

FORMACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS BASE TiN SOBRE UN ACERO AISI M2 MEDIANTE LA TÉCNICA DE PVD

O. A. Gómez-Vargas^a, J. Oseguera-Peña^a, M. Ortiz-Domínguez^{b,c}, J. A. García-Macedo^a, J. Solís-Romero^d, V. A. Castellanos-Escamilla^d, U. Figueroa-López^a, A. Arenas-Flores^c, F. R. Barrientos-Hernández^c, E. Cardoso-Legorreta^c

^aDivisión de Estudios de Posgrado, ITESM Campus Estado de México, Carr. Lago de Guadalupe Km. 3.5, Atizapán de Zaragoza CP. 5292, Estado de México, México.

^bUniversidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Escuela Superior de Ciudad Sahagún-Ingeniería Mecánica, Carretera Cd. Sahagún-Otumba s/n, Zona Industrial CP. 43990, Hidalgo, México.

^cUniversidad Autónoma del Estado de Hidalgo-AACTyM, Carretera Pachuca Tulancingo Km. 4.5, Mineral de la Reforma. CP. 42184. Hidalgo, México.

^dDivisión de Posgrado, Instituto Tecnológico de Tlalnepantla, Av. Instituto Tecnológico S/N, La Comunidad CP.54070 Tlalnepantla de Baz, Estado de México, México.

martin_ortiz@uaeh.edu.mx

RESUMEN

La deposición de películas delgadas de TiN con unos cuantos nanómetros de espesor se llevó a cabo a través de pulverización catódica reactiva de un blanco de Ti en una atmósfera de Ar+N utilizando una fuente de alimentación CC. Las películas depositadas se realizaron sobre probetas de acero AISI M2 cortadas de una barra de 1 a 1.5” de diámetro con espesores máximos de 8 mm. Finalmente, se caracterizaron las capas de TiN empleando diversas técnicas que incluyen: Microscopía Óptica (OM), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) vinculado con la Espectroscopia de Energía Dispersiva (EDS), Pin on disc y Scratch.

Palabras Clave: Pulverización catódica, Capas delgadas, Desgaste

ABSTRACT

In this paper was obtained the mechanical and tribological properties of TiN coatings on AISI M2 steel. The deposition of the thin films with the desired architecture was carried out by unbalanced reactive magnetron sputtering of Ti target in an Ar+N atmosphere using a D. C. power source. The microstructures of all the coatings were characterized by Optic Microscopy (OM), Scanning Electron Microscopy (SEM) and Pin on disc, Scratch and Hardness Vickers.

Keywords: PVD TiN coating, Thin film, Wear

1. INTRODUCCIÓN

La generación de películas delgadas a través del proceso de deposición física de vapores (PVD por sus siglas en inglés) es un proceso de recubrimiento en que los materiales utilizados como “blanco” se vaporizan en una cámara de vacío que contienen un gas reactivo y con la ayuda de un arco eléctrico, alcanzando temperaturas del orden de 100 a 250°C. El material vaporizado pasa a un estado de plasma mediante una descarga luminiscente. El magnetrón utilizado en este proceso ayuda a que el material de revestimiento llamado “blanco” se disperse desde el ánodo a través de partículas de alta energía. Los compuestos se pueden depositar en una muestra con la adición de un gas reactivo como el Nitrógeno o el Oxígeno, [1]. Las películas generadas mediante este proceso pueden generar buenas propiedades tribológicas en diferentes tipos de aceros tales como el desgaste y la dureza en procesos de corte [2]. Los espesores generados alcanzan en promedio alrededor de 2 a 5 μm . Hua M. [3], obtuvo espesores de capa de TiN del orden de 2 a 3 μm en un acero AISI M2 trabajó con condiciones de lubricación y obtuvo coeficientes del orden 0.08. Es importante controlar los parámetros del proceso ya que influyen en el crecimiento del recubrimiento, el rendimiento de la pulverización catódica es el número de átomos expulsados del “blanco” por iones que inciden en la muestra y que dependen también de la masa, [4]. El presente trabajo de investigación consiste en la deposición de películas delgadas de TiN a través de pulverización catódica reactiva de un blanco de Ti en un atmósfera de Ar + N utilizando una fuente de alimentación de corriente continua, sobre probetas de acero AISI M2.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material seleccionado fue el de un acero del tipo AISI M2 que es un acero rápido aleado al tungsteno y molibdeno adecuado para herramientas de corte en donde es indispensable mantener el filo de corte así como tener excelente tenacidad y una excelente resistencia al desgaste, [5]. La tabla 1 muestra la composición química del material.

