

RECUBRIMIENTOS DUROS SOBRE HERRAMIENTAS DE PRODUCCIÓN EN SERIE OBTENIDOS POR PLASMA ASSISTED PHYSICAL VAPOR DEPOSITION PAPVD (MAGNETRÓN SPUTTERING)

G. Bejarano¹, J. –M. Caicedo³ Seth Baudín¹, A. Devia², P. Arango², G. Montealegre³

¹CDT ASTIN, SENA Regional Valle,

²Laboratorio de Física del Plasma, Manizales,

³Universidad del Valle, Laboratorio de Películas Delgadas y Recubrimientos Duros. Cali

RESUMEN

Se depositaron recubrimientos duros de Nitruro de Titanio TiN utilizando la técnica Magnetron Sputtering, sobre probetas de acero tipo herramienta . Se caracterizaron morfológica, estructural y tribológicamente, se determino: dureza, adherencia, composición, morfología y espesor de los recubrimientos. Se realizaron ensayos de Rayado, Calotest, Rockwell C, Perfilometría, Difracción de Rayos X (XRD), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Microscopía de Fuerza Atómica (AFM). Se optimizaron los parámetros de deposición sobre probetas de acero.

PALABRAS CLAVES: Recubrimientos Duros, Nitruro de Titanio, Magnetron Sputtering.

INTRODUCCIÓN

El desgaste prematuro de las herramientas origina altos costos de los procesos productivos. A través de los recubrimientos duros aplicados en las herramientas, es posible incrementar su dureza, disminuir el coeficiente de fricción, aumentar la resistencia al desgaste, a la fatiga y a la corrosión, con lo cual se logra un incremento en la vida útil de éstas hasta de un 800%, lo que puede significar un aumento de la productividad de la empresa de hasta un 60% [1,2].

EXPERIMENTAL

Se prepararon probetas de acero con acabado espejo para utilizar como sustrato de deposición. Se utilizaron aceros tipo herramienta de las casas fabricantes mas relevantes en el medio industrial colombiano. La dureza de los aceros es: 520 Vickers para los aceros AISI P20 y AISI 420, 650 Vickers para los aceros AISI O1, D3 y H13 y de 700 Vickers para el acero AISI M2.

Para la deposición de las películas se utilizó un equipo *magnetron Sputtering* (INTERCOVAMEX , modelo V4) el sistema cuenta con cuatro magnetrones de 4 pulgadas de diámetro y una capacidad para piezas de 16 cm de diámetro y 32 cm de altura [3,4].sistema de control para temperatura del sustrato, controladores y medidores de presión, 3 fuentes DC y 3 fuentes RF, medidor de espesores y opción de utilizar voltaje de polarización sobre el sustrato (BIAS).

1. Se realizo *plasma cleaning* sobre las probetas con las siguientes condiciones:

Presión: 50.0 mTorr, Atmósfera: Argón (Ar), flujo de 20 sccm, Tiempo de Lim pieza: 15 minutos, Voltaje: -850 voltios DC.

2. Se realizo *limpieza del blanco (target)* con las siguientes condiciones.

Presión: 20.0 mtorr, atmósfera: argón (ar), flujo 20 sccm , Tiempo de limpieza: 10 minutos, Potencia: 90 vatios RF.

3. Condiciones de deposición.

Para las probetas 1, 2, 3, 4 y 5 se varió la relación de la mezcla de gases, manteniendo constantes los otros parámetros de deposición.

Presión de trabajo 7×10^{-3} mBar \approx 3.5 mTorr, Flujo de argón 20 sccm

Temperatura del sustrato 200°C, Potencia del magnetrón 250 W, RF 13.6Mhz

Voltaje de polarización Bias aplicado al sustrato -100 V, DC

Se caracterizaron los recubrimientos depositado: dureza, adherencia, espesor, composición y morfología. Se utilizaron las técnicas de caracterización: prueba Calote, prueba de rayado, método de Rockwell C, perfilometría, difracción de rayos X (XRD), microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía de fuerza atómica (AFM)[4-8].

Probeta	1	2	3	4	5
Flujo N ₂ [sccm]	1	1,5	1,8	2,0	2,3
	1600 (1)	1650 (1)	1700 (1)	1800 (1)	1780 (1)
Dureza	1700 (2)	1600 (2)	1680 (2)	1780 (2)	1750 (2)
[HV _{0,10}]	1650 (3)	1650 (3)	1700 (3)	1780 (3)	1800 (3)
Adherencia	30 (1)	32 (1)	35 (1)	48 (1)	35 (1)
Carga crítica [N]	32 (2)	33 (2)	37 (2)	43 (2)	33 (2)
	30 (3)	34 (3)	35 (3)	45 (3)	34 (3)
Espesor[μm]	0.8	1.2	1.0	0.9	1.1
Color	gris	Plata	amarillo	Dorado	violeta

Tabla 1. Dureza, Adherencia, Espesor y Color del TiN en función de la relación Ar/N₂ en la mezcla del gas

Nota: (1): acero Thyrodur T-2510 de la firma Thyssen, (2): acero K-460 de Böhler y (3): acero RUS 3 de la firma Röchling.

