



Scientia Et Technica

ISSN: 0122-1701

scientia@utp.edu.co

Universidad Tecnológica de Pereira

Colombia

RODRÍGUEZ, RODOLFO; HOYOS, NORMA  
EFECTO DEL VOLTAJE DE POLARIZACION EN EL SUSTRATO DE ACERO AISI M2 SOBRE  
ALGUNAS CARACTERÍSTICAS DE LA MONOCAPA TiN DEPOSITADA POR LA TÉCNICA PAPVD

Scientia Et Technica, vol. X, núm. 26, diciembre, 2004, pp. 161-165

Universidad Tecnológica de Pereira

Pereira, Colombia

Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=84911640028>

- Cómo citar el artículo
- Número completo
- Más información del artículo
- Página de la revista en redalyc.org

redalyc.org

Sistema de Información Científica

Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal

Proyecto académico sin fines de lucro, desarrollado bajo la iniciativa de acceso abierto

## EFFECTO DEL VOLTAGE DE POLARIZACION EN EL SUSTRATO DE ACERO AISI M2 SOBRE ALGUNAS CARACTERÍSTICAS DE LA MONOCAPA TiN DEPOSITADA POR LA TÉCNICA PAPVD.

### RESUMEN

El presente trabajo analiza el efecto del potencial de ionización del cátodo sobre las propiedades de dureza, adherencia, espesor, microestructura, fases y tensiones residuales presentes, en una monocapa de TiN obtenida por el proceso de deposición física en fase vapor asistida por plasma (PAPVD). Además establecer la relación existente entre estas propiedades y características del recubrimiento con los diferentes potenciales de polarización empleados. Las técnicas de caracterización de recubrimiento empleadas en el presente trabajo incluyen pruebas mecánicas de micro dureza y adherencia, análisis cristalográfico y morfológico, y determinación de tensiones residuales.

**PALABRAS CLAVES:** Plasma, Recubrimiento TiN, Voltaje de Polarización.

### ABSTRACT

*In this paper was analyzed the cathodic ionization potential effect on any substrate properties, hardness, adherence, thickness, microstructure, phases and residual stress of a TiN monofilm, using a Plasma Assisted Physical Vapor Deposition (PAPVD) system. Furthermore was established the actual relation between properties and characteristics with the different used potential polarization. The techniques of characterization in this work were mechanical test of hardness and adhesion, crystallography, metallography and residual stress analysis.*

**KEY WORDS:** Plasma, TiN Coating, Bias Voltage.

### 1. INTRODUCCIÓN

Este artículo muestra a la comunidad Científica Colombiana una de las actividades experimentales que los autores llevaron a cabo en el marco del Séptimo Curso Latinoamericano de “Procesamiento de Materiales por Plasma” realizado en Buenos Aires (Argentina) en el mes de Agosto de 2004, organizado por la Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA) y la Agencia de Cooperación Internacional del Japón (JICA). La finalidad de este curso es capacitar profesionales Latinoamericanos en técnicas asistidas por plasma de procesamiento superficial de materiales y de caracterización de los mismos, a fin de promover un desarrollo generalizado de esta tecnología y sus aplicaciones industriales en la región.

El procesamiento por plasma se refiere a un número de técnicas que utilizan plasmas (un tipo particular de gas ionizado), para modificación de las propiedades físicas a nivel superficial o volumétrica de materiales. En el caso de procesos superficiales, los mismos incluyen tanto la deposición de un recubrimiento delgado sobre un sustrato de un material diferente, como la modificación de las capas superficiales de un material, alterando su

morfología, limpieza o composición química. Las técnicas de procesamiento por plasma se subdividen en dos grandes grupos: los plasmas térmicos, que incluyen la proyección por plasma, el corte y soldadura; y los plasmas de baja densidad, dentro de los que se encuentran las técnicas de deposición física en fase vapor asistida por plasma (PAPVD), deposición química en fase vapor asistida por plasma (PACVD) [1, 2].

