## UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

## FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



## ESTUDIO TRIBOLÓGICO DE LUBRICANTES Y RECUBRIMIENTOS DUROS EN EL PROCESO DE ESTAMPADO

POR

ITZEL CASTILLO MÜLLER

 $T \mathrel{E} S \mathrel{I} S$ 

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

CIUDAD UNIVERSITARIA

DICIEMBRE DE 2012

## UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

## FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



## ESTUDIO TRIBOLÓGICO DE LUBRICANTES Y RECUBRIMIENTOS DUROS EN EL PROCESO DE ESTAMPADO

POR

ITZEL CASTILLO MÜLLER

 $\mathsf{T} \to \mathsf{S} \to \mathsf{S}$ 

## EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

CIUDAD UNIVERSITARIA

DICIEMBRE DE 2012

## UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

Los miembros del comité de la tesis recomendamos que la tesis "**Estudio tribológico de lubricantes y recubrimientos duros en el proceso de estampado**" realizada por la Ing. Itzel Castillo Müller sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestra en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales

El Comité de Tesis

Asesor

Dr. Marco A.L. Hernández Rodríguez

Coasesor

Coasesor

Dr. Arturo Juárez Hernández

Dr. Rafael Mercado Solís

Vo. Bo.

Dr. Moisés Hinojosa Rivera

San Nicolás de los Garza, N. L., diciembre de 2012.

# DEDICATORIA

A mi mami por ser una persona maravillosa, quien siempre ama, respeta y da felicidad. A mi hermana por su apoyo y amistad.

## AGRADECIMIENTOS

A Dios por caminar a mi lado para concluir este ciclo.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por el apoyo económico brindado, el cual es una motivación para el desarrollo de la investigación en México.

Al Dr. Arturo Juárez Hernández, por apoyarme en cada etapa de este proyecto, por su confianza, amistad, risas y consejos.

Al Dr. Marco Hernández, por su paciencia y consejos a lo largo de la maestría.

Al Dr. Rafael Mercado por su apoyo en la elaboración de este trabajo.

Al Dr. Pérez y al Dr. Lizcano por ser excelentes docentes de la universidad, por siempre estar dispuestos a brindar una mano amiga y buenos consejos.

A la empresa PEMSA S.A. de C.V., por brindarme las posibilidades de realizar este proyecto y proporcionar el material.

Al Ing. Sergio Cacique e Ing. Ricardo Morales.

A mis padrinos, Carlos y Lupita por su apoyo en cada momento de mi vida.

A Lolis, Alfredo y Andrés por su gran amor y apoyo. Gracias por ser parte de mi vida.

A mis amistades de la maestría, especialmente a Enedely, Vero y Claudia. También a Lampa, Sergio y José Luis. Y a todo el equipo de Juárez por ser todos tan lindos, y por ser tan buenas personas.

A mis queridas amigas de Monterrey Karina y Daniela, por soportarme y demostrarme una buena amistad. Las quiero mucho.

Y como siempre a mi madre por su apoyo incondicional, su dulzura y amor.

## RESUMEN

En los procesos de conformado metálico es de suma importancia el papel que juegan los lubricantes, ya que un lubricante correctamente seleccionado ayudará a disminuir el desgaste que sufre el dado de estampado durante el proceso y disipará el calor acumulado. Por otro lado, los dados de estampado son muy costosos, por ello es conveniente alargar su vida útil; aunque suelen tener tratamientos térmicos, sin embargo, en la industria metal-mecánica hay una creciente tendencia a usar recubrimientos duros. El método de recubrimiento que ha demostrado ser mejor para las herramientas de conformado metálico es el Depósito Físico en Fase Vapor (PVD), porque no necesita de altas temperaturas para ser depositado en comparación con el Depósito Químico en Fase Vapor (CVD), de esta manera no compromete la microestructura del sustrato. Hay una gran variedad de posibles recubrimientos duros, los más comunes dentro de la industria metal-mecánica son: TiN, AlCrN, TiAlN, TiC, NCr; ya que mejoran notablemente las propiedades antidesgaste, anticorrosivas y de dureza en el herramental.

Al aparecer nuevos aceros surgen también nuevos desafíos en materia de lubricación. Las características requeridas en los aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) imponen nuevos retos en los procesos de conformado de metales. Con frecuencia, los conformadores de metales eligen el tipo de lubricante que utilizarán tomando como base el calibre del acero y la severidad del tipo de embutido o formado. Tradicionalmente, los aceros de calibres gruesos y de formas complejas exigían el uso de lubricantes para uso pesado, mientras que los aceros de calibres más delgados y de formas más moderadas requerían de lubricantes menos robustos para formar las partes de manera satisfactoria. El acero de alta resistencia parece contradecir este criterio. La fuerza de tensión, las características de dureza inicial y el endurecimiento de trabajo requieren que el tipo de lubricante que vaya a ser utilizado, sea tan robusto como cualquier otro tipo de lubricante empleado en los aceros de calibres gruesos. De hecho, existen otros factores que tornan más difícil trabajar con los aceros de alta resistencia y fuerzan a la industria de lubricantes nuevos niveles de trabajo. Un lubricante para estampados con un buen desempeño debe proteger el herramental, el revestimiento del herramental y la pieza en proceso de los efectos abrasivos causados por la fricción que pueden suscitarse durante el proceso.

En el presente trabajo se efectuaron pruebas de desgaste en la máquina *ball on disc*, a discos de acero D2 con recubrimientos PVD de TiN, AlCrN y TiAlN; se utilizaron 5 diferentes lubricantes además de la condición en seco. Estos resultados se analizaron con Microscopia Electrónica de Barrido (MEB), microscopia confocal y la superficie con perfilómetría. Se hicieron también pruebas de adhesión para la caracterización de los recubrimientos. El coeficiente de fricción medido para todas las condiciones registró un rango de 0.01 a 0.09 con excepción de la condición en seco, donde alcanzó valores cercanos a 0.6. La mejor respuesta tribológica se obtuvo con el lubricante semi-sintético 1 (Ecodraw HV1) con AlCrN, seguido por el semi-sintético 2 (Quakerdraw 58 I) con TiAlN. Se replicaron los mecanismos de desgaste con respecto al proceso de adhesión en los casos lubricados y de abrasión en seco.

| DEDICATORIA  | <u>I</u> |
|--|----------|
| AGRADECIMIENTOS  | <u> </u> |
|  |          |
| RESUMEN  | <u> </u> |
| CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN   | <u> </u> |
| 1.1. Objetivos   | 3        |
| 1.2. HIPÓTESIS   | 3        |
| CAPÍTULO 2. ANTECEDENTES   | 4        |
|  | Л        |
| 2.1.1 IMPORTANCIA DE LOS LUBRICANTES Y USO ACTUAL                        | -<br>8   |
| 2.1.2. CLASIFICACIÓN   | 10       |
| 2.1.3. Selección de lubricantes  | 12       |
| 2.2. RECUBRIMIENTOS DUROS  | 13       |
| 2.1.1. TIPOS DE RECUBRIMIENTOS UTILIZADOS EN LA INDUSTRIA METAL MECÁNICA | 14       |
| 2.1.2. MÉTODOS DE RECUBRIMIENTOS   | 16       |
| 2.1.3. SELECCIÓN DE RECUBRIMIENTOS                                       | 17       |
| 2.3. DADOS DE ESTAMPADO  | 18       |
| 2.4. TRIBOLOGÍA EN EL PROCESO DE ESTAMPADO                               | 20       |
| 2.4.1. LEYES DE FRICCIÓN   | 23       |
| 2.4.2. MECANISMOS DE DESGASTE POR FRICCIÓN                               | 25       |
| CAPÍTULO 3. EXPERIMENTACIÓN  | 28       |
| 3.1 PRUEBA BALL-ON-DISC  | 29       |
| <b>3.2</b> PRUEBA DE ADHERENCIA (SCRATCH TEST)                           | 34       |
| 3.3 NANOINDENTACIÓN  | 39       |
| 3.4 RUGOSIDAD  | 41       |
| 3.5 CARACTERIZACIÓN  | 42       |

V

| 3.5.1   | CUANTIFICACIÓN DEL DESGASTE (TASA DE DESGASTE) | 42 |
|---------|--|----|
| 3.5.1.1 | Densidad de recubrimientos                     | 43 |
| 3.5.2   | MICROSCOPIO CONFOCAL                           | 44 |
| 3.5.3   | Microscopio Electrónico de Barrido             | 46 |

47

70

### CAPÍTULO 4. RESULTADOS

| 4.1 PRUEBAS BALL-ON-DISC                             | 47 |
|--|----|
| 4.1.1 PRUEBAS SET COEFICIENTE DE FRICCIÓN            | 47 |
| 4.1.2 PRUEBAS SET DE DESGASTE                        | 49 |
| 4.2 PRUEBA DE ADHERENCIA (SCRATCH TEST)              | 51 |
| 4.3 NANOINDENTACIÓN                                  | 53 |
| 4.4 RUGOSIDAD  | 56 |
| 4.5 Caracterización                                  | 58 |
| 4.5.1 CUANTIFICACIÓN DEL DESGASTE (TASA DE DESGASTE) | 58 |
| 4.5.2 MICROSCOPIA                                    | 60 |
| 4.5.2.1 Imágenes MEB                                 | 60 |
| 4.5.2.2 Imágenes microscopio confocal                | 66 |

## CAPÍTULO 5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

| 5.1.    | PRUEBAS BALL ON DISC                           | 70 |
|---------|--|----|
| 5.1.1.  | Pruebas set coeficiente de fricción            | 70 |
| 5.1.2.  | Pruebas set de desgaste                        | 72 |
| 5.2.    | Prueba de adherencia (scratch test)            | 74 |
| 5.3.    | Nanoindentación                                | 74 |
| 5.4.    | Rugosidad                                      | 75 |
| 5.5.    | CARACTERIZACIÓN                                | 76 |
| 5.5.1.  | CUANTIFICACIÓN DEL DESGASTE (TASA DE DESGASTE) | 77 |
| 5.5.2.  | Microscopia                                    | 78 |
| 5.5.2.  | 1. Imágenes MEB                                | 78 |
| 5.5.2.2 | 2. Imágenes microscopio confocal               | 82 |

| CAPÍTULO 6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES |           | 84 |  |
|--|-----------|----|--|
|  |           |    |  |
| 6.1. CONCLUSIONES                          | 8         | 4  |  |
| 6.2. RECOMENDACIONES                       | 8         | 5  |  |
|  |           |    |  |
| BIBLIOGRAFÍA                               | 86        |    |  |
|  |           |    |  |
| FIGURAS                                    | 90        |    |  |
|  |           |    |  |
| TABLAS                                     | 92        |    |  |
|  |           |    |  |
| RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO                     | <u>93</u> |    |  |

# **CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN**

La tribología es la ciencia que estudia la fricción, el desgaste y la lubricación entre superficies en contacto [3]. Las condiciones tribológicas en el conformado de metales son de suma importancia al momento de realizar el estampado de láminas de acero, porque determinan la calidad. La calidad del producto se ve afectada por la distribución de esfuerzos en la lámina estampada, el flujo de material, el mecanismo y el alcance de desgaste en el dado de estampado, así como por los posibles agentes corrosivos y la velocidad del estampado [1].

La industria metal-mecánica, particularmente en el área de estampado, tiene nuevos requerimientos debido a los aceros que utiliza actualmente, por ello es importante conocer las mejores opciones en cuanto a lubricación para obtener los resultados deseados. Por otro lado, es preciso desarrollar métodos de vanguardia para proteger los herramentales, ya que éstos resultan sumamente costosos y se desgastan fácilmente de forma severa.

En la actualidad el estado del arte reporta varios estudios donde se evalúa la calidad de los recubrimientos aplicados en la industria del conformado mecánico [2]. Se ha determinado que los recubrimientos mediante PVD presentan buenos resultados antidesgaste en el caso de los dados de estampado, alargando así la vida útil del herramental al estar en contacto con la lámina de acero galvanizada, la cual es utilizada en la industria automotriz. Los recubrimientos, por sus siglas en inglés PVD (Depósito Físico en Vapor), han dado buenos resultados y su depósito no conlleva algún cambio en la microestructura del blanco, lo cual es benéfico pues no compromete el desempeño del acero. Los nitruros presentan un buen desempeño, como referencia para este trabajo se ocupó el TiN ya que fue el primer recubrimiento por PVD que demostró una buena protección; como segunda y tercera opción se emplearon los recubrimientos AlCrN y TiAlN, que presentan una alta dureza y buena adherencia. En la actualidad, los recubrimientos multicapas han mostrado mejores resultados; sin embargo, no se evaluó este tipo de recubrimientos.

En el caso de los lubricantes, hay una gran variedad de opciones y la química de éstos no es objeto de estudio del presente trabajo, en el que se evaluaron lubricantes sintéticos, semi-sintéticos, minerales y vegetales. Hoy en día se cuenta con una amplia gama de aditivos que mejoran la calidad de los lubricantes, ayudan a la mejor distribución del mismo, presentan absorción de calor y se limpian fácilmente. Los aditivos que mejoran la calidad de los lubricantes en el estampado son los llamados de presión extrema (EP*extreme pressure*), que por lo general son sulfuros orgánicos. También se sabe que los lubricantes emulsificables han dado buenos resultados, a pesar de ser más caros e inestables.

La metodología del actual trabajo será dividida en dos secciones: En la primera se evalúa el coeficiente de fricción durante el proceso bajo condiciones de lubricación y en ausencia de ella; y en la segunda se recurre a técnicas de microscopia para caracterizar el tipo de desgaste que es habitual durante el estampado, y también se evalúa la protección que brinda cada recubrimiento al acero grado herramienta D2.

El alcance del presente trabajo es evaluar el desempeño de diferentes recubrimientos vía PVD, así como el desempeño de diferentes tipos de lubricantes cuando son sometidos a

altas presiones, a fin de determinar cuál es la mejor configuración para incrementar la vida útil del herramental de estampado sin comprometer la calidad del producto.

### **1.1. OBJETIVOS**

El objetivo general es examinar el comportamiento de diversos recubrimientos PVD (TiN, AlCrN, TiAlN) con diferentes lubricantes, así como de los grupos sintéticos, minerales, vegetales y semi-sintéticos para proteger al herramental (dado de estampado) del desgaste. Los objetivos específicos son:

- Realizar una minuciosa selección de lubricantes y recubrimientos que mejoren los utilizados en la actualidad.
- Determinar el coeficiente de fricción en la interfase herramental-pieza de trabajo.
- Generar una metodología de trabajo que permita a la empresa (PEMSA) realizar una evaluación permanente sobre el desempeño de diferentes lubricantes, en particular los de más reciente ingreso en el mercado.

### **1.2. HIPÓTESIS**

El recubrimiento AlCrN, en conjunto con los lubricantes sintéticos, debería presentar un mejor comportamiento tribológico al ser comparado con las demás combinaciones, porque los elementos Al, Cr y N forman compuestos con mayor resistencia mecánica sin que descienda en forma considerable su adhesión al acero.

## **CAPÍTULO 2. ANTECEDENTES**

### 2.1. LUBRICANTES

El flujo de material durante el proceso de estampado depende principalmente del lubricante utilizado, porque afecta las fuerzas de fricción entre la interfase herramentalpieza. El uso de lubricantes adecuados es crítico al realizar operaciones de embutido, de estampados, de formados o punzonados, tanto en piezas de componentes de aceros convencionales, como con los aceros de alta resistencia de bajas aleaciones (HSLA, High Strenght Low Alloy), además de los aceros avanzados de alta resistencia (AHSS, Advanced High Strenght Steel), el lubricante reducirá la fricción en la interfase y ayudará a obtener piezas de alta calidad. Estos tipos de acero imponen exigencias sobre los lubricantes durante los procesos de conformado de metales y de los herramentales. Poseen características que reditúan en beneficios en el producto final, pero que imponen desafíos durante los procesos de formado. Los efectos colaterales como la recuperación elástica, (*springback*) pueden requerir de soluciones a través del diseño del herramental. Estos puntos focales crean un ambiente propicio para generar problemas en producción, específicamente en la industria automotriz, ya que la tendencia es utilizar este tipo de aceros que por su ligereza, imponen condiciones muy severas sobre las propiedades de los lubricantes durante los estampados.

Los aceros de alta resistencia representan ciertos retos y se han encontrado diferentes interpretaciones, en particular las relacionadas con los lubricantes que se requieren para lograr buenos formados. La mejor manera de enfrentar los desafíos que se van presentando es a partir del entendimiento básico de las características de estos nuevos aceros, así como de las nuevas tecnologías desarrolladas en los lubricantes utilizados.