El color dorado del nitruro de titanio se obtuvo para una relación de flujo Ar:N₂ de 10/1. Análogamente se observó baja dureza y adherencia del recubrimiento para concentraciones de nitrógeno mayores y menores al 10%. Con base en estos resultados se seleccionó la relación de mezcla 10/1 para analizar la dependencia de la dureza, la adhesión y la rata de deposición en función del voltaje de polarización Bias aplicado al sustrato. Los resultados de este análisis se muestran en la tabla 2.

Probeta (BIAS)	Probeta 6 0V	Probeta 7 -50V	Probeta 8 -100V	Probeta 9 -150V	Probeta 10 -200V
Dureza [HV _{0,10}]	1745 (1)	1790 (1)	1825 (1)	1930 (1)	1930 (1)
	1710 (2)	1810 (2)	1860 (2)	1820 (2)	1860 (2)
	1720 (3)	1820 (3)	1830 (3)	1830 (3)	1930 (3)
Adherencia	25 (1)	30 (1)	45 (1)	47 (1)	48 (1)
Carga crítica [N]	26 (2)	32 (2)	40 (2)	43 (2)	49 (2)
	28 (3)	35 (3)	47 (3)	48 (3)	45 (3)
Espesor [μm]	3.2	3.4	3.3	2.8	2.5

Tabla 2 Dureza, Adherencia y Espesor del TiN en función de la tensión Bias aplicada a la probeta de acero

Para las probetas 6, 7, 8, 9 y 10 se varió el voltaje de polarización (Bias) aplicado al sustrato, los demás parámetros del proceso se mantuvieron constantes y con los siguientes valores:

- Presión de trabajo 7×10^{-3} mBar \approx 3.5 mTorr, Flujo de argón 20 sccm, Flujo de nitrógeno 2.0 sccm
- Temperatura del sustrato 200°C, Potencia del magnetrón 250 W RF, Tiempo de deposición 2 h.

Se obtuvieron los mejores resultados de dureza y adherencia con un Bias de -150 V y -200 V respectivamente. Sin embargo el espesor del recubrimiento empieza a disminuir con un Bias superior a -100 V debido a los fenómenos de re-Sputtering, por lo cual se eligió este valor como el óptimo del proceso. Para las probetas 11, 12, 13, 14 y 15 se varió la potencia RF aplicada al magnetrón y se analizó la variación del espesor del recubrimiento.. Los valores de dureza, adherencia y espesor se muestran en la tabla 3. Los otros parámetros de proceso se mantuvieron constantes

- Presión de trabajo 7×10^{-3} mBar \approx 3.5 mTorr, Flujo de argón 20 sccm, Flujo de nitrógeno 2.0 sccm
- Temperatura del sustrato 200°C, Bias aplicado al sustrato -100 V DC, Tiempo de proceso de deposición 2 horas.

Probeta	11	12	13	14	15	1	17	18	19	20
Potencia [W]	50	100	150	200	250	300	350	400	450	500
Dureza [HV _{0,10}]	1765	1765	1770	1780	1800	1820	1825	1835	1840	1850
Espesor[μ m]	0.8	1.0	1.5	2.0	3.3	4.2	5.8	6.5	7.8	9.5

Tabla 3. Dureza, Adherencia y Espesor del TiN sobre el acero THYRODUR T-2510 en función de la potencia RF aplicada al magnetrón

Se observó que tanto la dureza como la adherencia presentan un ligero incremento con el aumento de la potencia del magnetrón, lo cual se debe ante todo al mayor nivel energético de los iones, átomos y demás partículas que llegan a la superficie del sustrato, los cuales originan una mayor densidad del recubrimiento. En particular, el espesor del recubrimiento aumenta considerablemente con la potencia del magnetrón a causa del mayor grado de ionización de los átomos de argón que se logra, con el consecuente incremento de la rata de deposición del TiN. Con el fin de no sobrecargar las fuentes de poder RF y DC, sobre todo con el recubrimiento de probetas, se determinó una potencia del magnetrón de 350 W.

