

Depósito de TiN sobre herramientas de corte para uso industrial

M.A. AUGER, O. SÁNCHEZ, J.M. ALBELLA
Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid – CSIC
28049 Cantoblanco – Madrid (Spain)

En este trabajo se han estudiado láminas de TiN crecidas sobre cuchillas de acero inoxidable empleadas en el corte de fibra de vidrio, para mejorar sus propiedades mecánicas y aumentar el tiempo de vida de la herramienta, reduciendo de este modo las paradas de producción. La técnica de depósito utilizada ha sido la de sputtering magnetrón reactivo. La composición química de las capas de TiN ha sido determinada mediante medidas de Espectroscopía Auger, RBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy) y XANES (X-Ray Spectroscopy Near the Absorption Edge) y se ha relacionado con la composición de la mezcla gaseosa presente en la cámara de reacción. La estructura cristalina se ha determinado mediante Difracción de Rayos X, y mediante la técnica de SEM (Scanning Electron Microscopy) se ha observado la morfología de las capas. La dureza del recubrimiento se ha calculado a partir de medidas de nanoindentación, obteniéndose un valor de 21.54 ± 1.04 GPa, típico en la literatura para el TiN. Los resultados de la prueba en fábrica de las cuchillas recubiertas muestran un aumento en su tiempo de vida de hasta un 67%.

Palabras clave: Sputtering magnetrón reactivo, TiN, propiedades mecánicas, dureza

TiN deposition on cutting tools for industrial use

TiN coatings on stainless steel blades for glass fibre cutting have been investigated in this work. The aim was to improve their mechanical properties and increase the tool time life, decreasing in this way the production stops. Reactive magnetron sputtering has been the deposition technique. TiN films chemical composition has been determined by AES (Auger Electron Spectroscopy), RBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy) and XANES (X-Ray Spectroscopy Near the Absorption Edge), and it has been correlated to the gas mixture composition in the vacuum chamber. Crystalline structure has been determined by X-Ray Diffraction, and the films morphology has been observed by SEM (Scanning Electron Microscopy). The hardness coating has been extracted from nanoindentation measurements, giving a 21.54 ± 1.04 GPa hardness value, typical for TiN in the literature. Factory proofs for coated cutting blades show a 67% lifetime increase.

Keywords: Reactive magnetron sputtering; TiN, mechanical properties, hardness

1. INTRODUCCIÓN

Las láminas delgadas de TiN han sido extensamente utilizadas como recubrimientos protectores debido a sus atractivas propiedades físicas como son: elevada dureza, alta temperatura de fusión (2930°C) y gran estabilidad química y termodinámica (1). En el ámbito industrial, este tipo de recubrimientos se han utilizado con el fin de aumentar la vida de las herramientas de corte y de otras piezas en las que se pretende mejorar su resistencia a la fricción y al desgaste, reduciéndose así las paradas de producción. El objetivo del trabajo presentado es la obtención de capas de TiN mediante técnicas de sputtering reactivo con el fin de conseguir recubrimientos, sobre cuchillas de corte de fibra de vidrio, con durezas elevadas y con una adherencia y resistencia al desgaste que las haga directamente aplicables a procesos industriales.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1. Descripción del equipo

Los experimentos se han llevado a cabo en un equipo de sputtering magnetrón reactivo. El sistema de vacío está formado por una bomba turbomolecular y una bomba rotatoria, que permiten llegar a un vacío previo menor que 10^{-6} mbar. El control de la presión se lleva a

