

# THERMALPVD

## Estudio de sistemas PVD destinados a trabajos a altas temperaturas.

Programa: Líneas de I+D independiente del Plan de Actividades de carácter no económico de AIDIMME

### Entregable E.1: Resumen de resultados

#### Breve descripción.

En el presente documento se incluye una recopilación de las principales tareas llevadas a cabo durante la ejecución del proyecto THERMALPVD, con el objetivo de difundir sus resultados.

Realizado por:  
AIDIMME



GENERALITAT  
VALENCIANA

**iVACE**  
INSTITUTO VALENCIANO DE  
COMPETITIVIDAD EMPRESARIAL

## INDICE

1	OBJETIVOS .....	3
1.1	Objetivos específicos de la actividad del proyecto. ....	3
2	RESUMEN DE LA ACTIVIDAD DEL PROYECTO. ....	4
3	DESARROLLO DEL TRABAJO.....	4
3.1	Modificación del sistema de ensayo “ball on disc” con la implementación de ambiente a alta temperatura. ....	4
3.2	Estudios tribológicos a alta temperatura. ....	6
3.3	Ensayos PVD scratch.....	12
4	Resultados obtenidos.....	13

## ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1.	MONTAJE DEL SISTEMA DE ENSAYOS REALIZADOS DURANTE LA EJECUCIÓN DEL PROYECTO.....	6
FIGURA 2.	CURVAS DE DESGASTE PRODUCIDAS A DISTINTOS GRADIENTE DE TEMPERATURA PARA EL SISTEMA CU+NI+CR+TiN(PVD). ....	7
FIGURA 3.	DATOS OBTENIDOS DE UN RECUBRIMIENTO PVD DEL SISTEMA CU+NI+CR+TiN(PVD) A DISTINTOS GRADOS DE TEMPERATURA Y CARGA. ....	8
FIGURA 4.	DISTINTAS MUESTRAS ENSAYADAS DURANTE EL PROYECTO. ....	8
FIGURA 5.	DATOS OBTENIDOS DE UN RECUBRIMIENTO PVD DEL SISTEMA PVD CrN A DISTINTOS GRADOS DE TEMPERATURA Y CARGA. ....	9
FIGURA 6.	IMÁGENES OBTENIDAS DE LOS DISTINTOS ANÁLISIS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE LA MUESTRA CU+NI+CR+TiN(PVD). ....	10
FIGURA 7.	IMÁGENES OBTENIDAS DE LOS DISTINTOS ANÁLISIS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE LA MUESTRA CU+NI+CR+TiN(PVD) A 25 Y A 400 GRADOS CON UNA MENOR PRESIÓN.....	11
FIGURA 8.	IMAGEN DONDE SE DETECTAN LAS GRIETAS APARECIDAS TRAS EL ENSAYO. ASTM C1624. ....	12
FIGURA 9.	IMÁGENES OBTENIDAS DE LOS DISTINTOS ANÁLISIS MEDIANTE SCRATH TEST.....	13

## 1 OBJETIVOS

El objeto del presente proyecto se basa en la determinación del comportamiento de los recubrimientos mediante la técnica PVD en entornos con temperaturas elevadas. Para ello se pretende comparar el uso de estos recubrimientos en diversos rangos de temperatura para evaluar su degradación. El proyecto también se basa en la aplicación de técnicas PVD para materiales funcionales, mas allá de la aplicación para otros sectores como es la máquina herramienta.

Las actividades van encaminadas a desarrollar aplicaciones que nos permitan generar el conocimiento suficiente de la técnica de deposición para distintos ámbitos de aplicación, entre ellas para campos donde se requiere una temperatura superior a la ambiental, comprobando también la funcionalidad de estos en productos.

Una vez desarrolladas las muestras se realizan actividades de caracterización que se basan en estudios tribológicos con gradientes altos de temperatura donde la película depositada puede sufrir modificaciones por el efecto del calor, y mediciones de rallado para recubrimientos de capa fina.

### 1.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS DE LA ACTIVIDAD DEL PROYECTO.

Como objetivos específicos durante el desarrollo del proyecto se pretende obtener la base para la caracterización de recubrimientos a alta temperatura ya sea mediante PVD u otras técnicas superficiales. Es por ello que fruto de este proyecto se obtienen los siguientes resultados específicos.

- Sustentar las bases de una caracterización avanzada donde podamos estudiar los recubrimientos con el efecto de la temperatura.
- Disponer de un procedimiento de evaluación de recubrimientos de capa fina para este tipo de ambientes.
- Estudiar la fenomenología que presentan estos recubrimientos frente a la temperatura y como son afectados por el propio comportamiento del metal base.

