

DUREZA DE RECUBRIMIENTOS DE TiVN Y TiN SOBRE ACERO INOXIDABLE AISI-316 Y ACERO RAPIDO HSS

Robinson Figueroa, Arturo Talledo

Laboratorio de Recubrimientos Duros de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería.

RESUMEN

Reportamos aquí la producción de recubrimientos duros de TiN y TiVN sobre acero inoxidable y acero de alta velocidad por la técnica de magnetron sputtering. La dureza compuesta Vickers, o dureza del sistema sustrato más recubrimiento, fue medida con la ayuda del micro-durometro Buehler Micromet 2101. Todos los resultados obtenidos indican un valor de la dureza compuesta mayor que la del sustrato. Siguiendo un modelo previamente propuesto por otros autores se ha determinado la contribución de la dureza de los recubrimientos a la dureza compuesta. El espesor de las capas, en un tiempo de 140 minutos, es en promedio de 4,3µm. Los valores de dureza obtenidos oscilan entre 1100 y 2200 kg/mm²

ABSTRACT

Here we report the production of TiN and TiVN hard coatings onto stainless steel and high speed steel by the dc magnetron sputtering technique. The Vickers composite hardness, or hardness of the (substrate + coating) system, was measured by using the Buehler Micromet 2101 instrument. The results show that the composite hardness is always better than that of the substrate. Following a model previously proposed by other authors we have determined the contribution of the film to the composite hardness. The thickness of the films produced in periods of 140 minutes, is 4,3µm as an average. The hardness values oscillate between 1100 y 2200 kg/mm²

INTRODUCCION

La deposición de capas protectoras de materiales de alta dureza, tales como nitruro de titanio TiN, sobre la superficie de herramientas de corte o piezas de maquinaria sometidas al desgaste es una rama de la ingeniería de materiales que viene desarrollándose desde 1969 [1] y está en pleno desarrollo. En la Universidad Nacional de Ingeniería se vienen produciendo estos materiales de alta dureza desde 1994 [2], [3] y [4]. Sin embargo, puesto que las capas protectoras tienen un espesor de alrededor de 4,00 µm y puesto que el proceso de medida de dureza implica la penetración de una punta de diamante que produce una profundidad en la muestra del mismo orden de magnitud; resulta difícil, a partir de una medida de la dureza del sistema (recubrimiento más sustrato), decir cuál es la contribución de la capa protectora y cuál la del sustrato. En este artículo, aplicamos un método desarrollado por B. Jönsson y S. Hogmark [5] para deducir la dureza Vickers de la capa protectora a partir de la dureza compuesta o dureza del sistema.

TEORIA

La dureza vickers H_v , está definida por, [6]:

$$H_v = \frac{\text{Carga aplicada (P)}}{\text{área de la indentación resultante(S)}}$$

La carga que se aplica es un indentador de diamante que tiene forma de pirámide cuyo ángulo de cara es

$$\phi = 136^\circ.$$

Después de la impresión del indentador se produce una huella piramidal cuya base tiene diagonal d , profundidad D y arista de la base L , ver figura 1. El área de la indentación resultante es $S = 4$ veces el área de la cara lateral de la pirámide deformada, esto es:

$$S = \frac{L^2}{\text{sen}(\phi/2)} \quad (1)$$

Por otra parte, el área A de la base piramidal de la indentación es:

$$A = L^2 = \left(\frac{d^2}{\sqrt{2}} \right) = \left(\frac{\sqrt{2}}{2} d^2 \right) \quad (2)$$

Es útil señalar la relación entre la profundidad D y la diagonal de impresión d :

$$D = \frac{d}{2\sqrt{2}} \cdot \tan 22^\circ \quad (3)$$

Entonces:

$$H_v = 1,8544 \cdot \frac{P}{d^2} \quad (4)$$

Para hacer una separación detallada de la contribución de la capa y del sustrato a la dureza compuesta se requiere conocer:

