

# Optimización de los Parámetros de Deposición del TiN sobre Aceros Tipo Herramienta obtenidos por la Tecnología del Magnetron Sputtering

Gilberto Bejarano Gaitán<sup>(1)</sup>, Baudin Seth<sup>(1)</sup>, Alfonso Devia C.<sup>(2)</sup>, Pedro Arango A.<sup>(2)</sup>, José Manuel Roque C.<sup>(3)</sup>, Germán Montealegre<sup>(3)</sup>

<sup>(1)</sup> Centro de Desarrollo Tecnológico y Asistencia Técnica a la Industria CDT ASTIN, SENA Regional Valle.

<sup>(2)</sup> Laboratorio de Física del Plasma, Manizales.

<sup>(3)</sup> Laboratorio de Películas Delgadas, Universidad del Valle, Cali.

## RESUMEN

El CDT-ASTIN formuló este proyecto, el cual incorpora una tecnología de punta y la única planta piloto del país para su transferencia al sector productivo y su incorporación a la Formación Profesional que imparte el SENA. Con el objetivo de incrementar la eficiencia y vida útil de las herramientas utilizadas en los diferentes procesos de manufactura de las empresas participantes del proyecto, se fabricaron, mediante un estudio experimental, recubrimientos de nitruro de titanio (TiN) sobre probetas de acero tipo herramienta. Para ello se seleccionaron aceros de las casas fabricantes más relevantes en el medio industrial colombiano, específicamente el acero Thyrodur T-2510 de la firma Thyssen, el acero K-460 de Böhler y el acero RUS 3 de la firma Röchling. Posteriormente se efectuaron recubrimientos del mismo material sobre los aceros AISI D3, H13, P20, 420 y M2.

Las probetas recubiertas fueron sometidas a diferentes ensayos de caracterización, donde se determinaron propiedades importantes como la dureza, la adherencia, la composición, la morfología y el espesor. Para tal fin se utilizaron técnicas de caracterización tales como la prueba Calote, la prueba de Rayado, el método de Rockwell C, la Perfilometría, la Difracción de Rayos X, la Microscopía Electrónica de Barrido y

la Microscopía de Fuerza Atómica. Estas pruebas se realizaron en alianza y colaboración con los laboratorios de Física del Plasma de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales, el Laboratorio de Recubrimientos Duros del Departamento de Física de la Universidad del Valle y el Laboratorio de Metalografía del CDT-ASTIN. Una vez optimizados los parámetros de deposición del TiN se recubrieron las herramientas aportadas por las empresas (207 piezas) y se sometieron a las respectivas pruebas de campo, lográndose un incremento de su vida útil que osciló entre 50 y un 600% con una reducción de los costos de producción de más del 40%.

**PALABRAS CLAVES:** Recubrimientos Duros, Nitruro de Titanio, Pulverización Catódica, Deposición Física de Vapor, Magnetron Sputtering.

## INTRODUCCIÓN

La industria manufacturera del país utiliza herramientas que se desgastan rápidamente originando altos costos de fabricación del producto final. 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%<sup>(1,2)</sup>.

Con base en lo anterior se desarrolló este proyecto con un costo total de \$1.297'708.683 (\$717'088.683 aportados por el SENA y \$580'620.000 aportados por las empresas Sidelva Ltda., Agraf S.A., Alúmina S.A., Bonlam Andina Ltda., Industrias Lehner S.A., Industrias de Envases S.A., Colcadenas Ltda. y Roy Alpha S.A.). El proyecto comprendió tres fases, el estudio del estado del arte, la fase experimental, recubrimientos de las herramientas y pruebas de campo y la fase de la transferencia tecnológica.

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Con el fin de obtener recubrimientos duros de nitruro de titanio con buenas propiedades físico-mecánicas, se llevó a cabo un estudio experimental con probetas de acero tipo herramienta. Se seleccionaron aceros de las casas fabricantes más relevantes en el medio industrial colombiano, específicamente el acero Thyrodur T-2510 de la firma Thyssen, el K-460 de Böhler y el acero RUS 3 de la firma Röchling. Posteriormente se efectuaron recubrimientos del mismo material sobre los aceros AISI D3, H13, P20, 420 y M2.

