Rev. LatinAm. Metal. Mat.

Artículo Regular (ASAP)

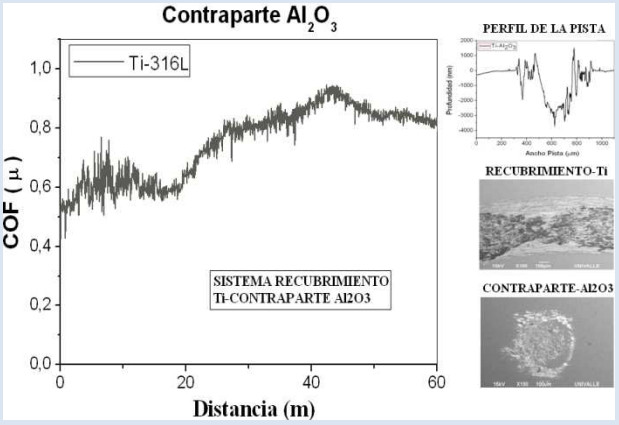
www.rlmm.org

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS, TRIBOLOGÍCAS Y SUPERFICIALES DE RECUBRIMIENTOS DUROS BASADOS EN TITANIO

Gustavo A. Holguín[1], Michell F. Cano[1], Alexander Ruden[1,2], Juan M. González[1], Paola A. Jurado[1], Federico Sequeda.*

1: Laboratorio de Recubrimiento Duros y Aplicaciones Industriales (RDAI), Escuela de Ingeniería de Materiales, Universidad del Valle, Calle 13 # 100-00, Edificio 349, Campus Meléndez, Cali, Colombia.
2: Departamento de Matemáticas, Universidad Tecnológica de Pereira, La Julita, Pereira, Colombia.

** e-mail: michaelfkn@gmail.com*



RESUMEN

Se depositaron películas a base de titanio (Ti/S, TiN/S, Ti/TiN/S, S: sustrato) por DC Magnetrón Sputtering, sobre acero 316L, evaluando las propiedades superficiales, mecánicas, adhesión interfacial y el comportamiento tribológico de los recubrimientos. La estructura cristalina del material fue analizada por medio de XRD, determinando estructura cristalina FCC. La dureza se incrementa con la aplicación de la capa de TiN (~17 GPa), pero altos esfuerzos intrínsecos y mayor fragilidad, hacen que posea menor adhesión (~12 N). Las capas metálicas, poseen comportamiento predominantemente plástico, con menores durezas (~7 GPa), pero mayor adhesión (~19N). Las pruebas de desgaste se realizaron por medio de Bola en Disco (BOD), usando como contrapartes bolas de Acero inoxidable 440 (SS440) y Alúmina (Al_2O_3) (6mm de diámetro), a condiciones de 1N de carga y 10cm/s velocidad. Se realizaron análisis morfológicos y químicos sobre la pista de desgaste y superficie de las contrapartes utilizando perfilometría y SEM/EDS. Mayores coeficientes de desgaste fueron observados en las capas de Ti, debido a baja resistencia a la deformación plástica y al incremento de la abrasión. Al incluir la capa de TiN, se incrementa la capacidad de carga, reduciendo la transferencia de material, y mejorando la resistencia al desgaste.

Palabras Claves: *Magnetrón Sputtering, Recubrimientos Duros, Propiedades Mecánicas, Tribología.*

STUDY OF MECHANICAL, TRIBOLOGICAL AND SUPERFICIAL PROPERTIES OF HARD COATINGS BASED ON TITANIUM

ABSTRACT

Titanium based thin films (Ti/S, TiN/S, Ti/TiN/S, S: Substrate) were deposited using DC Magnetron sputtering on 316L stainless steel substrates. Superficial, mechanical properties, interface adhesion and tribological behavior of the obtained compounds were evaluated. Crystalline structure of the obtained TiN was observed by XRD, determining a FCC crystalline structure. Hardness increases with application of a TiN layer (~17 GPa), but intrinsic stress and higher fragility causes low adhesion (~12 N). Metallic coating possesses predominately plastic behavior with low hardness (~7 GPa), but higher adhesion (~19N). Wear test were performed by Ball on Disk (BOD), using 440 stainless steel (440SS) and alumina (Al_2O_3) counterpairs (6 mm diameter), 1N applied load and 10 cm/s speed. Morphological and chemical analyses were performed on the wear tracks and counterpair surface using profilometry and SEM/EDS. Highest wear coefficients were observed in the Ti coatings, due to low plastic deformation resistance and abrasion increasing. Including a TiN layer increases coating load capability, reducing material transferring and improving tribological behavior.

Keywords: *Magnetron Sputtering, Hard Coatings, Mechanical Properties, Tribology.*

Recibido: 16-04-2012 ; **Revisado:** 06-05-2012
Aceptado: 18-07-2012 ; **Publicado:** 21-08-2012

pISSN: 0255-6952 | eISSN: 2244-7113
Rev. LatinAm. Metal. Mat. 2013; **33** (2): pp-pp

1. INTRODUCCIÓN

La tecnología de recubrimientos duros ha tenido gran trayectoria desde sus inicios, partiendo de su producción a través de técnicas PVD (*Physical Vapor Deposition*) y CVD (*Chemical Vapor Deposition*), hasta el impulso generado por el uso de plasma en procesos que dio lugar a su incorporación en las técnicas PVD y CVD, obteniendo así las técnicas asistidas por plasma PAPVD y PACVD [1-3]. Los recubrimientos duros como capa delgada, sintetizados por técnicas PAPVD Magnetrón Sputtering (MS), se han empleado con éxito en el tratamiento superficial de sustratos de aplicación industrial y médica [4], ya que la baja dimensionalidad de capa no altera funcionalmente la aplicación en la herramienta a recubrir. El tratamiento de superficies está enfocado en el mejoramiento de las propiedades mecánicas y tribológicas superficiales (Dureza, modulo elástico, resistencia al desgaste, fricción). Estas propiedades superiores le confieren mayor resistencia a procesos de desgaste disminuyendo los mecanismos de deformación plástica superficial como el arado, corte y adhesión que se presentan en sustratos metálicos como los aceros utilizados en diversas aplicaciones industriales [5].

