33096

# INFLUENCIA DEL BOMBARDEO IÓNICO SOBRE LA MICROESTRUCTURA Y LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS DUROS

Por: <u>Ingeniero Gilberto Bejarano Gaitán</u>
Msc. en Metalurgia y Ciencia de los Materiales
Profesional CDT ASTIN

Proyecto de Recubrimientos Duros de las Herramientas de Producción en Serie, formulado por CDT ASTIN, financiado por el SENA con recursos de la Ley 344 y dirigido por el Ingeniero Gilberto Bejarano Gaitán

### INTRODUCCIÓN

Los continuos cambios tecnológicos, la globalización del mercado y la creciente competitividad conllevan a que las empresas tengan que racionalizar sus procesos productivos incorporando nuevas tecnologías, modernizando máquinas y equipos, capacitando su talento humano, ofreciendo productos y servicios de óptima calidad y precios competitivos. Este fenómeno hace que las herramientas, piezas y demás elementos de máquinas y equipos sean sometidos a esfuerzos y cargas cada vez mayores ocasionando en ellos desgaste, averías y deterioro, que perjudican la economía y la rentabilidad de la empresa, causando millonarias perdidas al sector productivo y al país.

Todos los fenómenos de desgaste sea cual fuese la causa que los origina, tienen lugar a nivel superficial en la interfase herramienta/medio circundante. Con el fin de mejorar las propiedades físicas, químicas y mecânicas en la superficie de los materiales se han desarrollado diferentes tecnologías, las cuales

podemos clasificar de acuerdo con la tabla 1.

Con miras a disminuir el fenómeno del desgaste, mejorar el comportamiento de las herramientas utilizadas en el sector metalmecánico y del plástico y a incrementar la productividad y la competitividad de este sector productivo, el CDT ASTIN formuló el proyecto "Recubrimientos Duros de las Herramientas de Producción en Serie obtenidos por la Deposición Física de Vapor asistida por un Plasma" utilizando un sistema de Magnetron Sputtering para la fabricación de los Recubrimientos y financiado totalmente por el SENA mediante recursos de la Ley 344.

Este proyecto es complementario al proyecto que sobre el mismo tema adelanta la Universidad del Valle con el apoyo de Colciencias.

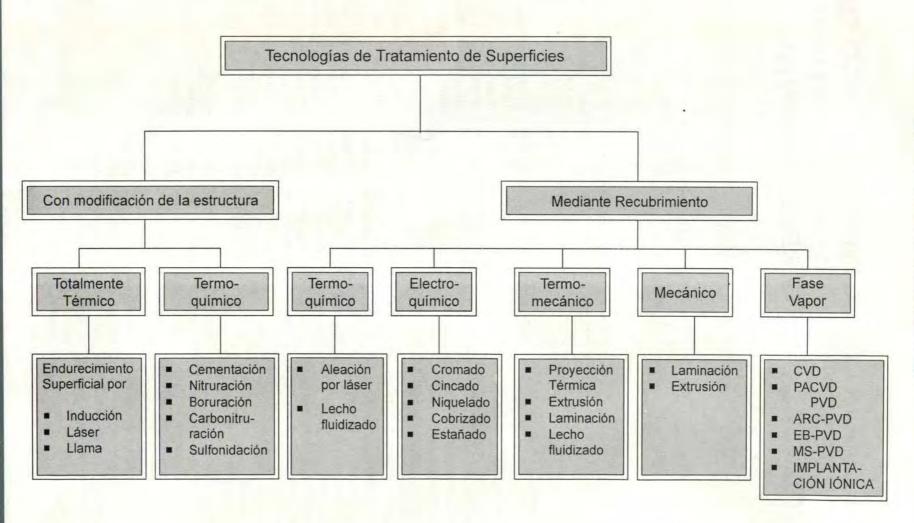
Con el propósito de correlacionar las diferentes tecnologías utilizadas en el tratamiento de superficies y apreciar el amplio espectro de aplicaciones tecnológicas de los recubrimientos duros se incluye en este trabajo el respectivo mapa tecnológico.

