

Aplicación de un recubrimiento de TiAlN para el incremento de la resistencia al desgaste de una compuerta de paso fabricada en acero T9

J. Montes de Oca^{a,b}, H.J. González^a, E. Solís^c, J. Moreno^d y J. Muñoz-Saldaña^e

^aCentro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del Instituto Politécnico Nacional, Unidad Altamira, Km 14.5 Carr. Tampico-Puerto industrial Altamira, 89600, Altamira, Tamaulipas, México.

^bCentro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del Instituto Politécnico Nacional, Unidad Querétaro, Cerro Blanco 141, Col. Colinas del Cimatarío, 76148, Querétaro, México, e-mail: jmontedeoca@ipn.mx

^cHy-Teck Fluid Power,

Blvd. A. López Mateos No. 310 Pte. Col. Nvo. Aeropuerto, 89337 Tampico, Tamps. México.

^dDepartamento de Ingeniería Metalúrgica, Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas del Instituto Politécnico Nacional.

UPALM Unidad Zacatenco, 07730, D.F. México.

^eCentro de Investigación y de Estudios Avanzados, Unidad Querétaro. Libramiento Norponiente #2000, fracc. Real de Juriquilla. 76230. Santiago de Querétaro, Qro., México, e-mail: jmunoz@qro.cinvestav.mx

Recibido el 21 de abril de 2009; aceptado el 26 de junio de 2009

El presente trabajo reporta un estudio para incrementar la resistencia al desgaste de una compuerta de paso esférica (acero T9), mediante la aplicación de un recubrimiento superficial. Dicho estudio comprendió una selección de materiales y de proceso, la elaboración del recubrimiento sobre sustratos y la esfera, ensamble de la compuerta (esfera recubierta) en válvula de paso y finalmente, una evaluación de la válvula en el proceso de la central termoeléctrica. Considerando los diferentes requerimientos, una película de TiAlN elaborada mediante evaporación por arco eléctrico fue seleccionada como recubrimiento para la compuerta. La estructura cristalina, la morfología y la composición química se evaluaron por difracción de rayos X (DRX), microscópica electrónica de barrido (MEB) y espectroscópica de dispersión de energía (EDS), respectivamente. Finalmente, la dureza y módulo de elasticidad del recubrimiento fue evaluado por nanoindentación.

Descriptor: Resistencia al desgaste; recubrimiento de TiAlN; evaporación por arco eléctrico.

The present work reports a study to increase wear resistance of a ball passage floodgate (steel type T9) through the application of a thick film (coating). This study have included a material and process selection, synthesis of the coating on steel plates as substrates and spherical device, assembling of the coated floodgate on the ball valves, and finally an evaluation of the valves in the process of a thermoelectric power station. Taking into account the different requirements, a TiAlN coating prepared by cathodic arc evaporation was finally retained. The crystal structure, morphology and chemical composition of the coating were evaluated by x-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy equipped with an energy dispersive spectrometer (SEM-EDS). Finally, mechanical properties such as hardness and Young modulus were determined by nanoindentation.

Keywords: Wear resistance; TiAlN coating; cathodic arc evaporation.

PACS: 52.77.Fv; 62.20.Qp; 81.15.Ef

1. Introducción

En la búsqueda por mejorar el rendimiento de componentes y equipos que continuamente están en contacto con ambientes erosivos, se ha realizado un gran esfuerzo en investigación para disminuir el desgaste producido, teniendo en cuenta las altas exigencias de trabajo y medios agresivos de operación en los procesos modernos de producción. A nivel industrial, una de las estrategias empleadas involucra la utilización de recubrimientos duros con excelentes propiedades tribológicas [1]; los materiales más utilizados han sido los carburos, nitruros y boruros, que en combinación con metales de transición, comúnmente forman enlaces tipo covalente con una elevada dureza (por poseer alta energía de disociación de enlace) y buena tenacidad.

Algunos ejemplos de materiales duros son carburo de tungsteno (WC), carburo de titanio (TiC), nitruro de titanio (TiN) y nitruro de zirconio (ZrN). Todos ellos exhiben un bajo coeficiente de fricción, buena estabilidad química a temperaturas moderadas, buena adhesión a los materiales metálicos, buena resistencia al desgaste y excelente resistencia a la erosión [2]. En particular, la adición de Al en el TiN favorece la formación del TiAlN conservando sus propiedades e incrementando la resistencia a la oxidación a temperaturas cercanas a 900°C.

Aunque en la literatura hay diferentes formas de clasificar a los materiales, una utilizada ampliamente es la sugerida por Holleck, la cual considera la naturaleza del enlace químico presente [3]. Los materiales que exhiben un enlace metálico

presentan en general una buena tenacidad y una buena adherencia al sustrato, además de un elevado modulo de Young, mientras que los materiales de enlace covalente presentan en general una dureza muy elevada. Los materiales de carácter iónico por su parte, presentan una buena estabilidad química y un modulo de Young muy bajo. En general, todos estos materiales poseen una dureza y un punto de fusión elevados. En cuanto al coeficiente de expansión térmico (CET), éste aumenta de materiales con enlace covalente hacia los materiales con enlace metálico, pasando por los materiales con enlace iónico [3].

Las aplicaciones de tales recubrimientos incluyen barreras térmicas, aplicaciones ópticas, recubrimientos para protección de metales, semiconductores y usos decorativos. Con los recubrimientos duros es posible mejorar propiedades superficiales de los materiales o propiedades que dependen de la superficie, tales como: dureza, resistencia a la corrosión, fatiga y desgaste, así como el incremento en la estabilidad química [4,5], mejorando considerablemente el desempeño de componentes industriales tales como herramientas de corte, piñones, rodamientos y componentes de maquinaria industrial [6,7].