Con el afán de incrementar la seguridad de los vehículos y de darle mayor rendimiento al consumo de combustible, el uso de los aceros AHSS se ha incrementado considerablemente en el ramo de la industria automotriz. Como regla general, los aceros AHSS brindan tasas superiores de endurecimiento de trabajo y mayores resistencias a la tensión que aquéllas que se obtienen con los aceros convencionales. Básicamente, las características antes mencionadas se logran al crear aleaciones con elementos como: manganeso, cromo, vanadio, niobio y otros más dependiendo de la elección del tipo de acero-HSLA, de fase doble (DP, Dual Phase), de plasticidad inducida por transformación (TRIP, Transformation Induced Plasticity), de fase compleja (CP, *Complex Phase*), de tipo martensítico y de otros híbridos; el objetivo principal es remplazar los tipos de acero más pesados y de calibres más gruesos con aceros de menor calibres y más livianos que tengan las mismas o mejores características. Una estructura para carrocería de un automóvil que ha sido fabricado con AHSS puede reducir el peso del vehículo además de mejorar la absorción de energía generada en una colisión. Los niveles de cobre, fósforo, cromo y silicio que contienen estos aceros pueden incrementar la resistencia a la corrosión en las piezas estructurales.

Con la aparición de nuevos aceros se generan nuevos desafíos en materia de lubricación, pues si bien ofrecen obvios beneficios a los productos finales, las características que los aceros requieren representan nuevas exigencias en los procesos de conformado de metales. Con frecuencia se elige el tipo de lubricante a utilizar basándose en el calibre del acero y la severidad del formado. Tradicionalmente, los aceros convencionales de calibres gruesos y de formas complejas exigían el empleo de lubricantes para uso

5

pesado, mientras que los aceros de calibres más delgados y de formas más moderadas requerían de lubricantes menos robustos para formar las partes satisfactoriamente. El acero de alta resistencia modifica este criterio. La fuerza de tensión, las características de dureza inicial y el endurecimiento de trabajo requieren el empleo de un lubricante tan robusto como cualquier otro tipo de lubricante usado en los aceros de calibres gruesos. De hecho, existen otros factores que vuelven más difícil trabajar con los aceros de alta resistencia y que someten a los lubricantes usados en estampados a nuevos niveles de trabajo. Un lubricante para estampados con un buen desempeño debe proteger el herramental, el revestimiento del herramental y la pieza en proceso de los efectos abrasivos causados por la fricción que pudieran presentarse durante el estampado.

Las características del acero y su efecto de endurecimiento al deformarse demandan un incremento en la presión del formado y consecuentemente una mejor lubricidad, lo que implica la fricción, propiciar un flujo consistente y brindar protección contra la corrosión. Son características fundamentales que deben proporcionar tanto los lubricantes actuales como los del futuro al proceso de estampado. En la tabla 1 pueden apreciarse de forma específica las necesidades de lubricación según la características, lo que significa un mayor grado de exigencia a los lubricantes.

| Características de los aceros de alta resistencia.   | Requerimientos en los lubricantes.  |
|--|---|
| Endurecimiento de trabajo.                           | Protección en fases múltiples, debe incrementarse en las etapas posteriores a la deformación. |
| Requiere de un incremento en la presión del formado. | Lubricidad adecuada a la fricción asociada.   |
| Preocupación respecto de la presión de pisado.       | Propiciar un flujo consistente del material.  |
| Mayormente afectado por la corrosión.                | Brindar protección contra la corrosión.   |

Tabla 1. Aceros y características de lubricantes

El lubricante debe permitir un flujo controlado en la alimentación del acero hacia la zona de formado y así evitar la formación de cuellos y de arrugas (*galling*). Es decir, la lubricidad en el estampado incrementa el rango o límite de deformabilidad; esto se puede apreciar de forma esquemática en la figura 1 [2].



Figura 1. Efecto de la lubricación en el límite de formabilidad [2].

En operaciones sencillas, el lubricante requiere solamente una leve película de separación o de agentes de deslizamiento. Las operaciones de mayor dificultad demandan el uso de aditivos para presiones extremas. El acero de alta resistencia presenta algunas de las situaciones más complejas en el conformado de metales, y requieren de un tipo de lubricación de tecnología avanzada. El acero convencional, en calibres más gruesos, fue la elección histórica en piezas que necesitaban alta resistencia y eran difíciles de formar. Como resultado de este tipo de aplicaciones, se desarrollaron lubricantes que contenían sustanciosos aditivos de películas de separación y EP. La mayoría de los conformadores de metal están familiarizados con los lubricantes hechos a base de petróleo que contienen parafina u olefinas cloradas, sulfuradas o fosfatadas, los cuales actúan como importantes aditivos EP [2].

### 2.1.1. Importancia de los lubricantes y uso actual

Hoy en día se han desarrollado lubricantes sintéticos que contienen aditivos EP, acidificadores y aditivos con límites mejorados que muestran un buen desempeño cuando son utilizados en aplicaciones de estampado severo. Han sido exitosos en aplicaciones de estampado para formar aceros convencionales los lubricantes híbridos semi-sintéticos. La selección de estos lubricantes según el tipo de acero, particularmente los de alta resistencia, gira en torno a cuestiones ambientales, de seguridad y de postproceso. Las operaciones de conformado de metales usadas para los aceros convencionales y para los aceros de alta resistencia difieren principalmente en las características extremas de estos últimos. Con ambos tipos de aceros el esfuerzo inicial experimentado genera deformaciones iniciales que requieren de un complemento por parte del lubricante. La protección al límite (las características hidrodinámicas y elastodinámicas de la película) y la presión del fluido deben estar presentes durante el contacto del herramental con la pieza. Si la fricción degrada la película limítrofe, se requerirá que el calor asociado a la misma active los aditivos EP proporcionando protección residual. De manera ideal, debe retardar la necesidad de este efecto disipando el calor y dando protección a la película limítrofe y a la viscosidad del fluido. En los aceros convencionales, a medida que se forma la pieza generalmente se suaviza, o al menos no se endurece, y la demanda de propiedades en el lubricante disminuye. De hecho, un lubricante debe mantener sus condiciones iniciales después del primer esfuerzo experimentado en cada deformación para poder funcionar adecuadamente. Por el contrario, el acero de alta resistencia exige que el lubricante tenga un funcionamiento multifásico, de este modo el desempeño requerido a medida que se trabaja el acero de alta resistencia es mayor. Es necesario que después de la etapa inicial (deformación inicial), vaya incrementado a medida que se trabaja el acero. Los aceros de alta resistencia contienen aleantes que mejoran la resistencia y la formabilidad. Estas aleaciones aumentan el esfuerzo de fluencia, el cual aumenta aún más a medida que se incrementan las deformaciones. Esto significa que, a medida que se le da forma al acero, éste se endurece y adquiere mayor resistencia que la que tenía en un principio. Esta característica le permite al acero generar una absorción excelente en caso de colisiones,

además de alcanzar una excelente formabilidad en aceros de grados más ligeros, antes de que adquieran la resistencia adicional generada en el proceso de formado.

Bajo presiones extremas, los dados calientes pueden transformar el petróleo en una cubierta de laca sobre las piezas y sobre el herramental. Y lo más relevante es que los aceites, en términos ambientales, representan la mayor preocupación de post-proceso y de limpieza.

Los aceites emulsificables en agua, también llamados aceites solubles, presentan ventajas y desventajas. Debido al contenido de agua en la dilución, estos productos pueden suministrar un efecto limitado para la transferencia de calor. Haciendo a un lado las cuestiones ambientales y de post–proceso, los aceites de emulsión generalmente no cubren ni mojan al acero uniformemente. Esto puede resultar desfavorable para el flujo del material durante el proceso de formado. Los aceites emulsificados tienden a verse contaminados por bacterias, por lo cual son menos bioestables. Por último, los aditivos EP, como son el cloro y el sulfuro, que se utilizan tanto en aceites como en aceites emulsificados pueden tornarse volátiles al ser expuestos a temperaturas altas y a la humedad. Estos lubricantes residuales sólo brindan una protección anticorrosiva limitada.

Los lubricantes sintéticos a base de agua presentan el espectro más amplio para el desarrollo y el éxito potencial de los formados con AHSS. La mayoría de los lubricantes sintéticos desarrollados para uso pesado o incluso aquellos comercializados específicamente para los HSS, está hecha a base de familias de polímeros comunes. Estos productos brindan una excepcional disipación del calor al enfriar las piezas, además de mantener la viscosidad del fluido. En fechas recientes, se han desarrollado aditivos patentados con el fin de incrementar la tenacidad de la película. Esta característica proporciona una función de fases múltiples que es esencial para un uso

exitoso en el estampado. La viscosidad del fluido, los agentes limítrofes y las propiedades de adherencia dan protección durante el esfuerzo inicial en el proceso de conformado de metales. A medida que se desarrolla calor por fricción durante la fase de endurecimiento de trabajo, el fluido forma una película residual que cubre la pieza y al herramental. Esta tenaz porción de la película proporciona una protección limítrofe nueva y fundamental, de gran utilidad en las etapas posteriores de los procesos de formado, además de que protege los punzones al momento en que son retirados. Está compuesto principalmente por ingredientes solubles en agua, los residuos permiten una remoción simplificada en los sistemas de limpieza y, con frecuencia, no requieren de limpieza previa a las operaciones de soldadura.

### 2.1.2. Clasificación

Los lubricantes presentan diferentes clasificaciones según su fórmula química, su uso o la naturaleza de su base. En el caso de los lubricantes utilizados en la industria metalmecánica, éstos suelen dividirse según la naturaleza de la base (del aceite) en:

- Minerales
- Sintéticos
- Semi-sintéticos

Los distintos tipos de aceites provienen del petróleo y la diferencia entre ellos estriba en que mientras los procesos de obtención de los minerales son físicos (destilación fraccionada), los procesos de obtención de los sintéticos son de tipo químico. Hay, por lo tanto, una diferencia en la obtención petroquímica de los mismos [3].

Dos razones por las cuales suele preferirse un lubricante sintético sobre uno mineral son:

 Porque los minerales no logran alcanzar las propiedades físicas y químicas de desempeño como: estabilidad térmica, estabilidad a la oxidación, comportamiento viscoso respecto de la temperatura y estabilidad a altas temperaturas.

 Por el extraordinario desempeño que muestra la mayoría de los lubricantes sintéticos, en particular los polifenoles éter cuando trabajan a altas temperaturas y presiones, en condiciones de lubricación al límite.



Figura 2. Curva de desempeño de lubricantes minerales a altas temperaturas [3].



Figura 3. Curva de desempeño de lubricantes sintéticos a altas temperaturas [3].

En la figura 2 se observa un diagrama de desempeño de los lubricantes minerales respecto a la temperatura de trabajo durante el tiempo. Mientras que en la figura 3 se presenta el mismo diagrama temperatura contra tiempo para los lubricantes sintéticos. Los lubricantes sintéticos en general presentan mayor estabilidad y resistencia contra la corrosión, por lo que en usos de presiones severas son considerados una mejor opción.

### 2.1.3. Selección de lubricantes

En el área de procesados mecánicos suelen usarse lubricantes sintéticos, que a su vez se subdividen en sintéticos y semi-sintéticos según los aditivos que presenten, sobre todo la emulsificación en agua; sin embargo, en ciertos lubricantes es un estado poco estable y necesita agitación. Se seleccionaron dos lubricantes sintéticos por ser los que soportan condiciones más extremas de trabajo, dos lubricantes semi-sintéticos ya que los aditivos que presentan suponen ser benéficos para el proceso de estampado y uno mineralvegetal para comprobar su estabilidad y posible protección al desgaste. Los lubricantes fueron obtenidos de dos empresas líderes dedicadas a la fabricación de lubricantes: Fuchs Company ® y Quaker Company ®.

En la industria del estampado los lubricantes suelen aplicarse mediante rodillos, aerosoles o esponjas, en procesos que pueden o no estar automatizados: los automatizados presentan una buena repetitividad y uniformidad en la distribución del lubricante sobre la pieza de trabajo. En el caso de PEMSA y de las pruebas el proceso será manual, con la misma cantidad de lubricante en cada ocasión.

### 2.2. RECUBRIMIENTOS DUROS

Se les llama recubrimientos duros a las películas delgadas con las que se revisten las superficies de muchas piezas de uso técnico, con la finalidad de proporcionarles mayor dureza, así como una mayor resistencia al desgaste y a la corrosión. Los recubrimientos pueden también promover una disminución en el coeficiente de fricción, aumentar la resistencia a la corrosión, introducir propiedades ópticas especiales en la superficie o simplemente producir colores y texturas con fines decorativos [4]. Actualmente, los recubrimientos más modernos son los denominados recubrimientos en capa fina: se trata de capas delgadas de uno o varios materiales con espesores pequeños, que van desde algunos nanómetros hasta unas pocas micras, y son de alta calidad tanto en su composición como en su estructura. Su desarrollo implica el uso de tecnologías avanzadas como tecnología de alta corriente y voltaje, tecnologías de control de proceso y electrónicas relacionadas, física y química de plasma y tecnología de vacío. Las aplicaciones de los recubrimientos duros en capa fina son imprescindibles hoy en día en gran número de áreas tecnológicas y científicas [5].

Algunas de las aplicaciones más significativas son:

- Herramientas de corte de alta velocidad
- Matrices de embutido y de conformado para metales tenaces
- Moldes para la inyección de metales semifundidos
- Moldes para la inyección de plásticos con cargas abrasivas
- Piezas sometidas a deslizamiento o rodadura en seco
- Superficies sometidas a deslizamiento a gran velocidad (discos duros)
- Cerámica decorativa destinada a usos con gran desgaste.

Los materiales que constituyen los recubrimientos duros pueden ser de composición metálica o cerámica, entendiendo por composición cerámica las distintas fases de los óxidos, nitruros o carburos de metales de transición, así como de aluminio, boro y silicio. Todos estos compuestos presentan, en mayor o menor medida, altas durezas combinadas con estabilidad térmica, química y resistencia a la corrosión. Los recubrimientos duros en capa delgada pueden estar constituidos por una monocapa o bien tener una estructura multicapa para combinar propiedades de dos o más materiales distintos, o para crear propiedades específicas de la estructura multicapa, especialmente cuando ésta tiene dimensiones de periodo en la escala nanométrica. En la mayoría de los casos las estructuras, incluidos los recubrimientos monocapa, comprenden una o varias capas intermedias para aumentar la adhesión o reducir tensiones residuales [4].

#### 2.1.1. Tipos de recubrimientos utilizados en la industria metal mecánica

Desde la introducción de recubrimientos comerciales preparados por depósito en fase vapor a inicios de los años ochenta con los nitruros de Titanio (TiN), ha crecido rápidamente la industria y sus aplicaciones. Estos recubrimientos convencionales de TiN son usados para herramientas de maquinaria y han dominado el mercado. Posteriormente, los recubrimientos cerámicos de CrN, llamaron la atención debido a que han presentado menores coeficientes de fricción y mayores valores de dureza en comparación con el TiN. En la actualidad se encuentran en el mercado herramientas con

este tipo de recubrimientos, además de que se buscan nuevos recubrimientos que superen las propiedades de los recubrimientos convencionales de CrN; otra posibilidad que se explora es el estudio de materiales ternarios. La adición de segundos metales a nitruros binarios permite la obtención de nitruros ternarios así como: Ti1-xAlxN, Cr1-xAlxN, Ti1-xZrxN con durezas más altas y mejores propiedades de resistencia a la oxidación, al desgaste y a la corrosión. Estudios realizados sobre recubrimientos de CrAlN muestran que este material mejora la resistencia a la temperatura de los recubrimientos de CrN. Las películas de Cr1-xAlxN se pueden obtener en un amplio rango de composiciones debido a la alta solubilidad del AlN en CrN. Se ha encontrado que la estructura cristalina de estos recubrimientos cambia desde el tipo-NaCl hasta el tipo-wurtzita para contenidos de Al de 0.6-0.7 [6].