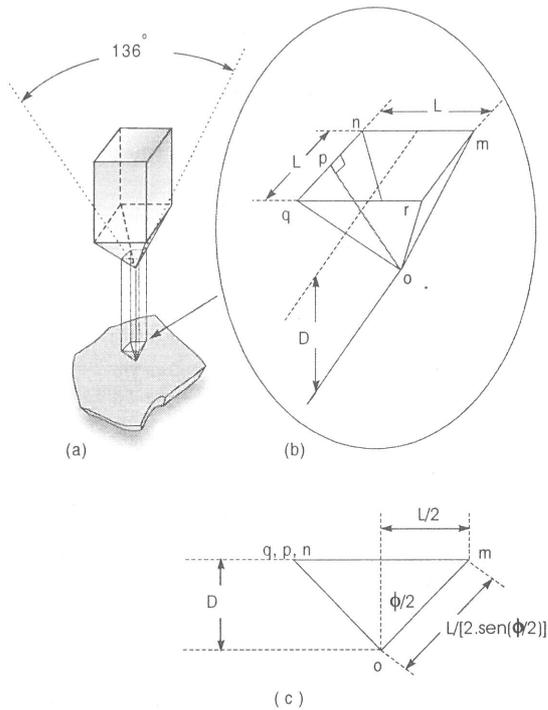


Fig. 1 (a) Indentador de diamante (b) Huella después de la Indentación que se hizo sobre un material (c) Vista frontal de la indentación del material.

- Comportamiento elástico y plástico de la capa y sustrato
- Característica de la interfase
- La fricción entre la superficie del indentador y la capa en el momento de la indentación.

Esta es una tarea demasiado pesada por la cantidad de cálculos que involucra. El modelo de Jönsson y Hogmark es, en cambio, un modelo más simple que se basa en el hecho de que la dureza compuesta H_c proviene de la presión de contacto durante el proceso de indentación. Esta presión se distribuye en el área de contacto del indentador y sistema (sustrato – capa). Parte de esta presión se transmite al sustrato y la otra parte se aplica a la capa provocando así la deformación del sistema. El modelo considera que la dureza compuesta H_c es el valor medio ponderado de la dureza de la capa H_f y la dureza del sustrato H_s , según:

$$H_c = \frac{A_f}{A} H_f + \frac{A_s}{A} H_s \quad (5)$$

Donde A_f y A_s son respectivamente las áreas de la capa y del sustrato en contacto con el indentador, A es la suma de A_f y A_s .

Según sea el sustrato más duro que la capa protectora o que la capa sea mas dura que el sustrato, se distinguen dos modelos:

Modelo 1

En este modelo se considera que la fuerza que aplica solamente afecta al área donde se aplica el indentador. El perímetro no es afectado según este modelo por lo que el espesor de la capa no deformada es mayor que en la parte impresa. Luego, considerando esta apreciación se obtiene una relación lineal entre la variación de peso y la profundidad de la impresión, para un espesor t de la capa:

$$\Delta P_1 = (8tD \cdot \cos 22^\circ - 4t^2 \sin^2 22^\circ \cdot \cos 22^\circ) \times (H_f - H_s)$$

Modelo 2

En este modelo, el espesor de la capa se mantiene tanto dentro como afuera de la impresión formada. De esta forma se consigue obtener una relación lineal entre la variación de peso y la profundidad de la indentación:

$$\Delta P_2 = \left(\frac{8 \cdot \tan 11^\circ}{\tan 22^\circ} t \cdot D - 4t^2 \cos 22^\circ \tan^2 11^\circ \right) \times (H_f - H_s)$$

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Producción de los recubrimientos

El sustrato que se ha utilizado fue acero inoxidable AISI-316 y acero rápido HSS sometidos a pulidores cuyos números son 360, 400, 600 y 800 además de un paño. Cada uno de estos pulidores se usan en conjunto con una maquina Polisher Ecomet I, marca Buehler. Luego es sometido a una limpieza con acetona para después realizar la deposición, figura 4.

