

Efecto de la relación presión-mezcla N_2/Ar

en el proceso para películas delgadas de TiN

Rubín **Ortega de la Rosa**
Eduardo **Valdés Covarrubias**
Claudia Yvonne **Franco Martínez**

Se depositó un recubrimiento de nitruro de titanio (TiN), por medio de la técnica PVD de dispersión asistida por un magnetrón, sobre sustratos de acero inoxidable a partir de un blanco de titanio en una relación variable de presión y mezcla de gases de N_2/Ar . Los recubrimientos fueron depositados a temperatura ambiente observándose una variación significativa en el color clásico dorado. Los resultados obtenidos por microscopía electrónica de barrido (SEM) y difracción de rayos X revelan un cambio de coloración y composición al variar las condiciones de presión de la cámara y relación de mezcla N_2/Ar .

El avance de los recubrimientos por medio de la técnica de deposición física fase vapor (PVD) y sus aplicaciones son cada vez más específicas; su evolución contribuye ampliamente al desarrollo de películas delgadas de alta dureza en herramientas de corte. En este trabajo se pretende la optimización de los parámetros requeridos para el proceso, basándose en el desarrollo de una propuesta de diagrama tecnológico. Para ello se varió la relación de presión de la cámara y mezcla de gases N_2/Ar . Existe un incremento en los requerimientos de herramientas con recubrimientos de superficie avanzados para alcanzar propiedades que normalmente no son posibles de obtener en el sustrato por sí mismo. La aplicación del recubrimiento produce en comparación con aceros no recubiertos¹ un incremento en la resistencia a la fatiga, una alta dureza, baja fricción, resistencia al desgaste, alta resistencia a la corrosión y mejor resistencia a altas temperaturas.^{2,3} Las propiedades que pueden mejorarse con el recubrimiento se agrupan en seis categorías básicas: ópticas, eléctricas, magnéticas, químicas, mecánicas y térmicas.⁴ Los recubrimientos de nitruro de titanio (TiN) son conocidos por su brillante color oro, razón por la que son utilizados también en aplicaciones decorativas.⁵ La alta dureza, baja fricción y resistencia al desgaste de las películas de TiN pueden ser directamente afectadas por los cambios en las condiciones del proceso de recubrimiento,^{6,7} la uniformidad del espesor y composición de la capa.⁸ Con respec-

to al colorido de películas delgadas, uno debe distinguir entre los coloridos inherentes (por ejemplo, en nitruros, carbonitruros o boruros) y los coloridos claros, debido a interferencia por efectos secundarios por oxidación o estequiométricos que son influenciados principalmente por el espesor y la relación de gases (por ejemplo, óxido transparente o extremadamente delgado en las películas absorbentes).⁹

MATERIAL Y MÉTODO

PARÁMETROS DEL RECUBRIMIENTO

Y DISEÑO DE DIAGRAMA TECNOLÓGICO

Los recubrimientos se realizaron sobre un sustrato de dimensiones 40 mm x 16 mm x 8 mm de acero inoxidable, empleando un blanco de Ti (99.997% pureza) de 5 cm de diámetro, a temperatura ambiente. Se utilizó un equipo de vacío que cuenta con una bomba mecánica y una bomba difusora secundaria; se alcanzó un vacío residual de 5×10^{-6} Torr. Para evitar el sobrecalentamiento se hizo circular agua a través de los ductos de enfriamiento, manteniendo así baja la temperatura del cátodo. Cuando se alcanzaron las condiciones máximas de vacío, se realizó una limpieza de la cámara en una atmósfera controlada de Ar, tratando de eliminar así el contenido de O_2 (causa principal de oxidación). Para formar el plasma se aplicó una potencia de 190 W al cátodo, se efectuó una limpieza con la muestra cubierta por el obturador; después de 10 minutos se descubrió y se hizo una limpieza al sustrato por dispersión, durante 10 minutos con la finalidad de formar una capa metálica de acoplamiento entre el sustrato y el recubrimiento, además de eliminar imperfecciones superficiales y algunos contaminantes. Después se introdujo N_2 en la cámara iniciando el proceso de recubrimiento. El color del plasma pasa de morado a rosado, si hay exceso de nitrógeno tomará un color rojizo. El tiempo de crecimiento fue de 60 minutos variando la relación de la presión de la cámara y la mezcla de gases de N_2/Ar . Se propone un diagrama tecnológico (Figura 1). Se recubrieron 10 muestras (M1, M2... M10), con una variación de la relación presión-mezcla gases N_2/Ar .

