	347.95±12.12	100-800 s	3.5 μm
Acero 304	TiBCN	4.61±0.43	6.82 GPa	30	7.72±0.05	123.15±4.37	347.95±12.12	560±140 s	7.5 μm
Acero D2 tratado	Ti	0.80±0.05	0.97 GPa	30	4.37±0.05	42.90±0.02	12.30±0.67	n/a	2 μm
Acero H13	TiN/Ti (multapas)	2.75±0.17	14.97 GPa	45	7.72±0.05	123.15±4.37	347.95±12.12	n/a	3 μm

Tabla 1 Cuadro resumen de resultados

Tipo de muestra	Sensor de profundidad	Sensor de fuerza de fricción	Tipo de desgaste
Duro sobre suave	Tasa de desgaste elevada hasta llegar al sustrato y luego disminuye.  Acumulación de escombros en la interfaz y en el borde del cráter.	CoF tiende a estabilizarse después de un intervalo de tiempo.  En algunas muestras, cambio perceptible del CoF cuando se pasa del recubrimiento al sustrato.	2 cuerpos en cargas pequeñas.  2 y 3 cuerpos en cargas elevadas.
Suave sobre duro	Delaminación.  Se observa el comportamiento del	CoF tiende a variar conforme el escombros se transfiere y después de cierto tiempo tiende	3 cuerpos

	escombros en la interfaz	a estabilizarse	
Multicapas	<p>Delaminación.</p> <p>No se llega a desgastar el sustrato.</p> <p>Cambio simultáneo y periódico conforme se pasa de una capa a otra</p> <p>Acumulación de escombros al final de las pruebas</p>	Cambio simultáneo y periódico conforme se pasa de una capa a otra	2 cuerpos

Tabla 2 Cuadro de resumen de resultados

# Conclusiones

---

De los resultados obtenidos se puede concluir que la modificación del sistema de Ball Cratering resultó y trabaja conforme a los objetivos planteados. El cambio de motor, la instalación de sensores, calibración y correcciones del sistema funcionan correctamente.

El sistema después de las modificaciones es efectivo para determinar la profundidad de las huellas y el comportamiento del coeficiente de fricción a cada instante de las pruebas.

Con la instalación de los sensores, y comparando la información obtenida en cada uno, fue posible detectar los cambios de condiciones en las diferentes fases de la prueba; es decir, puede distinguirse cuando se desgasta el recubrimiento, el sustrato, ambos combinados e incluso cuando se pasa de una capa a otra en el caso de multicapas.

Gracias a los datos arrojados por los sensores combinados con los métodos posteriores de caracterización de las huellas, se puede tener una visión más general y detallado de los regímenes de desgaste en la prueba.

Gracias a la información de los sensores junto con las imágenes obtenidas con microscopio óptico, es posible determinar el comportamiento de la suspensión de abrasivo y de escombros.

La información de los sensores no es concluyente para distinguir entre sustrato duro con recubrimiento suave o sustrato suave con recubrimiento duro pero se sugiere hacer más pruebas con muestras más variadas, para ampliar la información.

Después del análisis de toda la información obtenida con el presente trabajo, no se pudieron concluir relaciones claras entre el comportamiento del coeficiente de fricción y los regímenes de desgaste presentes en las pruebas de micro abrasión.

También se ha determinado que la inspección de resultados de micro abrasión y de lubricación hechos en el sistema de Ball Cratering, proveen información de los mecanismos de desgaste y sobre todo del comportamiento de la tribocapa (suspensión, lubricante y partículas sueltas).

Además, se encontró que es necesario mejorar el sistema de adquisición de datos para facilitar y agilizar el proceso de eliminación de ruido y normalización de la señal, así como para obtener información más detallada de ambos sensores.

Debido al estudio acerca del comportamiento de la suspensión de abrasivo, se determinó que es necesario mejorar el sistema de suministro en la interfaz por dos razones:

- Se observó que en algunos momentos, la cantidad de suspensión presente en la interfaz es insuficiente.
- Se observó que las partículas de diamante en la suspensión comienzan a precipitarse debido a la viscosidad del agua, las propiedades de las partículas de diamante y sobre todo, a la duración de las pruebas.

También se concluye el Ball Cratering es un método excelente para medir espesor de recubrimientos si se miden las huellas obtenidas en las muestras; pero que la presencia de líquido en el contacto fomenta la acumulación de partículas y escombros, aumentando la incertidumbre en la medición con el sensor capacitivo.

# Trabajo a futuro

---

Debido a los resultados del presente trabajo se proponen algunos procedimientos para continuar en el futuro con éstos resultados:

Como se mencionó, es necesario mejorar el sistema de adquisición de datos utilizando una tarjeta de adquisición de datos en vez del programa Agilent.

Se debe optimizar el suministro de suspensión, por lo que se debe alimentar el abrasivo en el punto de contacto entre la bola y la muestra, en vez de que éste repose en una charola en la parte inferior. Además, para evitar el fenómeno de precipitación de las partículas, se invita a añadir un sistema que agite la suspensión durante el momento de la prueba.

Debido a los resultados obtenidos en el trabajo con aceites, se ve que será posible continuar con éstos experimentos en los cuales se prueban distintos tipos de lubricantes; no solo de distinta naturaleza del fluido, sino con aditivos de distinta naturaleza y en distinta concentración.

También, el resultado obtenido al trabajar con multicapas es alentador para continuar con un estudio más profundo con dichos materiales. También se invita a probar otros tipos de materiales en un futuro.

Para complementar el estudio de propiedades de tribológicos se sugiere analizar la rugosidad de las superficies antes y después de la prueba (perfilometría o AFM), hacer un análisis de la suspensión para estudiar las partículas que quedan en ella al final de la prueba, medir la deformación plástica de las muestras con el equipo, así como un micro análisis para determinar si hay corrosión durante las pruebas.

Finalmente, debido a que las películas de abrasivo y lubricante agregan incertidumbre en la medición de profundidad, se motiva a trabajar sin líquido en futuros trabajos.

# Bibliografía

---

## Bibliografía

- Leroy, J. M. (1990). Stress determination in elastic coatings and substrate under both normal and tangential loads. En D. & Dowson. Amsterdam: Elsevier.
- Liao, S. D. (2004). *Electricity and Magnetism at MIT*. (MIT) Obtenido de <http://web.mit.edu/viz/EM/visualizations/coursenotes/modules/guide05.pdf>
- Ltd, P. T. (2011). Obtenido de Phoenix Tribology Ltd.: <http://www.phoenix-tribology.com/cat/at2/leaflet/te66.pdf>
- Luo, D. B. (2010). Relationships between the fretting wear behaviour and the ball cratering resistance of solid lubricant coatings. *Surface & Coatings Technology* (204), 1259-1269.
- Czichos, H. (1978). *Tribology- a systems approach to the science and technology of friction, lubrication and wear*. *Tribology Series*. Amsterdam: Elsevier.
- Allsop, D. N. (1999). *Abrasive wear of bulk materials and hard coatings*. PhD Thesis, University of Cambridge.
- Allsop, D. N. (1998). The effects of ball surface condition in the micro-scale abrasive wear test. *Tribology Letters* (5), 259-264.
- adachi, K. H. (2003). Wear mode mapping for the micro scale abrasion test. *Wear* (255), 23-29.
- Adachi, K. H. (2003). Wear-mode mapping for the micro-scale abrasion test. *Wear* (255), 23-29.
- Arnell, R. D. The mechanisms of tribology of thin film systems. *Surface and Coatings Technology* , 43/44, 674-687.
- Blau, P. J. (1989). *Friction and wear transitions of materials- Break-in, Run-in, Wear-in*. New Jersey, USA: Noyes Publications.
- Blomberg, A. (1993). *Friction and wear of ceramics*.
- Batista, J. C. (2002). Micro-scale abrasive wear testing of duplex and non-duplex (single-layered) PVD (Ti,Al)N, TiN and Cr-N coatings Al). *Tribology International* , 36, 363-372.
- Bhushan, B. G. (1997). *Materials, Coatings, and Surface Treatments*. En N. P. Suh (Ed.), *Handbook of Tribology*. London: The MIT Press, London.
- Bowden, F. P. (1950). *Friction and lubrication of Solids Part 1*. Oxford: Oxford U. P.
- Bromark, M. L. (1997). Wear of Pvd Ti/TiN multilayer coatings. *Surface and Coatings Technology* , 90, 217-223.
- Bromark, M. G. (1995). Influence of recoating on the mechanical and tribological performance of TiN-coated HSS. *Surface and Coatings Technology* , 77, 481-486.
- Bruker. (s.f.). *Dektak 150 Surface Profiler*. Obtenido de [http://caat.engr.ucf.edu/aboutcaat/brochures/Dektak-150\\_brochure.pdf](http://caat.engr.ucf.edu/aboutcaat/brochures/Dektak-150_brochure.pdf)
- Burnett, P. J. (1987). The mechanical properties of wear-resistant coatings 1: Modelling of hardness behaviour. *Thin Solid Films* , 148, 41-50.
- Burnett, P. J. (1987). The relationship between hardness and scratch adhesion. . *Thin Solid Films* , 154, 403-416.
- Davis, J. R. (1998). *Metals Handbook* . CRC Press.

Epsilon, M. (s.f.). More Precision. CapaNDCT. High resolution capacitive displacement sensors and systems. *Manual*. Raleigh, USA.

Flores Martínez, M. (1997). "Recubrimientos de TiN/Ti depositados sobre Zinalco por espurreo. D. F. : UNAM.

Flores Martínez, M. (2004). *Multicapas de TiN-Ti depositadas por espurreo asistido con campos magnéticos variables*. D. F., México: UNAM.

Fabricación, G. T.-P. (s.f.). *Rugosidad Superficial*. Obtenido de <http://www3.fi.mdp.edu.ar/tecnologia/archivos/TecFab/10.pdf>

Franklin, S. (1991). *The friction and wear characteristics of several wear-resistant surface coatings*.

