

**DETERMINACIÓN DE LA DUREZA MEDIANTE EL METODO DE INDENTACIÓN
INSTRUMENTADA DE MUESTRAS DE ACERO H13 DEPOSITADAS CON
MULTICAPAS DE Ti/TiN MEDIANTE EL PROCESO DE EVAPORACION POR
ARCO CATODICO “Cathodic arc Evaporation” (CAE).**

**MARTHA ISABEL JEREZ ACEROS
LUZ DARY MORANTES MONCADA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE FÍSICA
BUCARAMANGA**

2011

**DETERMINACIÓN DE LA DUREZA MEDIANTE EL METODO DE INDENTACIÓN
INSTRUMENTADA DE MUESTRAS DE ACERO H13 DEPOSITADAS CON
MULTICAPAS DE Ti/TiN MEDIANTE EL PROCESO DE EVAPORACION POR
ARCO CATODICO “cathodic arc Evaporation” (CAE).**

**MARTHA ISABEL JEREZ ACEROS
LUZ DARY MORANTES MONCADA**

Trabajo de grado para optar el titulo de físico

**Director
Ph.D ARTURO PLATA GOMEZ.**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE FÍSICA
BUCARAMANGA
2011**

*A mis Padres Fernando y María por su amor, su apoyo, su confianza, su comprensión y sus consejos, a mis hermanos Diana, Roció y Andrés por estar siempre a mi lado compartiendo cada día, al ser que ha estado conmigo incondicionalmente brindándome su amor, su cariño y comprensión en todos estos años Julio Cesar Núñez, y a la memoria de mi abuelo que con su sabiduría y sus enseñanzas siempre estará en mi corazón y en mis pensamientos a pesar de su ausencia **Patrocinio Aceros.***

Martha Isabel Jerez Aceros.

A Dios por permitirme alcanzar este logro, a mis padres Urbano y Victoria por su confianza y buenos consejos y a mis hermanos Omar, Joaquín, Javier, Albita y en especial a Nubia por su apoyo incondicional.

Luz Dary Morantes Moncada

AGRADECIMIENTOS

Expreso mis agradecimientos primero a Dios por guiarme en mis decisiones, a mi familia por su amor y comprensión, a Julio Cesar Núñez por estar a mi lado apoyándome y brindándome su amor.

A mi director de proyecto al Doctor Arturo Plata Gómez por el apoyo, su confianza ante la realización de este proyecto, el respeto que nos ha brindado, su excelente trato y por su valiosa amistad.

Al grupo de Óptica y Tratamiento de Señales por permitir realizar mi proyecto de grado con ellos, a todos mis compañeros de laboratorio en especial a Carlos Osorio por sus consejos, Vladimir Jerez por sus grandes críticas que han hecho que me esfuerce mas por lograr mis ideales, Cristian Ariza y Martin Mojica, a los profesores en especial a el Doctor Jaime Meneses.

A mi compañera de trabajo Luz Dary Morantes por estar a mi lado en las dificultades que nos surgieron en la elaboración de este trabajo, por sus ocurrencias haciéndonos disfrutar un poco y sobre todo por su amistad, a Laura Lara Ortiz por compartir con nosotras la elaboración de este gran proyecto y su amistad.

A mi gran amigo Carlos Alberto Chacón por su valiosa colaboración en este trabajo, sus consejos, sus palabras y sobre todo por esa amistad tan bonita que se ha venido fortaleciendo en estos últimos años; a Carolina Mendoza Luna por brindarme su amistad y su cariño, a Elber Rodríguez por su apoyo, y a todos mis grandes amigos que se me escapa mencionarlos pero que en una o en otra manera han estado allí brindándome un consejo, un abrazo o una mano de aliento en el transcurso de mi vida.(Alfredo B, Laura C, Rafael G. Jhoana R).

Al doctor Piotr Tsygankov por su colaboración en el proceso de deposición de las multicapas de Ti/TiN y al laboratorio de Física del plasma (UIS); a COLCIENCIAS, GOBERNACION de Santander, ECOPETROL, y la Universidad Industrial de Santander (UIS) por el apoyo al tema de investigación. A la Empresa FORCOL por suministrarnos el material de investigación. Y al SENA por permitirnos realizar las pruebas de Micro-indentación.

Martha Isabel Jerez Aceros.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco al profesor Arturo Plata Gómez, Carlos chacón y demás integrantes del grupo **GOTS** por las enseñanzas, colaboración y guía a lo largo de este proyecto.

A mis compañeras Laura y Martha por compartir su amistad y por brindarme su apoyo, a los integrantes del grupo chévere que con el tiempo se fue haciendo más grande y como olvidar a mis amiguitos Leidi, Indi, Alon ,Diana ,Adrian ,Cesar, Jenny y Rochi que siempre estuvieron en los momentos cuando más los necesite.

Luz Dary Morantes Moncada

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	19
1. TEORIA Y PROCESO DE DEPOSICIÓN	21
1.1. RECUBRIMIENTOS DUROS	21
1.2. CARACTERISTICAS PRINCIPALES DE UN SISTEMA SUSTRATO/ RECUBRIMIENTO.	21
1.2.1. Sistema de multicapas	22
1.2.2. Titanio (Ti)	22
1.2.3. Nitruro de Titanio (TiN)	23
1.2.4. Sustrato (ACERO H13)	23
1.2.4.1. Preparación superficial del sustrato	25
1.3. PROCESO DE DEPOSICIÓN	25
1.3.1. Técnica de deposición “evaporación por arco catódico (CAE)”	26
1.3.1.1. Equipo para la producción del recubrimiento (REACTOR MOSMET)	27
1.3.1.2. Análisis en la producción de la películas de Ti/TiN	28
2. TEORIA Y CARACTERIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES SUPERFICIALES Y MECANICAS (DUREZA).	33
2.1. PROPIEDADES SUPERFICIALES	33
2.2. TECNICA PARA LA CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL DEL RECUBRIMIENTO	33
2.2.1. Microscopia de fuerza atómica (<i>AFM</i>)	33
2.3. TECNICAS UTILIZADAS PARA HALLAR LA DUREZA	35
2.3.1. Definición de la dureza	35
2.3.1.1. Micro-indentación	35
2.3.1.1.1. Equipo micro-indentación	36
2.3.1.2. Nanoindentación.	38
2.3.1.2.1. Equipo de nanoindentación	39
2.3.1.3. Nanoindentación de manera tradicional (<i>AFM</i>)	43

3. TEORIA Y CONSTRUCCION DE UN DISPOSITIVO DE RECONSTRUCCION 3D	45
3.1. TRIANGULACIÓN LASER	45
3.2. CONSTRUCCION Y CALIBRACIÓN DEL DISPOSITIVO DE RECONSTRUCCIÓN 3D	46
3.2.2.1. Calibración del dispositivo	47
4. ANALISIS Y RESULTADOS	49
4.1. ANALISIS DE PROPIEDADES SUPERFICIALES	49
4.2. ANALISIS DE MICRO-INDENTACIÓN	52
4.3. ANALISIS DE NANOINDENTACIÓN	54
4.4. ANALISIS DE NANOINDENTACION CONVENCIONAL	56
4.5. ANALISIS DE LA RECONSTRUCCION	56
CONCLUSIONES	59
REFERENCIAS	61
ANEXOS	65

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Esquema de un sistema multicapa.	22
Figura 2. Muestras de acero H13.	25
Figura 3. Esquema de las técnicas de preparación de capas delgadas.	26
Figura 4. Esquema principal del funcionamiento del sistema de arco eléctrico.	27
Figura 5. Reactor MOSMET a) panel de control. b) Fuente de alto voltaje, c) Panel de encendido descarga de arco, d) Fuente para el arco eléctrico, e) Sistema de Vacío, f) Cámara de descargas.	28
Figura 6. Distribución de la tasa de crecimiento a) sin campo magnético. b) con campo magnético.	30
Figura 7. Cálculo recubrimiento Ti / TiN.	31
Figura 8. Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) CP-II marca Veeco.	34
Figura 9. Muestra de acero H13, a) zonas de barrido de la muestra; b) Micrografías tomadas por (AFM).	34
Figura 10. a) Equipo de Micro-indentación Shimadzu b) Punta de indentación Vickers; c) Huella de indentación con una punta Vickers.	37
Figura 11. Huellas de Micro-indentación; a) Huella sobre acero H13; b) Huella sobre acero recubierto con multicapas.	38
Figura 12. a) Equipo de Nanoindentación Nanovea. b. Cabezal donde se encuentra montada la punta Berkovich c. Huella Residual de la punta Berkovich	40
Figura 13. Curva de Carga Vs Profundidad a una carga de 22 mN.	41
Figura 14. Huella de indentación carga de 31mn a) Imagen obtenida por (AFM); b) Perfil transversal de la huella.	44
Figura 15. Huella de indentación carga de 43mn a) Imagen obtenida por (AFM); b) Perfil transversal de la huella.	44
Figura 16. Montaje Óptico de Triangulación Laser.	45
Figura 17. Dispositivo de reconstrucción tridimensional elaborado.	46
Figura 18. a) Galgas reconstruidas, b) de izquierda a derecha galga de 1mm, galga de 0.75mm, galga de 0.5mm; c) de izquierda a derecha galga de 0.09mm, galga de 0.075mm.	48
Figura 19.a) Imagen en 2D y 3D del acero H13 sin recubrir.	49

Figura 20. Rugosidades y tamaño de grano obtenidos por Microscopia de Fuerza Atómica en relación con el espesor.	52
Figura 21. Esquema del aumento de la dureza al aumentar el espesor	53
Figura 22. Dureza y Modulo elástico en función de la profundidad de la muestra 1.	55
Figura 23 a) Matriz patrón, b) Reconstrucción 3D por triangulación laser, c) Curvas de nivel de la matriz reconstruida.	57
Figura 24. a) Reconstrucción 3D de la matriz deformada b) curvas de nivel de la matriz con deformaciones topográficas.	58

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Propiedades físicas del compuesto TiN	23
Tabla 2. Composición del acero H13	24
Tabla 3. Propiedades del acero H13	24
Tabla 4. Valores obtenidos variando la corriente de descarga sin campo magnético.	29
Tabla 5. Valores obtenidos variando la corriente de descarga con campo magnético.	29
Tabla 6. Parámetros de Deposición de las multicapas de Ti/TiN.	32
Tabla 7. Espesor y número de bicapas de cuatro muestras de Acero H13.	32
Tabla 8. Valores promedios de rugosidad y de tamaño de grano para las 4 muestras depositadas.	35
Tabla 9. Valor de la diagonal de la huella en las diferentes muestras variando la carga.	38
Tabla 10. Valores hallados en las graficas de carga Vs desplazamiento para cada carga aplicada.	42
Tabla 11. Valor experimental y teórico de las galgas reconstruidas con su respectivo porcentaje de error	48
Tabla 12. Promedio de la dureza Vickers	52
Tabla 13. Datos obtenidos con el método de Oliver-Pharr para la muestra1.	54
Tabla 14. Valores de la Dureza hallados de manera convencional.	56

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO 1. REACTOR MOSMET	65
ANEXO 2. MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA	67
ANEXO 3. GRAFICAS DE CURVA V_s DESPLAZAMIENTO PARA CADA CARGA	68

RESUMEN

TITULO: DETERMINACIÓN DE LA DUREZA MEDIANTE EL METODO DE INDENTACIÓN INSTRUMENTADA DE MUESTRAS DE ACERO H13 DEPOSITADAS CON MULTICAPAS DE Ti/TiN MEDIANTE EL PROCESO DE EVAPORACION POR ARCO CATODICO “Cathodic arc Evaporation” (CAE).¹

AUTOR: Martha Isabel Jerez Aceros, Luz Dary Morantes Moncada.²

PALABRAS CLAVES: Multicapas de Ti/TiN, *AFM*, dureza, espesor.

En este trabajo se determinó la dureza del recubrimiento de multicapas de Ti/TiN sobre acero H13 empleando la técnica de nanoindentación y utilizando una punta de diamante Berkovich; las curvas de carga Vs desplazamiento se analizaron mediante el Método de Oliver- Pharr, obteniendo así un aumento de la dureza de un 40% en relación con la dureza del acero H13. La dureza del conjunto sustrato/recubrimiento se determinó usando la técnica de micro-indentación empleando una punta de diamante con geometría Vickers, los resultados que se obtuvieron mostraron un aumento del 15% de la dureza del conjunto sustrato/recubrimiento; además se realizó la caracterización superficial de las muestras por medio del Microscopio de Fuerza Atómica (*AFM*) donde se halló la rugosidad y el tamaño de grano de cada una de las muestras. La deposición de las multicapas se realizó mediante la técnica de Evaporación por arco catódico (*CAE*), utilizando el reactor MOSMET que se encuentra en el laboratorio de Física del Plasma de la Universidad Industrial de Santander.

Finalmente se construyó un dispositivo de reconstrucción 3D por triangulación laser, con el fin de verificar si al aplicar un recubrimiento con multicapas mejora significativamente la vida útil de una matriz de forja utilizada en la industria automotriz FORCOL.

¹ Proyecto de Grado

² Facultad de Ciencias. Escuela de Física. Arturo Plata Gómez (Director)

ABSTRACT

TITLE: HARDNESS DETERMINATION BY THE METHOD OF INSTRUMENTED INDENTATION ON MULTILAYER IN Ti / TiN DEPOSITED ON H13 STEEL SAMPLES BY THE TECHNIQUE “CATHODIC ARC EVAPORATION” (CAE).³

AUTHOR: Martha Isabel Jerez Aceros, Luz Dary Morantes Moncada.⁴

KEY WORDS: Multilayer Ti / TiN, *AFM*, hardness, thickness.

In this study was determined the hardness of the multilayer coating of Ti / TiN deposited on 4 samples of H13 steel by nanoindentation technique and using a diamond, the load Vs displacement curves were analyze using the Oliver-Pharr method, obtaining a hardness increase of 40% compared with the hardness of H13 steel. The hardness of all substrate / coating was determined using micro-indentation technique with a diamond Vickers geometry the results obtained showed an increase of 15% of the overall hardness of substrate / coating, besides surface characterization was performed on the samples using Atomic Force Microscope (*AFM*) to found the roughness and grain size on each samples. The deposition of the multilayers was done using the technique of cathodic arc evaporation (CAE), using the reactor MOSMET that belongs to the Plasma Physics Laboratory of the Universidad Industrial de Santander.

Finally a 3D reconstruction device using the laser triangulation method was built to verify whether to apply a multilayer coating significantly improves the life of forging matrix used in the automotive industry FORCOL.

³ Degree Project

⁴ Faculty of Sciencies. School of Physics. Arturo Plata Gomez (Supervisor)

INTRODUCCIÓN

Durante las últimas décadas se ha avanzado en el desarrollo de nuevas técnicas, como los recubrimientos duros de películas delgadas, donde se pueden combinar las propiedades del material base y del material depositado^[1] con el propósito de aumentar la dureza superficial de herramientas tipo industrial y evitar que los esfuerzos a los que se encuentren sometidos dichos elementos causen deformaciones, desgaste superficial y fractura.