Dentro de los tipos de materiales que pueden ser fabricados mediante esta técnica, se encuentran ampliamente estudiados, los materiales cerámicos avanzados en forma de nitruros y carburos de metales de transición; dentro de estos los de mayor aplicación en la última década son los recubrimientos basados en Titanio, como es el caso del nitruro de titanio (TiN) en forma de monocapas en aplicaciones que van desde herramientas de corte hasta materiales de uso médico [6,7], debido a sus propiedades mecánicas y características tribológicas [8]. Las elevadas propiedades mecánicas y tribológicas de los recubrimientos de Nitruro de Titanio, le confieren mayor resistencia a las condiciones críticas a las que puede estar sometida una pieza a nivel industrial y que comprenden parámetros como soporte de carga, velocidad de operación, temperatura y presencia de humedad relativa en el ambiente [9,10]. Diferentes estudios se han realizado sobre el comportamiento al desgaste de los recubrimientos a base de Titanio, que van desde las características tribológicas del recubrimiento metálico de Titanio hasta los mecanismos de desgaste, caracterización del debris superficial e influencia de los parámetros de operación de recubrimientos de Nitruro de Titanio y sus diferentes variaciones en forma de nitruros ternarios por incorporación de otros elementos de aleación (TiAlN, TiZrN, TiCN, TiAlVN, etc) que le confieren mayores propiedades mecánicas y de resistencia a la oxidación a alta temperatura [11-13]. Debido a sus propiedades mecánicas y tribológicas superiores han aparecido nuevas aplicaciones que exigen conocer el efecto de los parámetros de entrada en un proceso tribológico, de forma general, dichos parámetros son carga, tipo de ambiente y características geométricas de la aplicación, que se han reportado en diferentes investigaciones [14-16]. Sin embargo estas mismas aplicaciones generan nuevos tipos de contactos entre materiales de diferente naturaleza, siendo cada sistema totalmente diferente en cuanto a mecanismos de desgaste.

En este trabajo fue estudiado el comportamiento tribológico de recubrimientos basados en titanio (Ti, TiN y Ti/TiN) utilizando contrapartes de diferente naturaleza (Al_2O_3 y SS440) para relacionar su coeficiente de fricción y mecanismos de desgaste en diferentes tipos de contactos y relacionarlos con la utilización de estos recubrimientos en diversas aplicaciones a nivel industrial.

2. PARTE EXPERIMENTAL

Los recubrimientos se depositaron sobre sustratos de acero inoxidable AISI 316 L, previamente pulidos hasta obtener acabado especular, empleando un blanco de Titanio con 99.997% de pureza, en un Magnetrón Sputtering marca AJA Internacional ATC 1500. Las condiciones de deposición se observan en la tabla 1.

La estructura cristalina de los materiales fue estudiada por Difracción de Rayos X (XRD), en un Difractómetro Bruker D8 ADVANCE, con geometría θ-2θ y fuente de cobre (CuKα, λ=0.5406 Å). El espesor, la rugosidad y el área desgastada fueron obtenidos usando un perfilómetro AMBIOS XP-2, utilizando una velocidad lineal de 0.1 mm/s, 0.5 µN de carga y distancia de 0.4 mm. El espesor se obtiene por medio de una máscara polimérica ubicada en la superficie del sustrato, generando un escalón y posteriormente se determina el espesor por medio del promedio de 10 diferencias en alturas (figura 1). Para el caso de la bicapa de Ti/TiN, cada capa tiene en promedio 330 nm.

La dureza y el módulo de elasticidad de la superficie

©2013 Universidad Simón Bolívar

fueron estudiados por medio de nanoindentación, en un equipo Nanovea-Microphotonics MTR3/50 utilizando un indentador de diamante tipo Berkovich y usando el modelo de Oliver y Pharr, utilizando una carga final de 10 mN, la cual permite indentaciones por debajo del 10% del espesor de recubrimiento, con el fin de evitar la influencia del sustrato [17]. La obtención y análisis de datos se realizó utilizando el software IBIS (Fisher Cribbs Labs) [18], realizando correcciones a la desviación térmica del indentador (thermal drift), complianza, penetración inicial y área de contacto, utilizando ajustes polinomiales a los datos obtenidos inicialmente mediante un patrón de silica marca Melles Griot.

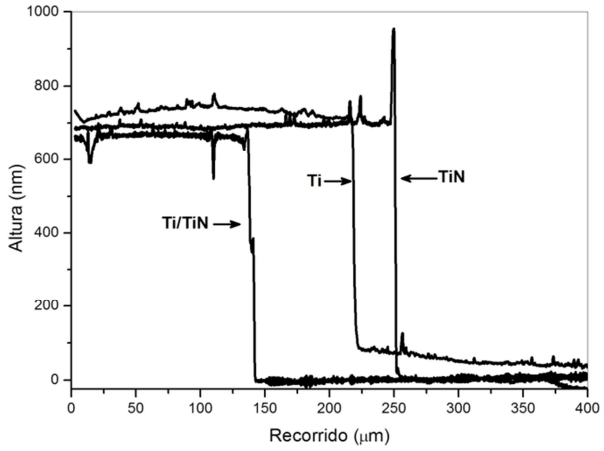


Figura 1. Perfiles usados para calcular el espesor de los diferentes materiales estudiados.