Fukumasu, N. S. (2014). Numerical evaluation of cohesive and adhesive failure modes during the indentation of coated systems with compliant substrates. *Surface & Coatings Technology*, 266-271.

Gachon, Y. (Mayo 2001). *Industrial Experience from HEF R&D on Abrasion Testing by Ball Cratering System*. HEF R&D.

Gant, A. J. (2011). A review of micro-scale abrasion testing. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 7 (44).

Gee, M. G. (2002). *Ball Cratering or Micro-Abrasion Wear Testing of Coatings*. Measurement Good Practice Guide, National Physical Laboratory, Teddington, Middlesex, UK.

Gee, M. G. (2003). Progress towards standardisation of ball cratering. *Wear*, 255, 1-13.

Gee, M. G. (2001). Review of ball cratering or micro-abrasion wear testing of coatings. *NPL Report MATC (A)*.

Gómez Botero, M. A. (2005). *Caracterización de las propiedades Tribológicas de los recubrimientos duros*. Barcelona, España: Universitat de Barcelona. Departament de Física Aplicada i Òptica.

Halling, J. (. (1975). *Principles of Tribology*. London: MacMillan Press.

Happ W W, S. W. (1956). Diffusion depths in silicon measured using cylindrical grooves. *Bull of the American Physical Society*, 1 (382).

Hedenqvist, P. B.-h. (1994). Mechanical and tribological characterisation of low temperature deposited PVD TiN coatings. *Surface and Coatings Technology*, 63, 115-122.

Holmberg, K. (1992). A suggestion for the classification of tribological mechanisms in coated surfaces. *Finnish Journal of Tribology*, 11, 1-17.

Holmberg, K. (1991). Tribological bases for accelerated testing. En K. a. Holmberg (Ed.). London: Elsevier.

Holmberg, K., & Matthews, A. (1998). *Coatings Tribology: Properties, Techiques and Applications in Surface Engineering*. Amsterdam, Holanda: Elsevier.

Hokkirigawa, K. a. (1988). An experimental and theoretical investigation of ploughing, curving and wedge formation during abrasive wear. *Tribology International*, 21, 51-58.

Hutchings, I. (1998). Abrasive and erosive wear tests for thin coatings: a unified approach. *Tribology International*, 31 (1-3), 5-15.

Hwang, D. Z. (2003). Transition from static to kinetic friction of unlubricated or oil lubricated steel/steel, steel/ceramic and ceramic/ceramic pairs. *Wear*, 365-375.

*Instituto de Cerámica y Vidrio*. (s.f.). Obtenido de [ww.icv.csic.es](http://ww.icv.csic.es)

Johnson, K. L. (1985). *Contact mechanics*. Cambridge: Cambridge University Press.

- McDonald, B. a. (1962). Measurement of the depth of diffused layers in silicon by the grooving method. *Journal of the Electrochemical Society* , 109, 141-4.
- McDonald, B. G. (1962). Measurement of the depth of diffused layers in silicon by the grooving method. *Journal of the Electrochemical Society* , 109 (2), 141-144.
- Mathew MT, N. C. (2011). *Does the tribolayer on a Metal-on-Metal (MoM) hip joint exhibit superior corrosion resistance?* Annual Meeting, ORS.
- Matthews, A. F. (2007). Tribological coatings: contact mechanisms and selection. *Journal of Physics D: Applied physics* (40), 5463-5475.
- Micro-Epsilon. (2008). Instruction Manual. Ortenburg, Alemania.
- Nikon Microscopy U. (s.f.). Obtenido de <http://www.microscopyu.com/articles/optics/>
- Ohring, M. (1991). *Materials Science of Thin Films. Deposition & Structure* (2a edicion ed.).
- Paar, A. (s.f.). Obtenido de Anton Paar: <http://www.csm-instruments.com/en/Standard-Calotest>
- Popov, V. (2010). *Contact Mechanics and Friction. Physical Principles and Applications*. Berlin, Alemania: Springer.
- Preece, C. M. (1979). *Treatise on Materials Science and Technology: Erosion*. New York Academic.
- R. L. Boxman, D. M. (1995). handbook of Vacuum Arc Science and Technology. N. J., Park Ridge: Noyes Publications.
- Rabinowicz, E. (1965). *Friction and wear of materials*. New York: John Wiley and sons.
- Roberts, E. W. (1989). The advantages and limitations of sputtered molybdenum disulphide as a space lubricant. *Proc. 4th European Symp. on "Space Mechanisms and Tribology"*, (págs. 59-65). Cannes, France.
- Roberts, E. W. (1989). Ultralow friction films of MoS<sub>2</sub> for space applications. *Thin Solid Films* , 181, 461-473.
- Rutherford, K. L. (1996). Laboratory characterisation of the wear behavior of PVD-coated tool steels and correlation with cutting toll performance. *Surface and Coatings Technology* , 80, 176-180.
- Rutherford, K. L. (1996). A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems. *Surface and Coatings Technology* (79), 231-239.
- Rutherford, K. L. (1996). Micro-scale abrasive wear testing of PVD coatings on curved substrates. *Tribology letters* , 2, 1-11.
- Rutherford, K. L. (1997). Theory and application of a micro-scale abrasive wear test. *Journal of Testing and Evaluation* (25), 250-260.
- Science lab. (s.f.). Obtenido de <http://www.leica-microsystems.com/science-lab/the-optical-microscope-some-basics/>
- Saleh, B. E. (1991). *Fundamentals of Photonics*. Wiley & Sons.
- Sainsot, P. L. (1990). Effect of surface coatings in a rough normally loaded contact. En D. & Dowson (Ed.). Amsterdam: Elsevier.
- Saka, N. (1980). Microstructure on friction and wear of metals. En N. P. Suh (Ed.). London: The MIT Press.
- Stachowiak, G. B. (2004). Wear mechanisms in ball-cratering tests with large abrasive particles. *Wear* , 256, 600-607.
- Stachowiak, G. W. (2004). *Experimental Methods in Tribology*. Netherlands: Elsevier.
- Suh, N. P. (1973). The delamination theory of wear. *Wear* , 25, 111-124.
- Suh, N. P. (1986). *Tribophysics*. New Jersey: Prentice-Hall.

- Technologies, A. (2013). *Load-Cell Testing in Practice*. Application Note.
- Tenorio Luna, A. (2014). Síntesis de Bismuto nano-estructurado por cátodo hueco planar toroidal. D. F., México.
- Thompson, V. H. (1979). *Surface Technology*, 8, 421-428.
- Thompson, V. H. (1979). The determination of composition depth profiles using spherical erosion and scanning Auger electron spectroscopy. *Surface Technology*, 8, 421-428.
- Trenzona, R. I. (1999). Three-body abrasive wear testing of soft materials. *Wear*, 233-235, 209-221.
- Trenzona, R. I. (1999). Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influences of test conditions in the microscale abrasive wear test. *Wear* (225-229), 205-214.
- Treviño Acevedo, A. M. (2004). Desarrollo de una metodología para pruebas de erosión. *Tesis de Maestría en Ciencias de la Ingeniería Mecánica*. Nuevo León, México.
- Vickers, D. (s.f.). Obtenido de Universidad Tecnológica de Pereira:  
<http://www.utp.edu.co/~gcalles/DUREZAVICKERS.pdf>
- Walls, J. M. (1979). Composition-depth profiling and interface analysis of surface coatings using ball-cratering and the scanning Auger microprobe. *Surface Interface Analysis*, 1, 240-10.
- Walls, J. M. (1979). Composition-depth profiling and interface analysis surface coatings using ball-cratering and the scanning Auger microprobe. *Surface and Interface Analysis*, 1, 204-210.
- Zhang, J. M. (1991). A model for friction in quasi-steady-state sliding Part 1. Derivation. *Wear*, 149, 1-12.

# Anexo A.1 Trabajo con aceites adicionado con nanopartículas

---

Uno de los estudios llevados a cabo con el Sistema de Ball Cratering fue el estudio de lubricantes adicionados con distintas concentraciones de nanopartículas de Bismuto.

Se prepararon aceites minerales con distintas concentraciones de nanopartículas de Bismuto como aditivos para tratar de mejorar las propiedades tribológicas de los lubricantes basados en el hecho de que el bismuto tiene una estructura cristalina y propiedades mecánicas semejantes a las del grafito.

Las nanopartículas se prepararon por ablación laser y miden entre 10 y 20 nm; además, se hicieron pruebas de Ball Cratering sobre acero 304 utilizando 3 ml de cada una de las muestras de aceite utilizando una carga de 2N y 2000 vueltas (1880 m aproximadamente).

A continuación se presentan los resultados obtenidos.

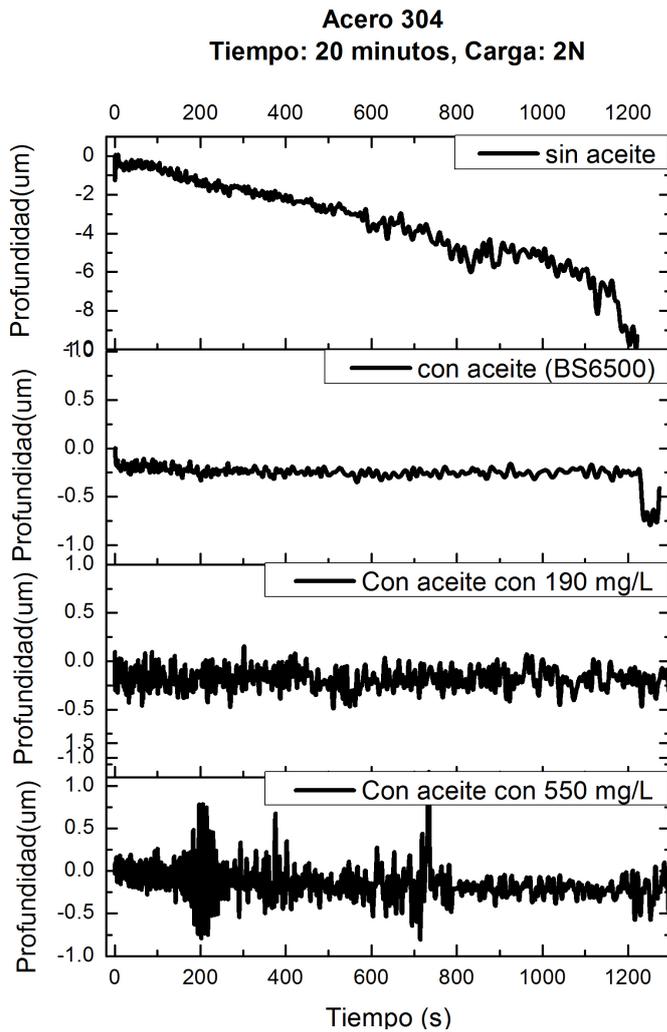
En la Gráfica 32 se observan que la señal obtenida del sensor capacitivo es consistente con las condiciones aplicadas en cada prueba. Se aprecia que el desgaste obtenido con y sin lubricante es completamente distinto: En condiciones secas, el cráter llega a una profundidad de aproximadamente  $9.5 \mu\text{m}$ , mientras que para los caso en que se tiene un lubricante presente, los cráteres no sobrepasan  $1 \mu\text{m}$  de profundidad.