Un caso específico se presenta en las centrales termoeléctricas, las cuales cuentan en su sistema de producción con líneas de transporte de cenizas altamente abrasivas (compuestas principalmente de SiO₂ y CaO). Dicho transporte de cenizas es regulado mediante el uso de válvulas de paso, constituidas en su interior por un componente esférico de acero inoxidable 304L o acero T9 (compuerta de paso) de 200 mm de diámetro exterior. Debido a la acción abrasiva de las partículas de ceniza, dicho componente sufre daños severos, ocasionando en algunos casos el deterioro total de la válvula con tiempos de vida útil de aproximadamente 1 mes.

Por lo anteriormente mencionado, el objetivo de este estudio es incrementar la resistencia al desgaste de una compuerta de paso fabricada de un acero tipo T9, la cual es una parte esencial de las válvulas de paso. Para cumplir con dicho objetivo, en este trabajo se reporta una selección de materiales y proceso, la elaboración de un recubrimiento sobre sustratos planos y sobre la compuerta de paso (bola de acero), ensamble de la compuerta recubierta en la válvula de paso y, finalmente, la evaluación del desempeño de la válvula en el proceso de la central termoeléctrica.

2. Selección de materiales y proceso

2.1. Selección de materiales

Con el objeto de encontrar el material más adecuado para incrementar la resistencia al desgaste de la compuerta de paso, se efectuó una selección de materiales entre aquellos que poseen una elevada dureza. De esta manera, para la selección del material que podría aplicarse como recubrimiento protector y mejorar el desempeño en operación de la válvula de paso, surgen algunos problemas intrínsecos al sistema, debido a que es muy difícil satisfacer todas las propiedades requeri-

das de manera simultánea. En un estudio previo, Montes de Oca *et al.* [8] mostraron que es posible considerar con éxito propiedades concomitantes, mejorando el desempeño en operación de diversos componentes mecánicos. Así entonces, se fijaron los siguientes parámetros de selección:

- 1) buena adhesión del recubrimiento sobre la superficie de la esfera de acero (compuerta),
- 2) excelente resistencia a la erosión,
- 3) alta dureza del recubrimiento,
- 4) alta tenacidad, y
- 5) una elevada estabilidad química. Como se mencionó anteriormente, los materiales que exhiben un enlace metálico y/o covalente satisfacen la mayoría de los requerimientos buscados en el recubrimiento.

Algunos nitruros y carburos producidos industrialmente mediante procesos físicos en fase vapor (PVD, por sus siglas en inglés) son mostrados en la Tabla I. En la literatura ha sido bien probado que estos recubrimientos aplicados en herramientas de corte permiten una alta velocidad de producción, gracias a sus excelentes propiedades tribológicas. De los materiales presentados en la Tabla I, específicamente el TiN es un material ampliamente estudiado en forma de recubrimiento, el cual exhibe un CET de $9.35 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, cercano al que exhiben los aceros inoxidables, lo cual significa que durante el enfriamiento, el nivel de esfuerzos residuales generados en la película será adecuado para evitar la aparición de fisuras sobre el recubrimiento y por tanto, el riesgo de tener una baja adhesión será menor. Así mismo, el TiN bajo condiciones específicas de preparación puede exhibir una alta dureza (2300 HV), la cual puede ser incrementada hasta 3300 HV, bajo condiciones particulares, mediante la adición de Al, favoreciendo la formación del compuesto TiAlN. Es importante señalar que además del incremento en la dureza, la adición de Al también favorece un incremento de la resistencia a la oxidación a temperaturas elevadas (hasta 900°C), y una disminución del coeficiente de fricción, mejorando la resistencia al desgaste en un ambiente altamente abrasivo [9]. Tomando en cuenta las consideraciones antes citadas, el material seleccionado como recubrimiento para la esfera de acero fue el TiAlN.

2.2. Selección de proceso

Otro factor que se encuentra ligado a la selección del material es la selección del proceso, donde es imprescindible tomar en cuenta la viabilidad económica, las prestaciones a nivel industrial para la obtención de recubrimientos que exhiban una alta dureza y generalmente excelente resistencia al desgaste, así como la capacidad para recubrir la esfera de acero: de dimensiones relativamente considerables (200 mm de diámetro), con velocidades de depósito relativamente altas (1-2 μm/h). Teniendo presente lo antes mencionado, se fijaron los siguientes parámetros de selección para el proceso:

TABLA I. Características de nitruros y carburos producidos a nivel industrial [10].

Recubrimiento	TiN	CrN	TiAlN	TiCN	WC/C	TiAlN-WC/C
Microdureza (HV)	2300	1750	3300	3000	1000	3000
Coefficiente de fricción contra el acero (seco)	0.4	0.5	0.3	0.4	0.2	0.2
Espesor del recubrimiento (μm)	5	5	5	5	5	6
Temperatura máx. de trabajo ($^{\circ}\text{C}$)	600	700	900	400	300	800
Color del recubrimiento	dorado	gris plateado	gris violeta	gris azulado	gris azulado	gris oscuro

TABLA II. Parámetros experimentales utilizados para la elaboración de TiAlN por ARC-PVD.

Recubrimiento de TiAlN	
Blancos (50:50 %at.)	Ti:Al
Blanco (75:25 %at.)	Ti:Al
Gas inerte	Ar
Gas reactivo	N ₂
Temperatura	450-500 $^{\circ}\text{C}$
Tiempo de depósito	150 min
Presión total	1×10^{-5} mbar
Sustrato	Acero tipo T9
Espesor	$\sim 5 \mu\text{m}$
Velocidad de depósito	35 nm/min

- 1) moderada temperatura de proceso ($< 500^{\circ}\text{C}$), con el fin de evitar cambios estructurales y dimensionales, debido a que la compuerta está fabricada con acero tipo T9;
- 2) alta velocidad de depósito; y
- 3) formación de películas con alta calidad, considerando su morfología y adherencia.

