





Behavior of coated forming tools with TiAlN coatings grown by Triode Magnetron Sputtering

Diana Marcela Devia-Narváez^a, Harold Duque-Sánchez^b & Fernando Mesa^c

^a Departamento de Matemáticas, Universidad Tecnológica de Pereira, Pereira, Colombia. dianadevia@gmail.com ^b Departamento de Matemáticas, Universidad Tecnológica de Pereira, Pereira, Colombia. harold1@utp.edu.co ^c Departamento de Matemáticas, Universidad Tecnológica de Pereira, Pereira, Colombia. femesa@utp.edu.co

Received: October 23th, 2014. Received in revised form: January 10th, 2015. Accepted: April 17th, 2015.

Abstract

This research focusses on tribological analysis of Titanium Aluminum Nitride (TiAlN) coatings deposited by means of Triode Magnetron Sputtering, when used as a protective coating on forming tools. The analysis is carried out from the microstructural properties which directly influence the tribological behavior. It was observed that the predominant wear mechanisms on the surface are delamination and tribo-oxidation; an increase in the useful life of the tool was observed making hard coatings an excellent alternative in the metalworking industry.

Keywords: Delamination, Microestructure, Wear Mechanisms, TiAlN Tribo-Oxidation.

Comportamiento de las herramientas de conformado con recubrimientos TiAlN crecido por Magnetrón Sputtering Tríodo

Resumen

Esta investigación se enfoca en el análisis tribológico de los recubrimientos de nitruro de titanio aluminio (TiAlN) depositados por la técnica Magnetrón Sputtering Tríodo, cuando se utilizan como capa protectora en herramientas de conformado. El análisis se realiza a partir de las propiedades microestructurales que influyen directamente en el comportamiento tribológico. Se observó que los mecanismos de desgaste predominantes en la superficie son la delaminación y la tribo-oxidación; se determinó un incremento en la vida útil de la herramienta siendo los recubrimientos duros una excelente alternativa en la industria metalmecánica

Palabras clave: Delaminación, Microestructura, Mecanismos de Desgaste, TiAlN, Tribo-oxidación.

1. Introducción

En la actualidad los procesos de conformación en frio son ampliamente utilizados en la industria automovilística, herramientas agrícolas, electrodomésticos, juguetes, materiales de construcción y accesorios. El impacto económico en la industria se determina por las pérdidas de eficiencia, aumento en el consumo energético, el reemplazo de piezas desgastadas, los tiempos muertos de la maquinaria y lubricantes. La productividad, principalmente afectada por la calidad y repetitividad del proceso, es fuertemente influenciada por el nivel de fricción desarrollado en la zona de contacto y el desgaste de las herramientas utilizadas [1]. Sin embargo, los procesos tribológicos, fricción y desgaste, no pueden ser evitados, solo se pueden reducir si los conocimientos sobre la tribología se aplican durante el diseño y operación de los sistemas [2]. La necesidad de aumentar la productividad en la industria ha impulsado el desarrollo de nuevos compuestos para la fabricación de herramientas en el procesamiento de materiales. Este esfuerzo ha conducido a la aplicación de recubrimientos duros sobre aceros de herramientas o materiales sinterizados utilizando técnicas de deposición por plasma [3]. Aunque las técnicas de sputtering tienden a producir recubrimientos más densos que otras técnicas utilizadas para tratamientos superficiales, de acuerdo a Recco [4], la configuración del Magnetrón Sputtering Tríodo produce un incremento en la tasa de ionización que combinado con la alta energía iónica y el potencial de referencia del substrato mejora la densidad de los recubrimientos y las propiedades estructurales, mecánicas y tribológicas.

El sistema ternario del TiAlN es un material tecnológicamente importante para diversas aplicaciones, incluyendo la resistencia al desgaste debido a la alta resistencia a la oxidación a alta temperatura [5,6]. La resistencia a la oxidación de los recubrimientos TiAlN se rigen por una mayor estabilidad química, en comparación con nitruros binarios como recubrimientos de TiN y AlN [7,8]. El objetivo de este trabajo es el análisis de los mecanismos de desgaste de las herramientas de conformado con recubrimientos de TiAlN crecidos por la técnica Magnetrón Sputtering Tríodo. La investigación se concentra en el estudio de la resistencia al desgaste y las reacciones químicas. La estructura fue analizada utilizando difracción de rayos X, y la morfología fue determinada utilizando Microscopio Electrónico de Barrido.