La literatura existente [7, 8] presenta los recubrimientos TiN y CrN como recubrimientos eficientes que aumentan el desempeño y durabilidad de los dados. Se suele citar un ejemplo de desempeño, en el cual los recubrimientos aumentan el ciclaje de prensado de 2,000 a 26,000; además de disminuir el ciclo de lubricación de 20 a 50 con respecto a contacto de ASIA11 acero trabajado en frío contra lámina de acero. Estos resultados se deben al bajo coeficiente de fricción en los pares de contacto, esto se pudo demostrar con la prueba *ball-on-disc* en dónde a los 300 metros de distancia disminuyó el coeficiente de 0.7 a 0.16, lo cual se atribuyó al cambio de estado de ajuste inicial (*running in*) a un estado estable y al sistema de lubricación al límite con compuestos clorados producidos por el lubricante. Los parámetros que se usaron en las pruebas tribológicas fueron una carga de 2 N, velocidad de 10 cm·seg<sup>-1</sup>, con una humedad relativa de un 35 por ciento.

Estos resultados muestran que el TiN por PACVD es una buena alternativa con respecto a los recubrimientos DLC producidos por técnicas CVD. También otros autores [4] encontraron buenos resultados y caídas en el coeficiente de fricción para los recubrimientos de TiN, TiCN, TiC en contacto con láminas galvanizadas. Cloke [9] encontró que el TiCN fue el mejor recubrimiento en pruebas de *deep drawing* en conjunto con lubricantes tipo parafinas cloradas. Nakamuara [9] encontró que el DLC presentó menor *galling* y bajos coeficientes de fricción; sin embargo, Murakawa [9] encontró que el DLC presentaba *galling* con altas presiones de contacto, para lo cual recomienda aumentar la rugosidad del sustrato a fin de aumentar la adhesión. Zajec [9] encontró que el AlCrN funcionó mejor que TiCN y TiAlN + WC/C. Por otra parte, investigadores de Oerlikon Balzers reportan que el AlCrN funciona 3 veces mejor que el TiN y que el TiCN en herramentales de corte y manufactura avanzada [34].

De acuerdo con Sresomroeng [10] se reporta que los recubrimientos TiCN, AlTiN y Nitruro + CrN presentaron buenas propiedades anti-adhesivas contra aceros HSS, mientras que el TiN y capas de DLC no presentaron resultados satisfactorios. Por otra parte se propusieron las pautas experimentales de desgaste *ball-on-disc* en seco: bolas de acero recubiertas, carga de 10 N constante, equivalente a una presión de contacto de 1403 N·mm<sup>-2</sup> similar a las de prensado, velocidad de 100 mm·seg<sup>-1</sup> y limpieza con metanol antes de las pruebas. Las bolas fueron removidas a una distancia de 200 m y el desgaste se midió con microscopio.

Panjan [11] presenta resultados donde el CrN funciona significativamente mejor que el TiAlN y donde la adición de capas amorfas de carbono no incrementa en ninguno de los dos casos la vida de servicio.

### 2.1.2. Métodos de recubrimientos

Los recubrimientos mediante PVD han demostrado ser benéficos para las herramientas de conformado metálico porque no necesitan de altas temperaturas para ser depositados, en comparación con el CVD. El depósito físico en fase vapor (PVD) implica la atomización o vaporización de un material desde una fuente sólida y el depósito desde

ese material sobre un sustrato para formar el recubrimiento. Los recubrimientos depositados por métodos físicos en fase gaseosa conducen a un crecimiento lento pero muy bien controlado de los materiales que constituyen la película formada sobre el sustrato. En algunas situaciones el PVD requiere de algún medio para aumentar la energía de las especies del recubrimiento. Esta energía típicamente se incrementa ionizando y acelerando los iones hacia la película en crecimiento, lo cual, se puede lograr utilizando una fuente de haz de iones o excitando un plasma alrededor del sustrato [6].

Los recubrimientos por PVD nos permiten usar materiales que proporcionan una mayor dureza y mayor resistencia al desgaste. La mayoría de los recubrimientos tienen alta resistencia al impacto y a la temperatura, buena resistencia a la abrasión y son duraderos. El espesor del recubrimiento es fino y se puede reproducir con precisión, manteniendo las dimensiones originales de la pieza. El hecho de ser una tecnología aún cara es una desventaja; sin embargo, el incremento de la vida útil de la pieza ayuda significativamente a contrarrestar el gasto generado. Otras desventajas son que los orificios, ranuras, etc, sólo pueden recubrirse a una profundidad igual al diámetro o anchura de la apertura y que las piezas deben rotarse para lograr un espesor de recubrimiento uniforme [12].

#### 2.1.3. Selección de recubrimientos

Los recubrimientos duros en dados de estampado incrementan la vida útil de las herramientas [4, 5, 6]. El recubrimiento que ha demostrado ser mejor para las herramientas de conformado metálico es el PVD.

Al revisar el estado del arte se encontró que los recubrimientos mediante PVD que ofrecen mejores resultados en el recubrimiento de dados son TiN, AlCrN, TiAlN, TiCN y Nitruro+CrN en aceros de alta resistencia.

En la Tabla 2 se presentan los tres recubrimientos seleccionados. Como base de comparación se escogió el TiN, ya que es el recubrimiento via PVD más estudiado. Y como complementarios que han demostrado buen desempeño en procesos de estampado el AlCrN y TiAlN.

Tabla 2 Recubrimientos utilizados en la experimentación.

| Recubrimiento | Espesor | Proceso | Color        |
|---------------|---------|---------|--------------|
| TiN           | 5 µm    | PVD     | Dorado       |
| AlCrN         | 8 µm    | PVD     | Gris azulado |
| TiAlN         | 16 µm   | PVD     | Gris-violeta |

\*Espesores proporcionados por Oerlikon-Balzers.

### 2.3. DADOS DE ESTAMPADO

Para la fabricación de dados se pueden utilizar distintos métodos de manufactura, ya sea de forma única o en combinación. Entre ellos están: la forja, la fundición, el esmerilado, el maquinado, métodos electroquímicos y eléctricos de estampado de dados. El proceso de obtención de las cavidades de los dados suele ser el punzonado, sea en frío o en caliente. También se puede emplear para fabricar dados pequeños con cavidades superficiales. Generalmente, los dados se someten a tratamientos térmicos para incrementar su resistencia al desgaste y tener mayor dureza. Si lo requieren, su contorno y acabado superficial se pueden mejorar con rectificado y pulido, con robots industriales programables o a mano [28].

La elección del método de fabricación depende de la operación en la que se va a usar, así como de su forma y tamaño. Generalmente los costos determinan el proceso a seleccionar ya que éstos son importantes en las operaciones de manufactura. Debido a

que se fabrica una gran cantidad de piezas utilizando el mismo dado, en general el costo por unidad suele ser sólo una pequeña parte del costo de fabricación de la pieza.

Los aceros para dados se tratan térmicamente para mejorar la dureza, resistencia al desgaste y resistencia en general. El mal tratamiento térmico es una de las causas más comunes de falla de dados ya que los puede distorsionar por acción de cambios microestructurales y por ciclos térmicos no uniformes.

La selección adecuada de temperaturas y atmósferas del tratamiento térmico, los medios, el templado, la práctica del revenido y el manejo son importantes. Los dados se pueden someter a distintos tratamientos superficiales para mejorar sus características de desgaste y fricción. La condición y composición de las superficies del dado tienen especial importancia.

Fácilmente pueden existir fallas en los dados que generalmente se desarrollan en las operaciones de manufactura, las causas pueden ser variadas; a continuación se citan algunas [29]:

- Diseño inadecuado
- Defecto del material
- Sobrecalentamiento y agrietamiento térmico
- Tratamiento térmico y operaciones de acabado inadecuados
- Sobrepeso
- Desgaste excesivo
- Manejo inadecuado.

Materiales utilizados para los dados, tales como, los carburos y el diamante a pesar de su dureza y resistencia a la abrasión, son susceptibles de alargarse debido a las fuerzas de impacto o por efectos térmicos causados por variaciones de temperatura en el interior. Incluso los fluidos de trabajo pueden afectar negativamente al material del dado y la herramienta; por ejemplo, el cloro en los lubricantes, los aditivos con azufre y enfriadores pueden dañar el aglutinante de cobalto en el carburo de tungsteno disminuyendo su resistencia y tenacidad. El desgaste de los dados debe tenerse en cuenta, ya que cuando cambian su forma las piezas producidas tendrán dimensiones incorrectas [29].

### 2.4. TRIBOLOGÍA EN EL PROCESO DE ESTAMPADO

La tribología se enfoca en la fricción, el desgaste y la lubricación de superficies en movimiento [3]. La palabra tribología se deriva del griego "tribos" que significa frotamiento, por tanto la traducción literal podría ser "la ciencia del frotamiento". Los diccionarios definen tribología como la ciencia y la tecnología de superficies que interactúan en movimiento relativo y prácticas relacionadas. Las interacciones superficiales de una interfase tribológica son altamente complejas, y su comprensión requiere tener conocimiento de varias disciplinas [13].

La solución a los problemas de desgaste comienza por un examen detallado del sistema tribológico con todos los factores implicados. A partir de ahí pueden deducirse las condiciones de fricción y mecanismos de desgaste que están actuando así como en momento en que actúan. Los mecanismos de desgaste típicos son:

- Desgaste por abrasión
- Desgaste por adherencia
- Fatiga superficial
- Triboxidación
- Corrosión.

En la práctica se producen simultáneamente varios de estos efectos o bien pueden aparecer en forma sucesiva durante el proceso de desgaste. Normalmente uno de ellos desempeña un papel preponderante en el fallo debido al desgaste.

Todo sistema tribológico puede optimizarse si se selecciona el recubrimiento correcto. En estudios para la optimización de los dados de estampado con el fin de reducir el desgaste y alargar la vida útil de los herramentales. Los factores que han demostrado ser los que más afectan la vida útil son: fatiga térmica, deformación plástica y el desgaste, principalmente. De los tres, el desgaste es el factor que predomina en los procesos de formado. Lange *et al* reportaron que el desgaste es el mecanismo de falla dominante en dados de estampado, y es la causa de aproximadamente el 70% de las fallas [14].

Las propiedades tribológicas de los recubrimientos duros modernos son muy importantes en sus aplicaciones y usualmente son diferentes de las propiedades tribológicas de los materiales en bulto.

También son considerablemente distintos los procedimientos utilizados en la caracterización de las propiedades tribológicas de recubrimientos duros en capa fina, y son diferentes a los procedimientos de caracterización clásicos empleados en la ingeniería metalúrgica convencional, principalmente debido al espesor de los recubrimientos [43].

Cuando dos superficies nominalmente planas son colocadas en contacto, la rugosidad superficial genera varios puntos de contacto discreto. La suma de las áreas de todos los puntos en contacto constituye el área real de contacto o simplemente el área de contacto, y para la mayoría de los materiales ésta será sólo una pequeña fracción del área aparente (nominal) de contacto, la cual ocurriría si las superficies fueran perfectamente lisas. El área real de contacto es una función de la textura superficial, propiedades del material y de las condiciones de carga.

Inicialmente el contacto entre dos superficies ocurrirá en pocos puntos que soportan la carga normal *W*; cuando la carga normal es aumentada, el número de asperezas en contacto aumenta y el área de los contactos crece también para soportar la carga aumentada. En la región de los puntos de contacto se produce una deformación, estableciéndose tensiones que son opuestas a la carga aplicada. El modo de la deformación superficial puede ser elástico, plástico, o bien viscoelástico. Las tensiones locales en los puntos de contacto son mucho más altas que las tensiones nominales calculadas según el área nominal de contacto. Aunque las tensiones nominales pueden estar en el rango elástico, las tensiones locales podrían exceder el límite elástico y el contacto cederá plásticamente [15].

Las propiedades tribológicas que se estudian en este trabajo son la fricción y el desgaste, ambos fenómenos relacionados con deslizamiento en seco y con lubricación, evaluando así la acción de diferentes lubricantes.

La fricción, que es la resistencia al movimiento de un cuerpo sobre otro, proviene del latín "*fricare*", que significa "frotar" [30]. La fuerza tangencial resistiva, la cual actúa en una dirección directamente opuesta a la dirección del movimiento, es llamada fuerza de fricción F. Si dos cuerpos se colocan en contacto, el valor de la fuerza tangencial que es requerido para iniciar el movimiento es la fuerza de fricción estática Fs. La fuerza tangencial requerida para mantener el movimiento relativo es conocida como la fuerza de fricción cinética o dinámica, Fk. La fuerza de fricción estática es mayor o igual que la fuerza de fricción cinética. La fricción no es una propiedad del material, es una respuesta del sistema [30].

El desgaste es definido como el proceso de remoción de material de una superficie sólida como resultado del movimiento relativo de esta superficie respecto a otra en contacto. En el proceso continuado de desgaste, el material puede ser removido de la superficie y expulsado o puede resultar transferido a la otra superficie o también puede romperse y quedar atrapado dentro del contacto como una partícula libre de desgaste. En el caso de la transferencia de material desde una superficie a otra, la pérdida de masa o volumen neto de la interfase sería de cero, aunque una de las superficies sería desgastada. En un proceso de contacto tribológico la fuerza de fricción también está asociada a la evolución del desgaste [15].

Algunas veces se asume que interfases de alta fricción exhiben altas tasas de desgaste. Esto no es necesariamente cierto; por ejemplo, las interfases entre metales pulidos y polímeros exhiben baja fricción y al mismo tiempo un alto desgaste, mientras que las interfases entre materiales cerámicos exhiben moderada fricción pero muy bajo desgaste. Sin bien esto no es una regla general y presenta contradicciones [15].

#### 2.4.1. Leyes de fricción

Existen dos leyes básicas de fricción que se cumplen en un amplio rango de aplicaciones. Estas leyes son conocidas como leyes de Amontons, después de que el físico francés Guillaume Amontons las redescubriera en 1699; Leonardo da Vinci, sin embargo, fue el primero en introducir el concepto de coeficiente de fricción como la relación entre la fuerza de fricción y la carga normal, pero sus cuadernos permanecieron inéditos durante 200 años [14]. La descripción de estas leyes inicia con:

$$F = \mu W$$

Donde *F* es la fuerza de fricción, *W* es la carga normal sobre el contacto y  $\mu$  es una constante conocida como el coeficiente de fricción estático ( $\mu$ *s*) o coeficiente de fricción cinético ( $\mu$ *k*), que es independiente de la carga normal. En el caso de la fuerza de

fricción estática es posible expresar esta ley en términos de ángulo de reposo límite  $\theta$  definido por:

$$\mu s = tan\theta$$

En esta ecuación,  $\theta$  es el ángulo tal que un cuerpo de algún peso, colocado sobre un plano inclinado a un ángulo menor que  $\theta$  desde la horizontal permanecerá estacionario, mientras que si se aumenta la inclinación del ángulo a  $\theta$ , el cuerpo empezará a deslizarse hacia abajo. Estas consideraciones se cumplen igualmente para los casos de fricción con y sin lubricación. El coeficiente de fricción sin lubricación puede variar en un amplio rango, desde valores muy pequeños de 0.02 a valores tan grandes como 10, o incluso mayores en el caso de metales blandos y limpios deslizándose contra ellos mismos en vacío [14].

La segunda ley plantea que la fuerza de fricción (o coeficiente de fricción) es independiente del área aparente de contacto entre los cuerpos, pero no del área real de contacto, por este motivo un paralelepípedo de cualquier peso sufrirá la misma fuerza de fricción apoyado sobre cualquiera de sus caras.

A estas dos leyes se añade una tercera ley, que es con frecuencia atribuida a Coulomb (1785) [14]. Esta ley estipula que la fuerza de fricción cinética (o coeficiente de fricción) es independiente de la velocidad de deslizamiento una vez que el movimiento empieza.

Los metales y aleaciones metálicas con superficies limpias en contacto bajo carga normal exhiben alta adhesión, como consecuencia se produce alta fricción y desgaste. El desgaste de superficies metálicas limpias puede ser muy alto en vacío. La más ligera contaminación puede mitigar el contacto o formar películas químicas, las cuales reducen la adhesión, resultando en la reducción de la fricción y el desgaste. En el caso de los metales blandos, como In, Pb, y Sn, el área de contacto es grande, aun a bajas cargas, provocando un alto desgaste. Los metales duros como Co, Mo y Cr exhiben baja fricción y desgaste. En general, el desgaste para las aleaciones tiende a ser más bajo que para los metales puros.

Los cerámicos exhiben presentan alta resistencia mecánica, pierden poca resistencia mecánica y no se oxidan fácilmente a temperaturas elevadas, además de ser resistentes a ambientes corrosivos; por lo tanto, los pares cerámicos son comúnmente usados en aplicaciones ambientales extremas, así como para altas cargas, altas velocidades, altas temperaturas y ambientes corrosivos. En ambientes limpios, los coeficientes de fricción y las tasas de desgaste de pares cerámicos no alcanzan valores tan altos como observados en metales limpios, especialmente en ultra alto vacío o en ausencia de oxígeno [15].

