

**DISEÑO Y DESARROLLO EXPERIMENTAL DEL COMPORTAMIENTO DE
PIEZAS METÁLICAS DE MECANIZACIÓN CON Y SIN RECUBRIMIENTO DE
TIN MEDIANTE UN PROCESO PVD, SOMETIDAS A DESGASTE.**

**RONALD LEANDRO MENA GALVIS
SERGIO GIOVANNY VILLAMIZAR SIERRA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOMECÁNICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA
BUCARAMANGA**

2012

**DISEÑO Y DESARROLLO EXPERIMENTAL DEL COMPORTAMIENTO DE
PIEZAS METÁLICAS DE MECANIZACIÓN CON Y SIN RECUBRIMIENTO DE
TIN MEDIANTE UN PROCESO PVD, SOMETIDAS A DESGASTE.**

**RONALD LEANDRO MENA GALVIS
SERGIO GIOVANNY VILLAMIZAR SIERRA**

Trabajo de grado para optar al título de Ingenieros Mecánicos

Director

ISNARDO GONZÁLEZ JAIMES

Ingeniero Mecánico

Codirector

ARTURO PLATA GÓMEZ

PhD en ciencias del ingeniero (óptica)

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOMECÁNICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA
BUCARAMANGA**

2012

Dios, a mis padres, hermanos, novia y amigos,
Colaboradores incondicionales,
quienes Con su apoyo y dedicación,
Contribuyeron a que alcanzara esta meta.

RONALD LEANDRO MENA GALVIS

A Dios ante todo, a mi Madre, mi Padre,
Hermanos (entre ellos mi segundo Padre), mis Abuelos, Tíos creyentes,
mi preciosa Novia, Amigos, Compañeros y demás Colaboradores,
quienes de una u otra manera me acompañaron en este increíble camino.

SERGIO GIOVANNY VILLAMIZAR SIERRA

La realización de este proyecto fue posible gracias a la colaboración del Ingeniero Isnardo González Jaimes quien con su apoyo trazó el camino correcto para alcanzar esta meta.

Al grupo de Óptica y tratamientos de señales, especialmente al Dr. Arturo Plata Gómez por su inmensa colaboración en la ejecución de este proyecto. A Carolina quien siempre estuvo ahí en los momentos fundamentales para conseguir nuestra meta.

A Dannier y Fredy quienes con su aporte en el laboratorio del plasma contribuyeron a una grata realización de este proyecto.

A mis padres Diógenes y Karoll Susana, quienes siempre creyeron en mí, brindando todo su apoyo y amor para conseguir este resultado tan satisfactorio en mi vida.

A mis hermanos Camilo y Liseth, quienes me acompañaron durante toda mi carrera brindándome siempre el cariño necesario para nunca rendirme.

A mi novia Ligia Marcela; Serch villa, el Niche, Rafael, Cesafa, Sebastian, Sergio Ismael y todos aquellos amigos que siempre estuvieron presentes en las derrotas y en los triunfos alcanzados, gracias por estar siempre ahí.

RONALD LEANDRO MENA GALVIS

Al Dr. Arturo Plata Gómez, la llave que nos abrió cantidad de puertas donde fuera necesario para desarrollar nuestro proyecto.

A nuestro Director, el Dr. Isnardo González Jaimes, por sus inmensos aportes, comentarios, sugerencias, sus experiencias e historias compartidas y su gran enseñanza durante toda la carrera, un verdadero maestro en la docencia.

A los profes Ely Dannier y Fredy y Carolina del Laboratorio de Física del Plasma, autores del 50% del proceso experimental de la investigación; además por su gestión por hacer posible presentar el proyecto en Francia.

A los profesores Carlos Borrás y Expedito, por su aceptación como calificadores de nuestro trabajo de grado; inmenso apoyo.

A todos aquellos que durante mi permanencia en la Universidad me orientaron como docentes, abriendo nuestro conocimiento para lo que viene de ahora en adelante; tenemos los mejores maestros.

A mi hermano Alexander Villamizar, quién con su apoyo incondicional está viendo su sueño hecho realidad por medio de mí; mi madre, familia y compañeros parceros de la U.

SERGIO GIOVANNY VILLAMIZAR SIERRA

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	22
1. MARCO TEÓRICO DE LOS PROCESOS DE RECUBRIMIENTO	23
1.1 RECUBRIMIENTOS INDUSTRIALES	23
1.1.1 Características de los procesos de deposición	24
1.1.1.1 Obtención del metal reactivo	24
1.1.1.2 Grados de vacío y temperatura del proceso.	25
1.1.2 Variantes en los procesos	25
1.1.2.1 PVD.	25
1.1.2.2 CVD.	27
1.1.2.3 PECVD.	28
1.1.3 Requisitos del material a recubrir	29
1.1.4 Propiedades del Ti	29
1.1.5 Propiedades del TiN	31
1.2 EL PROCESO PVD	32
1.2.1 Proceso híbrido de modificación superficial en el Laboratorio de Física y Tecnología del Plasma-UIS	32
1.2.2 Evaporación por arco catódico	41
1.3 DESGASTE.	42
1.3.1 Tipos de Contacto entre Sólidos	42
1.3.1.1 Contacto único	42
1.3.1.2 Contacto múltiple	43
1.3.2 Tipos de Desgaste	45

1.3.2.1	Desgaste por Adherencia	45
1.3.2.2	Desgaste por Abrasión	45
1.3.2.3	Desgaste por Ludimiento	46
1.3.2.4	Desgaste por Fatiga.	47
1.3.2.5	Desgaste por Erosión	48
1.3.2.6	Desgaste por Cavitación	49
2.	TÉCNICAS Y EQUIPOS DE ANÁLISIS PARA PROCESOS DE DESGASTE	50
2.1	MÁQUINA DE ENSAYO PIN ON DISK	50
2.2	MICROSCOPIA AUTOMATIZADA	51
2.3	REACTOR MOSMET	54
2.4	ESPECTRÓMETRO	55
2.5	BALANZA DE PRECISIÓN	57
3.	DISEÑO Y DESARROLLO EXPERIMENTAL PARA MEDICIÓN DE DESGASTE	59
3.1	SELECCIÓN DE MATERIALES	60
3.1.1	Despliegue de la función calidad (QFD)	60
3.1.1.1	Requerimientos del Consumidor	60
3.1.1.2	Organización de requerimientos	60
3.1.2	Planteamiento de alternativas	62
3.1.2.1	Selección del sustrato del Pin	62
3.1.2.2	Selección de material del disco	66
3.2	SELECCIÓN DE PARÁMETROS DE ENSAYO	70
3.2.1	Carga	70
3.2.2	Velocidad	70
3.2.3	Distancia	70
3.2.4	Ambiente	71

3.3	PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	71
3.3.1	Geometría de las probetas	71
3.3.2	Equipos y materiales empleados	73
3.3.3	Caracterización inicial de las probetas	77
3.4	PROCESO DE DEPOSICIÓN DEL TIN	83
3.4.1	Parámetros del proceso	83
3.4.2	Caracterización inicial de las películas	85
4.	ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	89
4.1	DESGASTE POR DESLIZAMIENTO	89
4.1.1	Desgaste másico	89
4.1.2	Análisis espectrográfico	90
4.2	ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE RESULTADOS	103
4.2.1	Planteamiento de hipótesis	103
4.2.2	Análisis de varianza (ANOVA)	103
4.2.3	Análisis DUNCAN	111
4.3	DISCUSIÓN DE RESULTADOS	116
4.4	PRESUPUESTO	120
5.	CONCLUSIONES	121
	BIBLIOGRAFÍA	123
	ANEXOS	125

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Esquema general del proceso PVD	26
Figura 2. Esquema general del proceso CVD	27
Figura 3. Esquema general del proceso PECVD	28
Figura 4. Tres etapas de integración de una capa con recubrimiento PVD	32
Figura 5. Montaje de probetas en el cátodo	33
Figura 7. Interacción de iones con la superficie	35
Figura 8. Estado superficial de la muestra antes y después del Sputtering	36
Figura 9. Interacción de iones de Ar con átomos de la red cristalina	36
Figura 10. Esquema de la aceleración de partículas	37
Figura 11. Esquema general de la cámara de descargas	39
Figura 12. Cámara de descargas	40
Figura 13. Registro de pulsos de corriente y voltaje	40
Figura 15. Contacto único	42
Figura 16. Contacto múltiple	44
Figura 17. Desgaste por Adherencia	45
Figura 18. Desgaste por Abrasión	46
Figura 19. Desgaste por Ludimiento	47
Figura 20. Desgaste por Fatiga	48
Figura 21. Desgaste por Erosión	49
Figura 22. Desgaste por Cavitación	49
Figura 23. Esquema de la máquina pin sobre disco	50
Figura 24. Máquina pin sobre disco	51
Figura 25. Microscopio de luz polarizada empleado	52

Figura 26. Microscopio junto a elementos complementarios	53
Figura 27. Reactor MOSMET	54
Figura 29. Patrón de picos característicos de una superficie por EDS	57
Figura 30. Balanza	58
Figura 31. Forma del Sustrato	62
Figura 32. Forma del Disco	66
Figura 33. Dimensiones del disco	72
Figura 34. Dimensiones del pin	72
Figura 35. Juego de lijas	73
Figura 36. Máquina de pulido automática	74
Figura 37. Acabado superficial tipo espejo	74
Figura 38. Probeta sin pulir en Microscopio	75
Figura 39. Probeta pulida a espejo en Microscopio	75
Figura 40. Sustrato atacado aumentado 25x	76
Figura 41. Sustrato atacado aumentado 50x	76
Figura 42. Estado superficial pin I	77
Figura 43. Estado superficial pin II	78
Figura 44. Estado superficial pin III	78
Figura 45. Estado superficial pin IV	79
Figura 46. Estado superficial pin V	79
Figura 47. Estado superficial pin VI	80
Figura 48. Estado superficial pin VII	80
Figura 49. Estado superficial pin VIII	81
Figura 50. Estado superficial pin IX	81
Figura 51. Estado superficial pin X	82
Figura 52. Estado superficial pin XI	82
Figura 53. Estado superficial pin XII	83
Figura 54. Caracterización inicial muestras 1	86
Figura 55. Caracterización inicial muestras 2	87

Figura 56. Caracterización inicial muestras 3	88
Figura 57. Muestras 1 a 100 m	91
Figura 58. Muestras 1 a 200m	92
Figura 59. Muestras 1 a 300m	93
Figura 60. Muestras 1 a 500 m	94
Figura 61. Muestras 2 a 100m	95
Figura 62. Muestras 2 a 200m	96
Figura 63. Muestras 2 a 300m	97
Figura 64. Muestras 2 a 500 m	98
Figura 65. Muestras 3 a 100m	99
Figura 66. Muestras 3 a 200 m	100
Figura 67. Muestras 3 a 300 m	101
Figura 68. Muestras 3 a 500 m	102
Figura 69. Desgaste másico en función de la distancia deslizada para las muestras sin recubrimiento	117
Figura 70. Desgaste másico en función de la distancia deslizada para las muestras recubiertas a energía de 5 KeV	117
Figura 71. Desgaste másico en función de la distancia deslizada para las muestras recubiertas a energía de 10 KeV	118
Figura 72. Desgaste másico en función de la distancia deslizada para las muestras recubiertas a energía de 5 y 10 KeV	118
Figura 73. Comparación de los tipos de tratamiento	119

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Propiedades físicas del Ti	30
Tabla 2. Propiedades físicas del TiN	31
Tabla 3. Matriz de calidad	61
Tabla 4. Composición química Acero rápido M2.	63
Tabla 5. Composición química Acero rápido M35.	63
Tabla 6. Composición química Acero rápido M42	64
Tabla 7. Evaluación de las opciones del material del PIN	65
Tabla 8. Composición química acero inoxidable.	66
Tabla 9. Composición química Acero SAE 1020.	67
Tabla 10. Composición química Acero SAE 1045.	67
Tabla 11. Evaluación de las opciones del material del Disco	69
Tabla 12. Recubrimiento grupo 1	84
Tabla 13. Recubrimiento grupo 2	85
Tabla 14. Recubrimiento grupo 3	85
Tabla 15. Control másico de las muestras.	89
Tabla 16. Control de desgaste másico de las muestras.	90
Tabla 17. Registros generales de un análisis unifactorial	104
Tabla 18. Análisis de varianza	105
Tabla 19. Desgaste másico a 100 metros	106
Tabla 20. Análisis de varianza a 100 metros	106
Tabla 21. Selección del F tabla	106
Tabla 22. Desgaste másico a 200 metros	107
Tabla 23. Análisis de varianza a 200 metros	107

Tabla 24. Desgaste másico a 300 metros	108
Tabla 25. Análisis de varianza a 300 metros	108
Tabla 26. Desgaste másico a 400 metros	109
Tabla 27. Análisis de varianza a 400 metros	110
Tabla 28. Desgaste másico a 500 metros	110
Tabla 29. Análisis de varianza a 500 metros	111
Tabla 30. Análisis Duncan a 100 metros	112
Tabla 31. Análisis Duncan a 200 metros	113
Tabla 32. Análisis Duncan a 300 metros	114
Tabla 33. Análisis Duncan a 400 metros	115
Tabla 34. Análisis Duncan a 500 metros	116
Tabla 35. Cálculo de factores característicos de la resistencia al desgaste	119
Tabla 36. Presupuesto.	120

LISTA DE ANEXOS

	pág.
Anexo A. Valores F para $\alpha = 0,05$	125
Anexo B. Valores DUNCAN para $\alpha = 0,05$	126

RESUMEN

TÍTULO: DISEÑO Y DESARROLLO EXPERIMENTAL DEL COMPORTAMIENTO DE PIEZAS METÁLICAS DE MECANIZACIÓN CON Y SIN RECUBRIMIENTO DE TiN MEDIANTE UN PROCESO PVD, SOMETIDAS A DESGASTE*

AUTOR: Ronald Leandro Mena Galvis
Sergio Giovanni Villamizar Sierra **

PALABRAS CLAVES: Acero rápido, recubrimientos de Ti y TiN, Desgaste, Implantación Iónica, Modificación superficial.

DESCRIPCIÓN:

El comportamiento ante el desgaste de pines de acero rápido (HSS M2) modificados superficialmente con Ti y TiN se investiga mediante ensayos Pin On Disk, contra discos de SAE 1045, bajo condiciones específicas. El proceso de deposición sobre el sustrato fue realizado en el reactor MOSMET, y la influencia de la variación de sus parámetros operativos para cada tratamiento, sobre las propiedades antidesgaste finales de las probetas, es objeto de estudio.

Las condiciones de desarrollo del ensayo, tales como carga de contacto, distancia y velocidad de deslizamiento se mantuvieron constantes a lo largo de todas las pruebas. El desgaste másico de los tratamientos fue registrado periódicamente durante el ensayo, y al final, fueron comparados los resultados empleando herramientas estadísticas y gráficas en función de la distancia de deslizamiento acumulada. La pérdida progresiva de las especies implantadas y depositadas se observó y evaluó usando un Espectroscopio que funciona con la técnica de difracción de rayos X (DRX).

Las muestras sometidas al proceso de implantación de TiN con energía de 5 y 10 [KeV] mostraron mejoras significativas en la resistencia al desgaste respecto a los demás tratamientos, aunque las probetas con modificación superficial de Ti a 5 [KeV] y las de 10 [KeV] se comportaron considerablemente mejor que las no tratadas.

* Proyecto de Grado

** Facultad de Ingenierías Físico-Mecánicas. Escuela de Ingeniería Mecánica. Isnardo González Jaimes (Director). Arturo Plata Gómez (Codirector)

ABSTRACT

TITLE: EXPERIMENTAL DESIGN AND DEVELOPMENT OF THE BEHAVIOR OF METAL PARTS MACHINING COATING WITH AND WITHOUT USING A PROCESS PVD TiN, UNDER WEAR^{*}

AUTHOR: Ronald Leandro Mena Galvis
Sergio Giovanni Villamizar Sierra^{**}

KEYWORDS: HSS steel, Ti and TiN coatings, Implantation, Superficial modification

DESCRIPTION:

The behavior of pin wear of high speed steel (HSS M2) modified with Ti and TiN surface is investigated using pin on disk testing against SAE 1045 discs, under specific. The deposition process on the substrate was performed in the reactor MOSMET, and the influence of changes in its operating parameters for each treatment on the wear properties of the specimen end is under study.

Development conditions of the assay, such as contact load, sliding distance and speed were held constant throughout all wear. The treatments mass was recorded periodically during the test, and ultimately, the results were compared using statistical and graphical tools according to the sliding distance. The progressive loss of the implanted species and deposited was observed and evaluated using a spectroscopy technique works with the X-ray diffraction (XRD).

The samples subjected to the process of implantation of TiN with energy of 5 and 10 [KeV] showed significant improvements in wear resistance over other treatments, although the specimens with surface modification of Ti 5 [KeV] and 10 [KeV] behaved significantly better than untreated ones.

^{*} Degree Project

^{**} Physical-Mechanical Engineerings Faculty. Mechanical Engineering. Director: Ing. Isnardo González Jaimes. Codirector: Dr. Arturo Plata Gómez

INTRODUCCIÓN

Con el paso del tiempo, los desarrollos tecnológicos han permitido realizar diversos procesos de modificación superficial, con el fin de satisfacer necesidades, adaptando características físicas y químicas a un sustrato, dando como resultado una especie de material compuesto, en el cual el recubrimiento aporta la propiedad de resistencia al desgaste y el material base continúa como responsable de las propiedades mecánicas.

La obtención y caracterización de las propiedades aportadas por el recubrimiento tales como resistencia al desgaste y dureza, son centro de investigaciones que buscan optimizar las técnicas de tratamiento de superficies ya desarrolladas, incursionar en nuevas metodologías, ingresar al ámbito industrial, además de dar importancia a modificaciones secundarias en la pieza tratada, tales como fines estéticos, propiedades eléctricas, magnéticas y de resistencia a la corrosión.

La presente investigación busca transferir un material (Ti) o compuesto (TiN) a la superficie de un acero herramental (HSS M2), para evaluar posibles mejoras en sus propiedades antidesgaste, al someter la zona tratada a condiciones de desgaste contra un acero comercial, empleado en procesos de mecanizado convencionales; todo lo anterior realizado con equipos disponibles en la Universidad Industrial de Santander.

Con un adecuado tratamiento estadístico de los resultados experimentales, se indaga si la variación en los mismos es realmente significativa, abriendo puertas a futuros trabajos investigativos.

1. MARCO TEÓRICO DE LOS PROCESOS DE RECUBRIMIENTO

1.1 RECUBRIMIENTOS INDUSTRIALES

Desde hace décadas se concentran estudios en desarrollar técnicas de recubrimiento sobre piezas metálicas, con el objetivo principal de obtener la mayor dureza superficial posible y resistencia al desgaste¹.

La combinación de propiedades entre capa y sustrato da origen a una especie de material compuesto, en el cual las propiedades relacionadas con el desgaste se atribuyen al recubrimiento y las propiedades mecánicas al elemento base.

Profundas investigaciones sobre mecanismos de desgaste dejaron a un lado la idea de obtener la mayor dureza posible y generaron el objetivo de desarrollar capas de buen comportamiento tribológico para que así produzcan bajo coeficiente de rozamiento.

Las técnicas de recubrimiento amplían continuamente sus aplicaciones, buscando que el producto final tenga las mejores propiedades posibles en cuanto a dureza, coeficiente de fricción, tenacidad, resistencia a la corrosión y hasta propiedades eléctricas, ópticas y magnéticas; la combinación de tales propiedades, centro de diversas investigaciones, se compacta en el término *Ingeniería de Superficies*.

De la variedad de técnicas de deposición existentes, las técnicas PVD (Deposición física en fase de vapor), PECVD (Deposición química en fase de vapor asistida

¹ VERMESAN, G. NEGREA, G. L` Ingenierie des surfaces: un nouveau concept de realisation de pieces mecaniques. Traitement Thermique vol 331, 2001. p. 45-49

por plasma) y CVD (Deposición química en fase de vapor), son las de mayor acoplamiento en el ámbito industrial.

1.1.1 Características de los procesos de deposición. A continuación se describen las principales características de los procesos de deposición.

1.1.1.1 Obtención del metal reactivo. Las técnicas PVD consiguen evaporar e ionizar el reactivo en su estado de metal puro, por medios físicos. Sus diversos métodos difieren en el sistema de evaporación, siendo los más empleados en el ámbito industrial el ion-plating, evaporación por arco catódico y sputtering.²

Las técnicas CVD emplean como metal reactivo compuestos gaseosos o líquidos de fácil evaporación, que se descomponen fácilmente a la temperatura del proceso. La formación del compuesto ocurre gracias a las reacciones de compuestos gaseosos proporcionados de manera precisa en el reactor.

Las técnicas PECVD trabajan con reactivos gaseosos que se descomponen al activar un plasma generado sobre las piezas a recubrir, el cual ioniza los compuestos y da lugar a las reacciones durante el proceso, a temperaturas moderadas.

² RODRÍGUEZ, R. Recubrimientos de baja fricción para componentes de automoción y útiles de deformación metálica, Superficies vol 15, 2003. p. 34-36.

1.1.1.2 Grados de vacío y temperatura del proceso. Los procesos PVD requieren usar cámaras de alto vacío (hasta 10^{-5} mbar), llegando durante el proceso a presiones de 10^{-3} mbar; en cuanto a temperatura depende de la aplicación del recubrimiento, ya sean cerámicos de alta dureza (480°C a 550°C), fines decorativos (50°C a 60°C) o de baja fricción (temperaturas inferiores a 480°C).

En las técnicas CVD el proceso se desarrolla a presión atmosférica, aunque actualmente se trabaja en condiciones de baja presión (LPCVD), oscilando entre 250 y 600 mbar y a muy altas temperaturas (950°C a 1000°C).

En procesos PECVD la presión de reactivos es superior que en las técnicas PVD, con valores entre 0.5 y 4 mbar, dependiendo del tipo de gases empleados en el proceso; si se trata de recubrimientos duros, la temperatura del proceso se acerca a los 600°C y para aplicaciones de bajo coeficiente de fricción se encuentra alrededor de 450°C y hasta menor.

1.1.2 Variantes en los procesos

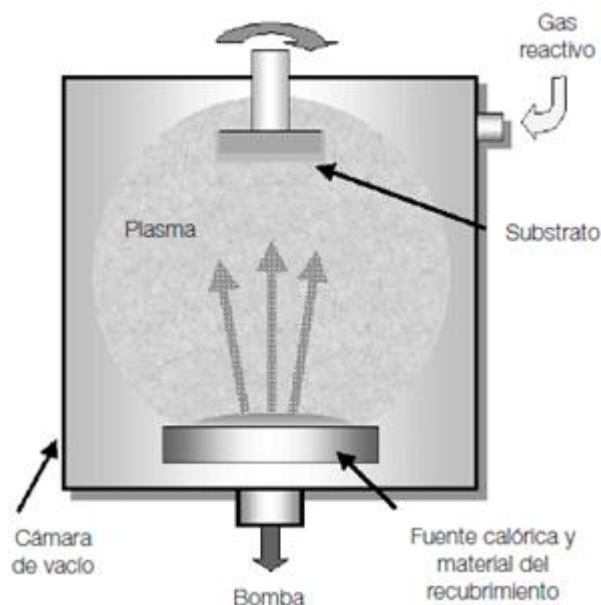
1.1.2.1 PVD. La técnica ion plating consiste en que la evaporación del metal reactivo se lleve a cabo gracias al calentamiento de un haz de electrones sobre un crisol que contiene el metal.

Si la evaporación del metal se logra desplazando un arco eléctrico sobre el mismo, se denomina evaporación por arco catódico (CAE por sus siglas en inglés).

La pulverización catódica, también conocida como sputtering, bombardea con un haz de iones de gas inerte (Argón) el material a evaporar.³

Una vez generados los iones, se introduce en la cámara el gas a bajas presiones que se espera que reaccione para formar compuestos, que luego se depositan en las piezas por la acción de un campo eléctrico. Ver figura 1.

Figura 1. Esquema general del proceso PVD



Fuente: Autores.

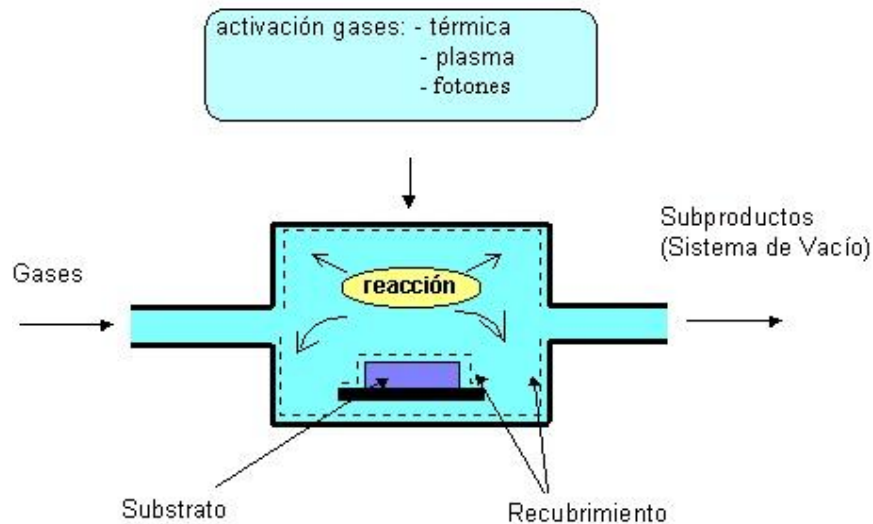
El uso de las técnicas de evaporación por arco eléctrico y de haz de electrones se ha centrado en aplicaciones que buscan producir recubrimientos duros con buena resistencia al desgaste, con compuestos como TiN, TiCN, AlTiN y CrN aplicados como capas en diversas formas.

³ GARCÍA, J. RODRÍGUEZ, R. Recubrimientos PVD, Deformación Metálica vol 267, 2002. P. 88-93

La versatilidad de los equipos PVD permiten desarrollos e investigaciones continuas.

1.1.2.2 CVD. Sus variantes tienen que ver principalmente con los equipos, que incluyen un sistema de cloración. Al alcanzar temperaturas cercanas a los 1000°C en la cámara, se favorece la disociación, formando los compuestos que se depositan sobre la pieza. Ver Figura 2.

Figura 2. Esquema general del proceso CVD



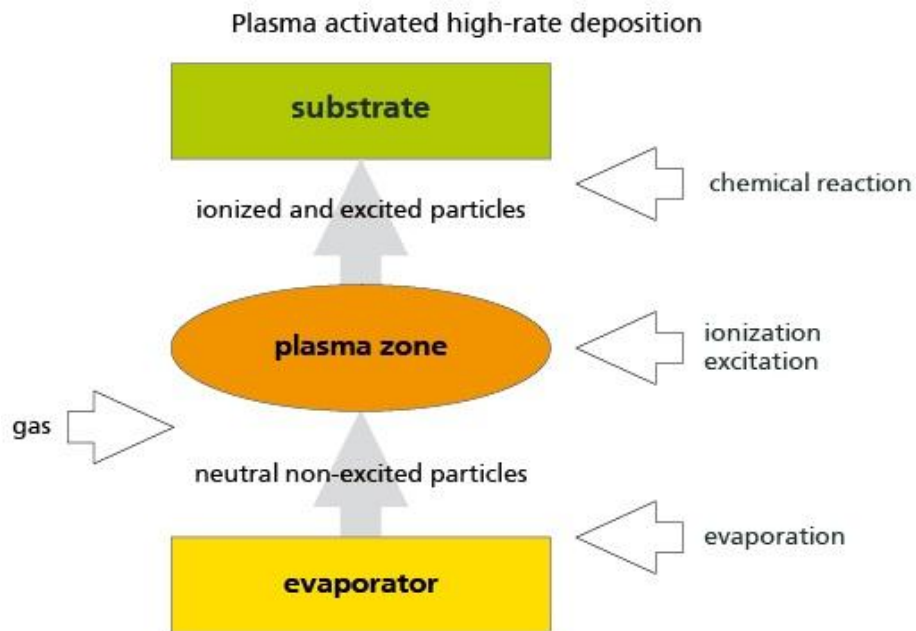
Fuente: Autores.

Los gases reactivos pueden originar nitruros, carburos, carbonitruros, óxidos y boruros del metal precursor (Ti por ejemplo).