Con base en el análisis y en el estudio del estado del arte, el autor de este artículo, funcionario del SENA y director del proyecto, realizó una pasantía de investigación en la Universidad de Montana en Austria interactuando con el grupo de trabajo de Películas Delgadas y Recubrimientos Duros de dicha Universidad.

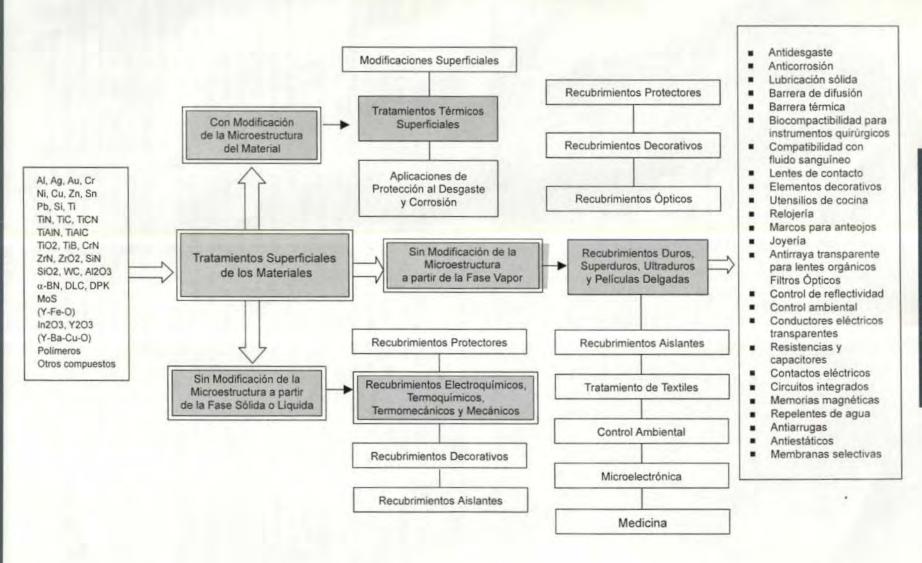
Este grupo de investigación lo dirige el Doctor Christian Mitterer, quienes se dedican al desarrollo de nuevos recubrimientos de tipo cerámico para apliaciones en herramientas y elementos de máquinas y equipos, que están sujetas a condiciones extremas de trabajo.

El trabajo constó básicamente de la deposición de recubrimientos de nitruro de titanio sobre probetas de acero, estableciendo la dependencia de la calidad del recubrimiento respecto a su microestructura y propiedades mecánicas, de parámetros fundamentales del proceso tales como la tensión aceleradora (Bias Voltage), Intensidad decampo electromagnético externo (unbalanced magnetron system) y grado de ionización (plasma

Tabla 1. Clasificación de los Tratamientos Superficiales



# Mapa Tecnológico de los Recubrimientos Duros



SENA

CDT-ASTIN

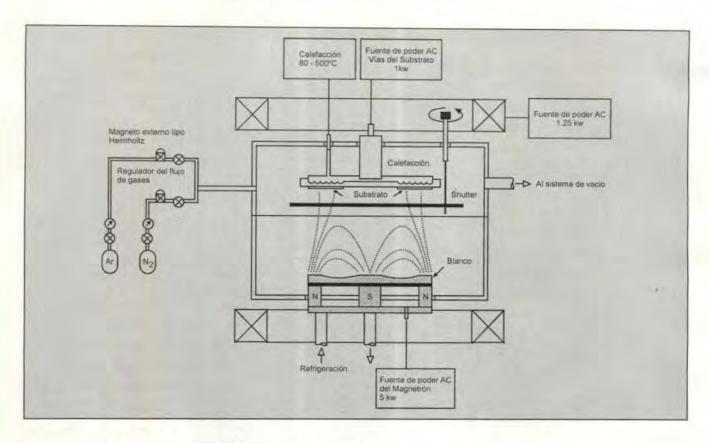


Figura 1: Sistema de Deposición Unbalanced Magnetron Sputtering

current density), para lo cual se utilizaron también los trabajos realizados por otros investigadores de dicha universidad y la correlación de los resultados obtenidos por ellos.