## 2 RESUMEN DE LA ACTIVIDAD DEL PROYECTO.

A continuación se enumeran distintas actividades realizadas durante toda la ejecución del proyecto:

- Durante las tareas de investigación se han llevado a cabo acciones enfocadas a la consulta bibliográfica de los propios recubrimientos, consulta bibliográfica de los métodos de caracterización ideales para este tipo de recubrimientos.
- Se han llevado a cabo estudios de medida de espesor y morfológicos del recubrimiento previos a la caracterización.
- Implementación de un horno para alcanzar cierta temperatura en un tribómetro para acondicionar los ensayos a ambientes con distintos gradientes térmicos.
- Se han realizado estudios tribológicos a altas temperaturas. Mediante técnicas de desgaste "ball on disk" donde se ha medido tanto el coeficiente de rozamiento dinámico y su respuesta del desgaste sufrido, en diversos escenarios de rangos de temperatura.
- Estudios de rayado de superficies tratadas mediante PVD, para la evaluación de la propia adherencia de los recubrimientos.
- Estudio morfológicos y de microanálisis químico mediante técnicas de microscopía óptica y electrónica donde podemos evaluar el grado de ductilidad del material empleado mediante PVD.

## 3 DESARROLLO DEL TRABAJO

### 3.1 MODIFICACIÓN DEL SISTEMA DE ENSAYO "BALL ON DISC" CON LA IMPLEMENTACIÓN DE AMBIENTE A ALTA TEMPERATURA.

Para la realización de los estudios de caracterización en base al comportamiento tribológico mediante la técnica ball on disc con gradiente de temperatura, se ha empleado la técnica de medición llamada "ball-on-disk", consistente en un brazo en donde en su extremo va montado una bola, en nuestro caso una bola de acero inoxidable de calidad AISI316. Junto con un accesorio giratorio y con un diámetro establecido, y donde se mide mediante extensometría la fuerza de rozamiento a través de un sistema de control. Durante el desarrollo de los ensayos se establecen unas cargas en posición vertical que son las encargadas de asignar una fuerza normal a la superficie. A la vez mediante un motor eléctrico se alcanzan las revoluciones requeridas mientras se registran todos los datos en el software correspondiente. La medida del desgaste y del coeficiente de fricción en diversas condiciones dan como resultado la evolución del comportamiento del recubrimiento en ambientes agresivos que nos sirve de base para establecer mejoras funcionales en estos.

Para el estudio se requiere del uso un horno de resistencia que es implementado en la zona rotatoria del sistema, el cual afecta a la temperatura de las muestras, a la vez que afectamos a la temperatura de la bola, en este caso de acero inoxidable. Por lo tanto, se presentan distintas zonas en donde pueden haber diferencias de temperatura, el producido por la propia fricción de los materiales, que no ha alcanzado más allá de los 70°C en ningún ensayo, ya que los estudio se establecen sin el uso de lubricantes, junto con el gradiente ambiental que afecta la muestra a ensayar.

El proceso de fijación de la muestra al plato se puede observar detalladamente en las figuras inferiores donde se aprecia el montaje del sistema completo con el que se trabaja habitualmente y el sistema montado con horno. La posición de la bola nos permite el uso de diámetros diferentes para las distintas muestras. Durante cada serie de ensayos debemos establecer un tiempo adecuado para que el sistema alcance la temperatura requerida en los puntos citados anteriormente, por lo que los tiempo de ensayo pasan a ser más largos de lo normal hasta la estabilización. Por todo ello se establecen distintos sensores de temperatura dispuesto en distintas zonas del ensayo y equipo, en la propia punta, en este caso la bola y en la zona ambiental cercana a la muestra, siempre aislada para retener el calor mediante una tapa en la zona superior.

Un conjunto de pesos serán los encargados de ejercer la presión al sistema en el sentido normal con lo que la conjunción de este y la medida de resistencia del brazo del tribómetro podremos obtener el coeficiente de fricción y posteriormente la tasa de desgaste de los sistemas mediante pesada. Para la protección de la zona de trabajo y del propio equipo se establece un acondicionamiento de aire comprimido en el interior del equipo que sea capaz, junto con el aislante adecuado en la parte superior, de proteger todas aquellas zonas de circuitos susceptibles a ser afectados por las altas temperaturas, en el caso de este estudio se han alcanzado hasta los 400°C, pudiendo haber comprobado que el sistema puede tener una buena repetitividad a temperatura superiores de 600°C.