Tabla 1. Condiciones de deposición de los recubrimientos.

Material	*Presión Trabajo (Pa)*	*Flujo Ar/N_2 (sccm)*	*Densidad Potencia (W/cm^2)*	*Voltaje Bias (V)*
Ti/S	0,4	10	5	-100
TiN/S	0,4	10/0,15	5	-100
Ti/TiN/S	0,4	10/0,15	5	-100

La adhesión de los recubrimientos fue obtenida por medio de rayado dinámico, en un equipo MICROTEST TPF-1C, carga máxima de 90 N, velocidad de carga de 1.2 N/s y una distancia de 6mm. La falla cohesiva o adhesiva se determina cuantitativamente a través del corte con la línea de carga, cuando se presenta un cambio en la pendiente de las curvas de coeficiente de arrastre "*stylus drag coefficient*" versus recorrido y cualitativamente mediante la comparación de las pistas de rayado con la norma ASTM C1624-05 [19]. Para determinar el Coeficiente de fricción (COF), se realizaron ensayos de bola en disco (BOD) en un Tribómetro marca CSEM, con las condiciones que se muestran en la tabla 2.

Con el fin de analizar el comportamiento al desgaste, las pistas y los pares tribológicos utilizados se observaron a través de Microscopia Electrónica de barrido (SEM) utilizando un Equipo JEOL JSM-6480 LV y por medio de análisis elemental usando Espectroscopia por Energía Dispersiva (EDS), tomando mediciones de la pista de desgaste y en las bolas.

Tabla 2. Condiciones de pruebas de ball-on-disk.

Contrapar	Al_2O_3 SS 440
Carga (N)	1
Velocidad lineal (cm/s)	10
Distancia (m)	100
Humedad (%)	52

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 2 se observa el patrón de difracción de los recubrimientos de TiN obtenidos. La policristalinidad o textura combinada observada en las direcciones cristalográficas (111) a 2θ~35.8, (102) a 2θ~50.8 y (311) a 2θ~75.2 es típica de recubrimientos depositados por técnicas de alta energía como el magnetrón sputtering. El material posee estructura cristalina cúbica centrada en las caras FCC, con parámetro de red a~4.3 Å [20]. Se ha demostrado que este tipo de estructuras posee las mejores propiedades mecánicas y tribológicas debido a la ausencia de planos de deslizamiento y la alta densidad de la estructura cristalina [21]. De igual forma, se observan los picos relacionados con el sustrato de acero 316L.

En la figura 3 se observan las curvas carga-penetración para la obtención de las propiedades mecánicas de los materiales en estudio. Las indentaciones se encuentran en el régimen elasto-plástico y la relación entre penetración final y penetración máxima se encuentra entre 0.56 y 0.61, lo que indica baja influencia del apilamiento por

©2013 Universidad Simón Bolívar

deformación plástica. La mayor dureza superficial fue observada para el recubrimiento de TiN (16.89 GPa), sobrepasando los valores obtenidos en los otros sistemas, en orden descendente de magnitud por la bicapa Ti/TiN (7.07 GPa), Ti (5.60 GPa) respectivamente.

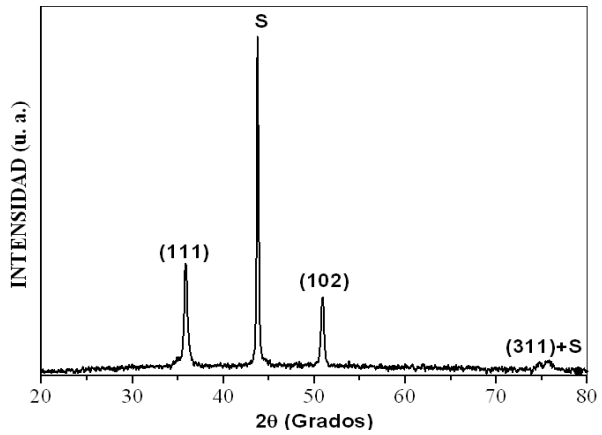


Figura 2. Patrón de difracción de los recubrimientos de TiN.

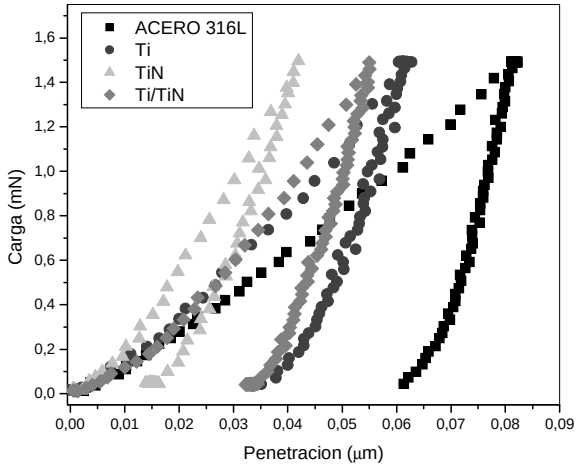


Figura 3. Curvas carga Versus penetración para los sistemas estudiados.

Estos resultados se atribuyen al fortalecimiento mecánico por combinación de enlaces metálicos, iónicos y covalentes en la estructura cristalina del TiN, lo que promueve una estructura rígida que difiere del Ti, ya que este presenta enlaces metálicos con bajos valores de energía de enlace que lo hacen mas dúctil [22] y además de la distorsión de la celda cristalina generada por nitrógeno intersticial, presente en la estructura FCC del TiN [8]. En el sistema bicapa Ti/TiN/S, el Titanio le confiere deformación plástica superficial en el contacto inicial, pero el TiN soporta la carga, lo que genera un comportamiento intermedio entre los dos materiales. La combinación le otorga una buena rigidez como sistema bicapa. Estas características de enlaces cerámicos para el TiN, permiten mayores propiedades mecánicas y mayor resistencia a la deformación plástica, lo que le confiere mayor resistencia al desgaste y al soporte de carga [23]. En los sistemas metálicos como el Titanio y el sustrato de acero 316L, se presentan fenómenos de flujo plástico superficial, incrementando mecanismos de desgaste del tipo abrasivo y adhesivo [19]. En la tabla 3 se puede observar un resumen de las propiedades mecánicas y superficiales de los diferentes sistemas.