2. Diseño Experimental

Los recubrimientos de TiAlN fueron depositados sobre punzones de acero AISI O1, en la Fig.1 se observa el diseño de las herramientas. Para el crecimiento de los recubrimientos se utilizó un blanco de Ti0.5Al0.5 por la técnica Magnetrón Sputtering Tríodo en un sistema no comercial (Fig.2) [9]. La cámara de reacción fue construida en acero inoxidable AISI 316 de 0.4 m de diámetro y 0.35 m de longitud. Para incrementar la tasa de ionización, se introdujo una rejilla de 135 mm de diámetro y 18 mm de espesor entre el ánodo y el cátodo [9]. Se inyecto argón y nitrógeno (Ar + N2) en la cámara en un flujo continuo de gas. El valor del flujo de nitrógeno fue 5 sccm. Para el proceso de deposición, la presión en la cámara alcanzó un valor de 2.67*10-4 Pa y la presión de trabajo fue 0.4 Pa. El tiempo de deposición de los recubrimientos fue de 60 min con una corriente de 2 A. Las propiedades mecánicas y tribológicas



Figura 1. a) Esquema del sistema de conformado, b) Lámina de acero AISI 1045 y Probeta acero O1. Fuente: Los autores.



Figura 2. Representación esquemática del reactor: Magnetrón Sputtering Tríodo. Fuente: [9].

Tabla 1.

Parámetros Básicos para las pruebas de conformado.

Presión	1000Kg-F
Material del punzón	Acero AISI O1
Material de la lámina	Acero AISI 1045
Espesor de la lámina	1.50 mm

Fuente: Los autores.

de la superficie con y sin recubrimiento fueron analizadas en investigaciones anteriores, donde se determinó que las mejores propiedades de los recubrimientos se obtuvieron para un voltaje de polarización de 40 V; por lo tanto este parámetro se consideró para el estudio del desgaste de las herramientas recubiertas con TiAlN [10].

Las especificaciones de los principales parámetros en el proceso de embutido se observan en la Tabla 1. Los ensayos de deformación se realizaron con una prensa industrial deformando láminas de acero 1045 ejerciendo una presión en el centro de la lámina para formar la geometría mostrada en la Fig.1-b. Los ensayos de conformación se realizaron para los punzones con y sin recubrimiento. Para la herramienta sin recubrimiento se realizaron 60 unidades fabricadas debido a que en este número de ciclo se produce la falla de la superficie. Con base a esto, se analizó los puntos críticos de la herramienta para determinar los mecanismos de desgaste en la superficie recubierta cuando se han fabricado 60, 120, 180 y 230 unidades. Este análisis se realizó a partir de los cambios microestructurales.

Por medio del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) Philips XL-30 se analizó la superficie con y sin recubrimientos. La formación de las fases en el sistema de recubrimiento se analizó utilizando un Difractómetro de Rayos – X (XRD) Bruker-AXS D8 ADVANCE de haces paralelos con geometría $\theta/2\theta$, radiación CuK α (λ =1.5406 Å), con una velocidad de barrido de 2 seg/paso con incrementos de 0.02°. Los parámetros para este análisis fueron 40 kV y 30 mA.

3. Análisis y Resultados

En este trabajo, se realiza un análisis del comportamiento tribológico del proceso de formación de un sistema de



Figura 3. Punzón sin tratamiento superficial: a) Fotografía del punzón. b) Patrón de difracción y c) Micrografía X500. Fuente: Los autores.