La técnica de recubrimiento empleada en la presente investigación denominada “evaporación por arco” del proceso PAPVD, consiste en evaporar una cantidad de metal proporcional a la intensidad de la corriente del arco. El metal evaporado ionizado, una vez generado es proyectado sobre las piezas a recubrir por acción de una diferencia de potencial entre estas y el cátodo –diferentes potenciales son analizados en esta investigación-. y reacciona con los gases reactivos introducidos dentro de la cámara (Nitrógeno, Oxígeno, Metano, Acetileno, etc.). Cuando el sustrato a recubrir en un proceso PAPVD, está sujeto a un potencial de referencia negativo con respecto al plasma, la superficie de la película en formación queda sujeta a un bombardeo de iones positivos provenientes del plasma. Esta condición es

### RODOLFO RODRÍGUEZ

Laboratorio de Física del plasma,  
Universidad Nacional de Colombia, Sede  
Manizales  
rrodrigu@nevado.manizales.unal.edu.co

### NORMA HOYOS

nhoyos@tunja.uptc.edu.co

**Grupo de Investigación en Materiales  
Siderúrgicos, Universidad Pedagógica y  
Tecnológica de Colombia**

característica de la técnica PVD de metalizado iónico, pero también es usual en otras técnicas de tipo PVD y CVD. En líneas generales, la deposición bajo efectos de un bombardeo iónico promueve el desarrollo de una película densa de alta calidad estructural, con buenas propiedades de dureza y adherencia.[1,3].

El sustrato se coloca a un potencial negativo bastante alto con respecto al ánodo y se aísla eléctricamente de este.

En este caso el film recibe un bombardeo estacionario durante su crecimiento que lo limpia efectivamente de gases adsorbidos que podrían convertirse en impurezas. Hay otro arreglo donde el sustrato es simultáneamente sometido a la deposición y a la limpieza por sputtering, donde se aplica un potencia AC entre el cátodo y el sustrato colocado en el ánodo, así durante medio ciclo se deposita más material del que es removido por el sputtering durante la otra mitad del ciclo. Un aspecto a tener en cuenta es que el bombardeo no solo remueve gases adsorbidos sino también óxidos que pudiera haber en la superficie, lo cual en algunos casos puede perjudicar la adherencia. [1,3,4]

El presente trabajo analiza el efecto del potencial de ionización del cátodo sobre las propiedades dureza, adherencia, espesor, microestructura, fases y tensiones residuales presentes, en una monocapa de TiN sobre el acero para herramienta AISI M2. Además establecer la relación existente entre estas propiedades y características del recubrimiento con los diferentes potenciales de polarización empleados.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

**2.1 Preparación y limpieza del sustrato:** Se utilizó como sustrato una placa de acero rápido M2 de 20 x 10 x 1.5 mm. El sustrato fue un pulido con papel abrasivo de granulometría de 220 a 600, lo que da una terminación adecuada para el proceso de deposición. Finalmente se realizó una limpieza con acetona seguida de alcohol isopropílico en cuba de ultrasonido.

**2.2 Deposición:** Los recubrimientos se realizaron con la técnica PAPVD. Se usó un reactor de plasma de plateado iónico reactivo con evaporador de arco catódico rotante a 100 rpm. El arco que produce la evaporación del titanio se estableció con una fuente de corriente continua entregando 80 A. Los sustratos se colocaron a 17 cm promedio del cátodo de Ti y se hicieron girar con un movimiento planetario. Se evacuó la cámara mediante una bomba difusora hasta una presión del orden de  $1 \times 10^{-5}$  Torr. Posteriormente se hizo una intercapa de Ti, para esto se dejó ingresar Ar con un flujo aproximado de 5 cm<sup>3</sup>/min a una presión de  $1 \times 10^{-2}$  Torr, iniciando el arco y manteniendo el plasma en estas condiciones durante aproximadamente 2 minutos con una voltaje de polarización de -500V. Finalmente, para el crecimiento

de la capa de TiN, no se interrumpe la entrada de Ar (5 cm<sup>3</sup>/min) y manteniendo el arco, se permite el ingreso de N<sub>2</sub> (25 cm<sup>3</sup>/min) hasta llegar a una presión 10-20 mTorr. Se ajusta el potencial inicialmente para -300 V, el proceso de crecimiento se desarrolla en 45 min aproximadamente para cada una de las muestras. Una vez finalizado el proceso de deposición, se purga la cámara con N<sub>2</sub> hasta que descienda la temperatura a 60°C y presión atmosférica. El procedimiento anterior se repitió para voltajes de polarización de -100 y -200 V.