Las probetas con un diámetro de 12 mm y un espesor de 3 mm se sometieron a un proceso de desbaste y pulido al espejo y posteriormente a una minuciosa limpieza, que terminó con un bombardeo iónico en el interior de la cámara de deposición. Los recubrimientos se fabricaron en un equipo de Pulverización Catódica asistida por un Campo Magnético marca INTERCOVAMEX, modelo V4, el cual posee cuatro magnetrones de 4 pulgadas de diámetro y una capacidad para piezas de 16 cm de diámetro y 32 cm de altura <sup>(3,4)</sup>.

A las probetas recubiertas se les caracterizó su dureza, adherencia, espesor, composición y morfología. Para tal fin se utilizaron diferentes técnicas de caracterización tales como la prueba Calote, la prueba de Rayado, el método de Rockwell C, la Perfilometría, la difracción de Rayos X, la Microscopía Electrónica de Barrido y la Microscopía de Fuerza Atómica<sup>(4-8)</sup>. Las pruebas de caracterización se realizaron en alianza y colaboración con el Laboratorio de Física del Plasma de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales y el Laboratorio de

Recubrimientos Duros del Departamento de Física de la Universidad del Valle.

Con base en el estudio del estado del arte y en la documentación recopilada respecto a los parámetros de limpieza del sustrato, limpieza del blanco y presión base, se determinaron los siguientes parámetros para estos procesos y para todas las probetas ensayadas:

**Presión base:** =  $5.4 \times 10^{-6}$  mBar.

**Dureza:** 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.

**LIMPIEZA DEL BLANCO**

**Presión:** 20.0 mTorr.

**Atmósfera:** Argón (Ar), flujo 20 sccm.

**Tiempo de limpieza:** 10 minutos.

**Potencia:** 90 vatios RF.

**LIMPIEZA DE PROBETAS**

**Presión:** 50.0 mTorr.

**Atmósfera:** Argón (Ar), flujo 20 sccm.

**Tiempo de limpieza:** 15 minutos.

**Voltaje:** -850 voltios DC.

Para las probetas 1M, 2M, 3M, 4M y 5M se varió únicamente la relación de la mezcla de gases, los demás parámetros del proceso se mantuvieron constantes y con los siguientes valores:

- *Presión de trabajo:*  $7 \times 10^{-3}$  mBar = 3.5 mTorr, flujo de argón: 20 sccm.
- *Temperatura del sustrato:* 200°C, Potencia del magnetron: 250 W (RF).
- *Tensión Bias aplicada al sustrato:* -100 V, DC.

Del anterior análisis se deduce que el nitruro de titanio estequiométrico (color dorado) se obtuvo para una relación de flujo Ar:N<sub>2</sub> de 20/2. De igual manera puede observarse que tanto la dureza como la adherencia del recubrimiento poseen valores menores para bajas y elevadas estequiometrías del nitruro de titanio.

Flujo N <sub>2</sub> (sccm)	1 Probeta 1M	1,5 Probeta 2M	1,8 Probeta 3M	2,0 Probeta 4M	2,3 Probeta 5M
<b>Dureza (HV<sub>0,10</sub>)</b>	1600 <sup>(1)</sup> 1700 <sup>(2)</sup> 1650 <sup>(3)</sup>	1650 <sup>(1)</sup> 1600 <sup>(2)</sup> 1650 <sup>(3)</sup>	1700 <sup>(1)</sup> 1680 <sup>(2)</sup> 1700 <sup>(3)</sup>	1800 <sup>(1)</sup> 1780 <sup>(2)</sup> 1780 <sup>(3)</sup>	1780 <sup>(1)</sup> 1750 <sup>(2)</sup> 1800 <sup>(3)</sup>
<b>Adherencia</b>	30 <sup>(1)</sup>	32 <sup>(1)</sup>	35 <sup>(1)</sup>	48 <sup>(1)</sup>	35 <sup>(1)</sup>
<b>Carga crítica (N)</b>	32 <sup>(2)</sup>	33 <sup>(2)</sup>	37 <sup>(2)</sup>	43 <sup>(2)</sup>	33 <sup>(2)</sup>
	30 <sup>(3)</sup>	34 <sup>(3)</sup>	35 <sup>(3)</sup>	45 <sup>(3)</sup>	34 <sup>(3)</sup>
<b>Espesor (µm)</b>	0.8	1.2	1.0	0.9	1.1
<b>Color</b>	gris	plata	amarillo	dorado	violeta

Tabla 1. Dureza, adherencia, espesor y color del TiN en función de la relación Ar/N<sub>2</sub> en la mezcla del gas