### 2.4.2. Mecanismos de desgaste por fricción

Respecto a los mecanismos básicos de fricción en deslizamiento, el antiguo modelo de Coulomb que pretendía explicar la fricción por la interacción puramente cinética del movimiento microscópico entre las superficies, fue abandonado desde que se conoce la fricción como un proceso que incluye mecanismos de disipación de energía. Bowden y Tabor (1950) propusieron que para materiales dúctiles en deslizamiento, en los puntos de contacto individual (puntas de las asperezas) se generan altas presiones que causan soldadura local y las soldaduras formadas son cortadas subsecuentemente por deslizamiento relativo de las superficies, a este proceso se le conoce como mecanismo de adhesión. La rotura ocurre en las regiones más débiles en cualquier parte de la interfase o en uno de los cuerpos unidos. Después de romper los contactos existentes, se forman nuevos contactos. Debido a que la adhesión ocurre a partir de fuerzas moleculares entre las superficies, las fuerzas adhesivas son de la misma naturaleza e intensidad que las que existen entre las moléculas del material en volumen [15]. Durante el deslizamiento de una superficie respecto de otra, pueden haber interacciones que generan puntos de adhesión entre los dos cuerpos; cuando ocurre un proceso de corte entre estos puntos de adhesión se pueden producir fragmentos de los materiales en contacto, los cuales contribuyen a aumentar la fricción entre las superficies. Si la fricción está dominada por la presencia de fragmentos sueltos entre las dos superficies, opera un mecanismo que se conoce como fricción por impurezas abrasivas. Con este mecanismo, la fuerza de fricción depende de la resistencia al corte de los materiales. Cuando hay fricción entre materiales con alto desgaste, los fragmentos desprendidos pueden intervenir en el deslizamiento actuando como abrasivos, en este caso las superficies se destruyen rápidamente y los coeficientes de fricción son muy elevados e inestables.

El mecanismo de fricción en deslizamiento por deformación se basa en la interacción micro o macroscópica que puede ocurrir durante el deslizamiento de una superficie respecto de otra, donde las asperezas del material más duro generan surcos en la superficie del más blando causando deformación plástica, esta interacción también puede derivar en fractura, rotura o fragmentación.

Si las asperezas de una superficie de mayor dureza que otra pueden ejercer una acción de arado sobre la superficie blanda vía deformación plástica, se requiere energía para producir esta deformación. Esta teoría es ampliamente aceptada en lo relativo a la fricción de metales y cerámicos. En la fricción de metales y cerámicos, si se admite que hay una influencia despreciable entre los procesos de deformación y de adhesión durante el deslizamiento, éstos se pueden sumar y la fuerza de fricción total Fi será igual a la suma de las fuerzas necesarias para cortar juntas adheridas Fa, y a las necesarias para suministrar la energía de deformación Fd. Por tanto, se puede escribir

$$F_i = F_a + F_d$$
En ambas teorías de adhesión y deformación, hay deformación local y la magnitud de la fricción es afectada por las propiedades físicas y químicas de las superficies que interactúan.

# **CAPÍTULO 3. EXPERIMENTACIÓN**

Desde que se ha estudiado la tribología, con Leonardo Da Vinci, se ha tratado de cuantificar. Amontons y Coulomb desarrollaron los tribómetros para cubrir esa necesidad, esto se logró al demostrar que la fuerza de fricción es proporcional a la carga normal (FN). El radio entre la fuerza de fricción (FF) y la carga normal es determinado como el coeficiente de fricción;  $\mu = FF/FN$ . Estos experimentos indican que el valor del coeficiente de fricción es independiente de la geometría de contacto [16].

El estudio de las propiedades tribológicas y mecánicas de la superficie de los materiales es de gran importancia para el éxito en el diseño de piezas y mecanismos de trabajo, a fin de evitar que los esfuerzos a los que se encuentran sometidos causen deformaciones, fisuras y/o desgaste superficial de los componentes. Las propiedades tribológicas se refieren a las interacciones entre dos superficies en contacto que se encuentran en movimiento relativo, lo que da como consecuencia que se produzcan fenómenos como la fricción y el desgaste. Las propiedades mecánicas se refieren a la respuesta de los materiales cuando son sometidos a diversos esfuerzos. Una respuesta puede ser la deformación plástica, si el esfuerzo excede el límite elástico; la fractura, si el esfuerzo excede la resistencia a ésta; o ningún cambio permanente en el material, si el esfuerzo está por debajo del límite elástico [15].

Este tipo de pruebas de medición tribológica son utilizadas hoy en día para cuantificar el coeficiente de fricción y se conocen como pruebas *pin-on-disc* o ball-on-disc.

#### 3.1 PRUEBA BALL-ON-DISC

Para los ensayos de fricción con y sin lubricación los equipos más utilizados son los basados en punta sobre disco giratorio "*pin-on-disc*" y balín sobre disco giratorio "*ball-on-disc*". En estos equipos la muestra es plana y está sujeta en un porta muestras que gira a velocidad constante, el contra cuerpo puede ser una bola fija que se apoya sobre la muestra y describe un círculo de diámetro fijo; el ensayo tiene lugar sobre una pista de deslizamiento de forma circular. El contra cuerpo pasa muchas veces por el mismo sitio. Durante esta prueba, la carga normal y la velocidad se mantienen constantes, mientras que la fuerza tangencial de fricción se mide constantemente con un sensor y se registra a lo largo del tiempo y de las múltiples vueltas.

Dado que los ensayos sin lubricación se efectúan en general sobre pares de fricción disímiles, el material de la bola se escoge entre aquellos que están disponibles; por ejemplo, acero u otros metales, cerámicas (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) y cermets (WC-Co). El material de la muestra plana ofrece mayor variedad, ya sea como una muestra en bruto o como recubrimiento sobre la muestra. Los equipos de ensayo de bola sobre disco acostumbran a trabajar con humedad controlada y en algunos casos con temperatura de la muestra variable. Estos equipos también pueden ser sometidos a ensayos de fricción con lubricación, sumergiendo la muestra y la bola dentro de un lubricante.

Los registros de la fuerza de fricción generan el coeficiente de fricción con respecto al tiempo, como el cociente de la fuerza de fricción dividido por la carga normal. Durante el deslizamiento sin lubricación se dan fenómenos de transiciones en los mecanismos de fricción y de cambio en las condiciones de acoplamiento de las superficies. La figura 4 muestra una curva típica obtenida en un ensayo de fricción. Durante un primer periodo llamado tiempo de ajuste inicial (I) *"initial setting time* o *running in*", el coeficiente de fricción tiende a variar con amplitud, ya sea creciendo o disminuyendo. En este periodo pueden ocurrir distintos fenómenos: que las asperezas sean deformadas o desgastadas,

por lo que las superficies se pueden acoplar mejor, que las películas superficiales iniciales se desgasten (óxidos, contaminantes, etc.), o que se formen nuevas películas estables. Después del tiempo de ajuste inicial la fuerza de fricción generalmente se estabiliza (II). El valor medio de la fricción medida durante el periodo estable (II) es considerado como el coeficiente de fricción del par ensayado. Dado que se trata de un ensayo de fricción de múltiples pasadas, el estado de la pista de deslizamiento en la muestra puede degenerar y después de un largo periodo estable es posible que sobrevenga un aumento abrupto de la fricción se puede volver a estabilizar (IV), presentando fluctuaciones debido a las partículas de desgaste (*debris*) presentes en el par tribológico. El tiempo de ajuste inicial es crítico para una vida larga del par de fricción, un periodo de ajuste inicial incorrecto podría producir serios daños y una falla prematura.



Figura 4. Curva típica de una prueba ball-on.disc [15].

Se realizaron dos bloques de pruebas: el primero para evaluar el coeficiente de fricción del sistema real, en este set se utilizó la lámina de acero galvanizado SP783-780Q contra balines de acero de diámetro de 10 mm con tres diferentes recubrimientos: TiN, AlCrN y

TiAlN; y el segundo para evaluar el desgaste en el acero grado herramienta, en este set se emplearon piezas de acero D2 con tres diferentes recubrimientos: TiN, AlCrN y TiAlN contra balín de alúmina de diámetro de 10 mm.

Los materiales utilizados fueron:

- Placa metálica de acero de alta resistencia SP783-780Q proporcionado por PEMSA
- Balines de 10 mm de acero D2 con tres diferentes recubrimientos: TiN, TiAlN y AlCrN. Los tres recubrimientos fueron realizados en Oerlikon Balzers mediante la técnica de Magnetron Sputtering PVD
- Balines de 10 mm de alúmina
- Piezas de acero D2 con dimensiones de 3.8 cm de diámetro x 1.1 cm de espesor, con tres diferentes recubrimientos: TiN, TiAlN y AlCrN. Los tres recubrimientos fueron realizados en Oerlikon Balzers mediante la técnica de Magnetron Sputtering PVD.

En todas las pruebas tribológicas se utilizó la misma cantidad de lubricante, 40 ml, y se aplicó de forma manual con una probeta graduada. Los lubricantes utilizados están divididos en sintéticos, semi-sintéticos y mineral-vegetal. En ambos sets de pruebas se emplearon los 5 diferentes lubricantes, además de pruebas en seco.

Los lubricantes se utilizaron diluidos porque ese es su uso real en la industria. A mayor dilución del lubricante, menor consumo, lo que redunda en un ahorro significativo; por lo tanto, se buscan lubricantes que puedan diluirse hasta en 80% sin comprometer sus propiedades como las de ser disipadores de calor, factores antidesgaste y sustancias anticorrosivas. Las diluciones utilizadas fueron:

• Lubricantes sintéticos 1/5 (una parte de lubricante por 4 de agua)

- Lubricante semi-sintético 1/2 ( a partes iguales)
- Lubricante mineral-vegetal 1/2 (a partes iguales).

En la tabla 3 se presentan los lubricantes elegidos, se especifica la clasificación, la compañía que los produce y su costo actual (año 2011).

| Compañía | Lubricante      | Tipo de<br>Lubricante | Solubilidad en<br>agua | Costos, diciembre<br>2011 (por litro) |
|----------|-----------------|-----------------------|------------------------|---------------------------------------|
| Fuchs    | Ecodraw HV 1    | Semi-sintético        | Si – E                 | 6.30 USD                              |
|          | Ecodraw HVR 650 | Sintético             | Si                     | 5.10 USD                              |
|          | Montgomery      | Mineral-vegetal       | Si                     | 1.31 USD                              |
| Quaker   | Draw 77 EMFC    | Sintético             | Si – E                 | 5.82 USD                              |
|          | Draw 58 I       | Semi-sintético        | Si - E                 | 7.49 USD                              |

Tabla 3. Clasificación de los lubricantes empleados según la empresa distribuidora.

\* E = emulsificables en agua

Las condiciones experimentales se determinaron a partir de los trabajos de Sresomroeng [10], quien propuso una configuración apropiada para el proceso de estampado. A partir de estas observaciones se realizó una evaluación de los parámetros a utilizar durante las pruebas *ball-on-disc* (Tabla 4).





Tabla 4. Parámetros de las pruebas ball-on-disc.

| Prueba                     | Velocidad             | Carga | Distancia | Lecturas |
|----------------------------|-----------------------|-------|-----------|----------|
| Desgaste                   | 100 mms <sup>-1</sup> | 20 N  | 500 m     | 20 m     |
| Coeficiente de<br>Fricción | 100 mms <sup>-1</sup> | 20 N  | 200 m     | 10 m     |

Para una mayor descripción de la prueba *ball-on-disc* se presenta la figura 5 (a) el balín posicionado (b) y una muestra con el lubricante (d). También vemos una imagen del Lab View (c), en el primer cuadrante está la amplitud y en el segundo cuadrante se observa el coeficiente real a partir de fuerza tangencial registrada. En la parte superior se encuentra un recuadro dónde se realiza el conteo de los metros recorridos.



(a)

(b)



Figura 5. Imágenes de las pruebas: (a) (b) Máquina ball-on-disc, (c) Pantalla del software Lab View y (d) Muestra con lubricante.

# 3.2 PRUEBA DE ADHERENCIA (SCRATCH TEST)

La prueba de ralladura o adherencia es una prueba superficial ampliamente utilizada para la caracterización de falla por adhesión de capas delgadas y recubrimientos. Los recubrimientos que suelen caracterizarse con este equipo son recubrimientos delgados y multicapas por PVD, CVD, PECVD, pinturas y lacas, entre otro tipo de capas. El sustrato puede ser rígido o suave, aleaciones metálicas, semiconductores, refractarios, vidrio y materia orgánica. Se mide la resistencia de rallado del recubrimiento, y está definida como la fuerza requerida para marcar un patrón a través del recubrimiento hacia el sustrato [37]. La prueba estandarizada se encuentra en la norma ASTM F-2496-05.

Las fallas de adhesión de las capas delgadas responden a diferentes causas como: Esfuerzos de tracción por encima de la capa, en el caso de piezas adheridas sobre la capa y cavitación en líquidos; esfuerzos de compresión por debajo de la capa debido a corrosión del sustrato y por esfuerzos de compresión o tracción laterales en la capa tales como deformación por flexión del sustrato (deformación cóncava = compresión de la capa y deformación convexa = extensión de la capa), o bien deformación por aplastamiento del sustrato. Además de los esfuerzos externos aplicados, diversos efectos propios de la capa pueden debilitar la adhesión de ésta al sustrato; por ejemplo: curvaturas por rugosidad, microdefectos en el sustrato o en el recubrimiento. La mala adhesión provoca un desprendimiento del recubrimiento y fallas adhesivas.

Las principales causas de una mala adhesión son:

- Falta de afinidad química entre el sustrato y la capa
- Falta de contacto, lo cual puede ser causado por la presencia de un cuerpo extraño (gas, líquido) entre las superficies en unión
- Tensiones residuales en el recubrimiento
- Procesos de corrosión entre el recubrimiento y el sustrato.

Este ensayo consiste en realizar una indentación con un indentador de geometría Rockwell C, punta diamante (indentador cónico de ángulo apical 120° con radio de 200  $\mu$ m), mientras la muestra o el indentador se desplaza en una dirección (dirección de rayado), manteniendo en todo momento la punta del indentador en contacto con la muestra [37]. Este rayado puede realizarse a carga constante durante toda una raya y aumentando la carga en rayas sucesivas, o se puede hacer aumentando la carga progresivamente en una única raya. La carga aplicada se aumenta hasta que el surco de deformación en el sustrato causa tensiones, las cuales, resultan en fallas del recubrimiento. La carga más pequeña con la cual el recubrimiento es dañado por falla adhesiva o cohesiva se denomina carga crítica (Lc), está determinada por emisión acústica, por el coeficiente de fricción o por el perfil de penetración y se debe constatar por microscopia óptica o electrónica. La definición de falla en este caso puede ser el inicio de agrietamiento alrededor del indentador, desprendimiento de la película o la producción de un canal, en el cual todo el recubrimiento ha sido removido [15]. La figura 6 presenta un diagrama de la prueba donde se observa el indentador (punto de aplicación de la fuerza), la superficie y la distancia recorrida por el indentador.



Figura 6. Diagrama descriptivo de la prueba de adherencia o de ralladura (scratch) [17].

En el caso de materiales sin recubrimiento, la carga crítica será cuando se tienen fallas cohesivas como un agrietamiento o la deformación plástica del material [17].

Las pruebas se realizaron en la máquina de ralladura o scratch de la UANL. Se adecuó el indentador punta diamante de dureza Rockwell C y se elaboraron las pesas que se utilizarían. Las pesas son para determinar la carga con la cual el recubrimiento se desprende del sustrato y registrar el valor; posteriormente se analizan en el MO (Microscopio Óptico). Se muestran en la figura 7 las pesas y otros componentes de la

máquina como el motor y el módulo lineal de movimiento, que es donde se llevará a cabo el desplazamiento para marcar la muestra.

- 1. Postes
- 2. Barra de Carga
- 3. Indentador
- 4. Porta muestras (Prensa)
- 5. Módulo lineal de movimiento (Eje Y)

- 6. Motor
- 7. Base
- 8. Tarjetas de Control
- 9. Carga Medida (N)



Figura 7. Máquina scratch y pesas para la carga aplicada.

En la figura 8 se muestra el software controlador de la máquina de ralladura. Por medio de él se mueve el indentador y se controla la distancia.



Figura 8. Software controlador de la máquina de ralladura.