**2.3 Técnicas Experimentales:** Las técnicas de caracterización de recubrimiento empleadas en el presente trabajo incluyen pruebas mecánicas de micro dureza y adherencia, análisis cristalográfico y morfológico, y determinación de tensiones residuales.

Para la medición de la microdureza se utilizó un microdurómetro Vickers marca Akashi Mod. MVK-H200. La determinación de la carga crítica de adherencia se determinó mediante un equipo de rayado marca CSEM REVETEST con un indentador con punta de diamante Rockwell C de 0.2 mm de radio. Para la medición del espesor se utilizó el sistema de abrasión esférica (Calo Test), con este sistema se desgasto la superficie del recubrimiento utilizando una esfera de diámetro de 25.4 mm, impregnada en alúmina de granulometría 1 µm, durante un tiempo de 120 seg y a una velocidad del eje de 200 rpm.

Para el análisis morfológico de las muestras se empleó un microscopio electrónico de barrido (SEM), marca PHILIPS PSEM 500. Los aumentos empleados fueron de 1000X a 12.000X, obteniendo imágenes de electrones secundarios y retrodifundidos. Las características cristalográficas se evaluaron mediante la técnica de Difracción de Rayos, XRD, para tal efecto, se empleó un difractómetro Philips PW 1810, radiación Cu Kα ( $\lambda = 1.541838$  Å) filtrada con monocromador. En la determinación de tensiones residuales se utilizó un equipo Rigaku Strainflex con geometría de haces paralelos, con un rango de barrido en 2θ entre 130°-150° y ángulo ψ de medida entre 0° y 70°.

## 3. RESULTADOS Y ANALISIS

**3.1 Dureza:** La figura 1 muestra el cambio de la microdureza en función de la carga aplicada. Como se observa la microdureza disminuye con el incremento de la carga aplicada. Este efecto denominado “efecto del tamaño de indentación” se debe a la disminución de los efectos de los bordes de grano en la deformación plástica del material superficial y en parte a una mayor importancia de la recuperación elástica al disminuir la carga aplicada [1]. Igualmente se aprecia la estabilización de los valores de microdureza a partir de 100 g de carga donde comienza a tener toda la influencia la dureza del sustrato.

Observando el comportamiento de las muestras en función del potencial de polarización la literatura sugiere que la deposición bajo un fuerte bombardeo iónico promueve el desarrollo de una película densa de alta calidad estructural con buenas propiedades de dureza. La relevancia de dicho efecto depende en buena parte de la energía de los iones incidentes por lo que en la práctica su efectividad depende fuertemente del potencial de referencia utilizado, generando esto tensiones internas compresivas relativamente altas [4]. La influencia del potencial de ionización no es evidente en la gráfica, esto puede deberse a que las diferencias del potencial aplicado no son suficientes para que los cambios en las durezas medidas sean considerables.

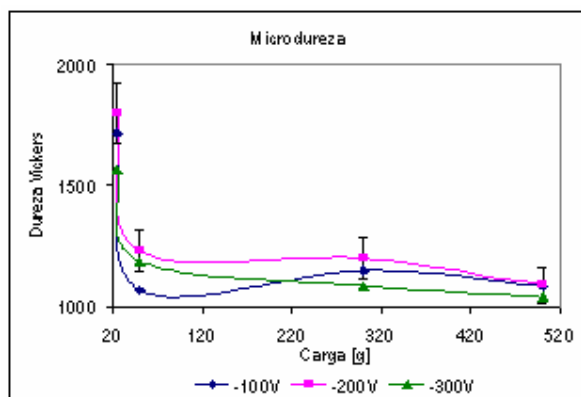


Figura 1. Perfil de microdurezas

**3.2 Adherencia:** La figura 2 muestra que conforme se incrementa la tensión de polarización aplicada al sustrato se aumenta la carga crítica de rayado traduciéndose en una mejora de la adherencia debido al incremento de la movilidad superficial de las especies absorbidas por el sólido como resultado del aporte de energía térmica resultante del bombardeo superficial [7].