cabo con un manómetro Pirani para medir presiones de hasta 10^{-2} mbar y con un manómetro de cátodo caliente para medir vacíos de hasta 10^{-6} mbar. La presión durante el proceso de depósito de los recubrimientos ha sido de 2×10^{-3} mbar. La fuente de sputtering es de tipo magnetrón, modelo ION'X3 9000, de la empresa *Thin Film Consulting*, de 3" de diámetro, del tipo planar, con campo magnético balanceado y refrigerado por agua. Se ha utilizado un blanco de Titanio puro (99.995%) de 3" de diámetro y 0.125" de espesor. Los gases utilizados han sido: Ar, como gas de proceso para generar el plasma, y N_2 como gas reactivo. La entrada de gases se realiza mediante un sistema de válvulas neumáticas y dos flujómetros (*Unit UFC-7000*) de 100 y 25 sccm respectivamente para el Ar y el N_2 . La potencia de trabajo del magnetrón durante el proceso ha sido de 100W, suministrados por un generador de potencia Advanced Energy MDX 1K.

Una vez conseguido el vacío previo de la campana se hace un pre-sputtering del blanco de Titanio, sometiéndolo a bombardeo de Ar durante 15 min, con el fin de eliminar posibles impurezas en la superficie del mismo al haber estado expuesto a la atmósfera. Durante el pre-sputtering el sustrato se mantiene oculto tras un shutter. A continuación se procede a depositar la capa de TiN, introduciendo N_2 en la campana y situando el sustrato frente al magnetrón gracias a un portasustratos rotatorio.

2.2. Descripción de los sustratos

Para realizar la caracterización básica de las capas de TiN y conocer las condiciones necesarias para alcanzar la estequiometría, primero se utilizaron sustratos de silicio monocristalino (100) de tipo p. Dichos sustratos fueron sometidos a un proceso de limpieza desengrasante, que consiste en una inmersión sucesiva en baños ultrasónicos en tricloroetileno, acetona y etanol de 20 min cada uno, y después secado en N₂ seco. Inmediatamente antes de ser introducidos en el equipo de vacío, los sustratos han sido sumergidos en ácido fluorhídrico, con el fin de eliminar el óxido de silicio nativo.

Una vez encontradas las condiciones necesarias para crecer TiN estequiométrico se pasó a recubrir cuchillas de acero inoxidable F5117 empleadas por la empresa VETROTEX España para el corte de fibra de vidrio. La limpieza de estos sustratos consistió en un baño ultrasónico de 20 min en acetona y secado en N₂ seco, ya que el proceso de limpieza utilizado con los sustratos de silicio resultaba demasiado agresivo para las cuchillas, produciendo un ataque en su superficie.

3. Resultados

3.1. Resultados sobre silicio

Según se ha señalado, primero se han depositado capas de TiN sobre sustratos de silicio (100) mediante sputtering magnetrón reactivo partiendo de un cátodo de Titanio y una atmósfera reactiva de Ar y N₂ para conocer las condiciones de depósito que producen TiN estequiométrico y realizar una caracterización básica de las láminas antes de recubrir las cuchillas de corte.

3.1.1. CARACTERIZACIÓN QUÍMICA Y ESTRUCTURAL

Para llegar a las condiciones de depósito que permiten obtener TiN estequiométrico, se ha realizado un barrido en concentraciones de nitrógeno en la mezcla gaseosa estudiando cómo se incorpora el nitrógeno en la película crecida y cómo varía la estequiometría en función de este parámetro. La composición de las películas de TiN se ha determinado por tres técnicas de caracterización: AES, RBS y XANES, obteniéndose resultados similares en las tres, como se puede observar en la Figura 1. Al representar cómo varía la relación N/Ti en función del porcentaje de nitrógeno en la campana, se aprecia que, inicialmente, pequeñas adiciones de nitrógeno dan lugar a grandes aumentos de la relación N/Ti, pero para concentraciones superiores al 8% en volumen de nitrógeno en la mezcla gaseosa la relación N/Ti se mantiene constante en un valor muy próximo al estequiométrico (alrededor de 1).

A fin de determinar la estructura cristalina de las muestras de TiN se procedió a realizar medidas de difracción de Rayos X. Después de identificar y asociar cada pico de difracción a su plano cristalino correspondiente (2) se pudo afirmar que las películas de TiN crecidas eran películas policristalinas de nitruro de titanio cúbico (fcc), fase reportada en la literatura como la más dura y estable para el TiN (3).