La figura 4 muestra las curvas coeficiente de arrastre-carga versus recorrido y las huellas de desgaste obtenidas por medio del ensayo de rayado dinámico. Para recubrimiento de Ti se observa la carga crítica por cohesión Lc ≈19.6N, no se observa un cambio posterior de la pendiente en la curva de coeficiente de arrastre, lo que indica que el material no posee carga crítica adhesiva. Dicho resultado es debido a mayor plasticidad del recubrimiento metálico en comparación con los demás sistemas estudiados, sin embargo se observan fallas producidas por espalación por recuperación "*recovery spallation*" y *chipping* en las etapas finales de ensayo (figura 4b) [19]. El recubrimiento de TiN muestra falla por cohesión con Lc1≈7.3N y falla por adhesión en Lc2≈21.8N, sin embargo no se observa en la huella (Figura 4b) signos de delaminación severa, a pesar de la formación de grietas laterales (en los bordes de la pista) que indicarían formación de fallas conformes "*conformal crack*" [19]. La reducción en la carga crítica cohesiva con respecto al Ti se debe a los esfuerzos intrínsecos generados en la estructura cúbica policristalina del TiN [20]. El recubrimiento de Ti/TiN presenta carga crítica por falla cohesiva a Lc1≈6.4N y falla por adhesión en Lc2≈48.8N. Debido a que el recubrimiento de TiN actúa como barrera de difusión hacia el sustrato en el sistema bicapa, se espera que el comportamiento de la carga cohesiva sea similar al encontrado en los recubrimientos de TiN y que la capa superficial de Ti aporte plasticidad y estabilidad química, lo que genera un incremento en la carga crítica por adhesión, mostrando sinergia entre los dos

©2013 Universidad Simón Bolívar

materiales. De igual forma a lo observado para el recubrimiento metálico, se observan fallas producidas por espalación por recuperación y *chipping*, reduciendo la aparición de grietas en los bordes la pista evitando fallas por agrietamiento conforme y tensil [19].

Tabla 3. Propiedades mecánicas y superficiales de los recubrimientos.

Material	*Espesor (nm)*	*Rugosidad Ra (nm)*	*Dureza H (GPa)*	*Modulo Elasticidad E (GPa)*	*Resistencia Deformación Plástica* (H^3/E^2)
SS 316L	-	38,02 ±6,00	4,84 ±0,08	221,0 ±17,13	0,0023 $\pm 1.75 \times 10^{-6}$
Ti	670,73 ±8,27	36,45 ±18,20	5,60 ±0,12	172,07 ±3,47	0,0059 $\pm 1.44 \times 10^{-4}$
TiN	564,45 ±17,69	34,24 ±4,79	16,89 ±1,93	293,83 ±30,44	0,0558 $\pm 77.58 \times 10^{-4}$
Ti/TiN	658,32 ±11,66	32,0 ±11,99	7,07 ±0,22	257,14 ±6,84	0,0053 $\pm 2.27 \times 10^{-4}$

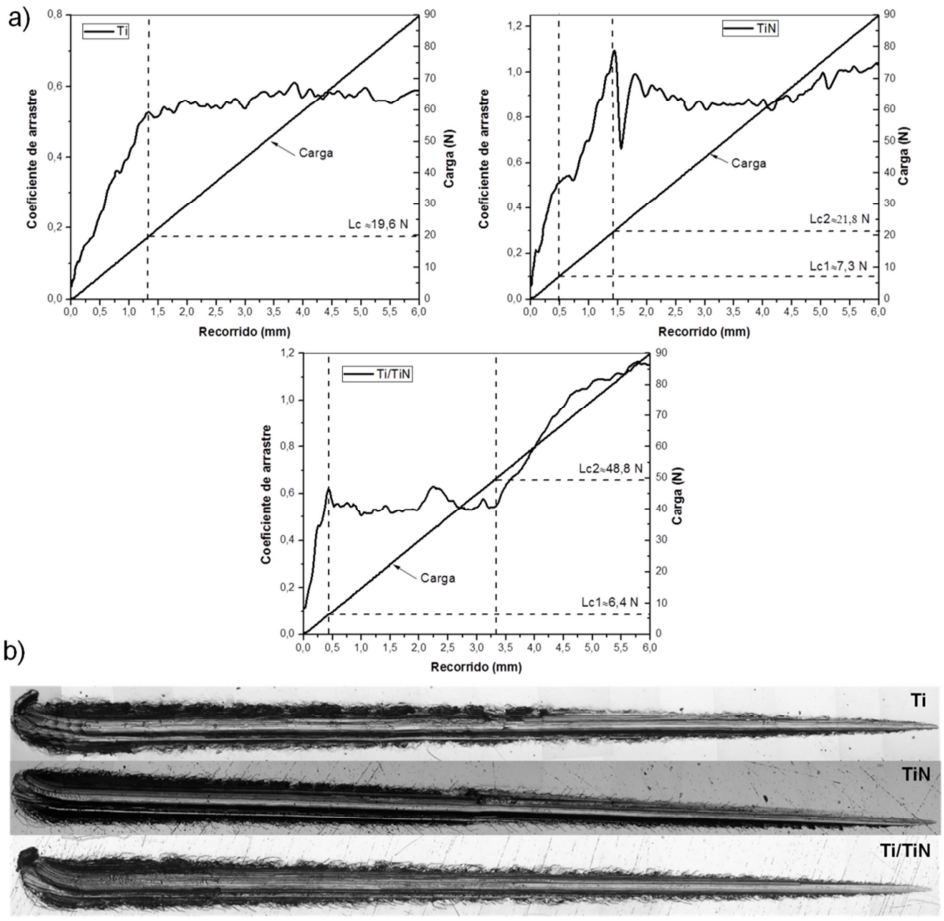


Figura 4. Micrografías prueba de rayado dinámico sobre recubrimientos (a) Curvas de coeficiente de arrastre-carga, (b) Huellas de rayado.