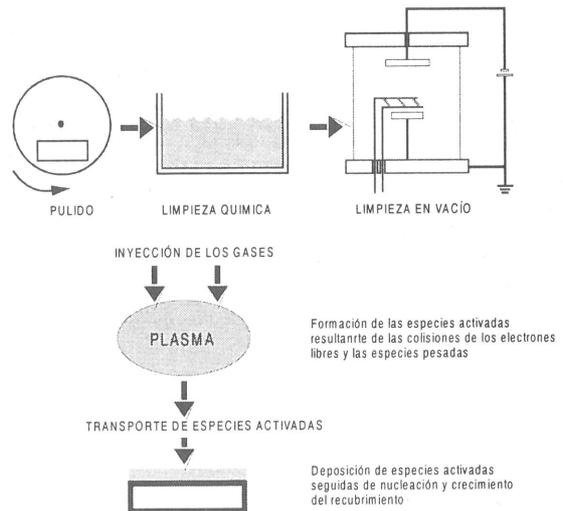


Fig. 4 Secuencia de los pasos para la producción de un recubrimiento.

El equipo que se utiliza para la obtención de la muestra a través de la técnica de pulverización catódica es "REACTIVE DC MAGNETRON SPUTTERING". Antes de realizar la deposición se requiere un vacío de fondo dentro de la cámara alrededor de 10^{-5} mbar. Respecto a las condiciones de deposición se realizaron bajo una corriente de 400 mA, a una temperatura de 440°C , en un tiempo de deposición de 140 minutos los parámetros de deposición están indicados en la tabla 1.

Tabla 1 Parámetros de deposición en la deposición de recubrimientos de TiN y TiVN

Material depositado	P_{N_2} (mbar)	$P_{(\text{N}+\text{Ar})}$ (mbar)
TiN	$5,2 \times 10^{-4}$	$6,1 \times 10^{-3}$
TiVN	$5,6 \times 10^{-4}$	$6,3 \times 10^{-3}$

Medida del espesor

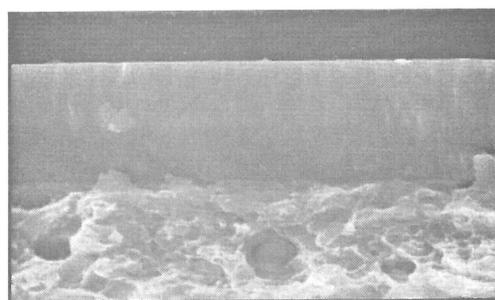
Para determinar el espesor de la capa depositada se tomaron micrografías SEM solamente para muestras de nitruro de titanio, TiN sobre acero rápido, ver figura 5. Con este propósito las muestras fueron fracturadas y la medida del espesor que se obtuvo fueron $4,11 \mu\text{m}$ y $4,50 \mu\text{m}$

Medidas de dureza

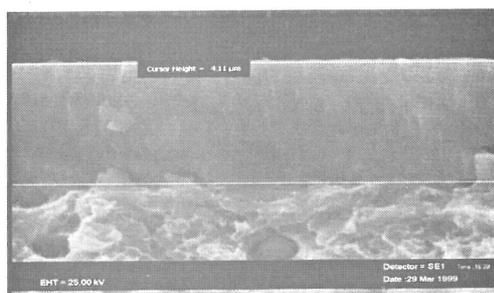
Las medidas de dureza Vickers se realizaron con el equipo Buehler Micromet 2101, [7], capaz de aplicar cargas al indentador de 1, 5, 10, 50, 100, 300, y 500 gramos.

Las cargas fueron aplicadas con un tiempo de contacto (el tiempo que el indentador está sobre la superficie de la muestra) de 10 segundos. Las medidas de dureza Vickers fueron repetidas en 10 veces para incrementar la precisión en la medida y a su vez para promediar una posible diferencia en la sección transversal de la capa. La precisión con que se mide las diagonales de la indentación, a través del microscopio adherido al micrómetro, es de $0,5 \mu\text{m}$. Las medidas fueron hechas tales como se representa en la figura 6.

Con los resultados obtenidos de las diagonales (horizontales y verticales) y conjuntamente con la ecuación 4, podemos determinar la dureza compuesta capa-substrato y del propio substrato.



