

Estudio comparativo de dos películas de carbono hidrogenado cuasidiamante, sobre dos tipos de acero

SOLIS, José*†, ROBLERO, Sandra, CORTES, Sergio, CASTELLANOS-Víctor.

Recibido Enero 06, 2016 Aceptado Octubre 03, 2016

Resumen

En las compañías relacionadas con la extracción de crudo y automovilística, muchos componentes están sujetos tanto a desgaste como ambientes corrosivos. El desarrollo de recubrimientos protectores en estas partes es de considerable interés para preservar su integridad estructural y por tanto la eficiencia. En la presente investigación, se realiza una comparación microestructural y mecánica entre las películas delgadas de carbono hidrogenado cuasidiamante (a-C:H o H-DLC) con la intención de reconocer la aplicabilidad en componentes de dichas industrias. La deposición se realizó con el proceso por deposición química de vapores por plasma mejorado (PECVD) sobre aceros API X65 y AISI 52100. La arquitectura de las películas está compuesta por una capa adherente de Cr, otra capa de WC y una última de H-DLC con un contenido de 20-40 % at. de H. La estructura de las películas se evaluó con espectroscopía Raman. Otras técnicas y aparatos como SEM, AFM, GDOES, Nano-indentación y scratch tests se emplearon para la caracterización microestructural y mecánica. Se investigó el comportamiento mecánico de las películas en términos de fricción y desgaste mediante los procedimientos de bola-sobre-placa y perno sobre placa. El revestimiento hidrogenado exhibió mejor comportamiento tribológico cuando se depositó sobre acero AISI 52100 que el que se depositó sobre el acero API X65.

H-DLC, tribología, acero API X65, acero AISI 52100

Abstract

In oil and gas and motor companies many components are subjected to wear and corrosive environments. The development of protective coatings on these parts is of high interest to preserve its structural integrity and so its performance. In the present work, a structural and mechanical comparison of a hydrogenated diamond-like carbon (a-C:H or H-DLC) coating is carried out to acknowledge if one or both could be candidates to be used in such industries. The coatings were deposited by the plasma enhanced chemical vapour deposition (PECVD) methodology on API X65 and AISI 52100 steels. The films included an adherent Cr interlayer followed by the DLC coating, namely, Cr/WC/a-C:H, with 20-40 at.% of H content. A Raman spectrometry was used to characterise the bonding structure of the H-DLC films. SEM, AFM, GDOES, Nano-indentation and scratch testing were also used to evaluate the microstructural and mechanical features. The mechanical behaviour of the coatings in terms of the friction and wear was assessed using a ball-on-plate and pin-on-plate methodologies. The H-DLC coating exhibited a better tribological performance when deposited on AISI 52100 than that film when deposited on API X65.

H-DLC, Si-DLC, tribology, API X65, AISI 52100

Citación: SOLIS, José, ROBLERO, Sandra, CORTES, Sergio, CASTELLANOS, Víctor. Estudio comparativo de las películas de carbono como si fuera diamante, hidrogenado y con silicio. Revista Tecnología e Innovación 2016, 3-9: 37-48

*Correspondencia al Autor (Correo Electrónico:jsoliso@ittla.edu.mx)

† Investigador contribuyendo como primer autor.

Introducción

La calidad y características funcionales de muchas aplicaciones ingenieriles se determina por las cargas mecánicas superimpuestas y los requerimientos particulares de su superficie, tales como la resistencia al desgaste, los niveles del coeficiente de fricción (CoF) y/o la resistencia a la corrosión. El uso de películas delgadas como la de carbón hidrogenado (a-C:H), también conocida como película hidrogenada de carbón como si fuera diamante (DLC), se ha venido consolidando por la mejora en la vida útil/rendimiento cuando se aplica sobre componentes de acero (Grill, 1999; Roth et al., 1995), en los cuales se requieren propiedades específicas en sitios particulares sin que se comprometa la resistencia del material de bulto. Por si fuera poco, estos recubrimientos se están utilizando en la industria como lubricantes sólidos para mejorar el comportamiento tribológico de los componentes de máquinas o elementos de transporte de fluidos bajo atmósferas limpias o donde no se permiten los fluidos lubricantes, tales como donde se procesan alimentos, bombeo de químicos, aplicaciones biológicas, tecnología espacial, discos duros, etc. (Robertson, 2008).

De la variedad de recubrimientos que se relacionan bajo la expresión DLC, una importante subclase es la de los recubrimientos tipo a-C:H. Básicamente, la película a-C:H es una red amorfa que se compone de carbón e hidrógeno. Esta red consiste de átomos de carbón fuertemente entrelazados principalmente con uniones sp^2 (cuasi-grafítico) y sp^3 (cuasi-diamante). La estructura de la película es metaestable debido a que todos los métodos por deposición son procesos de no-equilibrio que se basan en el enfriamiento térmico rápido de iones energéticamente cargados que impactan sobre una superficie fría.

Las propiedades de estos recubrimientos dependen fuertemente del contenido de hidrógeno y la relación sp^3/sp^2 , la cual a su vez, depende del proceso de deposición y sus parámetros. Los valores de dureza de las películas a-C:H se encuentran en el rango de 15-50 GPa (Martin et al., 2001).