En la figura 5 se observan los coeficientes de fricción de los recubrimientos estudiados por medio de BOD. Los coeficientes de fricción obtenidos por la técnica de bola en disco, muestran valores cercanos entre todos los recubrimientos. Los COF bajos se obtuvieron para los recubrimientos de Ti (0.784) para ambos pares utilizados y se incrementa por encima de 0.8 después del desgaste del recubrimiento pasando a desgaste del sustrato. Mientras que COF altos se presentaron para el acero 316L evaluado con ambos pares tribológicos (Figura 5b). Se observa un incremento gradual en el COF producto de la adhesión de partículas abrasivas entre los dos materiales hasta alcanzar un punto máximo, para posteriormente estabilizarse a valores entre 0.783 y 0.841, donde las superficies quedan libres de dichas partículas de desgaste.

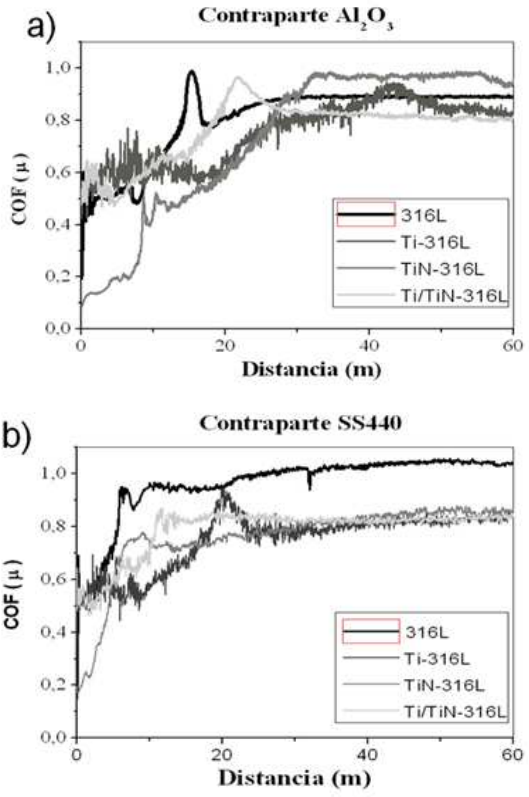


Figura 5. Gráficos de COF en pruebas de BOD, para cada uno de los sistemas estudiados utilizando como par tribológico (a) bolas de Al_2O_3, (b) bolas de SS440.

Este punto se alcanza a los 15m de recorrido para el acero inoxidable AISI 316L, 25m para el caso del Ti y la bicapa Ti/TiN y 45m para el caso del recubrimiento de Titanio. Al cambiar la bola por SS440, cambia la naturaleza del par y cambian los valores del COF de cada uno de los materiales evaluados (Figura 5b), dichos cambios son generados por la formación de partículas abrasivas producidas por el par metal – metal para los sistemas 316L, Ti/316L, Ti/TiN/316L y metal–cerámico para el sistema TiN/316L.

Estas partículas abrasivas que aparecen entre los primeros 5 y 15 metros de recorrido para el caso del 316L, TiN y Ti/TiN, y aproximadamente entre los 10 y 25 metros de recorrido para el Ti, se forman entre las dos superficies aumentando aceleradamente el valor del COF, hasta estabilizarse posteriormente por adhesión de las mismas a un COF promedio de 0.8 para el Ti, TiN y Ti/TiN y 0.99 para el 316L. Las áreas de desgaste de mayor magnitud (figura 6) se presentan en el recubrimiento de Ti. Esto ocurre dado que su ductilidad es mayor entre todos los materiales evaluados. Los valores más bajos en las áreas desgastadas se presentan para los recubrimientos de TiN. Los resultados de las áreas de desgaste muestran valores negativos y positivos correspondientes a surcos generados por partículas abrasivas y fenómenos de adhesión sobre la superficie respectivamente (ver Figura 5).

En ambos pares tribológicos, los valores positivos del área de desgaste corresponden al recubrimiento de TiN, observándose, usando la bola de SS440, que el desgaste es principalmente en la bola de SS440, generado por la diferencia de durezas entre esta y el recubrimiento de TiN (~17 GPa) [24] y posterior adhesión de las partículas generadas sobre la superficie del TiN. Usando la bola de Al_2O_3 el recubrimiento de TiN y la bola presentan valores similares de dureza, por lo que el desgaste adhesivo es mínimo entre las superficies y predomina el desgaste mecánico.

Utilizando el modelo de Archard [25], se calculo el coeficiente de desgaste específico (k) (ecuación1), observándose altos valores en el recubrimiento de Ti usando la bola de Al_2O_3 y la bola de SS440. Los valores bajos para ambos pares corresponden a los recubrimientos de TiN, debido a sus mayores propiedades mecánicas y resistencia a la deformación plástica comparado con los sistemas metálicos (figura 7).

$$k = \frac{V}{W.d} \qquad (1)$$

Donde V es el volumen desgastado (mm^3), W es la carga (N) y d es la distancia de deslizamiento.