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

Variable respuesta \ Bias (V)	0	-50	-100	-150	-200
	Probeta 6M	Probeta 7M	Probeta 8M	Probeta 9M	Probeta 10M
Dureza (HV <sub>0,10</sub> )	1745 <sup>(1)</sup>	1790 <sup>(1)</sup>	1825 <sup>(1)</sup>	1930 <sup>(1)</sup>	1930 <sup>(1)</sup>
	1710 <sup>(2)</sup>	1810 <sup>(2)</sup>	1860 <sup>(2)</sup>	1820 <sup>(2)</sup>	1860 <sup>(2)</sup>
	1720 <sup>(3)</sup>	1820 <sup>(3)</sup>	1830 <sup>(3)</sup>	1830 <sup>(3)</sup>	1930 <sup>(3)</sup>
Adherencia Carga crítica (N)	25 <sup>(1)</sup>	30 <sup>(1)</sup>	45 <sup>(1)</sup>	47 <sup>(1)</sup>	48 <sup>(1)</sup>
	26 <sup>(2)</sup>	32 <sup>(2)</sup>	40 <sup>(2)</sup>	43 <sup>(2)</sup>	49 <sup>(2)</sup>
	28 <sup>(3)</sup>	35 <sup>(3)</sup>	47 <sup>(3)</sup>	48 <sup>(3)</sup>	45 <sup>(3)</sup>
Esesor promedio (µm)	0.8 gris	1.2 plata	1.0 amarillo	0.9 dorado	1.1 violeta

Tabla 2. Dureza, adherencia y espesor del TiN en función de la tensión Bias aplicada a la probeta de acero

Con base en estos resultados se seleccionó la relación de mezcla 20/2 para analizar la dependencia de la dureza, la adhesión y la velocidad de deposición en función de la tensión Bias aplicada al sustrato. Los resultados de este análisis se muestran en la Tabla 2.

Para las probetas 6M, 7M, 8M, 9M y 10M se varió la tensión Bias aplicada al sustrato; los demás parámetros del proceso se mantuvieron constantes y con los siguientes valores:

- *Presión de trabajo:*  $7 \times 10^{-3}$  mBar = 3.5 mTorr, flujo de argón: 20 sccm, flujo de nitrógeno: 2.0 sccm.

- *Temperatura del sustrato:* 200°C, potencia del magnetrón: 250W RF, tiempo de deposición: 2h.

Como puede verse, los niveles más altos de dureza y adherencia se lograron con una tensión Bias del sustrato de -150V y -200V respectivamente. Sin embargo el espesor del recubrimiento empieza a disminuir con un Bias superior a -100V debido a los fenómenos de re-sputtering, por lo cual se eligió este valor como el óptimo del proceso. Para las probetas 11M, 12M, 13M, 14M y 15M, 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 presentan

en la tabla 3. Los demás parámetros del proceso se mantuvieron constantes:

- *Presión de trabajo:*  $7 \times 10^{-3}$  mBar = 3.5 mTorr, flujo de argón: 20 sccm, flujo de nitrógeno: 2.0 sccm.
- *Temperatura del sustrato:* 200°C, Tensión Bias aplicada al sustrato: -100V DC, tiempo de deposición: 2 horas.

Se puede apreciar 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

Variable respuesta \ Potencia (w)	50	100	150	200	250	300	350	400	450	500
	Probeta 11M	Probeta 12M	Probeta 13M	Probeta 14M	Probeta 15M	Probeta 16M	Probeta 17M	Probeta 18M	Probeta 19M	Probeta 20M
Dureza (HV <sub>0,10</sub> )	1765	1765	1770	1780	1800	1820	1825	1835	1840	1850
Adherencia Carga crítica (N)	43	45	44	45	48	48	50	53	52	53
Esesor promedio (µm)	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 Ttyrodur T-2510 en función de la potencia RF aplicada al magnetrón

Flujo N <sub>2</sub> (sccm)	Acero D3 Probeta 21M	Acero H13 Probeta 22M	Acero P20 Probeta 23M	Acero 420 probeta 24M	Acero M2 Probeta 25M
<b>Variable respuesta</b>					
<b>Dureza (HV0,10)</b>	1810	1800	1700	1720	1830
<b>Adherencia Carga crítica (N)</b>	47	49	45	48	45
<b>Espesor (µm)</b>	5.5	5.8	5.4	5.3	5.5
<b>Color</b>	dorado	dorado	dorado	dorado	dorado

Tabla 4. Dureza, adherencia, espesor y color del TiN en función del tipo de acero

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 velocidad de deposición del TiN. Con el fin de no sobrecargar las fuentes de poder RF y de DC, sobre todo con el recubrimiento de probetas, se determinó una potencia del magnetrón de 350 W.

