

Estudio de esfuerzos intrínsecos y dureza de recubrimientos de TiN/c-Si fabricados por la técnica de evaporación por arco eléctrico

O. Ceh, L. García-González

Programa de Posgrado Especialidad en Materiales del Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN, Unidad Querétaro, México

J. Morales-Hernández

Programa de Doctorado en Ingeniería, Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de Querétaro. Querétaro, México

F. J. Espinoza-Beltrán

Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN, Unidad Querétaro. Libramiento Norponiente No. 2000, Fracc. Real de Juriquilla, Querétaro 76230, Qro. México

A. I. Oliva

CINVESTAV-IPN Mérida, Departamento de Física Aplicada, Mérida Yucatán, México

En este trabajo se estudian recubrimientos de TiN sobre sustratos de c-Si depositados por la técnica de evaporación por arco eléctrico variando el potencial de polarización aplicado al sustrato. Para estudiar el efecto del potencial de polarización sobre la estructura y el tamaño de grano, y su correlación con la dureza, se aplicaron las técnicas de microscopía de fuerza atómica, microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X. A partir de los resultados estructurales se analizó la evolución de los esfuerzos intrínsecos promedios y del tamaño de grano de los cristales de TiN. Se realizaron mediciones de micro-indentación Vickers y utilizando modelos efectivos de dureza aplicados al composito recubrimiento-sustrato, se estimó la dureza real de los recubrimientos como función del potencial de polarización de sustrato.

In this work we study TiN hard coatings deposited on c-Si substrates by the arc evaporation technique where the substrate bias potential was varied in the range from 100 to 450 V. We study the effect of the substrate bias potential variation on the structural and grain size, and its correlation with hardness, by X-ray diffraction techniques, scanning electron microscopy, and atomic force microscopy. X-ray diffraction measurements allowed us to analyze the behavior of the average intrinsic stresses and the grain size. Vicker's micro-indentation measurements were performed to obtain the hardness of the composite substrate-coating, and by using effective models it was possible to obtain an estimation of the real hardness of the coating.

PACS: 68.55.-a, 87.64.Bx, 61.72.Ff

1. Introducción

Los recubrimientos duros basados en nitruros de metales de transición fabricados por diferentes técnicas de evaporación física y química, son ampliamente usados en la industria, principalmente como protección de herramientas de corte y en aplicaciones en donde la protección al desgaste es importante. Entre estos materiales el nitruro de titanio (TiN) es uno de los más ampliamente utilizados y estudiados, ver ref. [1] y sus referencias. Son diversas las aplicaciones actuales del TiN, además de las de tipo industrial, se encuentran en recubrimientos de implantes en el cuerpo humano debido a su biocompatibilidad y como recubrimientos decorativos por su atractivo color oro brillante. Los principales estudios de TiN se realizaron en recubrimientos colocados sobre sustratos de acero y carburo de tungsteno, observándose una estructura cristalina en la fase cúbica simple, δ -TiN, con un crecimiento de grano de tipo columnar [2,3]. Usualmente, los recubrimientos de TiN depositados por la técnica de arco eléctrico muestran una marcada orientación preferencial en la dirección

cristalográfica (111). Los estudios de microestructura y rugosidad superficiales de los recubrimientos de TiN fabricados por ésta técnica han mostrado que estas propiedades tienen una notable dependencia con el flujo de iones que se impacta sobre el sustrato [4], además de la presión parcial de nitrógeno y del potencial de polarización aplicado al sustrato [5-7]. Así mismo, se ha mostrado que la orientación preferencial del grano influye en las propiedades mecánicas del recubrimiento [8], que se manifiesta principalmente en los esfuerzos residuales presentes.