©2013 Universidad Simón Bolívar

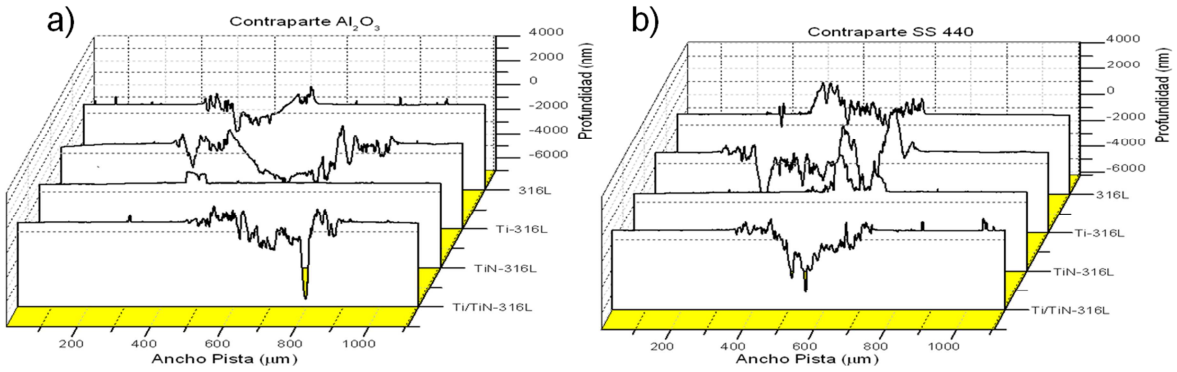


Figura 6. Perfiles de las áreas de desgaste de cada uno de los sistemas estudiados utilizando como par tribológico (a) Bola de Al_2O_3, (b) Bola de SS 440.

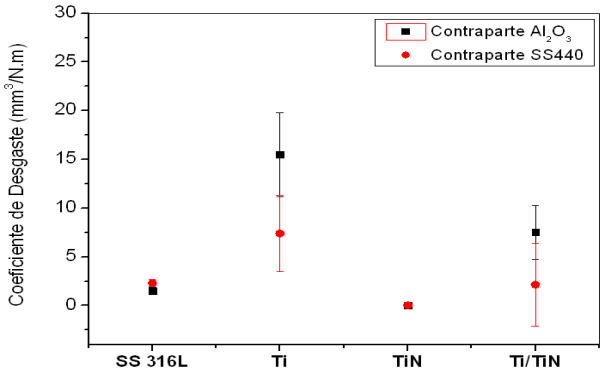


Figura 7. Coeficiente de desgaste comparativo para los diferentes sistemas

Con el fin de observar el comportamiento al desgaste de sistemas con diferente naturaleza, recubrimiento de acero-contraparte cerámica (Ti-Al_2O_3) y de la misma naturaleza recubrimiento cerámico-contraparte cerámica (TiN-Al_2O_3), se realizaron micrografías SEM de las huellas de desgaste en las pistas y contraparte en cada sistema a las mismas magnificaciones (ver Figura 8). Se confirman menores valores de desgaste en los recubrimientos de TiN comparado con los recubrimientos de Ti. Se observa que el desgaste para el Ti es generalizado, debido a mayor dureza de la bola de alúmina, reflejándose en un mayor ancho de pista y transferencia de material desgastado del recubrimiento a la bola. La mayor dureza del recubrimiento de TiN le proporciona la capacidad de soportar la carga, mostrando al final de la prueba los primeros procesos de fractura y formación de debris, por tanto menor ancho de pista y baja transferencia de material.

Los resultados obtenidos por medio de EDS (Figura 9), muestran en el caso del sistema Metal-Cerámico (recubrimiento de Titanio contra la bola de Al_2O_3), que la transferencia del recubrimiento a la superficie de la bola es alta por las menores propiedades del recubrimiento, este debris adherido sobre la superficie está compuesto de material desgastado del recubrimiento y de partículas del sustrato debido a que el desgaste prematuro supera ampliamente el espesor del mismo formándose óxidos de características abrasivas [26], así que se observa presencia elemental del material de sustrato y recubrimiento, fácilmente diferenciables químicamente debido a que la bola es de Alúmina (Ver Figura 9a).

Para los sistemas Cerámico-Cerámico, entre el recubrimiento de TiN y la bola de Al_2O_3 (Figura 9b), baja transferencia de material del recubrimiento sobre la superficie del contraparte, observándose adhesión de los primeros metros, debris y bajo desgaste de la bola de Al_2O_3. El análisis elemental muestra baja presencia de Titanio en el material adherido sobre la superficie. El debris que se forma para el TiN es un debris de características protectoras comparado con el recubrimiento de Titanio al tener mayor cohesión y comportarse como una capa de adhesión superficial que contribuye con el soporte de la carga. Este debris en presencia del vapor de agua del ambiente se forma en una doble capa, en donde la capa superior es por la formación de TiO_2 pero para este sistema a diferencia del recubrimiento de Titanio se presenta la formación de una intercapa de TiO_xN_y. Esta capa proporciona lubricación y reducción en el desgaste del recubrimiento soportando los esfuerzos generados por la presión de contacto con la contraparte [16,27].