Para la realización del trabajo se utilizó un equipo de bombardeo iónico asistido por un campo electromagnético desbalanceado, cuya representación esquemática se observa en la figura 1. El equipo está compuesto de una recámara de acero inoxidable austenítico, el material de aporte o blanco (hace las veces de cátodo), la pieza a recubrir (que hace las veces de ánodo), un sistema de bombas para alto vacío, reguladores y controladores de flujo de gas, regulador y controlador de temperatura del substrato, regulador y controlador de presión, como también las respectivas fuentes de poder para el magnetron, para el electro-magneto externo y para el Bias del substrato.

Una vez evacuada la cámara a una presión de 2x10-5 mbar se introdujo argón, el cual es ionizado en gran parte por los electrones que fluyen del cátodo hacia el ánodo. Por la acción del campo electromagnético del magnetron los electrones son obligados a seguir un recorrido helicoidal alrededor de las líneas de flujo de dicho campo, que fluyen desde el polo norte al sur. Este hecho origina un incremento del tiempo de estadía de los electrones en el espacio plásmico y aumenta el grado de ionización en el mismo, mejorando la eficiencia del proceso de deposición.

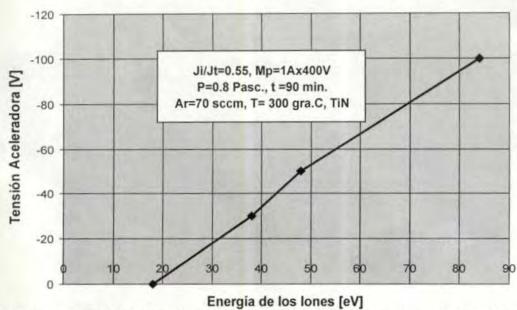
Un problema es la concentración iónica enfrente del cátodo, lo cual limita la rata de deposición en la pieza ubicada como ánodo. Con el fin de abrir las líneas del flujo magnético y dirigirlas hacia el ánodo permitiendo así incrementar la ionización en el resto del espacio plásmico entre

ambos electrodos y con ello mejorar la eficiencia y la rata de deposición del recubrimiento, se desbalancea el magnetron mediante la inclusión de un electromagneto externo del tipo Helmholtz y configurado tal como se muestra en la figura 1.

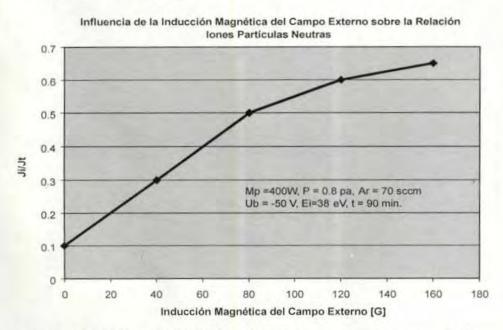
Para la realización de la investigación se ajustaron a valores constantes la potencia del magnetron, el flujo del argón, la presión interna, la temperatura del substrato y el tiempo de deposición. Solamente se variaron la tensión aceleradora (Bias Voltage) y el campo electro-magnético externo. La influencia del flujo de gas y con ello de la presión, de la temperatura del proceso y de la potencia del magnetron sobre las propiedades recubrimiento y sobre la eficiencia del proceso de deposición será publicada en otro artículo en la próxima edición de esta revista.

## **INFORMADOR TÉCNICO 62 2001**

# Influencia de la Tensión Aceleradora sobre la Energía de los lones



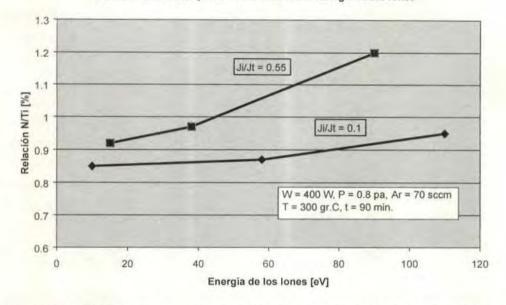
La aplicación de una pequeña tensión negativa al substrato (Bias Voltage) tiene como efecto la atracción de una gran cantidad de iones que son acelerados hacia la superficie de la pieza, removiendo aquellos átomos débilmente adheridos y compactando los Cluster de átomos que conforman la película. Al mantener los demás parámetros del proceso constantes e incrementar la tensión aceleradora del substrato, aumenta la energía de los iones que bombardean la pieza a recubrir, efecto que influye positivamente en la adherencia, densidad, dureza y coeficiente de fricción del recubrimiento (ver los siguientes diagramas). Sin embargo, existe un valor límite a partir del cual empieza a predominar el desprendimiento (fenómeno de sputtering) de átomos de la película formada por la fuerte transferencia de energía cinética de los iones y la eficiencia del proceso de deposición se reduce sustancialmente.