3.1. Etapa I

En la Fig.3-a se observa la herramienta sin recubrimiento cuando no ha sido sometido a ningún proceso de conformado. Las Figs. 3-b y 3-c muestra la topografía superficial obtenida con SEM y los patrones de difracción, respectivamente, para el punzón sin recubrimiento cuando no ha sido sometido a ningún proceso de conformado. En la superficie se observan algunos defectos producidos por el proceso de pulido mecánico con papel abrasivo de carburo de silicio; el patrón de difracción corresponde a la estructura martensítica propia de este tipo de acero AISI O1 para el trabajo en frio, como lo referencia Bourithis [11].

Para las superficies después de 60, 120, 180 y 230 unidades se realizaron pruebas de difracción de rayos X que mostraron la evolución de las fases presentes del recubrimiento durante el proceso de conformado y que permitieron detectar la presencia de dos fenómenos, el primer es el cambio de intensidades de los picos del compuesto de TiAIN y el segundo la formación de óxidos. En la superficie de la herramienta después de fabricar 60 y 120 unidades se observó la variación de las intensidades cristalográficas de





Figura 5. Superficie de la herramienta recubierta sin desgaste, a) Fotografia del punzón, b) Micrografía X100 y c) Patrón de difracción. Fuente: Los autores.





(c)

Figura 6. Superficie del punzón recubierto con 60 unidades facturadas: a) Fotografías del punzón, b) Micrografía X100 y c) Patrón de Difracción de Rayos X. Fuente: Los autores.





Figura 7. Superfície del punzón recubierto con 120 unidades facturadas: a) Fotografías del punzón, b) Micrografía X100 y c) Patrón de Difracción de Rayos X. Fuente: Los autores.

las direcciones (111) y (200) de la estructura FCC del compuesto TiAlN, disminuyendo la dirección (111) y aumentando la dirección (200); este fenómeno es atribuido al esfuerzo aplicado en el sistema para que ocurra la deformación plástica de la chapa, el cual produce una variación en la densidad atómica transformando la dirección preferencial [13]. Después de fabricar 180 unidades se observó que los picos característicos del compuesto desaparecen corroborando la perdida de la capa protectora, como se detalló en las micrografías anteriores.

El segundo fenómeno que se observa es la formación de óxidos en la superficie durante el proceso de conformado, resultado de procesos térmicamente activado, el efecto del calor se manifiesta en reordenamiento atómico de la estructura, con la formación de diferentes tipos de óxidos [14]. Según reportes de la literatura, la temperatura instantánea de contacto entre asperezas puede alcanzar valores de hasta 1000°C. Se detectaron cuatro óxidos: Fe₂O₃, Fe₃O₄, TiAlO y Al₂O₃ mostrados en la Tabla 2.

Los óxidos de hierro Fe₂O₃ y Fe₃O₄, considerados óxidos abrasivos por varios autores [14,15], aparecen a partir de 120 unidades fabricadas, evidenciando la delaminación parcial del recubrimiento de TiAIN. La formación de óxidos se inicia a partir de la interacción directa de la superficie del sustrato con el oxígeno del aire y la humedad (~80%) produciendo óxidos hidratados (Fe₂O₃ H₂O); debido al calor generado durante el contacto se pueden catalizar la formación de Fe₃O₄ la reacción 6Fe₂O₃ \rightarrow 4Fe₃O₄ + O₂. El difractograma tomado sobre la superficie de la herramienta que fabrico 230 unidades muestra la presencia de estos dos óxidos dominantes. El fenómeno descrito anteriormente puede ser considerado como un mecanismo triboquímico por el cual la superficie falla [16].





(c) Figura 8. Superficie del punzón recubierto con 180 unidades facturadas: a) Fotografías del punzón, b) Micrografía X100 y c) Patrón de Difracción de Rayos X.

Fuente: Los autores.





(c) Figura 9. Superfície del punzón recubierto con 230 unidades facturadas: a) Fotografías del punzón, b) Micrografía X100 y c) Patrón de Difracción de

Rayos X. Fuente: Los autores.

Devia-Narváez et al / DYNA 82 (193), pp. 110-116. October, 2015.