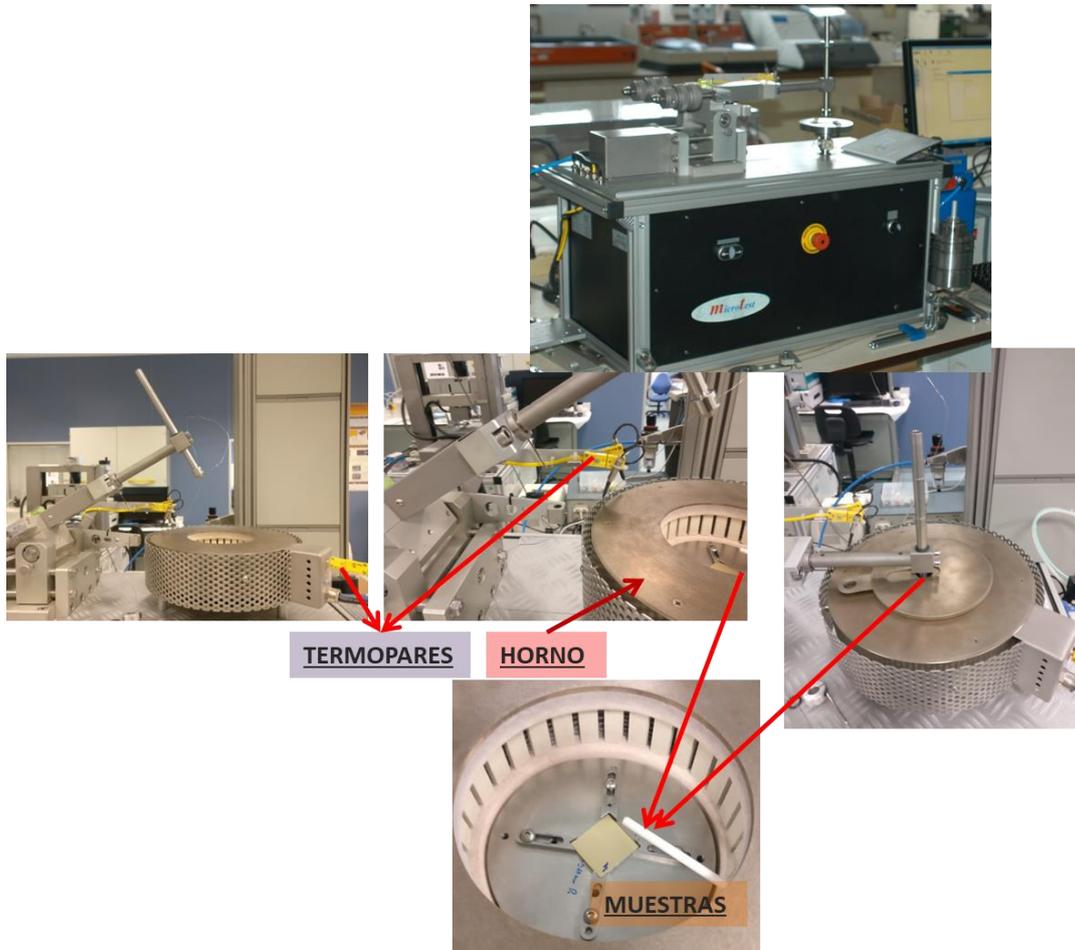


Figura 1. Montaje del sistema de ensayos realizados durante la ejecución del proyecto.

### 3.2 ESTUDIOS TRIBOLÓGICOS A ALTA TEMPERATURA.

La presencia de un ambiente a alta temperatura puede suponer el añadido de otros factores no presentes en los estudios tribológicos convencionales, siendo un fenómeno presente en distintos ámbitos de la industria. El factor de la fatiga térmica o la aceleración de los procesos de oxidación son los factores predeterminantes en este tipo de sistemas, ya que el efecto de estos puede modificar las condiciones del desgaste. Este tipo de estudios no están extendidamente presentes en la bibliografía por lo que no se presentan muchos datos contrastados de los obtenidos en el proyecto, y es por ello que se pretende adentrar en este campo para poder caracterizar distintos sistemas de recubrimientos que puede dar a la industria información sobre el uso o aplicación de los distintos recubrimientos.

Durante las actividades presentes en el desarrollo de la investigación se han llevado a cabo los propios ensayos de tribología en sistemas de recubrimientos mediante PVD para sistemas de combinación de recubrimientos tipo Cu+Ni+Cr+TiN(PVD) , y para sistemas de CrN PVD. Se ha llevado a cabo análisis combinando la acción de las cargas normales del propio ensayo y las temperaturas ambientales, alcanzando un máximo de 400°C.