De este diagrama se puede apreciar como la relación de iones con respecto al número de particulas neutras Ji/Jn crece de 0.1 hasta 0.65, cuando la inducción magnética del campo externo aumenta de 0 hasta 168 Gauss. Al incrementarse el número de iones en el plasma (grado de ionización) se eleva también la rata de bombardeo del blanco y con ello la eficiencia del proceso de deposición. Por otro lado es mayor la densidad de iones que llegan al substrato mejorando las condiciones de la deposición del recubrimiento. Es de anotar que la inducción electromagnética no se puede incrementar ilimitadamente, ya que a valores muy altos, el plasma se desestabiliza y se forman descargas por arco que afectan notoriamente la calidad del recubrimiento. El flujo de iones fue determinado a partir de mediciones efectuadas con una Sonda de Langmuir.

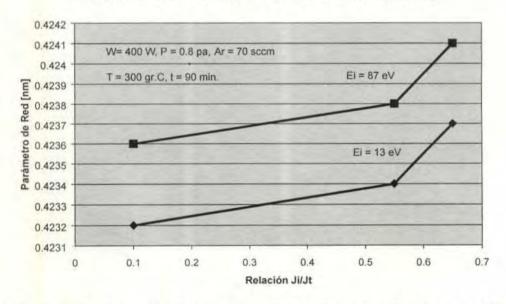
# INFORMADOR TÉCNICO 62 2001

Variación de la Estequiometria de TiN con la Energia de los lones



Muchas de las propiedades físico-químicas y mecánicas de los materiales dependen de la estequiometría de la aleación. Estas mediciones fueron realizadas en un microscopio electrónico de barrido, el cual tenía incorporado un difractómetro de rayos X de dispersión de longitud de onda (WDX-Espectrometry). El espectro así obtenido fue comparado con análisis estándares obtenidos para TiN mediante la técnica de Rutherford Backscattering (RBS), para efectos de cuantificar la aleación. A bajo grado de ionización se tiene básicamente una subestequiometría del TiN, que aumenta lentamente con la energía de los iones acercándose al valor de 1.0 para 120 eV. Para mayores valores de la densidad iónica la dependencia de la estequiometría es más notoria y por encima de 40 eV se obtienen ya recubrimientos sobreestequiométricos.

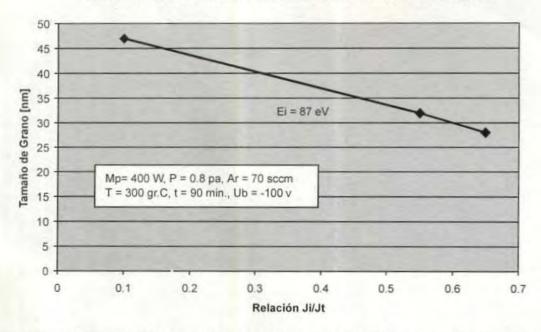
### Parámetro de Red del TiN en FUnción de la Relación Iones/Particulas Neutras



El parámetro de red crece tanto con el grado de ionización como con la energía de los iones, siendo esta última la de mayor influencia, debido ante todo al nivel de distorsión que originan los átomos y otras especies depositadas, al ocupar los intersticios de la red de titanio por efectos de la sobresaturación con dichos elementos. Este fenómeno origina microdeformaciones y tensiones internas que se reflejan en un incremento de la dureza. Es de anotar que las mediciones registradas aqui están en términos generales por debajo del valor teórico del parámetro de red del TiN de 0.4240 nm. La constitución cristalográfica y el parámetro de red se determinó mediante mediciones en un difractómetro de rayos-X (XRD).