Para las pruebas de ralladura se utilizó la siguiente metodología:



## 3.3 NANOINDENTACIÓN

.

Nanoindentación es un método para caracterizar materiales. En este caso es una técnica útil para la caracterización de recubrimientos duros, ya que tienen espesores muy delgados (de 4 a 8  $\mu$ m). Esta prueba permite conocer y comparar la dureza del material, así como evaluar su resistencia al desgaste y adherencia. Se utiliza una punta de diamante Berkovich (figura 9) para penetrar el material de trabajo. La punta Berkovich tiene una forma piramidal de tres lados



Figura 9. Punta Berkovich para los ensayos de nanoindentación, donde a= 142.3° [18].

La penetración de esta punta es menor a 5 µm para evaluar solamente la superficie, sin tomar en cuenta las propiedades del sustrato. Se sacan imágenes *in situ* para comprobar el contacto durante el estudio, se mide la penetración de la indentación de tal forma que se evalúa la dureza y el módulo de Young del recubrimiento. Se determina una curva fuerza-desplazamiento que indica propiedades físicas y mecánicas del material evaluado.

En general, los recubrimientos deben tener superficies pulidas; mientras mayor pulido y menor rugosidad tenga la muestra, presentará una mejor adherencia; sin embargo en el caso de los dados de estampado, en ciertas industrias como PEMSA, los dados presentan alta rugosidad, por lo que esta prueba debe realizarse con un mayor número de indentaciones a fin de obtener un mapeo representativo.

La prueba se llevó a cabo en la Universidad de Sheffield, con un indentador piramidal Berkovich, el nanoindentador es Hysitron Triboscope Nanomechanical Test Instrument y cuenta con un microscopio Veeco Dimension. Se realizaron 25 indentaciones sobre la muestra en un área total de 50  $\mu$ m a 10 mN (carga máxima). La separación de las indentaciones fue de 4  $\mu$ m para no comprometer los resultados, considerando cualquier tipo de deformación elástica que pudiese haber sufrido la pieza durante la indentación previa.

Para las pruebas de nanoindentación se utilizó la siguiente metodología:



#### 3.4 RUGOSIDAD

Las pruebas de rugosidad fueron realizadas en la Universidad de Sheffield con el perfilómetro Contour GT. Se midió el Sa, como la rugosidad de las superficies.

El Sa es un parámetro de amplitud de las superficies en 3D, se define como la altura media aritmética de un área definida. Se determina mediante la siguiente ecuación:

$$Sa = \frac{1}{MN} \sum_{j=l}^{N} \sum_{i=l}^{M} |\eta(x_i, y_j)|$$

Dónde M y N son puntos dentro del área de x y y. Es una medida de rugosidad media utilizada para evaluar superficies. Mide la amplitud de la superficie en un área, detecta variaciones de alturas, entre picos y valles. Este parámetro es sumamente sensible al tamaño del área de estudio, también se utiliza el parámetro Sq, que es la raíz cuadrada de Sa [36].

La información superficial se complementó con los parámetros Sk y Sku, éstos describen la agudeza y distribución de los picos y valles, se definen a partir de la curva Gaussiana de distribución de alturas [21]. Un valor de Sk por arriba de cero y Sku por arriba de 3 describe una superficie con un mayor número de picos y/o picos más pronunciados. Sk caracteriza la asimetría relativa a una distribución Gaussiana. Un perfil de superficie dónde el área total de valles es menor que el área total de picos da como resultado una Sk positiva (perfil con mayoría de picos), en el caso contrario una Sk negativa dará un perfil con mayoría de valles [35]. Sku caracteriza los picos relativos a una distribución Gaussiana. Para Sku menores a 3, el número total de puntos en el vecindario de la curva principal es mayor que la de la distribución normal, resultando en un perfil plano. Por el contrario cuando Sku es mayor a 3, la mayoría de puntos en la

vecindad están alejados de la curva principal, resultando en un perfil con picos altos [35].

## 3.5 CARACTERIZACIÓN

Para determinar el mecanismo de desgaste y la afectación del desgaste provocado se deben realizar diferentes análisis. Para ello se utilizan técnicas de microscopia que proporcionan información de la superficie de las piezas.

Como se mencionó anteriormente, el diseño de experimentos constó de dos secciones, uno (set de desgaste) fue particularmente diseñado para la posterior caracterización del desgaste, por lo que sólo se evaluaron estas piezas.

#### 3.5.1 Cuantificación del desgaste (tasa de desgaste)

A partir de estas pruebas tribológicas se obtiene la tasa de desgaste. Para propósitos de diseño y desarrollo de materiales, es necesario tener algún parámetro cuantitativo universal para el desgaste. Usar el volumen o peso de material desgastado no es la mejor opción debido a las diferencias en las condiciones de prueba usadas, además de ser un mejor parámetro comparativo la tasa de desgaste *K*, dada por la siguiente expresión:

$$K = \frac{Volumen}{Wx}$$

Cuando se cumpla la expresión Vol = kWx/H, la tasa de desgaste *K* representa el valor de la constante *k* dividido por la dureza *H*; sus unidades son: m<sup>3</sup>N<sup>-1</sup>m<sup>-1</sup> [15]. Por tanto, para el presente trabajo las tasas de desgaste fueron cuantificadas con base en la medida del volumen desgastado (huella) y aplicando la expresión mencionada anteriormente. Se realizaron medidas cuantitativas de los coeficientes de fricción y las tasas de desgaste de

los diferentes recubrimientos a fin de hacer comparaciones entre ellos, debido a que en muchos casos puede ser más relevante comparar las propiedades de desgaste que sólo las propiedades de fricción, desde el punto de vista de la aplicación tecnológica.

En general, la tasa de desgaste no es constante, es por lo común una función compleja en términos de tiempo. La tasa de desgaste puede iniciar baja y después crecer o viceversa. Después de una cierta duración (tiempo de ajuste inicial, *"initial setting time"*), la tasa de desgaste permanece constante por un largo periodo y no cambia si no ocurre una transición de un mecanismo a otro durante la prueba. El desgaste durante el tiempo de ajuste inicial depende de la estructura del material, de las propiedades y de las condiciones superficiales, así como acabado superficial y la naturaleza de las películas presentes. Durante este periodo de transición, la rugosidad superficial adquiere una condición de estado estable por deformación plástica y se eliminan las películas superficiales [15].

#### 3.5.1.1 Densidad de recubrimientos

Las densidades de los recubrimientos dependen de muchos factores, desde el modo de depósito, hasta del tipo de compuestos formados entre los elementos primarios y sus electronegatividades. Se determinaron las densidades mediante los radios atómicos de los elementos conformantes, el peso molecular y la estructura cristalina. La estructura cristalina de los recubrimientos depende, a su vez, de varios factores e incluso el mismo recubrimiento puede llegar a formar diferentes estructuras cristalinas, según el proceso. Se trabajó con datos de la literatura, en el caso del TiN, que es el recubrimiento más estudiado de los tres se encontró que tiene una estructura BCC [31]. El TiAlN suele tener una estructura FCC [32]. El AlCrN también suele tener a amperajes medios de depósito una estructura FCC [33]. A partir de estos datos se determinó aplicar la siguiente fórmula:

$$\rho = \frac{n A}{N_A V_c}$$

Donde: n es el número de átomos por celda unitaria [=] átomos/unidad; A es el peso molecular de cada elemento [=] g/mol; V<sub>c</sub> es el volumen de la estructura cristalina [=] cm; y N<sub>A</sub> es el número de Avogadro [=]  $6.023 \times 10^{23}$  átomos/mol.

Tabla 5. Parámetros descriptivos de estructuras cristalinas.

| Estructura cristalina | Volumen                              | Átomos por celda unitaria |
|-----------------------|--------------------------------------|---------------------------|
| BCC                   | $\sqrt{2} * 16 * (radio atómico)^3$  | 2                         |
| FCC                   | 12.31 * (radio atómico) <sup>3</sup> | 4                         |

En la Tabla 6 están datos característicos de cada elemento y de los compuestos utilizados.

Tabla 6. Datos para la determinación de las densidades.

| Elemento              | Ν  | Al    | Cr    | Ti    | TiN   | AlCrN | TiAlN |
|-----------------------|----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Peso molecular        | 14 | 26.98 | 51.99 | 47.87 | 61.87 | 92.97 | 88.85 |
| Radio atómico         | 56 | 118   | 166   | 176   | -     | -     | -     |
| Estructura cristalina |    | FCC   | BCC   | НСР   | BCC   | FCC   | FCC   |

#### 3.5.2 Microscopio Confocal

Un microscopio confocal crea imágenes nítidas de una muestra, que con alguna otra técnica óptica podría aparecer borrosa. Esto se logra al excluir la luz de la muestra que no está dentro del plano focal del microscopio; por ende esta imagen tendrá menos secciones borrosas y presentará un mejor contraste. La microscopia confocal también

permite construir imágenes en 3D del volumen de una muestra juntando una serie de capas delgadas tomadas a lo largo del eje vertical de la muestra [20].

Esta técnica es frecuentemente utilizada para analizar muestras biológicas porque permitir observar la fluorescencia. También tiene amplio uso en pruebas de desgaste por tener la capacidad de enfocar diferentes planos de la muestra objetivo. En el caso del desgaste, las muestras presentan un plano principal, sobre el cual se desarrolla el desgaste y otro u otros más que son el avance progresivo del mismo. Mediante la microscopia confocal logramos apreciar todos los planos para tener una mejor visión del material removido, así como del posible mecanismo de desgaste. Además, como esta microscopia permite tener las imágenes en 3D es útil para medir la rugosidad de las muestras.

La muestra es escaneada por la luz del láser mediante los espejos. La división óptica de la luz sucede mientras la luz pasa a través del orificio que abre camino al detector. En la figura 10 se muestra esta configuración.



Figura 10. Configuración básica del microscopio confocal Denis Semwogerere [20].

45

## 3.5.3 Microscopio Electrónico de Barrido

El MEB o SEM por sus siglas en inglés (Scanning Electron Microscope) ayuda a tener imágenes con mayor aumento que las proporcionadas por el microscopio óptico, pues nos muestra una imagen detallada de la superficie del material. La resolución de un MEB es del orden de nanómetros, que pueden ser ajustados hasta 10x–300,000x. También puede proporcionar información puntual de la composición química [19]. En el caso de las piezas aquí tratadas sólo se usó el MEB para ver el desgaste de los recubrimientos durante las diferentes pruebas tribológicas.

Es una técnica ampliamente utilizada para desgaste ya que proporciona información acerca de la topografía de la muestra, ayuda a observar la rugosidad de la misma y a evaluar la remoción de material, el material que pudiese existir suelto (*debris*) o algún otro tipo de falla en el recubrimiento, con todas estas observaciones se determina el mecanismo de desgaste.

# **CAPÍTULO 4. RESULTADOS**

### 4.1 PRUEBAS BALL-ON-DISC

#### 4.1.1 Pruebas set coeficiente de fricción

En este set se evaluó el coeficiente de fricción del sistema real, para ello se utilizó la lámina de acero galvanizado SP783-780Q contra balines de acero de diámetro de 10 mm con tres diferentes recubrimientos: TiN, AlCrN y TiAlN. En la figura 11 se presentan los resultados de los coeficientes de fricción respecto de la distancia recorrida hasta alcanzar los 200 m.

Cuando comparamos el efecto de los lubricantes respecto de la fricción es posible observar que los recubrimientos se comportan de forma diferente con cada lubricante. El AlCrN parece presentar un mejor comportamiento (b) y (e) con el semi-sintético 1 y sintético 2; sin embargo, presenta mejores propiedades el recubrimiento TiAlN (c, d) con sintético 1 y mineral-vegetal.



Figura 11. Gráficas de los coeficientes de fricción de los diferentes recubrimientos, según su condición de lubricación: (a) En seco, (b) Lubricante semi-sintético 1, (c) Sintético 1, (d) Mineral-vegetal, (e) Sintético 2 y (f) Semi-sintético 2.

En la figura 12 se presentan los resultados de coeficiente de fricción con respecto al recubrimiento. Los coeficientes obtenidos con el acero son valores altos, tanto para las pruebas en seco (a) como para las piezas con recubrimiento (b), (c) y (d). Mientras que en presencia de lubricación o recubrimientos los coeficientes permanecen en un rango menor a 0.1.



Figura 12. Resultados de los coeficientes de fricción según el recubrimiento: (a) Acero, (b) TiN, (c) AlCrN, (d) TiAlN.

## 4.1.2 Pruebas set de desgaste

El desgaste en el acero se evaluó en este set, para ello se utilizaron piezas de acero D2 con tres diferentes recubrimientos: TiN, AlCrN y TiAlN contra balín de alúmina de



diámetro de 10 mm. En las siguientes gráficas se presentan los coeficientes de fricción evaluados durante las pruebas tribológicas hasta alcanzar un recorrido de 500 metros.

Figura 13. Resultados de los coeficientes de fricción según su condición de lubricación: (a) En seco, (b) Lubricante Semi-sintético 1, (c) Sintético 1, (d) Mineral-vegetal, (e) Sintético 2 y (f) Semi-sintético 2.

En el caso de las pruebas en seco se ve que los coeficientes de fricción van de 0.15 a 0.35, figura 13 (a), y es el TiAlN el que conserva valores más bajos.



Figura 14. Resultados de los coeficientes de fricción según el recubrimiento: (a) Acero (b) TiN, (c) AlCrN, (d) TiAlN.

# 4.2 PRUEBA DE ADHERENCIA (SCRATCH TEST)

En las figuras 15, 16 y 17 se observan las huellas del indentador en los diferentes recubrimientos. Se aprecia que a 50 N, figura 15 (d), hubo un desprendimiento total.



Figura 15. Imágenes del MO para el recubrimiento TiN, cargas aplicadas de 20 N, 30 N, 40 N, 50 N, 60 N y 70 N.

En la figura 16 se presenta la huella del recubrimiento AlCrN, donde la carga crítica (el desprendimiento) se observó a los 40 N (c).



Figura 16. Imágenes del MO para el recubrimiento AlCrN cargas aplicadas de 20 N, 30 N, 40 N, 50 N, 60 N y 70 N.

En la figura 17 se analiza el recubrimiento TiAlN, que al igual que el AlCrN, presenta una ruptura de capa a una carga de 40 N (c).



Figura 17. Imágenes del MO para el recubrimiento TiAlN, cargas aplicadas de 20 N, 30 N, 40 N, 50 N, 60 N y 70 N.

Tabla 7. Resultados de prueba de ralladura en función de la carga crítica.

| Recubrimiento | TiN | AlCrN | TiAlN |
|---------------|-----|-------|-------|
| Lc, N         | 50  | 40    | 30    |

### 4.3 NANOINDENTACIÓN

Las probetas utilizadas tienen una rugosidad de entre 120 - 170 nm. Entre los mismos recubrimientos se presentan irregularidades con la finalidad de reproducir el acabado de los dados de estampado. Una elevada rugosidad crea ruido en la lectura de las nanoindentaciones debido a una mayor variación en la superficie analizada. Si se efectúan muchas repeticiones se evita esta variación, por lo que se realizaron 25 indentaciones por pieza, cada indentación a 10 mN (carga máxima).

En la figura 18 observamos las imágenes en 3-D de las muestras, que tienen una rugosidad de entre 120 - 170 nm para reproducir las condiciones de un dado.



Figura 18. Imágenes en 3D de las nanoindentaciones; (a) TiN, (b) AlCrN y (c) TiAlN.

En esta misma prueba se determinaron la dureza de nanoindentación y el módulo elástico de los recubrimientos. Estas dos propiedades se determinan aplicando el método Oliver y Phar [23]. En la figura 19 el recubrimiento que mostró una mayor dureza es el ternario AlCrN con 48.97 GPa, mientras que el de menor dureza fue el TiAlN con 21.13 GPa. El TiN presentó una dureza intermedia de 37.32 GPa. En este caso el AlCrN presenta mayor resistencia a la penetración.



Figura 19. Resultados de dureza de nanoindentación, GPa.

En la determinación del módulo elástico, figura 20, el AlCrN es el que presenta un mayor módulo con un valor de 441.12 GPa. Le sigue el TiN con 416.12 GPa y por último el TiAlN con 395.17 GPa. Se repite la misma tendencia que las mediciones de dureza.



Figura 20. Resultados del módulo elástico durante nanoindentación, GPa.