3.1.2. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y MORFOLÓGICA

La dureza de las capas se ha analizado a partir de medidas de nanoindentación. Una medida de nanoindentación se considera correcta si la penetración de la punta de diamante empleada es igual o inferior al 10% del espesor total de la película que se está midiendo, para

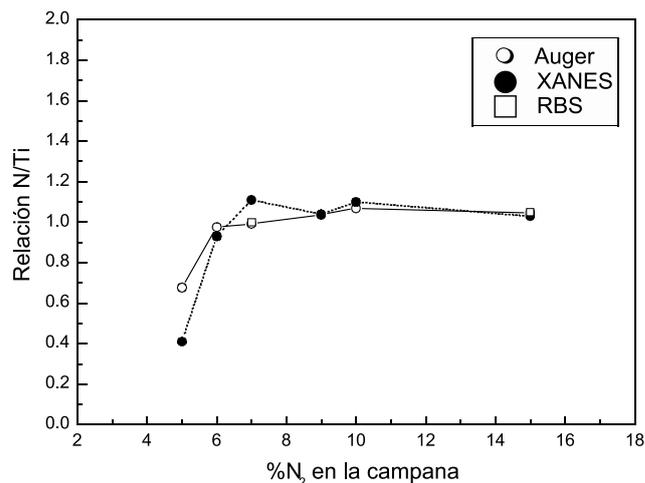


Fig. 1. Resultados de composición química mediante las técnicas Auger, XANES y RBS

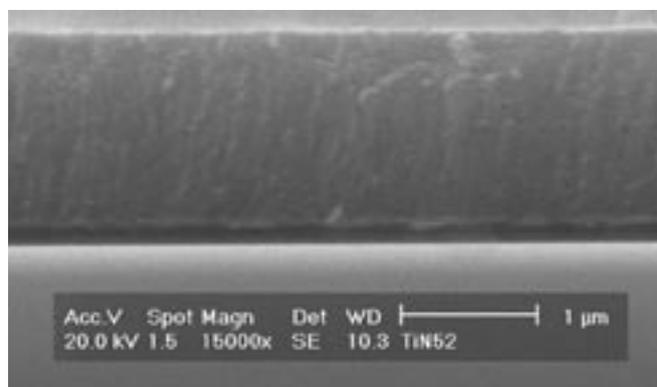


Fig. 2. Imagen SEM de una capa de TiN crecida sobre silicio

estar suficientemente lejos de la interfase con el sustrato y evitar la influencia del mismo al registrar la medida (4). El valor obtenido para la dureza del TiN estequiométrico ha sido de 20.47±0.13 GPa.

En la Figura 2 se muestra una imagen SEM de una muestra estequiométrica de TiN. En esta imagen se puede observar la morfología del recubrimiento, que corresponde a un crecimiento columnar (5) perpendicular a la superficie del sustrato en la dirección <111> de acuerdo con los resultados de Rayos X. Se observa una estructura columnar compacta sin llegar a apreciarse poros, que producirían un efecto negativo en la resistencia a la corrosión del recubrimiento.

3.2. Resultados de TiN sobre cuchillas

3.2.1. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

Una vez completado el estudio de las capas de TiN crecidas sobre sustratos de silicio, se recubrieron cuchillas de acero inoxidable suministradas por VETROTEX empleando las condiciones de proceso que, de acuerdo con el estudio anterior, daban lugar a películas de TiN estequiométricas de dureza elevada. El espesor de los recubrimientos fue del orden de 3 μm. Previamente a la deposición del TiN se creció una capa de Titanio de aproximadamente 80 nm, a fin de mejorar la adherencia del recubrimiento. La temperatura a la que se sometieron las cuchillas durante el depósito se controló a través de un termopar situado en el interior de la cámara, en contacto con el portamuestras. La temperatura alcanzada durante el proceso de deposición nunca superó los 65°C, punto éste muy interesante ya que, al ser la tempe-

ratura del proceso relativamente baja, no puede alterar tratamientos anteriores a los que han sido sometidas las cuchillas, evitándose por tanto pérdidas de dureza por degradación de la propia cuchilla. La dureza de la cuchilla recubierta dio un valor de 21.54 ± 1.04 GPa, lo cual produce una mejora importante en la cuchilla, cuya dureza sin recubrir está en torno a 7 GPa.