Entre las técnicas implementadas en el área de recubrimientos duros, se destaca el proceso de deposición física de vapor PVD "*Physical Vapor Deposition*" (PVD), que se caracteriza por la evaporación de un material mediante calentamiento o bombardeo iónico energético; este material evaporado es depositado en la superficie de la pieza formando una capa delgada.^[8] Dentro de esta técnica de deposición se encuentra la evaporación por arco catódico (CAE) la cual se produce por efecto de un arco eléctrico que se desplaza sobre el cátodo.

En este trabajo se presentan 4 capítulos. El primer capítulo proporciona ideas generales sobre los tipos de recubrimientos, diferentes procesos de deposición empleados para la producción de los mismos haciendo énfasis en la deposición por arco catódico (CAE) que es la técnica implementada para depositar las multicapas de Ti/TiN; además se detalla el tratamiento preliminar realizado a las muestras de acero H13 y el equipo utilizado en la producción de los recubrimientos. Por último se realiza el análisis de la producción de las multicapas y se definen los parámetros que se emplearon para la deposición.

El capítulo 2 muestra una descripción de los fundamentos teóricos concernientes a las propiedades superficiales y la dureza del recubrimiento; se explica además la técnica implementada en la caracterización superficial del recubrimiento y del

equipo que se emplea para hallar dichas propiedades. Finalmente se hace referencia a las técnicas y los equipos utilizados para determinar la dureza.

En el capítulo 3 se explica el método de triangulación laser implementado para la reconstrucción de las matrices de forja de acero H13 utilizadas en la industria automotriz de la empresa FORCOL. Igualmente se realiza una explicación del montaje experimental y de la calibración del equipo, además se verifica la precisión del dispositivo, reconstruyendo objetos de espesores conocidos.

En el capítulo 4 se presentan los resultados obtenidos del tamaño de grano y de rugosidad de la superficie del recubrimiento, explicando la influencia de estos parámetros con el aumento del espesor; así mismo se analizan los resultados de micro-dureza para estudiar el comportamiento del sistema recubrimiento/sustrato. Para las pruebas de nanoindentación se analizan los datos que se obtuvieron de las curvas de carga Vs desplazamiento para diferentes cargas mediante el método de Oliver –Pharr determinando la dureza del recubrimiento. Por último se presenta la reconstrucción de la matriz de forja por la técnica de triangulación laser.

1. TEORIA Y PROCESO DE DEPOSICIÓN

1.1. RECUBRIMIENTOS DUROS

Los recubrimientos duros son películas delgadas con las que se recubren la superficie de piezas y herramientas de uso técnico e industrial con el fin de mejorar algunas propiedades físicas y mecánicas. ^[1-3-4]

Las películas delgadas se dividen en monocapa y multicapas. Sin embargo los recubrimientos en monocapa presentan algunos problemas porque no logran conseguir todas las propiedades simultáneamente, es decir si se tiene un aumento en la dureza y en la resistencia mecánica, habrá una disminución en la tenacidad y la adherencia en la interface sustrato-capa; por esta razón, la mayoría de los recubrimientos comerciales de alta calidad presentan estructuras multicapas. El material de la primera capa que se encuentra en contacto con el sustrato tiene como finalidad proporcionar buena adherencia, mientras que el objetivo de los materiales de las capas siguientes es suministrar alta dureza y resistencia al desgaste o bajo coeficiente de fricción; por lo tanto haciendo uso de los recubrimientos en multicapas se puede extender la vida útil de la herramienta, lo que representa una ventaja económica importante en procesos en los que esté involucrado una producción continua y repetitiva. ^[1-2-5]

1.2. CARACTERISTICAS PRINCIPALES DE UN SISTEMA SUSTRATO/ RECUBRIMIENTO.

En la realización de recubrimientos duros es de vital importancia conocer las propiedades físicas y mecánicas del sustrato debido a que este gobierna la nucleación y el crecimiento del recubrimiento^[5], igualmente es importante conocer las propiedades de los materiales o compuestos que se van a depositar, ya que estas propiedades influyen de forma sustancial en el desempeño del recubrimiento. Para la realización de las multicapas, se empleo el Titanio (Ti) que

es un metal y el nitruro de titanio (TiN) que es un compuesto cerámico, el sustrato que se utilizó es acero H13.

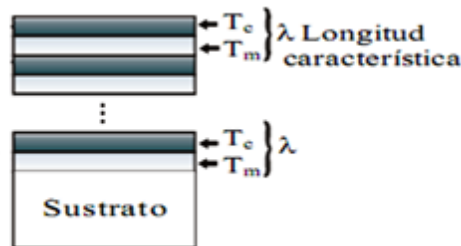
1.2.1. Sistema de multicapas

Los recubrimientos tipo multicapas se caracterizan por presentar un crecimiento secuencial y periódico de dos capas de diferentes materiales. La periodicidad (λ) de la multicapa a nivel microestructural es definida como la suma de los espesores de los materiales de las dos capas. [6]

$$\lambda = T_m + T_c \quad (1.1)$$

T_m es el espesor de la capa metálica y T_c es el espesor de la capa cerámica (Fig.1)

Figura 1. Esquema de un sistema multicapa. [6]



1.2.2. Titanio (Ti)

El titanio puro es un metal de color blanco plateado y brillante. La estructura electrónica del titanio se encuentra incompleta en la capa “d” permitiendo que el titanio forme soluciones solidas con muchos elementos sustitucionales. [7] Presenta dimorfismo es decir en sus aleaciones muestra dos estructuras cristalinas que dependen de la temperatura; a bajas temperaturas cristaliza en forma hexagonal compacta (fase α) y por encima de 885.2 °C cristaliza en una estructura cúbica centrada en el cuerpo; debido a este comportamiento tiene excelente resistencia a la corrosión ya que soporta el ataque de los ácidos inorgánicos, de la mayoría de orgánicos y del cloro húmedo. Reacciona muy rápidamente con el oxígeno,

nitrógeno, hidrogeno y carbono. ^[8] Otras propiedades que presenta este metal es su alto punto de fusión, lo que facilita el trabajo en condiciones de alta temperatura; además tiene bajos coeficientes de conductividad y dilatación térmica y bajo módulo de elasticidad convirtiendo al Ti en un metal excelente para uso industrial. ^[9-10].

1.2.3. Nitruro de Titanio (TiN)

El TiN es un compuesto químicamente estable e inerte, tiene una combinación de enlaces iónicos, covalentes y metálicos debido a su estructura intersticial, permitiendo combinar las propiedades físicas de los cerámicos y las eléctricas de los metales. ^[7] el TiN es apto para prevenir problemas de desgaste abrasivo o adhesivo en herramientas de mecanizado, punzones y matrices. Debido a sus propiedades el TiN es el recubrimiento más empleado industrialmente. ^[9-10-11] Algunas propiedades físicas se presentan en la *tabla 1*.

Tabla 1. Propiedades físicas del compuesto TiN [9-10-12]

Temperatura de fusión	2950° C
Coeficiente de fricción	0.13
Modulo de Young	250-640 Gpa
Relación de Poisson	0.25
Dureza	20 a 32 GPa
Parámetro de Red	4.244 Å
Estructura Cristalina	Cúbica centrada en las caras

1.2.4. Sustrato (ACERO H13)

El acero H13 pertenece al grupo H el cual es constituido por aceros que son empleados en operaciones que implican abrasión y altas presiones combinadas

con altas temperaturas de trabajo. Su composición química se encuentra en la *tabla 2.* ^[13-14-15]

Tabla 2. Composición del acero H13 ^[14-15]

Componente	Símbolo	Composición nominal (%)
Carbono	C	0.400
Silicio	Si	1.070
Manganeso	Mn	0.370
Fosforo	P	0.021
Azufre	S	0.001
Cromo	Cr	5.080
Molibdeno	Mo	1.250
Vanadio	V	0.910

El acero H13 es un material que presenta alta dureza a elevadas temperaturas, buena resistencia al desgaste y alta resistencia a la formación de grietas causadas por el choque térmico. En *la tabla 3* se muestran algunas propiedades del acero H13.

Tabla 3. Propiedades del acero H13 ^[13-15]

Modulo de elasticidad	Densidad	Conductividad térmica (315°C)	Dureza
207 GPa	7750Kg/m ³	27.7 W/m-°K	38-53 HRC

El acero H13 es empleado para fabricar matrices para forjado, extrusión y fundición a presión. Las herramientas fabricadas con este acero pueden soportar temperaturas de hasta 540°C aproximadamente, con exposiciones breves de hasta 595°C. Este acero es apropiado para nitrurar y recubrir con técnicas PVD. ^[15-16] Para obtener una mayor adherencia entre el sustrato y la primera capa del recubrimiento, a las muestras de acero H13 se les realizó un tratamiento superficial que se explicara posteriormente.

1.2.4.1. Preparación superficial del sustrato

A partir de cortes realizados a una matriz de forja se obtuvieron muestras de acero H13 de aproximadamente 1cmx1cm de área. Mediante un tratamiento superficial que consiste en el pulido manual con papel de carburo de silicio con número de grano desde 80 hasta 1200 se consiguió un acabado tipo espejo; posteriormente se realizó un baño ultrasónico con etanol y acetona durante 15 minutos cada uno con el fin de eliminar grasas e impurezas presentes en la superficie

La superficie de cada una de las muestras de acero H13 presenta una rugosidad promedio de 33.5 ± 8.0 nm.

Figura 2. Muestras de acero H13. FUENTE [autores]



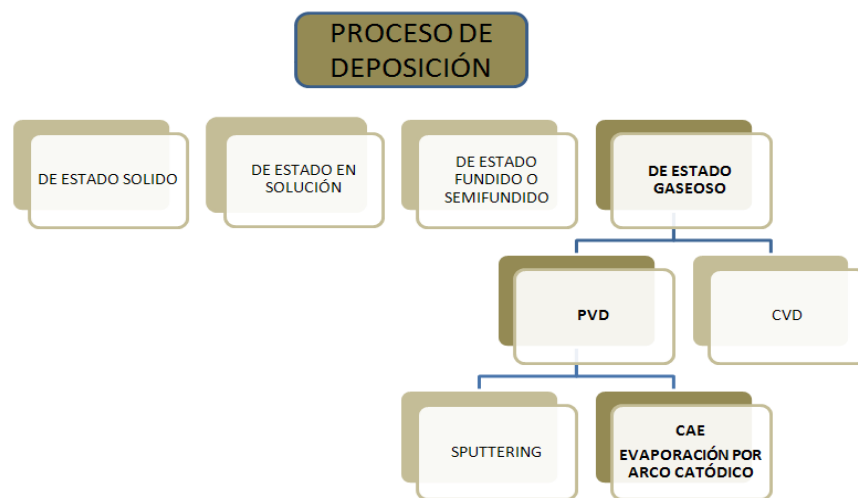
Después de tener las muestras con pulido tipo espejo, se procedió a realizar la deposición de las multicapas de Ti/TiN, mediante la técnica de Evaporación Por Arco Catódico (CAE).

1.3. PROCESO DE DEPOSICIÓN

Los procesos de deposición se dividen en cuatro categorías: proceso de estado gaseoso, proceso de estado sólido, proceso de estado en solución y proceso de

estado fundido o semifundido (Fig.3). En el proceso de estado gaseoso se encuentra la técnica PVD. Esta técnica consiste en evaporar un material mediante calentamiento o bombardeo iónico energético; el material ya evaporado se deposita sobre la superficie de la pieza que se quiere recubrir formándose así una capa delgada. [9-4]

Figura 3. Esquema de las técnicas de preparación de capas delgadas. [10]



La técnica PVD se divide en diversos métodos. Sin embargo los métodos más utilizados en la industria moderna de los recubrimientos son: “*magnetron sputtering*” y evaporación por arco catódico “*Cathodic arc evaporación*” (CAE).

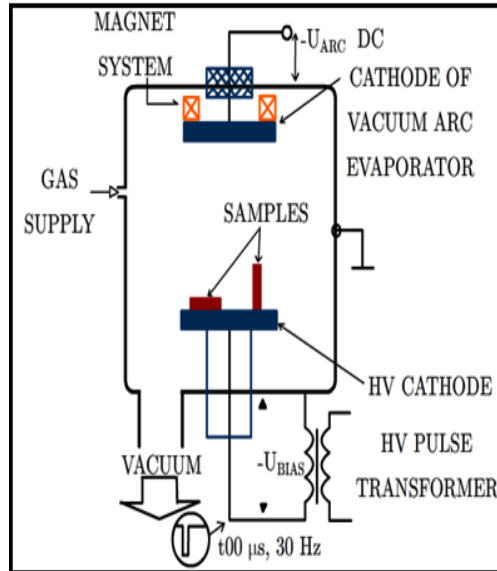
1.3.1. Técnica de deposición “evaporación por arco catódico (CAE)”

Las fuentes de evaporación han sido clasificadas según el tipo de calentamiento empleado para transformar el material sólido a fase de vapor; entre las diferentes fuentes de calentamiento tenemos la evaporación por arco catódico donde se produce un arco voltaico de alto amperaje generado sobre la superficie del cátodo, que es evaporado e ionizado. La diferencia de voltaje que hay entre el sustrato y la

cámara del reactor hace que los iones sean focalizados, acelerados y proyectados, el campo magnético direcciona los iones hacia la pieza a recubrir.

Fig.4. ^[10]

Figura 4. Esquema principal del funcionamiento del sistema de arco eléctrico. ^[26]



El dispositivo utilizado para realizar los recubrimientos de multicapas de Ti/TiN fue el reactor MOSMET.

1.3.1.1. Equipo para la producción del recubrimiento (REACTOR MOSMET)

El Laboratorio de Física y Tecnología del Plasma de la Universidad Industrial de Santander cuenta con un reactor MOSMET (*Fig.5*) las características principales y el funcionamiento del reactor se encuentran con detalle en el anexo1.

Figura 5. Reactor MOSMET a) panel de control. b) Fuente de alto voltaje, c) Panel de encendido descarga de arco, d) Fuente para el arco eléctrico, e) Sistema de Vacío, f) Cámara de descargas.^[25]



1.3.1.2. Análisis en la producción de la películas de Ti/TiN

Para la producción de las películas se realizó un ajuste en los parámetros de deposición dejando el voltaje constante y variando la corriente de descarga del cátodo. Para escoger la corriente de descarga óptima se realizó la evaporación de un cátodo de titanio en condiciones de vacío con campo y sin campo magnético. La mayor eficiencia promedio de evaporación \tilde{m} relaciona la cantidad de material depositado en la muestra con la tasa de evaporación.

$$\tilde{m} = \frac{\tilde{M}}{I} \quad (1)$$

\tilde{M} es la tasa de evaporación, que es igual a $\tilde{M} = \rho * V$, donde ρ es la densidad del titanio que tiene un valor de 4.540 kg/m³ y V es el volumen transferido por unidad de tiempo que se encuentra relacionado con la tasa de crecimiento de las películas (h):

$$V = 2\pi \int_0^R r h dr \quad R - \text{radio de la zona de pulverización} \quad (2)$$

$$h = \frac{H}{t} \quad (3), \quad H \text{ es el espesor de la película y } t \text{ es el tiempo de deposición.}$$

Los valores obtenidos sin campo magnético y con campo magnético se encuentran en las *tablas 4 y 5*.