Otros datos importantes de la curva de carga y descarga durante la nanoindentación son las cargas máximas aplicadas y profundidad residual (la huella después de la descarga completa) de los recubrimientos [38, 39]. A continuación se presentan:

Tabla 8. Datos de la prueba nanoindentación.

| Recubrimiento            | TiN   | AlCrN | TiAlN |
|--------------------------|-------|-------|-------|
| Carga máxima, nm         | 130   | 116   | 132   |
| Profundidad residual, nm | 38.29 | 19.87 | 30.49 |

## 4.4 RUGOSIDAD

Se reportaron diferentes Sa (rugosidad media) promedio dependiendo de los materiales para el TiN fue de 152 nm, para el AlCrN de 131 nm y para el TiAlN de 124 nm.

En la Figura 21 se observa del lado izquierdo una imagen de la rugosidad medida, mientras que en el lado derecho de cada figura está la línea donde se midió la rugosidad. La rugosidad es debido a la gran discontinuidad entre los valles y crestas.

|         | TiN   | AlCrN | TiAlN |
|---------|-------|-------|-------|
| Sa (nm) | 152   | 131   | 124   |
| Sq (nm) | 230   | 197   | 201   |
| Sku     | 17.7  | 28.5  | 65.7  |
| Sk      | -1.20 | -1.45 | -3.18 |

Tabla 9. Parámetros de superficie.



Figura 21. Imágenes en 2D, medida de rugosidades; (a) TiN, (b) AlCrN y (c) TiAlN.

## 4.5 CARACTERIZACIÓN

En esta sección se analizaron las muestras del segundo set de pruebas, set de desgaste. Se cuantificará el desgaste, mediante la tasa de desgaste y se analizarán los mecanismos de desgaste involucrados, a partir de las imágenes obtenidas con diferentes técnicas de microscopia.

#### 4.5.1 Cuantificación del desgaste (tasa de desgaste)

Se pesaron las muestras de la prueba de desgaste antes y después de la prueba con la finalidad de reportar la pérdida en peso generada por el desgaste. Con estas observaciones podemos comprobar cuál combinación de recubrimiento-lubricante presenta mejor comportamiento tribológico.

En la figura 22 se observa la pérdida en peso de las muestras. Durante las pruebas en seco, el recubrimiento que por sí sólo protegió más al metal fue el TiAlN, seguido por el TiN.



Figura 22. Resultados de la pérdida en peso, mg.

Con el fin de convertir la pérdida en peso en tasa de desgaste se ocuparon las densidades de los recubrimientos, determinadas en la metodología (capítulo 3, sección 3.1.1.1). En la tabla 10 se presentan los resultados de densidades utilizadas. Como dato de densidad del acero se ocupó la del acero sin elementos aleantes, como valor aproximado de la densidad real del acero D2, ya que ésta no fue encontrada.

Tabla 10. Densidades de recubrimientos.

| Recubrimiento                  | Acero | TiN  | AlCrN | TiAlN |
|--------------------------------|-------|------|-------|-------|
| Densidad (mg/mm <sup>3</sup> ) | 7,70  | 5.93 | 7,85  | 6,59  |

La figura 23 muestra la tasa de desgaste K, se observa un comportamiento similar al de pérdida en peso. Los mejores recubrimientos son nuevamente el AlCrN y TiAlN. El menor valor de tasa de desgaste se da con el par AlCrN – lubricante semi-sintético 1 (Ecodraw 1).



Figura 23. Resultados de la tasa de desgaste,  $mm^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$ .

En la tabla 11 se presentan los valores de tasa de desgaste. Los valores de las pruebas en seco son del orden de  $10^{-4}$ , con excepción del TiAlN, que es de  $10^{-5}$ . En las pruebas lubricadas todos los valores son del orden de  $10^{-5}$ .

Tabla 11. Resultados de la tasa de desgaste en las pruebas, K, mm $3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$ .

| Condición | Seco      | Semisintético1 | Sintético 1 | Min-vegetal | Sintético 2 | Semisintético2 |
|-----------|-----------|----------------|-------------|-------------|-------------|----------------|
| Acero     | 1.70 E-04 | 2.90 E-05      | 8.01 E-05   | 6.45 E-05   | 8.01 E-05   | 6.89 E-05      |
| TiN       | 1.20 E-04 | 3.49 E-05      | 6.63 E-05   | 6.63 E-05   | 9.95 E-05   | 8.32 E-05      |
| AlCrN     | 1.64 E-04 | 1.53 E-05      | 3.61 E-05   | 3.95 E-05   | 7.05 E-05   | 3.27 E-05      |
| TiAlN     | 6.88 E-05 | 2.07 E-05      | 4.90 E-05   | 5.46 E-05   | 6.98 E-05   | 2.88 E-05      |

• K, mm<sup>3</sup>·N<sup>-1</sup>·m<sup>-1</sup>

#### 4.5.2 Microscopia

La microscopia se usa para realizar la caracterización de los recubrimientos y determinar el mecanismo de desgaste sufrido por las muestras. Hay diferentes técnicas de microscopia, de las cuales la más utilizada en desgaste es la microscopia electrónica de barrido (MEB). En el presente trabajo se utilizó esta técnica, además de microscopia confocal. A continuación se presentan los resultados.

#### 4.5.2.1 Imágenes MEB

En esta sección se presentan los resultados obtenidos de muestras representativas para describir los mecanismos de desgaste encontrados. Las imágenes se clasificaron según el recubrimiento de las piezas.

En la figura 24 se observa la pieza de acero D2 sin recubrimiento y en seco. Dadas las condiciones de la muestra se produjo un desgaste abrasivo y de laminación. Las imágenes son a diferentes aumentos.



Figura 24. Imágenes del SEM para el acero D2 sin recubrimiento en seco; (a) 400x y (b) 1000x.

A partir de la figura 25 en adelante, se presentan resultados de las muestras con lubricación. En la figura 25 se observa el recubrimiento de TiN con el lubricante actualmente utilizado por PEMSA, semi-sintético 1. En este contacto se observa la zona de la huella de desgaste que está completamente pulida.



Figura 25. Imágenes del SEM para el recubrimiento TiN con lubricante semi-sintético 1; (a) 400x, (b) 1000x y (c) 100x.

En la figura 26 se observa el contacto TiN con el lubricante sintético 2 (Quakerdraw 77). El desgaste que se observa es adhesivo.


Figura 26. Imágenes del SEM para el recubrimiento TiN con lubricante sintético 2; (a) 400x, (b) 1000x y (c) 100x.

En la figura 27 puede observarse el recubrimiento AlCrN con lubricante semi-sintético 2 (Quakerdraw 58 I). Hay un desgaste adhesivo y se nota una parte de la huella completamente pulida. Hay desgaste del recubrimiento, mas no se llega al sustrato.



Figura 27. Imágenes del SEM para el AlCrN con lubricante semi-sintético 2; (a) 400x, (b) 1000x y (c) 100x.

En la figura 28 se observa que el mismo recubrimiento AlCrN con el lubricante sintético 1 (Ecodraw HVR 650). Se conserva el mismo mecanismo de desgaste adhesivo, el sustrato se mantiene con recubrimiento.



Figura 28. Imágenes del SEM para el AlCrN con lubricante Ecodraw HVR 650; (a) 400x, (b) 1000x y (c) 100x.

En la figura 29 se observa el recubrimiento TiAlN contra el único lubricante mineralvegetal que se utilizó en el estudio: Montgomery de la empresa Fuchs. La huella formada es muy tenue y aún se aprecian las líneas del pulido inicial. Se observa una zona del recubrimiento sin desgaste (d) y se ve que el recubrimiento no es totalmente homogéneo sobre la superficie.



Figura 29. Imágenes del SEM para el TiAlN con lubricante mineral-vegetal; huella (a) 400x, (b) 1000x, (c) 100x y (d) recubrimiento a 370x.

# 4.5.2.2 Imágenes microscopio confocal

De igual manera, en el microscopio confocal se observaron, sólo algunos de los pares estudiados para tener una mejor apreciación de los mecanismos de desgaste.

En la figura 30 se muestra el TiN en seco. Se puede apreciar la zona del recubrimiento, los labios de desgaste que es la orilla que se forma a partir de partículas removidas y el sustrato expuesto, por donde fue la trayectoria del balín de  $Al_2O_3$ .



Figura 30. Recubrimiento TiN con un perfil de rugosidad de la marca de desgaste.

En la figura 31 se observan los tres recubrimientos analizados y el sustrato D2, todas las imágenes (a), (b), (c) y (d) ilustran el desgaste en seco y nos permiten corroborar que hubo desgaste abrasivo en todos los casos, dejando el sustrato totalmente expuesto una vez que ha sido recorrida la distancia total.



Figura 31. Imágenes de microscopia confocal, según el recubrimiento, para la condición de lubricación en seco (a) Acero (b) TiN, (c) AlCrN, (d) TiAlN.

En la figura 32 se observan las piezas según cada recubrimiento. Primero (a) se observa el acero, la huella de desgaste logra sacar las líneas de pulido. El TiN (b) conserva aún las líneas de pulido. Del AlCrN (c) y TiAlN (d) se tienen imágenes en 3D dónde vemos las diferentes alturas dentro de la muestra, en ambos casos la marca es muy tenue, prácticamente no se afectó el recubrimiento.



Figura 32. Imágenes de microscopia confocal, lubricante Ecodraw 1: (a) Acero (b) TiN, (c) AlCrN, (d) TiAlN.

# CAPÍTULO 5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

## 5.1. PRUEBAS BALL ON DISC

#### 5.1.1. Pruebas set coeficiente de fricción

En este set se evaluó el coeficiente de fricción del sistema real, se utilizó la lámina de acero galvanizado SP783-780Q contra balines de acero de diámetro de 10 mm con tres diferentes recubrimientos: TiN, AlCrN y TiAlN. Durante los primeros 50 m se establece la sensibilidad del sistema al desgaste (ver figura 11, a) y hay una pendiente más pronunciada en las pruebas en seco con el acero. El TiN inicia con un mayor coeficiente que posteriormente modifica la tasa de desgaste, debido al ajuste del coeficiente de fricción y en esta etapa el coeficiente puede aumentar o disminuir. A partir de los 60 m se observan cambios en el comportamiento de las curvas, esto puede deberse a una ruptura parcial de los recubrimientos que provoca comportamientos transitorios. Los otros recubrimiento de la película del recubrimiento y queda el acero expuesto, y al final es el mismo mecanismo de desgaste que en el acero sin recubrimiento, la abrasión.

Al comparar el efecto de los lubricantes con respecto a la fricción es posible observar que los recubrimientos tienen una actuación distinta con cada lubricante. El AlCrN presenta un mejor comportamiento (ver figura 11, b y e) con el semi-sintético 1 y sintético 2; sin embargo, presenta mejores propiedades el recubrimiento TiAlN (ver figura 11, c y d) con sintético 1 y mineral-vegetal. Ambos lubricantes sintéticos presentan bajos coeficientes de fricción y esto es debido a la capa de surfactantes adsorbida en las superficies en contacto. Dicha capa se forma gracias al carácter polar de los aditivos EP.

Los coeficientes, para el contacto lámina de acero contra balines de acero con recubrimientos, están entre 0.03 - 0.09, y coinciden con los rangos de coeficientes reportados en la literatura para este contacto. Altan et al [2] reportaron coeficientes de fricción con valores entre 0.03 - 0.09. En el caso de las pruebas en seco (ver figura 11, a) se tiene un rango de 0.1 - 0.6, para las pruebas con lubricante semi-sintético 1 (ver figura 11, b) de 0.03 - 0.1, lubricante sintético 1 (ver figura 11, c) de 0.05 - 0.1, lubricante mineral-vegetal (ver figura 11, d) de 0.04 - 0.09, lubricante sintético 2 (ver figura 11, e) de 0.02 - 0.06 y lubricante semi-sintético 2 (ver figura 11, f) de 0.01 - 0.07. Las pruebas realizadas con el sintético 2 presentan valores más bajos de coeficiente de fricción, pero se observó un comportamiento de solubilidad incompleta entre lubricante y agua, lo cual puede acarrear dificultades al momento de la limpieza de las piezas, además de indicar inestabilidad química. Esta característica tiene importancia durante el estampado ya que los siguientes procesos de manufactura, en el caso de las láminas automotrices, pueden ser: soldadura y pintura, ambos procesos requieren de limpieza durante su ejecución a fin de evitar defectos. El sintético 2 al contener aditivos EP (en ambos casos esteres) y un carácter polar, puede estar promoviendo una lubricación por adsorción y de esta forma mantiene bajos coeficientes de fricción.

Se observa que el lubricante semi-sintético 2 (Ecodraw 58 I) es el que tiene un menor coeficiente para el acero, el TiN y el AlCrN. En el caso del TiAlN, éste se mantiene en los valores más bajos, pero presenta casi el mismo comportamiento que el sintético 2 (Ecodraw 77 EMFC). El lubricante semi-sintético 2, por otro lado, al contener igual aditivos EP, estar conformado por moléculas altamente polares y al mismo tiempo

contener inhibidores orgánicos permite tener un régimen de lubricación mixto. Esta lubricación mixta es la razón por la cual mantiene bajos coeficientes de fricción, ya que permite mantener una capa muy delgada de lubricante, pero presente en todo momento, evitando así el contacto directo entre las superficies.

Para analizar la efectividad de los lubricantes según el recubrimiento se realizaron las gráficas de la figura 12, dónde se observa que en el caso del acero sin recubrimiento (ver figura 12, a) el semi-sintético 2 es el que protege más la pieza y conserva valores de coeficiente de fricción menores a 0.04. El recubrimiento TiN (ver figura 12, b) presentó una mejor resistencia al desgaste con los dos lubricantes de Quaker, sintético 2 y semi-sintético 2. También el AlCrN presentó menor fricción con los lubricantes de Quaker (ver figura 12, c). Y por último el recubrimiento AlCrN presenta menor fricción con el semi-sintético 2 y con el sintético 2, seguidos por el semi-sintético 1. Los lubricantes de Quaker en general mantienen los coeficientes de fricción más bajos en una primera etapa, que es la etapa de estabilización, estos lubricantes presentan una viscosidad más alta y una alta polaridad molecular, lo que favorece que las superficies se mantengan en régimen de lubricación mixta, impidiendo el contacto metal-metal.

#### 5.1.2. Pruebas set de desgaste

Se evaluó el desgaste en el acero grado herramienta D2 en este set, con tres diferentes recubrimientos: TiN, AlCrN y TiAlN contra balín de alúmina. Al igual que en las pruebas de fricción (contacto bola de acero contra lámina), tanto el AlCrN como el TiAlN son los que conservan coeficientes de fricción más bajos (ver figura 13) el coeficiente se mantiene entre 0.03 y 0.09, siendo el más bajo el TiAlN (ver figura 13, f) en conjunto con el semi-sintético 2, aunque presentó gran variación en la lectura de resultados. Éste es un lubricante emulsificable en agua, debe mantenerse en agitación al estarse agregando y presenta inestabilidad química, a lo cual se le puede atribuir la variación. Este lubricante disminuye la fricción, sin embargo puede requerir mayor atención durante la aplicación. Con el primer lubricante semi-sintético 1 (ver figura 13,

b) se observa que los coeficientes van de 0.02 a 0.05, el TiAlN y el AlCrN conservan coeficientes bajos. Con el lubricante sintético 1 (ver figura 13, c) el AlCrN mantiene un bajo coeficiente de fricción. El lubricante mineral-vegetal (ver figura 13, d) presenta coeficientes de fricción altos, situándose por arriba de 0.04 y por abajo de 0.06, en este caso el recubrimiento que presenta un menor coeficiente es el AlCrN. Los coeficientes oscilaron entre 0.03 y 0.09 (ver figura 13, e) para el lubricante sintético 2 con un rango más amplio. En el caso del lubricante semi-sintético 2 (ver figura 13, f) el coeficiente de fricción se mantiene por debajo de 0.05, presenta valores estables y en un corto rango. El TiAlN después de los 300 m se mantiene con una mínima de 0.01, este es uno de los lubricantes proporcionados por Quaker. También, el TiAlN, es el recubrimiento que mantiene un menor coeficiente de fricción con el semi-sintético 2, los valores se mantiene por debajo de 0.04.

En las pruebas en seco se observa que los recubrimientos ayudan a disminuir el desgaste, en comparación con la pieza de acero sin recubrimiento. Nuevamente el AlCrN y el TiAlN son los que presentan mejor comportamiento tribológico; sin embargo, inician con un valor de 0.023 y 0.021, respectivamente, el cual se mantiene a lo largo de la prueba. El TiN comienza con un valor por debajo de 0.015, esto puede deberse a que presenta una mayor adherencia (ver tabla 7) [22], sin embargo, vemos que rápidamente incrementa su valor hasta mantenerse en valores muy similares a los de los otros dos recubrimientos que van entre 0.024 y 0.026.