A nivel industrial, en la actualidad las películas de TiAlN son ampliamente utilizadas en herramientas de corte y de formado, con uso mínimo de lubricante o maquinado en seco, debido a sus sobresalientes propiedades tribológicas. Estas películas son obtenidas principalmente por procesos PVD (a temperaturas máximas de depósito de 500°C), tales como pulverización catódica o *sputtering*, implantación iónica o evaporación por arco eléctrico reactivo. Entre las ventajas que presenta este último proceso se encuentra la gran velocidad de depósito de los materiales ($> 1 \mu\text{m/h}$), con un excelente recubrimiento sobre superficies irregulares. Por otro lado, entre diversas ventajas que ofrecen las películas de TiAlN se puede mencionar la habilidad para formar en superficie

una película densa y protectora de Al_2O_3 , la cual presenta una alta adherencia inclusive a altas temperaturas, previniendo así una difusión de oxígeno dentro del material recubierto.

En muchas aplicaciones de operación a alta velocidad, el comportamiento del TiAlN es muy superior al que exhiben las películas de TiN o de TiCN, debido a la presencia de esta película óxido-protectora. Por lo anteriormente expuesto y considerando los diversos parámetros de selección de materiales y procesos de elaboración de los mismos, en este estudio se determinó efectuar el tratamiento superficial a la esfera de acero mediante la aplicación de un recubrimiento de TiAlN, obtenido por un proceso industrial de evaporación por arco eléctrico, con el fin de mejorar la resistencia al desgaste de dicho componente.

3. Detalles experimentales

3.1. Estudio metalúrgico sobre sustratos antes y después del recubrimiento superficial

Con la finalidad de evitar alguna modificación estructural, cambio dimensional o cambio en las propiedades mecánicas de una compuerta nueva, en una primera etapa se llevó a cabo el recubrimiento sobre sustratos muestra de acero T9 de ($20 \times 50 \times 5 \text{ mm}^3$), extraídos de una bola de acero que se encontraba fuera de operación, previo análisis metalográfico y evaluación de dureza, ya que el proceso de evaporación por arco eléctrico utilizado en este trabajo requiere la exposición de la pieza a recubrir a una temperatura de 450 a 500°C durante aproximadamente 5 h. Para tal efecto, los sustratos fueron previamente pulidos hasta obtener un acabado espejo utilizando papel lija de SiC, asegurando un acabado final mediante una suspensión de alúmina (Al_2O_3) de $1 \mu\text{m}$. Posteriormente se sumergieron durante un tiempo de 40 a 50 s en un reactivo de "vilella" (1 g ácido pícrico, 5 ml HCl, 100 ml etanol), para revelar la microestructura. Finalmente la muestra se limpió con agua destilada y alcohol etílico. De la misma manera que para el sustrato de acero no recubierto, a la muestra recubierta (con una película de TiAlN) se le determinó la metalografía en la región sin depósito (zona enmascarada),

con el fin de evaluar los cambios estructurales (aumento en el tamaño de grano) y por ende algún cambio sobre las propiedades mecánicas. Para tal efecto fue necesario hacer un corte de la muestra y posteriormente llevar a cabo el pulido y ataque correspondientes con el procedimiento antes descrito.

3.2. Recubrimiento de sustratos y de la bola de acero

Un factor fundamental en la calidad del recubrimiento y su adherencia sobre el sustrato es la preparación de la superficie, previa al depósito mediante evaporación por arco eléctrico reactivo, ya establecido industrialmente. Por tal motivo, antes de obtener la película de TiAlN, fue necesario realizar una limpieza de la superficie del sustrato ($20 \times 50 \times 5 \text{ mm}^3$) en una solución de agua destilada en un baño ultrasónico para eliminar restos de sustancias orgánicas e inorgánicas. Posteriormente, con la finalidad de eliminar óxidos en superficie, la muestra se introdujo a la cámara de reacción para recibir un decapado iónico, primero en un plasma de H_2 y después en un plasma de Ar, durante 90 y 60 min, respectivamente. Hasta este punto, la temperatura del proceso fue de 250°C . El depósito fue realizado a una temperatura estimada entre 450 y 500°C , con el fin de asegurar el recubrimiento TiAlN se utilizaron dos blancos metálicos (50 % at. Ti – 50 % at. Al) y un blanco (75 % at. Ti – 25 % at. Al), todos con una pureza del 99.99 %, los cuales fueron evaporados en las paredes del reactor (ARC-PVD) a una distancia del sustrato de aproximadamente 450 mm, (ver esquema en la Fig. 1). El arco eléctrico que se forma en dicho reactor es de baja presión, el cual no se forma en todo el cátodo, sino sólo en zonas microscópicas (de $1\text{--}3 \mu\text{m}$) y durante nanosegundos (“spots”), con densidades de corriente de aprox. $10 \text{ A}/\mu\text{m}^2$. La presión de trabajo en el reactor durante todo el proceso de depósito fue de 1×10^{-5} mbar. El depósito se realizó en una atmósfera de evaporación que consistió de una mezcla de Ar+N₂. Cabe señalar que un extremo (de aprox. 5 mm) del sustrato fue cubierto con papel aluminio, con el fin de enmascarar una sección del sustrato y poder evaluar la dureza del mismo después de haber realizado el depósito. Cabe señalar que el procedimiento para elaborar el recubrimiento sobre la bola de acero fue el mismo que para los sustratos, con la única diferencia de que la bola de acero recibió un decapado químico para eliminar óxidos y toda posible contaminación en superficie, además de un microblastado con microesferas de óxido de aluminio (para favorecer una mejor adherencia) antes de ser limpiado con una solución jabonosa en ultrasonido.