Tabla 4. Valores obtenidos variando la corriente de descarga sin campo magnético.

	I= 150 A	I=200 A	I=250A
$V(10^{-10} \text{ m}^3/\text{s})$	5,51	7,51	8,98
$\tilde{M}(10^{-6} \text{ kg/s})$	2,50	3,41	4,11
$\tilde{m}(10^{-5} \text{ g/s})$	1,67	1,70	1,64

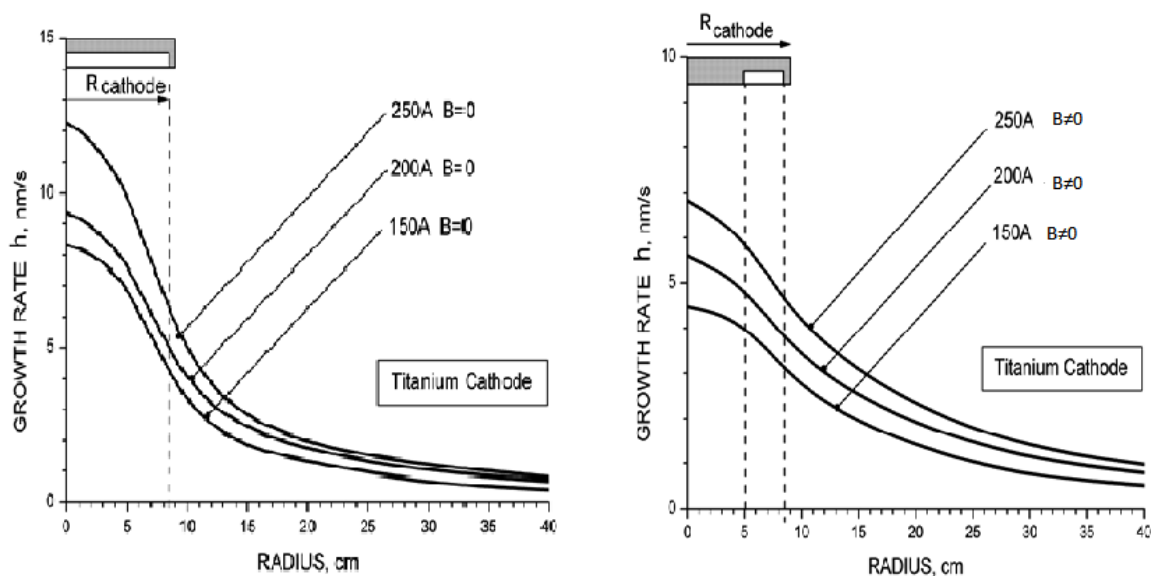
Tabla 5. Valores obtenidos variando la corriente de descarga con campo magnético.

	I= 150 A	I=200 A	I=250A
$V(10^{-10} \text{ m}^3/\text{s})$	5,48	7,61	9,33
$\tilde{M}(10^{-6} \text{ kg/s})$	2,49	3,46	4,23
$\tilde{m}(10^{-5} \text{ g/s})$	1,66	1,73	1,69

De los datos de las tablas 4 y 5 se puede decir que no existe una dependencia entre la corriente de descarga y la eficiencia promedio de evaporación; sin embargo se escoge la corriente descarga de 200A debido a que esta tiene mayor eficiencia \tilde{m} con respecto a las corrientes de 150A y la de 250A.

Para cada caso del campo magnético, se realizó la variación de la posición de la muestra con respecto al eje vertical del evaporador del cátodo obteniendo una relación con la tasa de crecimiento de las películas *Fig 6.a y Fig.6.b*

Figura 6. Distribución de la tasa de crecimiento a) sin campo magnético. b) con campo magnético.⁵



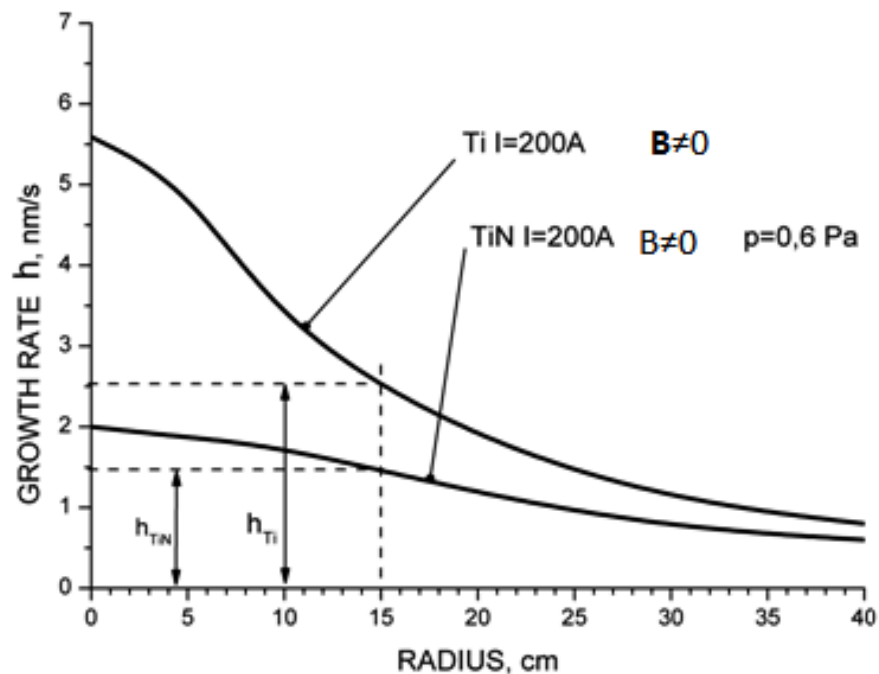
Como se observa en la *Fig. 6.a* al existir un crecimiento de la corriente de descarga se presenta una contracción de la descarga en la región central del cátodo, provocando que la distribución del vapor de titanio no sea homogénea en todo el volumen, decayendo así la eficiencia del cátodo y obteniendo una baja calidad del recubrimiento. Cuando se tiene campo magnético, en la superficie del cátodo se genera una descarga en forma de anillo con radios internos y externos de 5cm y 8,5 cm respectivamente. En la *Fig 6.b* se observa que la tasa de crecimiento es menor en función del radio, permitiendo un mayor control del crecimiento de las películas debido a que se obtiene una mayor homogeneidad de los flujos en la evaporación de titanio.

Al depositar multicapas de Ti/TiN se debe inyectar nitrógeno de forma periódica a una presión de 0.6Pa. Bajo dicha presión los átomos de titanio evaporados colisionan con el gas, permitiendo una redistribución del vapor de titanio en el

⁵ DOCTOR PIOTR TSYGANKOV (Director del Laboratorio de Tecnologías Plásmicas de la Bauman Moscow State Technical University).

volumen de la cámara. En la *Fig 7* se encuentra la distribución del espesor para las películas de Ti y TiN con un campo magnético; la muestra se sitúa a una distancia de 15 cm con respecto al eje vertical del cátodo con el fin de obtener una mayor eficiencia en la evaporación. Finalmente para conseguir homogeneidad en el espesor de las capas correspondiente a un valor de 12nm, el tiempo de inyección de nitrógeno es de 8.0 segundos, y el tiempo de deposición de titanio es de 4.8 seg.

*Figura 7. Cálculo recubrimiento Ti / TiN.*⁵



Previo al recubrimiento multicapa se depositó una subcapa de titanio (Ti) de alrededor de 100 nm de espesor para obtener una buena adherencia al sustrato de acero H13. La periodicidad (λ) de las multicapas tiene un valor de 24nm. Los parámetros de deposición establecidos para la realización de las multicapas se encuentran en la tabla 6. A cada una de las muestras (4) se le ejecutó el

recubrimiento variando el espesor total (Tabla 7) utilizando los mismos parámetros.

Tabla 6. Parámetros de Deposición de las multicapas de Ti/TiN.

Blanco	Presión de trabajo	Voltaje (V)	Corriente(A)	Temperatura del sustrato (°C)
TiN	0.6Pa	20	200	425
Ti	0.0Pa	22	200	425

Tabla 7. Espesor y número de bicapas de cuatro muestras de Acero H13.

muestras	espesor total(μm)	numero de capas(Ti/TiN)
1	2.00	79
2	1.00	38
3	1.15	44
4	0.850	31

2. TEORIA Y CARACTERIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES SUPERFICIALES Y MECANICAS (DUREZA).

2.1. PROPIEDADES SUPERFICIALES

El estudio de las características superficiales del recubrimiento depende fuertemente del proceso de deposición y de su aplicación la cual está ligada a las propiedades mecánicas finales que se desea adquirir para el sistema (recubrimiento/sustrato). Una de estas propiedades superficiales es la rugosidad que determina las irregularidades del recubrimiento, es decir su homogeneidad. Dicha homogeneidad se encuentra relacionada con el tamaño de grano.

2.2. TECNICA PARA LA CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL DEL RECUBRIMIENTO

Para determinar las propiedades superficiales del recubrimiento como el tamaño de grano y la rugosidad se utilizó la Microscopia de Fuerza Atómica (*AFM*).

2.2.1. Microscopia de fuerza atómica (*AFM*)

Se utilizó el microscopio de Fuerza Atómica *CP-II Marca Veeco* para caracterizar la morfología superficial de las muestras (Fig. 8) este microscopio tiene una resolución de 0.1 nm en z y 1 nm en x, y; el software que se utilizó fue un *proscan-HI.SPS INSTRO*, el modo de operación empleado fue el modo no contacto. Los detalles del funcionamiento de este microscopio se encuentran en el anexo 2.

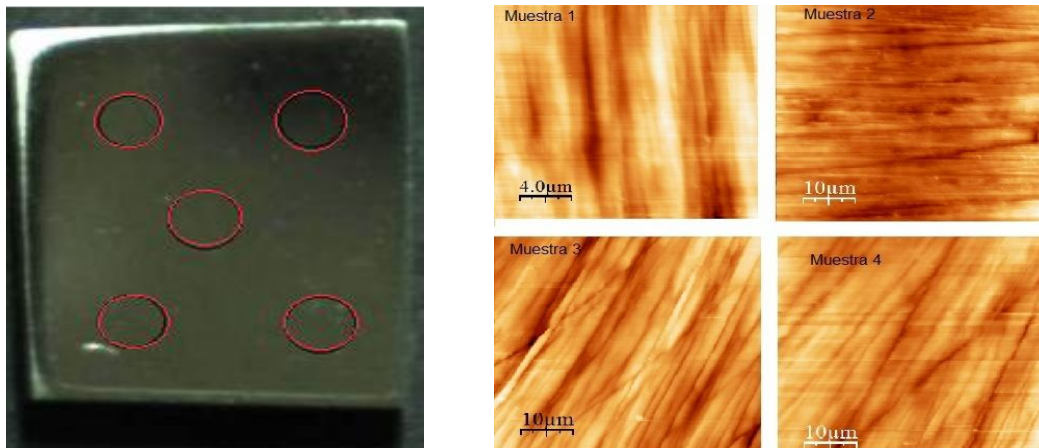
Figura 8. Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) CP-II marca Veeco.



FUENTE [autores]

Se determinó la rugosidad y el tamaño de grano promedio de las 4 muestras realizando un barrido en diferentes zonas como se indica en la *fig.9a*, el área de escaneo fue de $50\mu\text{m} \times 50\mu\text{m}$ (Fig. 9b).

Figura 9. Muestra de acero H13, a) zonas de barrido de la muestra; b) Micrografías tomadas por (AFM).



FUENTE [autores]

Los valores hallados para la rugosidad y el tamaño de grano se encuentran en la tabla 8.

Tabla 8. Valores promedios de rugosidad y de tamaño de grano para las 4 muestras depositadas.

Muestras	Rugosidad Promedio (nm)	Diámetro de grano(μm)
Muestra 1	110 \pm 26	2.7 \pm 0.7
Muestra 2	114 \pm 13	3.3 \pm 1.5
Muestra 3	59 \pm 15	2.7 \pm 1.2
Muestra 4	205 \pm 25	4.0 \pm 1.6

2.3. TECNICAS UTILIZADAS PARA HALLAR LA DUREZA

2.3.1. Definición de la dureza

La dureza es una propiedad mecánica que mide la resistencia de un material a la deformación permanente. ^[4-17-12] El propósito fundamental de la medida de dureza es determinar si un material o el tratamiento que se encuentra dicho material son adecuados. Existen varios métodos para medir la dureza a diferentes escalas como macro-indentación, micro-indentación y nanoindentación. Sin embargo se explicarán los ensayos de micro-indentación y nanoindentación debido a que los recubrimientos duros en capa fina poseen espesores del orden de micrómetros.

2.3.1.1. Micro-indentación

Este método es utilizado para medir la dureza de un material, que al aplicarle carga deja como resultado una huella en escala de micrómetros (*Fig. 10c*); la carga aplicada en este tipo de pruebas es 2Kg o menos.

Los ensayos de micro-dureza más usados son el ensayo Vickers y el ensayo Knoop. El ensayo que se implementó para realizar las pruebas de micro-dureza

fue el ensayo Vickers. Este consiste en hacer una huella sobre la superficie del material con un indentador que tiene forma de pirámide recta de base cuadrada; después de retirar el indentador de la superficie se mide la diagonal de la huella. [18-22] la dureza Vickers se calcula de acuerdo a la siguiente expresión:

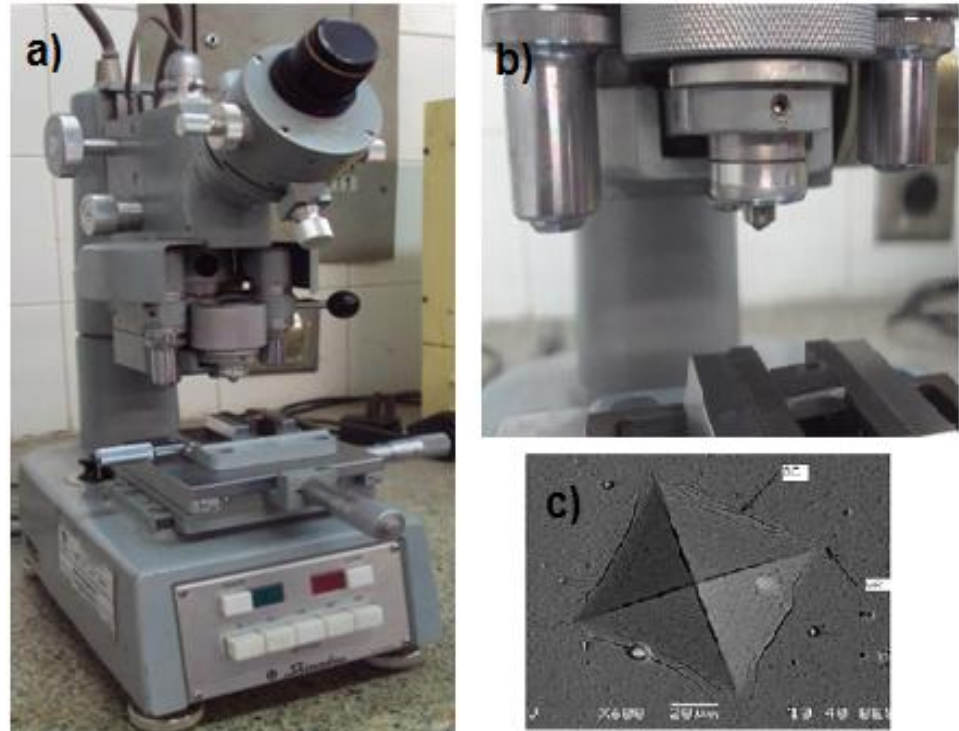
$$DV = \frac{2P \operatorname{sen}\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{d^2} = \frac{1.854P}{d^2} \quad (2.1)$$

Donde P es la carga aplicada en Kg, d es la diagonal media de la huella en mm y α el ángulo formado por las caras de la punta de indentación.