Tabla 2. Relación de los compuestos formados por tribocorrosión en función del número de procesos

namero de procesos.						
Número de		Compuesto				
Unidades						
60	TiAlN	Al_2O_3	TiAlO			
120	TiAlN	Al_2O_3	TiAlO	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	
180		Al_2O_3		Fe_2O_3	Fe ₃ O ₄	
230				Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	

Fuente: Los autores.

Los compuestos de TiAlO y Al₂O₃ se comportan como capas nanométricas lubricantes sobre la superficie del TiAlN, produciendo alta resistencia al desgaste y rayado por contacto, debido a que se comporta como capa protectora, bloqueando fenómenos de óxido-reducción, en especial con el compuesto de TiAlO ya que mejora la resistencia a la fractura y tiene comportamiento de barrera térmica por la combinación de los óxidos individuales de Al₂O₃ yTiO₂ [17]. Se observa que para más de 180 unidades fabricadas las fases de TiAlO y Al₂O₃ no son apreciables debido a que en esta zona de contacto las altas cargas cíclicas, fracturan las nanocapas de óxidos y el recubrimiento de TiAlN que protegen la superficie; la superficie del aceros AISI O1 y 1045 entran en contacto directo, incrementando la formación de óxidos abrasivos.

Un estudio más detallado de la superficie de la herramienta permitió detectar otros mecanismos de falla del recubrimiento. En las Figs. 10 a y b se muestran la micrografía después de 60 unidades fabricadas tomados de la parte superior del domo, donde ocurren los mayores esfuerzos, se observan el crecimiento de grietas paralelas a la superficie del sustrato. El daño progresivo de la capa puede ser atribuido, además de los esfuerzos mecánicos, a la diferencia de coeficientes de dilatación térmica para el sustrato y el recubrimiento (α s=1.1*10⁻⁶ y α c=7.5*10⁻⁶, respectivamente) que promueve la nucleación de grietas dentro del recubrimiento y en la intercara sustratorecubrimiento. Las cargas repetitivas inducen la propagación de las fisuras paralelamente a la superficie del sustrato, que al cambiar la dirección de deslizamiento se dirigen a la superficie produciendo partículas de desgaste.

Después de 120 procesos en la superficie de la herramienta se presenta mayor delaminación del recubrimientos y el incremento de capas de óxidos en la superficie, como se observó en los análisis microestructurales; estas capas de óxidos al fracturarse actúan como un tercer cuerpo que favorece la falla de la superficie como se observa en la Fig.11 a y b.

En las Figs. 12 a y b se observa la superficie de la herramienta después de 180 procesos, se presenta mayor delaminación y rayado. El mecanismo predominante para este número de procesos es la delaminación por tribo-oxidación, donde los enlaces de adhesión de la tribo-capa con el sustrato se da entre enlaces eletrodébiles metal-metal, debido a que es un proceso cíclico se produce delaminación en forma de placa por el incremento en las tensiones internas en la estructura cristalográfica, esto produce mayor cantidad de partículas de óxidos que aumenta los daños por rayado de tercer cuerpo [18].





Figura 10. Superficie del punzón después de fabricar 60 unidades a) X500 y b) X3000 Fuente: Los autores.

Después de realizar 230 procesos, en la superficie de la herramienta se observa daño en forma de well-polished como lo reporto Shin [19] (Fig.13). El contacto final del proceso de conformado es metal-metal debido a que no se aprecia la capa cerámica del recubrimiento protector ni óxidos de los elementos pertenecientes a él.

Se puede considerar tres factores por los cuales se ha desgastado el tratamiento superficial de TiAlN después de fabricar 230 unidades. El primer factor es el cambio de dureza de las partículas de desgaste que varían según su composición química (formación de óxidos) y su deformación plástica cuando se presenta el pulimiento de asperezas. El segundo factor es el comportamiento tensión-deformación, que altera la superficie del material influyendo en el desgaste, en especial cuando se efectúan procesos por contacto de cargas cíclicas. Por último, la ductilidad del material está relacionada con la mezcla de productos químicos debidos a la tribo-oxidación, donde puede generar cambios estructurales modificando la superficie [20] en el estudio realizado al desgaste de materiales dúctiles.