De las actividades realizadas podemos destacar los siguientes resultados fruto de la experimentación.

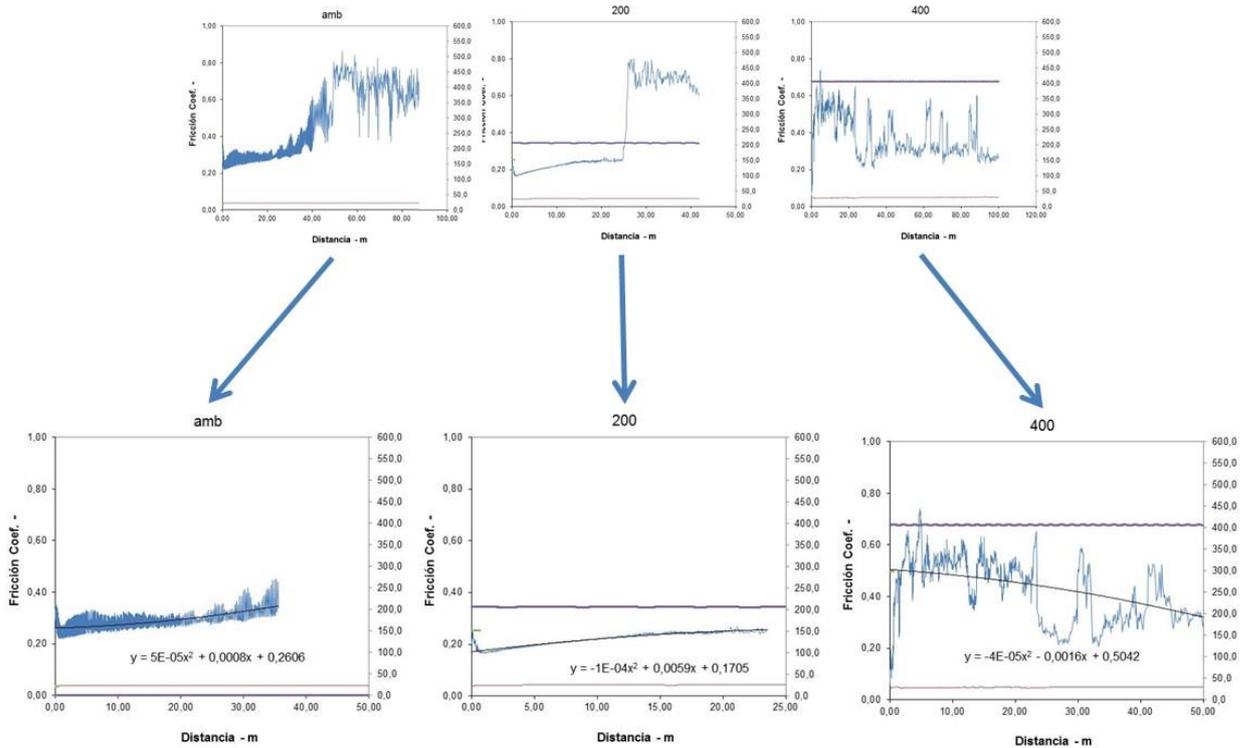


Figura 2. Curvas de desgaste producidas a distintos gradientes de temperatura para el sistema Cu+Ni+Cr+TiN(PVD).

Como se puede ver en las graficas superiores tenemos un comportamiento del coeficiente de fricción que oscila entre los rangos de 0.2 y 0.25 para temperaturas de hasta 200°C. En ellas se aprecia un incremento de las cargas una vez superado las cotas del propio recubrimiento. Vemos la evolución en ambiente cercano a los 200°C presenta resultados similares incluso menores en cuanto a la fricción, pero una vez superada esta temperatura vemos como evoluciona el recubrimiento hacia un mayor coeficiente a parte de la propia inestabilidad que viene derivada de una posible aparición de óxidos superficiales. Este comportamiento también está presente en el sistema de CrN pero con coeficiente de fricción mayor, aunque como podemos ver en las graficas anteriores la influencia del propio recubrimiento a la temperatura es menor. Este factor también puede ser debido al propio material base, ya que partimos de una aleación zinc aluminio y otra de un material base de acero al carbono.