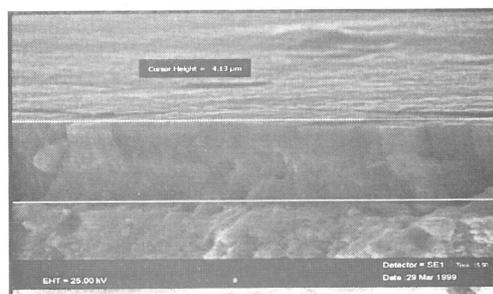
a



b



c



d

Fig. 5: micrografía SEM de las secciones transversales de deposiciones de TiN, durante 140 minutos de deposición. En la fig.5a se visualiza el corte y en la fig. 5b se observa las dimensiones del espesor de la capa. En la fig.5c se observa la otra muestra con su respectivo corte transversal y en la fig.5d las dimensiones de su espesor.

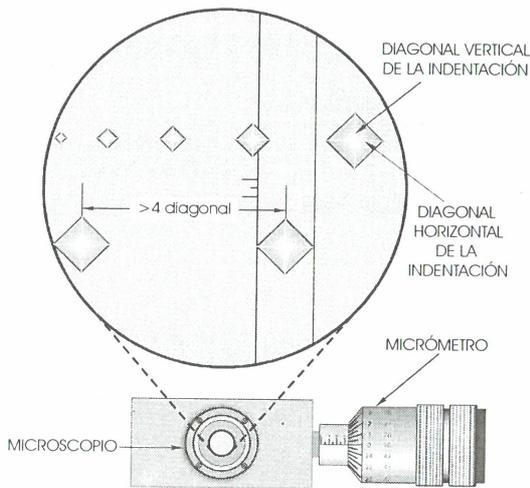


Fig. 6 Visualización de las indentaciones después de la impresión

Los pasos en la medida y los cálculos respectivos, para determinar la dureza de la capa de la muestra de TiN/AISI-316 se realizaron de la siguiente manera:

- Primeramente se grafica la dureza de la muestra y de su respectivo sustrato, figura 7.
- Luego, según los puntos (d, H) dados por la ecuación 4, se ajusta a una función cuya forma tiene [8]:

$$H = A + \frac{B}{d} + \frac{C}{d^2} \quad (5)$$

- Esta función se aplica para determinar la dureza compuesta y del sustrato, y los parámetros A, B, y C se determinan para cada muestra con la ayuda del comando SOLVER del software EXCEL [9].
- Con el resultado anterior procedemos a determinar la variación de peso en función de la diagonal con la ayuda de la ecuación 4. Esto es, si diferenciamos H_1 a una diagonal, d, constante:

$$\Delta H_1 = H_c - H_s = 1,8544 \frac{\Delta P_1}{d^2} \quad (6)$$

- Luego se procede a graficar la variación de pesos versus diagonal de indentación, figura 8. Esta grafica viene a ser una recta, según la ecuación del el modelo 1. Entonces se aproxima con el software EXCEL a una línea recta. La pendiente de esta recta se compara con la ecuación presentado en el modelo 1, obteniendo así la dureza de la capa.

- Similarmente, para el modelo 2, se aplica los pasos anteriores para obtener la dureza de las capas de TiN/HSS, TiVN/AISI-316, y TiVN/HSS, utilizando las graficas 8, 12, 10 y 14 respectivamente, pero considerando la relación presentado por el modelo 2.