Para el caso en condiciones secas, la información obtenida con el sensor es que el desgaste es prácticamente monótonamente creciente, además se observa en la Figura 78 que se tiene desgaste combinado de tres cuerpos y de abrasión.

En la prueba hecha con aceite sin nanopartículas adicionadas, se observa en la señal del sensor una pendiente menos pronunciada que en el caso anterior, lo cual es consistente con lo mostrado en la Figura 79, en la cual se observan algunas marcas de desgaste de tipo abrasivo. Se debe notar que no existe un cráter como tal, sino un conjunto de rayones.

Para los dos casos en los que se tienen nanopartículas en distintas concentraciones, el sensor de profundidad además, muestra un comportamiento distinto, coherente con las concentraciones de las nanopartículas. Para la concentración de 190 mg/L se observa que la señal tiene altos y bajos continuos y pronunciados (variación de  $0.3 \mu\text{m}$ ), lo que indica que las nanopartículas están siendo detectadas por el sensor. Para éste caso, y como se muestra en la Figura 80, se tiene el menor desgaste de las 4 condiciones utilizadas en este estudio.

Finalmente para la mayor concentración de nanopartículas (550 mg/L) el sensor muestra una señal aún más abrupta (variación de  $1 \mu\text{m}$ ) que coincide con la alta concentración de nanopartículas. En éste caso, el efecto de aglomeración de las nanopartículas es bastante notorio: se aprecian claramente zonas en las que se tiene una señal mucho más abrupta que en todos los caso anteriores, además que el  $\Delta y$  es más grande que cualquiera de los otros casos, lo que es consistente con una mayor cantidad de nanopartículas que pasan por el punto de contacto en donde el sensor está midiendo.



Gráfica 32 Profundidades obtenidas con el sensor capacitivo para pruebas utilizando 2N en distintas condiciones

Por otro lado, como se ve en la Figura 81, el desgaste es un poco mayor que cuando se tenía una menor concentración de nanopartículas. Esto puede deberse a que en el otro caso, las nanopartículas se adherían a la superficie, sirviendo como capa protectora y evitando el desgaste, pero en este caso, por la elevada concentración y la formación de cúmulos, éste proceso de adherencia en la superficie no fue tan eficiente.

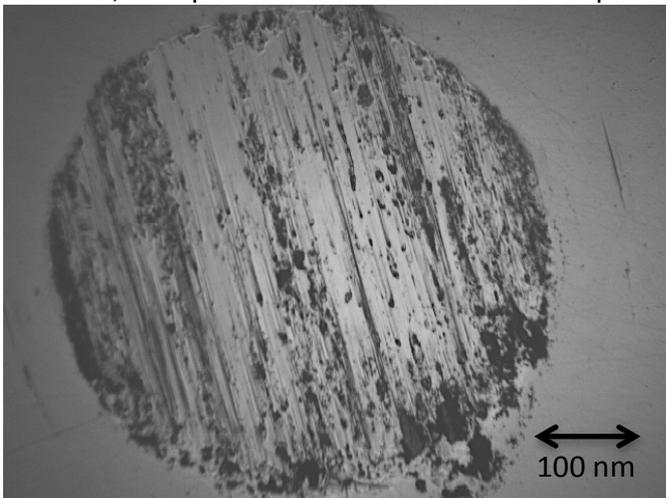


Figura 78 Huella obtenida sobre acero 304 en seco utilizando 2N de carga

De los resultados mostrados, se puede concluir que el sensor fue una herramienta eficiente para observar de manera más detallada el fenómeno de desgaste y sobre todo que éste es lo suficientemente sensible y exacto para determinar los efectos relacionados con las nanopartículas durante cada una de las pruebas. El sensor capacitivo adicionado al equipo de Ball Cratering proporciona información valiosa para hacer una mejor interpretación de los fenómenos involucrados en cada prueba en distintas condiciones.

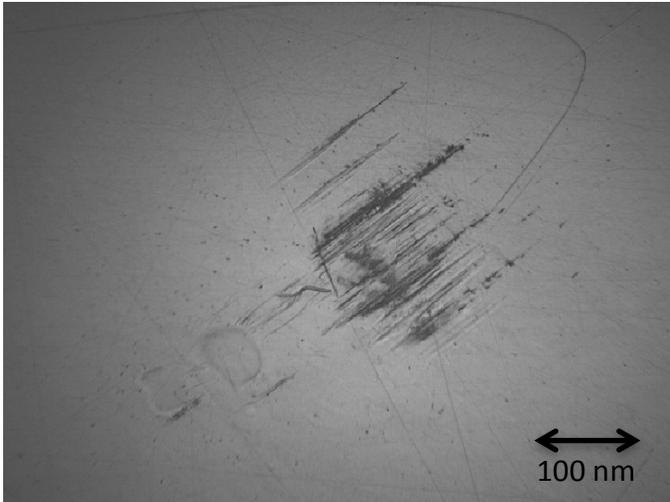


Figura 79 Huella obtenida sobre acero 304 utilizando 2N de carga y 3 ml de aceite mineral ligero (tipo BS6500)

Además se concluye que adicionando nanopartículas de Bismuto al aceite mineral ligero se logra el objetivo de mejorar las propiedades tribológicas del lubricante cuando se hacen pruebas con acero 304. A pesar de que la mejora se ve en ambas concentraciones de nanopartículas, se puede observar que la más eficiente fue la de menor concentración (190 mg/L) debido a que al llegar a cierta concentración, los efectos de cúmulos son más notorios, y disminuyen ligeramente la eficiencia de la adición de nanopartículas en el aceite.

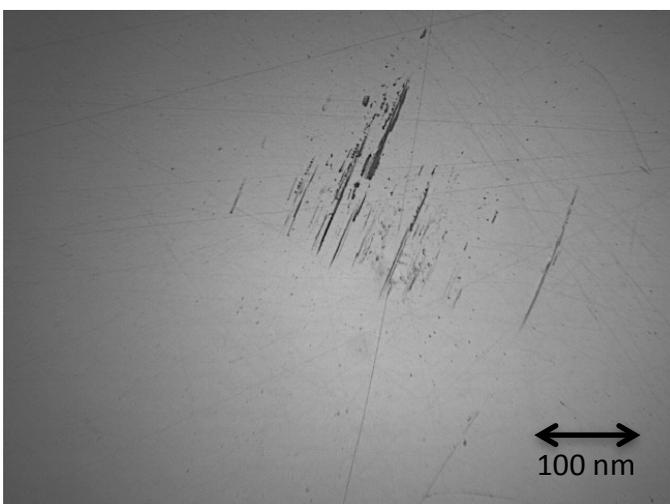


Figura 80 Huella obtenida sobre acero 304 utilizando 2N y 3 ml de aceite mineral ligero adicionado con 190 mg/L de nanopartículas de Bismuto

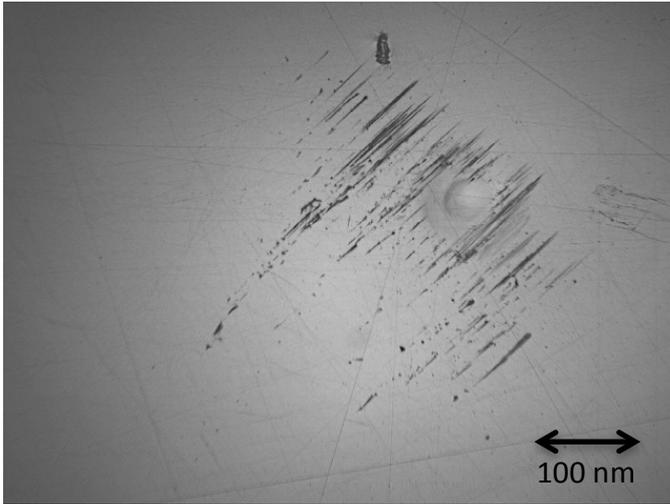
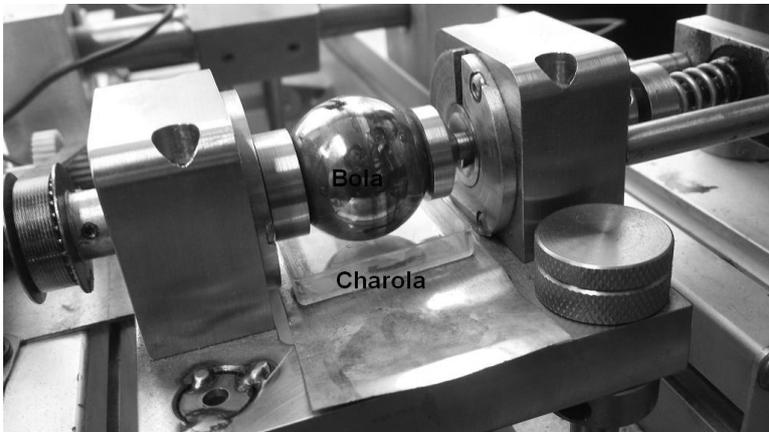