La deposición de los H-DLC's se obtiene comúnmente por arco catódico, plasma mejorado (PECVD por las siglas en inglés del proceso por deposición química de vapores con plasma mejorado), deposición por haz de iones, pulverizado por corriente directa o radio frecuencia, etc. (Zhang et al., 1997). El proceso PECVD se utiliza extensivamente debido a la naturaleza del gas hidrocarbón que se usa ya que los recubrimientos incorporan más uniones sp^2 e hidrógenos, los cuales producen películas más suaves que la mayoría de los recubrimientos tetrahédricos (Clay et al., 1998).

Las ventajas que ofrecen los recubrimientos DLC son su alta dureza, su bajo coeficiente de fricción (CoF) y sus bajas tasas de desgaste. Usualmente, bajo condiciones tribológicas, el material más suave en el par que hace contacto se desgastaría mucho. Sin embargo, en el caso de los DLC, se observa un comportamiento diferente.

Los productos por desgaste de las películas, que tienen una naturaleza grafítica (Erdemir et al., 1996), se transfieren a la contraparte para formar lo que se conoce como capa de transferencia sobre la superficie de la contraparte. Entonces, la película DLC se desliza sobre la capa de transferencia que protege al desgaste a la superficie de la contraparte más suave y la película DLC más dura se desgasta a una tasa extremadamente baja.

En esta situación, los productos por desgaste gráfico del DLC también actúan como un lubricante sólido. La formación y especialmente la adhesión de esta capa de transferencia depende de la condición química de la superficie de la contraparte y las condiciones tribológicas y ambientales (Holmberg et al., 2000).

Aunque se han llevado a cabo varios estudios relacionados con las propiedades friccionales y los mecanismos por desgaste de las películas DLC, los comportamientos tribológicos de dichas películas deslizando sobre contrapartes que no están recubiertas (aceros por ejemplo) continúan investigándose continuamente. El propósito del presente trabajo fue el de conocer algunas características microestructurales y mecánicas de un recubrimiento dúplex de carbón hidrogenado cuasidiamante depositado sobre dos tipos de acero que tienen aplicación industrial. El conocimiento del comportamiento tribológico de estos recubrimientos específicos empleando las condiciones de trabajo apropiadas permitirá la expansión de aplicación en componentes mecánicos recubiertos con películas funcionales.

Materiales y metodología experimental

Materiales

Los recubrimientos H-DLC se produjeron para la presente investigación utilizando la tecnología PECVD, mediante el empleo del gas acetileno (C_2H_2) bajo una presión aproximada de 0.3 Pa. El sustrato (material base) se mantuvo con temperaturas por debajo de los 200 °C, con un voltaje bias de 780 V y frecuencia de 40 kHz para la generación de plasma. La velocidad para depositar las especies fue de aprox. 0.8 μm min⁻¹. El proceso para deposición fue continuo con duración aproximada de 126 min. para las intercapas y 140 min. para la película DLC.

La deposición incluyó una intercapa adherente de Cr (por medio del pulverizado con magnetrones y corriente directa) seguida por una capa intermedia de carburo de tungsteno (también con pulverizado con magnetrones y una introducción gradual a la cámara de gas C_2H_2) y la capa de a-C:H, con 20-40% de hidrógeno (ver Fig. 1).

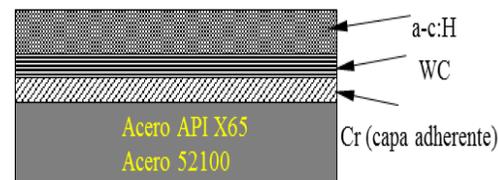


Figura 1 Representación esquemática del arreglo multicapa depositado sobre dos diferentes tipos de acero.

Los recubrimientos se depositaron sobre dos tipos de acero: a) acero al carbón API X65 con dimensiones de 25 mm de diámetro y 6 mm de espesor, y el acero AISI 52100 con dimensiones de 7x7x3 mm³. La rugosidad de la superficie para ambos sustratos antes de la deposición fue de $R_a = 0.08 \mu m$.

Todas las probetas se lavaron ultrasónicamente con inmersión en acetona por 10 min. y se utilizó aire seco a propulsión. Previo a la deposición, las probetas se limpiaron dentro del reactor conteniendo gas argón y mediante un ataque de pulverizado.

Caracterización de las películas

Tanto la dureza como el módulo elástico de las películas sobre cada uno de los aceros se llevó a cabo empleando Nano-indentación con indentador de punta Berkovich (MicroMaterials, Ltd. Wrexham, U.K.), a través de carga incremental de 1 a 50 mN y en total se utilizó una matriz de 50 indentaciones.

La resistencia adhesiva de las deposiciones se midió con un aparato comercial de rayado (Scratch-test, millenium 200, TRIBOTechnique, France) con un indentador de diamante esférico Rocwell (radio de la punta de 500 μm) y equipado con monitoreo de emisión acústica. Las mediciones se realizaron con carga progresiva desde 0.1 hasta 80 N con una tasa de 100 N/min y una longitud de rayado de 8 mm en condición seca. Por otro lado, mediante la espectroscopía Raman se identificó la estructura química local presente en la superficie de la película, al igual que en las pistas desgastadas después de las pruebas de fricción y desgaste.