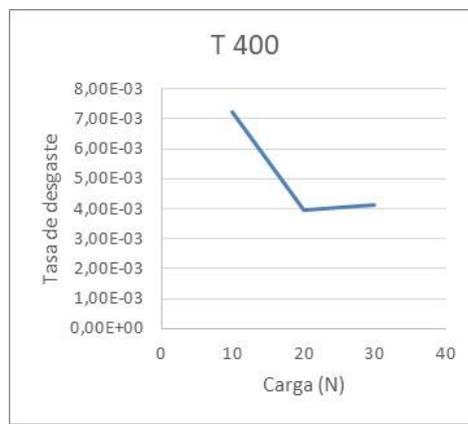
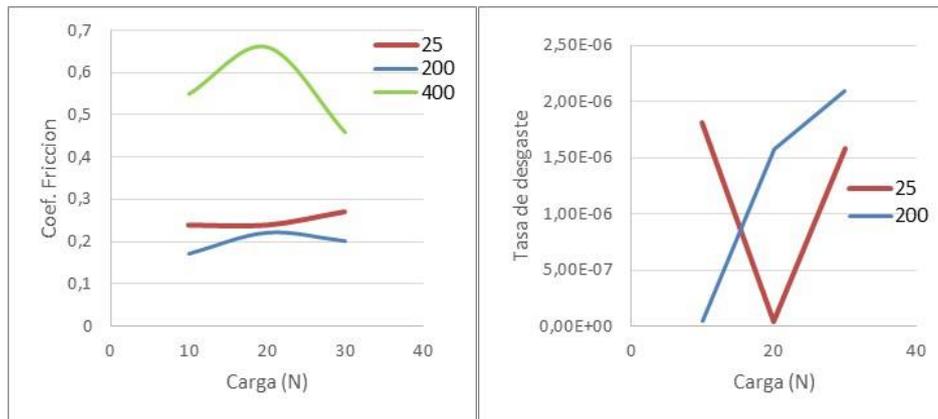


Figura 3. Datos obtenidos de un recubrimiento PVD del sistema Cu+Ni+Cr+TiN(PVD) a distintos grados de temperatura y carga.



Figura 4. Distintas muestras ensayadas durante el proyecto.

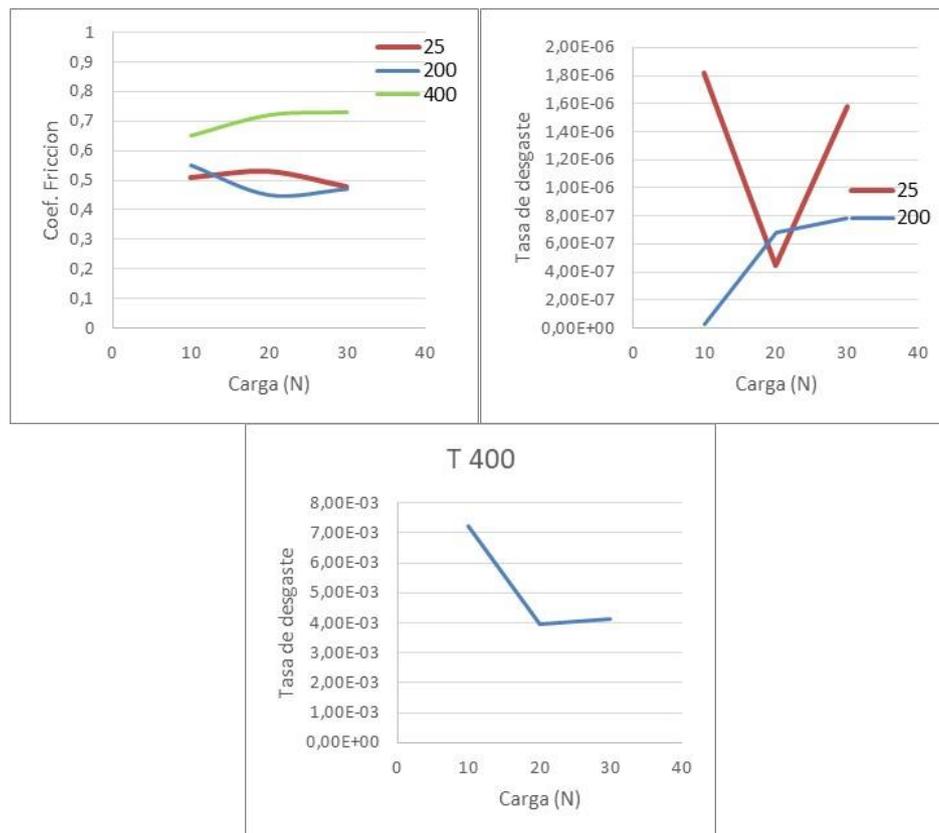


Figura 5. Datos obtenidos de un recubrimiento PVD del sistema PVD CrN a distintos grados de temperatura y carga.