Figura 81 Huella obtenida sobre acero 304 utilizando 3 ml de aceite mineral ligero adicionado con 550 mg/L de nanopartículas de Bismuto

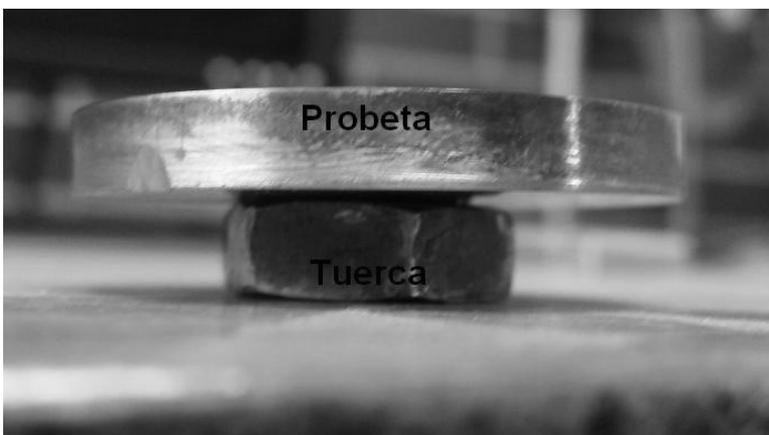
## Anexo A.2 Manual ball cratering

---

1. Revisar que las conexiones del sistema sean correctas. (Diagrama de conexiones, Sección 3.1.2.2)
2. Conectar a la corriente eléctrica la fuente del motor, la fuente de la celda de carga, la fuente del sensor capacitivo y los dos multímetros.
3. Encender los multímetros.
4. Encender fuente del motor y fijarse en que se encuentre en el voltaje deseado (de acuerdo con la velocidad deseada).
5. Encender la PC y fijarse que el conector GPIB haga un “beep” y el led de “ready” esté prendido.
6. Encender fuentes de los sensores.
7. Iniciar Programa Agilent DMM y revisar la comunicación del software con los multímetros (Ver Manual Agilent).
8. Limpiar la bola.
9. Limpiar la charola y colocarla en su lugar por debajo de la bola.



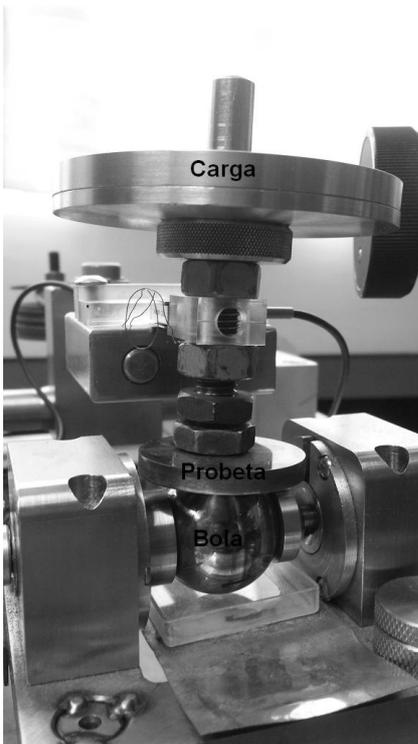
10. Pegar la probeta en la tuerca que sirve como portamuestras.



11. Enroscar la tuerca en el poste del portamuestras, asegurándose con la tuerca para presión que quede bien fija CON CUIDADO de no dañar la celda de carga.



12. Colocar la carga (peso) en el poste donde se encuentra la muestra.

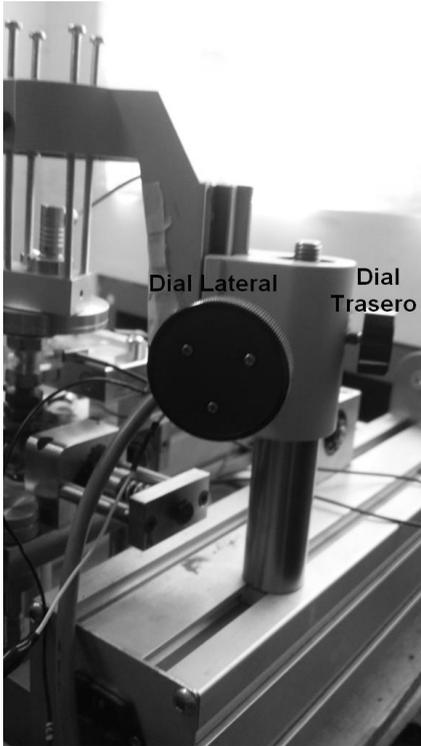


13. Revisar que el sistema se encuentre nivelado adecuadamente.

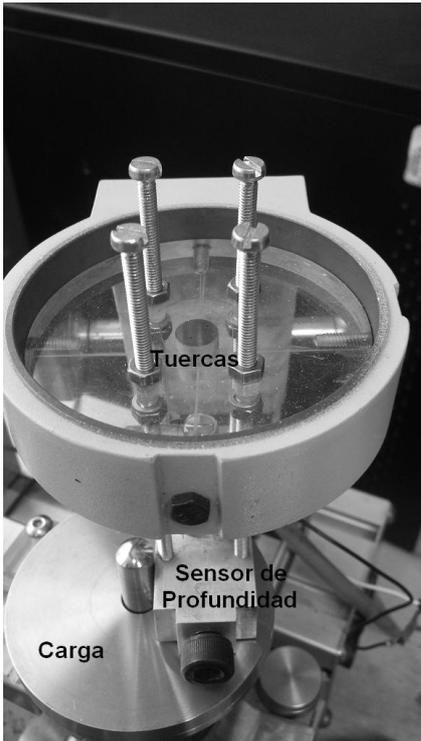


14. Aflojar con el dial trasero el soporte del sensor y girarlo de tal manera que el sensor de profundidad quede encima de las pesas.

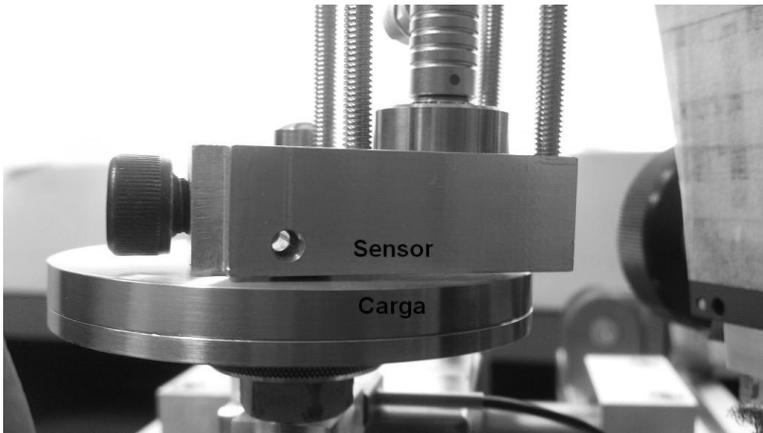
15. Fijar el soporte con el mismo dial trasero y asegurarse de que quede FIRME.
16. Utilizando el dial lateral, ajustar la altura a la que se desea el soporte.



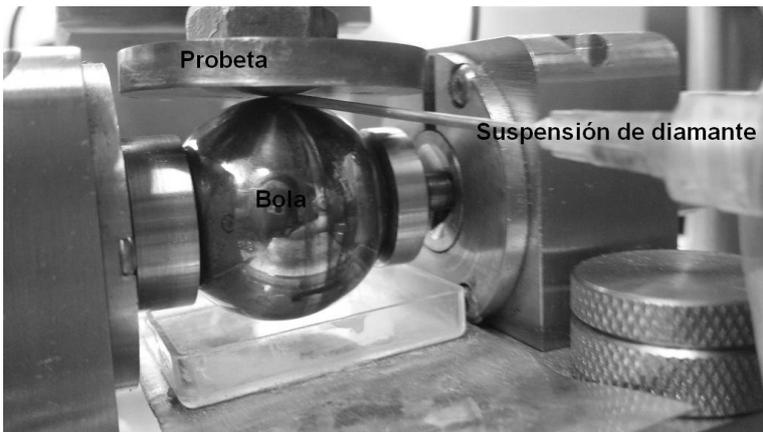
17. Aflojar las 4 tuercas del soporte de sensor de profundidad.



18. Colocar el sensor de tal manera que quede paralelo a la pesa (Se sugiere usar laines) y fijar con las tuercas.



19. Colocar la suspensión de diamante en el contacto entre la bola y la probeta cuidando que quede un poco en la charola para asegurar que durante la prueba haya emulsión en la interfaz.



20. Iniciar la adquisición de datos del Agilent. Se sugiere esperar entre 5 y 10 minutos para iniciar la prueba ya que las señales deben estabilizarse.
21. Conectar el cable de la alimentación del motor a la fuente e iniciar el conteo del tiempo de prueba.
22. Una vez que el tiempo de la prueba haya transcurrido, desconectar el cable de alimentación del motor.
23. Esperar otros 5 o 10 minutos a que se vuelvan a estabilizar las señales.
24. Detener la adquisición de datos.
25. Aflojar los diales para mover el sensor de profundidad.
26. Retirar la carga y desmontar la muestra del sistema.
27. Despegar la muestra, limpiar y volver a colocarla en la tuerca para una nueva prueba.
28. Repetir a partir del paso #8 para cada nueva prueba.
29. Cuando se termine de utilizar el equipo, el brazo donde está la celda de carga debe dejarse hacia arriba para evitar tensiones que puedan dañarla.
30. Dejar fijo el sensor de profundidad
31. Apagar y desconectar todos los componentes.