Se destaca la gran adherencia al sustrato lograda con sus altas temperaturas debido a los fenómenos de difusión. Su mayor inclusión industrial se encuentra en aplicaciones de matricería en procesos de conformado.⁴

1.1.2.3 PECVD. Sus variantes se refieren al sistema que genera el plasma y a la obtención de una buena difusión de gases; industrialmente el plasma es generado por radio frecuencia (RF) o por diferencias de potencial; la cámara es llevada a condición de vacío y los gases y la pieza son calentados a la temperatura necesaria del proceso, entonces el generador de plasma activa los reactivos, formando compuestos que se depositan sobre la superficie. Ver figura 3.

Figura 3. Esquema general del proceso PECVD



Fuente: Autores

⁴ CARRERAS, L. MÓNTALA, F. BUENO, S. Recubrimientos CVD para la estampación de chapas de alta resistencia, Deformación Metálica vol 267, 2002. P. 84-87.

Al tratar con piezas conductoras, se focalizan los iones mediante un campo eléctrico, aunque el proceso también permite materiales no conductores.

Se diferencia de los demás procesos por su facilidad de poder realizar tratamientos termoquímicos de nitruración iónica antes del recubrimiento cerámico. Tecnología pionera en tratamientos dúplex, aunque actualmente los procesos PVD también lo hacen.

Su inclusión en el ámbito industrial se debió en gran parte a la obtención de recubrimientos de baja fricción usando metano como gas reactivo.

1.1.3 Requisitos del material a recubrir. Toda técnica de recubrimiento requiere una detallada preparación y limpieza de la superficie a tratar para facilitar la adherencia película-sustrato.

Es importante considerar que el estado superficial antes de aplicar el proceso debe ser el deseado luego del mismo. Otro factor fundamental es la temperatura de la pieza en el proceso, pues el sustrato no debe perder propiedades por tal efecto.

Generalmente se trata con aceros como sustratos, por sus aplicaciones como herramientas de corte, matrices de fabricación y demás, en los cuales el enfriamiento posibilita distorsiones, por lo cual tratar con aceros aleados es conveniente, además de que sus altos contenidos en cromo mantienen la dureza en temperaturas de hasta 550°C.

1.1.4 Propiedades del Ti. Es un metal de color blanco plateado y brillante. La estructura electrónica del titanio se encuentra incompleta en la capa “d”

permitiendo que el titanio forme soluciones solidas con muchos elementos sustitucionales. Presenta dimorfismo, es decir, en sus aleaciones muestra dos estructuras cristalinas que dependen de la temperatura; a bajas temperaturas cristaliza en forma hexagonal compacta (fase alfa) y por encima de 885.2 °C cristaliza es una estructura cúbica centrada en el cuerpo; debido a este comportamiento tiene excelente resistencia a la corrosión ya que soporta el ataque de los ácidos inorgánicos, de la mayoría de orgánicos y del cloro húmedo. Reacciona muy rápidamente con el oxígeno, nitrógeno, hidrogeno y carbono.

Otras propiedades que presenta este metal es su alto punto de fusión, lo que facilita el trabajo en condiciones de alta temperatura; además tiene bajos coeficientes de conductividad y dilatación térmica y bajo módulo de elasticidad convirtiendo al Ti en un metal excelente para uso industrial⁵. Ver Tabla 1.

Tabla 1. Propiedades físicas del Ti

COMPOSICIÓN Ti	
NÚMERO ATÓMICO	22
PESO ATÓMICO	47,9 [g/mol]
RADIO COVALENTE	1,32 [Å]
PRIMER POTENCIAL DE IONIZACIÓN	6,83 [eV]
PUNTO DE FUSIÓN	1668 [°C]
PUNTO DE EBULLICIÓN	3260 [°C]
ESTRUCTURA CRISTALINA	α(HCP) para T < 882 °C β(BCC) para T > 882 °C
TEMPERATURA DE TRANSICIÓN α-β	882,5 [°C]
DENSIDAD	4,54 [g/cm ³]
CAPACIDAD CALORIFÍCA	523 [J/Kg* °C]
CONDUCTIVIDAD TÉRMICA	19,2 [W/m* °C]
COEFICIENTE DE EXPANSIÓN TÉRMICA	8,41 x 10 ⁻⁶ [°C]
MÓDULO DE ELASTICIDAD	105 [Gpa]
Fuente: LIU, Xuanyong; CHU, Paul; DING, Chuanxian.	

⁵ E. Moll and E. Bergmann, Surface and Coatings Technology, 1989, p. 483-509

1.1.5 Propiedades del TiN. Es un compuesto químicamente estable e inerte, tiene una combinación de enlaces iónicos, covalente y metálicos debido a su estructura intersticial, permitiendo combinar las propiedades físicas de los cerámicos y las eléctricas de los metales. El TiN es apto para prevenir problemas de desgaste abrasivo o adhesivo en herramientas de mecanizado, punzones y matrices. Debido a sus propiedades es el recubrimiento más empleado industrialmente⁶. Ver tabla 2

Tabla 2. Propiedades físicas del TiN

COMPOSICIÓN TiN			
PROCESO	PVD	TEMPERATURA DE FUSIÓN	2950 °C
ESPESOR	Rangos de 0,25 a 5 [µm]		
UNIFORMIDAD	Se ajusta de manera uniforme al sustrato. No se produce acumulación en las esquinas.	TEMPERATURA DE DEPOSICIÓN	Rangos de 200 a 450 °C. Proceso estándar de 400 °C y ofrece el mejor recubrimiento.
DUREZA	Entre 2500 y 3000 [Kg/mm ²] Equivale a 85 [HRC]	RESISTIVIDAD ELÉCTRICA	25 [µOhm*cm]
ADHESIÓN	Unión metalúrgica con el sustrato no se descascara. Implantación en la superficie.	RESISTENCIA QUÍMICA	Altamente inerte a los ácidos, bases y disolventes
COEFICIENTE DE FRICCIÓN	Baja fricción contra el acero. Entre 0,05 a 0,4	COEFICIENTE DE EXPANSION TÉRMICA	9,4 X 10 ⁻⁶ [/ °C]
ANTIADHERENCIA	Es una excelente superficie antiadherente contra la mayoría de los otros materiales.	CONDUCTIVIDAD TÉRMICA	0,046 [Cal/s*cm*°C]
TOXICIDAD	No es toxico. Usos dispositivos médicos, quirúrgicos y alimentos.	DENSIDAD	5,22 g/cm ³
RESISTENCIA A LA	Comienza a oxidarse a 600°C en el aire. Más	ESTRUCTURA CRISTALINA	FCC (Cúbica centrada en las

⁶ JEREZ ACEROS, Martha; MORANTES MONCADA, Luz. Determinación de la dureza mediante el método de indentación instrumentada de muestras de acero H13 depositadas con multicapas de Ti/TiN mediante el proceso de evaporación por arco catódico. Bucaramanga, 2011, 70p. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias.

COMPOSICIÓN TiN			
TEMPERATURA	resistente en una atmósfera inerte		caras)
COEFICIENTE DE POISSON	0,25	MÓDULO DE ELASTICIDAD	600 [Gpa]
CALOR DE FORMACIÓN	80750 [Cal/mol]		
Fuente: BRYCOAT. Advanced Metallurgical Coatings. <www.brycoat.com/pvd-tin-chart.html>			

1.2 EL PROCESO PVD

Las principales etapas presentadas en la producción de capas de recubrimiento en procesos PVD se muestran en la figura 4.

Figura 4. Tres etapas de integración de una capa con recubrimiento PVD



Fuente: Autores

1.2.1 Proceso híbrido de modificación superficial en el Laboratorio de Física y Tecnología del Plasma-UIS. Para la modificación superficial de las probetas, se realizó el montaje en la cámara del reactor MOSMET, ubicando primero el porta-muestras de acero en el cátodo, el cual queda cubierto por el aislador

cerámico, y luego insertando las tres muestras a tratar en los agujeros del disco, como se aprecia en la figura 5.

Es muy importante la buena manipulación de las probetas, para evitar su fragilización, además de minimizar efectos negativos en la investigación.

Figura 5. Montaje de probetas en el cátodo



Fuente: Autores

Realizado el montaje anterior, se cierra la cámara y se enciende el panel de control para accionar las bombas que generan el vacío necesario para un óptimo funcionamiento del equipo. Ver figura 6.

Figura 6. Panel de control del reactor MOSMET



Fuente: Autores

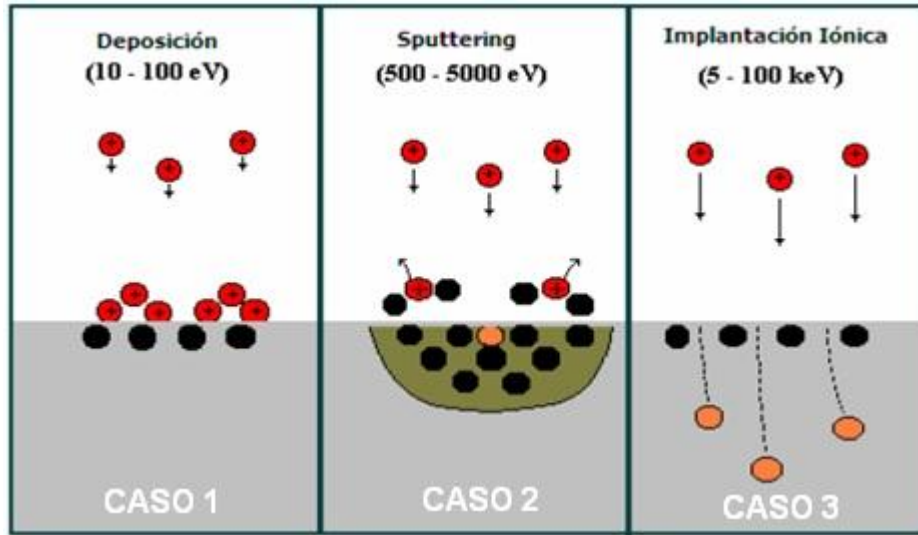
Se acciona la válvula que regula el flujo de Argón, gas inerte empleado en éste caso para un proceso previo de limpieza que consiste en ionizar el gas y bombardearlo contra la superficie a recubrir, con el fin de disminuir la rugosidad y eliminar impurezas de la misma.

Dependiendo de la energía con que se aceleren los iones contra la superficie, pueden presentarse alguno de los tres procesos ilustrados en la figura 7.⁷

En el caso 1, la energía de los iones no es suficiente para penetrar la superficie, y por tanto, se deposita en la misma a manera de película. La relación entre el número de electrones arrancados por ion que cae es conocida como el coeficiente de emisión electrónica secundaria γ , y caracteriza tal proceso.

⁷ VALVUENA NIÑO, Ely Dannier. Comportamiento del acero SAE – 4140 implantado con iones nitrógeno en ambientes hidrogenados. Bucaramanga, 2004, 76p. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias.

Figura 7. Interacción de iones con la superficie



Fuente: Autores

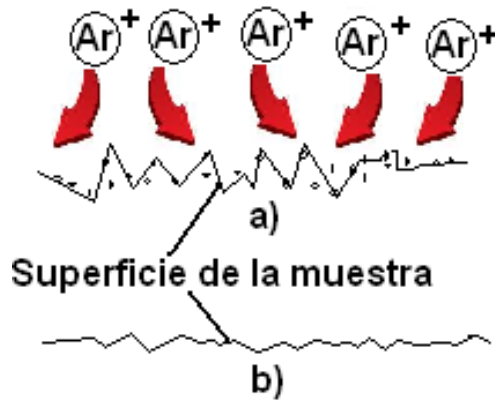
En el caso 2, conocido como sputtering, la energía cinética de las partículas que inciden es suficiente para arrancar uno o más átomos de la red cristalina del material del cátodo. Proceso caracterizado por el coeficiente de emisión S , relación entre el número de átomos arrancados de la superficie por ion bombardeado.

En el caso 3, los iones se implantan en capas sub-superficiales, formando parte de ella. Dicho proceso se caracteriza por la dosis D , definida como el número de iones implantados a cierta profundidad bajo unidad de área de la superficie tratada.

Para los tres tratamientos realizados a las probetas en la presente investigación, previamente, todas las muestras fueron sometidas a un proceso de Sputtering, con el fin de eliminar impurezas superficiales y disminuir la rugosidad de las mismas, para garantizar que los iones a implantar penetren una mayor profundidad y se distribuyan de manera homogénea (no se dispersen),

condiciones superficial mostrada en la Figura 8, a) antes del Sputtering y b) después del mismo.

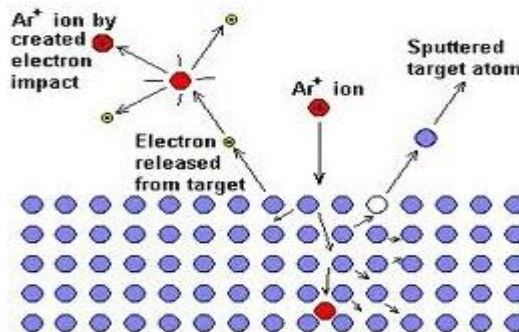
Figura 8. Estado superficial de la muestra antes y después del Sputtering



Fuente: Autores

La Figura 9 muestra la interacción de los iones de Argón con los átomos superficiales de la muestra al impactarla, generando desplazamientos, liberaciones y chisporroteos principalmente.

Figura 9. Interacción de iones de Ar con átomos de la red cristalina



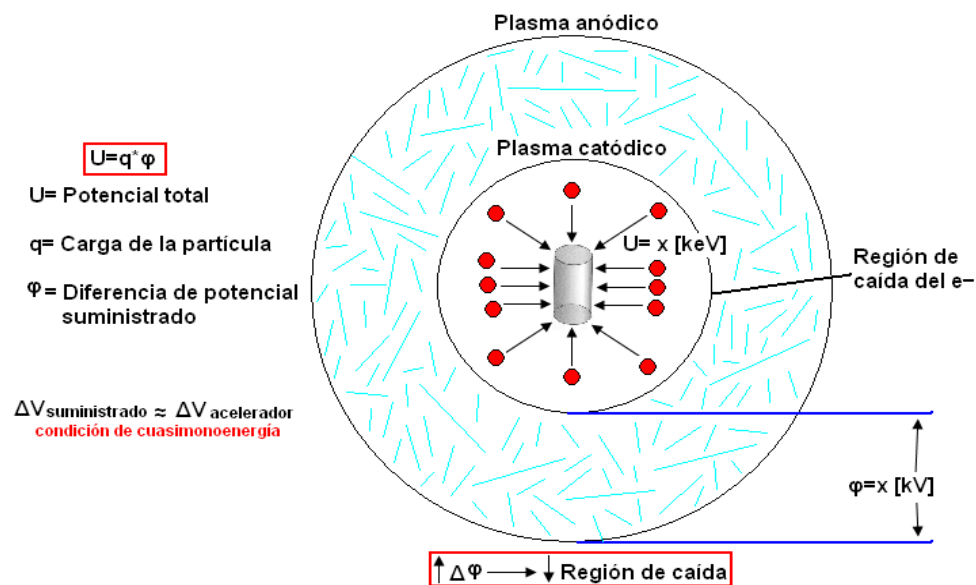
Fuente: Oxford Vacuum Science. <www.oxford-vacuum.com>

Inicialmente, el reactor empleado en el proceso era conocido como JUPITER (Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor), en el año 1996, cuyo funcionamiento es basado en 3DII (Three Dimensional Ion Implantation), técnica para tratamiento superficial avanzado mediante descargas pulsadas de alto voltaje a bajas presiones, condiciones que garantizan una implantación ortogonal y homogénea en la superficie de trabajo.

La fuente de alto voltaje es una fuente DC que genera pulsos cuasirectangulares con duración y frecuencia establecidos de manera estándar para ofrecer una descarga autosostenida, de 0.25ms y 30Hz respectivamente.

En dicho reactor, la superficie de las muestras actúa como cátodo y las paredes del equipo como ánodo, además, ante la existencia de un gas como medio en la cámara y las descargas pulsadas de alto voltaje, se produce la orientación y aceleración de partículas (se ionizan), como se muestra en la figura 10.

Figura 10. Esquema de la aceleración de partículas



Fuente: Autores

La condición de que a mayor diferencia de potencial en las descargas pulsadas disminuye la región de caída que no es más que el espacio de aceleración de los iones, ofrece certeza de obtener una distribución cuasimonoenergética en las partículas, y por tanto, una penetración uniforme en el material a tratar.

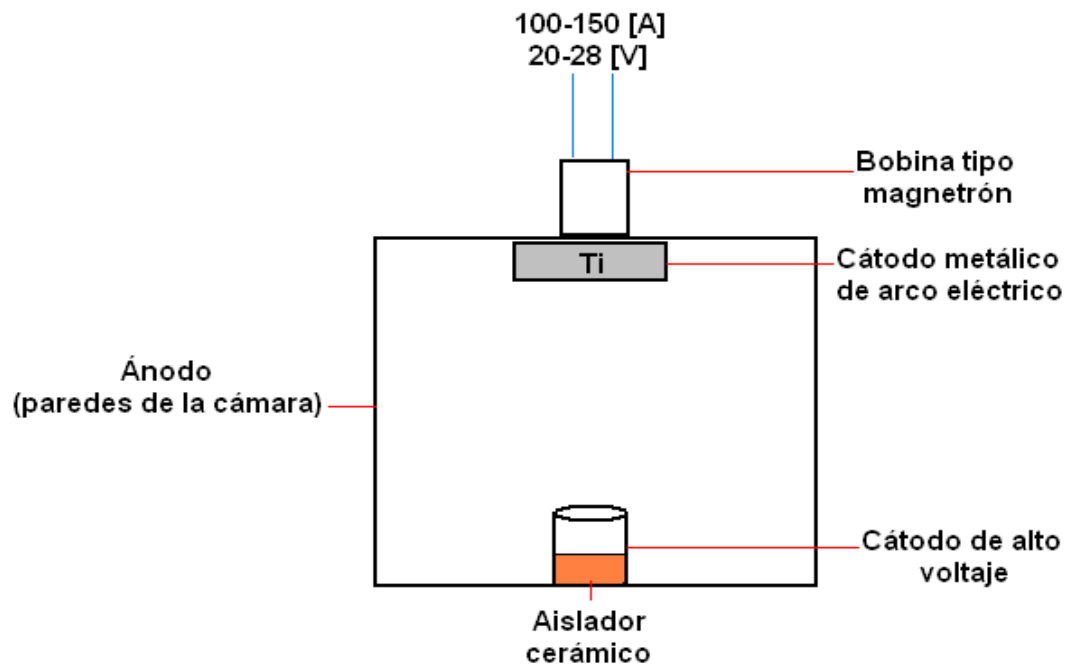
En el año 2005, cuando toma importancia el mundo de los nanos, se hizo necesario actualizar la tecnología disponible para la modificación de superficies de metales y así poder producir recubrimientos sobre las mismas.

Se trata de aprovechar el equipo adecuando un sistema que genere descargas de arco eléctrico, con buena eficiencia, para lograr la evaporación de metales que se deseen depositar, ofreciendo uniformidad en la formación de películas.

Se implementa así el sistema tipo magnetrón, añadiendo al equipo existente una bobina que genere un campo eléctrico, cuya corriente catódica sirva para evaporar el metal; el equipo mejorado toma ahora el nombre de Reactor MOSMET.

En la figura 11 se aprecia un esquema de la disposición general de la cámara de descargas, en la cual se destaca la presencia de dos cátodos, el primero para la descarga de arco eléctrico y el segundo para descarga de alto voltaje, además de la bobina tipo magnetrón con sus respectivos parámetros de operación para generar la atmósfera en la cámara.

Figura 11. Esquema general de la cámara de descargas



Fuente: Autores

La descarga de arco eléctrico se enciende para obtener la evaporación del Ti, y si no se enciende la descarga de alto voltaje, el Ti se depositará en la pieza caliente por efectos difusivos; según estudios recientes sobre el reactor MOSMET, para que el proceso de difusión ofrezca óptimas condiciones de adherencia película-sustrato, la temperatura de la superficie a tratar debe estar aproximadamente en 450°C.⁸

La disposición física de los cátodos y el ánodo se muestra en la Figura 12.

⁸ ORTIZ, Laura. Efecto de la temperatura en la deposición y la caracterización de películas de TiN sobre acero H13 obtenidas por evaporación catódica de plasma. Bucaramanga, 2011, 71p. Universidad Industrial de Santander, Facultad de ciencias.

Figura 12. Cámara de descargas

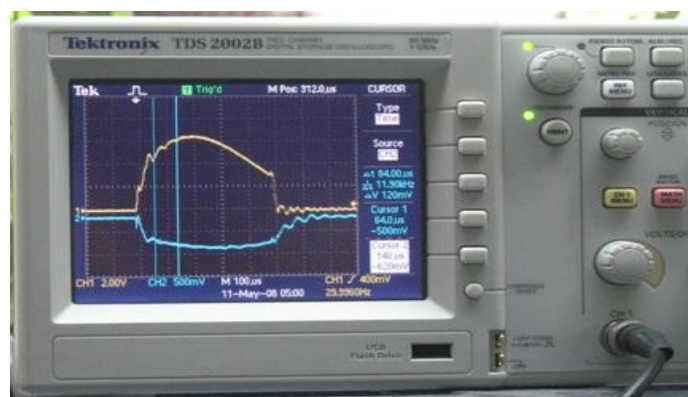


Fuente: Autores

Al permitir funcionar simultáneamente los sistemas de descarga de alto voltaje y de arco eléctrico, se obtiene un proceso único en materia investigativa, conocido como híbrido, el cual ofrece como resultado iones implantados e iones depositados en la superficie a mejorar, dicho proceso es el empleado en la modificación superficial de las probetas en el desarrollo del presente proyecto.

En la Figura 13 se observan los pulsos de voltaje y corriente durante un proceso de descarga.

Figura 13. Registro de pulsos de corriente y voltaje.

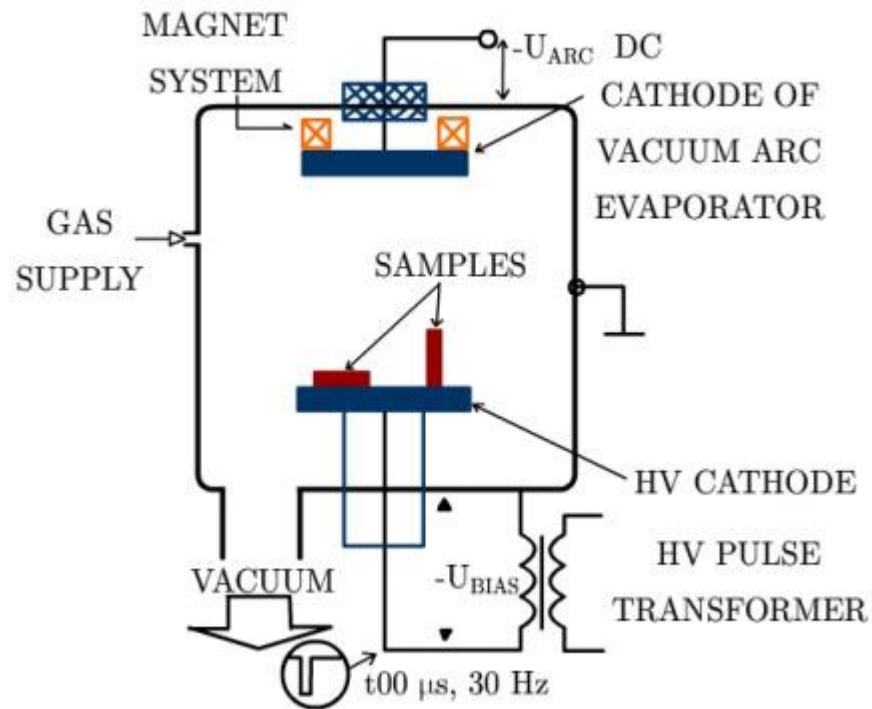


Fuente: Autores

1.2.2 Evaporación por arco catódico. Las fuentes de evaporación han sido clasificadas según el tipo de calentamiento empleado para transformar el metal de estado sólido a su fase de vapor; el Reactor MOSMET emplea la evaporación por arco catódico donde se produce un arco voltaico de alto amperaje generado sobre la superficie del cátodo, que es ionizado y evaporado.

La diferencia de voltaje que hay entre el sustrato y la cámara del reactor hace que los iones sean focalizados, acelerados y proyectados; el campo magnético direcciona los iones hacia la pieza a recubrir. La figura 14 muestra la distribución de elementos en el reactor, que componen el sistema de evaporación por arco eléctrico CAE (Cathodic Arc Evaporation).

Figura 14. Esquema del funcionamiento del sistema de arco eléctrico



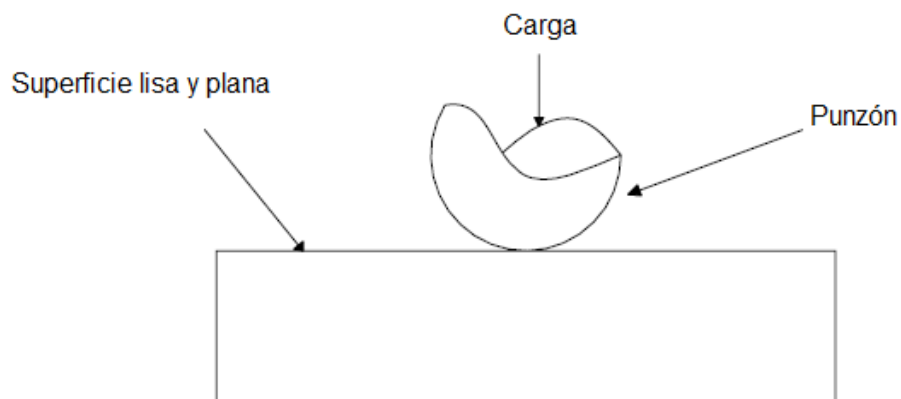
Fuente: Informe final, proyecto 321 de 2005, Grupo de física y tecnología del plasma, Universidad Industrial de Santander.

1.3 DESGASTE.

1.3.1 Tipos de Contacto entre Sólidos. Hay un área aparente entre la interfaz de las superficies aunque las puntas de las asperezas son el área de contacto real; si la carga es baja y el material tiene un alto valor de fluencia, el contacto será elástico, en el caso opuesto la interfaz fluirá plásticamente. En interfaz cinemática de la mayoría de las condiciones tribológicas parece presentarse ambas formas del comportamiento y tanto la fricción como el desgaste en los materiales dependen de la naturaleza del área real de contacto de las superficies.

1.3.1.1 Contacto único. Considérese el caso de un cuerpo hemisférico duro que se desliza sobre una superficie blanda y lisa bajo la acción de una carga (W); tanto el punzón como la superficie plana son lisas y libres de ondulaciones⁹. Ver figura 15.

Figura 15. Contacto único



Fuente: Autores.

⁹ MARTINEZ CERVANTES, Norma; VERGARA CAMACHO, Fernando. Ciencia de los materiales II. 2008, Pág. 95-99. Instituto politécnico nacional. Escuela superior de ingeniería mecánica y eléctrica

Dependiendo de la carga del punzón, indentará elásticamente un área circular de diámetro $2a$, en un análisis HERTZ (1896) demostró que para un contacto elástico el esfuerzo de compresión σ_c cualquier distancia radial “ r ” al centro del área indentada está dado por:

$$\sigma_c = \sigma_{\max} \left[1 - \frac{r^2}{a^2} \right]^{\frac{1}{2}} \quad \text{Ecuación 1.}$$

Esto significa que si no excede el punto de fluencia del material blando al máximo esfuerzo de compresión se localiza en el centro del círculo de contacto, decayendo hasta cero en el borde cuando $r=a$. La variación del esfuerzo de compresión a través del diámetro de indentación mostrado en la figura siendo W la carga aplicada, se tiene:

$$\sigma_{\max} = \frac{3W}{2\pi a^2} \quad \text{Ecuación 2.}$$

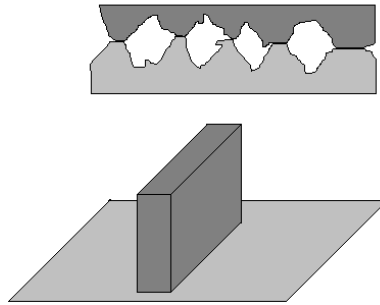
El análisis Hertziano también demostró que el esfuerzo más alto σ_{\max} se aplica en el interior del material a una distancia $0,5*a$ por debajo de la superficie del punto de contacto; teniendo

$$\delta_{\max} = 0.31 \sigma_{\max} \quad \text{Ecuación 3.}$$

1.3.1.2 Contacto múltiple. Las superficies de ingeniería, como el caso de un punzón hemisférico que presione una superficie blanda nunca son perfectamente lisas. La esfera tendrá asperezas y estos a su vez estarán cubiertas de micro

asperezas. En lugar de que el área de contacto sea en el punto central como se indicó en la figura anterior, la esfera descansara sobre unas cuantas asperezas de la superficie plana, como se muestra en la figura 16.