Para las probetas 21, 22, 23, 24 y 25 se varió el tipo de acero, los demás parámetros de proceso se mantuvieron constantes y con los siguientes valores:

- Presión de trabajo 7×10^{-3} mBar \approx 3.5 mTorr, Flujo de argón 20 sccm, Flujo de nitrógeno 2 sccm
- Temperatura del sustrato 200°C, Potencia del magnetrón 350 W RF.
- Tensión Bias aplicada al sustrato -100 V, DC, tiempo de deposición 1 horas, con 2 fuentes

Tipo de acero]	Acero D3 Probeta 21	Acero H13 Probeta 22	Acero P20 Probeta 23	Acero 420 Probeta 24	Acero M2 Probeta 25
Dureza [HV _{0,10}]	1810	1800	1700	1720	1830
Adherencia	47	49	45	48	45
Carga crítica [N]					
Espesor (μm)	5,5	5,8	5,4	5,3	5,5
Color	dorado	Dorado	dorado	Dorado	dorado

Tabla 4 Dureza, Adherencia, Espesor y Color del TiN en función del tipo de acero

Del anterior análisis se concluyó que las propiedades físico – mecánicas tienen muy poca variabilidad para este importante grupo de aceros tipo herramienta.

CARACTERIZACIÓN.

Las figuras 1 hasta la 9 muestran algunas de las caracterizaciones realizadas a diferentes probetas

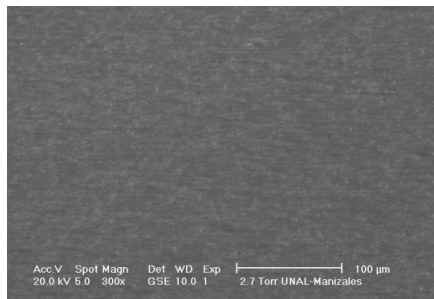


Figura 1. Imagen SEM del TiN de la probeta 8 (-100 V Bias, 20 sccm Ar y 2 sccm N₂)

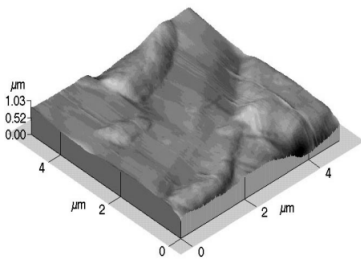


Figura 2. Imagen AFM del TiN de la probeta 9M (-150 V Bias, 20 sccm Ar y 2 sccm N₂)

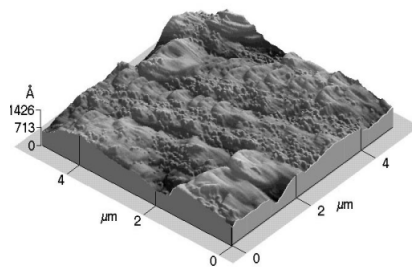


Figura 3. Imagen AFM del TiN de la probeta 6M (0 Bias, 20 sccm Ar y 2 sccm N₂)

Las figura 1 y 2 muestran una superficie muy homogénea y compacta de TiN fabricada con los parámetros optimizados del proceso de deposición, mientras que en la figura 3 se aprecia

una superficie poco densa y porosa por la falta de un Bias del sustrato, lo que origina una baja movilidad de los átomos que se depositan. Esta carencia energética de las partículas formadoras del recubrimiento conllevan también a una baja dureza y adherencia del mismo, lo que no permite una aplicación industrial de estos.

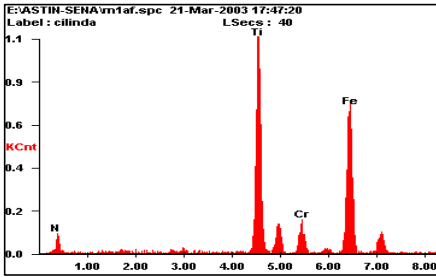


Figura 4. Espectro del Ti y del N obtenidos por EDX

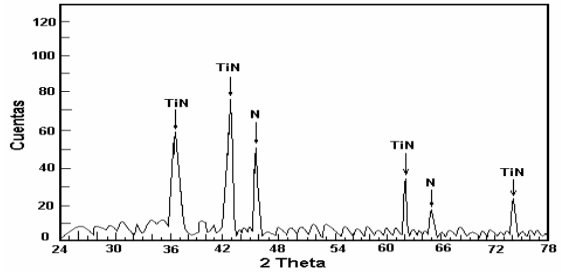


Figura 5. Espectro del TiN obtenido por Difracción de rayos X de la probeta 8

En la figura 4 se observa es espectro del titanio y del nitrógeno de la probeta 8 medidos por la microsonda de un microscopio electrónico de barrido. Estos dos elementos forman la fase de TiN, lo cual se pudo verificar mediante un análisis de difracción de rayos X (figura 5).