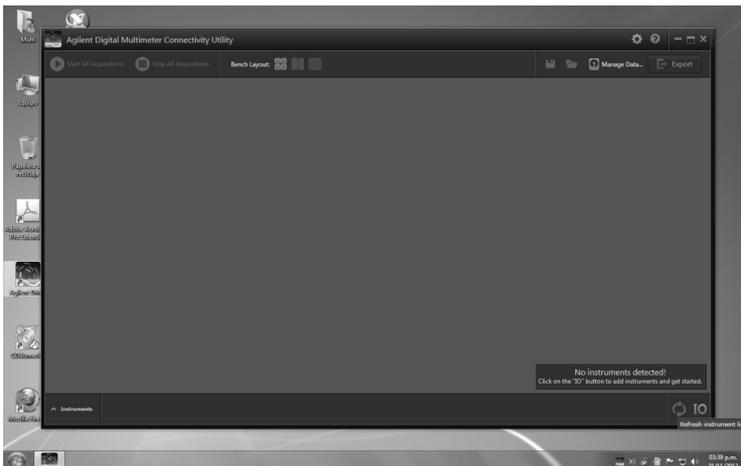
# Anexo A.3 Manual del programa Agilent

---

1. Prender la PC
2. Conectar el multímetro a la toma de corriente y prenderlo
3. Revisar que el LED de Ready en el Conector GPIB-USB se encuentre prendido
4. Seleccionar en el Escritorio el Programa Agilent DMM

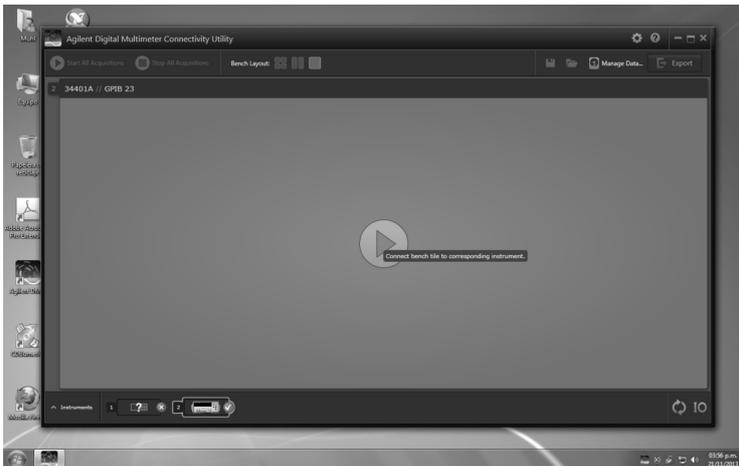


5. El programa iniciará y se verá una pantalla como la siguiente:



El ícono que se encuentra en la esquina inferior derecha, comenzará a girar buscando algún dispositivo, los intentos de encontrar el dispositivo irán apareciendo en la barra inferior

6. Una vez que el programa haya encontrado el dispositivo, aparecerá una imagen del mismo en la barra inferior, además que aparecerá un signo de *Play* en el centro de la ventana. Dar *click* en el ícono.



7. En la ventana aparecerá una pantalla semejante a la imagen en la cual aparecen los valores que está midiendo el multímetro y aparecerá el valor que mida en ese momento.

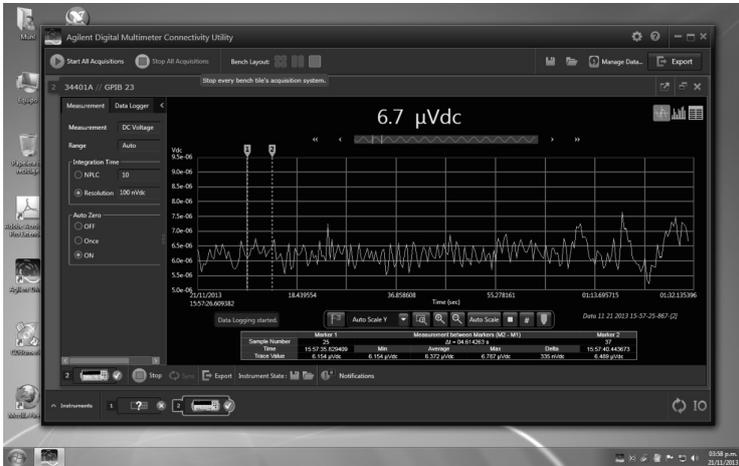


8. Dar Play de nuevo en la esquina superior izquierda en el botón **Start All Acquisitions**. Conforme las mediciones cambian en el tiempo, los valores se recolectan y grafican en la pantalla. Para cambiar la manera de visualizar la colección de datos, puede elegirse entre tabla o gráficas al extremo derecho de donde aparece el valor numérico de la medición.

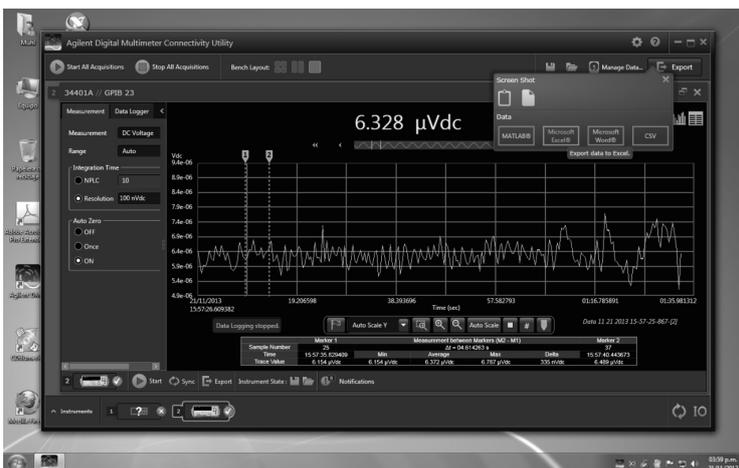


Durante la medición, los banderines marcados con los número 1 y 2, pueden moverse para obtener, en ese intervalo, los valores promedio, mínimo, máximo, etc.  
 Para cambiar la forma en que se obtienen los datos, pueden hacerse cambios en la columna que se encuentra a la izquierda de la gráfica

9. Una vez que se haya hecho la medición deseada, dar *click* en el ícono **Stop All Acquisitions** en la esquina superior izquierda para detener las mediciones.



10. Para exportar los datos, dar *click* en el botón **Export** que se encuentra en la esquina superior derecha, Seleccionar Microsoft Excel para obtener una tabla de datos en dicho programa (también puede seleccionarse archivo de Matlab, Word o CSV)



Una vez seleccionado el formato del archivo, aparecerá una ventana donde se pregunta la dirección en la que se guardará el archivo, el nombre y cómo se guardarán los datos:

Si se selecciona la columna time, aparecerá en una columna la fecha y hora de cada una de las mediciones.

Si se selecciona la columna Elapsed Time, aparecerá una columna con el tiempo transcurrido desde que inicia la medición.

Si se seleccionan ambas, se obtendrán ambas columnas



Al dar **click** en **OK**, se creará el archivo y aparecerá abierto en una ventana en la parte de atrás de la ventana de Agilent DMM



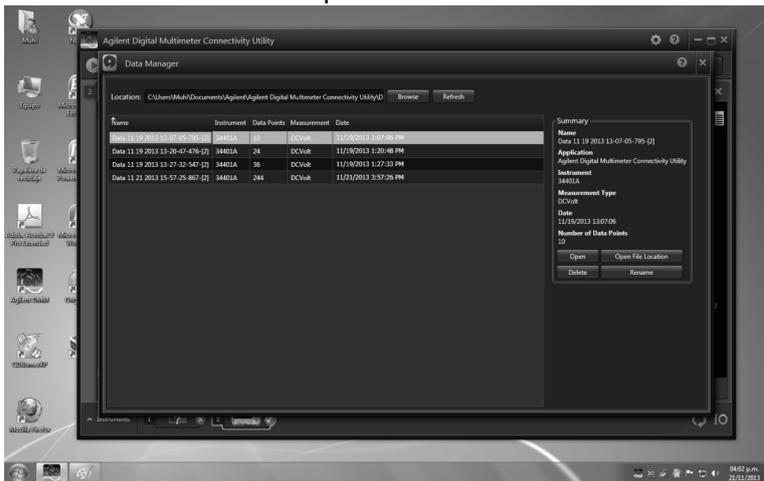
El Programa guarda archivos temporales de las mediciones que realiza, cuando se selecciona el botón de **Export**, se obtiene un archivo de la **última** medición realizada.

Para evitar confusiones en el archivo que se exporta, se recomienda exportar y guardar los datos cada que se haga una medición, además de borrar periódicamente los archivos que se van creando.

11. Para borrar los archivos guardados, seleccionar el botón de: **Manage Data**, éste se encuentra a lado del botón de **Export** en la esquina superior derecha.



Aparecerá una lista con los archivos creados. Seleccionar un archivo y luego seleccionar **Delete** en la parte derecha. Seleccionar los archivos hasta vaciar la lista.