Figura 16. Contacto multiple



Fuente: Autores

Archad demostró que si se consideran las asperezas y se toma en cuenta la rugosidad de estas protuberancias y si este análisis se realiza en forma sucesiva se llega a una etapa en la cual el área de contacto elástico es casi proporcional a la carga aplicada.

El contacto de los sólidos está controlado por tres parámetros topográficos, la densidad superficial de las asperezas, su radio medio y la desviación de las alturas de las crestas. Además de las propiedades mecánicas de los metales, lo que ha dado el concepto de índice de plasticidad.

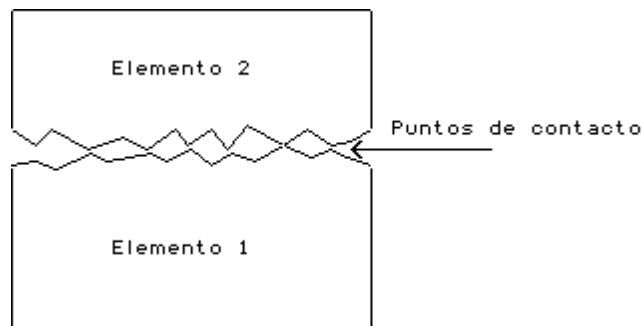
1.3.2 Tipos de Desgaste

1.3.2.1 Desgaste por Adherencia. Se define como el proceso que produce pérdida del material entre las superficies que interactúan como resultado de estar en contacto como lo muestra la figura 17.

El desgaste por este mecanismo es severo y puede presentarse en la cadena cinemática de una máquina, siempre que no exista lubricación adecuada en la interface de dos cuerpos en contacto.

En este caso, el movimiento relativo puede ser por deslizamiento unidireccional de vaivén, o bien por la interacción que ocurre bajo carga en contacto oscilatorio de pequeña amplitud. Se sabe que los picos superficiales que coinciden, fluyen plásticamente y forman fuertes uniones endurecidas por el trabajo. A medida que estos se rompen bajo la tracción tangencial impuesta a los sólidos estas van perdiendo material.

Figura 17. Desgaste por Adherencia



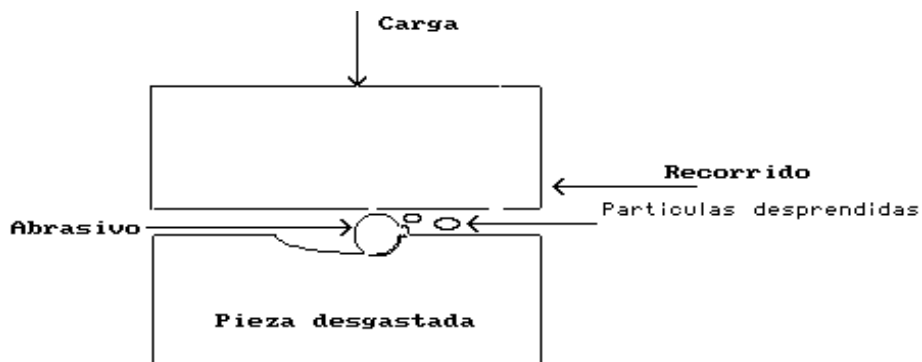
Fuente: Autores

1.3.2.2 Desgaste por Abrasión. Cuando un cuerpo duro se desliza sobre una superficie blanda, al aplicar el esfuerzo normal se graba en éste una serie de

surcos, lo que se conoce como desgaste por abrasión entre dos cuerpos. Ver figura 18.

Las partículas sueltas que entran en contacto con las superficies deslizantes actúan como esmeriles y el proceso de eliminación de metal se conoce como desgaste por abrasión de tres cuerpos. Las partículas duras pueden ser residuos metálicos atrapados como resultado del rozamiento o bien, capas de óxido desprendidas.

Figura 18. Desgaste por Abrasión



Fuente: Autores.

1.3.2.3 Desgaste por Ludimiento. En la mayoría de los elementos mecánicos o estructurales, hay muchas superficies que se deslizan con una pequeña amplitud la cual se puede deber a la vibración de las máquinas produciendo un movimiento oscilatorio, por ejemplo una junta bridada.

El resultado de esto es el ludimiento o desgaste por vibración: que se define como el proceso de desgaste entre dos superficies que tienen un movimiento oscilatorio relativo y de pequeña amplitud. Ver figura 19.

La magnitud de desgaste por ludimiento o vibración se puede evaluar por la pérdida de peso de una muestra respecto al número de oscilaciones.

Figura 19. Desgaste por Ludimiento



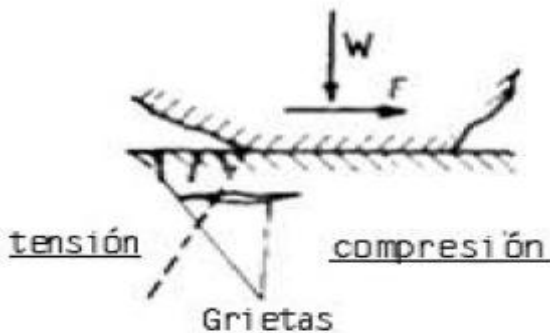
Fuente: Autores.

1.3.2.4 Desgaste por Fatiga. Probablemente el modo predominante de los tipos de desgaste son por desprendimiento de material de las superficies por fatiga, ya sea que la naturaleza del movimiento sea unidireccional o de vaivén. La falla se presenta en contactos lubricados, en baleros de rodillos o de bola, en engranes, levas y mecanismos impulsores de fricción. Donde la pérdida de material es por desprendimiento de capas superficiales y por picaduras.

Se considera que las grietas por fatiga aparecen debajo de la superficie de un punto en el que el coeficiente cortante es máximo; puede lograrse una mejoría en la vida de estos elementos si se trabaja una carga de contacto baja.

El método preferido en la industria es producir componentes con una profundidad óptima de capa endurecida junto con un buen acabado superficial que puede obtenerse por carburación o nitruración. Ver figura 20.

Figura 20. Desgaste por Fatiga

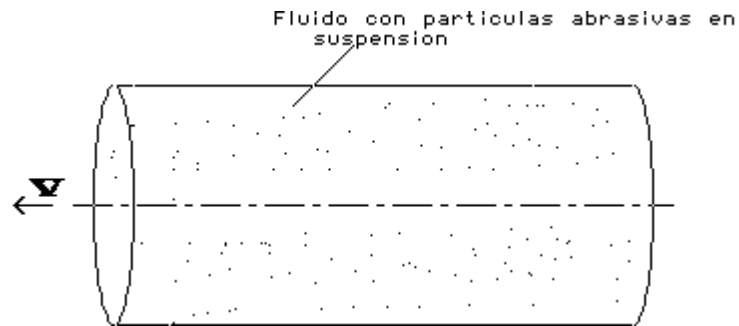


Fuente: Autores.

1.3.2.5 Desgaste por Erosión. Se define como el proceso de eliminación de metal provocado por incidencia de partículas sólidas sobre una superficie.

El desgaste por erosión puede ser deliberado como en el caso de la limpieza de piezas coladas, cascos de barcos por medio de chorros de arena, pero en ocasiones se produce pérdida muy costosa de material como en el caso de las hélices de turbinas, de turbinas de gas o los refractarios de hornos eléctricos o en los hornos de fabricación de vidrio. El grado de desgaste tiene relación con el ángulo de incidencia de las partículas con respecto a las superficies. Ver figura 21.

Figura 21. Desgaste por Erosión



Fuente: Autores.

1.3.2.6 Desgaste por Cavitación. La cavitación ocurre en la superficie del metal donde el líquido fluye a alta velocidad y existen cambios de presión tal y como acontece en los impulsores y propulsores, siendo un caso típico las hélices de un barco. Los cálculos indican que la rápida impulsión de burbujas de vapor puede producir presiones localizadas de hasta 60000 Psi. Con repetidas impulsiones de burbujas de vapor puede producirse un daño en la superficie metálica. En los baleros lubricados también se presenta el desgaste por cavitación. Ver figura 22.

Figura 22. Desgaste por Cavitación



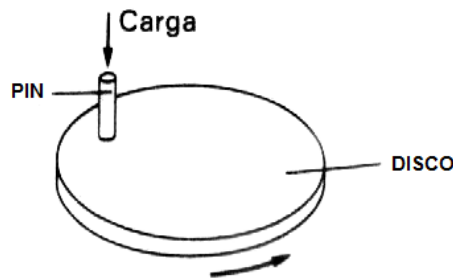
Fuente: Autores

2. TÉCNICAS Y EQUIPOS DE ANÁLISIS PARA PROCESOS DE DESGASTE

2.1 MÁQUINA DE ENSAYO PIN ON DISK

Es una máquina muy usada para pruebas de desgaste en la cual la espiga o pin se monta de forma normal sobre el disco giratorio como se aprecia en la figura 23; en dicha máquina las variables que se pueden tratar son la carga normal, la velocidad de deslizamiento, la atmósfera y la temperatura ambiente.

Figura 23. Esquema de la máquina pin sobre disco



Fuente: Autores

La máquina de pruebas causa el movimiento relativo y como consecuencia del mismo se forma un camino de desgaste en el disco y diminutas marcas del mismo fenómeno en el pin; la probeta, sujeta a un posicionador, se presiona contra el disco con una carga específica, la cual no puede exceder los 5 Kg (49.05 N) y es suministrada por un sistema de pesas incluida en la máquina.

Cuenta con un software en el cual se configura la velocidad de rotación del porta discos, por la acción de un motor de velocidad variable; y con un conjunto

manivela-tornillo que mueve la mesa desplazable para ajustar la posición del pin de prueba respecto al disco, y por tanto, lo posiciona a un radio tal que la velocidad tangencial sea la establecida. El motor debe estar montado de tal manera que las vibraciones no afecten las pruebas.

La disposición general del equipo se muestra en la figura 24.

Figura 24. Máquina pin sobre disco



Fuente: Autores

2.2 MICROSCOPIA AUTOMATIZADA

Microscopio de luz polarizada marca ZEISS con software integrado (Axio imager for Polarized Light Microscopy) también llamado AxioVision, procesador modular de imágenes y sistema de análisis para microscopía moderna.

La funcionalidad básica para adquisición de imágenes y control del microscopio, procesamiento y anotación de imágenes, análisis de imágenes, documentación y configuración pueden ser ampliados con la integración de módulos adicionales en el sistema, para tareas específicas. El equipo es mostrado en la figura 25.

Figura 25. Microscopio de luz polarizada empleado



Fuente: Autores

El microscopio es automatizado en el eje z a pasos mínimos de 10nm, además permite desplazamientos en las demás coordenadas, por medio de un joystick, para posicionar la pieza de trabajo de manera óptima y moverla cuando no se visualiza toda la zona de interés siendo necesario realizar varias tomas de la misma.

El programa integrado ofrece muchas aplicaciones, tales como adquisición en secuencia, barrido, mosaico, de las cuales varias son empleadas en el desarrollo del proyecto y descritas más adelante.

El equipo con sus sistemas auxiliares se muestra en la figura 26.

Figura 26. Microscopio junto a elementos complementarios



Fuente: Autores

El equipo se encuentra en el GOTS (Grupo de Óptica y Tratamiento de Señales) en la sede UIS Guatimar, así como la CPU, las fuentes, monitor y todo lo necesario para su correcto y preciso funcionamiento.

Este equipo se usará para adquirir imágenes del estado de superficie de los sustratos antes del recubrimiento, comprobando así la verdadera forma en que se encuentran dichas piezas.

2.3 REACTOR MOSMET

Este equipo pertenece al grupo de física y tecnología del plasma de la Universidad Industrial de Santander; emplea la técnica de evaporación catódica de arco eléctrico para obtener el metal a depositar en su fase de vapor. Ver figura 27.

Figura 27. Reactor MOSMET



Fuente: Autores

El equipo está compuesto de:

- a) Cámara de descargas.
- b) Sistema de vacío.
- c) Fuente de alto voltaje.
- d) Fuente para el arco eléctrico.

- e) Panel de encendido descarga de arco.
- f) Panel de control general.

La cámara de descargas **(a)** está fabricada de acero inoxidable AISI 304 y tiene un volumen de trabajo de $0.7 \times 0.8 \times 0.7$ [m³], con una pared posterior semicilíndrica. Para entrar a este compartimiento se hace a través de una puerta frontal plana. La construcción de los acoples, puertas y espesores de las paredes de la cámara garantizan la protección contra los rayos X durante el trabajo del equipo con pulsos hasta de 100 [KV].

El reactor cuenta con un sistema de vacío **(b)** conformado por una bomba turbo molecular AB1500 con una velocidad de bombeo con relación al nitrógeno de 720 Lt/s, con la cual se logra alcanzar vacíos residuales cercanos a 10^{-4} [Pa].

La fuente de alto voltaje **(c)**, es la encargada de generar los pulsos con una potencia media de 2.5 [KW], produce pulsos rectangulares de la tensión de alimentación con una amplitud regulada desde 5 [KV] hasta 60 [KV], con una duración también regulada entre 50 [μ s] y 2.5 [ms] con frecuencia de repetición de 1 [Hz] a 60 [Hz]. Los pulsos de salida, cuya polaridad puede ser tanto negativa como positiva llegan al electrodo interno a través de un cable coaxial de alto voltaje.

2.4 ESPECTRÓMETRO

Equipo de tecnología Alemana adquirido por la UIS, ubicado en el centro de investigaciones Guatiguará desde Diciembre de 2011, mostrado en la figura 28.

Denominado *Genesis Spectrum* de referencia *Quanta feg 650* cuya técnica operativa es conocida como EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy).

Los sistemas EDS principalmente contienen un detector de rayos X, una cámara de vacío, un sistema de enfriamiento y un software especializado que almacena y analiza las energías espectrales para compararlas con una base de datos integrada.

Figura 28. Espectrómetro empleado

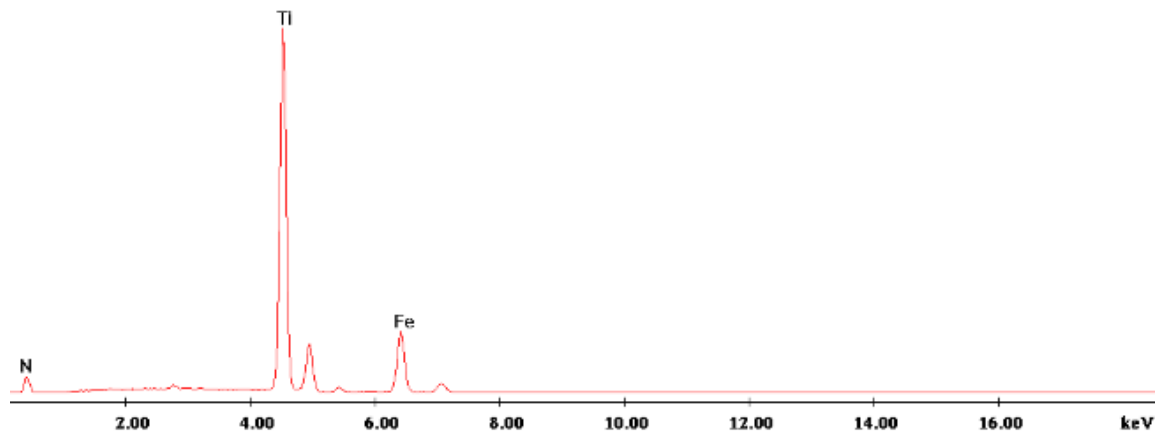


Fuente: Autores

Como parte de los resultados de analizar una superficie, el software ofrece un patrón de picos característicos que permiten estimar las proporciones en que se encuentra cada elemento constituyente, como el mostrado en la figura 29.

Este equipo tiene la función de dar el porcentaje de cada compuesto presente en la superficie de la pieza, utilizado como análisis en la caracterización inicial de las películas, durante y después de las pruebas de desgaste.

Figura 29. Patrón de picos característicos de una superficie por EDS

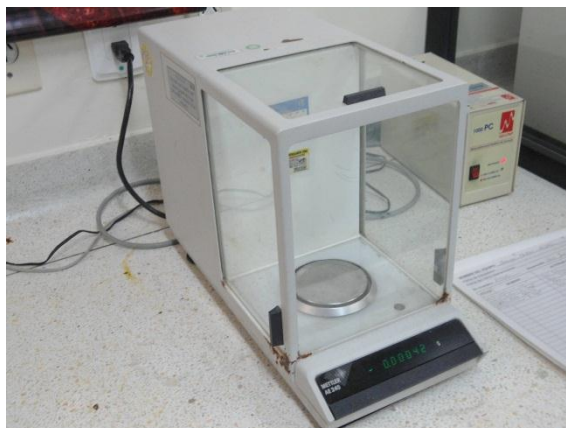


Fuente: Autores

2.5 BALANZA DE PRECISIÓN

Ubicada en el Grupo de Investigación en Corrosión, en la sede de investigaciones de Guatiguará, bajo ambiente controlado y aislada de los demás equipos en un pequeño cuarto, debido a su gran sensibilidad de 0,01mg. Ver figura 30.

Figura 30. Balanza



Fuente: Autores

Equipo utilizado para cuantificar la pérdida de peso de las probetas.

3. DISEÑO Y DESARROLLO EXPERIMENTAL PARA MEDICIÓN DE DESGASTE

En el presente capítulo se parte de la necesidad de determinar la pareja de materiales (pin-disco), y seleccionar entre ellos el conveniente para someterlo al proceso de modificación superficial, buscando que los parámetros y resultados de la investigación no estén lejos de operaciones actuales y aplicaciones futuras.

Posteriormente es aplicado un estudio preliminar que relaciona el número de réplicas por tratamiento con la confiabilidad de los resultados de la investigación para efectos de comparación, buscando equilibrio entre cantidad y calidad, optimizando los recursos disponibles.

Se describen limitaciones geométricas provenientes del equipo de ensayo Pin-On-Disk que orientan la selección de dimensiones finales de las probetas, teniendo en cuenta disponibilidad en la región. Adquiridas las muestras, las superficies a tratar se someten a un proceso de preparación bajo norma, para su posterior recubrimiento.

Se presenta de manera tabulada los parámetros involucrados en cada uno de los procesos de limpieza y deposición, aplicados a los diferentes grupos de muestras bajo estudio. Realizado el proceso, se caracteriza la condición inicial de los especímenes, se someten a pruebas de desgaste bajo norma para obtener valores de pérdida de peso, realizando inspecciones periódicas a su estado de superficie.

3.1 SELECCIÓN DE MATERIALES

La selección de los materiales del Pin y del disco se realizó de acuerdo a los datos obtenidos del QFD y su posterior análisis de las diferentes alternativas.

3.1.1 Despliegue de la función calidad (QFD)

3.1.1.1 Requerimientos del Consumidor. A continuación se establecen los parámetros esperados por parte de los interesados en el desarrollo de la investigación:

- Resistente
- Económico
- Fácil adquisición
- Maquinabilidad
- Durable

3.1.1.2 Organización de requerimientos. Los requerimientos se ordenaron en subgrupos de acuerdo a sus relaciones:

Operación:	Resistente
	Durable
	Económico
Accesibilidad:	Maquinabilidad
	Fácil adquisición

Tabla 3. Matriz de calidad

	Importancia	<i>Resistencia al desgaste</i>	<i>Dureza</i>	<i>Tecnología disponible</i>	<i>Durabilidad</i>	<i>Confiabilidad</i>	<i>Fácil adquisición de materiales</i>	<i>Económico</i>
Resistente	5	45 9	45 9	5 1	45 9	15 3	45 9	45 9
Económico	4	12 3	12 3	12 3	12 3	12 3	36 9	36 9
Fácil adquisición	3	9 3	3 1	27 9	3 1	3 1	27 9	27 9
Maquinabilidad	2	6 3	18 9	18 9	2 1	2 1	6 3	18 9
Durable	1	9 9	3 3	1 1	9 9	3 3	1 1	3 3
TOTAL		81	81	63	71	35	115	129

Fuente: Autores.

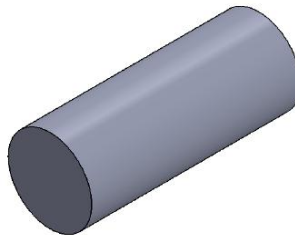
Por tanto, la investigación se centrará en buscar los parámetros del proceso en los cuales haya fácil adquisición de materiales a bajo costo con una resistencia al desgaste y dureza en la herramienta de corte.

3.1.2 Planteamiento de alternativas. El equipo con el cual se realizará el recubrimiento, llamado reactor MOSMET, cuyo funcionamiento se basa en la técnica de evaporación catódica de arco eléctrico, es de pequeña capacidad.

La temperatura del sustrato es uno de los parámetros de obtención del recubrimiento y se encuentra entre 350°C y 475°C, siendo necesario obtener homogeneidad en la temperatura del cuerpo a recubrir, por lo que no es viable pensar en recubrir el disco por factores económicos (muchísima más área a recubrir) y operacionales (temperatura no uniforme y equipo no apropiado).

3.1.2.1 Selección del sustrato del Pin. La elección del material a recubrir (pin) se centra en aquellos usados en procesos de mecanización, es decir, acero rápido (HSS) y metal duro.

Figura 31. Forma del Sustrato



Fuente: Autores.

Opción 1: Metal Duro (Hard Metal)

Composición química: 6 a 10% Co y W_3C hasta W_6C , grupo de los carburos.

Los materiales de metal duro, se caracterizan por sus altas fuerza a compresión, su alta dureza y por lo tanto su alta resistencia al desgaste, pero también está

limitado por su resistencia a la flexión. El metal duro se usa en machos, escariadores, fresas, fresas de roscar y brocas.

Opción 2: Acero Rápido (HSS M2)

Tabla 4. Composición química Acero rápido M2.

ELEMENTO	C	Cr	W	Mo	V
COMPOSICIÓN %	0,9	4	6	5	2
Fuente: Autores.					

Es una aleación de acero de una velocidad de corte entre 50 y 80 [m/min], con una buena maquinabilidad y un buen rendimiento. HSS presenta; dureza, resistencia y unas características de resistencia al desgaste que lo hacen muy atractivo en toda la gama de aplicaciones, por ejemplo en brocas y machos.

Opción 3: Acero Rápido (HSS M35) con 5% Co

Tabla 5. Composición química Acero rápido M35.

ELEMENTO	C	Cr	W	Mo	V	Co
COMPOSICIÓN %	0,9	4,2	6,4	5	1,9	4,8
Fuente: Autores.						

Este acero rápido contiene cobalto para aumentar la dureza. La composición HSCo es una buena combinación en cuanto a resistencia y dureza. Este material tiene una buena maquinabilidad y una buena resistencia al desgaste, esto hace que se utilice en brocas, machos, fresas y escariadores.

Opción 4: Acero Rápido (HSS M42) con 8% Co

Tabla 6. Composición química Acero rápido M42

ELEMENTO	C	Cr	W	Mo	V	Co
COMPOSICIÓN %	1,1	4	1,5	9,5	1,2	8
Fuente: Autores.						

Este acero rápido es similar al anterior pero contiene cobalto en mayor proporción, lo que aumenta su resistencia térmica.

Tabla 7. Evaluación de las opciones del material del PIN

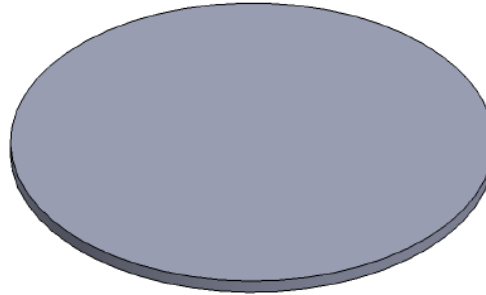
			OPCIÓN 1		OPCIÓN 2		OPCIÓN 3		OPCIÓN 4		
CRITERIOS DE EVALUACIÓN		PARÁMETROS	POND.	NOTA	POND.	NOTA	POND.	NOTA	POND.	NOTA	POND.
Economía	0,6	Resistente	0,33	3	0,99	5	1,65	5	1,65	5	1,65
		Económico	0,27	1	0,27	5	1,35	4	1,08	4	1,08
Fácil adquisición de materiales	0,2	Fácil adquisición	0,2	2	0,4	5	1	4	0,8	4	0,8
Resistencia al desgaste	0,07	Durable	0,07	5	0,35	2	0,14	3	0,21	3	0,21
Dureza	0,13	Maquinabilidad	0,13	1	0,13	4	0,52	3	0,39	3	0,39
TOTAL				2,14		4,66		4,13		4,13	
Fuente: Autores.											

NOTAS	1: DEFICIENTE
	5: ÓPTIMO

La selección de la opción ganadora se debe a la fácil adquisición del material, su economía, resistencia y que entre las otras opciones es el de menor resistencia al desgaste, lo cual ayuda a ver mejoras al momento de recubrir este sustrato.

3.1.2.2 Selección de material del disco. La elección del material del disco se realiza teniendo en cuenta aquellos materiales usados industrialmente y de fácil adquisición.

Figura 32. Forma del Disco



Fuente: Autores.

Opción 1: Acero inoxidable (AISI 304)

Tabla 8. Composición química acero inoxidable.

ELEMENTO	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni
COMPOSICIÓN %	0,08	2	1	0,045	0,03	18	8
Fuente: Autores.							

Dureza Brinell de 150. Estos aceros austeníticos se caracterizan por tener altas tenacidades aun a bajas temperaturas y propiedades mecánicas mejoradas por endurecimiento. Este acero tiene buena soldabilidad, ductilidad y no presenta fragilidad a bajas temperaturas, sus propiedades mecánicas no varían con el tratamiento térmico y la acritud producida por una deformación en frío no solo lo endurece sino que aumenta la permeabilidad magnética y el límite de fatiga. Resisten la corrosión atmosférica presente en obras arquitectónicas, son inmunes a los ambientes en el procesamiento de alimentos y resisten químicos orgánicos.

Opción 2: Acero al carbono (SAE 1020)

Tabla 9. Composición química Acero SAE 1020.

ELEMENTO	C	Mn	Si	P	S
COMPOSICIÓN %	0,23	0,6	0,3	0,04	0,05
Fuente: Autores.					

Dureza brinell 190. Acero de bajo carbono para usos generales; sobre todo en aquellas aplicaciones que requieran buena soldabilidad. Por su contenido de manganeso ofrece mejor maquinabilidad que otros aceros del grupo. Se pueden obtener superficies endurecidas mediante tratamiento térmico de áreas externas carburizadas por cementación. Puede utilizarse en estado cementado, templado y revenido o simplemente en estado calibrado. Por su contenido de carbono estos aceros se utilizan para la fabricación de piezas estructurales o de maquinaria de mediana resistencia con una gran tenacidad.

Opción 3: Acero al carbono (SAE 1045)

Tabla 10. Composición química Acero SAE 1045.

ELEMENTO	C	Mn	Si	P	S
COMPOSICIÓN %	0,37	0,9	0,4	0,04	0,05
Fuente: Autores.					

Dureza brinell entre 240 - 260. Es un acero grado ingeniería de aplicación universal que proporciona un nivel medio de resistencia mecánica y tenacidad a bajo costo con respecto a los aceros de baja aleación. Frecuentemente se utiliza para elementos endurecidos a la llama ó por inducción. Este acero puede ser utilizado en condiciones de suministro: laminado en caliente o con tratamiento térmico (temple, revenido, etc.). Es un acero de baja templabilidad

que puede ser endurecido totalmente en espesores delgados por temple en agua.

Es ampliamente utilizado en la industria automotriz (productos forjados y estampados); se usa en partes de máquina que requieran dureza y tenacidad como: manivelas, chavetas, pernos, bulones, engranajes de baja velocidad, arboles, cigüeñales, bielas, fabricación de herramientas agrícolas, mecánicas y de mano forjadas de todo tipo como: hachas, azadones, rastrillos, picas, martillos, palas, etc.

