



Análisis del Comportamiento a la Fractura de Recubrimiento de CrN/ZrN Sobre Acero AISI 420

Z. Vivas¹, H. E. Jaramillo^{2,4,6}, N. A. de Sánchez^{2,3,6}, C. Amaya^{5,7}, J. C. Caicedo^{5,6,7}, J. Muñoz⁸

¹Joven Investigadora Colciencias - UAO,

²Grupo Ciencia e Ingeniería de Materiales GCIM,

³Departamento de Ciencias Básicas de Ingeniería,

⁴Dpto. de Energética y Mecánica, Universidad Autónoma de Occidente Cali, Colombia,

⁵Grupo Películas Delgadas, Departamento de Física Universidad del Valle,

⁶Centro de Excelencia en Nuevos Materiales CENM, Cali, Colombia,

⁷Laboratorio de Recubrimientos Duros CDT ASTIN SENA.

⁸Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN, Unidad Querétaro- México.

Recibido 22 de Oct. 2007; Aceptado 3 de Mar. 2008; Publicado en línea 15 de Abr. 2008

Resumen

Con el objetivo de encontrar una aplicación industrial se depositaron recubrimientos multicapas de CrN/ZrN sobre silicio (100) y sobre acero AISI 420, utilizando la técnica magnetron *sputtering rf*. Las condiciones de deposición fueron 6.6×10^{-3} mbar con relación de mezcla de gases de Ar/N₂ de 93:7 % y temperatura del sustrato de 250°C. Las superficies de las multicapas se caracterizaron estructural, morfológica y mecánicamente mediante espectroscopia de difracción de rayos X, microscopia de fuerza atómica, nanoindentación Berkovich y microindentación Vickers, respectivamente. Se encontró que el tamaño de grano varió en función del número de bicapas de 113 ± 9 nm a 99 ± 6 nm para muestras con 1 y 30 bicapas, respectivamente. Los valores de dureza obtenidos por nanoindentación variaron desde 10 ± 1 GPa a 21 ± 2 GPa para muestras con 1 y 30 bicapas, respectivamente. Las marcas de microindentación Vickers se utilizaron para evaluar cualitativamente el comportamiento mecánico de los recubrimientos. Se encontró que los recubrimientos de 15 y 30 bicapas exhibieron mayor resistencia a la fractura al aplicarle cargas de 500gf y 1000gf, con respecto a los demás recubrimientos. Las propiedades determinadas muestran factibilidad de uso industrial de los recubrimientos con 15 y 30 bicapas sobre sustratos de acero.

Palabras claves: Bicapas, CrN/ZrN, nanoindentación, rugosidad y resistencia a la fractura

Abstract

Multilayered coatings of CrN/ZrN were deposited on silicon (100) and steel AISI 420 by PVD magnetron sputtering to evaluate potential industrial applications of these coatings. Conditions of deposition were 6.6×10^{-3} mbar of working pressure with Ar/N₂ relation in mixture gases of 93:7 and a temperature of the substrate of 250 °C. Surfaces of the multilayer samples were characterized structural, morphologic and mechanically by X-ray diffraction, atomic force microscopy, Berkovich nanoindentation and Vickers microindentation, respectively. Grain size of the coatings varied as a function of the bilayers number, from 113 ± 9 nm to 99 ± 6 nm for samples with 1 and 30 bilayers, respectively. Hardness values obtained by nanoindentation also varied from 10 ± 1 GPa to 21 ± 2 GPa for samples with 1 and 30 bilayers, respectively. Finally, Hardness Vickers microindentation imprints were used to qualitatively evaluate the coatings mechanical behavior. Coatings of 15 and 30 bilayers exhibited bigger fracture toughness under loads of 500gf and 1000gf, regarding with others systems. These properties serve as a basis to propose the coating roughness with 15 and 30 bilayers for industrial applications on steel substrates.

Key Words: Bilayers, CrN/ZrN, nanoindentation, roughness and fracture strength.

1. Introducción

En el estudio y desarrollo de superficies, a nivel mundial diversos grupos de investigación se han dado a la tarea de incrementar el tiempo de vida útil de los componentes de las maquinarias y equipos industriales, que poseen piezas que continuamente están en contacto [1]. Las estructuras tipo multicapas se caracterizan por presentar un crecimiento secuencial de capas de diferentes materiales y se han utilizado por muchos años en el área de los recubrimientos, solucionando problemas de desgaste de materiales. Trabajos como los presentados por J.J. Zhang et al. refleja que las propiedades generales del recubrimiento están relacionadas fuertemente con la mezcla Cr-N y Zr-N que presenta orientaciones preferenciales y una estructura basada en nanocapas [2]. Este trabajo está dedicado al estudio del sistema CrN/ZrN particularmente a la influencia del incremento en el número de bicapas sobre la morfología y resistencia a la fractura, de estos recubrimientos depositados sobre sustratos de silicio y acero AISI 420, mediante la técnica de deposición física en fase de vapor (PVD) [3,4].