©2013 Universidad Simón Bolívar

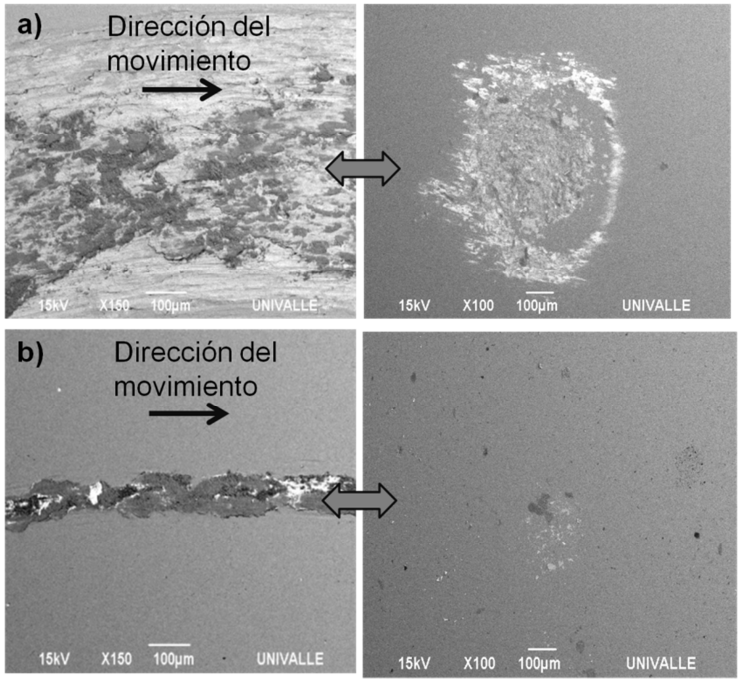
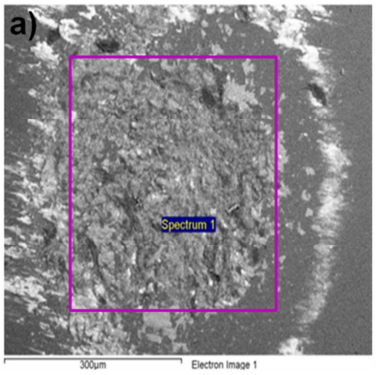
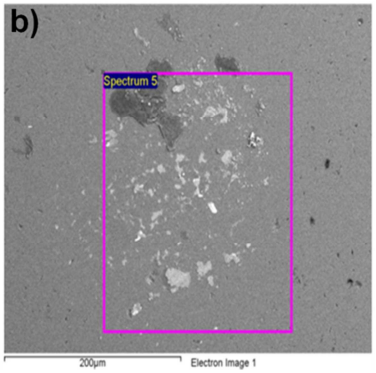


Figura 8. Micrografías SEM a del área desgastada en el recubrimiento (parte izquierda) y en la bola (parte derecha) de los sistemas (a) Ti-Al_2O_3, (b) TiN-Al_2O_3



Elemento	%peso	%Atómico
Ck	21.80	39.24
Ok	28.67	38.74
Alk	5.85	4.69
Tik	2.40	1.08
Crk	9.48	3.94
Fek	31.80	12.31
Total	100.00	100.00



Elemento	%peso	%Atómico
Ck	11.39	17.66
Ok	45.47	52.92
Alk	41.94	28.95
Tik	1.20	0.47
Total	100.00	100.00

Figura 9. Análisis Químico Superficial mediante EDS del área desgastada de las contrapartes de los sistemas (a) Ti-Al_2O_3, (b) TiN-Al_2O_3.

4. CONCLUSIONES

Los valores de dureza y modulo de elasticidad se incrementan con el tratamiento superficial para el caso de los sistemas de TiN y la bicapa de Ti/TiN. Obteniendo los mayores valores en la capa de TiN debido a su naturaleza cerámica.

El desgaste de los diferentes recubrimientos es dependiente de las propiedades mecánicas, presentando los mayores valores de coeficiente de desgaste para los recubrimientos de Ti y los menores para los recubrimientos de TiN contra ambas contrapartes Al_2O_3 y SS440. La bicapa presenta un comportamiento intermedio debido a que está constituida por ambos materiales.

El desgaste prematuro en sistemas metálicos como en el caso del sustrato de acero 316L y del recubrimiento de Ti hace que presenten transiciones rápidas a la etapa estable de las curvas de coeficiente de fricción. En el caso de los recubrimientos de TiN y de la bicapa de Ti/TiN la mayor capacidad del recubrimiento de TiN de soportar la carga y la menor formación de debris durante la etapa inicial de contacto hace que se presenten transiciones más lentas en el coeficiente de fricción.

El análisis del efecto de los pares tribológicos de los diferentes materiales en contacto (Metal-Cerámico, Cerámico-Cerámico), permitió observar que el comportamiento tribológico está en función de la resistencia a la deformación plástica pasando de modelos de desgaste con alta deformación para recubrimientos metálicos de Titanio donde predomina alto flujo plástico y adhesión a sistemas con mayor resistencia a la deformación por efecto de la carga presentando una formación de debris lenta y una tribopelícula protectora al final de la prueba.

El estudio de la morfología de desgaste a través de SEM/EDS, permitió confirmar los mecanismos de desgaste en diferentes pares tribológicos, se observó elevada presencia de material transferido de las pistas de desgaste por presencia elemental del recubrimiento de Titanio y del sustrato de acero sobre la superficie de la contraparte de Al_2O_3 de mayor dureza en el caso del sistema Recubrimiento Metálico-Contraparte Cerámica. La dureza relativamente cercana del recubrimiento de TiN y la contraparte de Al_2O_3 en el sistema Cerámico-Cerámico hace que en este sistema la formación de debris sea baja y se presente una menor área de contacto, la presencia elemental del recubrimiento sobre la superficie de la contraparte es baja.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al departamento administrativo de ciencia, tecnología e innovación de la república de Colombia (COLCIENCIAS), por el co-financiamiento de este trabajo, por medio del programa Jóvenes Investigadores e Innovadores 2011 “Virginia Gutiérrez De Pineda”.

6. REFERENCIAS

[1]. R.F. Bunshah, C. Deshpandey, “Plasma-assisted deposition techniques for hard coatings”, *Vacuum 41*, (1990), pp. 2190–2195.