El aparato fue un dispositivo comercial Renisaw Invia, equipado con un laser de longitud de onda $\lambda = 488 \text{ nm}$. Se utilizó el modo estático y extendido para detectar la formación de los compuestos y los picos de carbón (pico desordenado D y pico amorfo grafitico G). El rango de barrido fue desde 800 a 1800 cm^{-1} . Los datos se ajustaron a una forma Gaussiana para mostrar las posiciones de los picos G y D y determinar las relaciones de intensidad de picos ID/IG, lo que se consideró como un indicador de la estructura de carbón sp^2/sp^3 . Todas las mediciones se realizaron en seco bajo una temperatura de $20 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ y 35-50 % de humedad relativa.

Las películas así como las zonas desgastadas después de las pruebas tribológicas se estudiaron utilizando un microscopio de barrido Zeiss EVO MA15 V de presión variable y emisión de campo en modo directo. Este aparato viene equipado con el sistema de análisis por energía dispersa de rayos X (EDX), con el cual se analizó tanto cuantitativa como cualitativamente la presencia de C y Cr/W de las películas antes y después de las pruebas tribológicas, así como para determinar la presencia de material transferido (ocurrencia de la capa de transferencia).

Después de las pruebas tribológicas se empleó la interferometría de luz blanca (NPFLEX Bruker) para determinar las características de las áreas desgastadas tanto en las películas como en las contrapartes.

Pruebas tribológicas

Las pruebas tribológicas se trabajaron con dos diferentes procedimientos. Para el acero recubierto API X65 se usó el método bola-sobre-placa. La bola (contraparte y con movimiento recíprocante) fue una de cerámica Si_3N_4 (62 % en peso de Si y 37.5 % en peso de N) con diámetro de 12 mm, una rugosidad superficial de 0.02 μm y una dureza de $\text{HV}50\text{g} = 1600$. La presión de contacto fue de 150 MPa y 400 MPa por 6 hrs. a una frecuencia de 1 Hz y una velocidad de deslizamiento de 0.02 ms^{-1} con una longitud de movimiento recíprocante de 10 mm.

Las presiones de contacto se definieron con estas magnitudes para simular las condiciones reales a las cuales los componentes de la industria del gas y petróleo están sujetos. Las pruebas se realizaron en un rango de temperaturas de 18-23 $^\circ\text{C}$ bajo condición seca con humedad relativa de aproximadamente 25 % y también bajo condición húmeda en solución salina de 3.5 % NaCl y pH 6.5. Para el acero AISI 52100 se utilizó el método perno-sobre-placa con un tribómetro recíprocante Cameron Plint TE77. La longitud de recorrido fue de 6 mm y el diámetro de los pernos de 6 mm, con un radio en la punta de contacto de 110 - 120 mm. Las cargas o presiones máximas contacto Hertziano fueron desde 110, 140, 160, 170 y 190 MPa. La frecuencia de movimiento fue de 10 Hz y con una velocidad lineal de 0.1 ms^{-1} . La duración de las pruebas fue de 6 h. Todas las pruebas se realizaron con tres repeticiones. Estas condiciones se eligieron con la intención de emular las condiciones de deslizamiento de un contacto de un anillo de pistón de una máquina de combustión interna (Johansson et al., 2011).

Resultados y discusión

Caracterización microestructural de la película sobre acero AISI 52100

La superficie del H-DLC es prácticamente una copia de la superficie inicial del sustrato, por ello es que en ocasiones se encuentra en la literatura que la película de cualquier DLC es una mímica de la superficie del sustrato. Con la finalidad de elucidar el contenido químico del recubrimiento bajo estudio, se utilizó el complemento del SEM, es decir, el EDX, representado en la Fig. 2.

En la gráfica se aprecia el contenido de cada elemento, evidenciando los elementos que son los ingredientes principales del H-DLC, es decir, el C, W, y Cr. No aparece el H debido a que el equipo no tiene capacidad para detectar la difracción de este elemento. En la fotomicrografía se observan las burbujitas características de los DLC's.

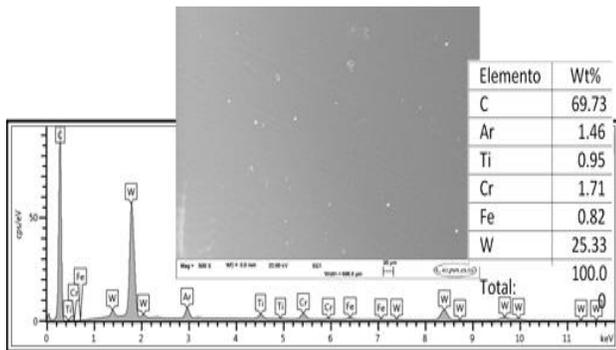


Figura 2 Contenido químico del H-DLC obtenido mediante EDX.

Una mirada a la sección transversal del H-DLC se ilustra en la Fig. 3 (a). La distribución de los elementos que contiene el revestimiento se muestra en la Fig. 3 (b).