2. Detalles Experimentales

Recubrimientos de CrN/ZrN en forma de multicapas se prepararon utilizando la técnica evaporación física en fase de vapor por magnetron sputtering, en la planta piloto del CDT ASTIN, SENA Regional Valle, empleando una fuente r.f. (13.56 MHz) a 350 W y un bias r.f. del sustrato de -20V. Se utilizaron blancos de Cr y Zr con diámetro de 10 cm y una pureza de 99.999%. Se trabajó a una presión base de 6×10^{-6} mbar y con presión de trabajo de 7×10^{-2} mbar. Los gases de trabajo utilizados fueron Nitrógeno y Argón (99.999% puros). El sustrato se mantuvo a 250 °C. La estructura cristalográfica de las películas se obtuvo por difracción de rayos X (XRD) y la caracterización morfológica se realizó mediante un microscopio de fuerza atómica AFM, Autoprobe CP Park Scientific Instrument en modo no-contacto. Se realizaron ensayos de microdureza para determinar la resistencia a la fractura mediante un Microindentador Zwick/Roell Modelo ZHV 1-M que utiliza un indentador de diamante con geometría Vickers aplicando cargas de 500 gf y 1000 gf. [5]. La dureza de los recubrimientos se determinó por nanoindentación utilizando un equipo Hysitron Ubi1 y un indentador con geometría Berkovich.

3. Resultados y Discusión

Para el estudio de la influencia del número de bicapas para las películas de CrN/ZrN sobre las propiedades de este tipo de recubrimientos, se varió el periodo en 1, 8, 15 y 30 bicapas manteniendo fijos los demás parámetros de crecimiento. La figura 1 muestra el difractograma obtenido para la muestra preparada con una bicapa de CrN/ZrN sobre silicio.

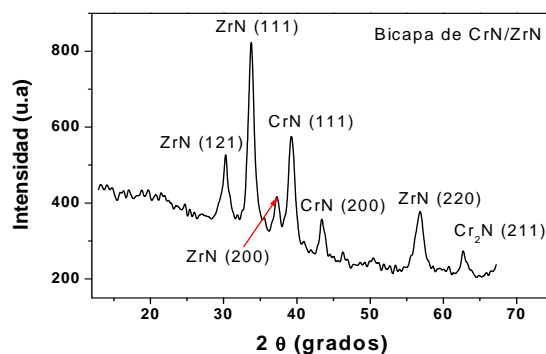


Fig 1. Espectro de XRD para una bicapa de CrN/ZrN.

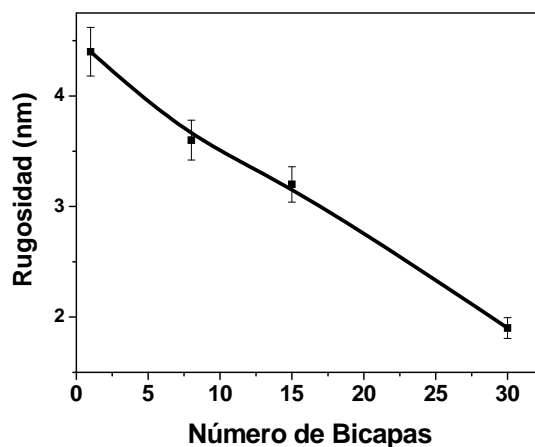


Fig 2. Variación de la rugosidad con el incremento del número de bicapas.

Este recubrimiento revela una marcada orientación preferencial en los picos ZrN(111) y CrN(111), que corresponden a la estructura cúbica centrada en las caras FCC[2]. También se observa la presencia de picos muy claros en $2\theta = 30.17^\circ$, 37.25° , y 56.80° correspondientes a las reflexiones del ZrN en (121), (200), (220) respectivamente y en $2\theta = 43.50^\circ$ para la reflexión (200) del CrN. Una nueva textura aparece en $2\theta = 62.70^\circ$ en la estructura de esta multicapa, lo que parece revelar una transformación de fase de la estructura cúbica tipo NaCl para el CrN a Cr₂N hexagonal que junto con el ensanchamiento que ocurre en los picos (111) se puede asumir que es consecuencia de los grandes cambios de esfuerzos en el crecimiento del recubrimiento [3], [5].