2.3.1.1.1. Equipo micro-indentación

Se empleó un Microdurómetro de carga automática “Shimadzu” que se encuentra en el laboratorio Control de Calidad del SENA sede Girón. Para realizar las pruebas de micro-indentación (*Fig. 10.a*), se utiliza un indentador de diamante con geometría Vickers con ángulos entre las caras opuestas de 136° (*Fig. 10b*), al cual se le pueden aplicar cargas de 15, 25, 50, 100, 200, 300, 500 y 1000 gr. Además posee diferentes tiempos de carga que van desde 5 hasta 45 seg.

Figura 10. a) Equipo de Micro-indentación Shimadzu b) Punta de indentación Vickers; c) Huella de indentación con una punta Vickers.



FUENTE [autores]

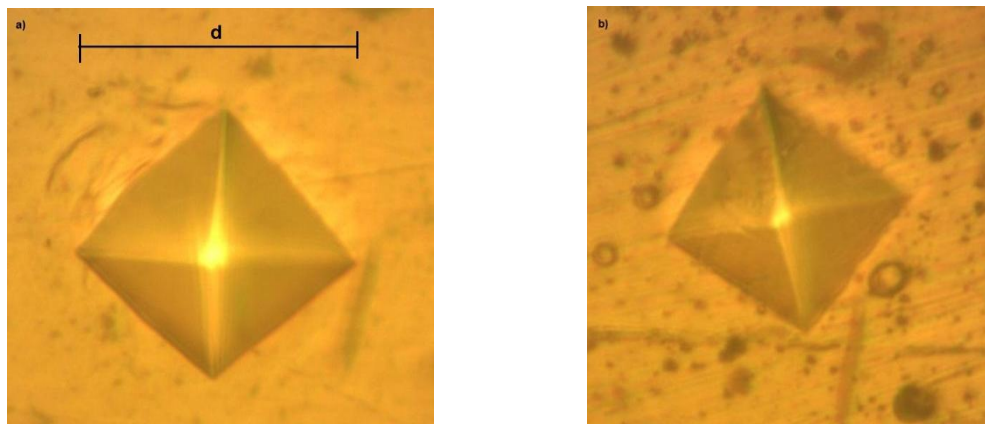
A las muestras 2, 3, 4 se le realizaron pruebas de Micro-indentación; las cargas que se le aplicaron a cada muestra fueron de 1.0Kg, 1.3 Kg y 1.5 Kg con un tiempo de duración de la carga de 15 seg. La muestra del sustrato sin recubrir (H13) se le aplicó una carga de 1.0 Kg. la diagonal de esta huella es de $0.073\pm 0.0.5$ mm. Para obtener resultados confiables de la dureza se cálculo el promedio del valor de la diagonal en 3 áreas diferentes de la muestra como se muestra en la *Tabla 9*.

Tabla 9. Valor de la diagonal de la huella en las diferentes muestras variando la carga.

	Muestra2	Muestra 3	Muestra4
Cargas(kg)	Diagonal promedio(mm)	Diagonal promedio(mm)	Diagonal promedio(mm)
1.0 Kg	0.068±0.0002	0.059±0.0014	0.069±0.001
1.3 Kg	0.074±0.002	0.081±0.002	0.078±0.70
1.5 Kg	0.085±0.001	0.089±0.0034	0.090±0.0002

La diagonal de la huella se midió como se indica en la Fig.11, la huella que se encuentra en la Fig.11.a corresponde al acero H13 antes de recubrir y la Fig 11.b al acero con recubrimiento de multicapas.

Figura 11. Huellas de Micro-indentación; a) Huella sobre acero H13; b) Huella sobre acero recubierto con multicapas.



FUENTE [Autores]

2.3.1.2. Nanoindentación.

La nanoindentación es una técnica que se utiliza como alternativa para medir las propiedades mecánicas y tribológicas en películas delgadas. Esta técnica consiste en hacer penetrar un indentador sobre la superficie de un material, el indentador con geometría definida (cono, bola, cubos, piramidal) a una determinada carga

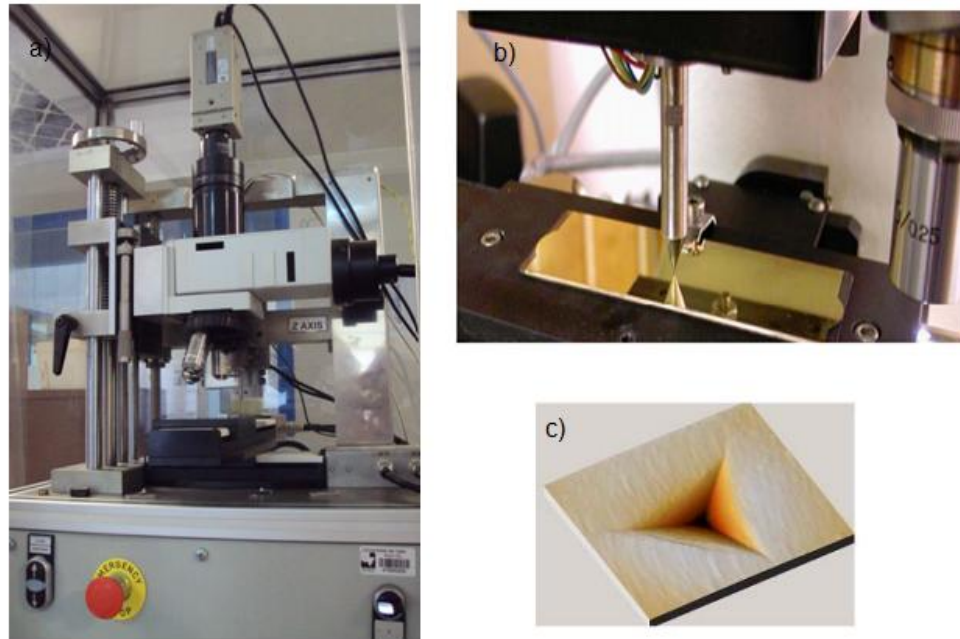
ocasionando una profundidad a la muestra. Cuando el indentador penetra la película ocurren deformaciones elásticas y plásticas, dejando una huella que está relacionada con la forma del indentador. Las curvas de carga y descarga que se obtienen de la indentación se analizan por diversos métodos uno de estos métodos fue el propuesto por Oliver y Pharr en 1992^[17-20-21-22].

2.3.1.2.1. Equipo de nanoindentación

El equipo utilizado para las pruebas de Nanoindentación es *NANOVEA SERIES*, con una resolución de profundidad de 0.003 nm^[24] (*Figura 12a*). El cabezal de Nanoindentación es de marca *IBIS* del laboratorio Fischer–Cripps. El indentador que se utilizó fue un Berkovich de punta de diamante (*Fig. 12 b y c*) se utilizó un software *IBIS* para el control de indentación. Este equipo pertenece al laboratorio de Recubrimientos Duros y Aplicaciones industriales (RDAI) de la Universidad del Valle.

Se realizaron pruebas de nanoindentación al acero H13 y a la muestra 1 con dos ciclos de carga el primer ciclo fue de cargas bajas desde 5 a 19 mN a intervalos de 2mN el segundo ciclo de cargas altas de 22 a 43 mN a intervalos de 3mN; para cada carga se realizaron 6 procesos de indentación, las huellas de indentaciones se encuentran separadas entre sí por 15 μm aproximadamente.

Figura 12. a) Equipo de Nanoindentación Nanovea. b. Cabezal donde se encuentra montada la punta Berkovich c. Huella Residual de la punta Berkovich.

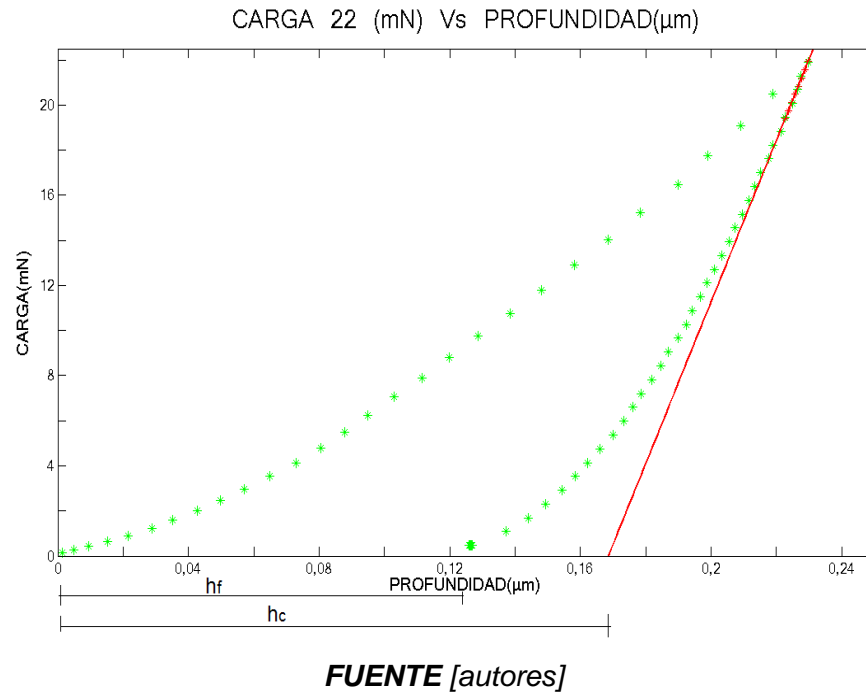


FUENTE [Autores]

Para cada carga de indentación se obtienen datos de carga y descarga del indentador; al graficar estos valores se tienen curvas P-h (Carga Vs profundidad) de las cuales se pueden extraer algunos datos como la carga máxima P_{max} , penetración máxima h_{max} , profundidad de penetración final residual después de la descarga h_f y la rigidez de contacto S. ^[17-22] Con esta información se puede calcular la dureza del material utilizando el método Oliver –Pharr.

En la *Fig.13* se observa la curva de carga Vs profundidad para un valor de carga de 22 mN. Las curvas correspondientes a las otras cargas de indentación se encuentran en el anexo3; la rigidez de contacto S de la curva de carga 22mN se puede observar en la *tabla 10*.

Figura 13. Curva de Carga Vs Profundidad a una carga de 22 mN.



El área de contacto es determinada considerando la geometría del indentador y la profundidad de contacto h_c . La profundidad de contacto se obtiene de la ecuación 2.2

$$h_c = h - h_s \quad (2.2)$$

Donde h_s es el hundimiento elástico de la superficie alrededor del punto de contacto expresado de la forma:

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (2.3)$$

A partir de 2.2 y 2.3 se obtiene la profundidad de contacto para un desplazamiento máximo, siendo ε una constante que depende de la geometría del indentador, (indentador Berkovich $\varepsilon = 0.75$) por lo tanto la profundidad de contacto se expresa:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (2.4)$$

La profundidad de contacto determina el área proyectada por medio de la relación existente entre estos valores y teniendo en cuenta el factor de correlación C del equipo; este valor de correlación difiere para cada ciclo de cargas; siendo $C=4.99E^{-6}$ el valor de correlación a cargas altas es y $C =4.47E^{-6}$ para cargas bajas.

$$A_c = kh_c^2 + Ch_c \quad (2.5)$$

Con el área de contacto calculada, se establece la dureza del material definida como la presión media que el material soporta durante la carga máxima, como se evidencia con la siguiente relación:

$$H = \frac{P_{max}}{A_c} \quad (2.6)$$

Los datos que se hallaron por medio de las curvas de carga Vs desplazamiento de la muestra 1 se encuentran en la *Tabla 10*; con estos valores se determina el área de contacto y la dureza del recubrimiento, estos resultados se explicaran en el capítulo 4.

Tabla 10. Valores hallados en las graficas de carga Vs desplazamiento para cada carga aplicada.

Carga Máxima(mN)	Profundidad Máxima(μm)	Rigidez de contacto(mN/μm)
5	0.077±0.001	156±6
9	0.122±0.002	200±10
11	0.134±0.005	240±20
13	0.160±0.004	250±10
15	0.163±0.001	280±20
17	0.19±0.02	300±10
19	0.20±0.02	320±10
22	0.23±0.003	354±10
25	0.24±0.005	390±10

28	0.26±0.01	420±20
31	0.29±0.02	450±20
34	0.29±0.01	480±20
37	0.35±0.01	500±10
40	0.37±0.02	490±20
43	0.37±0.02	510±20

2.3.1.3. Nanoindentación de manera tradicional (*AFM*)

Para hallar la dureza de manera tradicional se mide la diagonal directamente de la huella dejada por un indentador sobre la superficie del material. Teniendo la diagonal de impresión se puede determinar la dureza. ^[22]

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (2.7)$$

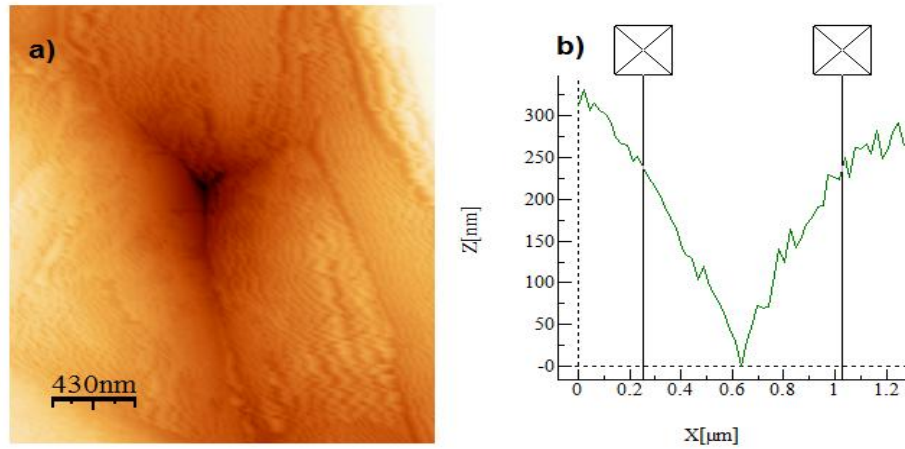
El área (A) para un indentador Berkovich es calculada por:

$$A = \frac{\sqrt{3}}{4} d^2 \quad (2.8)$$

Donde d es la diagonal de uno de los lados de la huella.