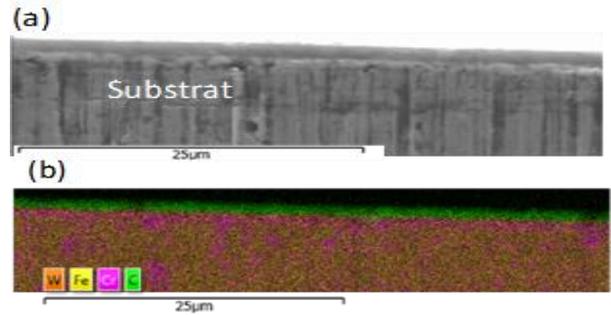


Figura 3 (a) Imagen de SEM del H-DLC sobre el acero AISI 52100. (b) Mapeo de la zona recubierta mostrando los elementos, obtenido por EDS.

El espesor total del H-DLC se validó mediante la prueba rápida de Calotest.

El procedimiento tecnológico es la realización de un pequeño cráter en el revestimiento utilizando una bola de geometría conocida produciendo una sección cónica en la película al visualizarla en un microscopio óptico, como se muestra esquemáticamente en la Fig. 4 (c).

En la Fig. 4 (a) se muestra esquemáticamente la colocación de una bola de acero inoxidable de 0.02 m de diámetro que gira deslizándose sobre el H-DLC. En la Fig. 4 (b) se observan las dimensiones necesarias para determinar el espesor de dicho revestimiento. La relación matemática está dada por:

$$\text{espesor} = \frac{xy}{2R}, \text{ por lo que, utilizando los valores de la Fig. 4}$$

$$(c),$$

$$= \frac{(150.123 \text{ mm})(447.289 \text{ mm})}{0.02 \times 10^6 \text{ mm}} = 3.3 \text{ mm}.$$

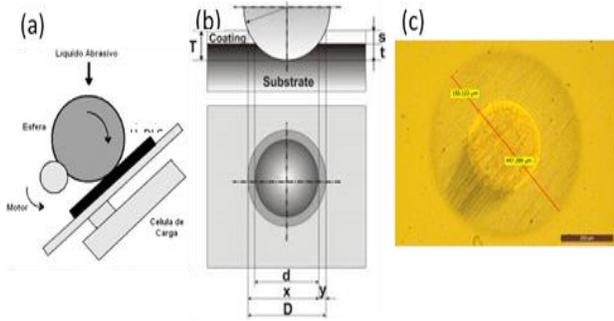


Figura 4 (a) Representación esquemática de la prueba Calotest, (b) Geometría del cráter que se forma y las dimensiones requeridas para la determinación del espesor, y (c) cráter formado en el H-DLC bajo estudio.

En la Fig. 5 se muestra el espectro Raman del recubrimiento como se depositó sobre la placa de acero AISI 52100. El espectro se ajustó usando las funciones Gaussianas y Lorentzianas.

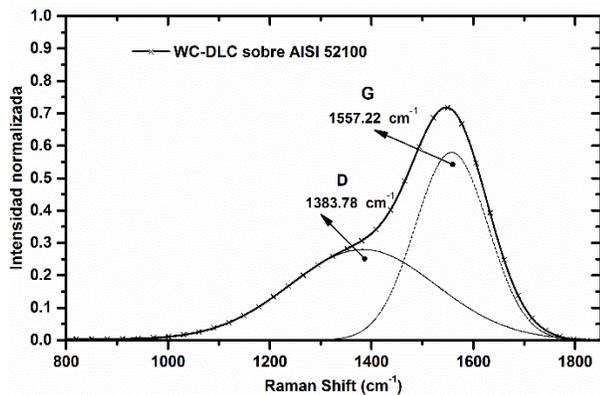


Figura 5 Espectro Raman del recubrimiento H-DLC sobre acero AISI 52100.

En la gráfica, las dos bandas están bien definidas como la banda desordenada (D) y la gráfica (G) que inician como los sitios sp², debido al hecho de que la excitación láser de 488 nm resuena con las transiciones $\pi - \pi^*$ en los sitios sp², y en este caso la banda D domina sobre la contribución de los sitios sp³. La banda gráfica (G) está centrada en 1557.22 cm⁻¹ con excitación visible.

La banda de hombro (D) en 1383.78 cm⁻¹ se atribuye al enlace de ángulo desordenado del micro-dominio cuasigrafito afectado por el enlace sp³. La amplitud de las líneas confirma las moléculas amorfas del hidrocarbón de esta película, en particular, debido al hecho de que no hay bandas y picos por debajo de los 800 cm⁻¹. La intensidad integrada de la relación de la forma lineal Gaussiana del espectro fue ID/IG = 0.49.

Caracterización microestructural de la película sobre acero API X65

El espesor del recubrimiento fue de 2.69 ± 0.2 determinado con Calotest. Como complemento, se utilizó SEM al igual que el espectro EDS en la sección transversal de una muestra para evaluar la penetración de las capas depositadas, como se puede apreciar en la Fig. 6.