Al incrementar el voltaje de polarización aplicado al sustrato durante el proceso de depósito del recubrimiento, se incrementa la energía con que los iones impactan sobre la película provocando: a) una modificación de las condiciones del crecimiento de la película, en particular, de la energía de los iones que se impactan sobre el recubrimiento, y por lo tanto, de su estructura; b) un efecto de erosión sobre la película, lo que afecta directamente la rugosidad superficial del recubrimiento; y por último, c) un cambio en los esfuerzos residuales promedio del recubrimiento que afecta su dureza [5].

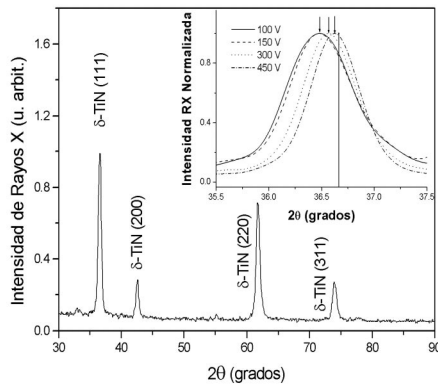


Figura 1. Patrón de difracción de la muestra de TiN/c-Si crecida con un potencial eléctrico de sustrato de 450V, donde se indexan los planos de difracción correspondientes a la fase δ -TiN. En el inserto se muestra el desplazamiento del pico de difracción (111) por efectos de los esfuerzos para las muestras crecidas con potenciales de sustrato 100 – 450 V, la línea vertical corresponde a la posición de referencia.

En las mediciones de dureza de recubrimientos delgados por medio de la técnica de indentación Vickers, el resultado obtenido corresponde al compuesto recubrimiento-sustrato, el cual está muy influenciado por la presencia del sustrato. Para determinar la dureza del recubrimiento, excluyendo el efecto del sustrato, se han desarrollado varios modelos efectivos. Dos de estos modelos son ampliamente aplicados en el análisis de recubrimientos duros reportados en la literatura más reciente, éstos son el modelo JH de Jonsson y Hogmark [9] y el modelo de “trabajo de indentación” [10]. Los modelos mencionados serán utilizados con el fin de estimar el valor de la dureza real del TiN en los recubrimientos.

El objetivo de este trabajo es realizar un estudio, en recubrimientos de TiN fabricados por evaporación por arco eléctrico, de los efectos inducidos por la variación del potencial de polarización en los esfuerzos promedios del recubrimiento, en el tamaño de grano, en su dureza, y en la morfología superficial de los recubrimientos.

2. Parte experimental

Los recubrimientos de TiN se depositaron en un sistema de evaporación por arco eléctrico modelo Multi-Arc PVD-011. Una característica importante de este sistema es la posibilidad de poder aplicar un potencial de polarización al sustrato hasta de 1.0 kV en corriente directa, además de poder aplicar una corriente de arco sobre el blanco en el rango de 0 a 90 A. Adicionalmente, permite trabajar simultáneamente hasta con cuatro blancos, en un volumen de cámara de 0.442 m³. El sistema de crecimiento es enfriado, tanto en las paredes de la cámara como en los conductos de vacío, por un sistema de recirculación de agua. La distancia máxima entre blanco y sustrato es de 0.30 m. Para los crecimientos se usaron blancos de Ti (99.99 % en peso de pureza), y gases de N₂ y H₂ de alta pureza. Los sustratos utilizados fueron obleas de c-Si (111) con una alta conductividad eléctrica, lo cual es necesario para esta técnica de crecimiento. Se preparó un conjunto de

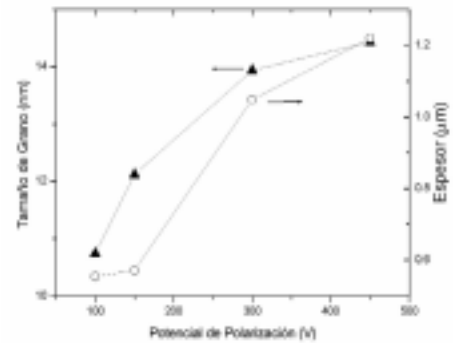


Figura 2. Evolución del tamaño de grano cristalino (eje izquierdo) y del espesor (eje derecho) de muestras de TiN/c-Si en función del potencial de polarización aplicado al sustrato, para crecimientos de 1 h.

muestras donde únicamente se varió el potencial de polarización aplicado al sustrato, en el rango de 100 a 450 V.