Tabla 1. Composición química del acero AISI M2.

Acero	%C	%Mn	%Si	%Cr	%Mo	%V	%W
AISI M2	0.85	0.30	0.30	4.15	5.00	1.95	6.40

El diagrama de flujo del trabajo experimental se muestra en la Figura 1. Las muestras del sustrato de acero AISI M2 se recubrieron con una película de TiN utilizando la técnica de pulverización catódica reactiva asistida por campo magnético. El total de las muestras obtenidas se clasificaron en sustratos recubiertos y sin recubrir, dichas muestras se caracterizaron por distintas técnicas con el fin de evaluar sus propiedades y desempeño.

2.1 Preparación de las muestras

Las muestras obtenidas de la barra de 1" de diámetro de acero AISI M2 son los sustratos y tienen un espesor de 7mm. Las muestras se les realizó un pulido burdo con papel abrasivo de carburo de silicio con granulometrías que van de 180 hasta grado 800 y posteriormente se les realizó un pulido fino en paños impregnados de pasta de diamante de 5 y 3 μm su tamaño de partícula hasta obtener un acabado a espejo. Antes de la deposición las muestras fueron limpiadas a través del equipo de ultrasonido en un recipiente de etanol por 2 minutos.

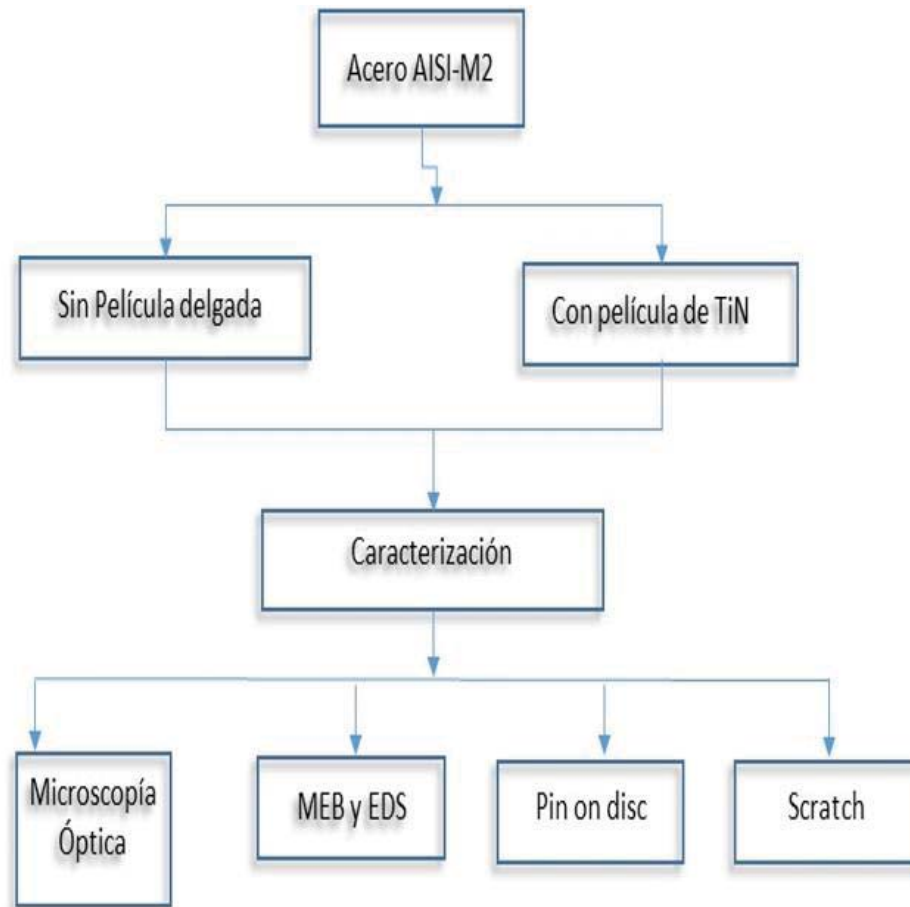


Figura 1. Diagrama de flujo para la secuencia del proceso.