[2]. C. Mitterer, F. Holler, D. Reitberger, E. Badisch, M. Stoiber, C. Lugmair, R. Nobauer, Th. Muller, R. Kullmer, “Industrial applications of PACVD hard coatings”, *Surface and Coatings Technology 163 – 164*, (2003), pp. 716–722.

[3]. S.G. Walton, C. Muratore, D. Leonhardt, R.F. Fernsler, D.D. Blackwell, R.A. Meger, “Electron-beam-generated plasmas for materials processing”, *Surface & Coatings Technology 186*, (2004), pp. 40 – 46.

[4]. B. Window, “Issues in magnetron sputtering of hard coatings”, *Surface and Coatings Technology Sl*, (1996), pp. 92-98.

[5]. K. Holmberg, A. Matthews, H. Ronkainen, “Coatings tribology contact mechanisms and surface design”. *Tribology International 31*, (1998), pp. 107–120.

[6]. Groudeva-Zotova, S. Kaltofen, U. Sebald, T. “DC Reactive Magnetron Sputter Deposition of (111) Textured TiN Films- Influence of Nitrogen Flow and Discharge Power on the Texture Formation”, *Surface and Coatings Technology 127*, (2000), pp. 144-154.

[7]. P.V. Kola, S. Daniels, D.C. Cameron, M.S. J. Hashmi, “Magnetron Sputtering of TiN Protective Coatings for Medical Applications”, *Journal of Materials Processing Technology 56*, (1996), pp. 422-430.

[8]. J.A. Ghani, I.A. Choudhury, H.H. Masjuki, “Wear mechanism of TiN coated carbide and uncoated cermets tools at high cutting speed applications”, *Journal of Materials Processing Technology 153–154*, (2004), 1067–107.

[9]. Lou H., “Effect of Deposition Conditions on the Characteristics of Reactively Sputtered Titanium Nitride Film”. *Surface and Coatings Technology 90*, (1997), pp. 123 – 127.

©2013 Universidad Simón Bolívar

[10]. S.Wilson, "Effect of temperature and sliding velocity on TiN coatings wear", *Surface and Coatings Technology 91-95*, (1997), pp. 53-59.

[11]. Liu Aihua, Deng Jianxin, Cui Haibing, Chen Yangyang, Zhao Jun, "Friction and wear properties of TiN, TiAlN, AlTiN and CrAlN PVD nitride coatings", *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials 31*, (2012), pp. 82–88.

[12]. J.L. Mo, M.H. Zhu, B. Lei, Y.X. Leng, N. Huang, "Comparison of tribological behaviours of AlCrN and TiAlN coatings—Deposited by physical vapor deposition", *Wear 263*, (2007), pp. 1423–1429.

[13]. Cano M.F, Restrepo J.S., Ruden A., González J.M. and Sequeda F. "The Effect of Substrate Temperatures on Tribological Behavior of Ti-Al-N Coating Deposited by Magnetron Sputtering". *Rev Society of Vacuum Coaters 52*, (2009), pp. 37-43.

[14]. Zhiming Yu, K. Inagawa, Zhujing Jin, "Tribological properties of TiN and TIC films in vacuum at high Temperature", *Thin Solid Films 264*, (1995), pp. 52-58.

[15]. Pei-Qiang Wu, Bin Tang, J.-P. Celis, "Effect of material transfer on the counterbody on friction and wear of TiN coatings in oscillating contacts", *Surface & Coatings Technology 201*, (2006), pp. 413–417.

[16]. Wilson, A.T. Alpas, "Tribo-layer formation during sliding wear of TiN coatings", Wear 245, (2000), pp. 223–229.

[17]. Oliver W.C, Pharr G.M, "instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology", *Journal of Materials Research* 19-1, (2004), pp. 3-20.

[18]. IBIS Nanoindentation Software Manual. Fischer-Cripps Laboratories Pty Ltd 2006, pp. 91-102

[19]. Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing. Designation: C 1624-05, ASTM International 2005, pp. 1-28

[20]. Hong Huang Jia, Ouyang Fan-Yi, Yu Ge-Ping, "Effect of film thickness and Ti interlayer on the structure and properties of nanocrystalline TiN thin films on AISI D2 steel", *Surface & Coatings Technology* 201, (2007), pp.7043–7053.

[21]. [21] Devia D.M., Restrepo J., Ruden A., González J.M., Sequeda F., Arango P.J., "The Tribological Characteristics of TiN, TiC, TiC/TiN Films Prepared by Reactive Pulsed Arc Evaporation Technique", *Society of Vacuum Coaters 52*, (2009), pp. 32-36.

[22]. Bao-Qin Fu, Wei Liu, Zhi-Lin Li, "Calculation of the surface energy of hcp-metals with the empirical electron theory", *Applied Surface Science 255*, (2009), pp. 9348–9357.

[23]. B. Subramanian, R. Ananthakumar, M. Jayachandran, "Structural and tribological properties of DC reactive magnetron sputtered titanium/titanium nitride (Ti/TiN) multilayered coatings", *Surface & Coatings Technology 205*, (2011), pp. 3485–3492.

[24]. Hainsworth S.V., Soh W.C. "The effect of the substrate on the mechanical properties of TiN coatings", *Surface and Coatings Technology*, 163 –164, (2003), pp.515–520.

[25]. Archard J. F, Hirst W. "The wear of materials under unlubricated conditions", *Proceedings of the Royal Society A* 236, (1958), pp.71–73.

[26]. S. Kataria, N. Kumar, S. Dash, A.K. Tyagi. "Tribological and deformation behaviour of titanium coating under different sliding contact conditions" *Wear 269*, (2010), pp. 797–803.

[27]. E. Santner, D. Klaffke, G. Meier zu Kijcker. "Comprehensive tribological characterization of thin TiN-based coatings", *Wear 190*, (1995), pp. 204-211.

©2013 Universidad Simón Bolívar