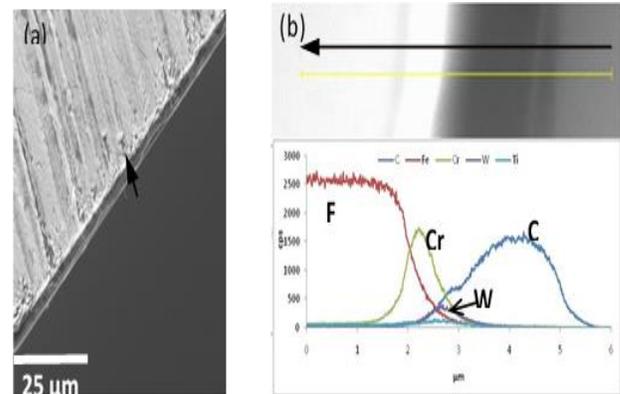


Figura 6 Imagen SEM de la sección transversal del H-DLC (a) y el barrido en la sección transversal de la dirección y sentido indicados por las flechas, dando información de la composición a lo largo de la longitud (b).

La interfaz entre el recubrimiento y el material de bulto (substrato) aparece como aceptable dado que las estructuras no presentan defectos visibles.

La película exhibió una superficie compuesta de hierro (el acero al carbón), las capas de adhesión de Cr (2.2 µm) y W (1.4 µm) y la capa final de H-DLC (2.7 µm).

En cuanto a la estructura, de acuerdo con los reportes en la literatura (Pang et al., 2010), la estructura con enlaces C-C, siendo la cuasidiamante (sp³- banda D) y que se observa en el rango de 1200-1450 cm⁻¹, mientras que la estructura cuasigrafito (sp²- banda G) se observa en el rango 1500-1700 cm⁻¹.

En la Fig. 7, se presenta el espectro del revestimiento H-DLC sobre API X65, en donde se debe notar a las bandas D y G, relacionadas con la estructura gráfitica y cuasidiamante. El espectro de la película DLC hidrogenado muestra dos bandas, la D y la G con picos (Raman shifts) 1365 cm⁻¹ y 1549 cm⁻¹, respectivamente. Por lo que, la relación de picos D y G se conformó como .

$$\frac{I_D}{I_G} = 0.42$$

La topografía superficial se analizó mediante microscopía de fuerza atómica (AFM).

Los revestimientos H-DLC (Fig. 8) revelaron una superficie con rugosidad conteniendo una gran cantidad de granos pequeños pero a la vez compactos y homogéneos.

Se observó una distribución de granos con una rugosidad máxima de 63.7 nm para el caso del depósito sobre acero API X65 y 915.2 nm sobre AISI 52100, determinada en un área de 10 x 10 µm y 5 x 5 µm, respectivamente.

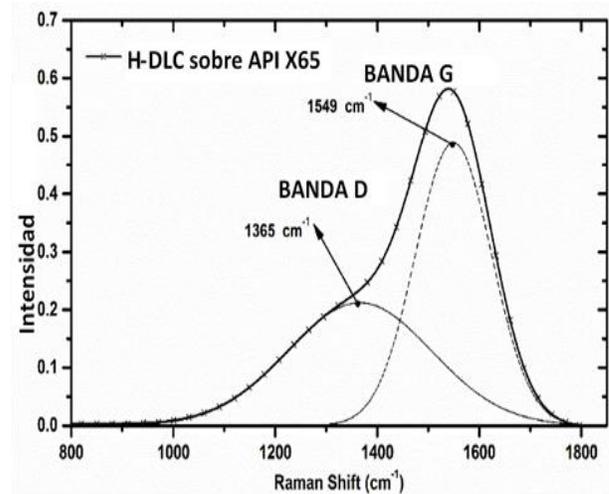


Figura 7 Espectro Raman de la estructura carbonosa H-DLC antes de las pruebas de desgaste.

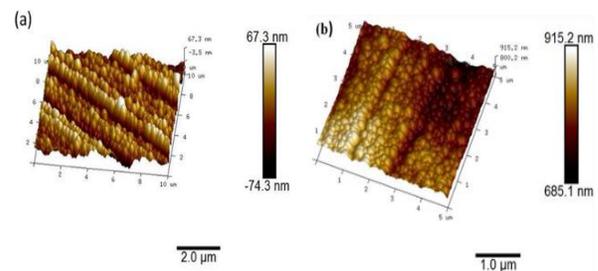


Figura 8 Imágenes del AFM del recubrimiento como se depositó sobre: (a) API X65 y (b) AISI 52100.

Caracterización mecánica

Las pruebas de adherencia (scratch) sobre el H-DLC revelaron una adhesión aceptable sobre el acero al carbón API X65 hasta una carga crítica de 22.99 N de la carga incremental (~2.3 mm de profundidad del surco) sin un signo de agrietamiento (ver Fig. 9-a). El punto A indica el inicio de las micro-grietas angulares en las orillas del surco ocasionadas por el incremento de la carga hasta los 40 N por la parte de atrás del contacto pero sin evidenciar falla adhesiva.

La alta amplitud de los picos de emisión acústica (EA) en el punto B, a una profundidad de 4.8 mm y la carga de 50 N, es evidencia de la actividad material que con ayuda de las fotografías insertadas se puede observar la presencia de grietas semi-circulares en el sustrato. La situación se sostiene hasta que la prueba se completa. Este comportamiento podría ser un indicativo de insuficiente adhesión.