2.2 Proceso de Deposición de recubrimientos por PVD

El proceso de deposición de los recubrimientos se llevó a cabo por pulverización catódica reactiva asistida por campo magnético. Se utilizó un reactor con un magnetrón con vacío utilizando un blanco de Titanio de 2 pulgadas de diámetro con una pureza de 99.9%, Figura 2. Se realizaron 3 series experimentales para la deposición de las muestras la tabla 2 presenta los valores de los parámetros de deposición de la película de TiN, con base en trabajos anteriores, [6, 7].

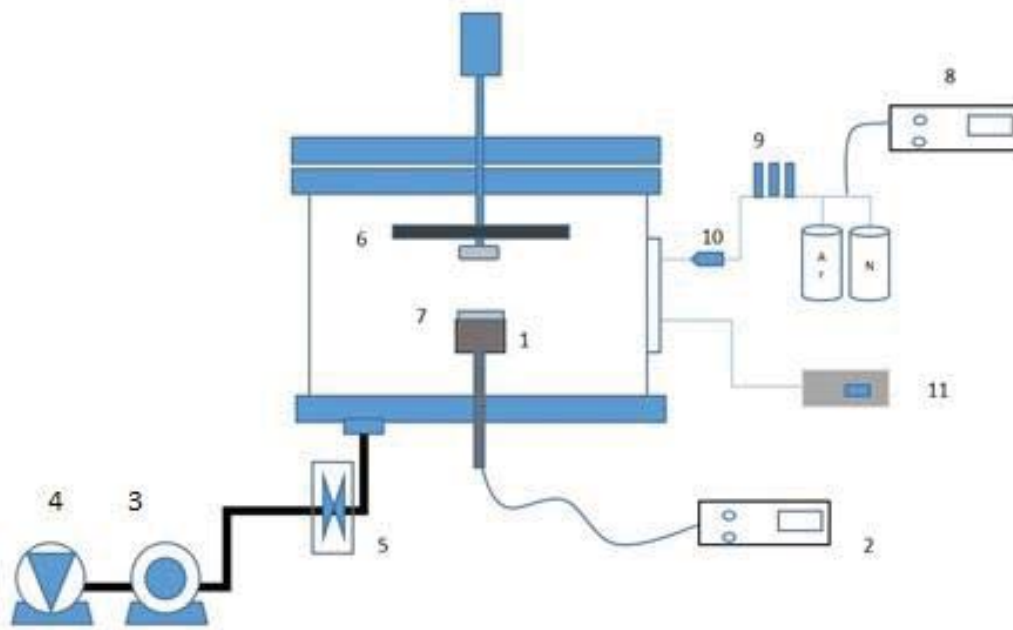


Figura 2. Esquema del reactor. 1) Magnetrón, 2) Fuente, 3) Bomba turbomolecular, 4) Bomba mecánica, 5) Válvula neumática, 6) Porta muestra, 7) Sustrato, 8) Indicador de flujo, 9) Controladores de flujo, 10) Manifold, 11) Medidor de vacío. ITESM-CEM.

Tabla 2. Condiciones de los experimentos para los depósitos de TiN en el acero AISI M2.

Muestra	Depósito TiN				
	Potencia (W)	Tiempo (min)	Ar (sccm)	N (sccm)	Presión (Pa)
1	70	90	20	40	1.5
2					
3					

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

De la barra de acero AISI M2 se obtuvieron las muestras correspondientes, en la Figura 3 se presenta la microestructura del material observada a través del microscopio óptico. Se observan carburos de cromo en una matriz ferrítica. La muestra fue atacada con Nital al 2%, [4]. La Figura 4 presenta una muestra con depósito de TiN.

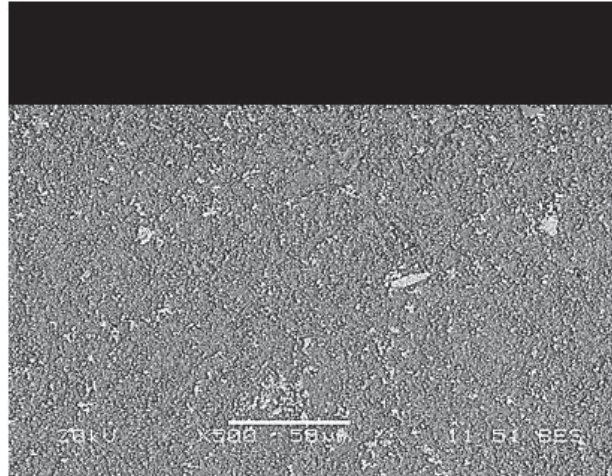


Figura 3. Microestructura de un acero AISI M2 constituida principalmente por carburos de cromo sobre una matriz ferrítica.