Se utilizó un difractor de rayos X para estudiar la composición química de los recubrimientos. Se es-

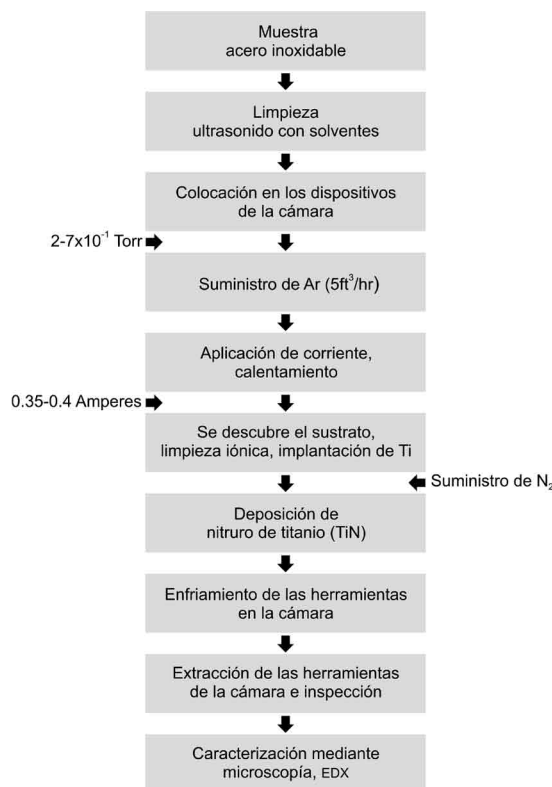


FIGURA 1. Diagrama tecnológico.

tudió la morfología mediante microscopía electrónica de barrido usando un microscopio FEI, modelo Quanta 2000 con energía de dispersión de rayos X (EDX) de Oxford Instruments, trabajando en alto vacío y en los modos de electrones retrodispersados y secundarios.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

ANÁLISIS DE COLOR

Se llevaron a cabo diez experimentos para alcanzar el color dorado característico del recubrimiento TiN, obteniéndose a medida que la relación de flujo de gases N_2/Ar se encontró al 50%, con una presión de vacío por debajo de 2×10^{-1} Torr. La coloración fue influenciada por la presión de los gases y de la cámara, de acuerdo a las moléculas que colisionan continuamente entre sí y con la superficie. Las muestras 6 y 7 con las condiciones de 2×10^{-1} Torr y relación de flujo de gases 50% presentaron los mejores resultados.

CARACTERIZACIÓN

Las muestras fueron observadas y analizadas en Microscopía Electrónica de Barrido, EDX, WDX, para medir su espesor y hacerle un análisis de composición por



EDX y WDX. Se prepararon transversalmente con el fin de medir el espesor de la película, sin embargo, en un análisis composicional lineal realizado por EDX, se pudieron apreciar picos de Ti y N₂, por lo que esto sirvió de referencia. Fueron procesadas por 60 minutos siendo el espesor de 3 μm, medido con el software de análisis de imágenes XT Docu V. 3.2 implementado en el SEM, tomando en cuenta sólo la parte más brillante de la imagen, siendo ésta la que se acerca al pequeño pico de N₂. Inicialmente se analizó el recubrimiento por la parte superior, y se corroboró TiN, verificándose esto con mapeo en línea por EDX. Se realizó un mapeo con la finalidad de comprobar que el recubrimiento era más grueso en las orillas que en el centro del sustrato.

CONCLUSIONES

Se estudió el efecto de la relación presión-mezcla de gases N₂/Ar para obtener los parámetros de recubrimiento del sustrato sobre las propiedades colorimétricas y estructurales de los recubrimientos de TiN fabricados por dispersión asistida por un magnetrón (*Sputtering*).

El incremento de vacío ayuda a la formación de la fase TiN en su característico color dorado, siempre y cuando

el suministro de gases en la cámara tenga una relación aproximada al 50%. Fuera de esta relación, el recubrimiento presenta colores oscuros tendiendo a morado.

REFERENCIAS

- ¹ Puchi Cabrera ES, Martínez F, Herrera I, Berríos JA, Dixit S, Bhat D. On the fatigue behavior of an AISI 316L stainless steel coated with a PVD TiN deposit. *Surface and Coatings Technology*. xx (2003).
- ² Cunha L, Andritschky M, Rebouta L and Pisehow K. *Surf. Coat. Technol.* 116 (1999) 1152.
- ³ Da-Yung Wang, Yen-Way Li, Chi-Long Chang and Wei-Yu Ho. *Surf. Coat. Technol.* 114 (1999) 109.
- ⁴ Smith DL. *Thin-film deposition, principles and practice*, McGraw Hill, NY (1995).
- ⁵ Harju E, Kivivuori S and Korhonen AS. *Surf. Coat. Technol.* 98 (1999) 112.
- ⁶ Matthews A and Lefkow AR. Problems in the physical vapour deposition of titanium nitride. *Thin Solid Films* 126 (1985) 283-291.
- ⁷ Manory R. Effects of deposition parameters on structure and composition of reactively sputtered TiN_x films. *Surface Engineering* (3) 233-240.
- ⁸ Aslnovsky L, Frisa LE. Control of PVD TiN thickness measurements. *Microelectronic Engineering* 37/38 (1997) 427-432.
- ⁹ w1x R. Fraunchy, *Surf. Sci. Rep.* 38 (2000) 195.

Agradecemos al Instituto Tecnológico de Saltillo y COSNET su apoyo para la realización de este trabajo, y al CONACYT por el financiamiento del proyecto.

Rubin Ortega de la Rosa, Instituto Tecnológico de Zacatecas. Eduardo Valdés Covarrubias, Claudia Yvonne Franco Martínez, Instituto Tecnológico de Saltillo. rubin_ortega_2002@yahoo.com.mx



© Ricardo Vinós, *Malintzin dormidita sobre su memoria de sombra. El último sol*. Coyoacán, 1983.