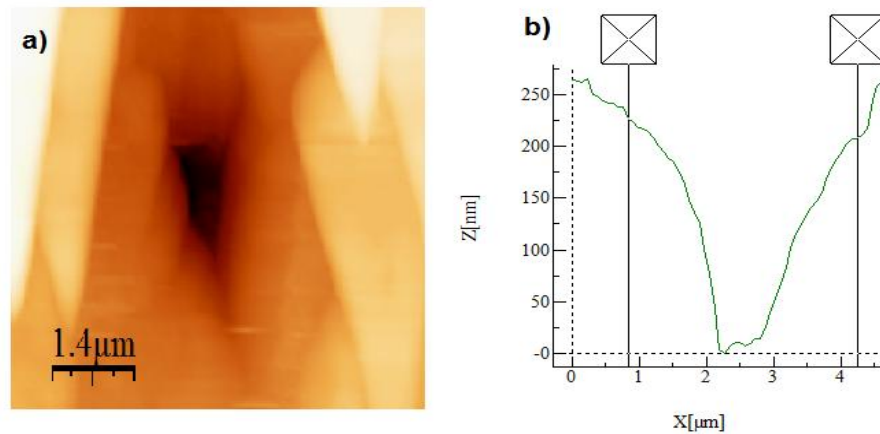
Se obtuvo la medida de la diagonal mediante la imagen adquirida por el Microscopio de Fuerza Atómica (*AFM*), las huellas encontradas corresponden a cargas altas, debido a que por sus dimensiones se dificulta encontrar la huella al aplicarles cargas bajas. En las *Fig. 14 y 15* se observan las impresiones de las huellas y el perfil transversal para las cargas 31mN y 43mN.

Figura 14. Huella de indentación carga de 31mn a) Imagen obtenida por (AFM); b) Perfil transversal de la huella.



FUENTE [Autores]

Figura 15. Huella de indentación carga de 43mn a) Imagen obtenida por (AFM); b) Perfil transversal de la huella.



FUENTE [Autores]

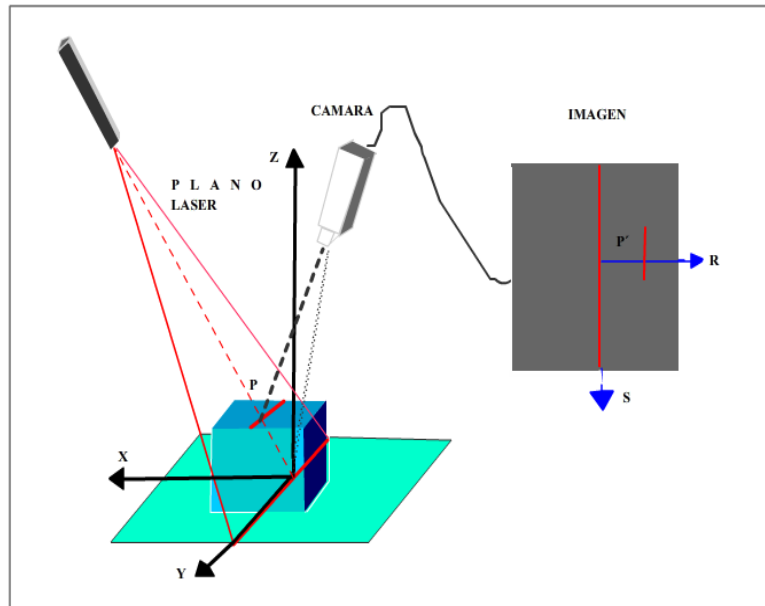
El perfil transversal fue tomado teniendo en cuenta la penetración final residual después de la descarga h_f , para cada carga (anexo 3). El valor de la diagonal de la huella para la carga de 31mN es de 1.20μm y para la carga de 43mN es de 2.80μm.

3. TEORIA Y CONSTRUCCION DE UN DISPOSITIVO DE RECONSTRUCCION 3D

3.1. TRIANGULACIÓN LASER

La técnica de triangulación láser consiste en proyectar un patrón láser (punto, línea, cuadrícula) sobre el cuerpo que se desea reconstruir. La *fig 16* muestra un esquema general de un sistema de reconstrucción 3D por triangulación laser; cuando se proyecta la línea laser sobre un plano de referencia (XY) se observa una línea recta en la imagen capturada por la cámara, si se coloca un objeto sobre el plano de referencia, la intersección entre la línea laser y la superficie del cuerpo produce un patrón deformado localmente que sigue la topografía del cuerpo. Los puntos del patrón deformado sufren un desplazamiento con respecto a la línea recta de referencia con lo cual es posible calcular la coordenada z (altura) de cada punto perteneciente a la línea deformada. [23]

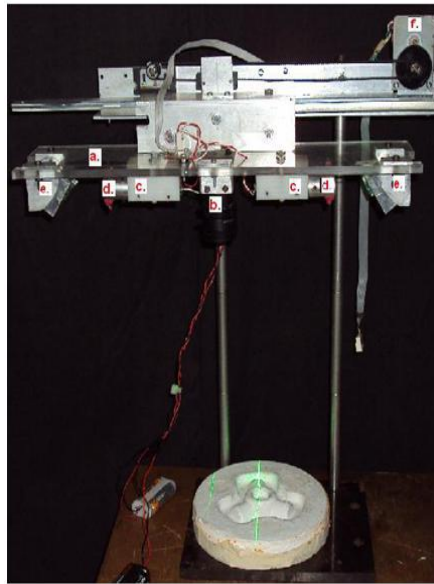
Figura 16. Montaje Óptico de Triangulación Laser. [23]



3.2. CONSTRUCCION Y CALIBRACIÓN DEL DISPOSITIVO DE RECONSTRUCCIÓN 3D

Se construyó un dispositivo de reconstrucción tridimensional conformado por: a) Plataforma, b) Cámara CCD con un objetivo de 12 mm, c) láser de longitud de onda de 532nm, d) lente cilíndrica, e) montaje para espejo con un ángulo 50°, f) motor de traslación paso a paso; este dispositivo de reconstrucción tridimensional fue construido en el laboratorio de Óptica y Tratamiento de Señales de la Universidad Industrial de Santander *Fig. 17*. Con el cual se puede verificar si al aplicarle un recubrimiento a una matriz de forja utilizada en la industria automotriz se mejora la vida útil.

Figura 17. Dispositivo de reconstrucción tridimensional elaborado.



FUENTE [Autores]

3.2.2.1. Calibración del dispositivo

la calibración del sistema se realizó proyectando la línea laser sobre el plano de referencia (Z_0), que es paralelo al plano XY (*fig 16*), posteriormente se desplazó el plano Z_0 en intervalos de 0.5mm en un rango de 14 mm a lo largo del eje Z , capturando una imagen para cada posición. En cada una de las imágenes de la línea se efectuó un proceso de binarización y de eliminación del ruido, con el fin de obtener el perfil de la línea. Para cada desplazamiento del plano se obtiene una traslación de la línea representada en corrimientos de pixeles lo que permite mediante regresión polinomial obtener una superficie de calibración; estableciendo una relación de primer orden para desplazamientos no mayores a 14 mm.

$$Z = Ax + By + C \quad (3.1)$$

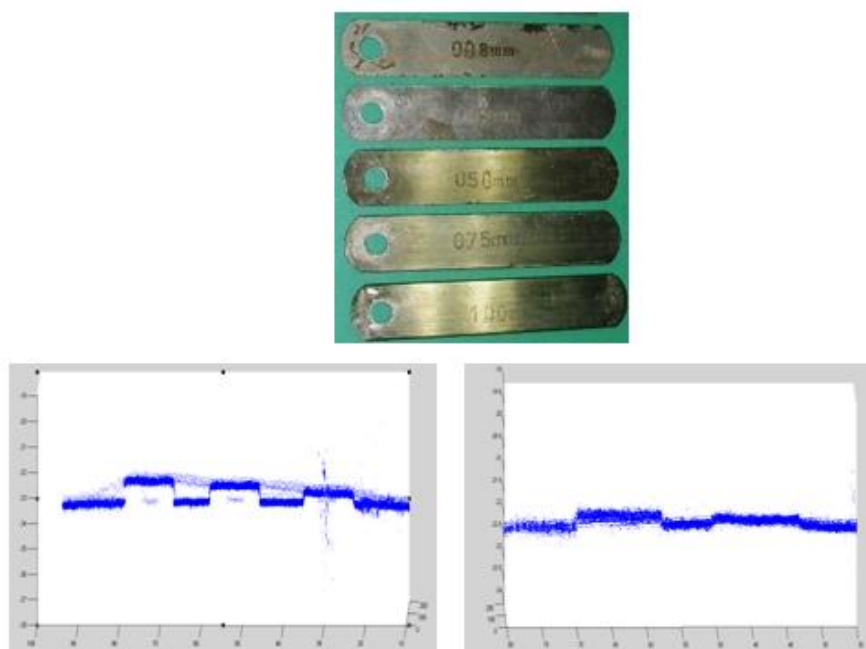
Para determinar la coordenada y se estableció la conversión de pixeles de la cámara a milímetros; mientras que la coordenada x se asocia al sistema mecánico de la plataforma. De esta manera un barrido sobre el objeto a reconstruir proporciona las deformaciones de la línea proyectada y mediante la ecuación obtenida se realiza la extrapolación de datos que se perdieron en el proceso de adquisición determinando así las variaciones topográficas del objeto.

Con el fin de evaluar la precisión del sistema implementado se reconstruyeron objetos (galgas) de diferentes alturas y dimensiones conocidas (*Fig 18.b, Fig. 18c*), de esta forma se puede comparar la medida reportada por el sistema de reconstrucción con la medida obtenida mediante un calibrador el cual tiene una precisión de 0.05mm . Los errores son reportados en la tabla 11.

Tabla 11. Valor experimental y teórico de las galgas reconstruidas con su respectivo porcentaje de error

Altura	Objeto 1	Objeto 2	Objeto 3	Objeto 4	Objeto 5
Teórica(mm)	1.00±0.05	0.80±0.05	0.5±0.05	0.09±0.05	0.07±0.05
promedio por reconst (mm)	1.0±0.1	0.8±0.1	0.5±0.1	0.08±0.01	0.04±0.01
Porcentaje de error	2%	1.33%	4%	8.88%	42.85%

Figura 18. a) Galgas reconstruidas, b) de izquierda a derecha galga de 1mm, galga de 0.75mm, galga de 0.5mm; c) de izquierda a derecha galga de 0.09mm, galga de 0.075mm.



FUENTE [Autores]

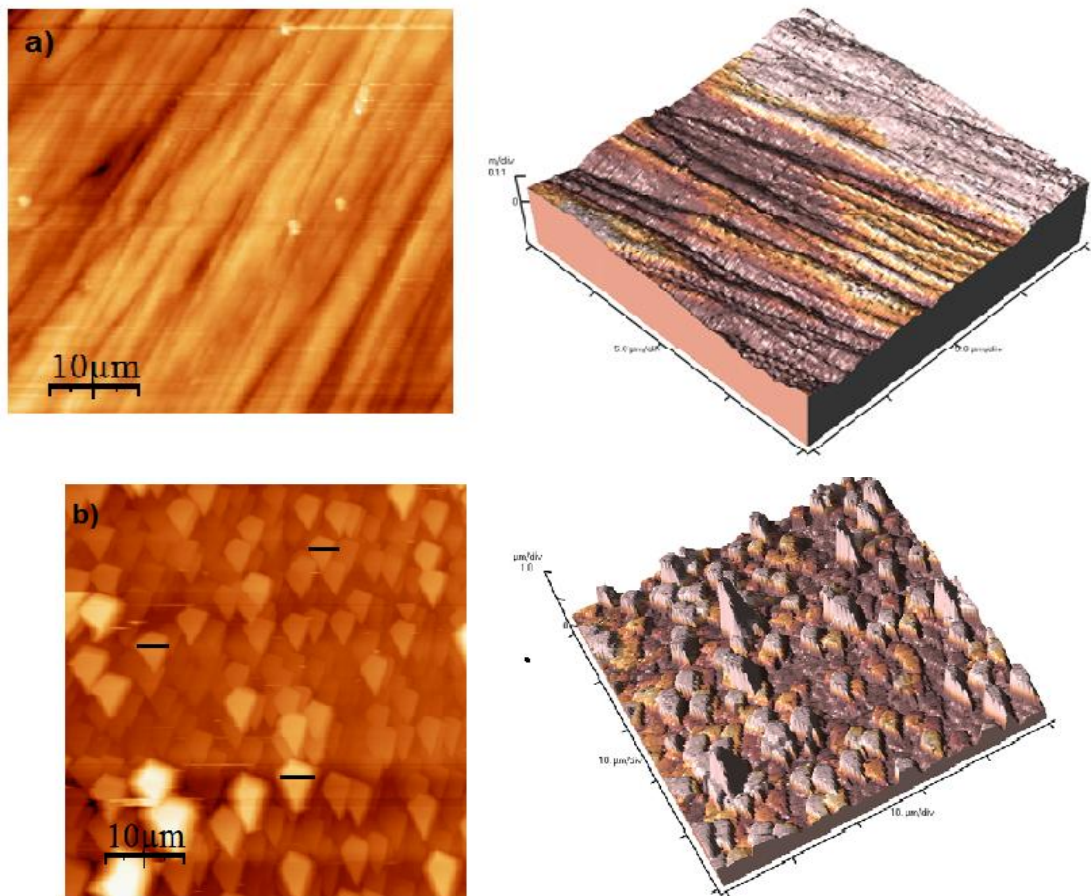
El error de la medida del espesor de las 4 primeras galgas fue menor a un 10%, esto se debió a que se podían ajustar algunos parámetros como la iluminación y la apertura del objetivo. Para el valor de la galga de 0.07 mm se obtuvo un mayor porcentaje de error con lo cual podemos decir que este valor se aproxima al valor de la precisión del sistema.