Tabla 11. Evaluación de las opciones del material del Disco

				OPCIÓN 1		OPCIÓN 2		OPCIÓN 3	
CRITERIOS DE EVALUACIÓN		PARÁMETROS	POND.	NOTA	POND.	NOTA	POND.	NOTA	POND.
Economía	0,6	Resistente	0,33	5	1,65	2	0,66	5	1,65
		Económico	0,27	1	0,27	5	1,35	4	1,08
Fácil adquisición de materiales	0,2	Fácil adquisición	0,2	4	0,8	5	1	5	1
Resistencia al desgaste	0,07	Durable	0,07	5	0,35	3	0,21	4	0,28
Dureza	0,13	Maquinabilidad	0,13	3	0,39	5	0,65	5	0,65
TOTAL				3,46		3,87		4,66	
Fuente: Autores.									

NOTAS	1: DEFICIENTE
	5: ÓPTIMO

La selección de este material se debe a que posee una buena resistencia mecánica, es de fácil adquisición y maquinabilidad, y es relativamente económico para el uso de diversas actividades industriales como de herramientas agrícolas y automotrices.

3.2 SELECCIÓN DE PARÁMETROS DE ENSAYO

La selección de los parámetros de ensayo se ve limitada por la máquina Pin-On-Disk debido a que esta ofrece ciertos rangos de trabajo tanto operacionales como geométricos.

3.2.1 Carga. Se define como los valores de la fuerza de contacto entre el Pin y el disco, durante el procedimiento de desgaste, este valor será constante para todas las pruebas y su rango admisible está entre 0,981 [N] y 49,05 [N] utilizando las masas que vienen con el equipo. La fuerza normal aplicada por el punzón (Pin) para los análisis será de 9,81 [N] tomada de experiencias anteriores.

3.2.2 Velocidad. Para una velocidad de rotación del disco, se pueden obtener diferentes velocidades lineales variando el radio de la traza o camino a efectuar el Pin sobre el disco; el máximo radio posible con respecto al centro del disco es de 70 [mm] medido en la máquina y la velocidad angular del disco estará entre 60 y 600 [rpm].

La velocidad lineal entre las superficies de deslizamiento será de 1 [m/s] debido a que este valor se aproxima considerablemente a los utilizados en la industria; una velocidad lineal inferior a esta producirá quemadura en la superficie y por lo tanto no se obtendrían valores significativos para su respectivo análisis.

3.2.3 Distancia. Se define como la distancia de deslizamiento recorrida por el Pin sobre el disco y junto con la velocidad dará el tiempo necesario para hacer funcionar el software del equipo de ensayo. La distancia seleccionada para cada prueba es de 100 [m], en la cual se realizará la toma de valores de

desgaste cada vez que se complete un ciclo, hasta alcanzar la distancia adecuada donde no se presente muestras de recubrimiento en la superficie.

3.2.4 Ambiente. La atmósfera (aire del laboratorio, su humedad relativa y temperatura) alrededor de la superficie de contacto. Este sistema trabaja a una temperatura controlada de 22 [°C] y una humedad relativa de 40 % aproximadamente.

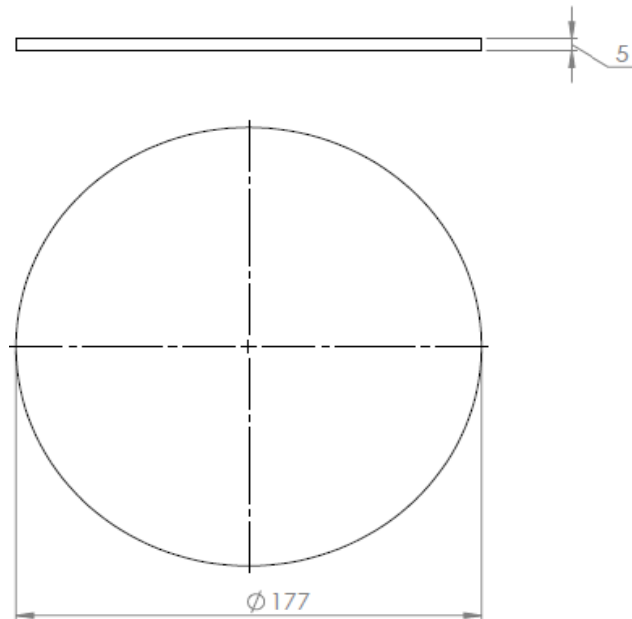
3.3 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

3.3.1 Geometría de las probetas. De acuerdo a especificaciones de diseño en la máquina de ensayo Pin On Disk a emplear, los parámetros dimensionales de las probetas deben encontrarse en rangos establecidos de la siguiente manera:

- Disco con diámetro entre 166mm y 182 [mm]
- Disco de espesor máximo de 12,8 [mm]
- Pin con diámetro de 6 [mm]
- Longitud del pin más espesor del disco, 20 [mm]

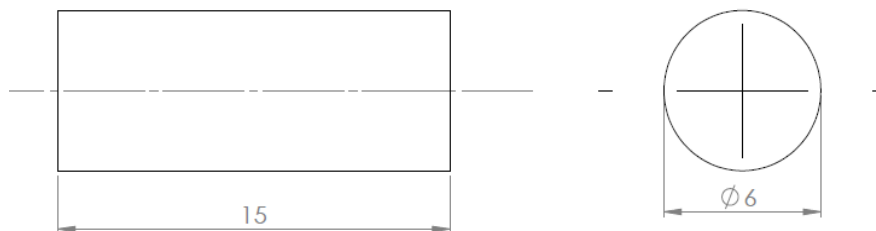
Para facilitar la adquisición y preparación de las muestras y obtener el mejor acabado posible en el corte de las mismas y los discos, se establecen las dimensiones como se muestra en las figuras 33 y 34. Nota todas las dimensiones se encuentran en milímetros.

Figura 33. Dimensiones del disco



Fuente: Autores

Figura 34. Dimensiones del pin



Fuente: Autores

Por cuestión de límites operacionales y gasto de materiales involucrados en el proceso de recubrimiento, el Laboratorio de Física del Plasma manifiesta que sólo es posible para efectos de investigación, aplicar tres tratamientos diferentes, cada uno de los cuales incluye tres especímenes de prueba.

3.3.2 Equipos y materiales empleados. Se dispuso de un conjunto de muestras de Acero rápido (HSS M2) como sustrato, doce en total, estas muestras fueron pulidas (para el pin) por una de sus caras planas por medio de papel abrasivo de carburo de silicio (SiC), hasta lograr un acabado homogéneo y adecuado; el papel empleado comprendió números de grano de 180, 240, 320, 400 y 600 respectivamente.

Figura 35. Juego de lijas



Fuente: Autores

Para obtener un acabado más fino y de tipo espejo fue necesario utilizar la máquina de pulido automática con alúmina de 3 μm , 1 μm y 0,05 μm respectivamente, logrando un acabado superficial tipo espejo¹⁰, las muestras se limpiaron con algodón y alcohol al 70% de volumen y secadas posteriormente con un secador de manos. Este proceso fue realizado en el laboratorio de Materiales I (preparación) de la escuela de Metalúrgica.

¹⁰ AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard guide for preparation of metallographic specimens. E3-01. Pennsylvania, United States. ASTM International, 2001.

Figura 36. Máquina de pulido automática



Fuente: Autores

Figura 37. Acabado superficial tipo espejo



Fuente: Autores

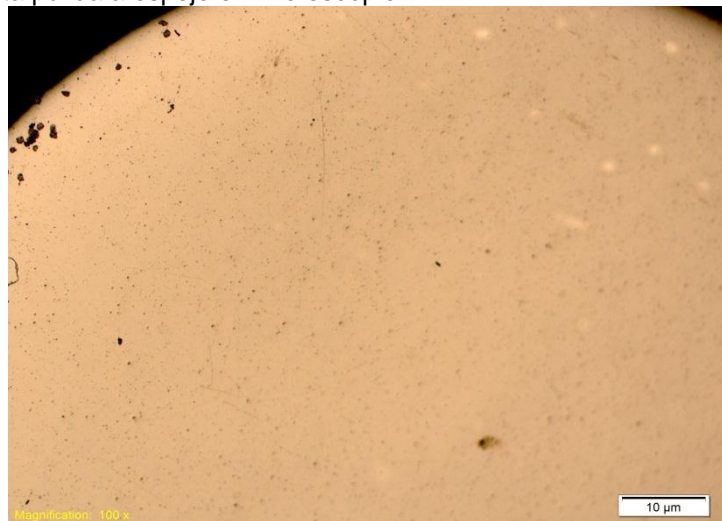
A continuación se muestra la diferencia entre una pieza pulida a espejo y otra sin ningún tratamiento, esta diferencia se logra ver tanto físicamente como a través del microscopio. Las siguientes figuras 38 y 39 fueron tomadas del microscopio perteneciente al laboratorio de Materiales II (Microscopía) de la escuela de Metalúrgica.

Figura 38. Probeta sin pulir en Microscopio



Fuente: Autores

Figura 39. Probeta pulida a espejo en Microscopio



Fuente: Autores

En la figura 39 se ve que el acabado superficial no es completamente homogéneo debido a las impurezas que se presentan en los diferentes aceros.

Al terminar de limpiar todas las muestras con alcohol se tomó una y fue atacada con Nital para analizar en el microscopio¹¹.

Figura 40. Sustrato atacado aumentado 25x



Fuente: Autores

Figura 41. Sustrato atacado aumentado 50x



Fuente. Autores

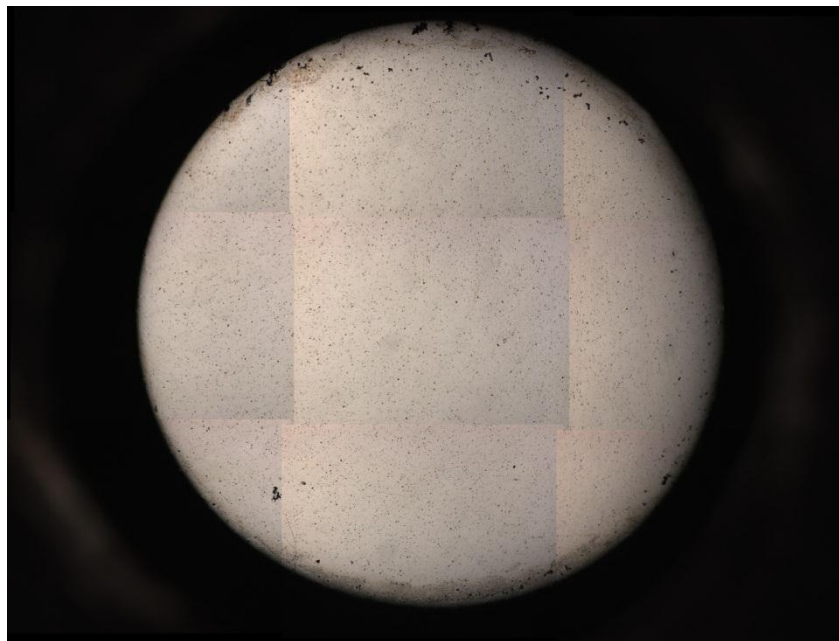
En las figuras 40 y 41 se puede apreciar la martensita revenida.

¹¹ AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard practice for Microetching and alloys. E407-07. Pennsylvania, United States. ASTM International, 2008.

3.3.3 Caracterización inicial de las probetas. Una vez finalizado el proceso anterior, el estado superficial de las probetas es analizado por medio de Microscopía automatizada; además, cada una de las mismas fue marcada por los lados comprendiendo números romanos entre I y XII, para facilitar la identificación y el posterior tratamiento estadístico.

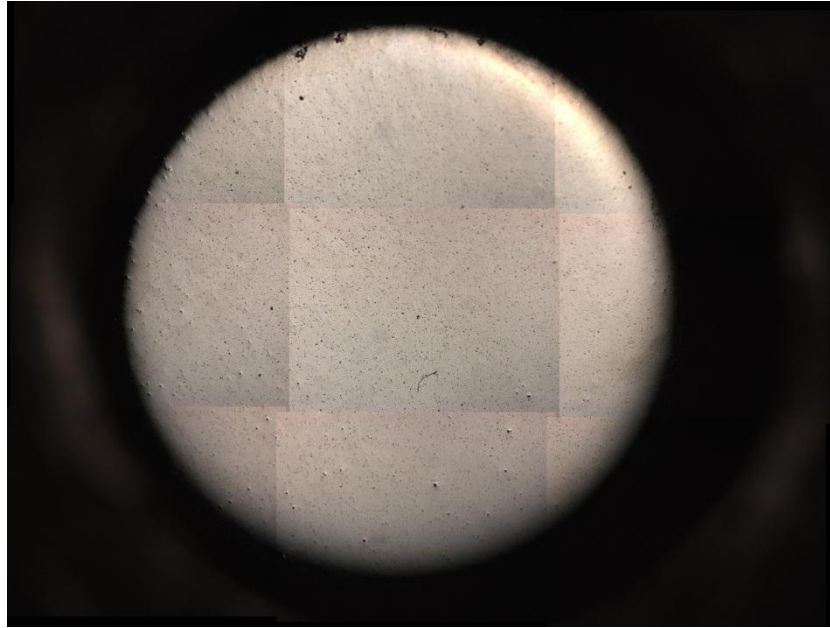
3.3.3.1 Estado de superficie. Mediante el microscopio de luz polarizada ZEISS se obtuvieron imágenes que permiten apreciar en detalle el estado inicial de las caras (antes del recubrimiento) de las doce probetas, observando impurezas en el sustrato, algunas imperfecciones del pulido y micro-grietas, mostradas a continuación.

Figura 42. Estado superficial pin I



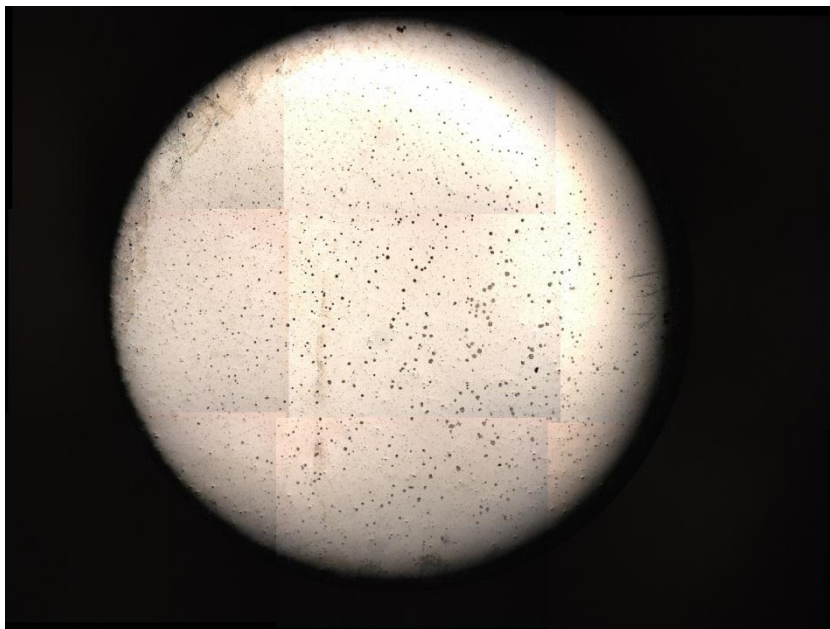
Fuente. Autores

Figura 43. Estado superficial pin II



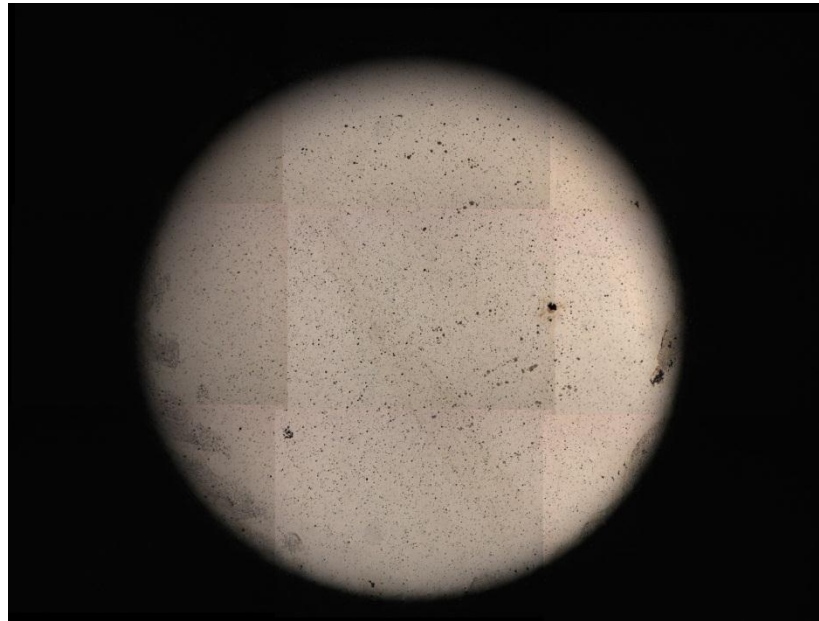
Fuente. Autores

Figura 44. Estado superficial pin III



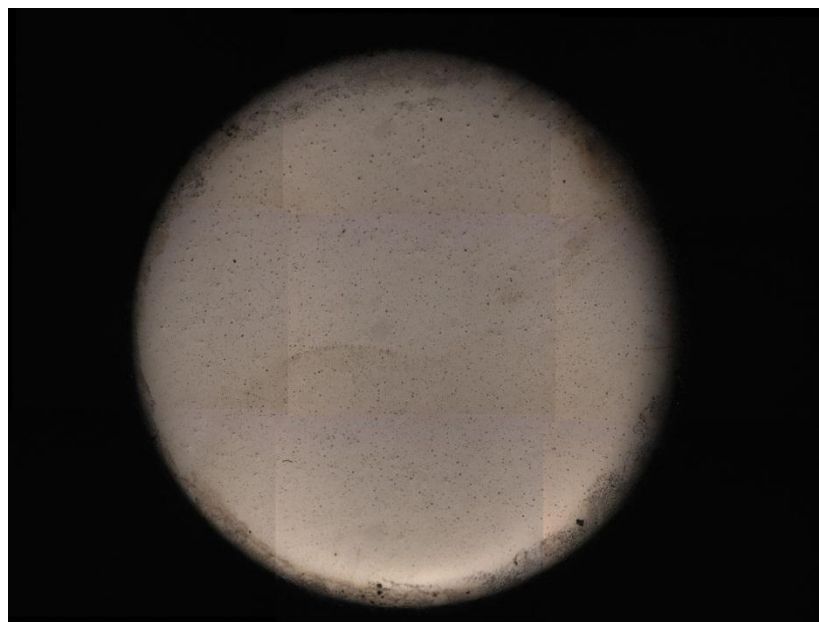
Fuente. Autores

Figura 45. Estado superficial pin IV



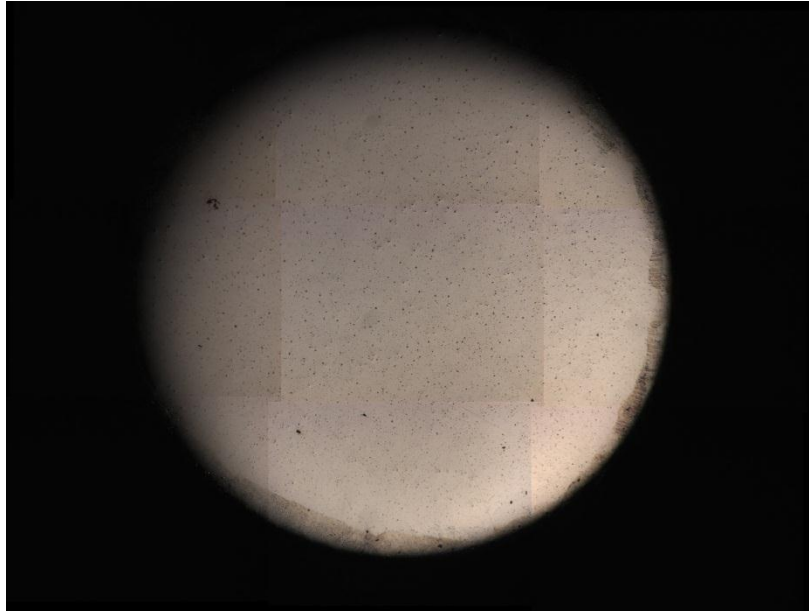
Fuente. Autores

Figura 46. Estado superficial pin V



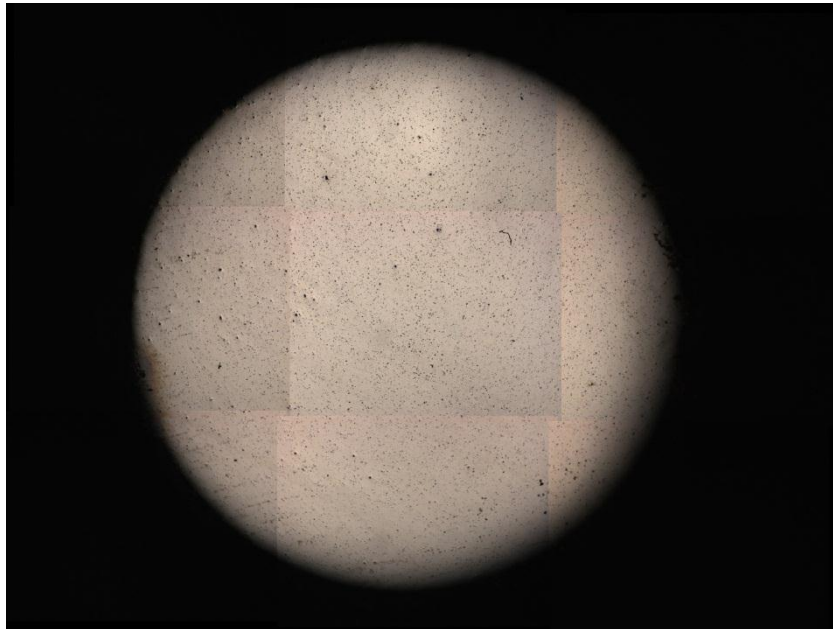
Fuente. Autores

Figura 47. Estado superficial pin VI



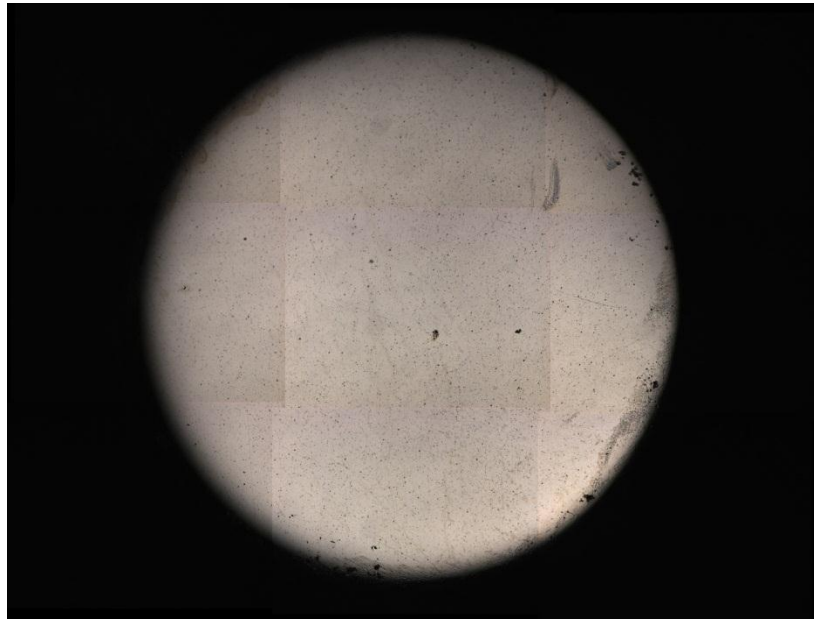
Fuente. Autores

Figura 48. Estado superficial pin VII



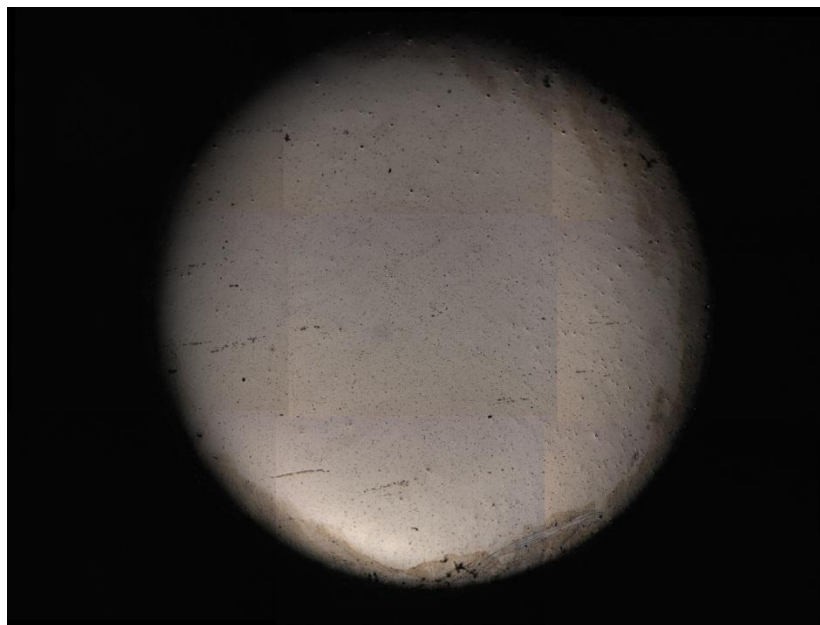
Fuente. Autores

Figura 49. Estado superficial pin VIII



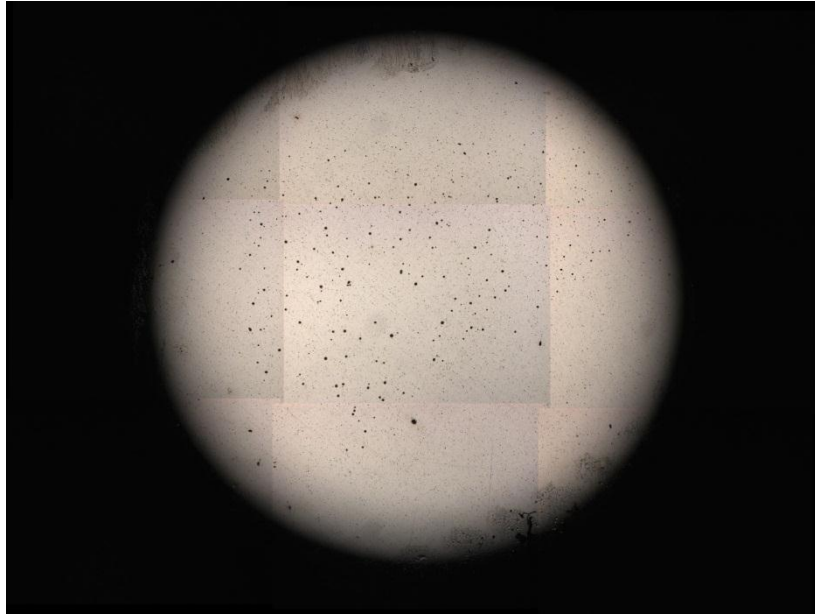
Fuente. Autores

Figura 50. Estado superficial pin IX



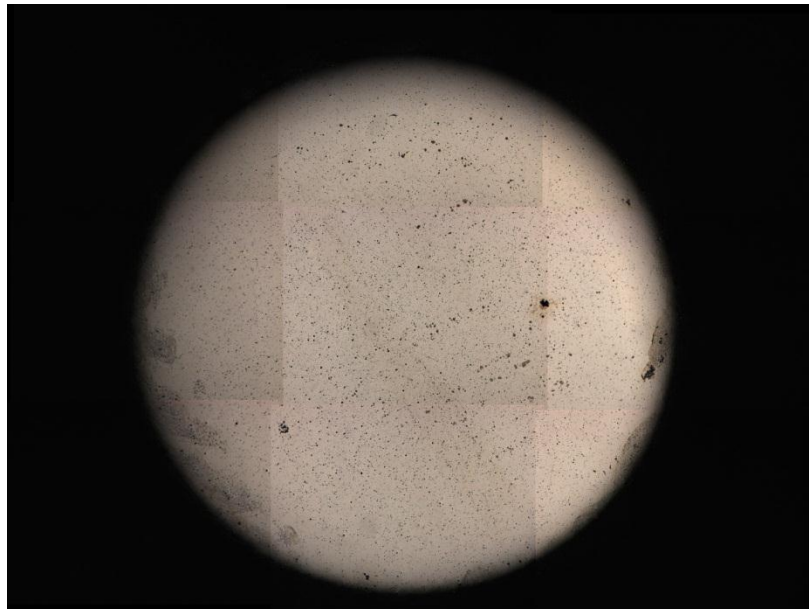
Fuente. Autores

Figura 51. Estado superficial pin X



Fuente. Autores

Figura 52. Estado superficial pin XI



Fuente. Autores

Figura 53. Estado superficial pin XII



Fuente. Autores

3.4 PROCESO DE DEPOSICIÓN DEL TiN

De las doce probetas preparadas, aleatoriamente se escogieron tres grupos de tres cada uno para aplicar un tratamiento diferente por grupo, y las restantes serán el punto de comparación al ser sometidas al ensayo de desgaste.