Los parámetros experimentales utilizados para la elaboración de la película se muestran en la Tabla II. La eficiencia de depósito de la película en la superficie del sustrato se debe probablemente al alto grado de ionización y las altas energías que poseen los iones, de acuerdo a los datos reportados en la literatura [11]. Una vez alcanzado el tiempo de depósito, se dejó enfriar el sustrato o la bola de acero dentro de la cámara del reactor en una atmósfera de Ar, para evitar toda posible contaminación. El recubrimiento en ambos casos mostró una

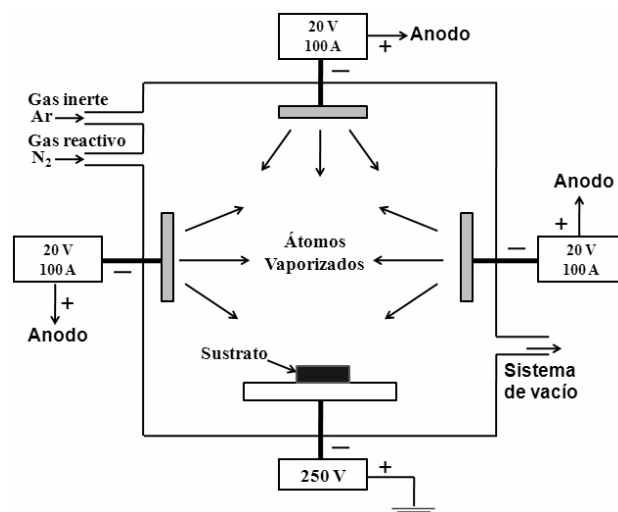


FIGURA 1. Esquema del equipo de depósito (ARC-PVD) utilizado para la elaboración del recubrimiento.

coloración violeta metálico, homogéneamente distribuido sobre toda la superficie.

3.3. Evaluación de la dureza sobre el sustrato de acero antes y después del recubrimiento

Con la finalidad de respaldar el estudio metalúrgico, y para verificar que no existiera un cambio en las propiedades mecánicas, fue necesario realizar una evaluación de la dureza al sustrato plano de acero tipo T9 ($20 \times 50 \times 5 \text{ mm}^3$). La evaluación se realizó con un microdurómetro, utilizando una carga de 200 g para obtener lecturas de dureza Vickers en diez puntos diferentes. El valor de dureza Vickers del sustrato de acero, antes y después del recubrimiento, fue obtenido promediando sólo ocho valores; el valor más bajo y el más alto fueron eliminados.

3.4. Evaluación de la dureza y modulo elástico del recubrimiento de TiAlN

Las propiedades mecánicas de dureza y módulo de Young para el recubrimiento de TiAlN fueron evaluadas en sustratos, mediante pruebas de nanoindentación, empleando un indentador piramidal Berkovich con una carga de $4000 \mu\text{N}$. Las indentaciones en el recubrimiento fueron realizadas por medio de una carga y profundidad censada en un dispositivo de indentación (Ubil Hysitron Minneapolis). La dureza y módulo elástico se calcularon aplicando el método de Oliver y Pharr [12]. Por consiguiente, el módulo de Young es dado por la siguiente ecuación:

$$E^* = \frac{s\sqrt{\pi}}{2\beta\sqrt{A}} \quad (1)$$

donde, S representa la rigidez de contacto en la descarga, $\beta \approx 1.05$ representa un factor de corrección que considera las desviaciones de rigidez, debido a la insuficiencia de simetría axial de los indentadores piramidales y A es el área de

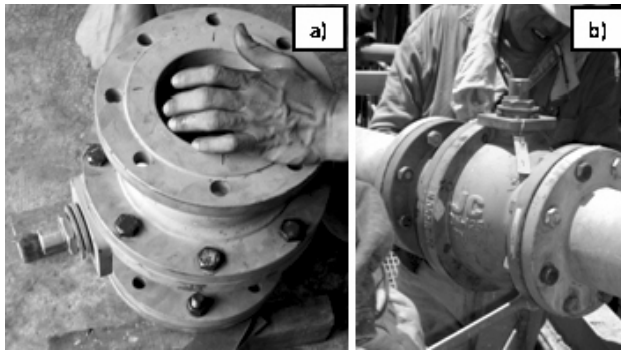


FIGURA 2. a) Ensamble de la esfera de acero recubierta en la válvula de paso, b) montaje de la válvula de paso en la central termoeléctrica.

contacto proyectada por el indentador. El módulo de Young del recubrimiento de TiAlN es calculado como

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (2)$$

En la expresión anterior, E representa el módulo de Young del recubrimiento, ν el coeficiente de Poisson del recubrimiento ($\nu_{TiAlN} = 0.20$ [13]), E_i y ν_i son el módulo de Young y coeficiente de Poisson del indentador de diamante ($E_i = 1140$ Gpa y $\nu_i = 0.07$).

3.5. Ensamble de la válvula de paso con la bola de acero tratada superficialmente

Con la esfera de acero inoxidable T9 tratada superficialmente se procedió a realizar el ensamble correspondiente en el cuerpo de la válvula de paso, tal como se muestra en la Fig. 2a, asegurando una adecuada colocación de los empaques poliméricos (compuestos de CF_4 y una carga metálica de acero inoxidable). En esta misma etapa se efectuó una prueba neumática de hermeticidad, colocando una tapa en un extremo de la válvula y utilizando un flujo de aire a 8 Kg/cm^2 de presión. Para detectar las fugas se utilizó además una solución jabonosa. Cabe señalar que después de la prueba neumática no se detectaron fugas, confirmando así la buena operación de cada uno de los elementos y del adecuado ensamble.