4. ANALISIS Y RESULTADOS

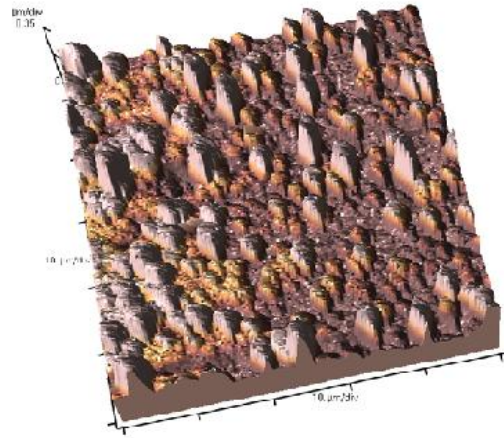
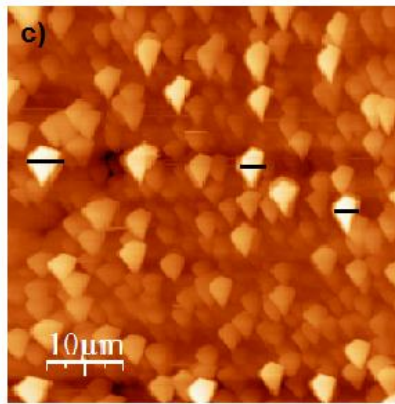
4.1. ANALISIS DE PROPIEDADES SUPERFICIALES

Para observar el comportamiento del espesor se recubrieron 4 muestras de acero H13 con los parámetros de deposición establecidos en la *tabla 6*, realizando una variación del número de bicapas (*tabla 7*) y conservando la periodicidad. Las imágenes de la topografía superficial de cada una de las muestras se muestran en la *Fig. 19 (a, b, c, d y e)*.

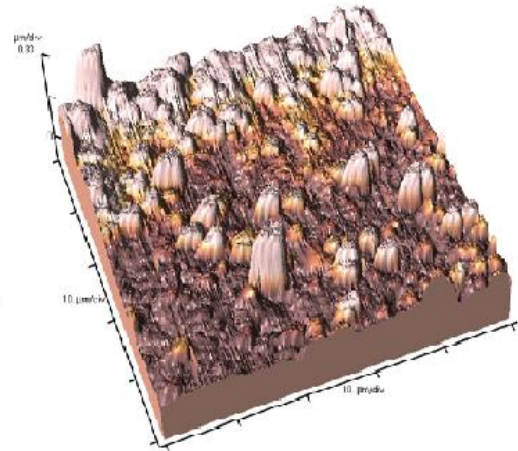
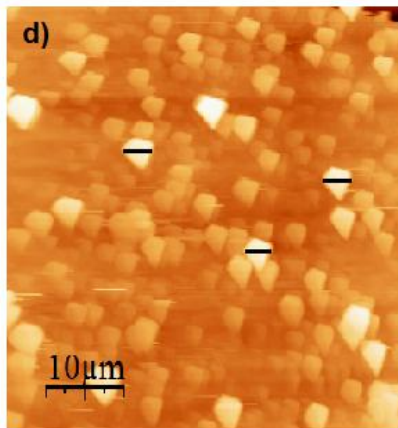
Figura 19.a) Imagen en 2D y 3D del acero H13 sin recubrir.



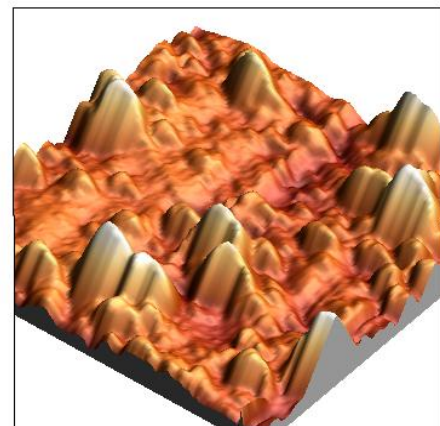
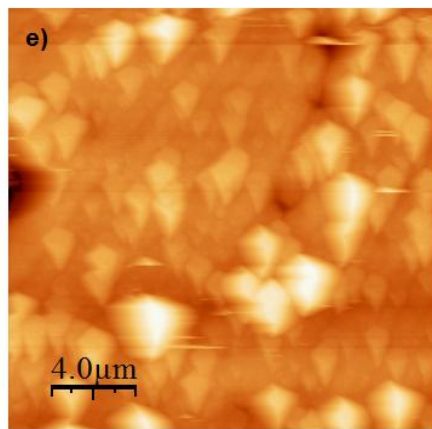
b) Imagen 2D y 3D de la muestra 4 recubierta con 21 bicapas. FUENTE [Autores]



c) Imagen en 2D y 3D de la muestra 2 recubierta con 38 bicapas.



d) Imagen en 2D y 3D de la muestra 3 recubierta con 44 bicapas. **FUENTE** [Autores]

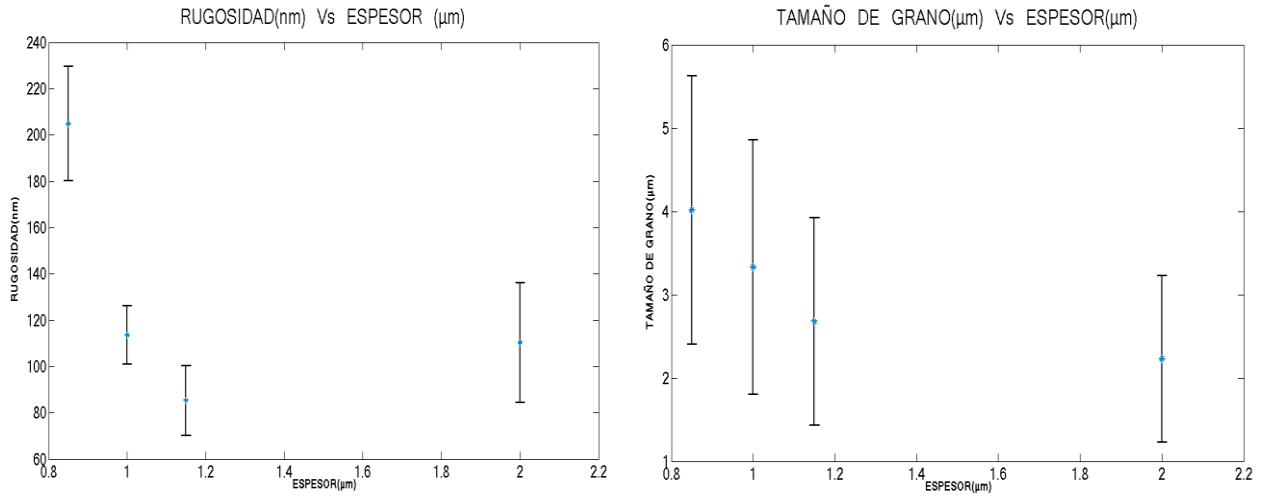


e) Imagen en 2D y 3D de la muestra 1 recubiertas con 79 bicapas. **FUENTE** [Autores]

En la *Fig. 19.a* se observa la topografía del acero H13 sin recubrir, las trazas que se visualizan son originadas en la preparación de las muestras debido al pulido manual. La *Fig. 19.b* muestra un tamaño de grano alargado y de mayor diámetro respecto a las otras muestras depositadas. Esto se debe a que el espesor del recubrimiento es menor y no alcanza a cubrir las asperezas del sustrato dando como resultado una superficie no homogénea. En la *Fig. 19.d* existe una disminución de la rugosidad y de tamaño de grano, esto sucede porque los iones (Ti-TiN) que llegan al sustrato se absorben e interactúan entre ellos formándose núcleos que crecen lateralmente hasta encontrarse con otro núcleo generando una mayor densidad de fronteras de grano.^[22-29] En la *Fig. 19e* se observa un mayor número de micro-gotas que son producidas por el metal evaporado desde el cátodo, produciéndose un aumento de la rugosidad y del tamaño de grano.

La *Fig 20* evidencia la reducción del diámetro de grano y la rugosidad al aumentar el espesor, dando como resultado una superficie más homogénea la cual influye directamente en la dureza y en las propiedades tribológicas de las multicapas. La homogeneidad presente en estos recubrimientos se atribuye al control de crecimiento de las películas y a la distribución del arco con la que se hizo la deposición.

Figura 20. Rugosidades y tamaño de grano obtenidos por Microscopia de Fuerza Atómica en relación con el espesor.



FUENTE [autores]

4.2. ANALISIS DE MICRO-INDENTACIÓN

Con los valores de las diagonales se halló la dureza de las muestras para diferentes cargas, observándose que estos valores no varían considerablemente lo que indica que la dureza no depende de la carga aplicada. En la tabla 12 se muestran los valores promedios de las durezas para las respectivas muestras

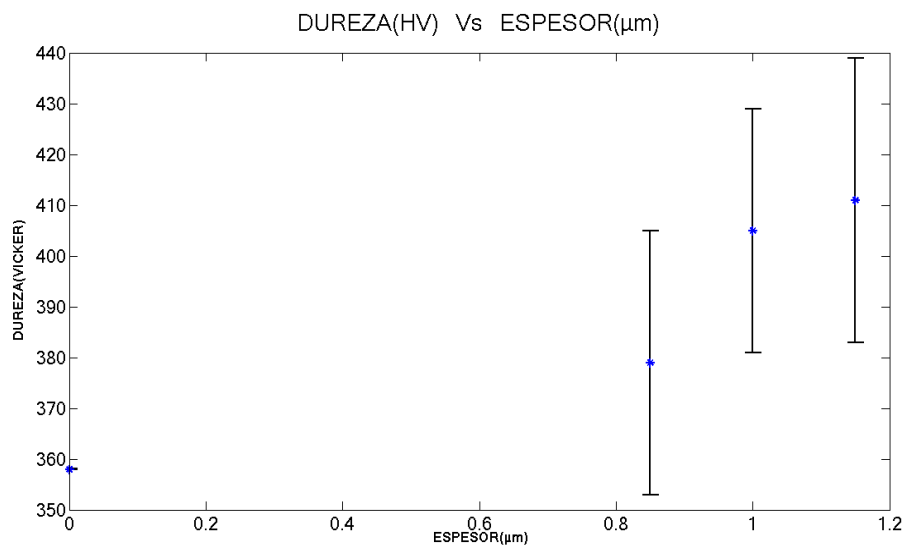
Tabla 12. Promedio de la dureza Vickers

MUESTRAS	H PROMEDIO(Kgf/mm ²)
H13	360±10
M2	400±20
M3	410±30
M4	380±30

Analizando la tabla anterior, se encuentra que la mayor dureza del conjunto sustrato-recubrimiento la presentó la Muestra 3 obteniendo un aumento de un 15%, esto se debe a que esta muestra tiene un mayor espesor; es decir presenta un mayor número de capas intermedias alternadas que ayudan a absorber y disipar a través de las bicapas la energía debida a la carga aplicada. [27-28]

En la *Fig 21* se muestra que al aumentar el espesor total del recubrimiento aumenta la dureza, debido a la presencia de una mayor densidad de fronteras de grano que obstaculizan el desplazamiento de las dislocaciones existentes en el recubrimiento. Por lo tanto la deformación plástica del recubrimiento no ocurre por el desplazamiento de las dislocaciones sino por el deslizamiento a lo largo de los bordes de grano, proceso que requiere de mayor energía generando un incremento de la dureza del recubrimiento [28-30].

Figura 21. Esquema del aumento de la dureza al aumentar el espesor.



FUENTE [Autores]

4.3. ANALISIS DE NANOINDENTACIÓN

Con los valores encontrados por las graficas de carga Vs desplazamiento para cada carga aplicada ver *Tabla 10* y con el método de Oliver-Pharr se halló la profundidad de contacto y el área de contacto, parámetros necesarios para determinar la dureza y el módulo de Young con el fin de estudiar el efecto de las capas intermedias de TiN y Ti (*tabla 13*).

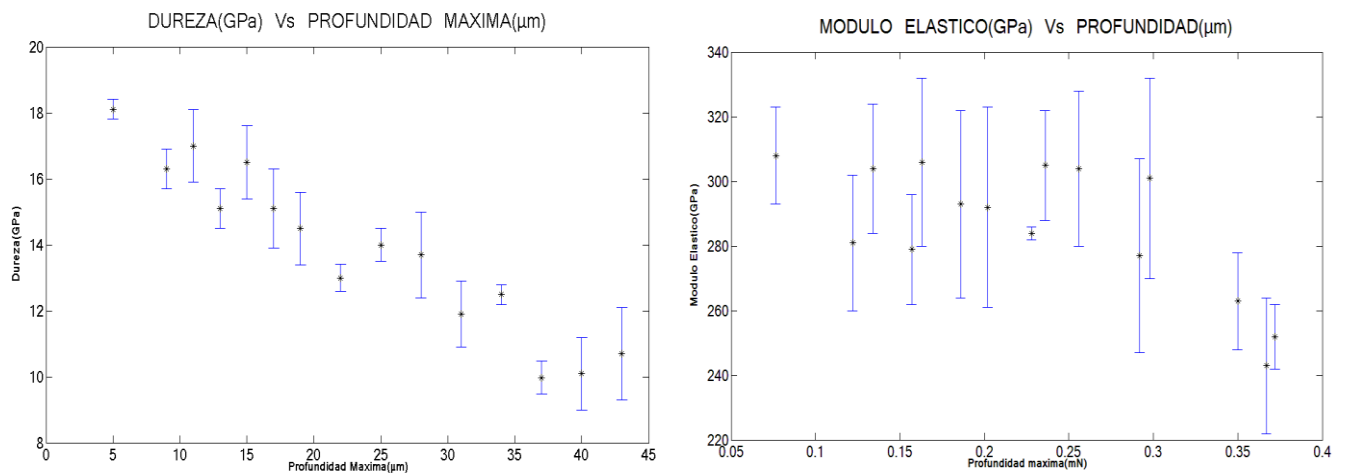
Tabla 13. Datos obtenidos con el método de Oliver-Pharr para la muestra1.

Carga(mn)	Profundidad de contacto(μm)	Área de contacto(μm^2)	Modulo de Young reducido (GPa)	Dureza (GPa)	Modulo de Young (GPa)
5	0.052±0.001	0.760±0.009	250± 9	18.1±0.3	308±15
9	0.088±0.002	0.55±0.02	227±13	16.3±0.6	281±21
11	0.098±0.008	0.65±0.08	247±13	17.0±2.1	304±20
13	0.120±0.003	0.86±0.03	232±11	15.1±0.6	279±17
15	0.125±0.008	0.91±0.08	249±16	16.5±1.1	306±25
17	0.14±0.01	1.15±0.17	241±25	15.1±2.2	293±29
19	0.16±0.01	1.33±0.19	240±31	14.5±2.1	292±31
22	0.19±0.02	1.69±0.23	235±1	13.0±0.4	284 ±2
25	0.19±0.02	1.78±0.24	249±11	14.0±0.5	305±17
28	0.20±0.01	2.04±0.21	251±24	13.7±1.3	304±24
31	0.24±0.01	2.60±0.21	235±20	11.9±0.9	277±30
34	0.24±0.009	2.64±0.16	246±17	12.5±0.3	301±31
37	0.29±0.02	3.7±2.8	222±10	9.9±0.5	263±15
40	0.29±0.03	3.9±0.6	208±14	10.1±1.1	243±21
43	0.2.9±0.02	4.0±0.52	215±17	10.7±1.4	252±10

En la *Fig. 22* se observan las gráficas de dureza y módulo elástico en función de la profundidad. En la primera grafica se observa que la Dureza disminuye a medida que la profundidad aumenta esto es porque al aumentar la carga se supera el 10% del espesor del recubrimiento presentándose efectos del sustrato ^[22], además se observan algunas variaciones tanto en la dureza como en el modulo elástico, lo que se atribuye a la naturaleza del sistema multicapas (Ti/TiN): el Ti al presentar una menor dureza que el TiN, cede al aplicarle carga al indentador ,es decir si el indentador se sitúa en una capa de Ti, esta se deforma rápidamente hasta encontrarse en el rango plástico presentándose una disminución de la dureza. Al llegar a la interfase del TiN este comienza su deformación elástica provocando un aumento de la dureza. Este comportamiento se presenta periódicamente hasta llegar cerca al sustrato. ^[31]

En las pruebas realizadas al acero H13 este presentó una dureza y módulo elástico de 8.5 ± 0.4 GPa y 250 ± 20 GPa respectivamente, y después de aplicarle el recubrimiento se presentó un incremento de dureza de hasta un 40%.