3.4.1 Parámetros del proceso. Los tres grupos de muestras son los siguientes:

- Muestras a una energía de implantación de 5 [KeV].
- Muestras a una energía de implantación de 10 [KeV].
- Muestras por medio de un proceso de implantación a 5 y 10 [KeV].
- Muestras sin recubrimiento.

Los grupos se formaron aleatoriamente para garantizar un mejor desempeño de las pruebas y quedaron de la siguiente manera:

Grupo de muestras 1, a una energía 5 [KeV]

- Pin IV, Pin IX y Pin XI

Grupo de muestras 2, a una energía de 10 [KeV]

- Pin I, Pin V y Pin X

Grupo de muestras 3, a energías de 5 y 10 [KeV]

- Pin III, Pin VI y Pin VII

Grupo de muestras 4, sin recubrimiento

- Pin II, Pin VIII y Pin XII

Para todas las muestras se realizó primero una limpieza de la superficie a recubrir (sputtering), para garantizar que el recubrimiento sea más homogéneo y tenga mayor adherencia de los iones hacia el sustrato.

Tabla 12. Recubrimiento grupo 1

MUESTRAS 1			
LIMPIEZA		RECUBRIMIENTO	
Sputtering	15 [min]	Implantación	20 [min]
Especie	Argón	Especie	Titanio [Ti]
Energía	5 [KeV]	Energía	5 [KeV]
Frecuencia	30 [Hz]	Frecuencia	30 [Hz]
Duración pulso	0,25 [ms]	Duración Pulso	0,25 [ms]
Presión	0,8 - 2 [Pa]	Presión	0,5 - 0,6 [Pa]
		Voltaje de arco	25 - 27,5 [V]
		Corriente de Arco	151 [A]
Fuente: Autores.			

Tabla 13. Recubrimiento grupo 2

MUESTRAS 2			
LIMPIEZA		RECUBRIMIENTO	
Sputtering	20 [min]	Implantación	20 [min]
Especie	Argón	Especie	Titanio [Ti]
Energía	5 [KeV]	Energía	10 [KeV]
Frecuencia	30 [Hz]	Frecuencia	30 [Hz]
Duración pulso	0,25 [ms]	Duración Pulso	0,25 [ms]
Presión	0,8 - 1,8 [Pa]	Presión	0,5 - 0,6 [Pa]
		Voltaje de arco	25 - 27,5 [V]
		Corriente de Arco	151 [A]
Fuente: Autores.			

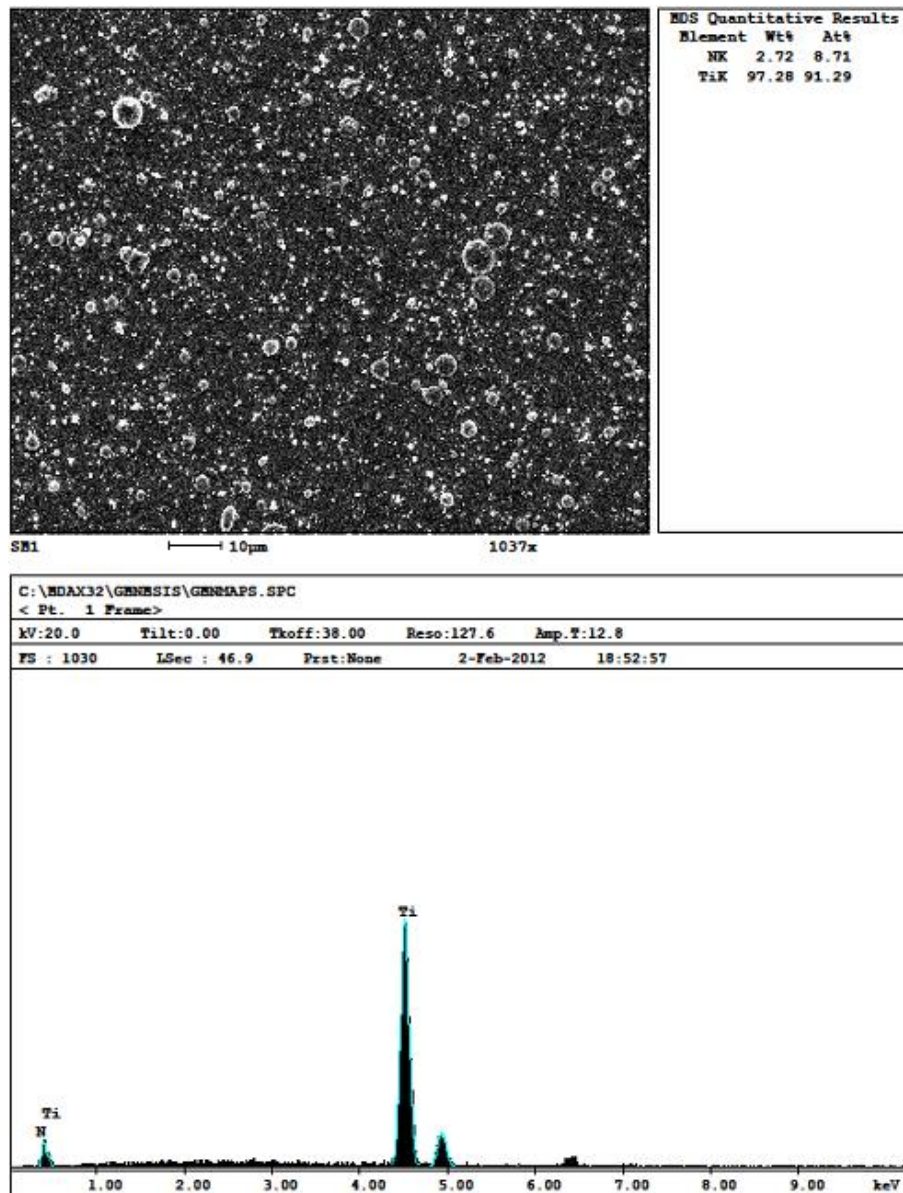
Tabla 14. Recubrimiento grupo 3

MUESTRAS 3			
LIMPIEZA			
Sputtering	20 [min]		
Especie	Argón		
Energía	5 [KeV]		
Frecuencia	30 [Hz]		
Duración pulso	0,25 [ms]		
Presión	0,8 - 2 [Pa]		
MUESTRAS 3			
RECUBRIMIENTO		RECUBRIMIENTO	
Implantación	20 [min]	Implantación	20 [min]
Especie	Titanio [Ti]	Especie	Nitrógeno [N]
Energía	5 [KeV] x 10 [min]	Energía	10 [KeV]
Energía	10 [KeV] x 10 [min]	Frecuencia	30 [Hz]
Frecuencia	30 [Hz]	Duración Pulso	0,25 [ms]
Duración Pulso	0,25 [ms]	Presión	0,6 - 0,9 [Pa]
Presión	0,5 - 0,6 [Pa]	Voltaje de arco	25 - 27,5 [V]
Voltaje de arco	25 - 27,5 [V]	Corriente de Arco	151 [A]
Corriente de Arco	151 [A]		
Fuente: Autores.			

3.4.2 Caracterización inicial de las películas. A continuación se observa la composición química de las muestras después de realizado el recubrimiento

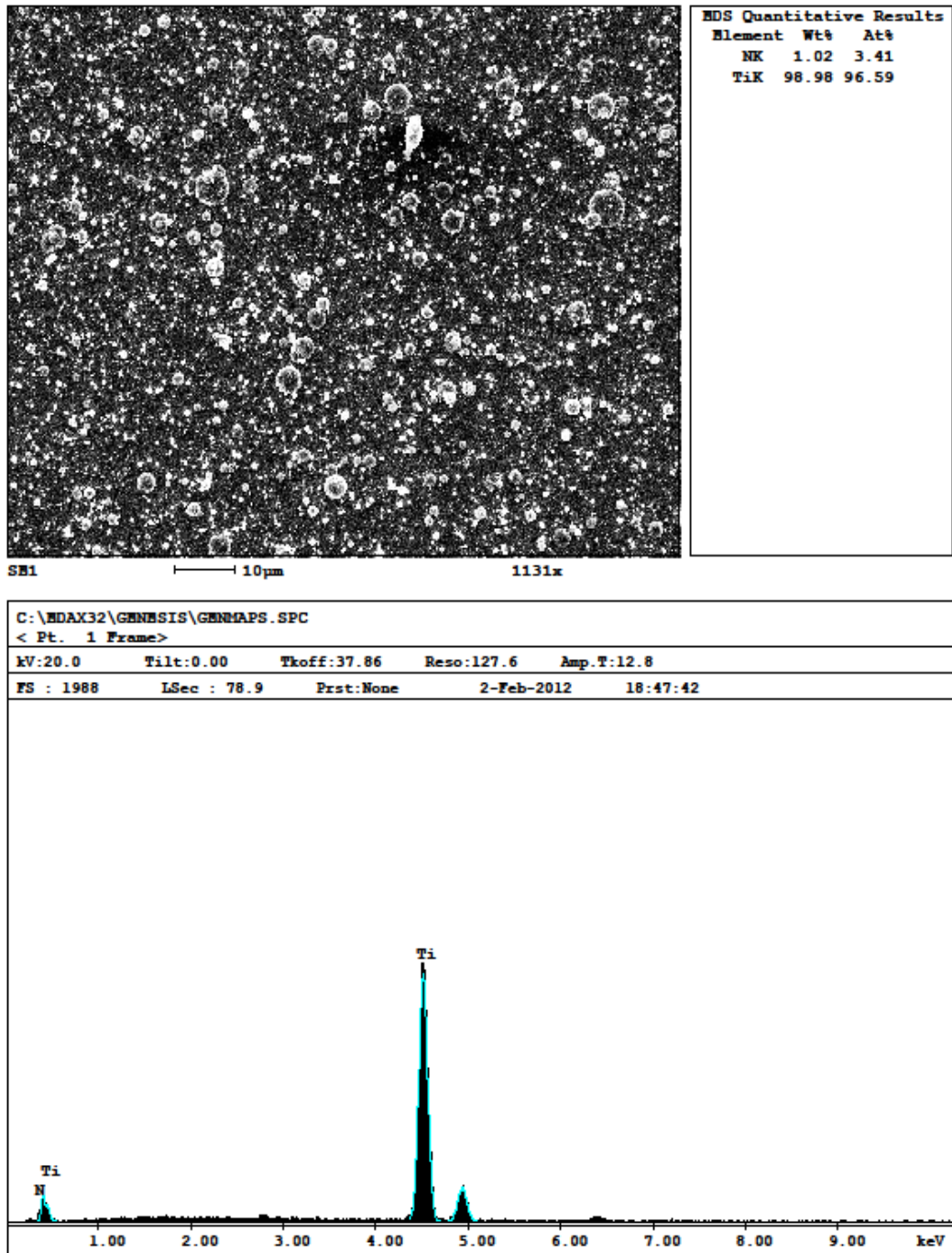
por medio del reactor MOSMET, estas figuras se obtienen a través de la técnica Difracción de rayos X (DrX) con la ayuda del espectrómetro ubicado en la sede Guatiguará-UIS. En las figuras 54, 55 y 56 se ve la cantidad de Titanio (Ti) y Nitrogeno (N) presente en cada muestra después de la implantación y antes de realizar las pruebas de desgaste.

Figura 54. Caracterización inicial muestras 1



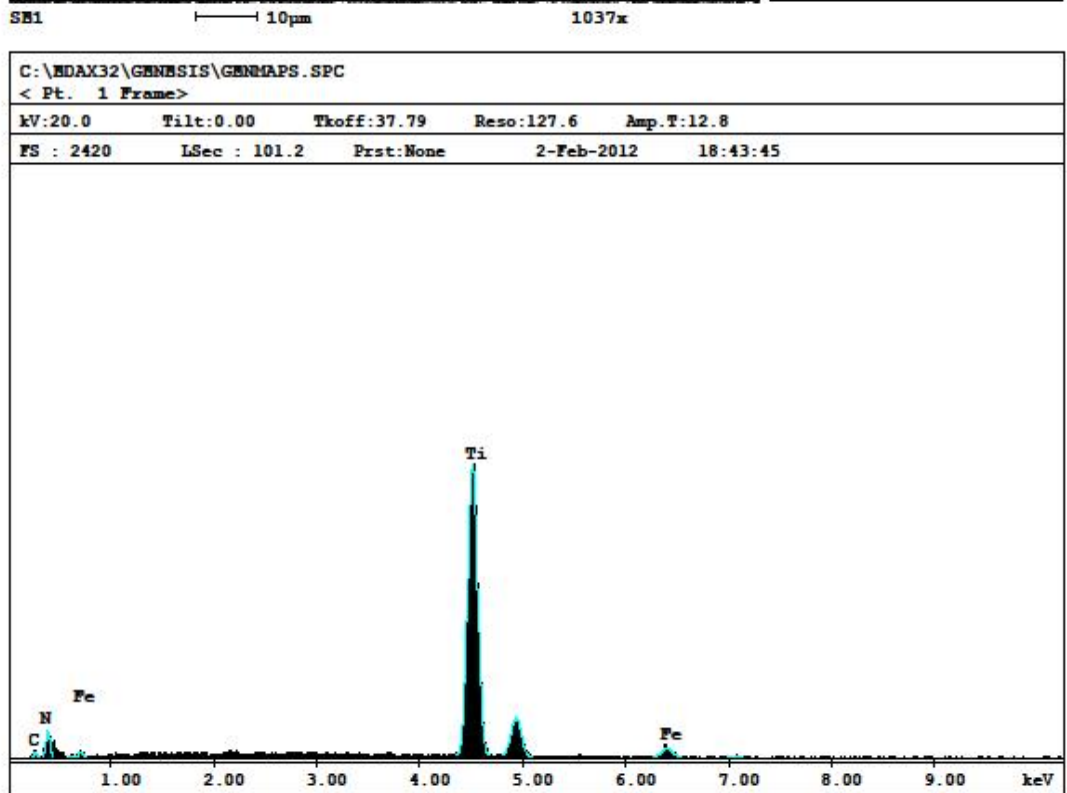
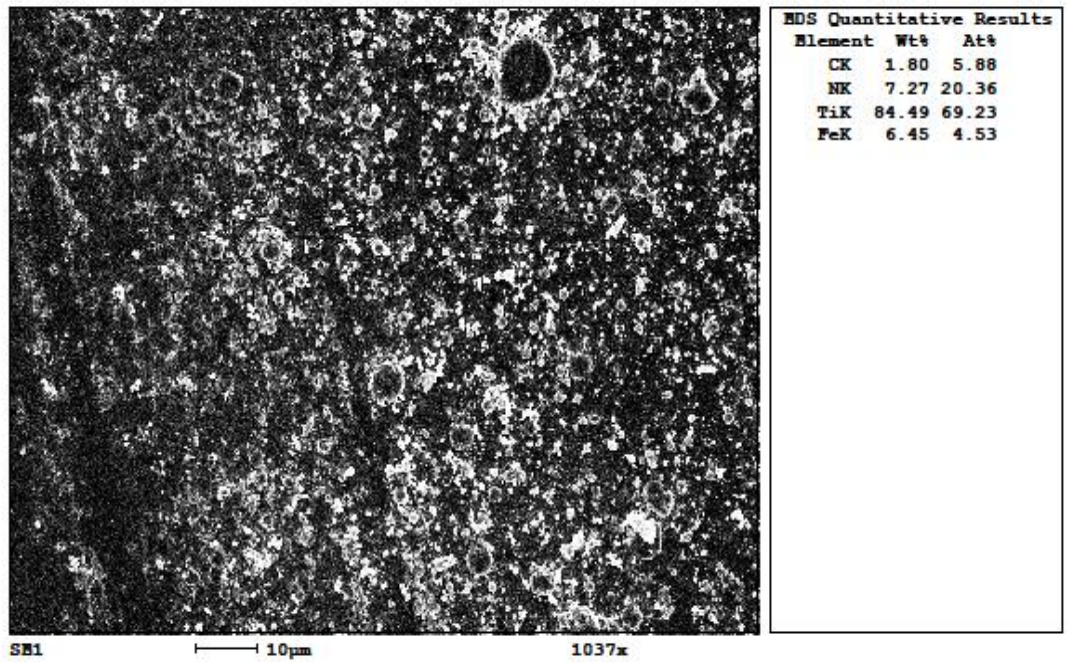
Fuente: Autores.

Figura 55. Caracterización inicial muestras 2



Fuente: Autores.

Figura 56. Caracterización inicial muestras 3



Fuente: Autores

4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1 DESGASTE POR DESLIZAMIENTO

Para tener control sobre la variación másica de las probetas al terminar cada sección del ensayo, las lecturas registradas de cada uno de los especímenes en su seguimiento durante la prueba, provenientes de la balanza, se organizan en la Tabla 15 como se muestra a continuación.

Tabla 15. Control másico de las muestras.

ENERGÍA	PINES	MASA [g] a:					
		0 [m]	100 [m]	200 [m]	300 [m]	400 [m]	500 [m]
MUESTRAS a 5 [KeV]	Pin IV	3,00705	3,00695	3,00686	3,00677	3,00665	3,00653
	Pin IX	2,97585	2,97576	2,97565	2,97554	2,97542	2,97530
	Pin XI	3,55507	3,55497	3,55487	3,55476	3,55475	3,55462
MUESTRAS a 10 [KeV]	Pin I	3,43749	3,43742	3,43735	3,43727	3,43717	3,43705
	Pin V	3,28267	3,28260	3,28254	3,28247	3,28238	3,28227
	Pin X	3,21549	3,21542	3,21535	3,21526	3,21517	3,21505
MUESTRAS a 5 y 10 [KeV]	Pin III	2,95858	2,95855	2,95851	2,95847	2,95841	2,95832
	Pin VI	3,28297	3,28295	3,28292	3,28288	3,28281	3,28272
	Pin VII	3,53439	3,53436	3,53432	3,53427	3,53422	3,53414
MUESTRAS sin Recubrimiento	Pin II	3,35874	3,35863	3,35850	3,35837	3,35823	3,35808
	Pin VIII	3,28347	3,28337	3,28324	3,28312	2,28298	2,28282
	Pin XII	3,54419	3,54408	3,54396	3,54384	3,54371	3,54356

Fuente: Autores.

4.1.1 Desgaste másico. De los resultados del experimento unifactorial completamente aleatorizado con los cuatro niveles para el factor de estudio, es de interés la diferencia de los valores registrados en la balanza durante el desarrollo de los ensayos, por tanto, en la Tabla 16 se registran dichas diferencias, y no la masa de cada probeta durante su análisis.

Tabla 16. Control de desgaste másico de las muestras.

ENERGÍA	PINES	DESGASTE MÁSIKO [mg] a:				
		100 [m]	200 [m]	300 [m]	400 [m]	500 [m]
MUESTRAS a 5 [KeV]	Pin IV	0.10	0.19	0.28	0,4	0,52
	Pin IX	0,09	0,2	0,31	0,43	0,55
	Pin XI	0.10	0.20	0.31	0,42	0,55
MUESTRAS a 10 [KeV]	Pin I	0.08	0.16	0.21	0,31	0,43
	Pin V	0.07	0.14	0.23	0,32	0,43
	Pin X	0,07	0,14	0,23	0,32	0,44
MUESTRAS a 5 y 10 [KeV]	Pin III	0.03	0.07	0.11	0,17	0,26
	Pin VI	0.03	0.07	0.12	0,19	0,28
	Pin VII	0,03	0,07	0,12	0,17	0,25
MUESTRAS sin Recubrimiento	Pin II	0,11	0,24	0,37	0,51	0,66
	Pin VIII	0,1	0,23	0,34	0,49	0,65
	Pin XII	0.11	0.23	0.35	0,48	0,63

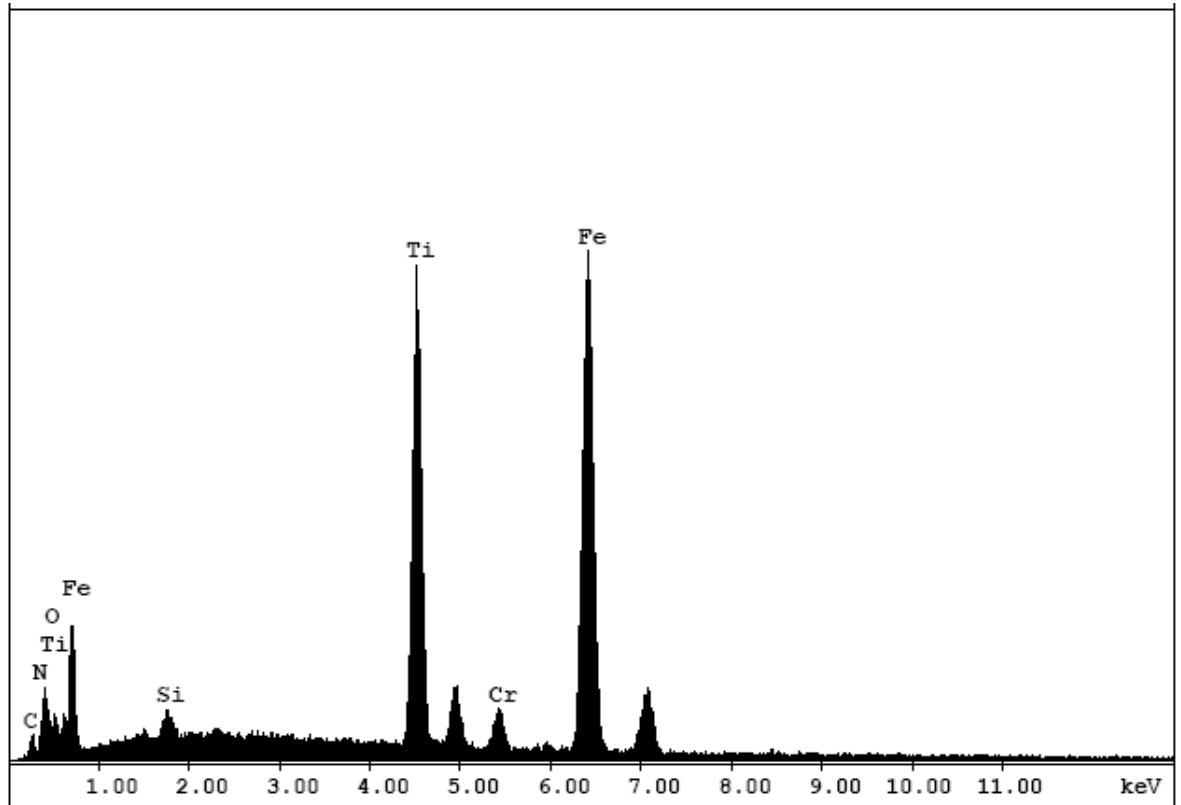
Fuente: Autores.

4.1.2 Análisis espectrográfico. A continuación se apreciara en forma de graficas el contenido del recubrimiento después de cada prueba de desgaste para cada grupo de muestras.

4.1.2.1 Análisis espectrografico a energía de 5 [KeV]. Se analizará primero el grupo de muestras de recubrimiento que poseen una energía de implantación de 5 [KeV], con toma de datos cada cien (100) metros para ver su estado de superficie ante el desgaste.

- En la figura 57 se aprecia el contenido de titanio después de un desgaste de 100 metros y haciendo una comparación con el estado inicial, se tiene que la superficie de esta muestra contiene alto contenido de recubrimiento.

Figura 57. Muestras 1 a 100 m



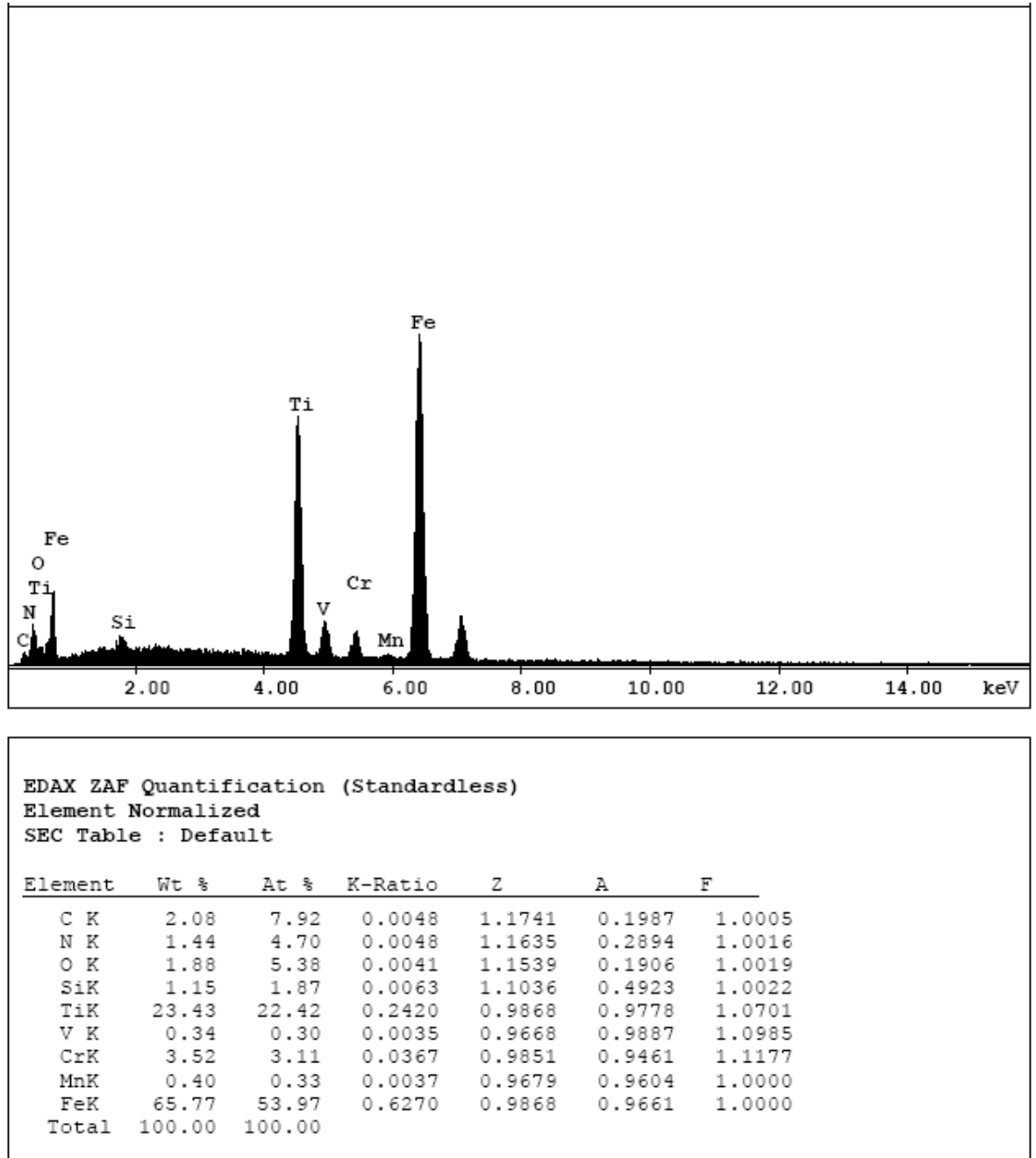
EDAX ZAF Quantification (Standardless)
 Element Normalized
 SEC Table : Default

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
C K	2.44	8.89	0.0058	1.1701	0.2030	1.0005
N K	1.65	5.16	0.0056	1.1596	0.2907	1.0016
O K	3.12	8.54	0.0063	1.1500	0.1763	1.0017
SiK	1.08	1.69	0.0059	1.0999	0.4947	1.0023
TiK	26.76	24.50	0.2741	0.9833	0.9794	1.0636
CrK	3.43	2.90	0.0350	0.9815	0.9390	1.1045
FeK	61.53	48.32	0.5820	0.9831	0.9621	1.0000
Total	100.00	100.00				

Fuente: Autores.

- En la figura 58 el contenido de recubrimiento disminuye por la acción del desgaste progresivo que sufre la muestra, en este caso doscientos (200) metros.