4. Resultados y discusión

4.1. Estudio sobre sustratos antes y después del recubrimiento de TiAlN

La micrografía del sustrato de acero T9 antes de realizar el depósito es mostrada en la Fig. 3a. Dicha microestructura está constituida por granos aciculares (semi-redondeados) en presencia de granos alargados simulando los límites de grano. Se observa también la presencia de una fase en forma de agujas u hojuelas, conocida como estructura tipo Widmanstätten.

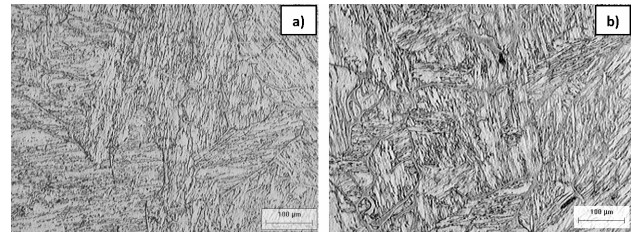


FIGURA 3. Micrografía del sustrato de acero T9, a) antes del depósito y b) después del depósito, de TiAlN.

En esta misma imagen se puede evidenciar la homogénea distribución de las fases.

Las Figs. 4a, 4b y 4c muestran la superficie y la sección transversal del recubrimiento de TiAlN elaborado sobre el sustrato de acero tipo T9. De acuerdo al análisis hecho por MEB, el recubrimiento de TiAlN exhibió una morfología con una gran cantidad de micro-huecos sobre la superficie (la mayoría de ellos menores a $1 \mu\text{m}$), característica de los depósitos elaborados por el proceso de evaporación por arco eléctrico (ARC-PVD). El espesor del recubrimiento fue de aprox. $5 \mu\text{m}$, con una ligera disminución sobre los bordes, (ver Figs. 4b y 4c). De acuerdo al análisis químico hecho por MEB-EDS, la composición química del recubrimiento fue muy homogénea sobre la superficie y todo el espesor (Fig. 4d), presentando una estequiometría cercana al TiAlN.

Después de elaborar el recubrimiento de TiAlN sobre el sustrato de acero, se llevó a cabo la determinación de la metalografía a este último (Fig. 3b), con el fin de revelar la microestructura del sustrato sobre una zona libre de depósito. Al igual que el material de acero antes de realizar el recubrimiento, la microestructura observada revela la presencia de una fase en forma de agujas u hojuelas aplanadas, conocida como estructura tipo Widmanstätten, además de una fase diferente formada en los límites de grano. Al igual que la muestra sin recubrimiento, la muestra tratada exhibió una distribución bastante homogénea con un incremento apenas perceptible en el tamaño de grano. Como puede observarse, después de una comparación de la microestructura de las muestras de acero T9 antes y después del recubrimiento con TiAlN, elaborado a una temperatura de aprox. 500°C , no se observaron cambios significativos en el tipo y forma de los granos que integran las diferentes fases presentes y sólo un ligero cambio dimensional del tamaño de grano; sin embargo, a nivel macroscópico no se presentó ningún cambio dimensional apreciable. Lo anterior sugiere la ausencia de cambios significativos en las propiedades mecánicas del material.

El espectro de difracción de rayos X característico de un recubrimiento de TiAlN obtenido sobre un sustrato plano de acero tipo T9 se muestra en la Fig. 5. El difractograma revela la presencia de reflexiones características en ángulos 2θ (37.135 , 43.146 y 75.141), las cuales fueron asociados a los planos (111), (200) y (311) de la fase fcc del $(AlTi)N_2$ [14], adicionalmente a las reflexiones características del sustrato de acero, en ángulos 2θ (44.581 , 64.881 y 82.140).