Con el fin de garantizar una buena adherencia del recubrimiento con el sustrato se realizó una limpieza rutinaria del sustrato, que consistió en un tratamiento ultrasónico en ambiente de laboratorio y en una limpieza por bombardeo iónico dentro de la cámara de vacío. La primera parte de la limpieza de los sustratos se realizó con ultrasonido introduciendo el sustrato en un recipiente con acetona durante 5 minutos. Posteriormente, colocando el sustrato en la cámara de vacío, se inyectó hidrógeno hasta una presión de 10 mTorr y se le aplicó un potencial de polarización al sustrato de 1000 V. El bombardeo de los iones de hidrógeno sobre el sustrato permite que se desprenda el material más débilmente adherido al sustrato, además de incrementar la temperatura del mismo. El proceso de limpieza por bombardeo iónico se realiza durante el tiempo necesario para que el sustrato alcance una temperatura de aproximadamente 200°C.

El procedimiento seguido para la preparación de los recubrimientos se describe a continuación. Se evacuó la cámara hasta alcanzar una presión de 2.0×10^{-5} Torr. En seguida, se precalentaron los blancos aplicando una corriente de arco de 60 A por 30 segundos y, simultáneamente, un potencial de 1000 V al sustrato. A continuación, se procede con la limpieza del sustrato introduciendo hidrógeno (10 mTorr) de acuerdo al procedimiento mencionado en el párrafo anterior. En esta parte del proceso el sustrato alcanza una temperatura de aproximadamente 200°C, que es la temperatura con la que se inicia el proceso de crecimiento. Se evacúa la cámara hasta alcanzar de nuevo la presión de 2.0×10^{-5} Torr. A continuación se aplica una corriente de arco de 60 Amperios a los blancos, lo cual permite la evaporación de Ti, aplicando un potencial de 1000 V al sustrato por aproximadamente 7 minutos. En esta parte del proceso se deposita una delgada capa de Ti sobre el sustrato, la cual tiene como propósito ayudar a la adherencia del recubrimiento de TiN sobre el sustrato de c-Si. Así, se

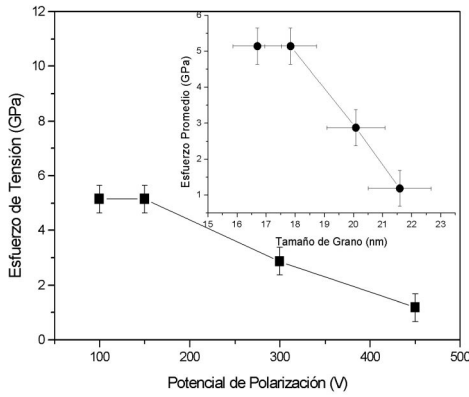


Figura 3. Esfuerzo biaxial promedio de recubrimientos de TiN/c-Si en función del potencial de polarización del sustrato en el rango de 100 a 450V. En la gráfica insertada se grafica la relación entre el esfuerzo biaxial promedio y el tamaño de grano.

inicia el crecimiento de la capa de TiN introduciendo nitrógeno en la cámara hasta alcanzar una presión de 10 mTorr, colocando el sustrato a un potencial de polarización con un valor entre 100 y 450 V, y corrientes de arco de 60 A a los blancos de Ti. Con ello, se forma un plasma de nitrógeno que reacciona con el Ti evaporado desde los blancos, depositándose TiN sobre el sustrato. La distancia típica utilizada entre blancos y sustrato fue de 0.15 m. Durante el depósito del recubrimiento de TiN, la temperatura del sustrato se incrementa gradualmente hasta estabilizarse alrededor de un valor fijo. La temperatura promedio de depósito de los recubrimientos es de 400°C, la cual se monitoreó por medio de un sensor piroeléctrico colocado en una ventana de la cámara de crecimiento. Para la fabricación de muestras estudiadas en este trabajo se hicieron crecimientos de una hora, lo que permitió obtener recubrimientos de un espesor de alrededor de 1.0 μm .