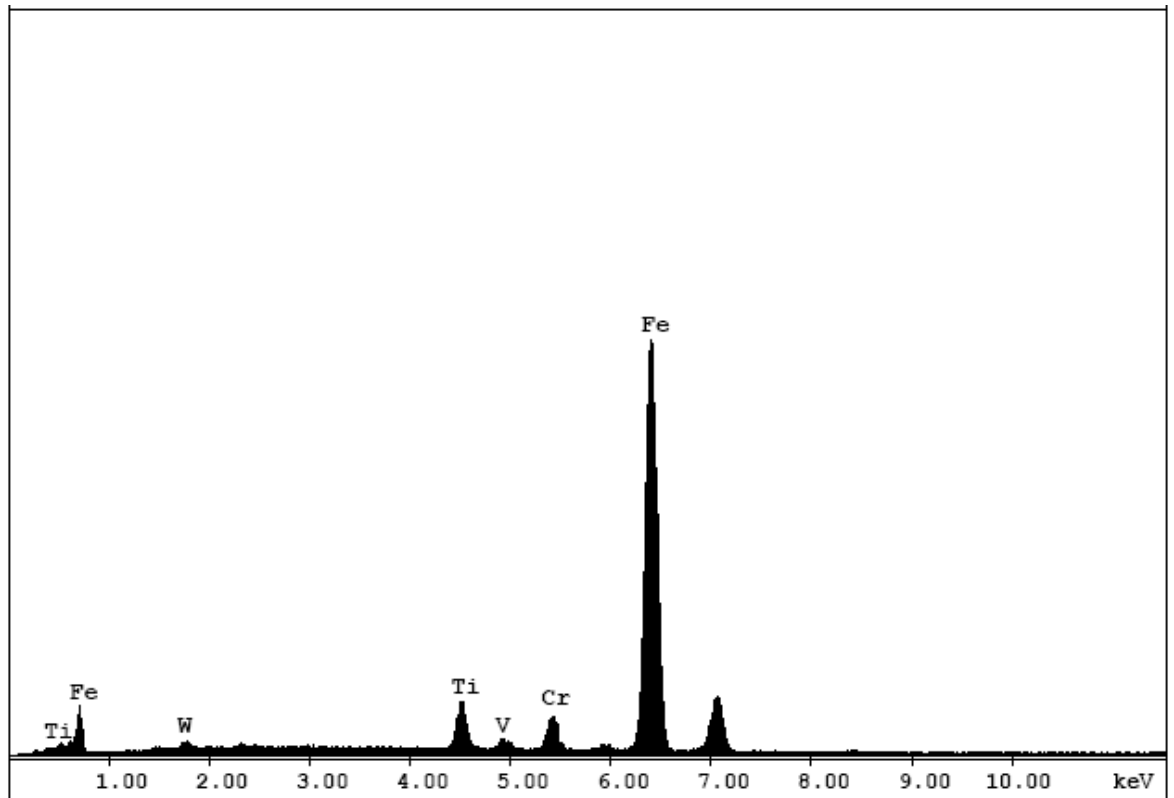
Figura 58. Muestras 1 a 200m



Fuente: autores.

- En la figura 59 se ve que el contenido de recubrimiento es mínimo y en la superficie de la muestra no se aprecia significativamente; el deslizamiento para este caso es de trescientos (300) metros.

Figura 59. Muestras 1 a 300m



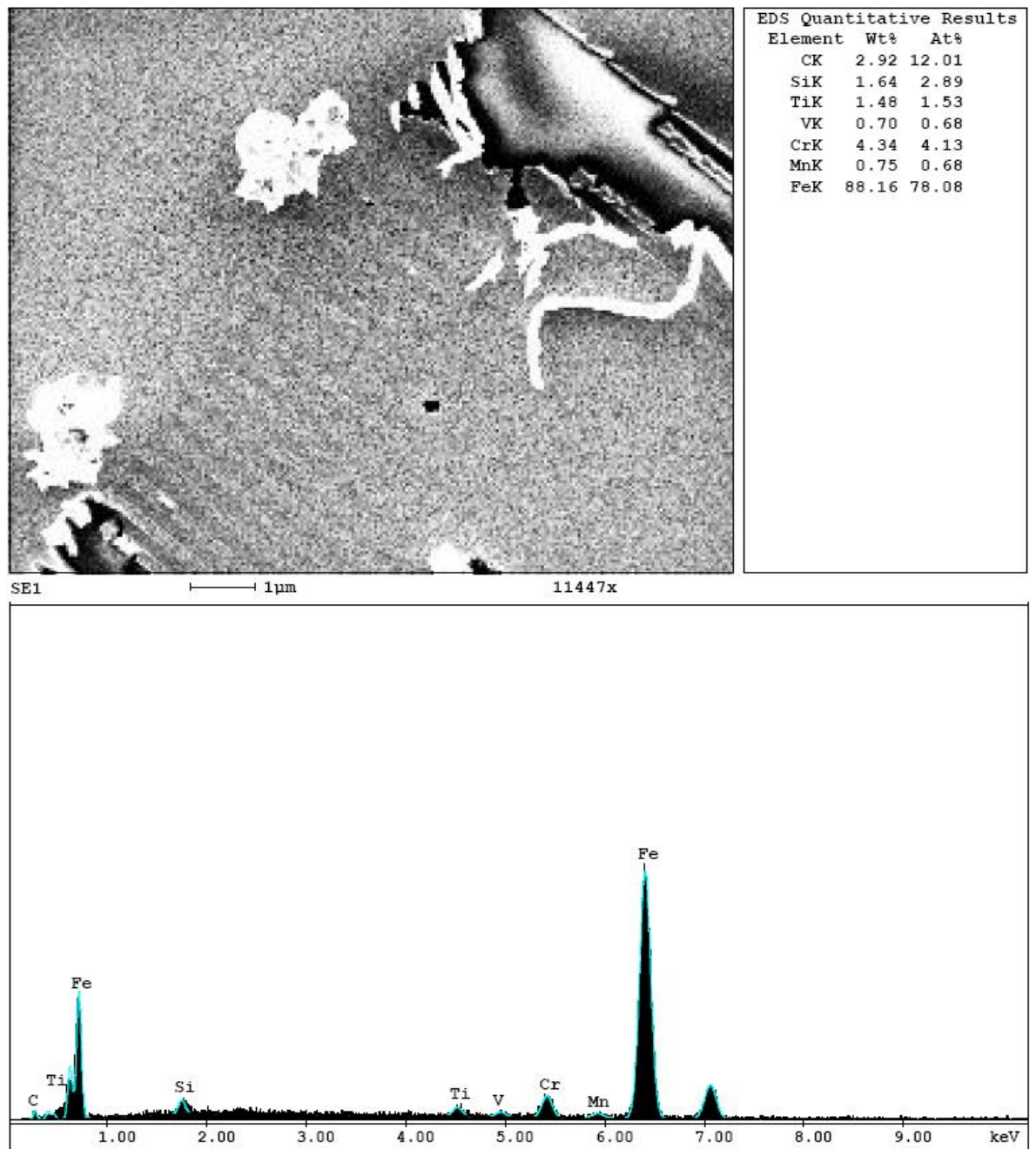
EDAX ZAF Quantification (Standardless)
 Element Normalized
 SEC Table : Default

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
W M	4.75	1.47	0.0237	0.8773	0.5702	1.0001
TiK	5.33	6.34	0.0548	1.0031	0.9143	1.1204
V K	0.70	0.79	0.0076	0.9825	0.9438	1.1669
CrK	4.42	4.85	0.0514	1.0017	0.9415	1.2333
FeK	84.80	86.55	0.8206	1.0061	0.9581	1.0039
Total	100.00	100.00				

Fuente: Autores.

- En la figura 60 se logra ver contenido de recubrimiento que es muy mínimo, pero para este caso ya no es confiable el resultado debido a la adhesión de material que sufre la herramienta de corte (Pin) produciendo otro tipo de fenómeno conocido como *desgaste adhesivo*.

Figura 60. Muestras 1 a 500 m

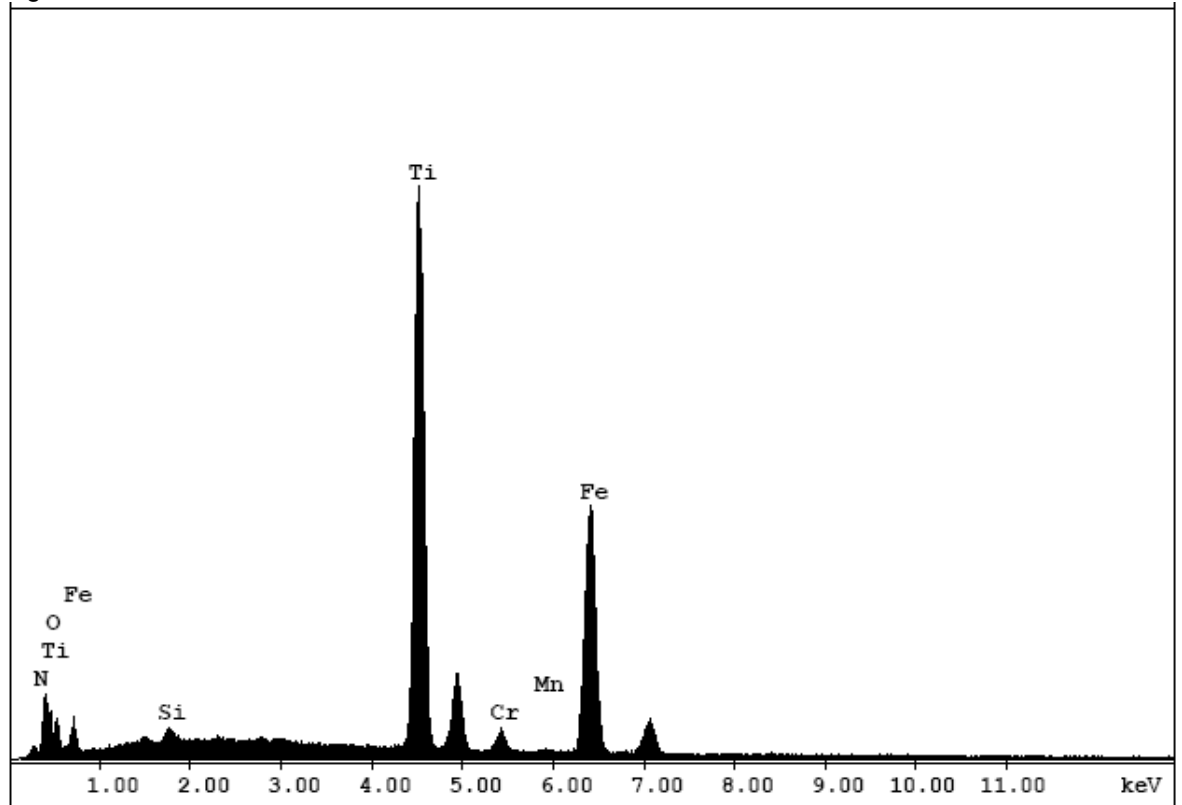


Fuente: Autores.

4.1.2.2 Análisis espectrografico a energía de 10 [KeV]. Como segundo análisis se tomara el grupo de muestras de recubrimiento a 10 [KeV] y se realizará el mismo estudio anteriormente mostrado.

- En la figura 61 se aprecia un alto contenido de recubrimiento después de haber desgastado la pieza durante cien (100) metros.

Figura 61. Muestras 2 a 100m



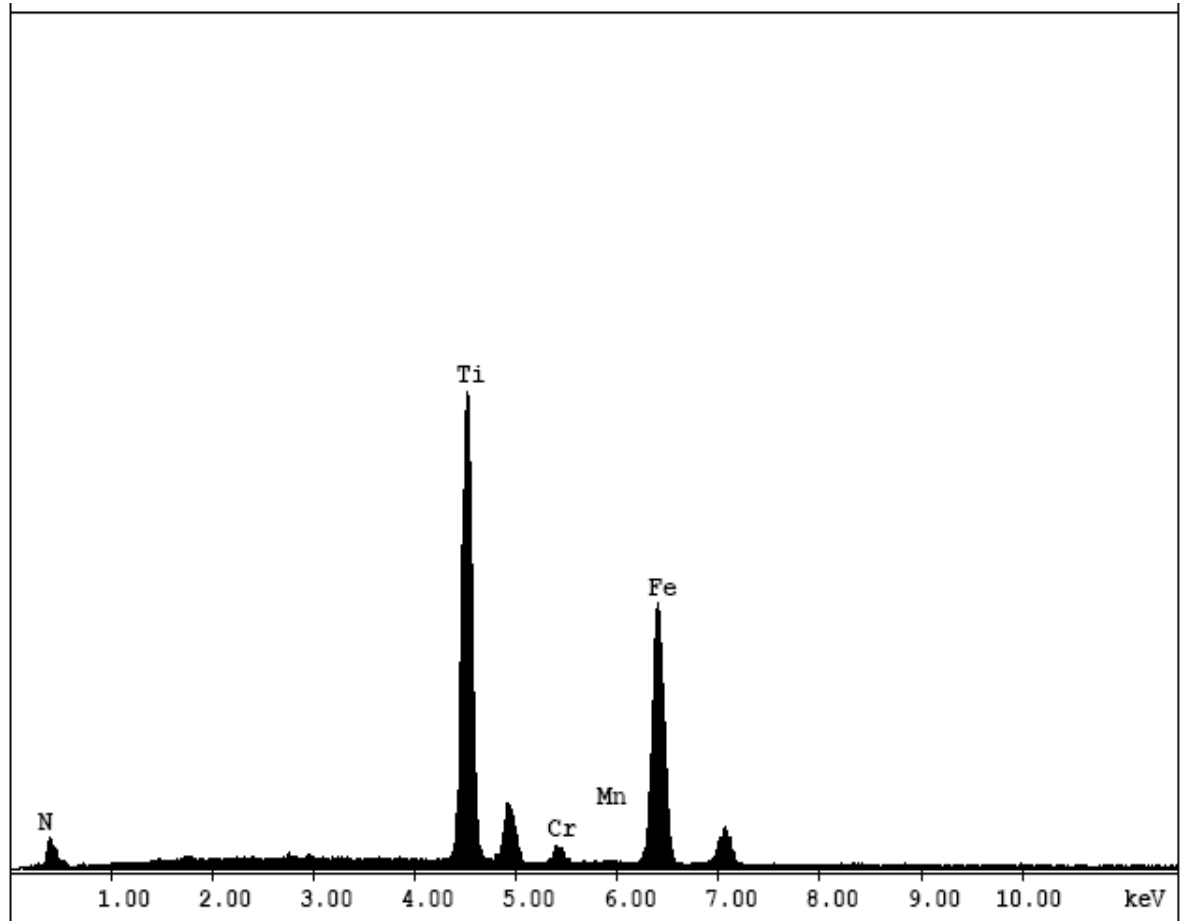
EDAX ZAF Quantification (Standardless)
 Element Normalized
 SEC Table : Default

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
N K	1.45	4.63	0.0058	1.1637	0.3413	1.0022
O K	4.77	13.35	0.0070	1.1541	0.1276	1.0009
SiK	0.70	1.11	0.0040	1.1039	0.5181	1.0032
TiK	46.37	43.33	0.4682	0.9865	0.9850	1.0391
CrK	2.51	2.16	0.0235	0.9846	0.9011	1.0577
MnK	0.29	0.24	0.0026	0.9673	0.9246	1.0000
FeK	43.92	35.20	0.4066	0.9861	0.9388	1.0000
Total	100.00	100.00				

Fuente: Autores.

- En las figuras 62 y 63 se ve que el contenido de recubrimiento disminuye a medida que se desgasta el Pin a doscientos (200) y trescientos (300) metros respectivamente.

Figura 62. Muestras 2 a 200m

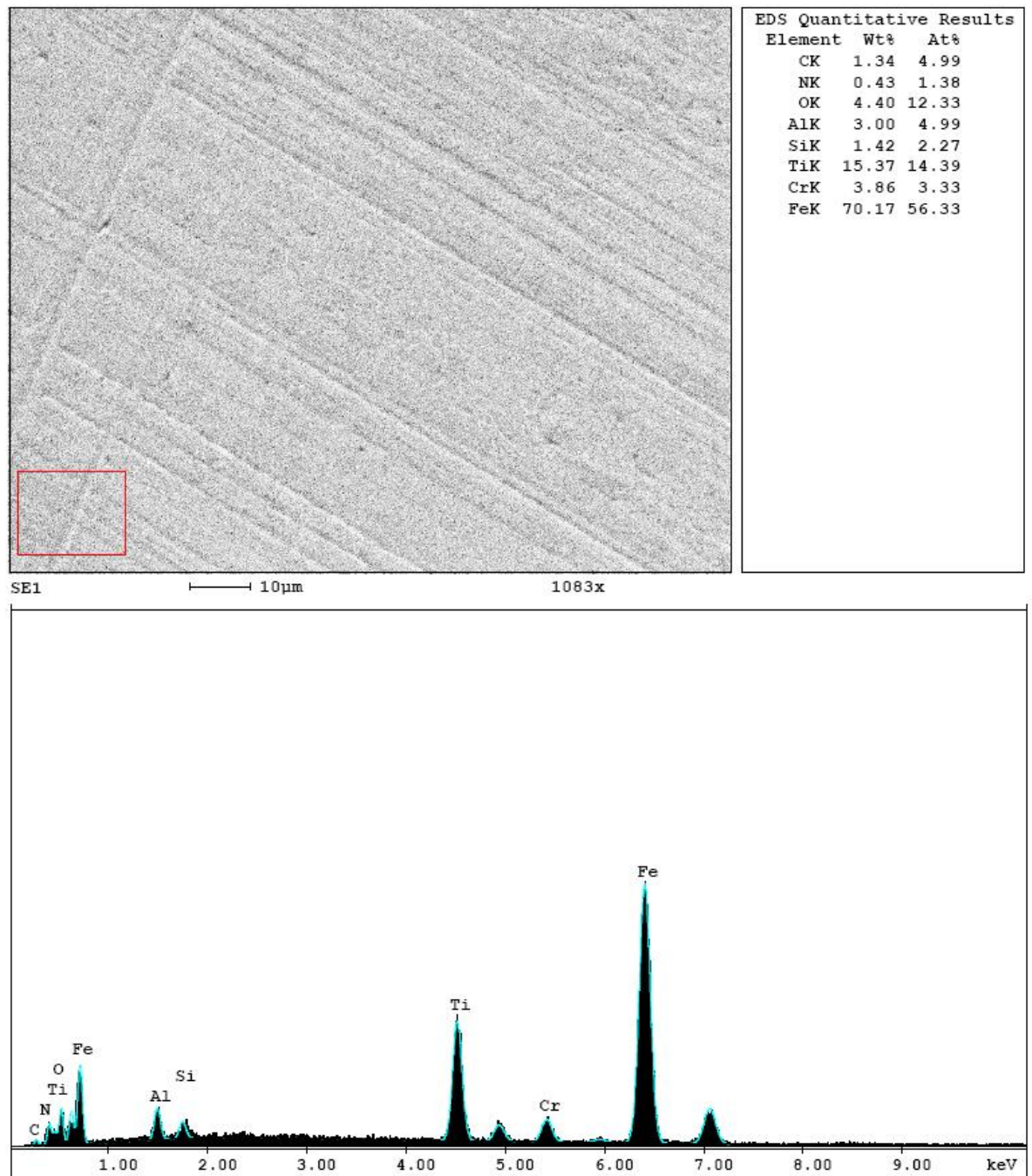


EDAX ZAF Quantification (Standardless)
 Element Normalized
 SEC Table : Default

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
N K	8.44	25.39	0.0299	1.1401	0.3104	1.0018
TiK	43.18	37.98	0.4342	0.9825	0.9721	1.0526
CrK	2.34	1.89	0.0203	0.9825	0.8196	1.0782
MnK	0.16	0.12	0.0013	0.9666	0.8593	1.0000
FeK	45.88	34.61	0.4001	0.9868	0.8838	1.0000
Total	100.00	100.00				

Fuente: Autores.

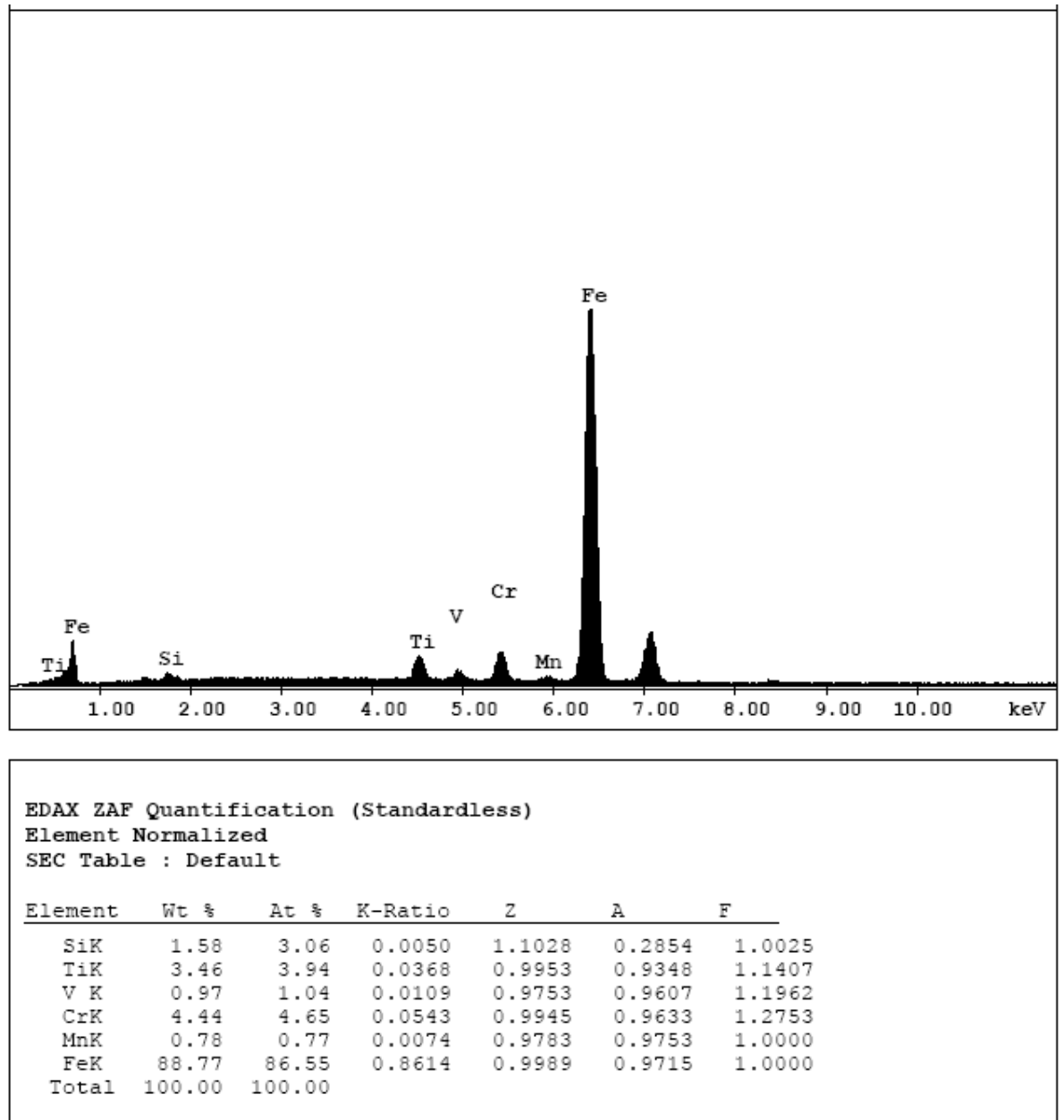
Figura 63. Muestras 2 a 300m



Fuente: Autores.

- En la figura 64 se aprecia contenido de recubrimiento (500 metros) pero para este caso existe adherencia de material en la superficie de la muestra y los datos obtenidos no son totalmente confiables.

Figura 64. Muestras 2 a 500 m

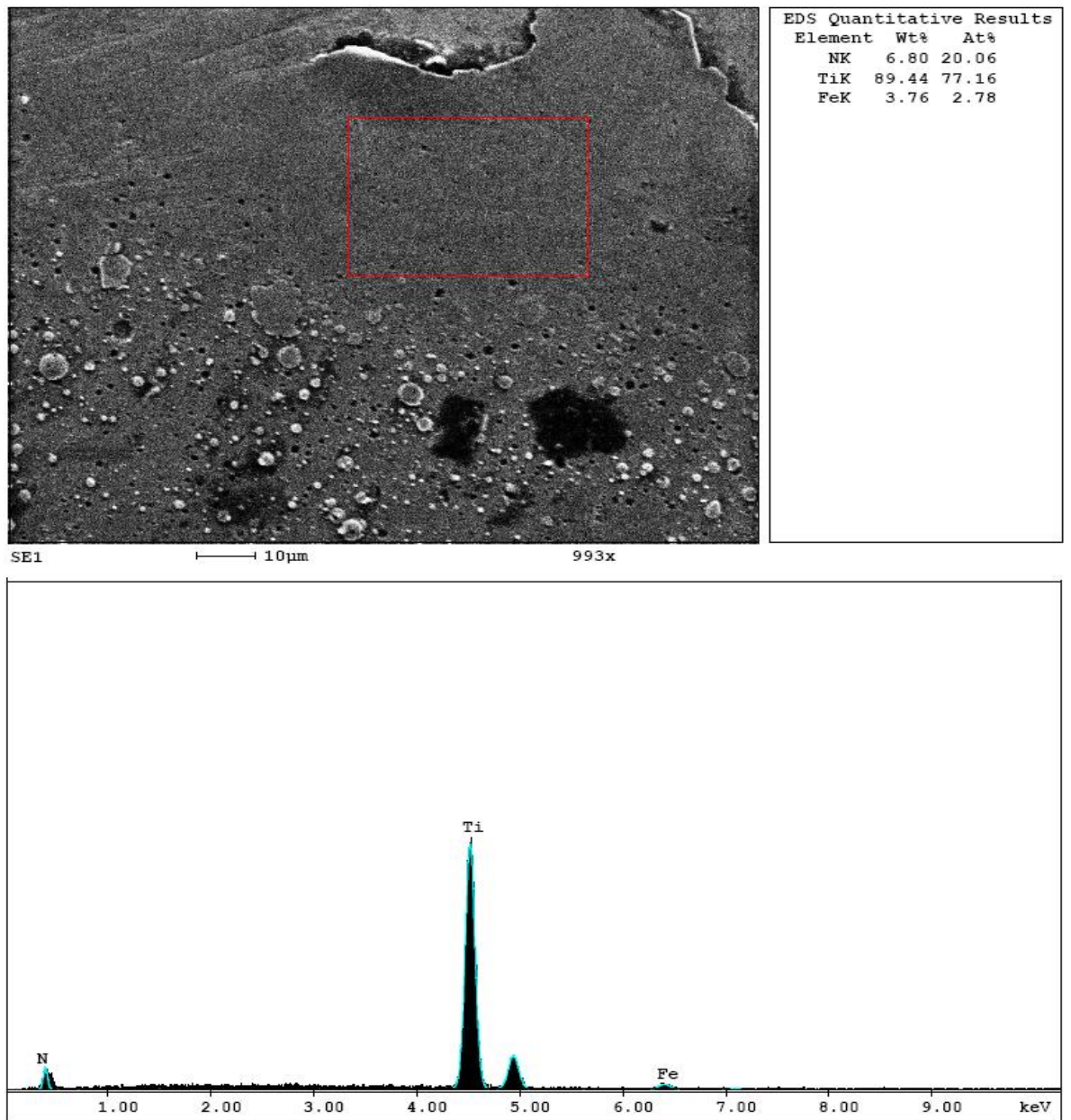


Fuente: Autores.

4.1.2.3 Análisis espectrografico a energias de 5 y 10 [KeV]. Como tercer análisis se tomara el grupo de muestras de recubrimiento con energías de 5 y 10 [KeV] y se realizará el mismo estudio anteriormente planteado.