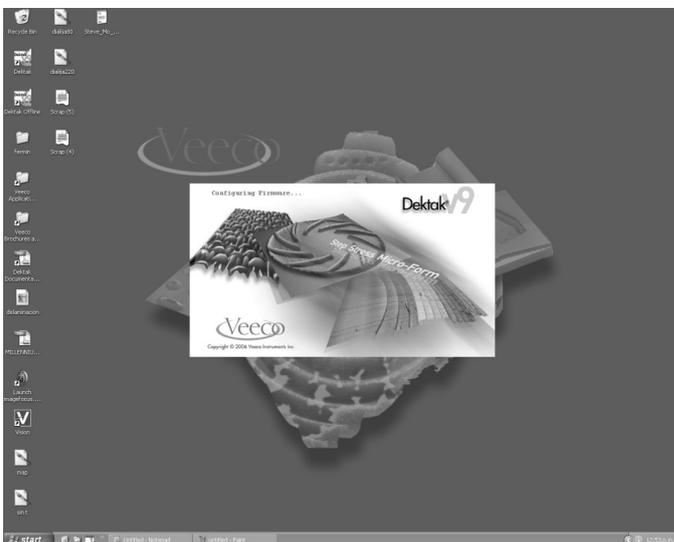
# Anexo A.4 Manual del perfilómetro

---

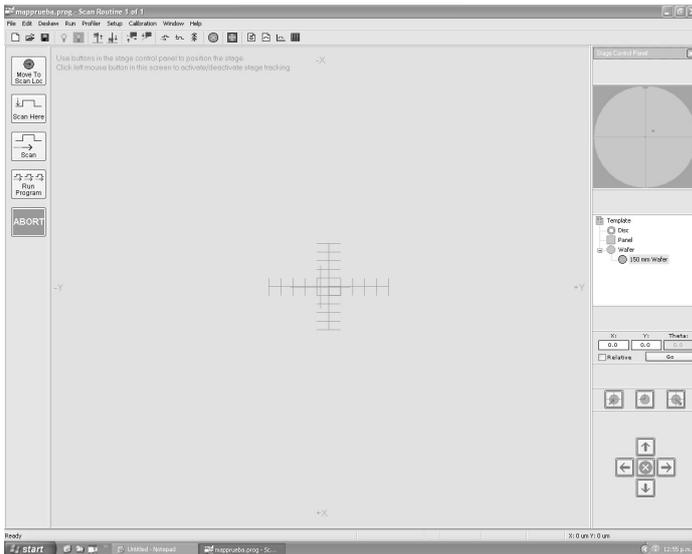
1. Prender el perfilómetro (botón blanco en el controlador que se encuentra entre la PC y el perfilómetro).



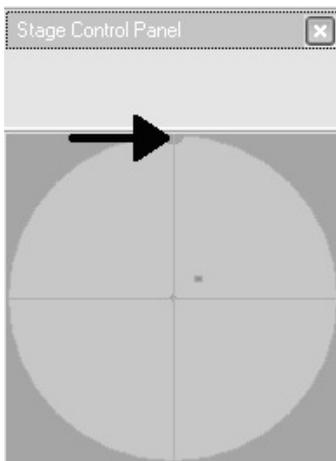
2. Abrir programa Dektak



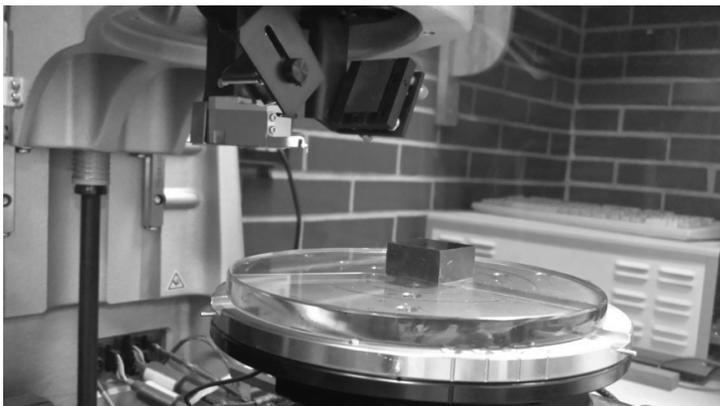
Una vez iniciado el programa, se verá una pantalla como la siguiente:



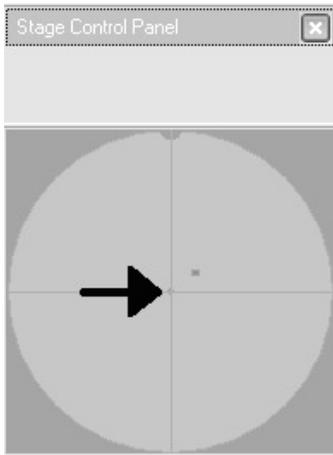
3. Una vez iniciado el programa, abrir puerta del perfilómetro.
4. Dar doble click sobre el punto superior el diagrama de la charola, para que ésta salga.



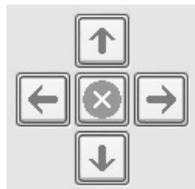
5. Con cuidado, resbalar la base de vidrio hasta que quede afuera de la charola metálica.
6. Colocar la muestra para analizar sobre el vidrio.
7. Colocar un extremo del vidrio sobre la charola de metal y posteriormente resbalar hasta que quede completamente colocado sobre la charola.



8. Dar doble click en el centro del diagrama para que la charola entre y se acomode en su posición inicial.



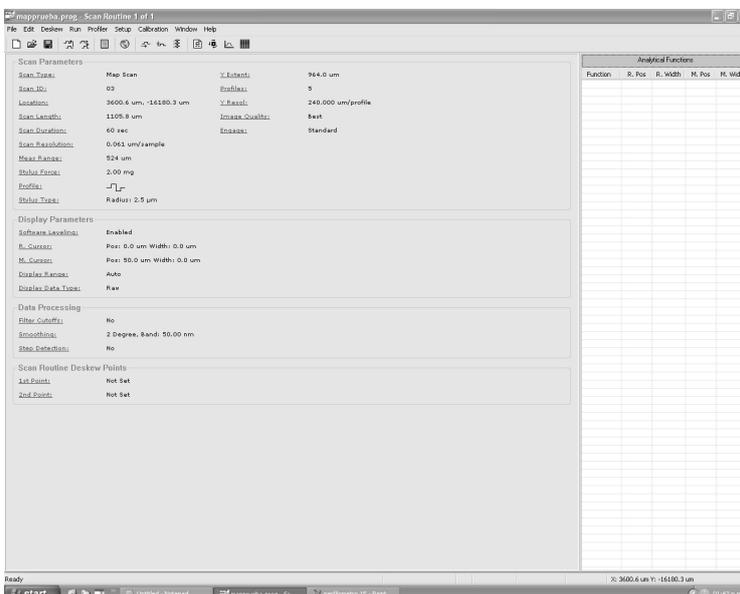
9. Cerrar la puerta del perfilómetro.
10. Seleccionar el ícono  para bajar la punta. **IMPORTANTE:** Revisar que la muestra esté exactamente debajo de la punta.
11. Ya que la punta del perfilómetro se encuentra sobre la muestra, en la pantalla aparecerá una imagen de la cámara que nos indica la posición de la muestra en la que nos encontramos. Para desplazarse en la muestra (y la pantalla), se deberán



utilizar los botones

Con el perfilómetro pueden realizarse mapeos de áreas, o bien, un solo perfil.

12. En el Menú, seleccionar  (Switch to Scan Routines Window), Ahí se pasará a una ventana como la siguiente.



Seleccionar *Scan Type*, ahí se desplegará un menú en el que se puede seleccionar entre Map Scan y Standard Scan. Dar click en Apply. Click en Ok.

13. Regresar a la página de visualización de la cámara del perfilómetro dando click en



Para un solo perfil:

A.1 Con éste tipo de programas de un solo perfil, puede medirse espesores por ejemplo; si éste es el caso, se deberá considerar que el perfilómetro hace un barrido vertical y colocar la muestra de tal manera que el escalón quede perpendicular a esta dirección de barrido. En caso de que la muestra deba reacomodarse, se debe girar CUIDADOSAMENTE la platina metálica del perfilómetro hasta que la muestra quede orientada correctamente.

A.2 Para seleccionar el lugar donde se realizará el perfil, colocarse en el lugar donde se desee que inicie el escaneo.

A.3 Ir al Menú *Edit*, seleccionar *Define Scan Location* y luego *Lenght*.

A.4 Dar click en el primer *Enter* para definir que en ese lugar inicia el escaneo

A.5 Dar click en *Track* y moverse con el mouse hacia arriba hasta colocarse en donde se desea que termine el scan y dar un click

A.6 Dar click en el segundo *Enter*.

A.7 Cerrar el cuadro de diálogo

A.8 Dar click en *Scan* en la pantalla que muestra la vista de la cámara. La punta del perfilómetro comenzará a hacer la rutina solicitada.

A.9 Una vez que termine el perfil, abrir menú *File*, seleccionar *Save as* y seleccionar el nombre y directorio deseados.

A.10 Si se desea hacer un nuevo escaneo, seleccionar una nueva área de escaneo utilizando los botones *arriba*, *abajo*, *izquierda*, *derecha* y repetir el procedimiento desde el número B.1

Nota: Si se desean hacer rutinas más específicas, por ejemplo con una longitud determinada, o con distinto tiempo de perfil, etc. Abrir el Menú *blabla* y ahí seleccionar las especificaciones deseadas: Resolución, longitud, Escala, etc.

Para Mapeos de Áreas:

B.1 Para hacer el escaneo de un área (una huella de desgaste, por ejemplo), se debe asegurar que las líneas del desgaste sean horizontales (debido a que el perfilómetro realiza los barridos de manera vertical), en el caso de que se deba girar la muestra, se debe girar la platina metálica CUIDADOSAMENTE, de tal manera de que las líneas queden de orientadas como se mencionó previamente.

B.2 La zona de mapeo tiene forma de cuadrilátero y para definir dicha zona, el cursor debe colocarse en el vértice inferior derecho de dicha figura. Para el caso de huellas de desgaste, debe cuidarse que el perímetro del cuadrilátero encierre sobradamente la huella.

B.3 Ir al menú *Edit/Define Map Area*

B.4 Arrastrar hacia arriba y dar un click para delimitar la zona de mapeo en el eje vertical.

B.5 Arrastrar hacia la izquierda y dar click para delimitar la zona de mapeo en el eje horizontal.

B.6 En el mismo menú, seleccionar el número de pasadas para el scan map en donde dice *Profiles*, y en *Resolution*, seleccionar *Best* (100%). Revisar que en la pestaña

*Nominal* esté seleccionado: *Hill & Valleys*, que el tiempo de cada perfil sea 60 segundos (*60 sec*) y Revisar que la escala sea adecuada en *scale*.

B.7 Dar click en *Apply*. Dar click en *OK*.

B.8 En la pantalla donde se ve la imagen de la cámara, dar click en *Scan*. El programa iniciará y la punta hará el número de perfiles solicitados bajo los parámetros establecidos.