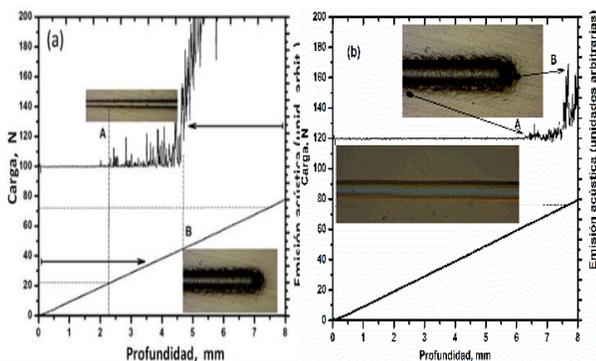


Figura 9 Comportamiento de la prueba de rayado (scratch) de la película sobre el acero (a) API X65 y (b) AISI 52100.

Por su parte, el recubrimiento H-DLC se adhirió extremadamente bien al sustrato AISI 52100 con muy poco agrietamiento sin evidencia de falla adhesiva y no se observó la falla crítica ni a los 80N, como puede apreciarse en la Fig. 9-b.

La emisión acústica proporcionó ciertos picos indicando solo agrietamiento transversal semi-circular microscópico causado por la carga de 75N por detrás del extremo que contacta (véase las flechas A y B) hasta la terminación de la carrera.

Entonces, se consideró que la carga crítica es $> 80\text{N}$ lo que representa un resultado más que aceptable para aplicaciones industriales (Buijnsters et al., 2005).

A pesar de la alta dureza del recubrimiento, está claro que existió deformación plástica a lo largo de la ranura y debido a que no hay evidencia de fragmentación o falla adhesiva se puede sugerir que el depósito de Cr como capa de adhesión entre la capa DLC y el sustrato consiguió relajar los esfuerzos residuales compresivos hasta un punto que la ductilidad para resistir la fractura interfacial mejoró.

Comportamiento tribológico en términos de fricción

H-DLC sobre acero API X65

Los resultados de los experimentos tribológicos en términos de las fuerzas friccionantes para cada condición de deslizamiento del revestimiento H-DLC se muestran en la gráfica de la Fig. 10. La diferencia en el running-in de cada evolución es notable por los diferentes medios y para la misma presión máxima.

Mientras que el coeficiente de fricción (CoF) disminuye con el deslizamiento para la condición seca, para la condición mojada, el mismo CoF se incrementa casi en la misma proporción que lo hace la condición seca. Ambos CoF alcanzan un estado estable después de los 200 m.

La ligera tendencia a la baja del CoF se vincula, por un lado, a la baja magnitud de la carga normal aplicada, la cual produce una cierta cantidad de fricción inducida por calentamiento localizado y que funde las asperezas en el contacto, lo que puede generar lenta pero progresivamente una capa de transferencia amorfa capaz de contribuir en la reducción del CoF (Liu et al., 1996).

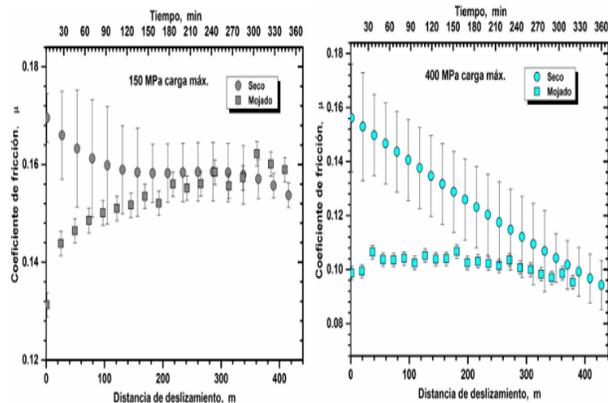


Figura 10 Evolución del CoF del par tribológico Si₃N₄/H-DLC con sustrato API X65 para una presión máxima Hertziana de (a) 150 MPa y (b) 400 MPa.

Está claro que los valores de CoF disminuyeron con el aumento en la presión ejercida sobre la superficie carbonosa. Esta es una característica que generalmente se observa en el comportamiento de los materiales ferrosos con recubrimiento DLC hidrogenado (Erdemir, 2001). Es importante observar que los comportamientos con presiones aplicadas en la condición mojada no guardan una correlación, a diferencia del comportamiento bajo condición seca, donde la fricción disminuye con el incremento de la carga aplicada.

H-DLC sobre acero AISI 52100

Al comienzo de la prueba (running-in), el CoF para cargas de 10 y 20 N se incrementó progresivamente con el incremento de la distancia de deslizamiento hasta que alcanzó un valor promedio superior de $\mu_{10N} = 0.22$ y $\mu_{20N} = 0.225$, para luego descender ligeramente hasta que se alcanza aproximadamente una estabilidad con valores promedio de $\mu_{10N} = 0.21$ y $\mu_{20N} = 0.20$, como se puede ver en la Fig. 11. El incremento inicial que se observa para el CoF se atribuye a la rugosidad que presenta la superficie revestida y por tanto, al área de contacto reducida entre las interfaces (perno-H-DLC).