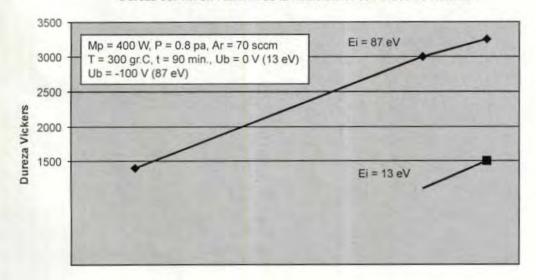
# **INFORMADOR TÉCNICO 62 2 001**

Tamaño de Grano del TiN en Función de la Relación lones/Particulas Neutras



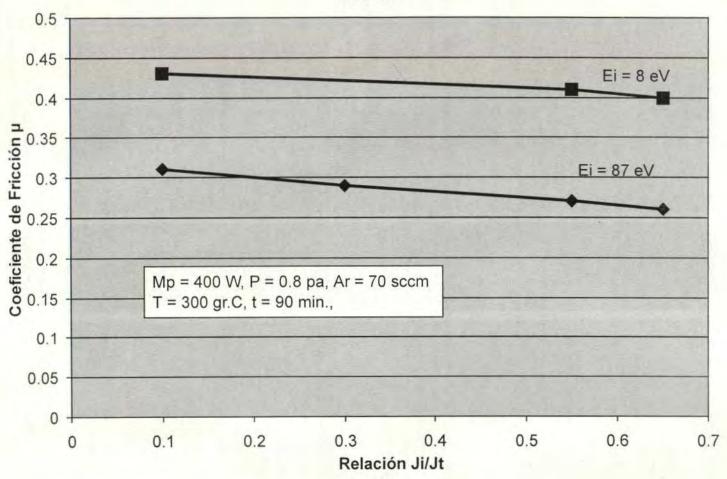
Para un valor dado de la energía de los iones que son atraídos hacía la superficie del substrato por efecto de la tensión aceleradora, el tamaño de grano disminuye con el grado de ionización (es decir con el aumento de la inducción magnética del campo externo) debido al mayor número de puntos de nucleación que se originan a nivel superficial en la pieza, a partir de los cuales crece y se desarrolla el recubrimiento. Esto resulta en una película más densa y de grano más fino con propiedades mecánicas mejoradas.

Dureza del TiN en Función de la Relación lones/Partículas Neutras



Como se aprecia en la gráfica, la dureza tiene muy poca dependencia del grado de ionización para valores bajos del mismo, sobre todo cuando se trabaja con tensiones aceleradoras pequeñas. A partir de una relación del número de iones con respecto al número de partículas neutras de 0.55, empieza a notarse un incremento pronunciado de la dureza. Para tensiones aceleradoras mayores, como en este caso de 87 eV, la dureza crece rápidamente con el grado de ionización. Esto se debe al mayor número de puntos de nucleación que originan recubrimientos mas densos. El incremento del bombardeo de la película en crecimiento con iones de mayor energía cinética a causa de la tensión aceleradora promueve una mejor adherencia y mayor densidad del recubrimiento. Del mismo modo origina un mayor nível de tensiones internas, efectos estos que resultan en un incremento considerable de la dureza del recubrimiento.