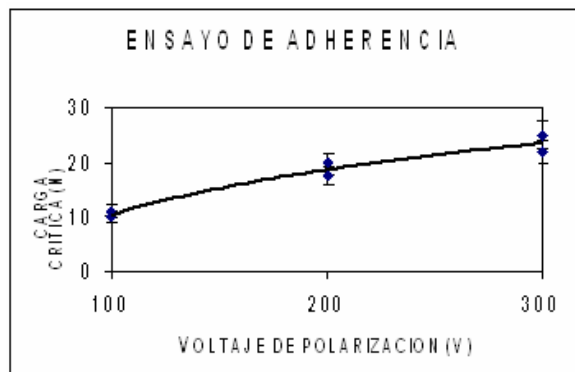


Figura 2. Curva de Carga Crítica, Ensayo de Adherencia

Los bajos resultados obtenidos de carga crítica en los ensayos realizados comparados con datos reportados por varios autores para recubrimientos de TiN sobre acero AISI M2 [7], permite inferir que la limpieza del sustrato y el proceso de deposición no fueron los mas adecuados para obtener una buena adherencia. La observación del

modo de falla para todas las muestras corresponde al tipo cohesivo- adhesivo resultado de la acumulación de tensiones en el sistema recubrimiento sustrato en la región deformada y comprimida por el avance del indentador. La energía elástica de deformación acumulada en el material produce una falla adhesiva del recubrimiento frente al indentador y luego una falla cohesiva en la dirección perpendicular a la dirección de movimiento del indentador [2,7].

**3.3 Espesor (Calo test):** La tabla 1 presenta los datos de espesor para las tres muestras analizadas, la pequeña diferencia en los resultados no nos permiten verificar la dependencia directa entre el voltaje de polarización del sustrato y el espesor del recubrimiento, como lo sugieren algunos autores [3,4].

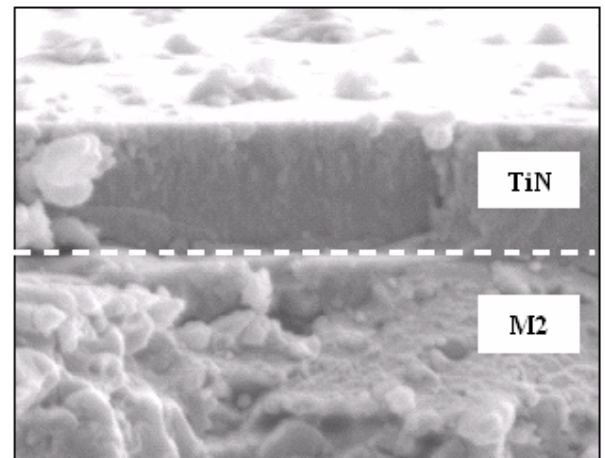


Figura 3. Micrografía del acero M2 con recubrimiento de TiN 1250X.

<i>Voltaje polarización (V)</i>	<i>Espesor de película (μm)</i>
-100	2.12
-200	2.15
-300	2.05

Tabla 1 Espesor de los recubrimientos de TiN.

**3.4 Microestructura:** A fin de caracterizar la microestructura de recubrimiento de nitruro titanio se utilizó la técnica de microscopía electrónica de barrido. Las muestras se fracturan en nitrógeno líquido para obtener una superficie de fractura tipo frágil. Para las tres muestras analizadas no se presentó ninguna diferencia microestructural apreciable. La Figura 3 presenta una distribución uniforme de crecimiento del recubrimiento con pequeñas partículas “microgotas” distribuidas de manera homogénea. En tanto que, en la Figura 4 se observa que la forma de crecimiento del recubrimiento es de tipo columnar, que es lo usual en deposiciones realizadas a bajas temperaturas donde los efectos de