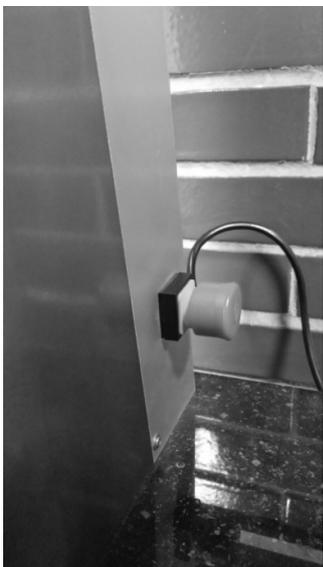
B.9 Una vez que termine el mapeo, abrir menú *File*, seleccionar *Save as* y seleccionar el nombre y directorio deseados.

B.10 Si se desea hacer un nuevo escaneo, seleccionar una nueva área de escaneo utilizando los botones *arriba*, *abajo*, *izquierda*, *derecha* y repetir el procedimiento desde el número B.1

## Anexo A.5 Manual del scratch tester

---

1. Jalar el botón rojo que se encuentra al costado derecho del Scratch tester para prender el equipo.



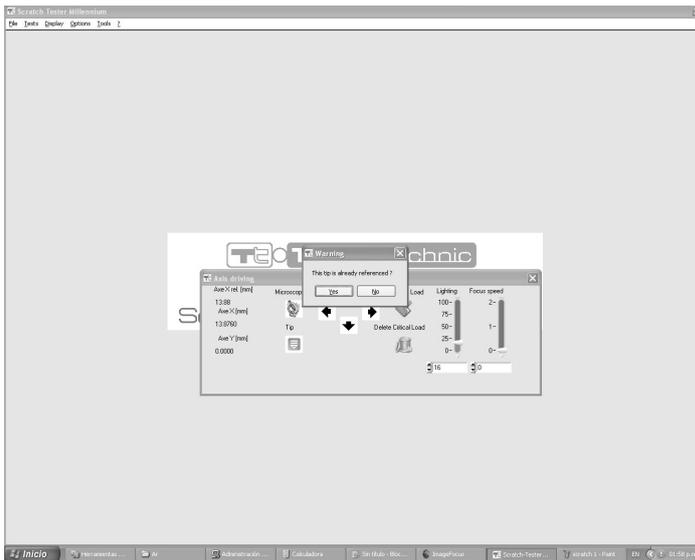
2. Colocar la muestra en el soporte.
3. Sacar El porta pines y tomar un pin (cuidado de no tocarlo con la mano).
4. Presionar el porta pines sobre el pin para ensartarlo. Asegurarse de presionar fuertemente para que quede bien fijo.



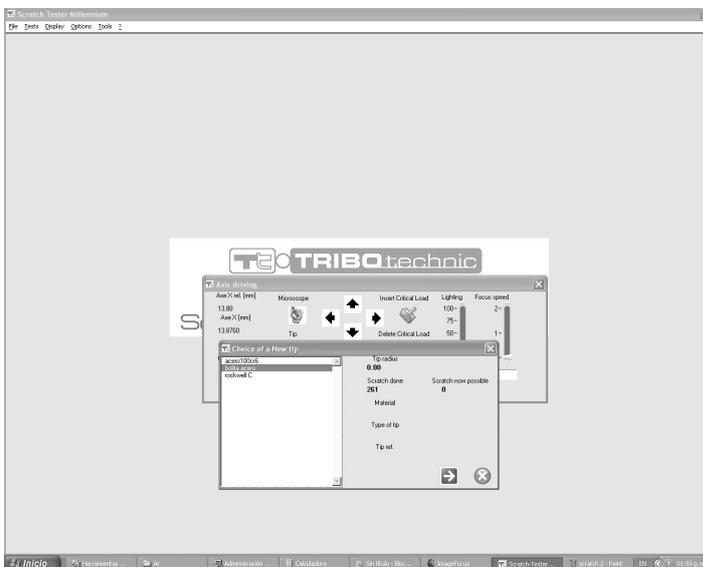
5. Meter el porta pines en su lugar. Fijarse que el lado plano quede en donde ajustará el tornillo. Apretar el tornillo.



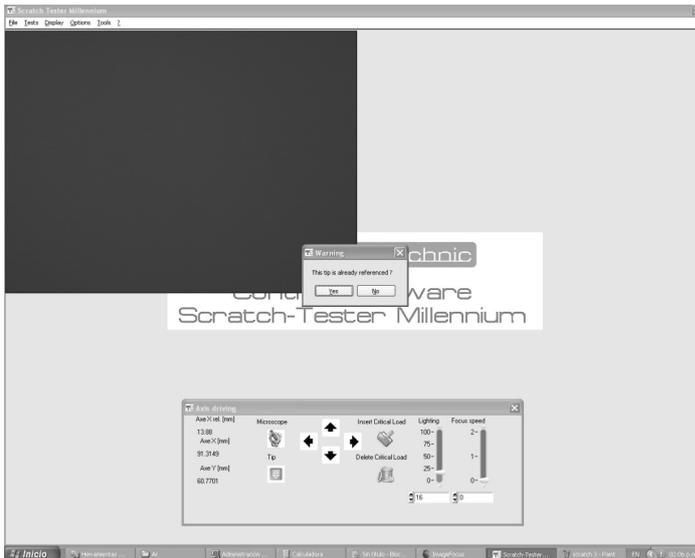
6. Abrir programa Scratch-Tester. Una vez iniciado el programa, éste preguntará: *Tip is already Referenced?* Contestar *Yes*.



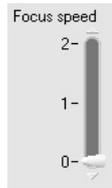
7. Seleccionar Bolita de Acero Y dar Click en .



8. Seleccionar  y usar  para enfocar.

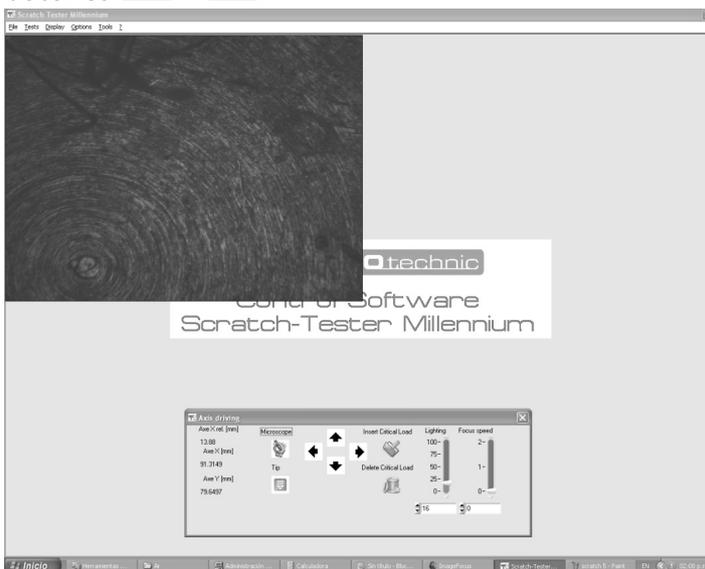


El movimiento del Microscopio tiene tres velocidades, para el primer enfoque



(velocidad rápida), utilizar el 0 en , para enfoque fino (movimiento lento), usar el 2. El Número 1 da un movimiento intermedio.

9. Una vez que se ha enfocado, Moverse sobre la superficie de la probeta con los botones .

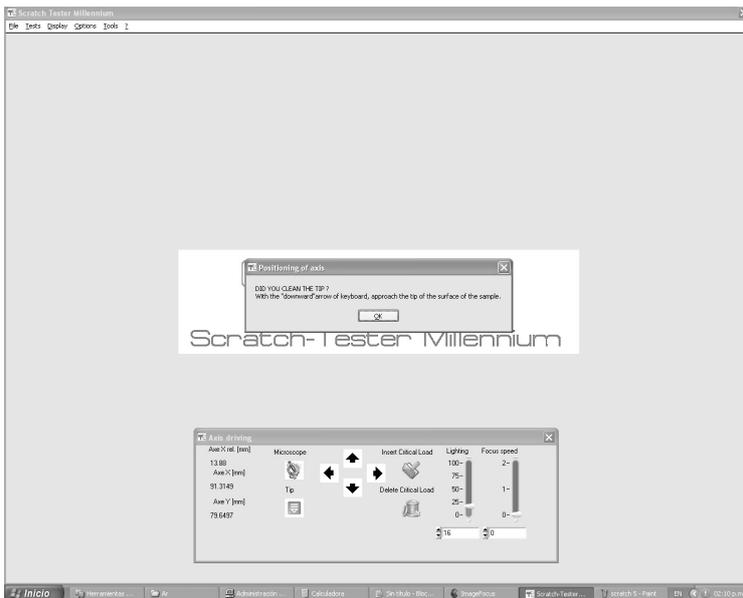


Tip



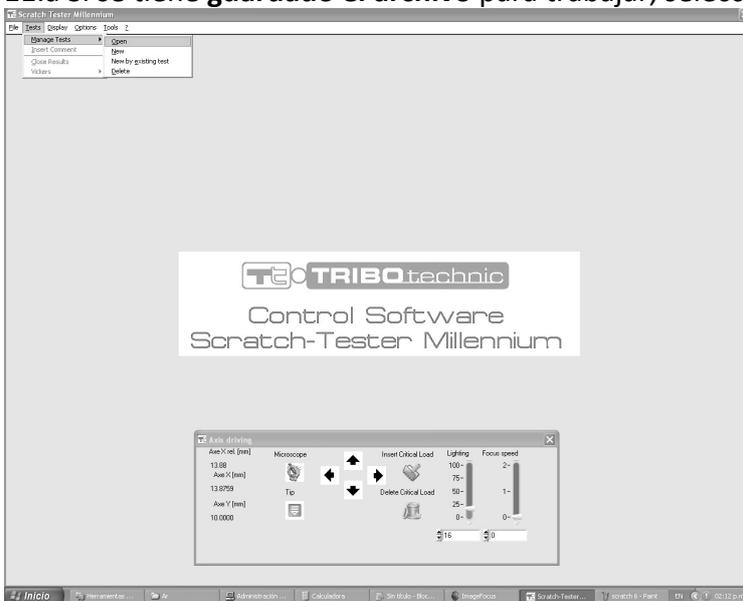
10. Dar click en . El sistema se moverá hasta que la punta quede encima de la probeta en el lugar seleccionado.