Como se puede apreciar en las distintas graficas presentadas, se observa una tendencia clara en cuanto a los fenómenos que ocurren cuando los sistemas están trabajando a temperatura de 200 grados a como lo hacen a 400. Esto puede ser debido al efecto relacionado con la aceleración del desgaste del sistema que conlleva un mayor grado de oxidación que puede actuar como propagador del desgaste. Esto queda reflejado en los distintos sistemas como una tendencia, por lo que se pretende estudiar estas casuísticas a temperatura mayores para contrastarlo.

También se pueden apreciar tendencias del coeficiente de fricción debido a la acción de la temperatura, pero esto también puede estar relacionado con el sustrato que estamos manejando y si mientras en el sustrato más blando como pudiera ser el del material cinc aluminio, este efecto queda más acentuado que en materiales de acero carbonitrurado como es el segundo caso.

A los desgastes producidos le siguieron distintas caracterizaciones basadas en la observación tanto macroscópica como microscópica, por el cual se presentan aquellos resultados más influyentes de la investigación.

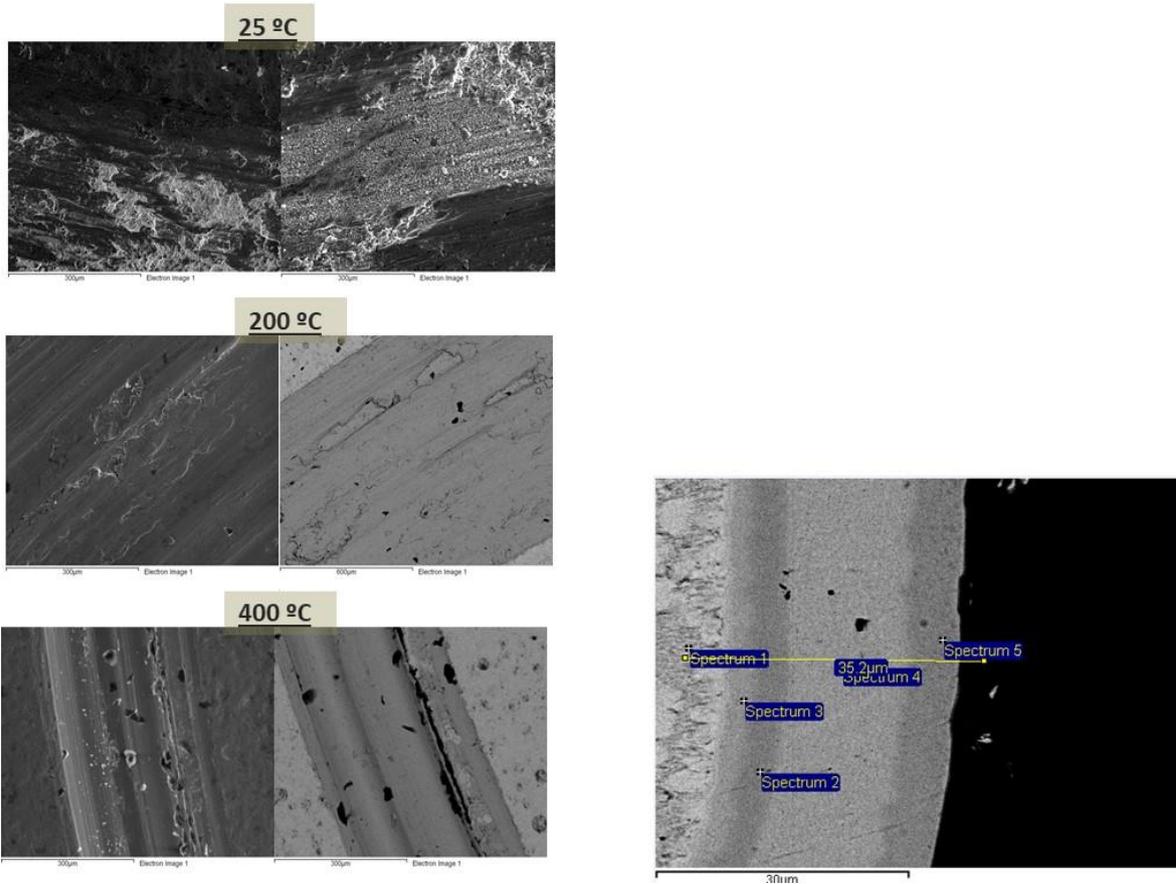


Figura 6. Imágenes obtenidas de los distintos análisis mediante microscopia electrónica de la muestra Cu+Ni+Cr+TiN(PVD).