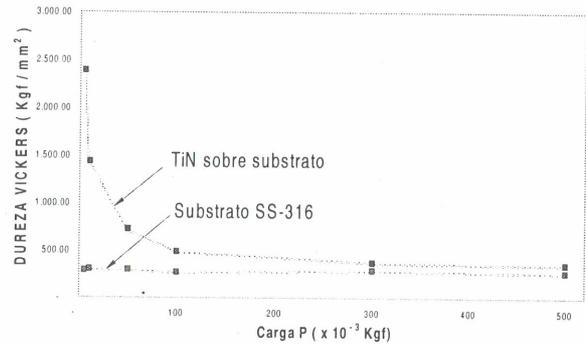


Fig. 7 TiN sobre AISI-316

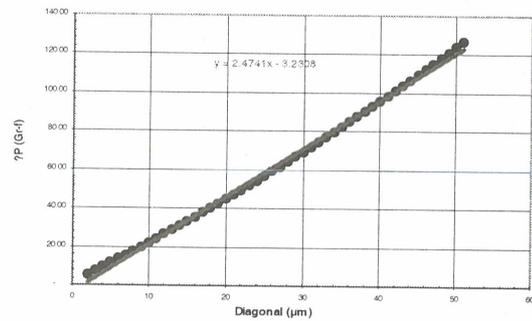


Fig. 8 TiN sobre AISI-316

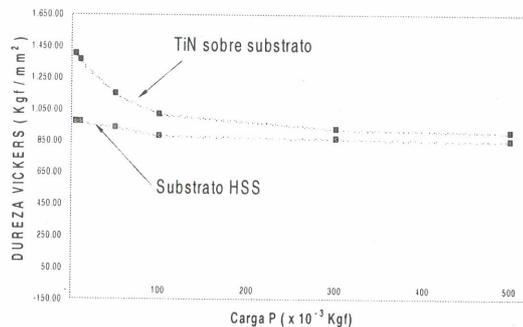


Fig. 9 TiN sobre HSS

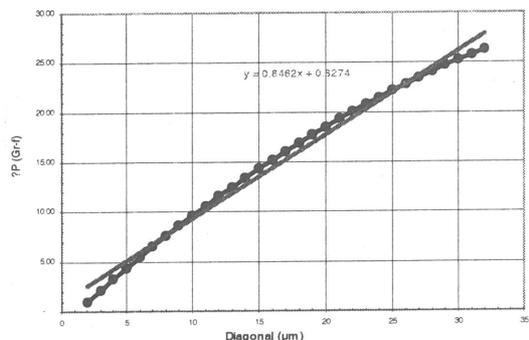


Fig. 10 TiN sobre HSS

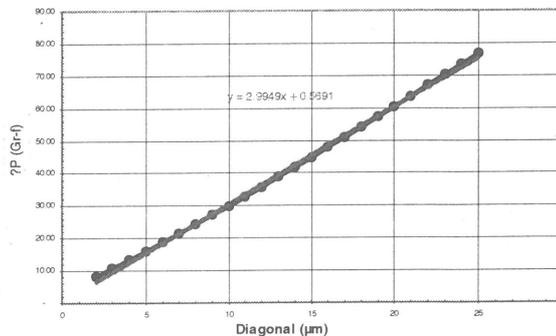


Fig. 14 TiVN sobre HSS

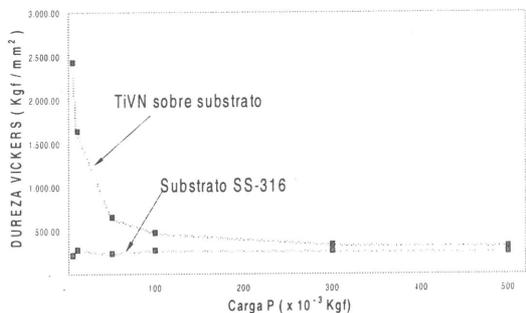


Fig. 11 TiVN sobre AISI-316

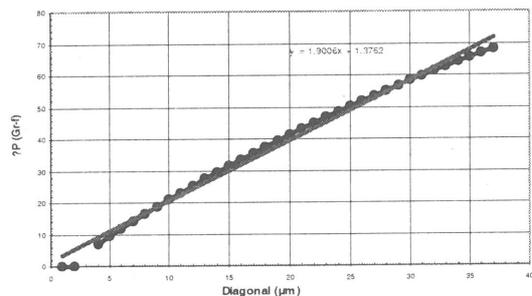


Fig. 12 TiVN sobre AISI-316

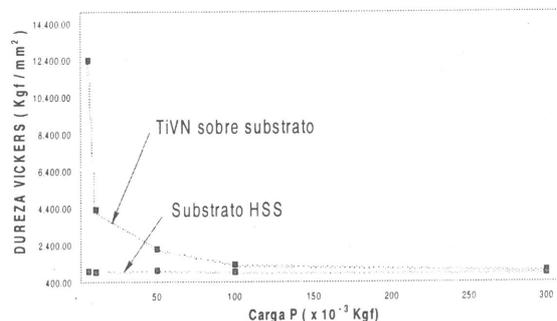


Fig. 13 TiVN sobre HSS

RESULTADOS Y DISCUSIONES

Los resultados de este trabajo pueden resumirse de la siguiente manera:

- La velocidad de deposición en este trabajo, según la técnica de pulverización catódica "REACTIVE DC-MAGNETRON SPUTTERING", es de 1,87 µm/h,".
- La dureza de la capa de TiN y TiVN sobre sustratos AISI-316 y HSS, se presentan en la tabla 2 y 3 para el modelo 1 y 2, respectivamente.