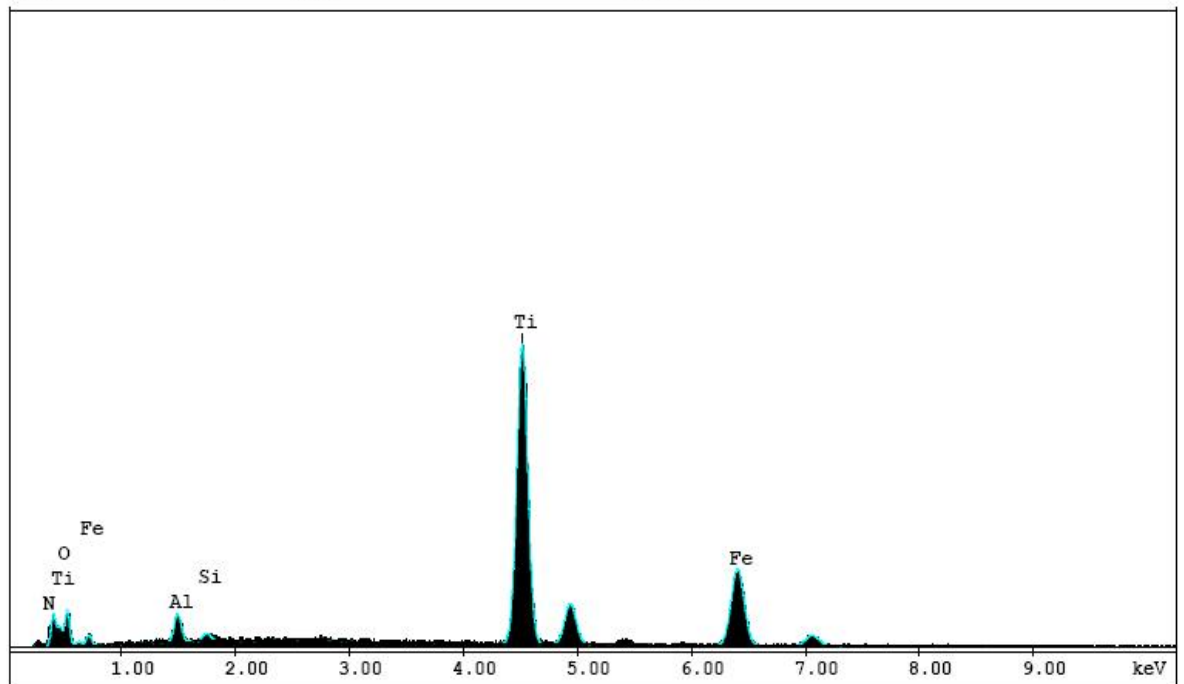
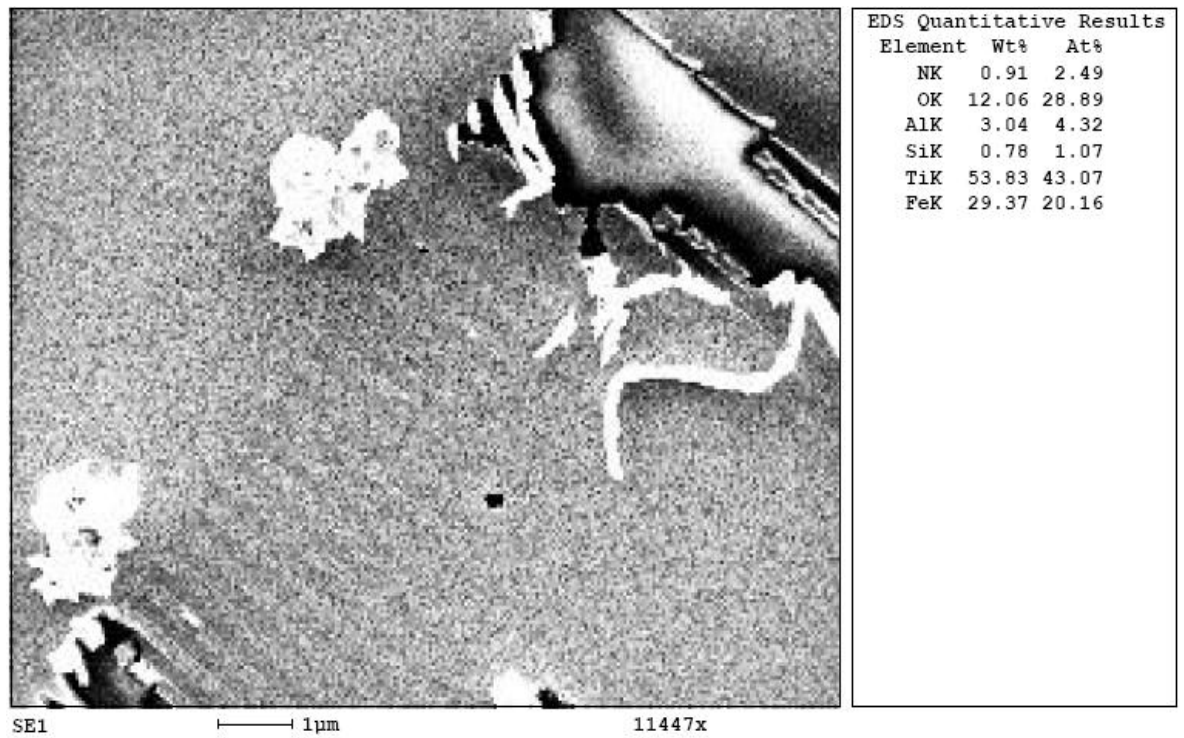
- En las figuras 65, 66 y 67 se ve que decrece el contenido de recubrimiento en forma consecutiva dependiendo de la distancia recorrida por el Pin sobre el disco, las cuales son cien, doscientos y trescientos metros respectivamente.

Figura 65. Muestras 3 a 100m



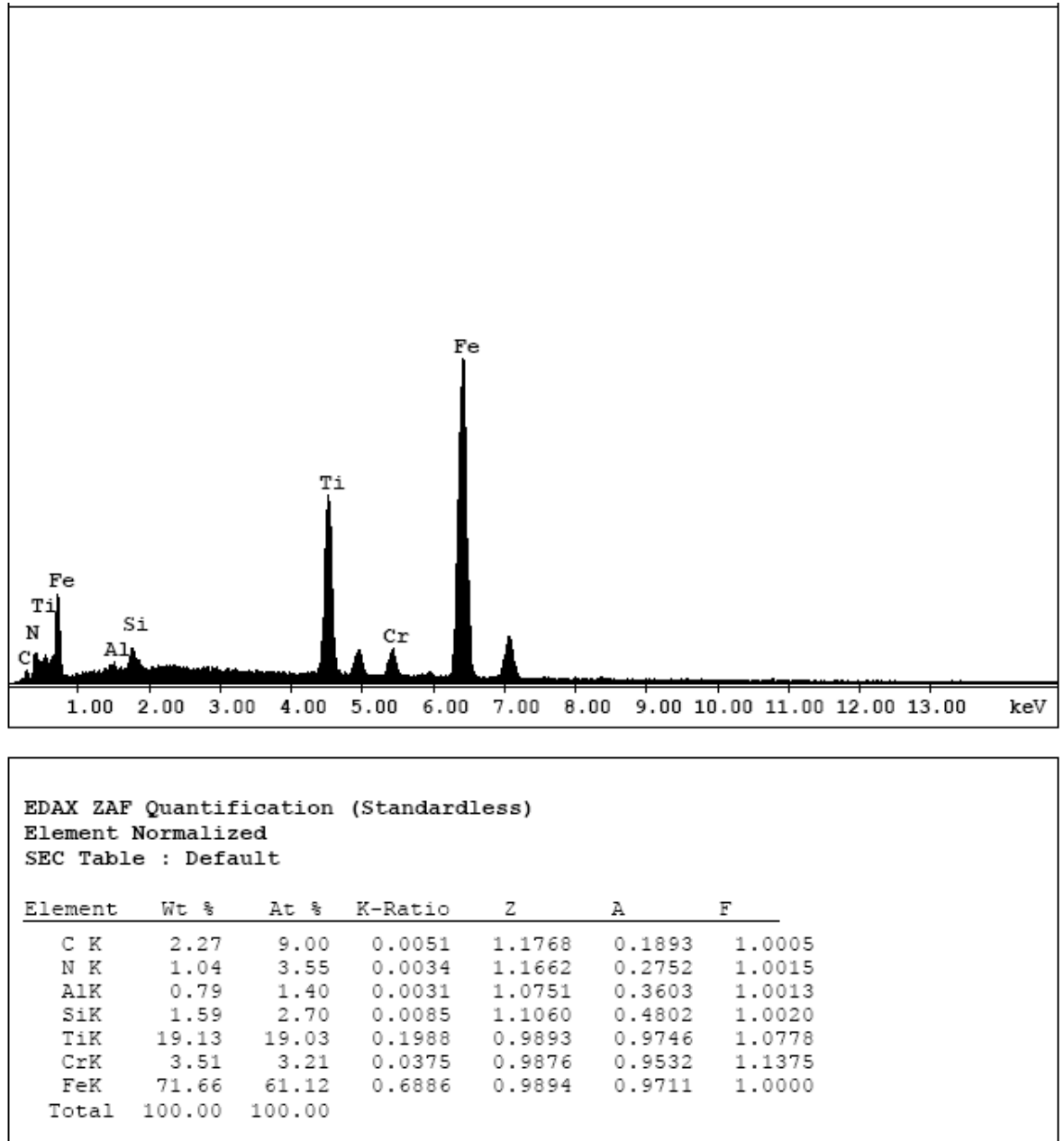
Fuente: Autores.

Figura 66. Muestras 3 a 200 m



Fuente: Autores.

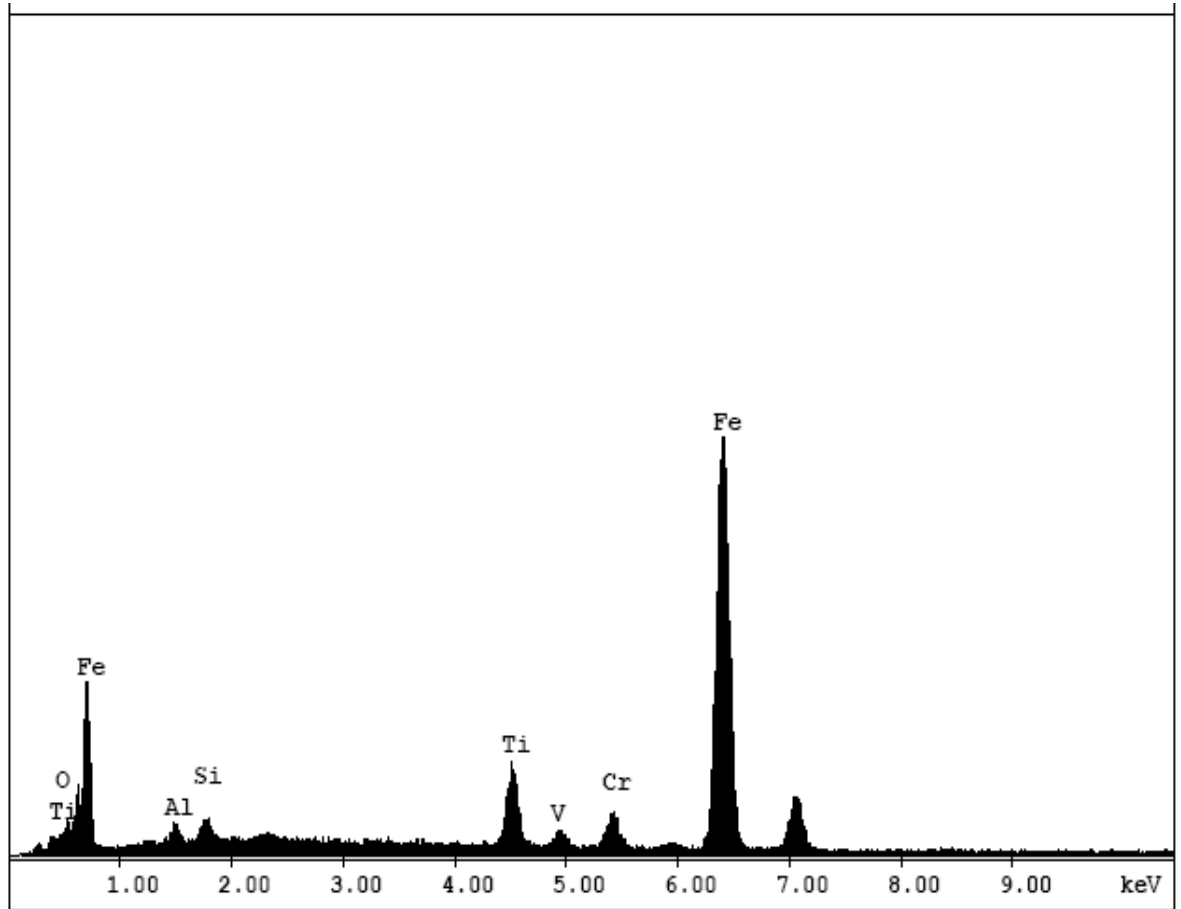
Figura 67. Muestras 3 a 300 m



Fuente: Autores.

- En la figura 68 se aprecia contenido de recubrimiento pero sucede lo mismo que en los casos anteriores a seiscientos metros de deslizamiento, existe una adherencia de material en el Pin lo cual produciría un resultado erróneo en la toma de datos.

Figura 68. Muestras 3 a 500 m



EDAX ZAF Quantification (Standardless)
 Element Normalized
 SEC Table : Default

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
O K	2.43	7.64	0.0085	1.1584	0.3018	1.0034
AlK	1.51	2.82	0.0057	1.0767	0.3476	1.0011
SiK	1.55	2.79	0.0080	1.1076	0.4625	1.0016
TiK	7.66	8.06	0.0809	0.9911	0.9703	1.0989
V K	0.85	0.84	0.0092	0.9711	0.9828	1.1411
CrK	4.13	4.00	0.0476	0.9896	0.9750	1.1953
FeK	81.88	73.87	0.7979	0.9915	0.9829	1.0000
Total	100.00	100.00				

Fuente: Autores.

4.2 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE RESULTADOS

4.2.1 Planteamiento de hipótesis. El problema a solucionar se fundamenta en la idea de que la resistencia al desgaste de las probetas de acero rápido HSS M2 al confrontarse con SAE 1045 en condiciones específicas establecidas en el capítulo 3, es función de la modificación superficial a la cual se someten las muestras antes de montarse.

Se establecen las hipótesis, considerando la variancia o invariancia de los resultados de interés, al aplicar los distintos tratamientos.

H0: Con un nivel de significancia estadística de $\alpha=0.05$, todas las modificaciones superficiales darán el mismo resultado en la resistencia al desgaste de las probetas.

H1: Con un nivel de significancia estadística de $\alpha=0.05$, por lo menos una de las modificaciones superficiales empleadas dará un resultado diferente en la resistencia al desgaste de las muestras.

4.2.2 Análisis de varianza (ANOVA). Se tienen (a) niveles de un factor particular que quieren compararse. En ocasiones, a cada nivel del factor se le llama tratamiento. La respuesta para cada uno de los (a) tratamientos es una variable aleatoria. Se considera inicialmente el caso en que hay un número igual de observaciones, (n), para cada tratamiento; el modelo estadístico lineal es:

$$Y_{ij} = \mu + \zeta_i + \varepsilon_{ij}$$

Ecuación 4.

Donde Y_{ij} es una variable aleatoria que denota la observación ij -ésima, μ es un parámetro común a todos los tratamientos llamado la media global, ζ_i es un parámetro asociado con el tratamiento i -ésimo llamado el efecto del tratamiento i -ésimo, y ε_{ij} es un componente del error aleatorio.

La tabla 17 muestra los valores parametrizados de las pruebas de desgaste másico para definir las ecuaciones a utilizar en el análisis estadístico en función de los mismos.

Tabla 17. Registros generales de un análisis unifactorial

TRATAMIENTOS	OBSERVACIONES				TOTALES	PROMEDIOS
1	y_{11}	y_{12}	...	y_{1n}	$y_{1\cdot}$	$\bar{y}_{1\cdot}$
2	y_{21}	y_{22}	...	y_{2n}	$y_{2\cdot}$	$\bar{y}_{2\cdot}$
⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮
a	y_{a1}	y_{a2}	...	y_{an}	$y_{a\cdot}$	$\bar{y}_{a\cdot}$
					$y_{\cdot\cdot}$	$\bar{y}_{\cdot\cdot}$

Fuente: Autores.

$$SS_T = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^{n_i} y_{ij}^2 - \frac{y_{\cdot\cdot}^2}{an} \quad \text{Ecuación 5.}$$

$$SS_{\text{Treatments}} = \sum_{i=1}^a \frac{y_{i\cdot}^2}{n} - \frac{y_{\cdot\cdot}^2}{an} \quad \text{Ecuación 6.}$$

$$SS_E = SS_T - SS_{\text{Treatments}} \quad \text{Ecuación 7.}$$

La tabla 18 muestra la disposición general de los datos en un análisis de varianza para calcular un factor F a ser comparado con un factor extraído de tablas estadísticas con una significancia de $\alpha= 0,05$.

Tabla 18. Análisis de varianza

FUENTE DE VARIACIÓN	SUMA DE CUADRADOS	GRADOS DE LIBERTAD	σ^2	F Calculado
Treatments	$SS_{\text{Treatments}}$	$a - 1$	$MS_{\text{Treatments}}$	$\frac{MS_{\text{Treatments}}}{MS_E}$
Error	SS_E	$a(n - 1)$	MS_E	
Total	SS_T	$an - 1$		

Fuente: Autores.

$$MS_{\text{Treatments}} = \frac{SS_{\text{Treatments}}}{a - 1} \quad \text{Ecuación 8.}$$

$$MS_E = \frac{SS_E}{a(n - 1)} \quad \text{Ecuación 9.}$$

4.2.2.1 Análisis ANOVA a 100 Metros. A continuación se presenta el desarrollo del análisis de varianza (ANOVA) para los valores de desgaste masico a 100 metros, como se describe en la tabla 19.

Tabla 19. Desgaste másico a 100 metros

ENERGÍA	PINES	DESGASTE MÁSIKO A 100m EN [mg]			TOTALES	PROMEDIOS
MUESTRAS a 5 [KeV]	Pin IV	0,1	0,09	0,1	0,29	0,0967
	Pin IX					
	Pin XI					
MUESTRAS a 10 [KeV]	Pin I	0,08	0,07	0,07	0,22	0,0733
	Pin V					
	Pin X					
MUESTRAS a 5 y 10 [KeV]	Pin III	0,03	0,03	0,03	0,09	0,03
	Pin VI					
	Pin VII					
MUESTRAS sin Recubrimiento	Pin II	0,11	0,1	0,11	0,32	0,1067
	Pin VIII					
	Pin XII					
				TOTALES	0,92	0,3067

Fuente: Autores.

Tabla 20. Análisis de varianza a 100 metros

FUENTE DE VARIACIÓN	GRADOS DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	σ^2	F
TRATAMIENTOS	3	0,0105	0,0035	139,6
ERROR	8	0,0002	2,50E-05	
TOTAL	11	0,0107		

Fuente: Autores.

Tabla 21. Selección del F tabla

g.d.l.	Grados de libertad del Numerador				
	1	2	3	4	
Grados de libertad del Denominador	1	161,4	199,5	215,7	224,6
	2	18,513	19,000	19,164	19,247
	3	10,128	9,552	9,277	9,117
	4	7,709	6,944	6,591	6,388
	5	6,608	5,786	5,409	5,192
	6	5,987	5,143	4,757	4,534
	7	5,591	4,737	4,347	4,120
	8	5,318	4,459	4,066	3,838
	9	5,117	4,256	3,863	3,633
	10	4,965	4,103	3,708	3,478
	11	4,844	3,982	3,587	3,357
	12	4,747	3,885	3,490	3,259
	13	4,667	3,806	3,411	3,179
	14	4,600	3,739	3,344	3,112
	15	4,543	3,682	3,287	3,056

$F_{cal} > F_{tabla}$: H_0 se rechaza

Fuente: Autores

Como $F_{calculado}$ es mayor que F_{tabla} , por lo menos uno de los tratamientos ofrece resultados diferentes en las pruebas de desgaste, por tanto, el proceso estadístico a 100 metros requiere del análisis DUNCAN.

4.2.2.2 Análisis ANOVA a 200 metros. A continuación se realizará el análisis anterior para las pruebas a 200m.

Tabla 22. Desgaste másico a 200 metros

ENERGÍA	PINES	DESGASTE MÁSSICO A 200m EN [mg]			TOTALES	PROMEDIOS
MUESTRAS a 5 [KeV]	Pin IV	0,19	0,2	0,2	0,59	0,1967
	Pin IX					
	Pin XI					
MUESTRAS a 10 [KeV]	Pin I	0,16	0,14	0,14	0,44	0,1467
	Pin V					
	Pin X					
MUESTRAS a 5 y 10 [KeV]	Pin III	0,07	0,07	0,07	0,21	0,07
	Pin VI					
	Pin VII					
MUESTRAS sin Recubrimiento	Pin II	0,24	0,23	0,23	0,7	0,2333
	Pin VIII					
	Pin XII					
				TOTALES	1,94	0,6467

Fuente: Autores.

Tabla 23. Análisis de varianza a 200 metros

FUENTE DE VARIACIÓN	GRADOS DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	σ^2	F
TRATAMIENTOS	3	0,045	0,015	299,8
ERROR	8	0,0004	5,00E-05	
TOTAL	11	0,0454		

Fuente: Autores.

Como $F_{calculado}$ es mayor que F_{tabla} , por lo menos uno de los tratamientos ofrece resultados diferentes en las pruebas de desgaste, por tanto, el proceso estadístico a 200 metros requiere del análisis DUNCAN.

4.2.2.3 Análisis ANOVA a 300 metros. Se realizara el análisis ANOVA para un desgaste acumulado de 300 metros.

Tabla 24. Desgaste másico a 300 metros

ENERGÍA	PINES	DESGASTE MÁSIKO A 300m EN [mg]			TOTALES	PROMEDIOS
MUESTRAS a 5 [KeV]	Pin IV	0,28	0,31	0,31	0,9	0,3
	Pin IX					
	Pin XI					
MUESTRAS a 10 [KeV]	Pin I	0,21	0,23	0,23	0,67	0,2233
	Pin V					
	Pin X					
MUESTRAS a 5 y 10 [KeV]	Pin III	0,11	0,12	0,12	0,35	0,1167
	Pin VI					
	Pin VII					
MUESTRAS sin Recubrimiento	Pin II	0,37	0,34	0,35	1,06	0,3533
	Pin VIII					
	Pin XII					
				TOTALES	2,98	0,9933

Fuente: Autores.

Tabla 25. Análisis de varianza a 300 metros

FUENTE DE VARIACIÓN	GRADOS DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	σ^2	F
TRATAMIENTOS	3	0,095	0,0316	180,9
ERROR	8	0,0014	0,0002	
TOTAL	11	0,0963		

Fuente: Autores.

Como $F_{calculado}$ es mayor que F_{tabla} , por lo menos uno de los tratamientos ofrece resultados diferentes en las pruebas de desgaste, por tanto, el proceso estadístico a 300 metros requiere del análisis DUNCAN.

4.2.2.4 Análisis ANOVA a 400 metros.

Tabla 26. Desgaste másico a 400 metros

ENERGÍA	PINES	DESGASTE MÁSIKO A 400m EN [mg]			TOTALES	PROMEDIOS
MUESTRAS a 5 [KeV]	Pin IV	0,4	0,43	0,42	1,25	0,4167
	Pin IX					
	Pin XI					
MUESTRAS a 10 [KeV]	Pin I	0,31	0,32	0,32	0,95	0,3167
	Pin V					
	Pin X					
MUESTRAS a 5 y 10 [KeV]	Pin III	0,17	0,19	0,17	0,53	0,1767
	Pin VI					
	Pin VII					
MUESTRAS sin Recubrimiento	Pin II	0,51	0,49	0,48	1,48	0,4933
	Pin VIII					
	Pin XII					
				TOTALES	4,21	1,4034

Fuente: Autores.

Tabla 27. Análisis de varianza a 400 metros

FUENTE DE VARIACIÓN	GRADOS DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	σ^2	F
TRATAMIENTOS	3	0,1684	0,0561	354,58
ERROR	8	0,0013	0,0002	
TOTAL	11	0,1697		

Fuente: Autores.

Como $F_{calculado}$ es mayor que F_{tabla} , por lo menos uno de los tratamientos ofrece resultados diferentes en las pruebas de desgaste, por tanto, el proceso estadístico a 400 metros requiere del análisis DUNCAN.

4.2.2.5 Análisis ANOVA a 500 metros.

Tabla 28. Desgaste másico a 500 metros

ENERGÍA	PINES	DESGASTE MÁSIKO A 500m EN [mg]			TOTALES	PROMEDIOS
MUESTRAS a 5 [KeV]	Pin IV	0,52	0,55	0,55	1,62	0,540
	Pin IX					
	Pin XI					
MUESTRAS a 10 [KeV]	Pin I	0,43	0,43	0,44	1,3	0,4333
	Pin V					
	Pin X					
MUESTRAS a 5 y 10 [KeV]	Pin III	0,26	0,28	0,25	0,79	0,2633
	Pin VI					
	Pin VII					
MUESTRAS sin Recubrimiento	Pin II	0,66	0,65	0,63	1,94	0,6467
	Pin VIII					
	Pin XII					
				TOTALES	5,65	1,8833

Fuente: Autores.

Tabla 29. Análisis de varianza a 500 metros

FUENTE DE VARIACIÓN	GRADOS DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	σ^2	F
TRATAMIENTOS	3	0,2405	0,0802	400,82
ERROR	8	0,0016	0,0002	
TOTAL	11	0,2421		

Fuente: Autores

Como $F_{calculado}$ es mayor que F_{tabla} , por lo menos uno de los tratamientos ofrece resultados diferentes en las pruebas de desgaste, por tanto, el proceso estadístico a 500 metros requiere del análisis DUNCAN.

4.2.3 Análisis DUNCAN. Una vez evaluado el comportamiento de las probetas, se tiene que por lo menos uno de los distintos tratamientos aplicados ofrece resultados diferentes, es de interés realizar comparaciones entre los mismos, para estimar sus efectos en mayor manera y extender las conclusiones del experimento.

A continuación se listan las ecuaciones utilizadas en el análisis Duncan.

$$\sigma_{error} = \sqrt{\frac{MS_E}{a}} \quad \text{Ecuación 10.}$$

$$\text{DUNCAN Ajustado} = \text{Valor Duncan} * \sigma_{error} \quad \text{Ecuación 11.}$$

4.2.3.1 Análisis DUNCAN para 100 metros. El valor de σ_{error} se halla con la fórmula descrita anteriormente, para este caso de 100 metros da como resultado:

error = 0,0025

En la tabla 30 se listan todos los datos necesarios para desarrollar este análisis.

Se comparan los valores de la diferencia entre medias y el Duncan ajustado, por parejas de tratamientos; si el primero es mayor que el segundo, se concluye con un $\alpha = 0,05$, que las probetas sometidas al tratamiento con mayor media presentan peor resistencia al desgaste que las comparadas. En caso de que la diferencia de medias del primer tratamiento comparado sea igual o menor que el segundo no se puede establecer conclusión alguna.

Tabla 30. Análisis Duncan a 100 metros

		MEDIAS	DIFERENCIA ENTRE MEDIAS	VALOR DUNCAN	DUNCAN AJUSTADO	CONCLUSIÓN
T4	SIN TRATAMIENTO	0,107	T4 - T1	3,475	0,0087	T4 > T1
			0,077			
T3	MUESTRAS a 5 [KeV]	0,097	T4 - T2	3,399	0,0085	T4 > T2
			0,034			
T2	MUESTRAS a 10 [KeV]	0,073	T4 - T3	3,261	0,0082	T4 > T3
			0,010			
T1	MUESTRAS a 5 y 10 [KeV]	0,030	T3 - T1	3,399	0,0085	T3 > T1
			0,067			
			T3 - T2	3,261	0,0082	T3 > T2
			0,024			
			T2 - T1	3,261	0,0082	T2 > T1
			0,043			

Fuente: Autores

La conclusión de que $T1 < T2 < T3 < T4$ indica que las probetas sometidas al tratamiento 1 (Energía de 5 y 10 KeV), a 100 metros sufrió significativamente menor pérdida de masa que los demás, por tanto presenta la mejor resistencia al desgaste.