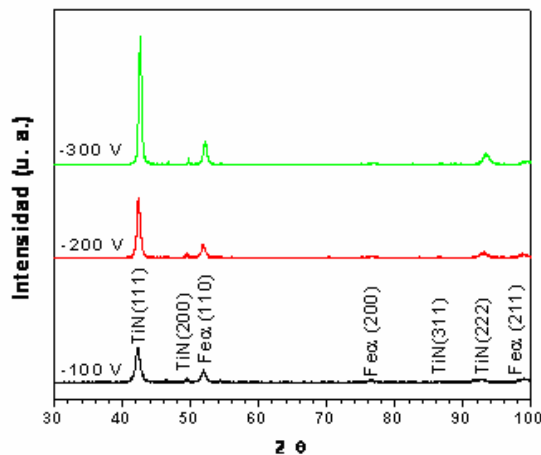
tipo compresivo del recubrimiento están consignadas en la Tabla 2. Como se puede notar, las tensiones residuales disminuyen en función del incremento del voltaje de polarización del sustrato, esta reducción se debe al hecho que al incrementar el voltaje se favorece la formación de orientaciones cristalográficas (111) las cuales tienen una menor energía de deformación elástica por lo tanto presentan menores tensiones residuales de compresión. [9]

Las microtensiones son evaluadas a partir del ancho de pico altura mitad (FWHM), el cual representa los defectos presentes en el material, siendo reflejadas por el tamaño de dominio coherente y la heterogeneidad de las microdeformaciones. En la tabla 2 se observa que FWHM disminuye con el incremento del voltaje de polarización del sustrato, este incremento en el voltaje trae como consecuencia que las partículas adquieran mayor energía, se promueva una mejor difusión de las especies que adquieren posiciones más estables dentro del sistema, favoreciendo el crecimiento de grano y disminuyendo las microtensiones.

#### 4. CONCLUSIONES

El incremento de la tensión de polarización ( de -100 a -300 V) aplicada al sustrato promueve el desarrollo de una película densa de alta calidad estructural con buenas propiedades adherencia, debido al incremento de energía de las especies absorbidas por el sustrato durante el proceso de deposición.

Si bien cabría esperar teóricamente una dependencia



directa entre el voltaje de polarización del sustrato y el espesor obtenido, este efecto no fue evidente en las experiencias.

Considerando la baja temperatura de deposición de Ts ~ 350°C y la temperatura de fusión del material depositado (TiN) Tm = 2950°C se tiene que los efectos de difusión

no son importantes, presentándose una estructura columnar porosa en el recubrimiento analizado.

Las tensiones residuales disminuyen al incrementar el voltaje de polarización, ya que se favorece la formación de orientaciones cristalográficas (111), las cuales tienen una menor energía de deformación elástica. Así mismo, se favorece la formación de dominios de mayor tamaño aumentando el tamaño de grano promedio.

#### 5. AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan su agradecimiento a el Departamento de Materiales de la Gerencia Centro Atómico Constituyentes CAC, perteneciente a la Comisión Nacional de Energía Atómica y a la Agencia de Cooperación Internacional del Japón (JICA), quienes proporcionaron toda la infraestructura y equipamiento de producción de recubrimientos duros por plasma PVD y caracterización de los recubrimientos.

#### 6. REFERENCIAS

- [1]. "Guía: Séptimo Curso Latinoamericano "Procesamiento de Materiales por Plasma". CNEA-JICA Buenos Aires, Agosto 2004.
- [2] F. Bunshah, R. "Deposition Technologies for Films and Coatings". Ed. Noyes, 1982. 85-89 p.
- [3] M.A. Lieberman. A.J. Lichtenberg. "Principles of plasma Discharges and Materials processing". John Wiley y Sons, 1994.279-283 p.
- [4] John L. Vossen, Werner Kern. "Thin Film Processes". Academic Press, Inc. 1978. 24-27 p.
- [5] C Tavares, L Rebouta, B Almeida, J Bessa, M Da Silva, J Soares, Thin Solid Films 317 (1998) 124-128.
- [6] E. Restrepo, B. Segura, M. Arroyave, A. Devia, Revista Colombiana de Física, VOL. 34, No. 2, 2002.
- [7] Lieng-Huang, Lee. "Fundamentals of adhesion". Ed. Plenum Press, New York: 1991. 366-369 p.
- [8] "International tables for X-Ray Crystallography". Birmingham: Kynoch Press, Vol I (1976).
- [9] H Bruzzone, H Kelly, A. Marquez, D. Lamas, TiN coatings generated with a pulsed plasma arc. En : Plasma Sources Sci. Technol 5 (1.996) 582-587p.