Tabla 2 Dureza de la capa de recubrimientos TiN y TiVN, según modelo 1

MUESTRA	DUREZA DEL SUBSTRATO Kg-f / mm ²	DUREZA DE LA CAPA Kg-f / mm ²
TiN/AISI-316	286,09	827,89
TiN/HSS	915,94	1101,25
TiVN/AISI-316	253,00	835,69
TiVN / HSS	954,66	1610,50

Tabla 3 Dureza de la capa de recubrimientos TiN y TiVN, según modelo 2

MUESTRA	DUREZA DEL SUBSTRATO Kg-f / mm ²	DUREZA DE LA CAPA Kg-f / mm ²
TiN / AISI-316	286,09	1330,17
TiN / HSS	915,94	915,94
TiVN/AISI-316	253,00	1375,88
TiVN / HSS	954,66	2218,52

- Los dos modelos dan resultados distantes, pero hay que señalar que el modelo 1 se aplica para sustratos duros y el modelo 2 para sustratos suaves. Haciendo esta distinción, nuestros resultados de dureza de las capas de TiN están de acuerdo con los que reportan comunmente en las revistas internacionales [10].
- Se puede observar la notable influencia de los sustratos en la determinación de la dureza de la capa. En el caso del sustrato HSS, por ser este material tan duro, se puede determinar con mayor precisión la dureza de la capa, ya que es menos probable la deformación del sustrato en las indentaciones. Esto nos permite asegurar que lo más recomendable es usar acero rápido HSS para determinar la dureza de las capas.
- En cualquiera de los dos modelos presentados se puede observar un incremento en la dureza del TiNV respecto al TiN.

CONCLUSIONES

El modelo de Johnson y Hogmark ha sido aplicado para calcular la dureza de recubrimientos de TiN y TiVN a partir de la dureza compuesta. Los valores de dureza obtenidos para el nitruro de titanio están de acuerdo con los valores internacionalmente reportados. La dureza del TiVN resulta ser mayor que la del TiN.

REFERENCIAS

1. H. Ichimura H. y A. Kawana., «High temperature oxidation of ion plated TiN and TiAlN films», *Journal Materials Research*, 8, 1993.
2. A. Talledo, et al., «Recubrimientos duros producidos por técnica de sputtering, *Tecnia*», Vol 7, 1997.
3. W. Huallpa, «Producción de materiales de interés metalúrgico utilizando el proceso de sputtering», Tesis de licenciatura, Facultad de Ciencias, UNI 1997.
4. B. Ponce, «Producción y caracterización de recubrimientos duros basados en aluminio, nitrógeno y titanio», Tesis de licenciatura universidad Jorge Basadre de Tacna 1999.
5. B. Jönsson, S. Hogmark, «Hardness Measurements of Thin Films», *Thin Solid Films*, 114 (1984), 257-269.
6. P. Coca R, J. Rosique. J, «Ciencia de Materiales - Teoría, Ensayos, Tratamientos», Ediciones Pirámide, S.A., Madrid (1984), 282 - 287.
7. «Micromet 2100 Series Microhardness tester Operating and Maintenance Instructions», (1996) Buehler Ltd., Lake Bluff (1996).
8. Bart Duijvelaar, «Production of and Vickers Hardness Measurements on DC Sputtered TiN, TiC and TiCN Coatings and Nano Indentation on a-C:H», Tesis para obtener el título de Ingeniero, Eindhoven University of Technology, Netherlands (1998), 59-63.
9. Daniel C. Harris, «Nonlinear Least - Squares Curve Fitting with Microsoft Excel Solver», *Journal of Chemical Education*, Vol. 75 N° 1, January 1998, 119-121.
10. D.S. Rickerby and P.J., «Burnett Thin Solid Films», 157, (1988) 195 - 222.