La adherencia del recubrimiento de TiN de las probetas 6 y 8 se determinaron mediante la prueba de rayado efectuadas con un microdurometro y aplicando cargas que oscilaron entre 0.5 y 5 kgf a través de un indentador Vickers. De igual manera se correlacionaron los resultados obtenidos en dicha medición con una medición cualitativa de la adherencia de los dos recubrimientos de TiN mediante el método de Rockwell C. La figura 6 muestra las huellas dejadas por el rayado del recubrimiento de TiN de la probeta 8 con cargas de 1, 2 y 4 kgf, las cuales no presentan desprendimiento de la película, mientras que en la figura 7 se puede observar gran desprendimiento del recubrimiento de la probeta 6 por su baja adherencia. Un comportamiento similar de la adherencia de estos dos recubrimientos se observa mediante el ensayo Rockwell C (fig 8 y 9).

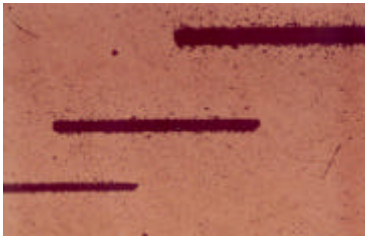


Figura 6. Prueba de rayado de la probeta 8 con 1, 2 y 4,7 kgf, x100

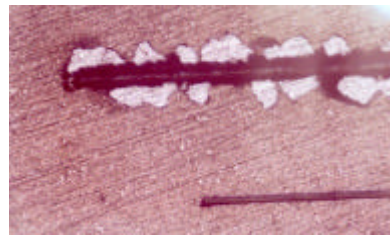


Figura 7. Prueba de rayado del TiN de la probeta 6 con cargas de 0.8 y 4 kgf.x100

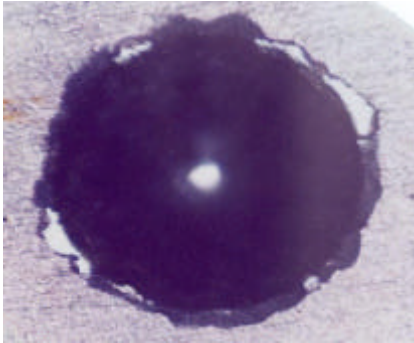


Figura 8. Adherencia del TiN de la probeta 8 mediante el método de Rockwell C.x50

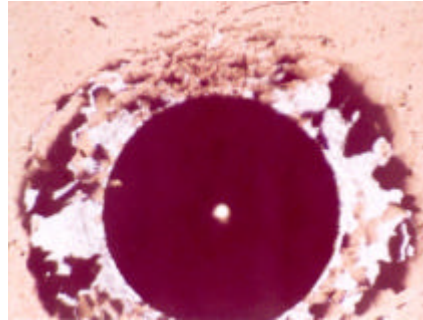


Figura 9. Adherencia del TiN de la probeta 8 mediante el método de Rockwell C.x50

CONCLUSIONES

Se demostró la dependencia de la dureza, adhesión compactación, homogeneidad con el voltaje de polarización. Bias.

Se depositaron recubrimientos duros de TiN sobre herramientas obteniendo incrementos dramáticos en la vida útil de las mismas.

Se demostró experimentalmente con pruebas de campo que los recubrimientos duros no son solamente un ejercicio académico sino que tienen aplicaciones industriales reales.

REFERENCIAS

- [1] Documento del Programa Nacional de Apoyo a la Competitividad, Innovación y Desarrollo Tecnológico de la Industria Colombiana de Herramientas, Repuestos, Piezas, Maquinaria y Equipo, 1997
- [2] Rudiger Peter "Recubrimientos Duros de las Herramientas para la conformación masiva obtenidos por la Deposición Física de Vapor PVD", Tesis doctoral de la Universidad Técnica de Renania Westfalia de Aquisgran, Alemania, 13 de diciembre de 1991.
- [3] Kiyotaka W., Hayakawa S., "Handbook of Sputter Deposition Technology", Noyes Publications, NY, USA 1992.
- [4] Kelesoglu Ergün, "Influencia del bombardeo iónico sobre la estructura, propiedades mecánicas y comportamiento frente a la corrosión del TiN, ZrN, TiB₂ y ZrB₂" Trabajo de doctorado, Facultad de Metalurgia de la Universidad Técnica de Montaña, Leoben – Austria, 1998.
- [5] Esser E., "un nuevo concepto de equipos PVD para aplicaciones industriales" Informe técnico de la firma Cemecon GmbH, Aachen, Alemania 1995
- [6] Antunes J.M, Cavaleiro A., Menezes L.F., Simoes M.I., Fernández J.V. "Ultra - microhardness testing procedure with Vickers indenter", Surface and Coatings Technology 149 (2002) 27-35.
- [7] Jenck Shimadzu "Teoría del Microscopio de Fuerza Atómica" página Web www.jenck.com/shim-spm9500-t.htm
- [8] Amigo Vicente, "Microscopia Electrónica de Barrido y sus aplicaciones", Instituto de Ciencia de los materiales de la Universidad Politécnica de Valencia, España, 1999.