4. Conclusiones

Durante el contacto de la herramienta con tratamiento superficial y la chapa se catalizaron reacciones triboquímicas con el oxígeno y los elementos que constituyen el sistema





(b)

Figura 11. Superficie del punzón después de fabricar 120 unidades a) X500 y b) X2500. Fuente: Los autores.

ruente. Los autores



Figura 12. Superficie del punzón después de fabricar 180 unidades. Fuente: Los autores.





Figura 13. Superfície del punzón después de fabricar 230 unidades a) Micrografía 500 y b) Micrografía X2500. Fuente: Los autores.

tribológico; mostrando que los compuestos formados por la tribo-corrosión pueden presentar sinergia con la capa protectora de TiAlN, ya que la combinación de estas fases produce alta resistencia al desgaste y rayado por contacto. Los mecanismos identificados de falla del punzón sintratamiento superficial son: deformación plástica de la superficie y formación de óxidos en la superficie, favorecida por el calor generado durante el contacto, detectándose una combinación de mecanismos mecánicos y químicos. La formación de estos óxidos son atribuidos a la tribocorrosión, ya que durante el contacto, la fuerza mecánica que se ejerce en el sistema produce calor (producto de la deformación de la chapa), que actúa como la energía de activación necesaria para catalizar reacciones triboquímicas con el oxígeno (medio aerobio) y los elementos que constituyen el recubrimiento y el acero de la herramienta.

Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo financiero de a COLCIENCIAS. Los autores desean agradecer al Dr. AP Tschiptschin investigador de la Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Depto. de Engenharia e Metalúrgica de Materiais, São Paulo, SP, Brasil

Referencias

- Davis, J.R. and Semiatin, S.L., ASM Handbook, Vol. 14: Forming and Forging. ASM International, 14, 1989.
- [2] García-Díaz, J., Desgaste de cobre nanoestructurado obtenido por mecanizado por extrusión bajo gran deformación. Tesis para optar al grado de Ingeniero Industrial, Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial, España, 2007.
- [3] Podgornik, B., Coated machine elements, fiction or reality. Surface and Coatings Technology, (146-147), pp. 318-323, 2001.
- [4] Recco, A.A.C., Oliveira, I.C., Massi, M., Maciel, H.S. and Tschiptschin, A.P., Adhesion of reactive magnetron sputtered TINx and TICy coatings to AISI H13 tool steel. Surface and Coatings Technology, 202, pp.1078-1083, 2007.
- [5] Ramadoss, R., Kumar, N., Pandian, R., Dash, S., Ravindran, T.R., Arivuoli, D. and Tyagi, A.K., Tribological properties and deformation mechanism of TiAlN coating sliding with various counterbodies. Tribology International, 66, pp. 143-149, 2013.
- [6] Velez, G., Jaramillo, S., Arango, Y.C., Devia, D., Quintero, J. and Devia, A., Industrial application of thin films (TiAl), N deposited on

thermo-wells, AIP Proceeding, American Institute of Physics Press, 875 (1), pp. 184-187 ,2006.