En la Fig 14 se presenta el coeficiente de fricción según el recubrimiento que presenta, comparando en cada caso los 5 diferentes lubricantes. Los lubricantes Quaker, tanto el sintético 2 como el semi-sintético 2 presentan un mejor comportamiento tribológico ante el acero sin recubrimiento. Este mismo comportamiento se sigue con el TiN. En el caso del AlCrN y el TiAlN los dos lubricantes con mejor comportamiento tribológico fueron el semi-sintético 1 y semi-sintético 2.

#### 5.2. PRUEBA DE ADHERENCIA (SCRATCH TEST)

Se utilizó la prueba de ralladura para determinar la adherencia de cada recubrimiento: TiN, AlCrN y TiAlN en el sustrato, acero grado herramienta D2. El criterio utilizado fue mediante la observación del sustrato sin presencia de recubrimiento.

En la figura 15 se observa el TiN y presenta un desprendimiento a los 50 N (d) dónde queda el sustrato expuesto. En la figura 16 está el recubrimiento AlCrN y desde los 40 N (c) hay un desprendimiento, por lo que soporta una carga menor que el TiN. Por último, en la figura 17 el TiAlN presenta una ruptura de capa a una carga de 40 N (c) al igual que el AlCrN.

El TiN es el que presenta una mejor adherencia en comparación con el AlCrN y el TiAlN. En las pruebas de desgaste fue el que tuvo un peor comportamiento, puesto que conservó los valores de coeficientes más altos, sin embargo como se observa tiene una buena adherencia al sustrato y es una característica con grandes ventajas (5.4), entre el ser un recubrimiento utilizado en los recubrimientos multicapas, siendo la primera capa sobre el sustrato [27].

### 5.3. NANOINDENTACIÓN

Las muestras tienen rugosidad de entre 120 - 170 nm esto afecta la adhesión del recubrimiento (ver figura 18). Aunque es un factor que no favorece la adhesión de los recubrimientos, se buscó obtener altas rugosidades, con la finalidad de emular las condiciones a las cuales suele estar sometido un dado de estampado.

En la Figura 19, se observan las dureza, dónde el TiN tiene 21.12 GPa, el AlCrN 48.9 GPa y el TiAlN 21.13 GPa. El recubrimiento que mostró una mayor dureza es el ternario AlCrN, mientras que el de menor dureza fue el TiAlN. El TiN presentó una dureza intermedia. En este caso el AlCrN es más resistente a la penetración, sin embargo en el caso de no tener una buena adherencia, existiría un contacto de tres cuerpos y el *debris* podría ser más dañino para el sistema. En los resultados de la prueba de adherencia se observa que el AlCrN no es el recubrimiento con mejor adherencia, pero por otro lado el TiN, que es el de mayor adherencia y soporta 50 N, tiene una dureza media. El TiAlN es el material con menor dureza y con un mejor comportamiento de adherencia, es el que aceptó una mayor carga máxima durante la prueba, con 132 nm de profundidad.

En la determinación del módulo elástico, figura 20, el AlCrN es nuevamente el que presenta un mayor módulo con un valor de 441.12 GPa. Le sigue el TiN con 416.12 GPa y por último el TiAlN con 395.17 GPa. Se repite la misma tendencia que las mediciones de dureza.

J. Montes de Oca, *et al* [24] mencionan que la adición del Al en el TiN incrementa la dureza y el módulo elástico; sin embargo, en esta experimentación resulta lo contrario. Por otro lado se menciona un decremento en el coeficiente de fricción, mismo que es corroborado.

## 5.4. RUGOSIDAD

Los sistemas estudiados fueron con el objeto de comparar el desempeño de los diferentes recubrimientos y las muestras se mantuvieron con rugosidades similares. Los valores de rugosidades no son iguales y esto se debe al pulido. El pulido de las piezas fue manual y eso conlleva un error intrínseco al proceso. Los recubrimientos solamente se adhieren al sustrato, mientras más pulido esté el recubrimiento tendrá mayor adherencia. Al tener

una superficie más homogénea es capaz de recibir con mayor facilidad al material bombardeado [25]. Otro factor es la afinidad química de los compuestos. La rugosidad inicial del recubrimiento debe procurar minimizarse cuando existen altas durezas, esto con el fin de evitar delaminación [26]. Este mecanismo es usual en los pares de contactos de superficies duras, como es el caso de los recubrimientos duros. Se genera una deformación plástica y al ser áreas de asperezas pequeñas generan esfuerzos locales altos. Altos esfuerzos de contacto generarán dislocaciones y nucleaciones de grieta durante la delaminación, según estudios por Holmberg and Matthews [40].

En los resultados (Tabla 8. Parámetros de superficie) se observa que el TiN fue el recubrimiento que presenta mayor rugosidad, seguido por el AlCrN y por último el TiAlN. Esto podría deberse a la rugosidad del sustrato y no precisamente a la del recubrimiento, ya que son espesores de recubrimiento de hasta 5 µm. Para una mejor descripción de la superficie se usa el parámetro Sku para describir la agudeza y distribución de los picos y valles [21]. El TiAlN a pesar de tener la menor rugosidad media, presenta la mayor Sku, indicando una rugosidad con geometría puntiaguda, y presenta la menor Sk, que nos indica una superficie mayor número de valles. El TiN presenta el valor de Sku más bajo, indicando rugosidades más cercanas a la línea media de superficies, es decir, de forma plana y el Sk igualmente menor a cero, esto indica que la superficie está compuesta predominantemente por valles. A partir de los datos obtenidos de Sku y Sk se determina que en los tres recubrimientos hay mayor cantidad de protuberancias puntiagudas que planas, ya que en todos los casos el parámetro Sku es mayor que 3, sin embargo, por los valores negativos de Sk existe mayor presencia de valles.

## 5.5. CARACTERIZACIÓN

Con la finalidad de determinar la verdadera afectación en el metal se realizaron pruebas de microscopia y de diferencia en peso para cuantificarla. En esta sección se determina

el mecanismo de desgaste que sufrieron las muestras, según hayan sido con o sin lubricación.

#### 5.5.1. Cuantificación del desgaste (tasa de desgaste)

La tasa de desgaste, K, describe la probabilidad de que se generen partículas de desgaste (*debris*) a través de la trayectoria y contiene las posibles variables del sistema tribológico [27].

Se observó que el lubricante actualmente utilizado por PEMSA semi-sintético 1 (Ecodraw HV1) protege notablemente, incluso en ausencia de recubrimiento. Los recubrimientos que favorecen la resistencia al desgaste son el AlCrN y TiAlN (ver Fig 22). La menor valor de tasa de desgaste se obtiene con el par AlCrN y lubricante semi-sintético 1 (Ecodraw 1). Considerando únicamente las pruebas lubricadas, el par que presentó menor protección al desgaste fue el sintético 2 (Quakerdraw 77) y TiN.

Los materiales con valores de tasa de desgaste de  $10^{-5}$  (mm<sup>3</sup>·N<sup>-1</sup>·m<sup>-1</sup>) o mayores son considerados poco resistentes al desgaste. Mientras que los materiales con tasas de desgaste de  $10^{-7}$  o menores son consideradas resistentes al desgaste [3]. Los resultados obtenidos muestran coeficientes del orden de  $10^{-5}$ , con excepción del acero y el TiN, en seco, siendo de un orden menor, de  $10^{-4}$ . En cuanto al contacto en seco se observa que estos materiales sufrieron un severo desgaste, porque presentan un desgaste abrasivo; bajo parámetros de este mecanismo de desgaste, puramente abrasivo se corrobora la afirmación de G. Stachowiak *et al*, antes mencionada [3]. Para los contactos lubricados los datos quedan en un orden donde según las observaciones de G. Stachowiak *et al* [3] carecen de resistencia, sin embargo, estos pares de contacto presentan una gran resistencia al desgaste ya que los recubrimientos quedaron con un desgaste moderado. Por lo tanto, se observa que al existir un mecanismo de desgaste adhesivo, coeficientes

de fricción del orden de  $10^{-5}$  presentan un comportamiento tribológico favorable contra el desgaste.

Cualquier incremento en las partículas de desgaste (*debris*) puede modificar de manera significativa el comportamiento tribológico frente al desgaste, este comportamiento se observa con el AlCrN en seco. El AlCrN fue el recubrimiento que presentó mayor dureza y cuando están en contacto partículas sueltas con mayor dureza que el sustrato puede incrementar la tasa de desgaste. Como se observa en la Tabla 12, la tasa de desgaste del AlCrN en seco es muy similar a la del acero sin recubrimiento. Las partículas de desgaste afectan de forma simultánea tanto al coeficiente de fricción como al desgaste. En el caso de superficies recubiertas, el nivel de afectación depende tanto de la forma como del tamaño de las partículas de desgaste, del grosor del recubrimiento y de la rugosidad. La fricción incrementará porque las partículas sueltas se anclan en el recubrimiento y forma zonas de mayores esfuerzos que posteriormente podrían propiciar un inicio de grieta. A menor espesor del recubrimiento, las partículas tienden a aglomerarse, dañando aun más la superficie [40].

Tabla 12. Tasas de desgaste para pruebas en seco.

| Condición | Seco      |
|-----------|-----------|
| Acero     | 1.70 E-04 |
| TiN       | 1.20 E-04 |
| AlCrN     | 1.64 E-04 |
| TiAlN     | 6.88 E-05 |

#### 5.5.2. Microscopia

#### 5.5.2.1. Imágenes MEB

En la figura 24 se ilustra el acero sin recubrimiento, acero D2, condición en seco. Al observar la huella de desgaste completamente pulida se puede determinar un desgaste

adhesivo, ya que conforme se va rompiendo el recubrimiento, el material removido se une tanto al material (sustrato) como a la bola de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, consecutivamente genera mayor fricción entre el mismo material removido y el sustrato, puliendo la zona de la huella. Por la severidad del contacto en seco el desgaste es abrasivo, este mecanismo es el más común y es debido a partículas duras de un cuerpo en contacto con otra superficie de menor dureza, donde las partículas sueltas desgastan a la superficie de menor dureza, puede ser un contacto de dos o tres cuerpos, según haya o no presencia de partículas sueltas. Este comportamiento se repite en todos los recubrimientos cuando el contacto es en ausencia de lubricante. A la distancia recorrida, 500 m, todos los recubrimientos llegan a fracturarse y sólo permanece el contacto sustrato contra balín de alúmina, resultando en el mismo mecanismo de desgaste. Estas partículas sueltas, debris, serán mas agresivas a mayor dureza del recubrimiento y sobre todo si presentan formas con ángulos pronunciados Mathews et al [40]. El AlCrN fue el recubrimiento de mayor dureza que presentó el desgaste abrasivo en seco y como se observa en las tasas de desgaste fue el más susceptible de los recubrimientos. En la Figura 33 se presenta el acero con *debris*, que es el principal componente del desgaste abrasivo de tres cuerpos. En este caso el *debris* es del mismo material del mismo sustrato; sin embargo, en el caso de los recubrimientos que son de otra naturaleza cristalina, el debris puede ser más agresivo y crear un par galvánico. También Huang et al [41] encontrado que el acero con TiN y TiAlN genera una transferencia de materiales como resultado de surcos provocados por asperezas en el recubrimiento, fragmentos del material deslizante son los primeros en removerse y se adhieren a sitios preferenciales en la huella de desgaste. Siendo los sitios preferenciales las asperezas más altas. Esto se observa en todas las pruebas en seco, antes de generarse el desgaste abrasivo.



Figura 33. Imagen de SEM para acero D2 a 1000 x.

Los lubricantes líquidos en procesos de conformado metálico trabajan mediante una combinación de régimen de lubricación hidrodinámica y lubricación al límite para prevenir el contacto metal-metal y posible *galling* [40].

En la Figura 25 se observa que la diferencia en este contacto, en la zona de huella el material no llega a estar totalmente pulido, inclusive se advierten las marcas del pulido inicial de la pieza que se conservan aún con el recubrimiento. Se marcan los bordes de la huella donde puede existir aglomeración del recubrimiento. Este contacto es entre el TiN con el lubricante semi-sintético 1 y hay desgaste por adhesión. El desgaste adhesivo es debido a pequeñas microuniones de diferentes aleaciones o metales que provocarán la formación de una microsoldadura (una fundición). Las asperezas en los cuerpos son deformadas plásticamente y provocarán la destrucción de las capas en la interfase. El efecto sobre las superficies es menor que en el desgaste abrasivo; sin embargo, el desgaste adhesivo puede llevar a otros mecanismos, ya sea abrasivo o por fatiga [16]. Los lubricantes emulsificables han demostrado buenas propiedades térmicas y de fricción para la industria del conformado metálico, según afirman los investigadores Kenneth Holmberg y Allan Mathews [40]. En este caso se observó que este primer lubricante emulsificable presenta buen desempeño frente al desgaste, es efectivo en cuanto a la disipación de calor y es de fácil limpieza. Todos los lubricantes

seleccionados contienen aditivos de EP y se demuestra con la marca poco profunda con este lubricante, además de con la baja pérdida en peso, al comparar contra los otros lubricantes. De todos los contactos TiN- lubricante, el que presentó menor tasa de desgaste fue el par TiN con lubricante semi-sintético 1.

En la figura 26 se observa el TiN evaluado con el lubricante sintético 2, se observan las líneas de pulido, hubo desgaste en la huella, sin embargo es sumamente tenue. Todos los lubricantes sintéticos son base agua y esto nos indica que pueden diluirse aún más, lo que es benéfico. Estos lubricantes se sabe que funcionan bien en cuanto a la disipación de calor [40]. Y se observa la protección ante el desgaste, ya que no se vio afectada de manera significativa la superficie de la pieza, la huella es tenue y con bordes difuminados, lo que pudiese indicar que el lubricante ayudó a no formar aglomeraciones de material removido.

En la figura 27 se observa el recubrimiento AlCrN con lubricante semi-sintético 2 (Quakerdraw 58 I). Hay un desgaste adhesivo y se nota una parte de la huella completamente pulida, al igual que se observó en el contacto TiN con semi-sintético 1 (Ecodraw HV 1). Estos dos lubricantes en las pruebas de ball on disc lograron mantener los valores de fricción más bajos, sin embargo, se puede observar que desgastan la superficie del recubrimiento. Se observa desgaste del recubrimiento, mas no se llega al sustrato. Este lubricante también es emulsificable y al ser semi-sintético es a su vez base agua con aditivos oleosos que ayudan a la disminución de fricción; protegen del desgaste, sin embargo es mayor la protección ofrecida con el sintético. Los contactos AlCrN- lubricante suelen mantener bajas tasas de desgaste y los dos lubricantes que incrementaron este comportamiento fueron los dos semi-sintéticos.

En la figura 28 se observa el contacto AlCrN con lubricante sintético 1 (Ecodraw HVR 650). Se conserva el mismo mecanismo de desgaste adhesivo. Las líneas del pulido están

presentes y la orilla de la huella tiene posibles residuos de material removido. El sustrato se mantiene protegido. Al igual que con el sintético 2, la marca de desgaste es sumamente tenue e incluso los bordes están difuminados; los lubricantes sintéticos ofrecen una mayor resistencia al desgaste, como igual se demostró en el trabajo de Altan *et al*, dónde incluso los sintéticos emulsificables base agua mantuvieron los menores coeficientes de fricción.

La huella formada en la figura 29 es muy suave, aún se aprecian las líneas del pulido inicial, lo que nos hace suponer que el sistema permanece en un régimen mixto de lubricación, donde hay zonas que se protegen más que otras. También observamos una zona del recubrimiento sin desgaste (ver figura 29, d) y se observa que el recubrimiento no es totalmente homogéneo sobre la superficie lo que facilita la remoción de material conforme la prueba avanza y la aparición de *debris*. Este lubricante es el único mineral-vegetal presenta una buena protección contra desgaste y de las superficies analizadas el par TiAlN con lubricante mineral-vegetal es el que presenta una menor tasa de desgaste.

#### 5.5.2.2. Imágenes microscopio confocal

En la figura 30 se muestra el TiN en seco, esta imagen nos permite apreciar el material suelto a partir del desgaste abrasivo. La capa del recubrimiento removida y la posterior abrasión de la bola de  $Al_2O_3$ .