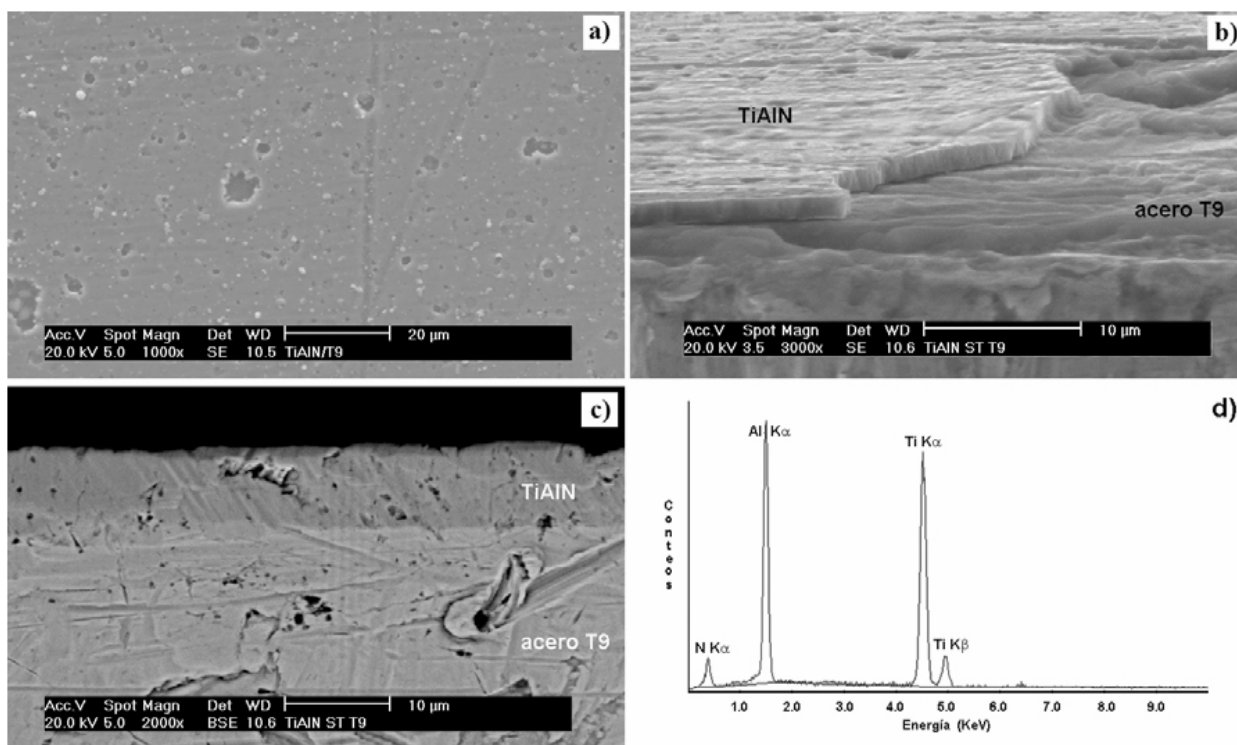


FIGURA 4. Micrografías de MEB características de un recubrimiento de TiAlN sobre un sustrato de acero tipo T9, obtenidas con electrones secundarios: a) imagen de la superficie del recubrimiento, b) imagen de la superficie del recubrimiento y del sustrato, c) sección transversal, mostrando parte del sustrato y el espesor del recubrimiento, y d) espectro EDS característico del recubrimiento, obtenido en superficie y sobre el espesor.

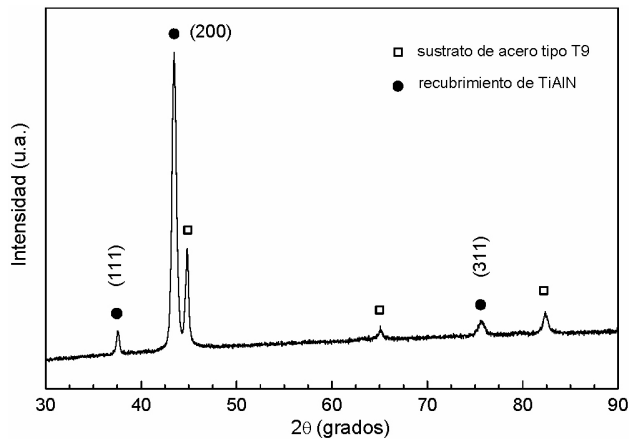


FIGURA 5. Difractograma de rayos X de un recubrimiento característico de TiAlN obtenido por evaporación por arco eléctrico (ARC-PVD).

4.2. Dureza Vickers sobre sustratos antes y después del recubrimiento

Con el fin de comprobar que después de elaborar el recubrimiento de TiAlN sobre sustratos de acero no existió un cambio considerable en las propiedades mecánicas de este último, se llevó a cabo una evaluación de la dureza. Los valores de dureza Vickers obtenidos sobre los sustratos de acero antes y después del recubrimiento se muestran en la Tabla III. De acuerdo a los valores presentados en esta tabla, los valores

promedio de dureza fueron de 221 HV y 197 HV, para las muestras antes y después del recubrimiento, respectivamente. Posteriormente, los valores de dureza Rockwell C (HRC) fueron obtenidos mediante tablas de conversión. Esta ligera disminución en la dureza del material se explica por el ligero incremento en el tamaño de grano. Los resultados del estudio metalográfico y de dureza muestran que las propiedades mecánicas del material en cuestión (en volumen) no fueron modificadas de manera significativa con el tratamiento superficial realizado. El cambio de propiedades fue reflejado exclusivamente sobre la superficie del material, las cuales son una función directa del recubrimiento de TiAlN: alta resistencia al desgaste, alta resistencia a la erosión, excelente resistencia a la corrosión, buena adherencia al cuerpo del material, etc.

4.3. Propiedades mecánicas del recubrimiento de TiAlN

La Fig. 6 muestra las curvas de carga (P) – profundidad de penetración (h), obtenidas por nanoindentación del recubrimiento de TiAlN, el cual fue sometido a una carga de $4000 \mu\text{N}$, con valores de penetración máxima (h_{max}) de 54 nm y una profundidad residual (h_f) de 12 nm. En esta figura se observa claramente un comportamiento elasto-plástico del recubrimiento. Las curvas carga contra desplazamiento ($P - h$) obtenidas permitieron calcular la dureza y el módulo de Young del recubrimiento TiAlN, los cuales fueron de 25 GPa y 322 GPa, respectivamente.

TABLE III. Valores de dureza del sustrato de acero T9, antes y después del tratamiento superficial.