El sistema preguntará: *Did you clean he tip?* Contestar Yes.

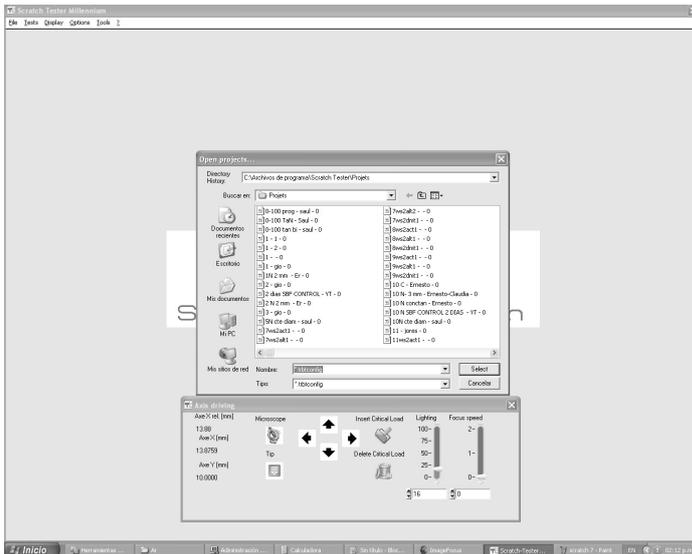


11. Dar click en *Tests*, ir a *Manage Tests*

11.a Si se tiene **guardado el archivo** para trabajar, selecciona *Open*.



Seleccionar el Archivo deseado

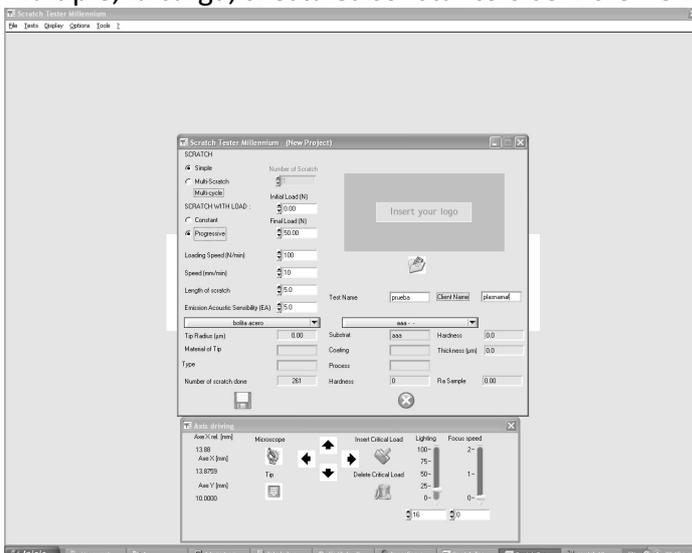


### 11.b Si se desea crear un nuevo programa, seleccionar New



A continuación se abrirá un cuadro de diálogo en el cual deberán definirse los parámetros:

Si es scratch simple, si es Simple o Múltiple, el número de rayones en caso de ser múltiple, la carga, si ésta es constante o se incrementa.



Nota: Es **IMPORTANTE** que los parámetros proporcionados al programa sean coherentes, por ejemplo, si se tiene carga incremental, de 0 a 80 N, que la velocidad de carga sea de 80 N/min, que la velocidad sea de 8 mm/min y que la longitud sean 8 mm para que de ésta manera, la carga máxima alcance a ser aplicada en el tiempo y en la distancia establecidas.

Una vez definidos los parámetros, seleccionar 

12. Una vez guardado o seleccionado el programa a realizar se abrirá un cuadro de diálogo que dirá: *“This tip is not able to do more tests, the limit is up”* (esto viene de haber seleccionado la punta como bolita de acero, y nos sugiere que se haga un cambio de punta).

Dar click en Ignore (o girar o cambiar el pin y una vez hecho esto, dar click en Ignore)



13. Una vez que se tiene el programa establecido y un pin nuevo (los pines pueden usarse varias veces cuidando de girarlos y de revisar que dos de las marcas de uso no coincidan), o la punta de diamante limpia, dar click en 

coincidan), o la punta de diamante limpia, dar click en 



14. Aparecerá un nuevo cuadro de diálogo y volver a dar click en 



El programa iniciará y nos irá notificando del curso del programa que está realizando.

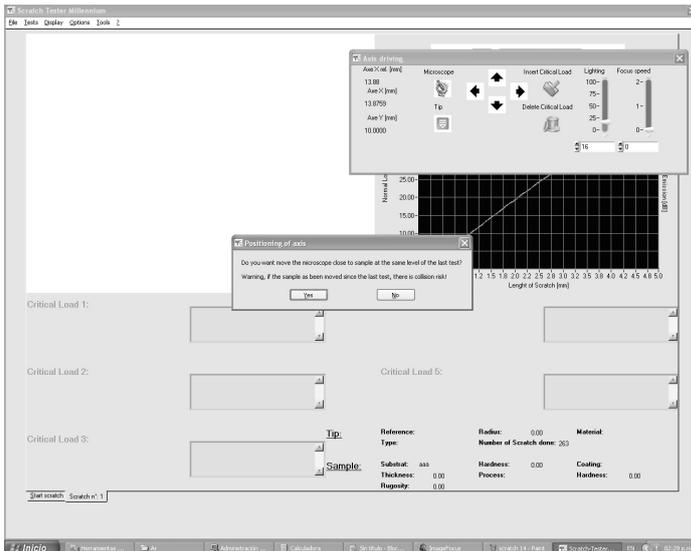


En caso de haber algún error o que se quiera suspender el programa, dar click en .

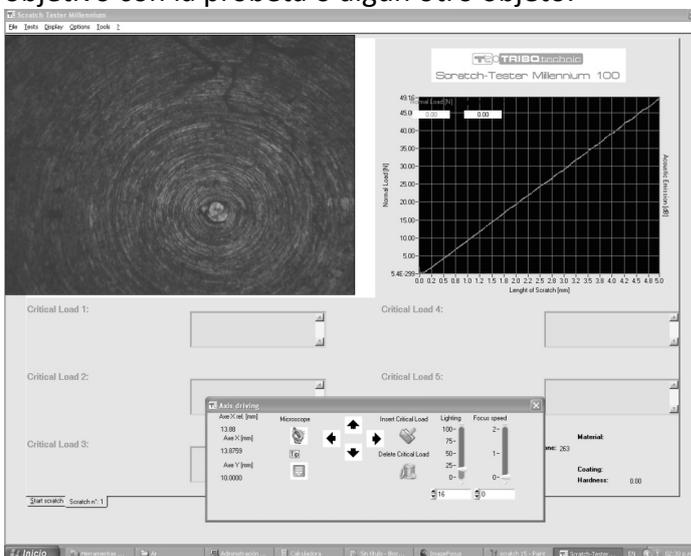
15. Una vez realizado el rayón, aparecerá un cuadro que pregunta: *“Do you want move the microscope close to sample at the same level of the last test?”* Si se está seguro del lugar al que se moverá el microscopio, dar click en *Yes*, y se volverá a la posición del microscopio encima de la probeta en la zona en que se hizo el rayón y a la altura en la que habíamos enfocado (por eso se advierte del riesgo de un choque). De seleccionar



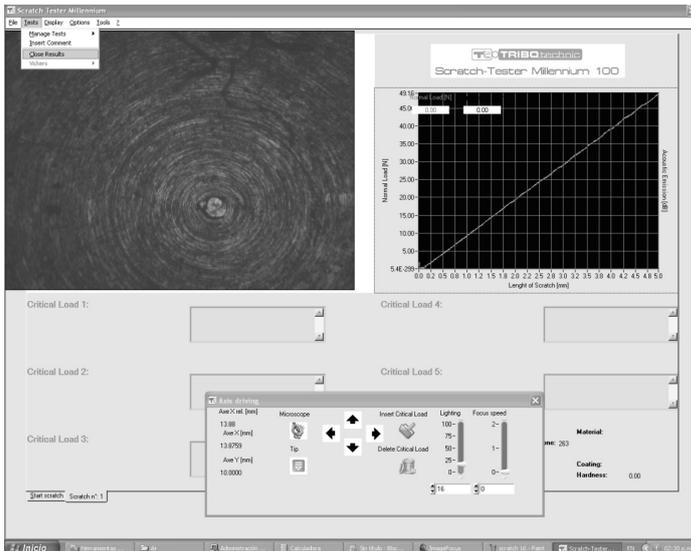
la opción *No*, seleccionar el botón  que se seleccionó al inicio y se vuelve a enfocar para analizar la huella.



Una vez que se regresa a la posición Microscope y se enfoca, tenemos abierta la ventana de resultados, en la cual podemos movernos sobre la huella para analizarla con detalle usando el microscopio. Para hacer análisis con mayor detalle, puede seleccionarse el otro objetivo del microscopio con CUIDADO de no hacer chocar el objetivo con la probeta o algún otro objeto.



16. Para regresar a la ventana donde podemos movernos con el microscopio y seleccionar una nueva área de trabajo, ir al menú Tests y seleccionar Close Tests.



17. Si se quiere hacer un nuevo rayón, deberá seleccionarse una nueva a área de trabajo (repetir desde el paso número 9) y deberá cambiarse (o girarse el pin). Para quitar el pin, debe usarse la otra pieza para empujar con fuerza el pin hacia afuera del porta pines.



18. Una vez que se ha terminado de utilizar el Scratch Tester, quitar el porta pines (y el pin de éste), cerrar el programa y jalar el botón rojo que se encuentra a un costado del equipo.