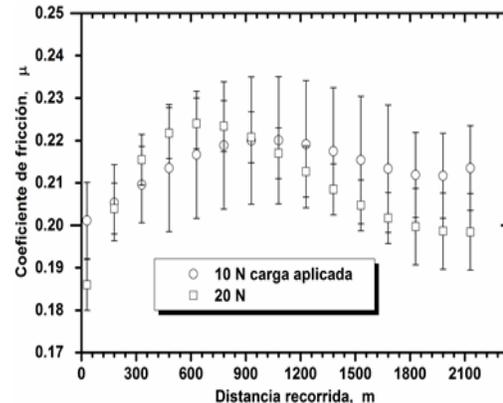


Figura 11 Evolución del CoF del perno de AISI 52100 sobre el acero 52100 recubierto con H-DLC, sujeto a dos diferentes presiones de contacto con movimiento bidireccional. Las barras de error son la desviación de 3 repeticiones.

Debido al deslizamiento, las rugosidades superficiales se suavizan como resultado de los efectos plástico y elástico de las fuerzas friccionantes que actúan sobre el recubrimiento, el cual, a su vez, incrementa el área de contacto, que está fuertemente asociada con el CoF, específicamente por su apariencia y dureza superficial que corresponde a la resistencia por deformación del área de contacto. En cuanto continúa el deslizamiento, la ligera tendencia hacia abajo del CoF se vincula, por un lado, a la baja magnitud de la carga normal aplicada, la cual produce una cierta cantidad de fricción inducida por calentamiento localizado y que funde las asperezas en el contacto, lo que puede generar lenta pero progresivamente una capa de transferencia amorfa capaz de contribuir en la reducción del CoF (Liu et al., 1996). Por otro lado, la eliminación de los enlaces libres σ sobre la superficies deslizándose también determina los niveles de reducción en los valores de fricción. Aquí, el hidrógeno atómico y/o molecular dentro del recubrimiento (acomodado intersticialmente dentro de la estructura el H-DLC), se rellena continuamente y termina los enlaces σ que estuvieron expuestos por el contacto dinámico (Erdemir, 2001).

En contraste, las características friccionales correspondientes a cargas mayores, es decir, 30-50 N exhibieron una tendencia descendente en el CoF desde el inicio del deslizamiento, como se puede observar en la gráfica de la Fig. 12.

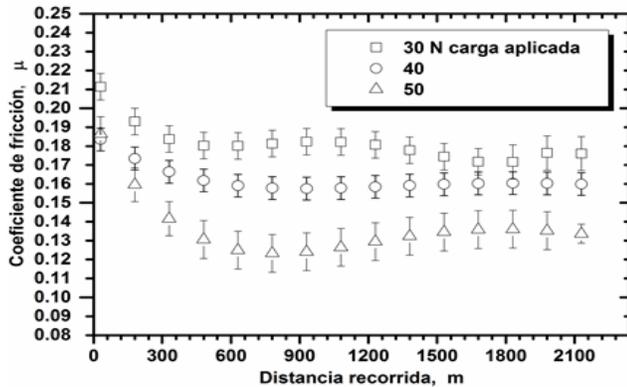


Figura 12 Evolución del CoF para las cargas de 30, 40 y 50 N.

Para las cargas de 30 a 50 N (160 a 190 MPa), la presión de contacto es más alta y la temperatura entre el perno y el recubrimiento se eleva debido a las fuerzas de empuje que son más grandes, y así, las asperezas rugosas se deforman plásticamente con doblez y estampados dando como resultado el desarrollo de una tribocapa lúbrica como si fuera grafito.

Adicionalmente, cuando se aplican cargas más altas sobre la superficie del recubrimiento, se reporta en la literatura que el auto alineamiento de la tribocapa grafitizada/amorfizada y la pasivación efectiva de los enlaces sueltos por los átomos de hidrógeno y/o moléculas en el medio ambiente contribuye a la reducción del CoF (Lin et al., 2004).

Sin importar las diferencias en el inicio de la prueba tribológica, claramente se distingue que los niveles de fricción para un estado estable comienzan en el rango de los 1740-1800 m de tallado para todas las cargas.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología así como a la Secretaría de Educación Pública/ Tecnológico Nacional de México por los apoyos económicos y permisos para realizar la experimentación en México e Inglaterra (Universidad de Leeds a quien JSR está profundamente agradecido por las facilidades otorgadas durante una estancia por investigación).

Conclusiones

Debido a la complejidad de los mecanismos de contacto, realmente la investigación en este campo se encuentra lejos de una situación en la que el coeficiente de fricción o la velocidad de desgaste se puedan predecir para condiciones particulares de contacto basadas únicamente en análisis teóricos.

O sea, se puede encontrar en varios artículos una indicación de cómo se comportará una superficie tratada, donde se describen mediciones experimentales de la fricción y desgaste del recubrimiento aplicado, pero debido a la escasa estandarización de los métodos tribológicos de prueba.

No es sencillo encontrar resultados comparables con una serie de condiciones de contacto, porque las mediciones se realizaron con aparatos diferentes (acondicionados o comerciales), diferentes geometrías de contacto (diferentes radios de perno, materiales de perno, longitud de deslizamiento, etc), diferentes parámetros de prueba (velocidades y temperaturas) y diferentes ambientes (diferentes humedades relativas y condiciones seco o mojado).