4.2.3.2 Análisis DUNCAN para 200 metros.

Se tiene que $\sigma_{error} = 0,00353553$

Tabla 31. Análisis Duncan a 200 metros

		MEDIAS	DIFERENCIA ENTRE MEDIAS	VALOR DUNCAN	DUNCAN AJUSTADO	CONCLUSIÓN
T4	SIN TRATAMIENTO	0,233	T4 - T1	3,475	0,0123	T4 > T1
			0,163			
T3	MUESTRAS a 5 [KeV]	0,197	T4 - T2	3,399	0,0120	T4 > T2
			0,086			
T2	MUESTRAS a 10 [KeV]	0,147	T4 - T3	3,261	0,0115	T4 > T3
			0,036			
T1	MUESTRAS a 5 y 10 [KeV]	0,070	T3 - T1	3,399	0,0120	T3 > T1
			0,127			
			T3 - T2	3,261	0,0115	T3 > T2
			0,050			
			T2 - T1	3,261	0,0115	T2 > T1
			0,077			

Fuente: Autores

De igual manera a 200 metros, la resistencia al desgaste de mayor a menor se presenta en los tratamientos T1, T2, T3 y T4 respectivamente.

4.2.3.3 Análisis DUNCAN para 300 metros.

Se tiene que $\sigma_{error} = 0,00661438$

Tabla 32. Análisis Duncan a 300 metros

		MEDIAS	DIFERENCIA ENTRE MEDIAS	VALOR DUNCAN	DUNCAN AJUSTADO	CONCLUSIÓN
T4	SIN TRATAMIENTO	0,353	T4 - T1	3,475	0,0230	T4 > T1
			0,236			
T3	MUESTRAS a 5 [KeV]	0,300	T4 - T2	3,399	0,0225	T4 > T2
			0,130			
T2	MUESTRAS a 10 [KeV]	0,223	T4 - T3	3,261	0,0216	T4 > T3
			0,053			
T1	MUESTRAS a 5 y 10 [KeV]	0,117	T3 - T1	3,399	0,0225	T3 > T1
			0,183			
			T3 - T2	3,261	0,0216	T3 > T2
			0,077			
			T2 - T1	3,261	0,0216	T2 > T1
0,106						

Fuente: Autores

Después de una distancia acumulada de 300 metros se mantiene el comportamiento resistivo al desgaste en las muestras; por tanto, es de interés continuar con las pruebas.

4.2.3.4 Análisis DUNCAN para 400 metros.

Se tiene que $\sigma_{error} = 0,00629153$

Tabla 33. Análisis Duncan a 400 metros

		MEDIAS	DIFERENCIA ENTRE MEDIAS	VALOR DUNCAN	DUNCAN AJUSTADO	CONCLUSIÓN
T4	SIN TRATAMIENTO	0,493	T4 - T1	3,475	0,0219	T4 > T1
			0,316			
T3	MUESTRAS a 5 [KeV]	0,417	T4 - T2	3,399	0,0214	T4 > T2
			0,176			
T2	MUESTRAS a 10 [KeV]	0,317	T4 - T3	3,261	0,0205	T4 > T3
			0,076			
T1	MUESTRAS a 5 y 10 [KeV]	0,177	T3 - T1	3,399	0,0214	T3 > T1
			0,24			
			T3 - T2	3,261	0,0205	T3 > T2
			0,10			
			T2 - T1	3,261	0,0205	T2 > T1
			0,14			

Fuente: Autores

Aun con una mayor distancia de deslizamiento, el tratamiento 1 (energía de 5 y 10 KeV) sigue clasificado como el mejor tratamiento frente a la pérdida de peso.

4.2.3.5 Análisis DUNCAN para 500 metros.

Se tiene que $\sigma_{error} = 0,00707107$

Tabla 34. Análisis Duncan a 500 metros

		MEDIAS	DIFERENCIA ENTRE MEDIAS	VALOR DUNCAN	DUNCAN AJUSTADO	CONCLUSIÓN
T4	SIN TRATAMIENTO	0,647	T4 - T1	3,475	0,0245	T4 > T1
			0,384			
T3	MUESTRAS a 5 [KeV]	0,540	T4 - T2	3,399	0,0240	T4 > T2
			0,214			
T2	MUESTRAS a 10 [KeV]	0,433	T4 - T3	3,261	0,0230	T4 > T3
			0,107			
T1	MUESTRAS a 5 y 10 [KeV]	0,263	T3 - T1	3,399	0,0240	T3 > T1
			0,277			
			T3 - T2	3,261	0,0230	T3 > T2
			0,107			
			T2 - T1	3,261	0,0230	T2 > T1
			0,170			

Fuente: Autores

Se concluye que el tratamiento 1(energía de 5 y 10 KeV) sigue presentando la mayor resistencia al desgaste.

4.3 DISCUSIÓN DE RESULTADOS

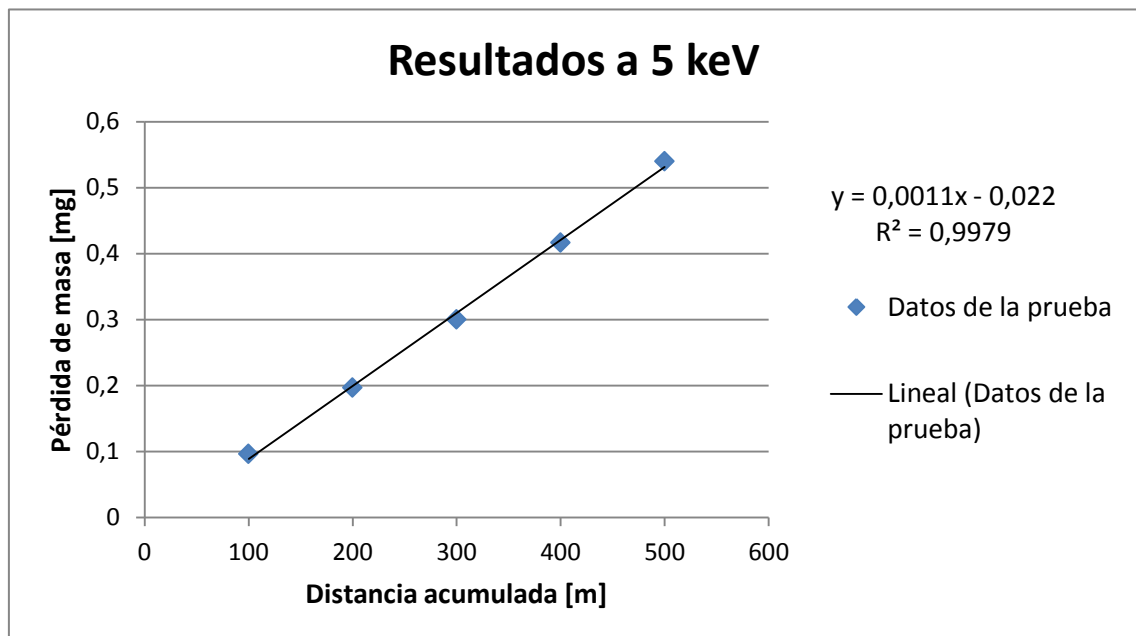
En las figuras 69 a 72 se grafica el comportamiento de desgaste másico de cada tipo de recubrimiento a lo largo de la distancia acumulada en el ensayo.

Figura 69. Desgaste másico en función de la distancia deslizada para las muestras sin recubrimiento



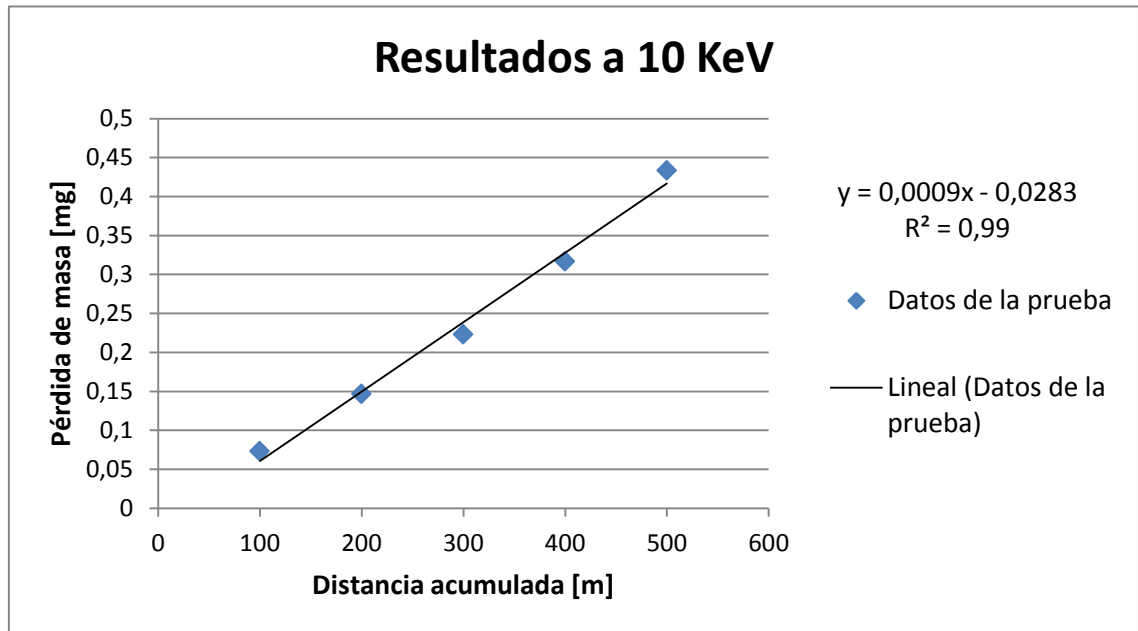
Fuente: Autores

Figura 70. Desgaste másico en función de la distancia deslizada para las muestras recubiertas a energía de 5 KeV



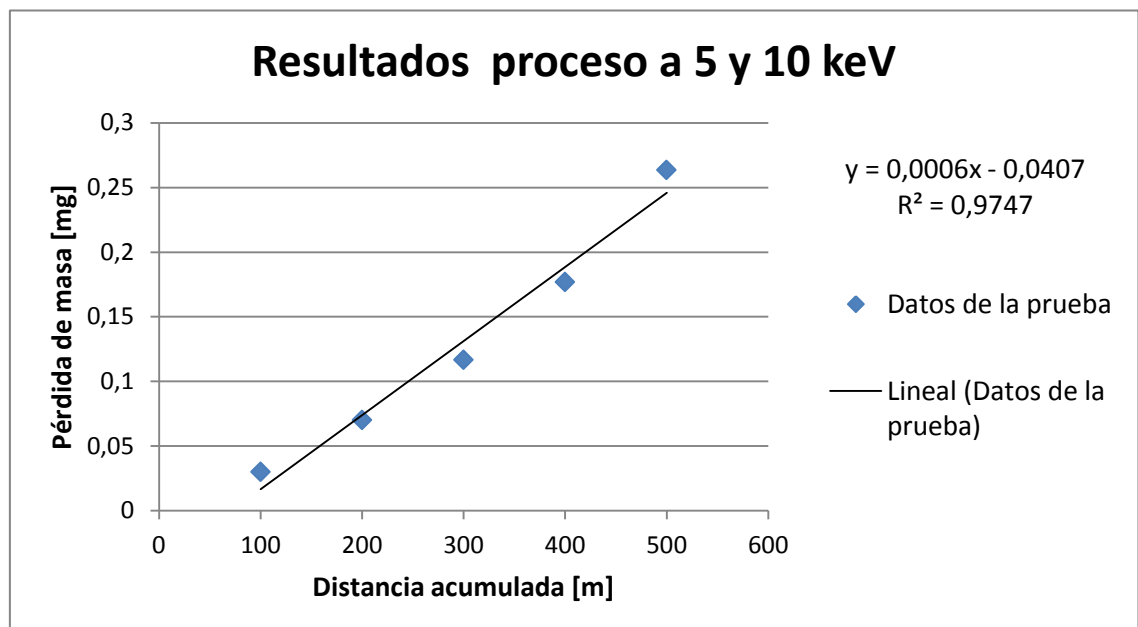
Fuente: Autores

Figura 71. Desgaste másico en función de la distancia deslizada para las muestras recubiertas a energía de 10 KeV



Fuente: Autores

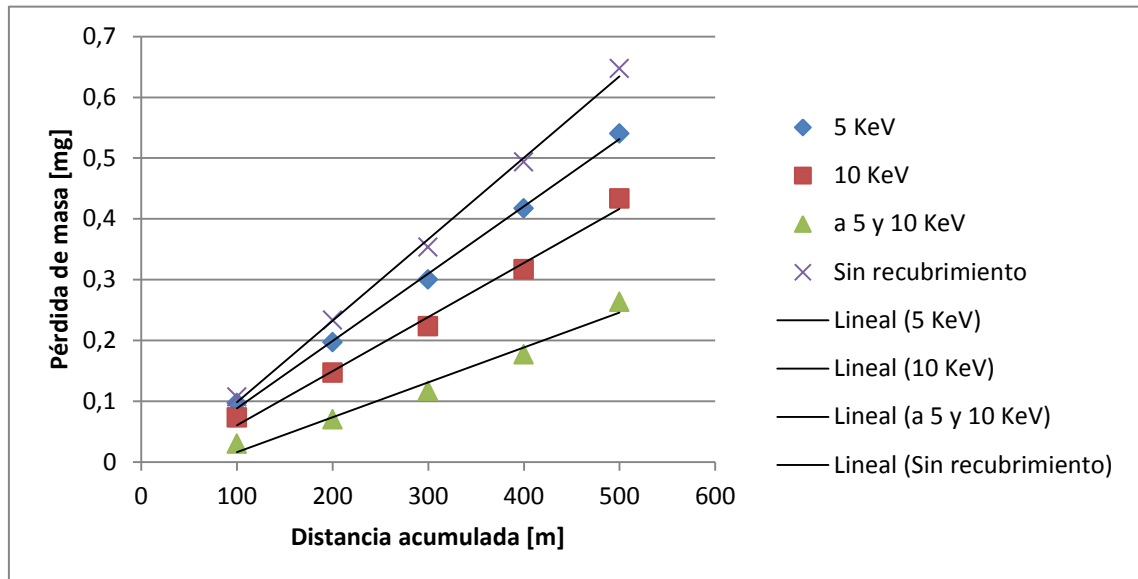
Figura 72. Desgaste másico en función de la distancia deslizada para las muestras recubiertas a energía de 5 y 10 KeV



Fuente: Autores

En la figura 73 se grafica el comportamiento de cada tipo de recubrimiento y se aprecia comparativamente cual es el mejor de los tratamientos.

Figura 73. Comparación de los tipos de tratamiento



Fuente: Autores

Definido un factor característico de la resistencia al desgaste como el inverso de la pendiente inicial de la curva proveniente de los datos de las pruebas, y suponiendo semejanza de las gráficas con una regresión lineal, se acepta el valor de la pendiente de la recta ajustada para calcular las resistencias correspondientes.

Tabla 35. Cálculo de factores característicos de la resistencia al desgaste

	valor de la pendiente [mg/m]	Resistencia al desgaste [m/mg]
SIN RECUBRIMIENTO	0,0013	769,2
ENERGÍA DE 5 KeV	0,0011	909,1
ENERGÍA DE 10 KeV	0,0009	1111,1
ENERGIAS DE 5 Y 10 KeV	0,0006	1666,7

Fuente: Autores

El factor calculado para el proceso híbrido, indica que para desgastar el material en 1mg es necesario recorrer una distancia de 1666,7m; comprobando que dicho tratamiento es el mejor entre los evaluados.

Tomando como referencia el factor característico de la resistencia al desgaste de las muestras sin recubrimiento, se establece una comparación entre tratamientos a manera de porcentajes, definiendo que con el tratamiento de energía de 5 [KeV] se obtiene una mejora del 18,19% en la resistencia al desgaste, el de energía de 10 [KeV] rinde más en un 44,45% y con el proceso híbrido se obtiene un comportamiento superior en un 116,67%; valores válidos solo para las condiciones de la presente investigación.

4.4 PRESUPUESTO

Tabla 36. Presupuesto.

Papelería (Memorias, cartas, fotocopias, carpetas, borradores, empastes, etc.).	\$ 200.000.00
Bibliografía (Libros de consulta, manuales).	100.000.00
Compra de material y preparación de las piezas.	400.000.00
Aplicación del proceso de recubrimiento.	1'500.000.00
Análisis del cambio en la estructura de las piezas bajo estudio en laboratorios.	1'000.000.00
Transporte	200.000.00
Producción intelectual	3'000.000.00
Asesoría Ing. Isnardo González (Asumido por la UIS)	1'000.000.00
Otras asesorías Dr. Arturo Plata (Asumido por la UIS)	1'000.000.00
Subtotal	\$ 8'400.000.00
Imprevistos (10 %)	840.000.00
TOTAL	\$ 9'240.000.00
Fuente: Autores	

5. CONCLUSIONES

Enmarcado en un proyecto de investigación que busca mejorar la durabilidad de piezas metálicas, se diseñó y desarrolló un experimento que permitió evaluar el comportamiento anti-desgaste de piezas recubiertas con Ti y TiN mediante la técnica PVD, variando los parámetros del proceso de implantación, aportando conocimiento en el área de tribología y modificación de superficies, obteniendo mejoras en todos los tratamientos de recubrimiento.

Las muestras sometidas al proceso de implantación de TiN, mediante PVD, con energía de 5 y 10 [KeV] mostraron la mejor resistencia al desgaste respecto a los demás tratamientos, aunque las probetas con modificación superficial de Ti a 5 [KeV] y las de 10 [KeV] se comportaron considerablemente mejor que las no tratadas y que fueron el elemento testigo.

Se emplearon herramientas estadísticas que permiten la utilización de la presente investigación como ejemplo de una aplicación real para la asignatura Metodología de la Investigación, tales como selección del diseño experimental, parámetros de ensayo, análisis de varianza de los resultados (ANOVA) y análisis DUNCAN.

Se validó estadísticamente que los procesos de modificación superficial aplicados a las muestras producen mejoras significativas hasta del 116% en la resistencia al desgaste del sustrato. El método estadístico empleado produce datos confiables, aplicado adecuadamente, sin embargo, el haber aplicado métodos numéricos y analíticos ofrece mayor certidumbre en los resultados.

Otra conclusión del experimento, fue la comprobación que el espesor de la capa depositada en el sustrato fue insuficiente, porque a partir de los 500m, el material base queda descubierto; las probetas tratadas con el proceso de 5 y 10 [KeV] contenían 7,66% Ti, las de 10 [KeV] 3,46% Ti y las de 5 [KeV] 1,48% Ti, a la distancia señalada.

El uso de técnicas de última generación, como la de Microscopía de luz polarizada, permitió tener la certeza de que las probetas se encontraban libres de suciedades y defectos superficiales luego de su preparación, para su posterior modificación superficial. Al momento de analizar el estado de las superficies durante y después de las pruebas de desgaste, fue necesario utilizar la técnica DRX (Difracción de Rayos X), la cual brinda la posibilidad de determinar valores de los compuestos (Ti, N, Fe, C, etc) presentes en la superficie de las probetas.

Con el desarrollo del presente proyecto, se crean bases para tratar las superficies con el proceso híbrido de implantación de Ti y TiN, ya que desarrollan buenas características, lo que abre el camino para investigaciones más completas, creando un grupo entre Ingeniería Mecánica y el grupo de Óptica y tratamiento de señales, para la aplicación de los recubrimientos en la mecanización con herramientas de corte industriales.

BIBLIOGRAFÍA

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard guide for preparation of metallographic specimens. E3-01. Pennsylvania, United States. ASTM International, 2001.

----- . Standard practice for Microetching and alloys. E407-07. Pennsylvania, United States. ASTM International, 2008.

----- . Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus. G99-95a. Pennsylvania, United States. ASTM International, 2000.

BAUTISTA MENDOZA, Carlos Omar. Estudio de una descarga de alto voltaje a bajas presiones (sondeo electrónico). Bucaramanga, 2003, 54p. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias.

CARRERAS, L. MÓNTALA y F. BUENO, S. Recubrimientos CVD para la estampación de chapas de alta resistencia, Deformación Metálica vol 267, 2002. p. 84-87.

GROOVER, Mikell P. Fundamentos de manufactura moderna. México: McGraw Hill, 2007. p. 43 – 172.

JEREZ ACEROS, Martha y MORANTES MONCADA, Luz. Determinación de la dureza mediante el método de indentación instrumentada de muestras de acero H13 depositadas con multicapas de Ti/TiN mediante el proceso de evaporación por arco catódico. Bucaramanga, 2011, 70p. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física.

LIU, Xuanyong; CHU, Paul; DING, Chuanxian. Surface modification of titanium: Titanium alloys and related materials for biomedical applications, materials science and engineering, 2004, pag 49-121.

MARTINEZ CERVANTES, Norma y VERGARA CAMACHO, Fernando. Ciencia de los materiales II. 2008, p. 95-99. Instituto Politécnico Nacional. Escuela Superior de Ingeniería Mecánica y Eléctrica.

MONTGOMERY, Douglas C. Probabilidad y estadística aplicada a la ingeniería. México: Limusa wiley, 2008, p. 561-577.

ORTIZ, Laura. Efecto de la temperatura en la deposición y la caracterización de películas de TiN sobre acero H13 obtenidas por evaporación catódica de plasma. Bucaramanga, 2011, 71p. Universidad Industrial de Santander, Facultad de ciencias. Escuela de Física

REY MERLO, César y VILLAR HERNANDEZ, Germán. Diseño y construcción de una máquina pin sobre disco (Pin-on-disk), para realizar ensayos de desgaste. Bucaramanga, 2009, 254p. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físico-Mecánicas. Escuela de Ingeniería Mecánica.

RODRÍGUEZ, R. Recubrimientos de baja fricción para componentes de automoción y útiles de deformación metálica, Superficies vol 15, 2003, p. 34-36.

VALVUENA NIÑO, Ely Dannier. Comportamiento del acero SAE – 4140 implantado con iones nitrógeno en ambientes hidrogenados. Bucaramanga, 2004, 76p. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física.

VERMESAN, G y NEGREA, G. Ingenierie des Surfaces: un Nouveau Concept de Realisation de Piecesmecaniques. Traitement Thermique vol 331, 2001. p. 45-49.

ANEXOS

Anexo A. Valores F para $\alpha = 0,05$

	Grados de libertad del Numerador											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	
Grados de libertad del Denominador	1	161,4	199,5	215,7	224,6	230,2	234,0	236,8	238,9	240,5	241,9	243,0
	2	18,513	19,000	19,164	19,247	19,296	19,330	19,353	19,371	19,385	19,396	19,405
	3	10,128	9,552	9,277	9,117	9,013	8,941	8,887	8,845	8,812	8,786	8,763
	4	7,709	6,944	6,591	6,388	6,256	6,163	6,094	6,041	5,999	5,964	5,936
	5	6,608	5,786	5,409	5,192	5,050	4,950	4,876	4,818	4,772	4,735	4,704
	6	5,987	5,143	4,757	4,534	4,387	4,284	4,207	4,147	4,099	4,060	4,027
	7	5,591	4,737	4,347	4,120	3,972	3,866	3,787	3,726	3,677	3,637	3,603
	8	5,318	4,459	4,066	3,838	3,687	3,581	3,500	3,438	3,388	3,347	3,313
	9	5,117	4,256	3,863	3,633	3,482	3,374	3,293	3,230	3,179	3,137	3,102
	10	4,965	4,103	3,708	3,478	3,326	3,217	3,135	3,072	3,020	2,978	2,943
	11	4,844	3,982	3,587	3,357	3,204	3,095	3,012	2,948	2,896	2,854	2,818
	12	4,747	3,885	3,490	3,259	3,106	2,996	2,913	2,849	2,796	2,753	2,717
	13	4,667	3,806	3,411	3,179	3,025	2,915	2,832	2,767	2,714	2,671	2,635
	14	4,600	3,739	3,344	3,112	2,958	2,848	2,764	2,699	2,646	2,602	2,565
	15	4,543	3,682	3,287	3,056	2,901	2,790	2,707	2,641	2,588	2,544	2,507
	16	4,494	3,634	3,239	3,007	2,852	2,741	2,657	2,591	2,538	2,494	2,456
	17	4,451	3,592	3,197	2,965	2,810	2,699	2,614	2,548	2,494	2,450	2,413
	18	4,414	3,555	3,160	2,928	2,773	2,661	2,577	2,510	2,456	2,412	2,374
	19	4,381	3,522	3,127	2,895	2,740	2,628	2,544	2,477	2,423	2,378	2,340
	20	4,351	3,493	3,098	2,866	2,711	2,599	2,514	2,447	2,393	2,348	2,310
	21	4,325	3,467	3,072	2,840	2,685	2,573	2,488	2,420	2,366	2,321	2,283
	22	4,301	3,443	3,049	2,817	2,661	2,549	2,464	2,397	2,342	2,297	2,259
	23	4,279	3,422	3,028	2,796	2,640	2,528	2,442	2,375	2,320	2,275	2,236
	24	4,260	3,403	3,009	2,776	2,621	2,508	2,423	2,355	2,300	2,255	2,216
	25	4,242	3,385	2,991	2,759	2,603	2,490	2,405	2,337	2,282	2,236	2,198

Fuente: MONTGOMERY, Douglas C. Probabilidad y estadística aplicada a la ingeniería. México: Limusa wiley, 2008

Anexo B. Valores DUNCAN para $\alpha = 0,05$

Grados de libertad del error	Tratamientos 2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
1	17.97	17.97	17.97	17.97	17.97	17.97	17.97	17.97	17.97	17.97	17.97	17.97	17.97
2	6.085	6.085	6.085	6.085	6.085	6.085	6.085	6.085	6.085	6.085	6.085	6.085	6.085
3	4.501	4.516	4.516	4.516	4.516	4.516	4.516	4.516	4.516	4.516	4.516	4.516	4.516
4	3.927	4.013	4.033	4.033	4.033	4.033	4.033	4.033	4.033	4.033	4.033	4.033	4.033
5	3.635	3.749	3.797	3.814	3.814	3.814	3.814	3.814	3.814	3.814	3.814	3.814	3.814
6	3.461	3.587	3.619	3.68	3.694	3.697	3.697	3.697	3.697	3.697	3.697	3.697	3.697
7	3.344	3.477	3.548	3.588	3.611	3.622	3.626	3.626	3.626	3.626	3.626	3.626	3.626
8	3.261	3.399	3.475	3.521	3.549	3.566	3.575	3.579	3.579	3.579	3.579	3.579	3.579
9	3.199	3.339	3.42	3.47	3.502	3.523	3.536	3.544	3.547	3.547	3.547	3.547	3.547
10	3.151	3.293	3.376	3.43	3.465	3.489	3.505	3.516	3.522	3.525	3.526	3.526	3.526
11	3.113	3.256	3.342	3.397	3.435	3.462	3.48	3.493	3.501	3.506	3.509	3.51	3.51
12	3.082	3.225	3.313	3.37	3.41	3.439	3.459	3.474	3.484	3.491	3.496	3.498	3.499
13	3.055	3.2	3.259	3.348	3.389	3.419	3.442	3.458	3.47	3.478	3.484	3.488	3.49
14	3.033	3.178	3.268	3.329	3.372	3.403	3.426	3.444	3.457	3.467	3.474	3.479	3.482
15	3.014	3.16	3.25	3.312	3.356	3.389	3.413	3.432	3.446	3.457	3.465	3.471	3.476
16	2.998	3.144	3.235	3.298	3.343	3.376	3.402	3.422	3.437	3.449	3.458	3.465	3.47
17	2.984	3.13	3.222	3.285	3.331	3.366	3.392	3.412	3.429	3.441	3.451	3.459	3.465
18	2.971	3.118	3.21	3.274	3.321	3.356	3.383	3.405	3.421	3.435	3.445	3.454	3.46
19	2.96	3.107	3.199	3.264	3.311	3.347	3.375	3.397	3.415	3.429	3.44	3.449	3.456
20	2.95	3.097	3.19	3.255	3.303	3.339	3.368	3.391	3.409	3.424	3.436	3.445	3.453
24	2.919	3.066	3.16	3.226	3.276	3.315	3.345	3.37	3.39	3.406	3.42	3.432	3.441
30	2.888	3.035	3.131	3.199	3.25	3.29	3.322	3.349	3.371	3.389	3.405	3.418	3.43
40	2.858	3	3.102	3.171	3.224	3.266	3.3	3.328	3.352	3.373	3.39	3.405	3.418
60	2.829	2.976	3.073	3.143	3.198	3.241	3.277	3.307	3.333	3.355	3.374	3.391	3.406
120	2.8	2.947	3.045	3.116	3.172	3.217	3.254	3.287	3.314	3.337	3.359	3.377	3.394
Inf.	2.772	2.918	3.017	3.089	3.146	3.193	3.232	3.265	3.294	3.32	3.343	3.363	3.382

Fuente: MONTGOMERY, Douglas C. Probabilidad y estadística aplicada a la ingeniería. México: Limusa wiley, 2008.