Se puede ver el efecto de las pistas de desgaste en cada uno de los recubrimientos en los distintos grados de empleo en los ensayos. A la vez se aprecia la propia caracterización del espesor de uno de los sistemas empleados en el presente proyecto donde se pueden apreciar las distintas capas previas al PVD.

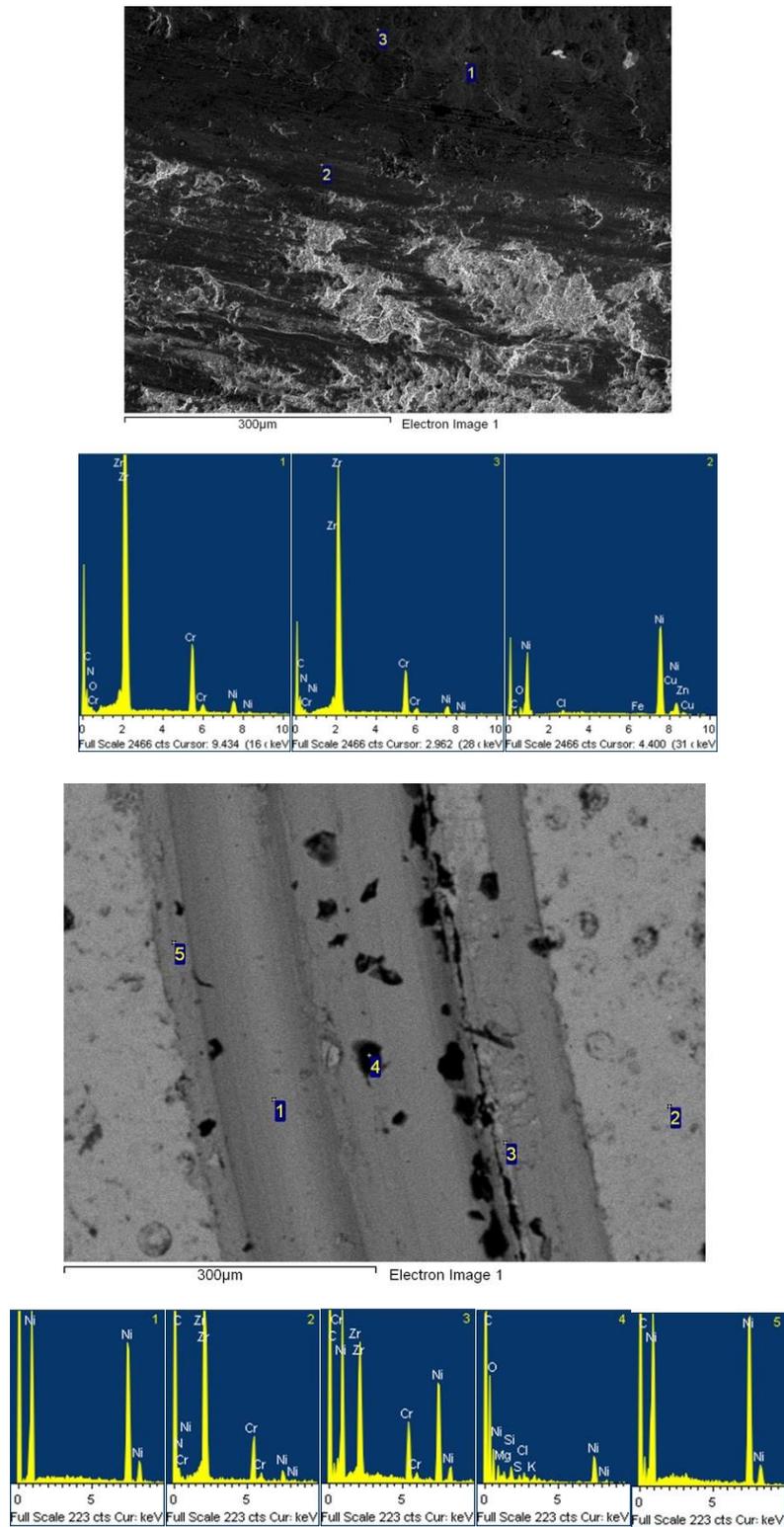


Figura 7. Imágenes obtenidas de los distintos análisis mediante microscopia electrónica de la muestra Cu+Ni+Cr+TiN(PVD) a 25 y a 400 grados con una menor presión.