# Coeficiente de Fricción del TiN en Función de la Relación Iones/Partículas Neutras

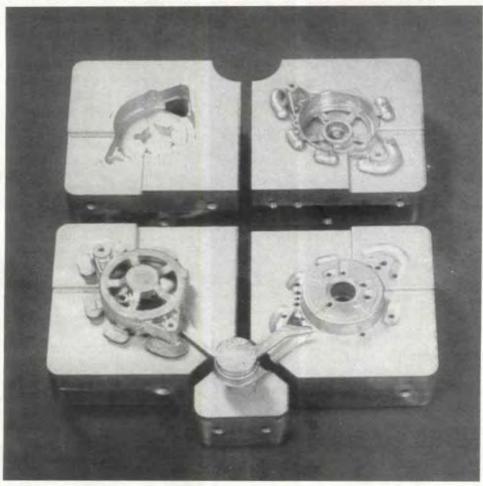


Para un mismo nivel de pulimento el coeficiente de fricción depende, entre otros aspectos, de la naturaleza misma del material. Así por ejemplo el coeficiente de fricción de un acero puede ser mejorado mediante su recubrimiento con una aleación de menor coeficiente de fricción como el TiN o el TiAlC. Sin embargo, y como ya se discutió en gráficas anteriores, las películas que se forman bajo la acción de un bombardeo iónico son mucho más densas y compactas mientras mayor sean los valores de la energía y el número de los iones impactantes (es decir mientras mayor sea el incremento de la tensión aceleradora y de la inducción magnética del campo externo). Las asperezas y las crestas a causa de la rugosidad existente de la superficie de la pieza son reducidas por el intenso bombardeo que los iones ejercen sobre ella. De esta manera disminuye adicionalmente el coeficiente de fricción de la superficie recubierta del material. El coeficiente de fricción se calculó a partir de mediciones realizadas en un equipo tribológico Pin on Disc Tester.

# INFORMADOR TÉCNICO 62 2001

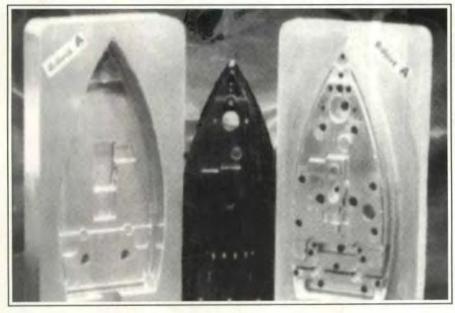
Los siguientes ejemplos muestran la gran influencia que tienen los recubrimientos duros sobre la calidad, eficiencia y vida útil de las herramientas, utilizadas en los procesos de conformación de los materiales:





	MOLDESINRECUBRIR	MOLDECONTIN
PRECIO	6.660.000 pts.	7.686.000 pts.
VIDA DE LAS CAVIDADES	150.000 Ciclos	250.000 Ciclos
VIDA DE LOS MACHOS	10.000 Ciclos	40.000 Ciclos
PARE DE MÁQUINAS	Cada 10.000 inyectadas	Por programa de Producción
COSTEPORCICLO	44,40 pts.	30,74 pts.
REDUCCIÓN DE LOS COSTOS DIRECTOS		45%

# MOLDE DE INYECCIÓN PARA CARCAZA SUPERIOR DE UNA PLANCHA



# DESPUÉS DE 80.000 PIEZAS INYECTADAS APARECERÍAN:

- Problemas de adhesión en el molde
- Problemas de brillo y textura
- . Problemas de rebaba
- . Desgaste en los puntos de inyección

# MEJORAS CON MOLDES RECUBIERTOS CON TIN

- . Menos adherencia y mayor fluidez en el molde
- Reducción en los tiempos del proceso
- . Producción de 2 millones de piezas
- . Ahorro de 2 millones de pts (1 pts. por piezas).

# TROQUELADO DE LÁMINA PARA AUTOMÓVIL

Punzón: M62 (0.8%C, 6%W, 5%Mo, 4%V, 2%C, 4.0%Cr).

Material: Acero de bajo carbono tipo HSLC.

Sin recubrir 10.000 piezas Nitruración iónica 60.000 piezas Recubierta con TiN 175.000 piezas Recubierta con TiCN 876.000 piezas



PUNZÓN DE ACERO AISI M62 PARA TROQUELADO DE CHAPA

### CONCLUSIONES

La Deposición Física de Vapor mediante la utilización de un sistema de pulverización catódica asistida por un campo electromagnético (magnetron sputtering) es la tecnología, que sin ser la más eficiente, es la de mayor flexibilidad para la deposición de recubrimientos duros y películas delgadas, la cual hace casi ilimitable la gama de materiales que pueden ser utilizados tanto para el blanco como para el substrato. Sin embargo, es también la tecnología con mayor nivel de complejidad, ya que son muchos los parámetros que intervienen y rigen el proceso de deposición. Por lo tanto, es indispensable conocer la influencia que tiene cada uno de ellos sobre la eficiencia del proceso mismo y sobre la calidad de los recubrimientos a depositar.