PUNTO No.	PLACAS DE ACERO ANTES DEL TRATAMIENTO SUPERFICIAL		PLACAS DE ACERO DESPUÉS DEL TRATAMIENTO SUPERFICIAL	
	VH	HRC	VH	HRC
1	213.5	14.1	199.6	10.9
2	227.4	17.3	201	11.2
3	219.1	15.3	201.9	11.4
4	217.7	15	198.2	10.5
5	224.9	16.7	194.6	9.6
6	217.7	15	199.1	10.7
7	230.3	18	186.4	7.6
8	219.1	15.3	192	9.1
Dureza Promedio	221	16	197	10

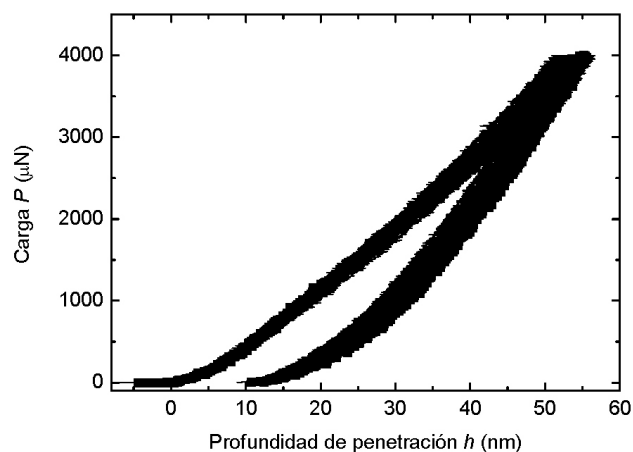


FIGURA 6. Curvas de carga – desplazamiento del recubrimiento TiAlN.

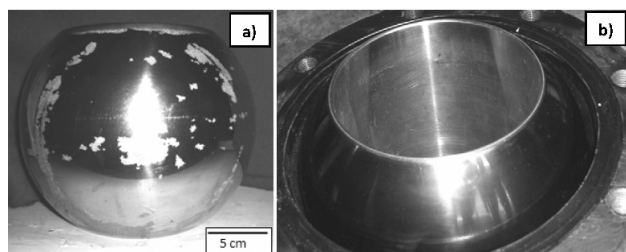


FIGURA 7. Esfera de acero recubierta con TiAlN: a) sin un microblasteado previo y b) con aplicación del microblasteado.

4.4. Recubrimiento de una bola de acero inoxidable

Los resultados antes presentados, para los sustratos-muestra de acero tipo T9, permitieron asegurar que la modificación superficial de la esfera de acero (de 200 mm de diámetro) mediante la aplicación de un recubrimiento de TiAlN por ARC-PVD se llevaría a cabo sin ningún daño mecánico, ni cambio estructural y dimensional del componente de la válvula de paso.

Cabe señalar que una de las etapas primordiales del depósito por vía física con el proceso utilizado en este trabajo es la aplicación de un microblasteado con perlas de alúmina sobre la superficie del componente, con el fin de asegurar una mejor adherencia del recubrimiento. Sin embargo, en una primera etapa, este microblasteado no fue aplicado como se muestra en la Fig. 7a, con el fin de conservar la superficie original y obtener así un recubrimiento brillante con calidad espejo. La falta de microblasteado a la esfera de acero antes del tratamiento superficial propició una baja adherencia del recubrimiento de TiAlN. Por lo tanto, en una segunda etapa, este procedimiento sí fue contemplado y la adherencia del recubrimiento por consiguiente fue considerablemente mejorada.

La aplicación del recubrimiento de TiAlN sobre la superficie de la esfera de acero inoxidable exhibió una coloración violeta con un aspecto brillante, tal como se muestra en la Fig. 7b. Es importante hacer notar que no fue necesario recubrir el interior de la compuerta de paso, debido a que el desgaste erosivo se lleva únicamente sobre el exterior.

4.5. Evaluación de la válvula de paso con la esfera de acero T9 tratada superficialmente (compuerta)

Una vez realizado el recubrimiento de TiAlN sobre la bola de acero T9 y previo análisis visual y metalúrgico para asegurar que no existió ninguna modificación, ésta fue ensamblada en la válvula de paso. La prueba neumática de hermeticidad, realizada colocando una tapa en un extremo de la válvula y utilizando un flujo de aire a 8 Kg/cm² de presión, permitió comprobar que el tratamiento superficial no generó cambio dimensional alguno ni pérdida de la esfericidad de la bola. Dicha válvula fue etiquetada e instalada en el punto más crítico de la línea de transporte de cenizas (SiO₂ y CaO) de la central termoeléctrica, tal como se muestra en la Fig. 2b.

Como se mencionó con anterioridad, el ambiente con el que se encuentra en contacto la compuerta de paso es dema-

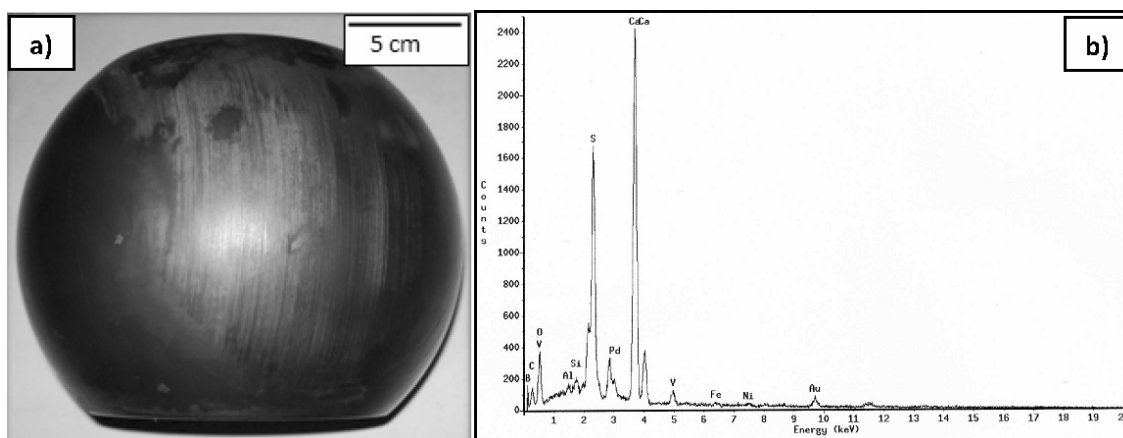


FIGURA 8. a) Esfera de acero recubierta con TiAlN, operada de manera continua en una válvula de paso durante 3.5 meses (conteniendo material adherido sobre la superficie), b) espectro de dispersión de energía (EDS) realizado en el MEB, del material adherido a la esfera de acero.

siado erosivo, de tal forma que en las condiciones actuales de operación, las válvulas presentan un periodo promedio de vida de 1 mes, con daños considerables sobre la superficie de la esfera y principalmente en la zona de contacto entre esfera y los empaques poliméricos. De esta manera y con el fin de evaluar el desempeño en operación de la esfera tratada con un recubrimiento de TiAlN, se decidió dar un seguimiento estrecho de la válvula en operación.