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

- *Presión de trabajo:*  $7 \times 10^{-3}$  mBar = 3.5 mTorr, flujo de argón: 20 sccm, flujo de nitrógeno: 2 sccm.
- *Temperatura del sustrato:* 200°C, potencia del magnetrón: 350W RF.
- *Tensión Bias aplicada al sustrato:* -100 V, DC, tiempo de deposición: 1 hora, con 2 fuentes.

Del anterior análisis podemos concluir que las propiedades físico-mecánicas tienen muy poca variabilidad para este importante grupo de aceros tipo herramienta. Queda la inquietud de investigar como variarían dichas propiedades en función de la temperatura del sustrato, ya que los aceros tratados aquí poseen diferentes temperaturas de revenido. Así, por ejemplo los

aceros AISI H13 y M2 permiten un proceso de deposición de hasta 600°C, mientras que el acero AISI D3 solamente hasta 200°C.

Las Figuras 1 hasta la 9 muestran algunas de las caracterizaciones realizadas a diferentes probetas. Las Figuras 1 y 2 muestran una superficie muy homogénea y compacta del 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



Figura 1. Imagen SEM del TiN de la probeta 8M (-100 V Bias, 20 sccm Ar y 2 sccm N<sub>2</sub>)

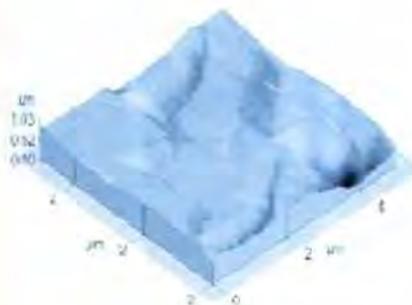


Figura 2. Imagen AFM del TiN de la probeta 9M (-150 V Bias, 20 sccm Ar y 2 sccm N<sub>2</sub>)

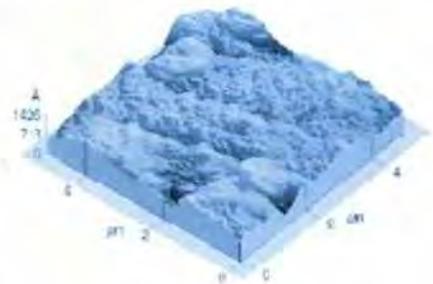


Figura 3. Imagen SEM del TiN de la probeta 6M (0 Bias, 20 sccm Ar y 2 sccm N<sub>2</sub>)

baja dureza y adherencia del mismo, lo que no permite una aplicación industrial de éstos.

En la Figura 4 se observa el espectro del titanio y del nitrógeno de la probeta 8M medidos por la microsonda de un microscopio electrónico de barrido.

Estos dos elementos forman la fase del 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 6M y 8M se determinó mediante la prueba de