De acuerdo a los análisis de AFM se observó que los recubrimientos presentaron superficies con alta homogeneidad, libres de porosidades o aglomeraciones. Las medidas de rugosidad de las muestras preparadas con diferentes periodos se presenta en la curva de la figura 2 [5]. El recubrimiento con 30 bicapas fue el más homogéneo, presentó baja rugosidad de aproximadamente 1.9 ± 0.5 nm y menor tamaño de grano del orden de 99 ± 6 nm. Este comportamiento es probablemente debido a que al incrementar el número de bicapas conservando constante el espesor y el voltaje

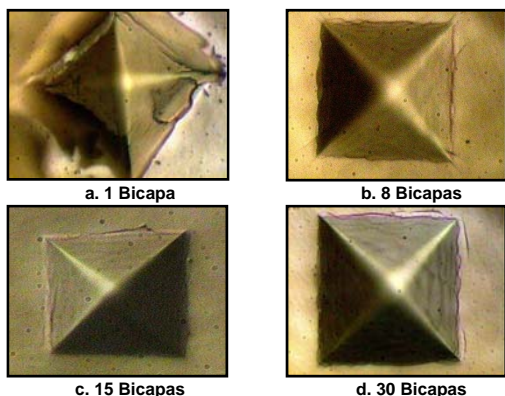


Figura 3. Micrografías a 50X de la huella del indentador Vickers al aplicar carga de 1000gf sobre las bicapas de CrN/ZrN.

bias aplicado al sustrato, se presentó una variación en la microestructura de la bicapa lo cual se evidenció en la reducción del tamaño de grano para estas bicapas.

En la figura 3 se presentan imágenes de las huellas de microindentación Vickers de recubrimientos preparados con diferente número de bicapas. De esta comparación se observa que el recubrimiento con una bicapa presenta desprendimiento por la formación de fracturas alrededor de la huella de indentación. Este detalle experimental esta relacionando con la baja resistencia a la fractura del recubrimiento. En el caso de 8, 15 y 30 bicapas la marca de indentación observada, presenta características similares al aplicar la carga de 1000 gf, lo que indica que estos recubrimientos presentan mayor resistencia a la fractura comparando con la muestra de 1 bicapa. Con las mediciones de nanoindentación se determinó la dureza de las bicapas, obteniendo valores de 10 ± 1 GPa a 21 ± 2 GPa para muestras con 1 y 30 bicapas respectivamente. La razón de este resultado radica en la naturaleza de las estructuras tipo multicapa, puesto que al aumentar el número de bicapas se incrementa la microdureza como resultado del aumento del número de capas alternadas de CrN y ZrN, pero a espesores menores, con el objetivo de conservar el espesor total del recubrimiento. Esto conlleva a que la energía aplicada por la carga pueda ser absorbida y distribuida en mayor cantidad debido al incremento de dicho numero de bicapas [6]; los resultados obtenidos en este trabajo, concuerdan con la literatura consultada [5].

4. Conclusiones

Recubrimientos de CrN/ZrN fueron depositados sobre sustratos de silicio (100) y acero inoxidable AISI 420, para estudiar la influencia del número de bicapas sobre el comportamiento mecánico evaluado por nanoindentación en cuanto a la dureza del recubrimiento y microindentación Vickers en cuanto a la resistencia a la fractura. A partir de los análisis de XRD y AFM, se determinó que los recubri-

mientos obtenidos presentaron alta cristalinidad y una clara tendencia a la reducción del tamaño de grano conforme se incrementa el número de bicapas. Este efecto microestructural tiene una clara influencia en el incremento de la dureza y de la resistencia a la fractura que exhibieron los recubrimientos con mayor número de bicapas (15 y 30). Estos resultados demuestran que este tipo de recubrimientos son apropiados para aplicaciones industriales debido a su alto desempeño mecánico.

Agradecimientos:

El presente trabajo está enmarcado dentro de la propuesta de Jóvenes Investigadores e Innovadores 2006, avalado por Colciencias y la Universidad Autónoma de Occidente mediante el proyecto Estudio de fenómenos tribológicos en aceros AISI 420 con recubrimientos de multicapas de CrN/ZrN y apoyado por el Centro de Excelencia en Nuevos Materiales, CENM, bajo el contrato con Colciencias RC-043-2005.

Referencias

- [1] S. Veprek, J. Vac. Sci. Technol. A 17 pg. 5 (1999).
- [2] J.J. Zhang, et al. Surface & Coatings Technology 201 pg. 5186-5189, (2007).
- [3] H. J. Ramos, N. B. Valmoria, Vacuum. A 73 pg. 549-554, (2004).
- [4] W.-J. Chou, et al. Thin Solid Films 405 pg. 162-169, (2002)
- [5] J. C. Caicedo, et al Revista Colombiana de Física, VOL. 37, No. 2 (2005)
- [6] R. Tickoo, et al, Science and Engineering. B 110 pag. Pg. 177-184, (2004).