- [7] Derflinger, V.H., Schutze, A. and Ante. M. Mechanical and structural properties of various alloyed TiAIN-based hard coatings. Surface and Coatings Technology, 200, pp. 4693-4700, 2006.
- [8] Ruden, A., Gonzalez, J.M., Restrepo, J.S., Cano, M.F. and Sequeda, F., Tribology of ZrN, CrN and TiAlN thin films deposited by reactive magnetron sputtering. DYNA, 80 (178), pp. 95-100, 2013.
- [9] Recco, A.A.C. and Tschiptschin, A.P., Structural and mechanical characterization of duplex multilayer coatings deposited onto H13 tool steel. Journal of Materials Research and Technology, 1, pp. 182-188, 2012.
- [10] Devia, D.M., Restrepo-Parra, E. and Velez-Restrepo, J.M., Structural and morphological properties of titanium aluminum nitride coatings produced by triode magnetron sputtering. Ingeniería y Ciencia, 10, (20), pp. 51-64, 2014.
- [11] Bourithis, L., Papadimitriou, G.D. and Sideris. J., Comparison of wear properties of tool steels AISI D2 and O1 with the same hardness, Tribology International, 39, pp. 479-489, 2006.
- [12] Son, H.S., Lee, K., Shin, S.K. and Ku, J.K., Radiative lifetimes of the FeO orange system. Chemical Physics Letters, 320, pp. 658-664, 2000.
- [13] Ohring, M., Materials science of thin films academic press; Second edition, 2001.
- [14] Holmberg, K. and Matthews, A., Coatings tribology, properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering. Elsevier, 2nd ed., 2009.
- [15] Barrau, O., Boher, C., Vergne, C., Rczai-Aria, F. and Gras, R., Investigations of friction and wear mechanisms of hot forging tool steels. 6th International tooling conference. Karlstad, Sweden, p.p. 95-111, 2002.
- [16] Gómez, R.M., Estudio del comportamiento a desgaste erosivo de recubrimientos wc-co micro y nano estructurados, Tesis para optar al grado de Magister, Universidad Politécnica de Valencia, España, 2009.
- [17] Choi, B.Y., Liang, J. and Gao, W., Correlation of microstructure and high temperature oxidation resistance of plasma sprayed NiCrAl, NiCrAlY, and TiAlO composite coatings on Ti–6Al–4V. Metals and Materials International, 11, pp.499-503, 2005.
- [18] Gómez-Botero, M.A., Caracterización de las propiedades tribológicas de los recubrimientos duros, Tesis para optar al grado de Doctor. Universitat de Barcelona, Barcelona, España. 2006.
- [19] Singh, H., Fundamentals of hydroforming. Society of Manufacturing Engineers, 2003.
- [20] Fox-Rabinovich, G.S., Gershman, I., El Hakim, M.A., Shalaby, M.A., Krzanowski, J.E. and Veldhuis, S.C., Tribofilm formation as a result of complex interaction at the tool/chip interface during cutting. Lubricants, 2, pp. 113-123, 2014.

D.M. Devia-Narváez, es profesora de matemáticas y física en la Universidad Tecnológica de Pereira-UTP, Dra. en Ingeniería (2012). MSc. en Ciencias-Física (2010). Miembro del grupo Laboratorio de plasma de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales, Colombia y ecuaciones diferenciales no lineales "GEDNOL" de la Universidad Tecnológica de Pereira, Colombia. Los campos de trabajo: el procesamiento de materiales mediante técnicas de plasma asistida, caracterización estructural, mecánica y morfológica de los materiales y de modelado y simulación de las propiedades físicas de los materiales.

H. Duque-Sánchez, es profesor de matemáticas en la Universidad Tecnológica de Pereira-UTP, Pereira, Colombia. MSc. en enseñanza de la matemática (2013). Ingeniero de sistemas y computación (2007). Miembro del Grupo de Investigación en Pensamiento Matemático y Comunicación (GIPEMAC) de la Universidad Tecnológica de Pereira, Pereira, Colombia.

F. Mesa, es profesor y actualmente director del Departamento de Matemáticas de la Universidad Tecnológica de Pereira, Pereira, Colombia, MSc. Universidad Tecnológica de Pereira - UTP en Instrumentación Física (2007). Tesis: SILAB-Sistema de información para la administración del sistema de gestión de calidad del laboratorio de metrología en las variables

eléctricas de la UTP en base a la normativa técnica NTC-ISO-IEC 17025. Magíster en Matemáticas en la Universidad del Valle, Cali, Colombia (1990). Miembro del grupo de Laboratorio del Física del Plasma de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales, Colombia y el grupo de ecuaciones diferenciales no lineales "GEDNOL" de la Universidad Tecnológica de Pereira, Colombia.

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
SEDE MEDELLÍN
FACULTAD DE MINAS
Área Curricular de Ingeniería Mecánica Oferta de Posgrados
Maestría en Ingeniería - Ingeniería Mecánica
Mayor información:
E-mail: acmecanica_med@unal.edu.co Teléfono: (57-4) 4259262