Después de aproximadamente 3.5 meses de operación continua, la válvula de paso en cuestión no había presentado falla alguna, por lo cual se decidió llevar a cabo una inspección visual de rutina. Esta inspección programada permitió verificar que la compuerta de paso no presentaba daño en superficie ni desprendimiento del recubrimiento de TiAlN, sino una adhesión de material sobre la superficie de la compuerta de acero, en mayor medida en la dirección del flujo de las cenizas, tal como se muestra en la Fig. 8a. Un análisis por espectroscopia de dispersión de energía (EDS) en el MEB permitió determinar que el material adherido estaba constituido principalmente de Ca, S, y O, asociados al CaSO_4 , con trazas de C, Si y V (Fig. 8b). Además, dicho análisis reveló la presencia de Fe y Ni, asociados a la carga metálica de los sellos mecánicos, producto del desgaste de los mismos. La presencia de los picos de Au y Pd está asociada al recubrimiento conductor necesario para observar las muestras en el MEB.

Una limpieza de la superficie de la bola de acero recubierta, mediante el uso de solventes, permitió la remoción completa del material adherido (CaSO_4), comprobando que la superficie del recubrimiento de TiAlN no sufrió daño alguno. Lo anterior permitió un re-ensamble de la bola en la válvula de paso, la cual fue nuevamente instalada en la línea de la central termoeléctrica para el transporte de cenizas. Hasta la fecha y después de ya casi 8 meses de operación, la válvula continúa sin presentar daño alguno del recubrimiento ni del cuerpo de la esfera en volumen, lo cual prueba exitosamente la utilización del recubrimiento en las condiciones reales de operación de la central termoeléctrica.

De esta manera, una modificación superficial de la esfera de acero T9 mediante la fabricación de un recubrimiento de TiAlN por evaporación por arco eléctrico (ARC-PVD) ha permitido incrementar considerablemente la resistencia al desgaste de componentes de válvulas de paso.

5. Conclusiones

En este trabajo se efectuó la selección del TiAlN como recubrimiento duro para incrementar la resistencia al desgaste erosivo de una compuerta de acero inoxidable tipo T9, así como la selección de la técnica de elaboración mediante evaporación por arco eléctrico reactivo (ARC-PVD) que permite la obtención de recubrimientos a una temperatura media alrededor de 500°C , misma que no interfirió en las propiedades mecánicas del acero.

La aplicación del recubrimiento TiAlN sobre la superficie de la compuerta de paso aumento considerablemente su resistencia al desgaste abrasivo y erosivo, lo cual se atribuye a un aumento de la dureza superficial, alta tenacidad y elevada estabilidad química. Con la aplicación del recubrimiento superficial se ha logrado incrementar hasta en un 800 % la vida útil de la compuerta de paso y por consiguiente se disminuyó la interrupción en el sistema de operación de la central termoeléctrica, lo cual se ve considerablemente reflejado en un ahorro económico.

Reconocimientos

Los autores desean agradecer a la Central termoeléctrica por las facilidades otorgadas para la realización de este trabajo. Asimismo agradecemos el invaluable apoyo aportado por el Instituto Politécnico Nacional, a través de la SIP y la CO-FAA.

1. Z. Vivas, N. Alba, H.E. Jaramillo, J. Caicedo y C. Amaya, *Memorias del 8 ° Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica*. (Universidad de Perú, 2007).
2. J.A. Montes de Oca *et al.*, *J. Vac. Sci. Technol. A*. **23** (2005) 394.
3. H. Holleck y V. Schier, *Surf. Coat. Technol.* **76** (1995) 328.
4. M.A. Gómez, *Memoria Doctoral No. 08028* (Universidad de Barcelona, España 2005).
5. J.A. Montes de Oca, *Tesis Doctoral No. 2582* (ICMCB Universidad de Burdeos I, Francia 2002).
6. H. Ohnuma, *et al.*, *Surf. Coat. Technol.* **177** (2004) 623.
7. J.P. Manaud, A. Poulon, S. Gomez y Y. LePetitcorps, *Surf. Coat. Technol.* **202** (2007) 222.
8. J.A. Montes de Oca, J.A. Galaviz, J.R. Vargas-García, Y. LePetitcorps y J.P. Manaud, *Rev. Mex. Fís.* **53** (2007) 386.
9. Z. Zhou *et al.*, *Surf. Coat. Technol.* **177** (2004) 198.
10. Recubrimientos BALINIT Oerlikon Balzers Coating México.
11. Stan Grainger y Jane Blunt, 2nd Ed. (Engineering Coatings, 1998).
12. W.C. Oliver y G.M. Pharr, *J. Mater. Res.*, **7** (1992) 1564.
13. Hong-Ying Chen, Jui-Hong Chen y F. Hsing Lu, *Thin Solid Films* **516** (2007) 345.
14. JCPDS – International Center for Diffraction Data, carta 071-5864. (1987).