3. 2. 2. RESULTADOS DE PRUEBA EN FÁBRICA

Por último se han realizado ensayos en la línea de corte de fibra de vidrio con máquinas MAT M1, en las que se instalaron cuchillas con los recubrimientos anteriormente descritos: capas de TiN con un espesor de 3 μm crecidas por sputtering.

Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla I, donde se reflejan las horas de funcionamiento de la máquina y los kilos de fibra de vidrio cortados. En una puesta de máquina con cuchillas convencionales la duración media es de 13.77 horas y se cortan 1553 Kg de fibra de vidrio. Las máquinas están funcionando hasta que las cuchillas dejan de cortar o los rodillos de caucho de las cortadoras son dañados. En esta prueba, una misma cuchilla soportó 4 puestas consecutivas, consiguiéndose un aumento en el tiempo de producción de un 30 y un 67% respectivamente para las dos primeras puestas; la tercera y cuarta puestas disminuyen el tiempo de producción en un 13 y un 35% debido a la degradación progresiva de la cuchilla. La duración completa de la cuchilla probada ha permitido cortar un total de 6820 Kg de fibra, es decir, un 440% más que en el proceso realizado con cuchillas convencionales.

TABLA I. RESULTADOS DE LAS PRUEBAS EN FÁBRICA

Nº Puesta	Horas de funcionamiento en máquina	Kilos de fibra cortados
1ª puesta	18	1980
2ª puesta	23	2530
3ª puesta	12	1320
4ª puesta	9	990

4. CONCLUSIONES

Después de hacer una caracterización básica (composición química, estructura cristalina, dureza y morfología) de capas de TiN sobre sustratos de silicio, se han recubierto cuchillas industriales empleadas para el corte de fibra de vidrio. La prueba en fábrica de las cuchillas recubiertas demuestra un resultado satisfactorio de las mismas tanto en el aumento del tiempo de vida de la cuchilla como en los kilos de fibra de vidrio que permite llegar a cortar.

5. AGRADECIMIENTOS

La realización de este trabajo ha sido posible gracias a la financiación del proyecto PETRI (R-PETRI PTR1995-0416-OP-02-01), en colaboración con la Fundación TEKNIKER y la Empresa VETROTEX España.

BIBLIOGRAFÍA

1. P. Patsalas, C. Charitidis, S. Logothetidis. «The effect of substrate temperature and biasing on the mechanical properties and structure of sputtered titanium nitride thin films». *Surf. Coat. Technol.* **125** [1-3] 335-340 (2000)
2. PCPDFWIN versión 2.1 © 2000 JCPDS-ICDD
3. J.S. Chun, I. Petrov, J.E. Greene. «Dense fully 111-textured TiN diffusion barriers: Enhanced lifetime through microstructure control during layer growth». *J. Appl. Phys.* **86** [7] 3633-3641 (1999)
4. M. Wittling, A. Bendavid, P. J. Martín, M. V. Swain. «Influence of thickness and substrate on the hardness and deformation of TiN films», *Thin Solid Films* **270** [1-2] 283-288 (1995)
5. O. Contreras, A. Duarte-Moller, G. A. Hirata, M. Avalos-Borja. «EELS characterization of TiN grown by the DC sputtering technique». *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.* **105** [2-3] 129-133 (1999)

Recibido: 1.2.03

Aceptado: 30.11.03