Figura 22. Dureza y Modulo elástico en función de la profundidad de la muestra 1.



FUENTE [Autores]

4.4. ANALISIS DE NANOINDENTACION CONVENCIONAL

Con los valores de la diagonal se halla la dureza por medio de la ecuación 2.7. Los valores de la dureza hallados por este método y el porcentaje de error con respecto al método de Oliver-Pharr se encuentran en la *tabla 14*.

Tabla 14. Valores de la Dureza hallados de manera convencional.

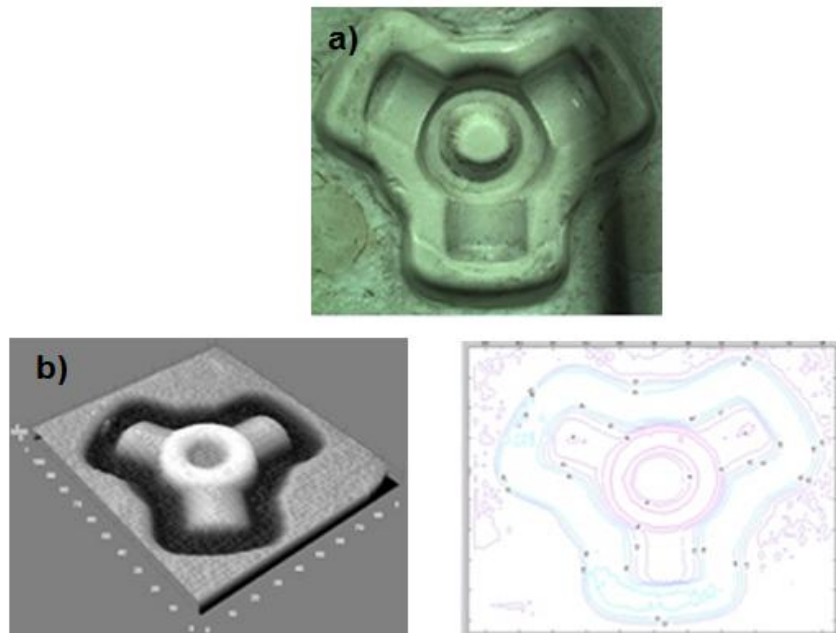
Carga(mN)	Dureza Método Tradicional(GPa)	% error
31	50	317
43	13	18

En la *Tabla 14* se observa que la dureza determinada de manera tradicional es mucho mayor que la técnica de Oliver-Pharr debido a que la diagonal se mide directamente del tamaño de la impresión residual no teniendo en cuenta las deformaciones elásticas del material. Por lo tanto el área hallada de esta forma es menor, introduciendo un error en la medida de la dureza.

4.5. ANALISIS DE LA RECONSTRUCCION

Para la reconstrucción completa de la matriz de forja cedida por la empresa FORCOL (*Fig.23*) se tomaron 65 imágenes de 2560x1920 píxeles, en un tiempo de adquisición de 94.13 segundos; las imágenes fueron almacenadas y luego procesadas de manera secuencial con ayuda de un Software de adquisición construido en MATLAB.

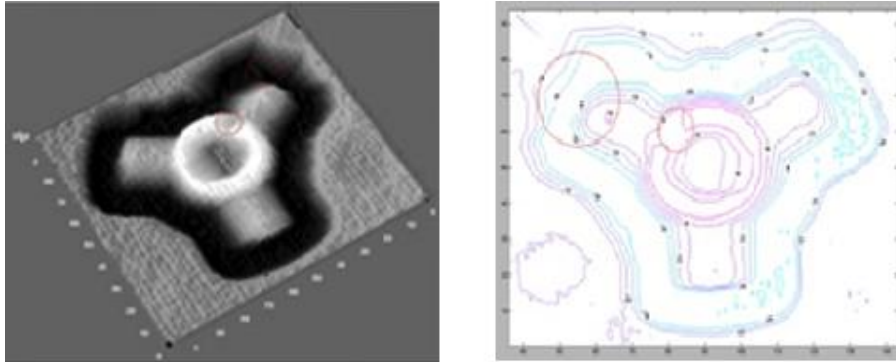
Figura 23 a) Matriz patrón, b) Reconstrucción 3D por triangulación laser, c) Curvas de nivel de la matriz reconstruida.



FUENTE [Autores]

Posterior a la reconstrucción, la matriz fue recubierta con multicapas de Ti/TiN y sometida a trabajos repetitivos donde se forjó cierto número de piezas; luego se procedió a una nueva reconstrucción, con el objeto de verificar cualitativamente los cambios topográficos de la matriz y determinar las zonas de mayor desgaste (Fig. 24); debido a que este procedimiento se realiza por el operario de manera tradicional comparando por contacto la matriz con una pieza patrón. Por lo tanto se puede decir que la reconstrucción es una buena técnica que se puede implementar para observar el desgaste de herramientas industriales.

Figura 24. a) Reconstrucción 3D de la matriz deformada b) curvas de nivel de la matriz con deformaciones topográficas.



FUENTE [Autores]

CONCLUSIONES

- Al tener multicapas de Ti/TiN depositadas sobre acero H13 mediante la técnica de evaporación por arco catódico, se obtienen recubrimientos homogéneos, gracias al control que se tiene en la descarga eléctrica, beneficiando las propiedades mecánicas y superficiales.
- Mediante la técnica de Microscopia de Fuerza Atómica se realizó un análisis morfológico, observándose una disminución de la rugosidad y el tamaño de grano cuando aumenta el espesor total, ya que a medida que se incrementa el espesor se cubren las asperezas del sustrato lo que genera homogeneidad en la superficie.
- Las pruebas de micro-dureza realizadas para determinar la dureza del conjunto (recubrimiento/sustrato) mostraron un aumento del 15% a medida que el espesor aumenta, ya que se tiene un mayor número de capas intermedias alternadas que ayudan a absorber y disipar la energía producida por la carga aplicada.
- De las pruebas de nanoindentación se observa que la dureza del recubrimiento Ti/TiN es un 40% mayor en relación con la dureza del acero H13; por lo tanto este tipo de recubrimientos es apto para aplicarlo a herramientas industriales mejorando la vida útil de dicha herramienta.
- La dureza determinada del análisis de nanoindentación por el método Oliver-Pharr da resultados más confiables que el método tradicional, ya que por el método tradicional la diagonal de la huella es medida de manera directa, provocando un error en el cálculo.

- Implementando un sistema de reconstrucción 3D por triangulación laser, se puede observar los cambios topográficos presentes en la matriz después de haber forjado un determinado número de piezas, por consiguiente si se aplica esta técnica a nivel industrial se puede saber con precisión el tiempo de vida útil de las herramientas.

- Los recubrimientos de multicapas han mostrado excelentes resultados en el sector automotriz, ampliando las expectativas de uso en otros sectores. Es por esto que Colciencias- Gobernación-Ecopetrol ha financiado este proyecto con mira a encontrar nuevas aplicaciones en la industria Colombiana.

REFERENCIAS

- [1] Belarmino Giraldo Seguro." Producción y Caracterización de Recubrimientos en Multicapas de Ti/DLC en Películas Delgadas". Manizales, 2003. Tesis en Magister (Física). Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ciencias y Administración.
- [2] Programa de difusión tecnológica. <http://www.ain.es/boletin/difusin3.htm>.
- [3] L.Carreras, S.Bueno, F. Montalá R.Sitjar. Recubrimientos duros obtenidos por procesos C.V.D., T.R.D.D, P.V.D.
- [4] Maryory Astrid Gómez Botero. "Caracterización de las propiedades tribológicas de los recubrimientos duros". Barcelona, 2005. Tesis de Doctorado (física aplicada a la óptica). Universidad de Barcelona.
- [5] D.S. Rickerby, A.M Jones, B.A Bellamy. Surface and Coating Technology, 37(1989) 4375.
- [6] Zambrano Gustavo, Riascos Henry "Multicapas de Metal-Ceramico-Carbono tipo Diamante (DLC): un camino para la obtención de recubrimientos superduros". Revista Académica Colombiana Ciencia: Volumen XXVII. Numero 103-Junio de 2003.
- [7] Correa Faber, Caicedo Julio C, Aperador William, Rincón Carlos A, Bejarano Gilberto, "Mejoramiento de la resistencia a la corrosión del acero AISI 4140 utilizando multicapas de titanio/ nitruro de titanio". Revista Facultad Ingeniería .Universidad Antioquia N° 46 (14 Diciembre 2008). pp.7.
- [8] Picas B Jose A, "Caracterización y optimización de la aleación Ti-0,2 Pd para aplicaciones clínicas".Catalunya, 2000. Tesis PD, Universidad politécnica de Catalunya.
- [9] Kern. W. Thin film process II.1991.
- [10] [Caballero Santamaría, Raquel](#). "Comportamiento mecánico bajo sollicitaciones de contacto de materiales de herramienta recubiertos con capas cerámicas duras" Cataluña, 2008. Tesis de Magister. [Universidad Politécnica de Catalunya. Departamento de Ciencia del Materiales e Ingeniería metalúrgica.](#)

- [11] E. Moll and E. Bergmann. Surface and Coatings Technology. 37:483-509(1989).
- [12] Cristina Yuliet Arango."Implementación de una fuente de arcos pulsados para la producción de recubrimientos duros de TiN". Manizales, 2004. Tesis en Magister(Ciencias Físicas). Universidad Nacional De Colombia.Departamento de Ciencias y Administracion.
- [13] Arias Diego Fernando "Producción y Caracterización de Recubrimientos de Multicapas de Ti/ZrN por PAPVD por Arco Pulsado" Manizales, 2003.Tesis en Magister (Ciencias Físicas). Universidad Nacional De Colombia.Departamento de Ciencias y Administracion.
- [14] ASM Handbook Volumen 1.10 Edition. Alloys.Wrought Tool Steel.ASM International Materials Park Ohio.1990. p. 757-758,762-763,770-774,777.
- [15] Acero SISA H13 acero para trabajo en caliente.
www.sisa1.com.mx/pdf/Acero%20SISA%20H13.pdf.
- [16] Avner, S.H. Introducción a la Metalurgia Física. Segunda edición Mc. Graw Hill, 1998.p. 252, 384, 389, 390, 392,393.
- [17] ASM "Heat Treater's Guide", Heat Treatment of Steel. Metals Park Ohio (1982) pp. 17, 20, 21.
- [18] <http://www.struers.com/default.asp>.
- [19] Arroyave F Mauricio. "Nanocaracterización estructural y mecánica de recubrimientos duros de TiN y ZrN producidos por descarga de arco pulsado". Manizales, 2004. Tesis magister. Universidad Nacional De Colombia. Departamento de Ciencias y Administracion.
- [20] Universidad Politécnica de Catalunya. "Modelo físico de plastilina para el estudio del modo de deformación de materiales bajo indentación"[en línea].<
<http://upcommons.upc.edu/pfc/bitstream/2099.1/3185/1/41764-1.pdf>>. [citado 2005].

- [21] D. Beegan, S. Chowdhury , M.T. Laugier. “A nanoindentation study of copper films on oxidised silicon substrates”. Revista [Surface and Coatings Technology](#) .[Volume 176](#). November-December 2003. Pages 124-130. Issue 1.
- [22] Rointan F.Bunshah. “Handbook of Hard Coatings”.Noyes Publications. p: 114-142-145-188-192-241-242-243-246.
- [23] Patiño V Alberto. “Sintanistema Óptico para la Extracción de parametros Metrológicos del Pie”. Bucaramanga, 2004.Tesis en Magister (Fisica). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias.Escuela de Física.
- [24] De la Roche Y Jhonattan. “Influencia del espesor de la intercapa en las propiedades del Nitruro de Titanio poducido por Magnetron Sputttering DC” Cali, 2010. Tesis (Ingenieria de Materiales).Universidad del Valle. Escuela de Ingenieria de Materiales.
- [25] Ely Dannier V. Niño.” Comportamiento Del Acero SAE-4140 Implantado con lones de Nitrógeno en Ambientes Hidrogenados”, Santander, 2004. Tesis de pregrado (físico). Universidad Industrial de Santander. Facultada de Ciencias. Escuela de Física.
- [26] Valeri Dougar Jabon. Petr Tsygankov. “Información del equipo de trabajo en física del plasma”. Grupo de Física y Tecnología del Plasma de la Universidad Industrial de Santander. Proyecto Colciencias 321 de 2005.
- [27] J.C. Caicedo, et al. Revista Colombiana de Física, 2005. 37, 388-392.
- [28] V. Rodríguez, J.C. Caicedo, C. Amaya “Estudio del Comportamiento tribológico y adhesivo de multicapas de $[Al_2O_3/YSZ]$ Depositadas sobre Acero AISI 304 Por Magnetron Sputtering”. Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgica y Materiales 2009; SI (4): 1545-1548.
- [29]Monsalve Mónica, López Esperanza, Vargas Fabio. “Influencia del sustrato, espesor de la capa, y técnica de de deposito en la textura cristalográfica de películas delgadas de TiN”. Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales 2009; 29(2):115-127.
- [30]J.J Zhang. Et al. Surface and Coating Technology. 2007, 201, 5186-5189.

[31] J.E .Alfonso. Pacheco F, “Incidencia de la Nitruración por plasma y sales en las propiedades mecánicas de películas de TiN y bicapas de Ti-TiN crecidas por Sputtering Magnetrón RF sobre Acero 420”.Revista Colombiana de Física, Vol.38, Nº 2,2006.

[32] Jimenez- Piqué E, Gaillard Y, Anglada M, Instrumented indentation of layered ceramic materials.