Basado en los resultados experimentales y las observaciones de los efectos encontrados, se pueden hilvanar las siguientes conclusiones:

Se caracterizó microestructural y mecánicamente un revestimiento o película delgada de carbón cuasidiamante hidrogenado (H-DLC) del tipo dúplex, es decir, con Cr como capa de adherencia, y carburo de tungsteno (WC) como capa intermedia para una última capa de carbón. La deposición se realizó utilizando el sistema por deposición química de vapores con plasma mejorado (PECVD).

La película delgada alcanzó aproximadamente las 3 μm de espesor total. Con un nivel de esfuerzo residual < 1 GPa, con el sustrato AISI 52100 y 2.6 μm con el sustrato API X65.

Los valores promedio máximos del CoF después de una distancia de deslizamiento de 2160 m fueron 0.21 para una presión máxima de contacto de 100 MPa a una velocidad lineal de 0.1 m/s, y los valores de CoF mínimos de 0.13 para una presión máxima de contacto de 190 MPa con la misma velocidad. Estos valores son considerablemente más bajos que los que presentaría el acero AISI 52100, cuyos CoF promedio se encuentran por 0.6-0.9.

La resistencia adhesiva alcanzó más de 80 N de resistencia en la prueba de rayado, lo que representa un valor más que aceptable para aplicaciones industriales y que fue considerablemente mayor que la película de carbón depositada sobre el acero API X65

El revestimiento se estudió desde el punto de vista tribológico en términos de su evolución de las fuerzas friccionantes cuando se deslizó el par H-DLC/acero bidireccionalmente en condiciones secas y bajo la acción de diferentes presiones normales a la temperatura ambiente sin control atmosférica.

En la etapa de estabilidad del coeficiente de fricción (CoF), los valores disminuyeron con el incremento de la presión normal aplicada.

Esta correlación se da, porque dependiendo del incremento en la carga normal aplicada, la composición química de la película se vió alterada en la forma de una superficie desgastada y grafitizada con un grado de transferencia carbonosa para formar una tribocapa en el perno de acero, tal y como lo reveló el análisis realizado con el instrumento Raman.

De acuerdo con los productos y efectos de la presente investigación científica, el revestimiento bajo estudio teniendo como sustrato el AISI 52100 podría ser utilizado en un amplio rango de aplicaciones industriales, tales como la automotriz, la aeronáutica, y componentes de maquinaria.

Referencias

- J. G. Buijnsters, P. Shankar, W. J. P. van Enkevort, J. J. Schermer, & J. J. ter Meulen. (2005). Adhesion analysis of polycrystalline diamond films on molybdenum by means of scratch, indentation and sand abrasion testing. *Thin Solid Films*, 474(1-2), 186-196
- K. J. Clay, S. P. Speakman, N. A. Morrison, N. Tomozeiu, W. I. Milne, & A. Kapoor. (1998). Material properties and tribological performance of rf-PECVD deposited DLC coatings. *Diamond and Related Materials*, 7(8), 1100-1107.
- A. Erdemir. (2001). The role of hydrogen in tribological properties of diamond-like carbon films. *Surface and Coatings Technology*, 146-147, 292-297.
- K. Holmberg, H. Ronkainen, & A. Matthews. (2000). Tribology of thin coatings. *Ceramics International*, 26(7), 787-795.

A. Erdemir, C. Bindal, G. R. Fenske, C. Zuiker, & P. Wilbur. (1996). Characterization of transfer layers forming on surfaces sliding against diamond-like carbon. *Surface and Coatings Technology*, 86–87, Part 2, 692-697.

Alfred Grill. (1999). Diamond-like carbon: state of the art. *Diamond and Related Materials*, 8(2–5), 428-434.

Staffan Johansson, Per H. Nilsson, Robert Ohlsson, & Bengt-Göran Rosén. (2011). Experimental friction evaluation of cylinder liner/piston ring contact. *Wear*, 271(3–4), 625-633.

Jen Fin Lin, Pal Jen Wei, Jing Chang Pan, & Chi-Fong Ai. (2004). Effect of nitrogen content at coating film and film thickness on nanohardness and Young's modulus of hydrogenated carbon films. *Diamond and Related Materials*, 13(1), 42-53.

Y. Liu, A. Erdemir, & E. I. Meletis. (1996). An investigation of the relationship between graphitization and frictional behavior of DLC coatings. *Surface and Coatings Technology*, 86–87, Part 2, 564-568.

P. J. Martin, & A. Bendavid. (2001). Review of the filtered vacuum arc process and materials deposition. *Thin Solid Films*, 394(1–2), 1-14.

Hua Pang, Xingquan Wang, Guling Zhang, Huan Chen, Guohua Lv, & Size Yang. (2010). Characterization of diamond-like carbon films by SEM, XRD and Raman spectroscopy. *Applied Surface Science*, 256(21), 6403-6407.

J. Robertson. (2008). Comparison of diamond-like carbon to diamond for applications. *Phys. Status Solidi A*, 205(9), 2233-2244.

D. Roth, B. Rau, S. Roth, J. Mai, & K. H. Dittrich. (1995). Large area and three-dimensional deposition of diamond-like carbon films for industrial applications. *Surface and Coatings Technology*, 74–75, Part 2, 637-641.

S. Zhang, B. Wang, & J. Y. Tang. (1997). Processing and characterisation of diamondlike carbon films. *Surface Engineering*, 13(4), 303-309.