Figura 4. Muestra de acero AISI M2 con depósito de TiN.

Para el recubrimiento se realizó un análisis por EDS con ayuda del microscopio electrónico de barrido del ITESM-CEM. El espectro obtenido en la Figura 5 muestra los picos de los elementos principales en la aleación y destaca el contenido de Ti y N, el mapeo de los elementos muestra una distribución homogénea de dichos elementos de la muestra.

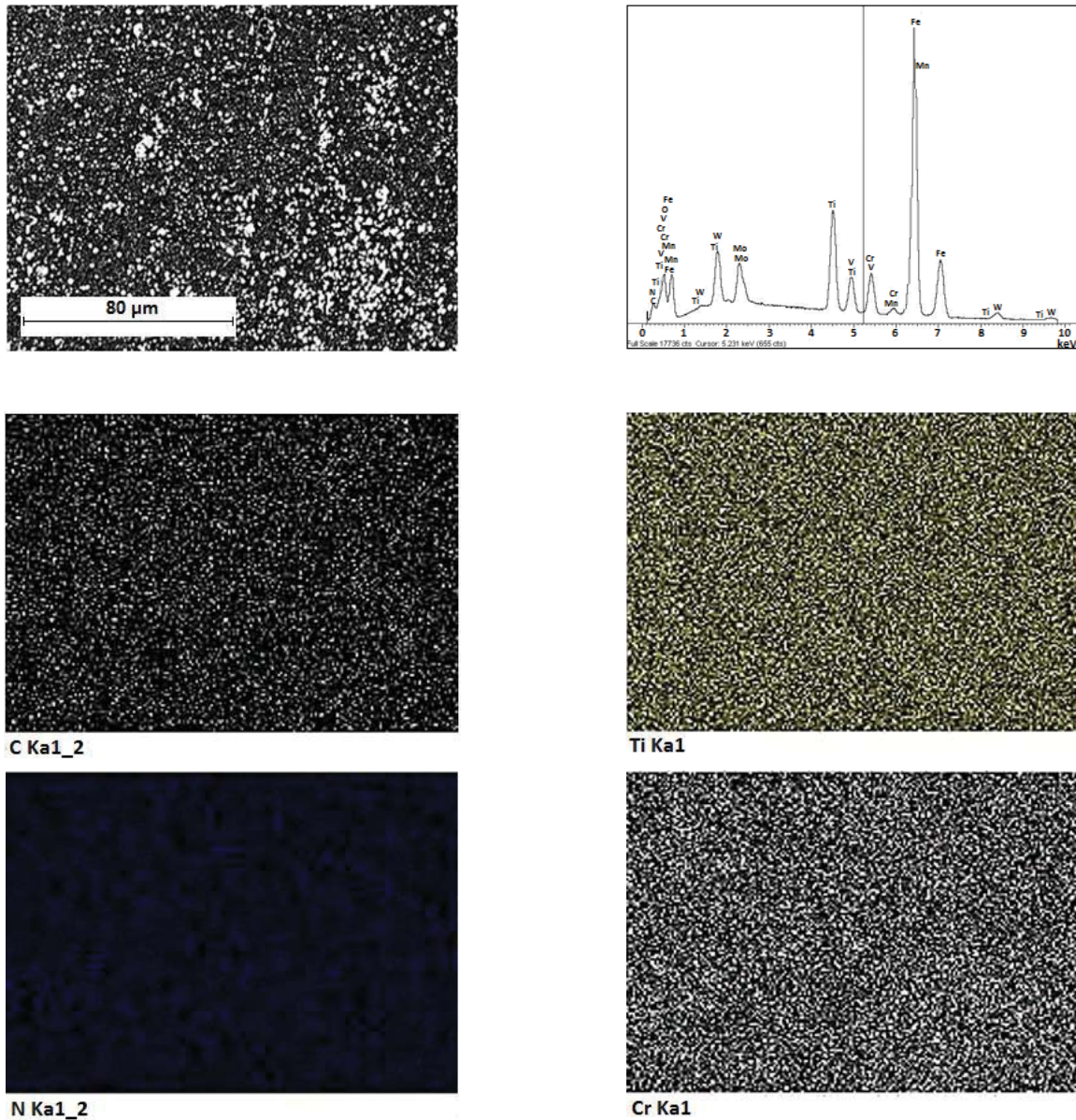


Figura 5. MEB y EDS para la muestra con película delgada de TiN.