ANEXOS

ANEXO 1. REACTOR MOSMET

El reactor MOSMET realiza un tratamiento híbrido, que consiste en el funcionamiento simultáneo de descargas de alto voltaje (5-60kV) y de arco eléctrico en vacío, produciendo así tres tipos de descarga, la Imagen del reactor MOSMET se encuentra en el 1 capítulo de este libro.^[25]

- a) **PANEL DE CONTROL:** Nos permite controlar automáticamente la presión, la corriente, el voltaje y los niveles de vacío.^[24]

- b) **FUENTE DE ALTO VOLTAJE:** Genera pulsos de potencia media de 2.5kW obtiene pulsos rectangulares con una amplitud regulada desde 5kV hasta 60kV, con frecuencia de repetición de 1Hz a 60Hz.^[25]

- c) **FUENTE Y PANEL DE ENCENDIDO PARA LA DESCARGA DE ARCO ELECTRICO:** La alimentación del sistema se realiza por medio de una fuente de alta corriente XMT 304 CC^[26] tiene un sistema de control electrónico que garantiza el funcionamiento de la descarga de arco en el régimen de pulsos; además tiene un periodo variable lo que permite cambiar el grosor de las nano-capas.^[25]

- d) **SISTEMA DE VACIO:** Tiene un sistema de enfriamiento por agua como se que permite alcanzar una menor presión más rápidamente permitiendo que no exista un sobrecalentamiento que pueda dañar el cátodo durante el proceso de deposición.^[26]

e) **CAMARA DE DESCARGA:** está fabricada de acero inoxidable AISI 304, las dimensiones de la cámara corresponden a un volumen de trabajo de $0.7*0.8*0.7 \text{ m}^3$ la puerta y el espesor de las paredes garantizan la protección contra los rayos X. La cámara posee un flange para el acople de ventanas de cuarzo y zafiro las cuales permiten controlar la temperatura en la superficie de las muestras por medio de un termómetro infrarrojo EIR-350; en una de las paredes se encuentra un espectrómetro de masas HPQ2 que permite encontrar el régimen de funcionamiento de las descargas, en la parte superior de la cámara se tiene un sistema de arco eléctrico. ^[25-26]

ANEXO 2. MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA

La Microscopia de Fuerza Atómica (*AFM*) es una técnica que se basa en las interacciones atractivas y repulsivas que existen entre los átomos de la superficie de la muestra y de la punta que esta soportada en el extremo del cantiléver, la deflexión de este último es proporcional a la fuerza neta de interacción. El microscopio de Fuerza Atómica está conformado por un cabezal en el que se encuentra el sistema óptico de detección de la deflexión del cantiléver (longitud del cantiléver $200\mu\text{m}$), un haz laser que incide sobre el cantiléver, un espejo ajustable que dirige el haz laser sobre un arreglo de fotodetectores los cuales proporcionan información del desplazamiento del haz a medida que la punta barre la superficie de la muestra (*Fig 2.3*)^[32]

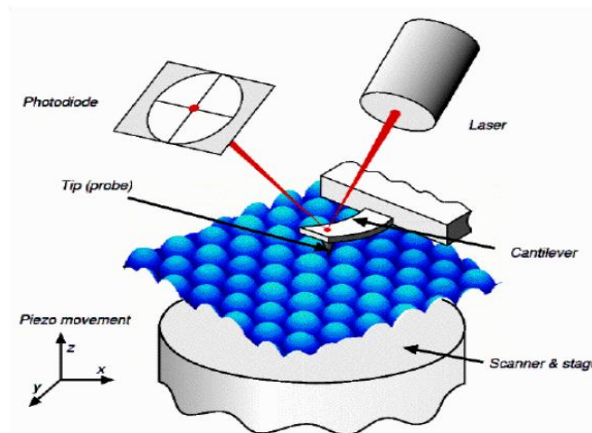
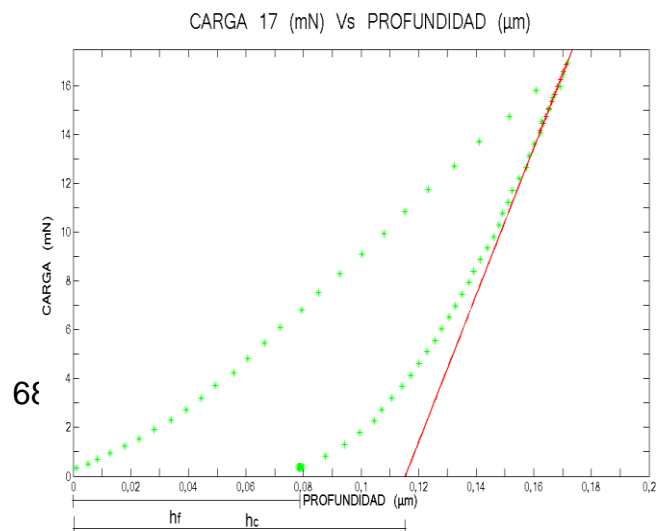
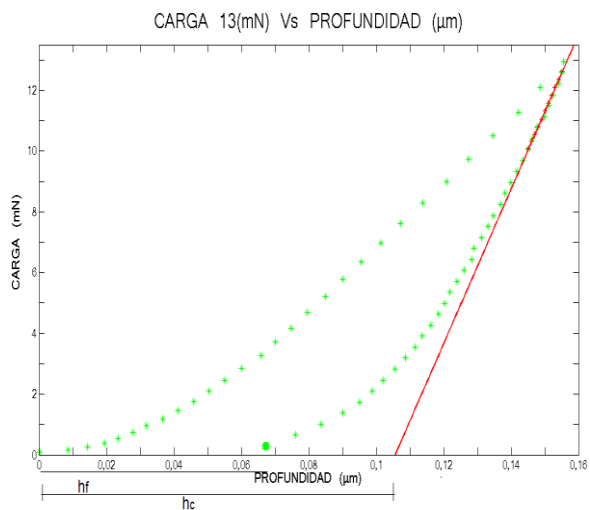
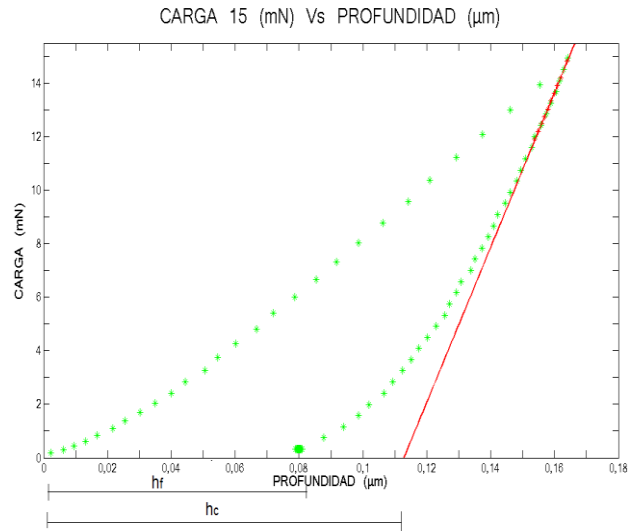
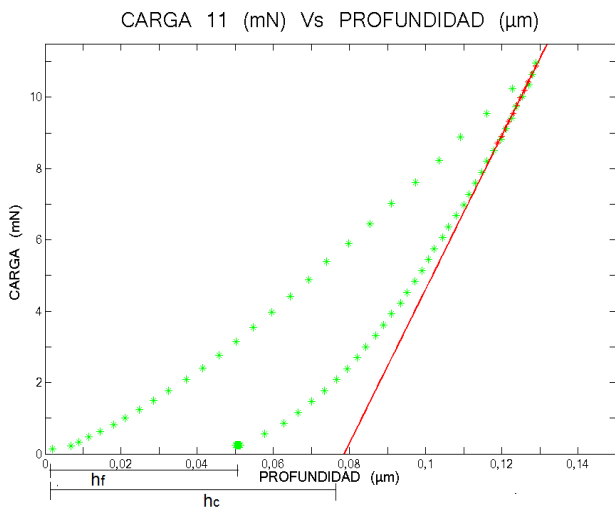
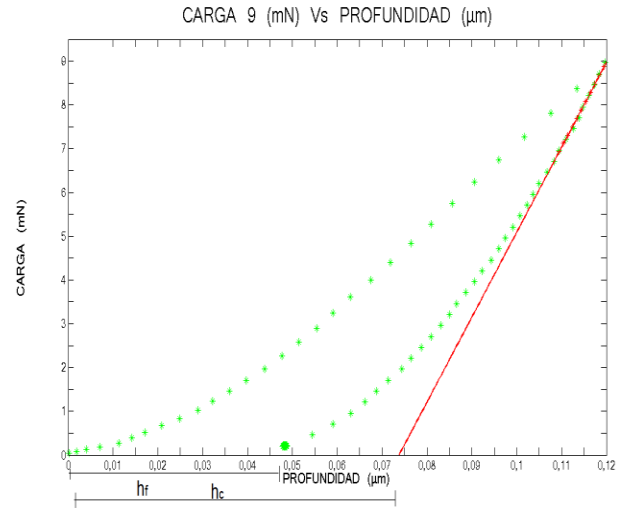
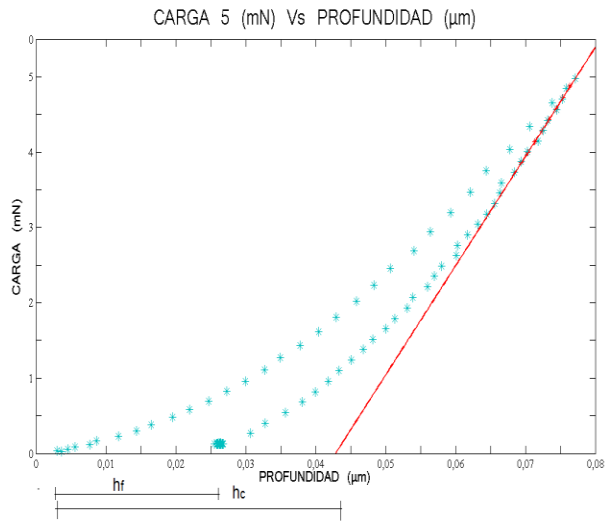
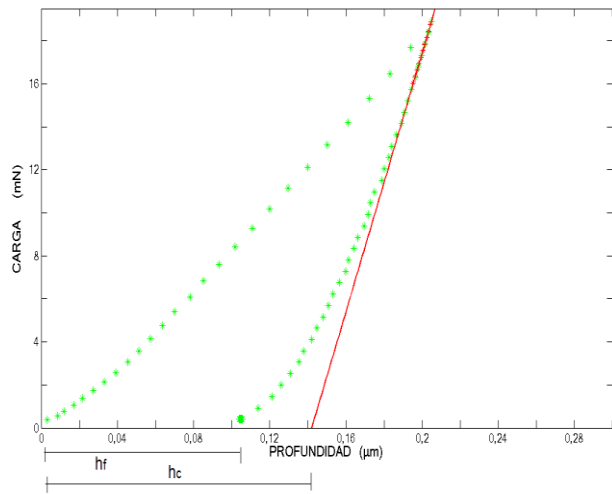


Fig.2.3 Esquema de operación del AFM^[32]

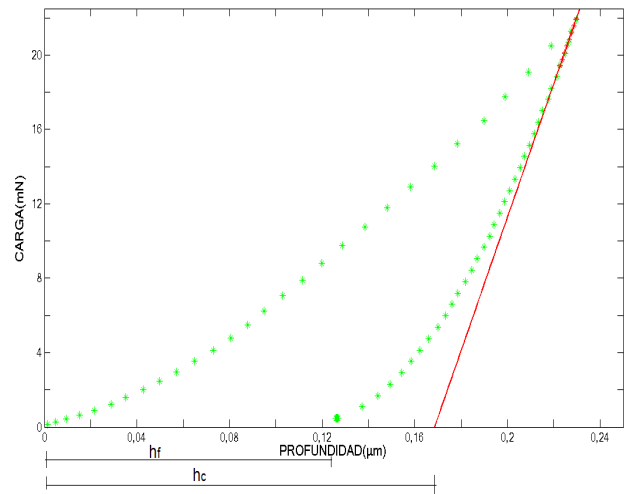
ANEXO 3. GRAFICAS DE CURVA Vs DESPLAZAMIENTO PARA CADA CARGA



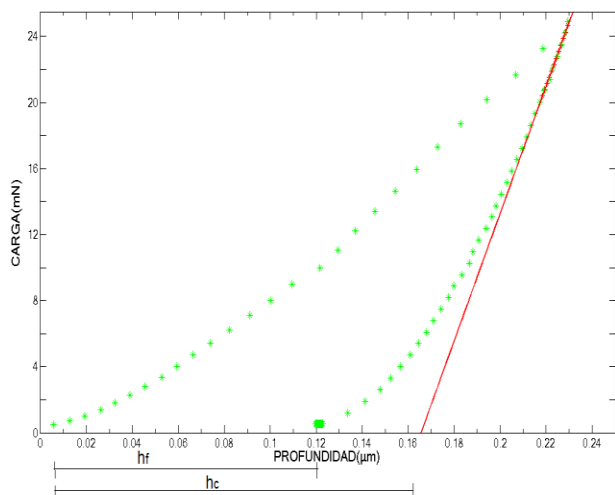
CARGA 19 (mN) Vs PROFUNDIDAD (μm)



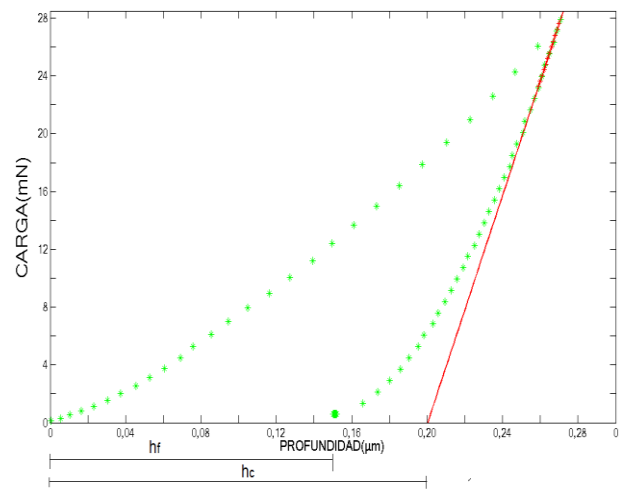
CARGA 22 (mN) Vs PROFUNDIDAD(μm)



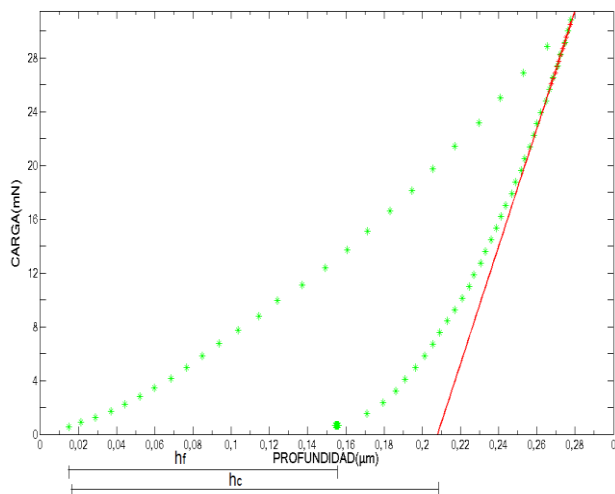
CARGA 25(mN) Vs PROFUNDIDAD(μm)



CARGA 28 (mN) Vs PROFUNDIDAD(μm)



CARGA 31 (mN) Vs PROFUNDIDAD(μm)



CARGA 34(mN) Vs PROFUNDIDAD (μm)