De este trabajo podemos concluir que con un incremento, hasta ciertos valores críticos, de la tensión acelerada, de la energía cinética, de los iones que llegan a la superficie del substrato, de la inducción magnética del campo externo y del grado de ionización del plasma, aumenta la densidad y adhesión del recubrimiento, dismínuye su tamaño de grano y su coeficiente de fricción, se eleva su dureza y mejora entérminos generales la rata de deposición del proceso.

Finalmente, quiero agradecer doctor Pedro Prietro, Director del Programa CYTED-Colombia para el fomento de la investigación en el área de los materiales, al profesor Franz Jeglitsch, Director del Instituto de Metalurgia y Ciencia de los Materiales de la Universidad de Montana, al doctor Christian Mitterer, Director del Grupo de Investigación de Recubrimientos Duros y Películas Delgadas de la misma Universidad, al doctor Mariano Benavides C., Jefe del CDT ASTIN del SENA y a la Dirección General del SENA por su apoyo y

contribución para la realización de este trabajo de investigación.

### **BIBLIOGRAFÍA**

- NEGRETE, Andrés, TAGLE, José A., MOJICA, Juan C., OÑATE, José I., Tecnologías asistidas por plasma, 1997
- Ultraharte PVD- Schichten im System Ti-B-N, Dissertation de Paul Lösbichler 1998, Universidad de Montana de Leoben, Austria.
- Handbook of Sputter Deposition Technology, Noyes Publications N.Y. USA, 1992, Kiyotaka W., Hayakawa S.
- Phys. Rev. 22, 1923, 347. I. Langmuir and K.B. Blodgett
- National Tech. Rept. Vol. 8, No. 5, 1962, 419. S. Hayakawa and K. Wasa
- Auswirkungen des Ionenbombardmente auf Struktur, mechanische Eigenschaften und Korrosionschutz gesputterter Nitrid- und Boridschichten von Ti und Zr, Dissertation 1998, Universidad de Montana de Leoben, Austria.
- Handbook of Physical Vapor Deposition Processing 1970, Donald M. Mattox
- X-ray Diffraction Procedures for polycrystallene and amorphus materials, ISBN 0-471-49369-4, Toronto 1974, Harold P. Klug and Leroy E. Alexander
- Empfehlungen zur r\u00f6ntgenographischen Struktur- und Texturuntersuchung d\u00fcnner Schichten, DIN- Fachbericht 39, 1993, T. Hirsch, V. Tomola, P. Weise.
- 10. Eigenspannungen und

- Lastspannungen, moderne Ermittlung-Ergebnisse-Bewertung, Carl Hanser Verlag, München 1982, S. 1-19, V. Hauk und E. Macherauch.
- Advanced Techniques for Surface Engineering, Kluver Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 1992, p. 135-179, Y. Pauleau, W. Gissler, H.A. Jehn.
- Vakuum Beschichtung I, Plasmaphysik- Plasmadiagnostik- Analytik, VDI Verlag, Düsseldorf 1995, p.1-172, H. Frey,
- Deposition Technologies for Film and Coatings, Noyes Publication, Park Ridge, NJ, 1982, p. 170, J.A. Thorton and R.F. Bunshah.
- Hartstoffschichten zur Verschleissminderung, DGM Informationsgesellschaft, Oberrursel, 1987, p.45, H. Jehn.
- J. Vac. Sci. Technol., 11(4) 1974, p.666, J.A. Thorton
- Phys. Met. Metallogr., 28 (4) 1969, p.83, B.A. Movchan und A.V. Demchishin
- Ann. Rev. Mater. Sci., 7 (1977)
   239, J.A. Thorton
- J. Vac. Sci. Technol., A2 (2) (1984) 500, R. Messier, A.P. Giri und R.A. Roy
- J. Vac. Sci. Technol., A7(3) (1989) 1105., D.M. Mattox
- Surf. Coat. Technol., 76-77 (1995)
   609., H. Deng, J. Chen and R.B. Inturi.
- Surf. Coat. Technol., 97 (1997) 567., P. Lösbichler und C. Mitterer.
- Recubrimientos extraduros Balinit
   1995, Balzers Elay S.A