Para estudiar la estructura de los recubrimientos de TiN depositados se utilizó la técnica de difracción de rayos X mediante un equipo marca RIGAKU, modelo DMAX/1200, trabajando con la línea de cobre Cu-K α con longitud de onda $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$. Las mediciones de topografía superficial de los recubrimientos se realizaron utilizando un microscopio de fuerza atómica modelo AUTOPROBE CP de Park Scientific, donde las condiciones de barrido fueron en modo de contacto, con una fuerza de contacto de 30 nN para imágenes de $3 \times 3 \mu\text{m}^2$, y velocidad de barrido de 1 Hz. Para la medición de las huellas de indentación producidas sobre la muestra durante las pruebas de dureza se obtuvieron imágenes usando un microscopio electrónico de barrido modelo PHILIPS XL30 ESEM, trabajando en alto vacío, con una diferencia de potencial aplicada al haz de electrones de 20 keV, en los modos de electrones secundarios y retrodispersados.

A partir de las mediciones de difracción de rayos X se obtuvieron estimaciones de los valores de esfuerzos biaxiales promedios en los recubrimientos y el tamaño promedio de los cristales de TiN. El corrimiento de la posición de uno de los picos de difracción de rayos X de

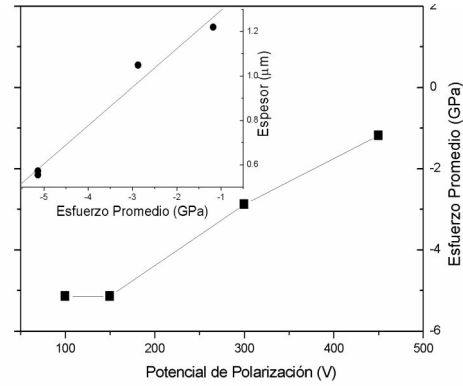


Figura 4. Imágenes de microscopía electrónica de barrido de las huellas de indentación durante las pruebas de dureza realizadas en los recubrimientos de TiN/Si. Se muestra la longitud de las diagonales de las huellas. Las imágenes corresponden a las muestras de TiN con potencial de polarización de sustrato de 100 V (a), y 450 V (b), respectivamente.

TiN, respecto a la posición de referencia del mismo pico de TiN, permitió determinar el esfuerzo biaxial promedio en los recubrimientos, σ_s , utilizando la fórmula de Stoney [3]:

$$\sigma_s = -\frac{E}{2\nu} \left(\frac{b-a}{a} \right) \quad (1)$$

donde a ($= 2.449 \text{ \AA}$) es la distancia interplanar correspondiente al pico (111) de δ -TiN de referencia, b es la posición del pico del material de la muestra, y E ($= 640 \text{ GPa}$) y ν ($= 0.3$) son el módulo de elasticidad y la razón de Poisson de TiN, respectivamente.

La determinación del tamaño de grano promedio, D , se realizó a partir del ensanchamiento de los picos de los

patrones de difracción de rayos X usando la fórmula de Scherrer [11]:

$$D = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta} \quad (2)$$

donde B es el ancho medio del pico de difracción (medido en radianes), λ es la longitud de onda de los rayos X, y θ es el ángulo de Bragg.