La prueba de pin on disc se llevó a cabo sobre una muestra patrón de acero AISI M2 y sobre una muestra con película delgada de TiN, se aplicó una carga de 5 N para cada ensayo a una velocidad de 0.14 m/s y a un diámetro de 9 mm. La Figura 6 muestra las huellas de desgaste sobre la muestra patrón, es decir, sin depósito de película delgada de TiN. El análisis de la superficie de la prueba permite deducir que el mecanismo de desgaste principal es adhesivo.

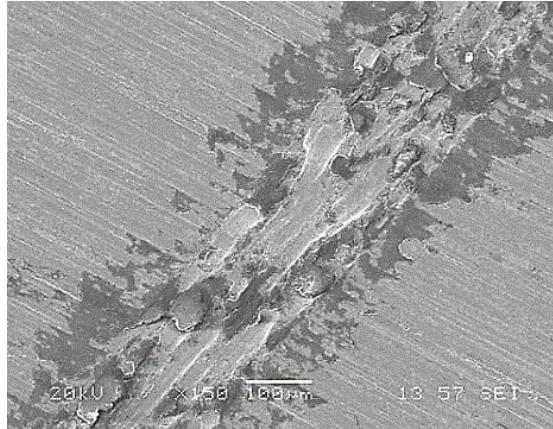


Figura 6. Imágenes del MEB de la huella de desgaste sobre un acero AISI M2 sin película delgada.

La prueba de pin on disc para la muestra con depósito de película delgada de TiN se llevó a cabo con las mismas condiciones de carga y de velocidad, es decir, 5 N y 0.14 m/s respectivamente. La Figura 7 exhibe las huellas de desgaste sobre la capa de TiN y nos permite deducir de nuevo que se encuentra presente un desgaste adhesivo combinado con delaminación por la presencia de fracturas. La Figura 8 presenta las gráficas donde se observan los coeficientes de fricción para cada muestra.

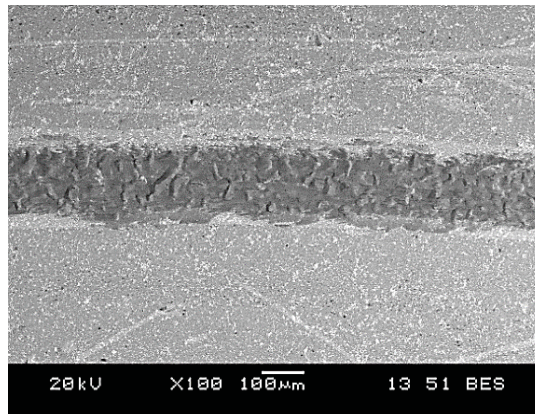


Figura 7. Prueba de pin on disc en una capa delgada de TiN sobre la superficie de un acero AISI M2.

El comportamiento de adherencia para la capa delgada se evaluó mediante el análisis de las imágenes representativas de los surcos dejados después de las pruebas de scratch, (ver Figura 9). Se realizó sobre una muestra con depósito de capa delgada de TiN. Se observa buckling, cracking y spallation, esto normalmente se presenta en capas finas que no son lo suficientemente rígidas, ni tienen la suficiente adherencia con el sustrato.

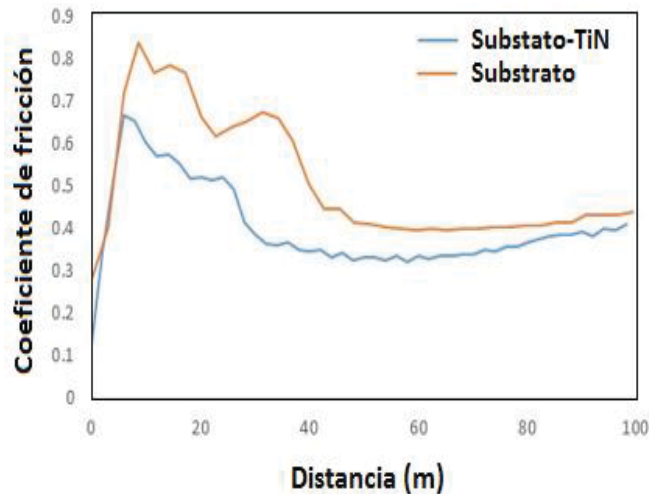


Figura 8. Gráficas de obtenidas de la prueba de pin on disc para cada una de las muestras.