En las imágenes superiores se aprecian las pistas de desgaste propias del ensayo tribológico junto con el microanálisis. Se pueden ver las composiciones de los materiales ensayados y la morfología del desgaste en donde apreciamos dos mecanismos diferentes, uno adhesivo por la propia presión de contacto y la temperatura que causa microsoldaduras que posteriormente afectan comportamiento al desgaste. En cambio en otras zonas de los ensayos realizados a temperaturas elevadas observamos los dos mecanismo mas suave en donde ocurren deformaciones plásticas y los correspondientes a erosivo-abrasivo mas severo, pero no de tanto grado como los vistos en los ensayos a temperatura ambiente. Esto nos esta indicando que el sistema de recubrimiento previo al PVD tiene cierta influencia cuando es sometido a alta temperatura.

### 3.3 ENSAYOS PVD SCRATCH

También se realizaron ensayos de rayado con incrementos de carga. Mediante un indentador de diamante se realiza una penetración de con incremento de desplazamiento monitorizado mientras que se registras las fuerzas tangenciales que se llevan a cabo durante el rayado del mismo.

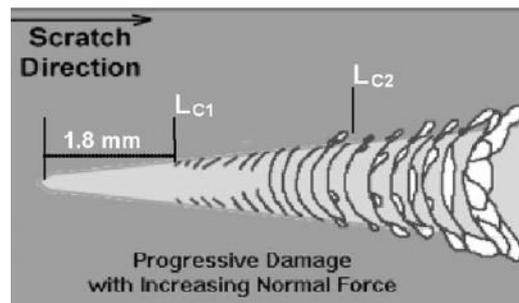


Figura 8. Imagen donde se detectan las grietas aparecidas tras el ensayo. ASTM C1624.

A través de estos ensayos obtenemos las cargas críticas de los recubrimientos, hallándose en valores de 0.9N para recubrimientos de CrN, mientras que en los resultados que obtenemos de los recubrimientos PVD sobre sustrato cinc aluminio la respuesta es predominantemente plástica a pesar de tener un recubrimiento superficial de TiN, debido al comportamiento del propio material. A continuación se presentan las curvas más representativas de las obtenidas durante la ejecución del proyecto.

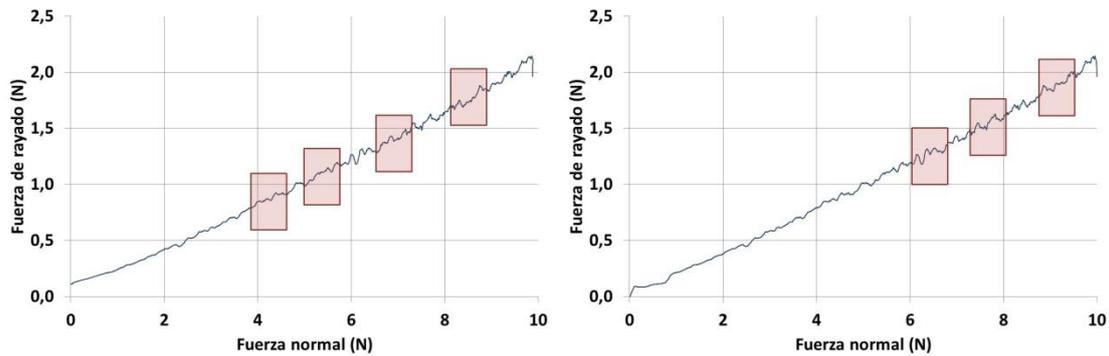


Figura 9. Imágenes obtenidas de los distintos análisis mediante Scrath test.

## 4 Resultados obtenidos

A continuación se enumeran las conclusiones más destacas del estudio:

- Se ha demostrado la alta influencia a la temperatura de estos recubrimientos, no solo en la perdida de resistencia de estos sino a la influencia del propio material base a las altas temperaturas.
- Los recubrimientos empleados presentan una disminución de resistencia cuando el incremento es superior a los 200°C. Esto es debido a la pérdida de propiedades mecánicas correspondiente al propio material y al propio efecto de la oxidación del sistema completo.
- La mejora en las prestaciones de los recubrimientos pasa por la disminución de óxidos fruto del proceso térmico y por lo tanto del empleo de materiales metálicos de carácter cerámico donde la capa de oxido ya este presente previamente. Se plantean por lo tanto los pasos previos al estudio de nuevos sistemas funcionales de fricción capaces de resistir grandes incrementos de temperatura.
- A medida que se aumentan las condiciones térmicas de los ensayos nos encontramos con una posible formación de óxidos y compuestos que pueden alterar los resultados y la morfología de las pistas de desgaste.
- Temperaturas superiores a los 200°C marcan los cambios más significativos.