Para la determinación de la dureza de los recubrimientos se utilizó un durómetro BRUEHLER Micromet 2100 series con un indentador Vickers. Debido a que el espesor de los recubrimientos es del orden de 1.0 μm , se aplicó la mínima carga disponible en el indentador, que es de 10 gf, buscando que la indentación no fuera mayor que el espesor del recubrimiento. Para cada muestra se realizaron al menos tres indentaciones, y las diagonales de la huella producida se midieron con microscopio electrónico de barrido. A partir de los datos experimentales se obtuvo un valor de dureza efectiva del compuesto recubrimiento-sustrato. El cálculo de la dureza del compuesto se realiza utilizando la conocida fórmula [12]:

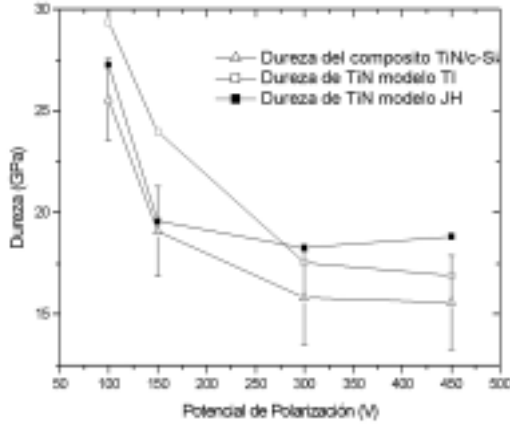


Figura 5. Comportamiento de la dureza de recubrimientos de TiN en función del potencial de polarización. Se incluyen los valores de dureza experimental del compuesto recubrimiento-sustrato, y las estimaciones de la dureza de TiN obtenidas aplicando los modelos JH y de trabajo de indentación (TI).

$$H_c = \frac{1.8544 * P}{d^2} \quad (3)$$

donde P (en kgf) es la carga aplicada y d (en mm) es la longitud de la diagonal promedio de la huella de indentación.

Para el cálculo de la dureza real del recubrimiento de TiN se aplicaron los modelos JH y modelo de trabajo efectivo de indentación. El modelo de Jonsson y Hogmark [9] ha demostrado ser exitoso para modelar la dureza efectiva de sistemas recubrimiento-sustrato. Modela la dureza de compósitos, H_c , usando una aproximación de mezcla de áreas:

$$H_c = \frac{A_r}{A} H_r + \frac{A_s}{A} H_s \quad (4)$$

donde A_r y A_s son las áreas de carga del recubrimiento y del sustrato, respectivamente, A es el área de contacto total ($A = A_r + A_s$), y H_r y H_s son las durezas del recubrimiento y del sustrato, respectivamente. Este modelo asume implícitamente, que la fractura del recubrimiento aparece en el borde del área de contacto debido al pliegue del recubrimiento hacia la huella de impresión. De consideraciones geométricas del tamaño de este borde, Jonsson y Hogmark derivaron una expresión para la dureza del compuesto dada por:

$$H_c = H_s + \left[2c \left(\frac{t}{d} \right) - c^2 \left(\frac{t}{d} \right)^2 \right] (H_r - H_s) \quad (5)$$

donde t es el espesor del recubrimiento, d es la diagonal de indentación y c es una constante dependiente de la geometría del indentador. El modelo es aplicado a casos donde el agrietamiento y doblado de los recubrimientos es bien conocido, es decir, en grandes profundidades de

penetración donde el desplazamiento de la superficie es generalmente mayor que el espesor t .

El modelo más generalmente aplicable en casos donde la penetración del indentador es baja, es conocido como la aproximación del trabajo de indentación, que permite predecir la dureza de un compuesto sustrato-recubrimiento de la forma:

$$H_c = H_s + \frac{H_r - H_s}{1 + k\beta^2} \quad (6)$$

siendo k un parámetro adimensional relacionado con el material al modo de respuesta del compuesto a la indentación. La variable clave en la fórmula es β , la profundidad de penetración relativa, definida como la razón de la profundidad de penetración máxima del indentador al espesor del recubrimiento. El parámetro k depende del espesor del recubrimiento t y de un parámetro α por medio de la relación $k = t/\alpha$. El parámetro α tiene dimensión de longitud, y es proporcional a la resistencia a la fractura del recubrimiento por t sobre la dureza del compuesto para los casos donde la fractura domina, y cuando domina la deformación plástica es proporcional a t .