Entre los tres recubrimientos estudiados se observa (ver figura 31) mayor cantidad de sustrato expuesto con el recubrimiento AlCrN (ver figura 31, c), lo que indica que se trata de un recubrimiento con alta dureza, misma que se comprobó en las pruebas de nanoindentación; también este recubrimiento presentó los más bajos coeficientes de fricción. El siguiente recubrimiento con mayor sustrato expuesto es el TiN (ver figura 31, b) y por último el TiAlN (ver figura 31, d). En el caso del del TiAlN, fue el que se vio menos afectado por el desgaste abrasivo, se puede deber a una menor dureza. En la

figura 19 se mostró como el recubrimiento con menor dureza fue el TiAlN, por lo tanto, al existir un contacto entre tres cuerpos, el *debris* será menos agresivo sobre las superficies en contacto. El comportamiento del TiN es intermedio, pues presenta una dureza intermedia, además de mostrar menor sustrato expuesto, pero al ser aún más protector en condiciones de presión extrema, el AlCrN resulta una mejor opción para los dados de estampado. Por otro lado, es importante saber que los tres recubrimientos presentan buena estabilidad química; sin embargo, el de menor estabilidad es el TiN [26]. Dado que en la actualidad se tienen sistemas que trabajan a altas presiones y en ocasiones a altas temperaturas, es preferible optar por recubrimientos que soporten estas condiciones.

La principal función de un lubricante es reducir la fricción del sistema, ser un buen disipador de calor e incrementar la resistencia al desgaste. Los aditivos ayudan a la disipación de calor [42] aunque ese no fue un dato evaluado en el presente trabajo. Por un lado observamos que los lubricantes semi- sintéticos son los que mejor disminuyen la fricción de los sistemas, al mantener coeficientes de fricción más bajos; por otro lado se observa que los lubricantes sintéticos preservan mejor la resistencia al desgaste.

# CAPÍTULO 6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

## 6.1. CONCLUSIONES

- Al igual que en el trabajo de Altan y col. [2] los lubricantes sintéticos base agua mostraron peor desempeño tribológico que los lubricantes emulsificables base agua.
- La mejor respuesta tribológica se obtuvo con los el Ecodraw HV1 con AlCrN seguido por el Quakerdraw 58I con TiAlN.
- Se replicaron los mecanismos de desgaste con respecto al proceso adhesión. Éste se lleva con una secuencia de pulido.
- Se replicaron los coeficientes de fricción con respecto a la literatura, donde el vegetal fue uno de los más bajos, lo cual podría coincidir con Altan [2]; sin embargo, no se mostró una gran diferencia entre éste y los demás Quaker.
- El lubricante Ecodraw HV1 demostró tener un buen desempeño tribológico, incluso para aceros sin recubrimiento.
- El coeficiente de fricción medido para todas las condiciones mantuvo un rango de entre 0.01 y 0.09, con excepción de la condición en seco donde alcanzó valores de un orden mayor, cercano a 0.6.

- El lubricante Quakerdraw 58 I mostró los más bajos coeficientes de fricción; mientras que los lubricantes Montgomery y Quakerdraw 77 los valores más altos.
- Los mejores recubrimientos son AlCrN y TiAlN.
- Bajo condiciones en seco es mejor el TiAlN, al presentar un *debris* de menor dureza.
- En condiciones de lubricación con los semi-sintéticos, el AlCrN es la mejor opción.
- En condiciones de lubricación con sintéticos, no se concluye el mejor recubrimiento, ya que con sintético 1 tuvo una mejor respuesta el AlCrN, mientras que con el sintético 2 actúo mejor el TiAlN.
- En condiciones de lubricación con mineral-vegetal, el AlCrN es la mejor opción.

# 6.2. RECOMENDACIONES

- Evaluar los lubricantes bajo diferentes diluciones para comprobar cuál lubricante soporta mayor dilución sin comprometer las propiedades antidesgaste.
- Utilizar lubricantes semi-sintéticos con aditivos de EP.

# **BIBLIOGRAFÍA**

[1] Wiklund, D. (2006). Tribology of stamping: the influence of designed steel sheet surface topography on friction (Doctoral thesis). Chalmers University of Technology, Sweden.

[2] Soumya Subramonian, B.E. (2009). Evaluation of lubricants for stamping deep draw quality sheet metal in industrial environment (Master thesis). The Ohio University, USA.

[3] Stachowiak, G.W. and Batchelor, A.W. (2005). Engineering Tribology (second edition). Australia, Butterworth-Heinemann.

[4] Hagarová, Mária (2007). Experimental Methods of Assessment of PVD Coatings Properties. Technical University of Košice, Slovakia

[5] Bayramoglu, M., Polat, H. and Geren, N. (2001). Cost and performance evaluation of different surface treated dies for hot forging. University of Cukurova, Adana, Turkey

[6] Tracton, A. A. (Editor) (2007). Coatings Technology Fundamentals Testing and Processing Techniques. CRC Press Taylor & Francis Group.

[7] Lugmair, C., Kullmer, R., Nöbauer, R. and Müller, Th. (2002). PACVD Hard coatings for industrial application. Surface and Coatings Technology.

[8] PalDey, S. and Deevi, S.C. (2002). Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: a review. Materials Science and Engineering

[9] Kennedy, D.M. and Hashmi, M.S.J. (1998). Methods of wear testing for advanced surface coatings and bulk materials. Journal of Materials Processing Technology.

[10] Czichos, H. (1977). Tribology, a systems approach to the science and technology of friction, lubrication and wear, volume 1. Elsevier Scientific Publishing Company.

[11] Gómez Botero, M.A. (2005). Caracterización de las propiedades tribológicas de los recubrimientos duros (Tesis de doctorado). Universidad de Barcelona, España.

[12] Neale M.J. (Ed.) (2001). Tribology Handbook. London, England, Butterworth-Heinemann.

[13] ASM International (2005). Standard Practice for determining the Scratch Hardness and Scrape adhesion of Prints and Coatings.

[14] Brundle, C.R., Evans, C.A. and Wilson, S (Eds) (1992). Encyclopedia of materials characterization. USA, Butterworth-Heinemann.

[15] Semwogerere Denis and Weeks Eric R. (2004). Confocal Microscopy. Emory University, Atlanta, Georgia, USA.

[16] Löberg, J., Mattisson, I., Hansson, S. and Ahlberg, E. (2010). Characterisation of Titanium Dental Implants I: Critical Assessment of Surface Roughness Parameters. The Open Biomaterials Journal, Sweden.

[17] Arzamasov, B. N., Babich, S. G., Kirichenko, L. G., Knyazheva, V. M., Silaeva, V.I. and Soloveva, T. V. (1994). Properties of aluminum alloys with a titanium nitride coating. Metal Science and Heat Treatment.

[18] Oliver, W.C. and Pharr, G.M. (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments.

[19] Kuvin, Brad F. (Ed.) (2001). Mirror Finish Helps Dies Release "Sticky" Parts. Metal Forming. [19] Brundle, C.R., Evans, C.A. and Wilson, S (Eds) (1992). *Encyclopedia of materials characterization*. USA, Butterworth-Heinemann.

[20] Oliver, W.C. and Pharr, G.M. (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments.

[21] Kondratiuk, J. and Kuhn, P. (2011). Tribological investigation on friction and wear behaviour of coatings for hot sheet metal forming. Wear.

[22] Huang, Z.P., Sun, Y. and Bell, T. (1994). Friction behaviour of TiN, CrN and (TiAl)N coatings. School of Metallurgy and Materials.

[23] Lukaszkowicz, K., Dobrzański, L.A. and Pancielejko, M. Mechanical properties of the PVD gradient coatings deposited onto the hot work tool steel X40CrMoV5.

# **FIGURAS**

| FIGURA 1. EFECTO DE LA LUBRICACIÓN EN EL LÍMITE DE FORMABILIDAD [2]                          |
|--|
| FIGURA 2. CURVA DE DESEMPEÑO DE LUBRICANTES MINERALES A ALTAS TEMPERATURAS [3]11             |
| FIGURA 3. CURVA DE DESEMPEÑO DE LUBRICANTES SINTÉTICOS A ALTAS TEMPERATURAS [3]12            |
| FIGURA 4. CURVA TÍPICA DE UNA PRUEBA BALL-ON.DISC [15]                                       |
| FIGURA 5. IMÁGENES DE LAS PRUEBAS: (A) (B) MÁQUINA PIN ON DISC, (C) PANTALLA DEL SOFTWARE    |
| LAB VIEW Y (D) MUESTRA CON LUBRICANTE  |
| FIGURA 6. DIAGRAMA DESCRIPTIVO DE LA PRUEBA DE ADHERENCIA O DE RALLADURA (SCRATCH) [17].36   |
| FIGURA 7. MÁQUINA SCRATCH Y PESAS PARA LA CARGA APLICADA                                     |
| FIGURA 8. SOFTWARE CONTROLADOR DE LA MÁQUINA DE RALLADURA                                    |
| FIGURA 9. PUNTA BERKOVICH PARA LOS ENSAYOS DE NANOINDENTACIÓN, DÓNDE A= 142.3° [18] 39       |
| FIGURA 10. CONFIGURACIÓN BÁSICA DEL MICROSCOPIO CONFOCAL DENIS SEMWOGERERE [20]              |
| FIGURA 11. GRÁFICAS DE LOS COEFICIENTES DE FRICCIÓN DE LOS DIFERENTES RECUBRIMIENTOS, SEGÚN  |
| SU CONDICIÓN DE LUBRICACIÓN: (A) EN SECO, (B) LUBRICANTE SEMI-SINTÉTICO 1, (C) SINTÉTICO 1,  |
| (D) MINERAL-VEGETAL, (E) SINTÉTICO 2 Y (F) SEMI-SINTÉTICO 248                                |
| FIGURA 12. RESULTADOS DE LOS COEFICIENTES DE FRICCIÓN, SEGÚN EL RECUBRIMIENTO: (A) ACERO (B) |
| TIN, (C) ALCRN, (D) TIALN  |
| FIGURA 13. RESULTADOS DE LOS COEFICIENTES DE FRICCIÓN, SEGÚN SU CONDICIÓN DE LUBRICACIÓN:    |
| (A) EN SECO, (B) LUBRICANTE SEMI-SINTÉTICO 1, (C) SINTÉTICO 1, (D) MINERAL-VEGETAL, (E)      |
| SINTÉTICO 2 Y (F) SEMI-SINTÉTICO 2   |
| FIGURA 14. RESULTADOS DE LOS COEFICIENTES DE FRICCIÓN, SEGÚN EL RECUBRIMIENTO: (A) ACERO (B) |
| TIN, (C) ALCRN, (D) TIALN51  |
| FIGURA 15. IMÁGENES DEL MICROSCOPIO ÓPTICO PARA EL RECUBRIMIENTO DE TIN, CARGAS APLICADAS    |
| DE 20 N, 30 N, 40 N, 50 N, 60 N Y 70 N52   |
| FIGURA 16. IMÁGENES DEL MICROSCOPIO ÓPTICO PARA EL RECUBRIMIENTO DE ALCRN, CARGAS            |
| APLICADAS DE 20 N, 30 N, 40 N, 50 N, 60 N Y 70 N52   |
| FIGURA 17. IMÁGENES DEL MICROSCOPIO ÓPTICO PARA EL RECUBRIMIENTO DE TIALN, CARGAS            |
| APLICADAS DE 20 N, 30 N, 40 N, 50 N, 60 N Y 70 N53   |
| FIGURA 18. IMÁGENES EN 3D DE LAS NANOINDENTACIONES; (A) TIN, (B) ALCRN Y (C) TIALN54         |
| FIGURA 19. RESULTADOS DE DUREZA DE NANOINDENTACIÓN, GPA55                                    |
| FIGURA 20. RESULTADOS DEL MÓDULO ELÁSTICO DURANTE NANOINDENTACIÓN, GPA55                     |
| FIGURA 21. IMÁGENES EN 2D, MEDIDA DE RUGOSIDADES; (A) TIN, (B) ALCRN Y (C) TIALN             |
| FIGURA 22. RESULTADOS DE LA PÉRDIDA EN PESO, MG  |

| FIGURA 23. RESULTADOS DE LA TASA DE DESGASTE, $MM^3 \cdot N^{-1} \cdot M^{-1}$                |
|---|
| FIGURA 24. IMÁGENES DEL SEM PARA EL ACERO D2 SIN RECUBRIMIENTO EN SECO; (A) 400X Y (B) 1000X. |
| 61  |
| FIGURA 25. IMÁGENES DEL SEM PARA EL RECUBRIMIENTO TIN CON LUBRICANTE SEMI-SINTÉTICO 1; (A)    |
| 400X, (B) 1000X Y (C) 100X62  |
| FIGURA 26. IMÁGENES DEL SEM PARA EL RECUBRIMIENTO TIN CON LUBRICANTE SINTÉTICO 2; (A) 400X,   |
| (B) 1000X Y (C) 100X  |
| FIGURA 27. IMÁGENES DEL SEM PARA EL RECUBRIMIENTO ALCRN CON LUBRICANTE SEMI-SINTÉTICO 2;      |
| (A) 400X, (B) 1000X Y (C) 100X64  |
| FIGURA 28. IMÁGENES DEL SEM PARA EL RECUBRIMIENTO ALCRN CON LUBRICANTE ECODRAW HVR 650;       |
| (A) 400X, (B) 1000X Y (C) 100X65  |
| FIGURA 29. IMÁGENES DEL SEM PARA EL RECUBRIMIENTO TIALN CON LUBRICANTE MONTGOMERY;            |
| HUELLA (A) 400X, (B) 1000X, (C) 100X Y (D) RECUBRIMIENTO A 370X66                             |
| FIGURA 30. RECUBRIMIENTO TIN CON UN PERFIL DE RUGOSIDAD DE LA MARCA DE DESGASTE67             |
| FIGURA 31. IMÁGENES DE MICROSCOPIA CONFOCAL, SEGÚN EL RECUBRIMIENTO, PARA LA CONDICIÓN        |
| DE LUBRICACIÓN EN SECO, (A) ACERO  (B) TIN, (C) ALCRN,  (D) TIALN                             |
| FIGURA 32. IMÁGENES DE MICROSCOPIA CONFOCAL, LUBRICANTE ECODRAW 1: (A) ACERO (B) TIN, (C)     |
| ALCRN, (D) TIALN  |
| FIGURA 33. IMAGEN DE SEM PARA ACERO D2 A 1000 X80   |

# **TABLAS**

| TABLA 1. ACEROS Y CARACTERÍSTICAS DE LUBRICANTES  | 6  |
|---|----|
| TABLA 2 RECUBRIMIENTOS UTILIZADOS EN LA EXPERIMENTACIÓN   | 18 |
| TABLA 3. CLASIFICACIÓN DE LOS LUBRICANTES EMPLEADOS, SEGÚN LA EMPRESA DISTRIBUIDORA             | 32 |
| TABLA 4. PARÁMETROS DE LAS PRUEBAS BALL-ON-DISC.  | 33 |
| TABLA 5. PARÁMETROS DESCRIPTIVOS DE ESTRUCTURAS CRISTALINAS                                     | 44 |
| TABLA 6. DATOS PARA LA DETERMINACIÓN DE LAS DENSIDADES  | 44 |
| TABLA 7. RESULTADOS DE PRUEBA DE RAYADURA EN FUNCIÓN DE LA CARGA CRÍTICA                        | 53 |
| TABLA 8. DATOS DE LA PRUEBA NANOINDENTACIÓN.  | 56 |
| TABLA 9. PARÁMETROS DE SUPERFICIE.  | 56 |
| TABLA 10. DENSIDADES DE RECUBRIMIENTOS  | 59 |
| TABLA 11. RESULTADOS DE LA TASA DE DESGASTE EN LAS PRUEBAS, K, MM $3 \cdot N^{-1} \cdot M^{-1}$ | 60 |
| TABLA 12. TASAS DE DESGASTE PARA PRUEBAS EN SECO.   | 78 |

# **RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO**

## **Itzel Castillo Müller**

Candidata al Grado de Maestra en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales

Tesis: "Estudio tribológico de lubricantes y recubrimientos duros en el proceso de estampado".

La Ing. Itzel Castillo Müller nació el 15 de abril de 1985, hija del Maestro en Ingeniería Roberto Castillo Ocampo y la Economista Erika Lillian Müller Decanis. Cursó sus estudios de licenciatura en la Facultad de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México y obtuvo el grado de Ingeniera Química Metalúrgica en 2010. Ese mismo año inicia la Maestría en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales, en agosto de 2010 comienza a trabajar en el área de investigación de desgaste de materiales.