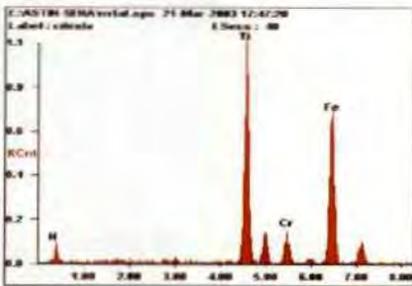


Figura 4. Espectro del Ti y del N obtenidos por SEM

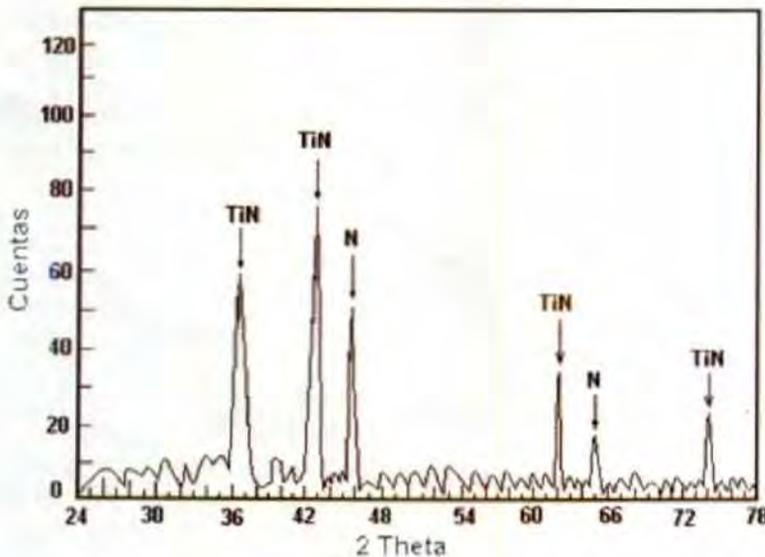


Figura 5. Espectro del TiN obtenido por Difracción de rayos X de la probeta 8M

rayado efectuada con un microdurómetro 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 8M 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 6M por su baja adherencia.

Un comportamiento similar de la adherencia de estos dos recubrimientos se observa mediante el ensayo Rockwell C (Figuras 8 y 9).

Para la medición in situ del espesor de los recubrimientos se utilizó un oscilador de cuarzo, el cual oscila con una frecuencia de 5.6 MHz. Para la calibración del oscilador y la verificación de los espesores medidos, se llevaron a cabo otras mediciones mediante técnicas de microscopía electrónica de barrido, perfilometría y Calotest (ver Figura 10). En el último caso se pone a rotar un balín de una pulgada de diámetro, que ha sido previamente humedecido con una solución de pasta de diamante, sobre la superficie de la muestra.

El espesor "h" del recubrimiento se calcula a partir del diámetro del balín "φ" utilizado y de los diámetros externo "D" e interno "d" de la huella mediante la fórmula:

$$h = (D^2 - d^2) / 4 \cdot \phi$$



Figura 6. Prueba de rayado de la probeta 8M con 1, 2 y 4 Kgf (x100)



Figura 7. Prueba de rayado del TiN de la probeta 6M con cargas de 0.8 y 4 Kgf (x100)



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

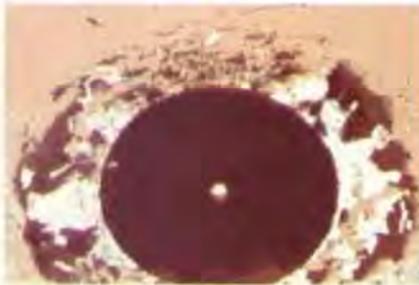


Figura 9. Adherencia del TiN de la probeta 8M mediante el método de Rockwell C (x50)



Figura 10. Calotest efectuado a un recubrimiento de TiN (x50)

### CONCLUSIONES

La optimización de los parámetros de deposición del nitruro de titanio posibilitó su aplicación sobre herramientas de conformación y mecanizado de 10 diferentes participantes de este proyecto.

Los resultados de las pruebas de campo, que serán publicados en una próxima edición, demostraron el impacto económico que la tecnología de los Recubrimientos Duros tiene sobre los procesos productivos de las empresas manufactureras.

Queda por implementar otro tipo de recubrimientos como el nitruro de titanio aluminio (TiAlN), el nitruro de zirconio (ZrN), el carbo-nitruro de titanio (TiCN) y el nitruro de cromo (CrN), entre otros, los cuales permiten ampliar la gama de aplicaciones industriales de estos materiales.

### RECONOCIMIENTOS

Queremos expresar nuestros sinceros agradecimientos a la Dirección General del SENA y la Secretaría Técnica, quienes aprobaron y financiaron en su totalidad este proyecto; al Ex-director del CDT-ASTIN, doctor Mariano A. Benavides y a la actual Directora, ingeniera Aura Elvira Narváez, por todo el apoyo brindado para sacar adelante este proyecto.

Agradecemos de manera especial al doctor Pedro Prieto por el acompañamiento y asesoría durante el tiempo de ejecución de este trabajo de investigación.

### 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. y 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, TiB<sub>2</sub> y ZrB<sub>2</sub>". Trabajo de doctorado, Facultad de Metalurgia de la Universidad Técnica de Montana, 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. 2002.

[7] Jenck, Shimadzu. "Teoría del Microscopio de Fuerza Atómica". [www.jenck.com/shim-spm9500-t.htm](http://www.jenck.com/shim-spm9500-t.htm)

[8] Amigo, Vicente. "Microscopía Electrónica de Barrido y sus Aplicaciones". Instituto de Ciencia de los materiales de la Universidad Politécnica de Valencia, España. 1999.