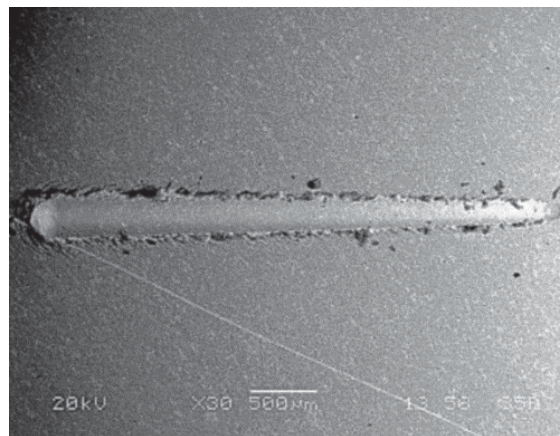


Figura 9. Prueba de rayado para la muestra de acero AISI M2 con depósito de TiN.

4. CONCLUSIONES

Para el presente trabajo se estudiaron los parámetros propuestos para la deposición de una película delgada de TiN sobre la superficie de un acero AISI M2, producida por pulverización catódica con magnetrón reactivo. El tiempo de exposición, el modo de alimentación de los gases, la temperatura alcanzada y las propiedades de adhesión y desgaste fueron evaluados. Los resultados de la caracterización por SEM sobre el depósito de las películas delgadas de TiN no presentaron agrietamiento. Sin embargo, posiblemente la generación de tensiones residuales durante el depósito afecta directamente el comportamiento de la adherencia. De igual manera, influye la generación de capas delgadas duras o rígidas sobre un sustrato suave. El presente estudio proporciona información valiosa para el control del proceso de deposición y para la optimización de la generación del depósito de la película TiN. En particular, los resultados observados proporcionan un punto de partida para el depósito de capas delgadas sobre una superficie rígida.

AGRADECIMIENTOS

El trabajo descrito en el presente artículo fue financiado por la beca otorgada por PRODEP y CONACyT. Los autores de manera particular agradecen el apoyo brindado por el Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, Campus Estado de México. Por el acceso a sus laboratorios especializados.

BIBLIOGRAFÍA

1. MELO-MÁXIMO, Dulce. Estudio de la prevención de metal dusting en el acero HK40 por medio de recubrimientos protectores obtenidos por PVD. Tesis de Doctorado, Instituto Politécnico Nacional, D. F., México, 2010.
2. HOLMBERG, K., RONKAINEN, H., MATTHEWS, A. Tribology of thin coatings. *Ceramics International*, 2000, vol. 26, p. 787–795.
3. HUA, M. Tribological behaviors of patterned PVD TiN spot coatings on M2 steel coated with different bias voltage. *Surface and Coatings Technology*, 2006, vol. 200, p. 3612–3625.
4. WANG, C. F. Microstructures of TiN, TiAlN and TiAlVN coatings on AISI M2 steel deposited by magnetron reactive sputtering. *Trans. of Nonferrous Met. Soc. of China*, 2014, vol. 24, p. 126–133. ISSN: 1003-6326.
5. Metals-Handbooks, manuals, etc. I. ASM International. Handbook Committee, 10th ed. USA: ASM International, 1990, vol. 4, p. 126–133. ISBN: 0-87170-379-3.
6. ALVAREZ, J., MELO, D., OSEGUERA, J., LÓPEZ, V. Protective coatings against metal dusting. *Surface and Coatings Technology*, 2008, vol. 203, p. 422–426. ISSN: 0257-8972.
7. LÓPEZ, L. M., SALAS, O., MELO-MÁXIMO, L., OSEGUERA, J., LEPIENSKI, C. M., SOARES, P., TORRES, R. D., SOUZA, R. M. Structural and mechanical analysis for the optimization of PVD oxide coatings for protection against metal dusting. *Applied Surface Science*, 2012, vol. 258, p. 7306–7313.