3. Resultados experimentales y discusión

En la Fig. 1 se presenta un patrón de difracción de TiN típico del conjunto de muestras de TiN/c-Si fabricados en este trabajo. Este patrón de difracción corresponde a la muestra de TiN crecida con un potencial de polarización aplicado al sustrato de 150 V. Este patrón es similar a los obtenidos para el resto de las muestras. El difractograma muestra claramente la fase cúbica δ -TiN con una orientación preferencial en la dirección (111). En el inserto de la figura se presenta el corrimiento del pico de difracción (111) respecto a una posición angular de referencia, observándose cómo el pico se aproxima a la línea de referencia a medida que se incrementa el potencial de polarización. En el mismo inserto se observa la reducción del ancho del pico de difracción, lo que muestra que el tamaño de grano de los cristales de TiN aumenta con el potencial de polarización. Estos aspectos de los patrones se utilizaron para obtener una estimación de los esfuerzos intrínsecos y el tamaño de grano promedios, respectivamente.

En la Fig. 2 se grafica el tamaño de grano cristalino (eje izquierdo), y el espesor de las muestras de TiN (eje derecho), en función del potencial de polarización aplicado al sustrato. Se observa un aumento gradual del tamaño de grano cristalino de TiN de aproximadamente 10 a 15 nm, y del espesor del recubrimiento de 0.5 a 1.2 μm , a medida que se incrementa el potencial de polarización de 100 a 450 V. Este comportamiento es debido a que el aumento del potencial de polarización incrementa también la energía cinética y el flujo de los iones que se impactan sobre el sustrato. Al incrementarse la energía cinética de los átomos que llegan al recubrimiento se acelera el crecimiento de los

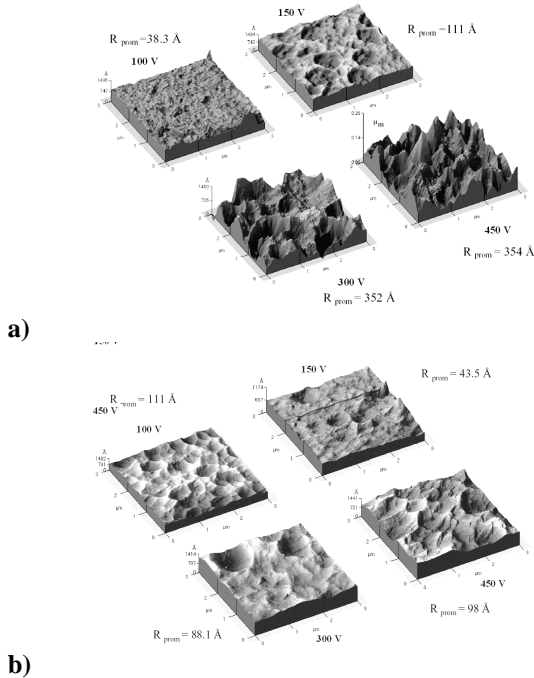


Figura 6. Imágenes de microscopía de fuerza atómica de la superficie de recubrimientos de TiN crecidos con potencial de polarización de 100, 150, 300 y 450 V, para un tiempo de depósito de (a) 5 min, y (b) 60 min.

cristales de TiN, debido a que los átomos del recubrimiento adquieren la energía necesaria para moverse hacia sitios de menor energía de la red cristalina. Por otro lado, el aumento del flujo de iones sobre el recubrimiento también aumenta la razón de crecimiento de la capa de TiN. El incremento de la temperatura del sustrato que lleva a un aumento en la movilidad de los átomos en el recubrimiento, además de estimular el ordenamiento y crecimiento de los granos cristalinos de TiN, también permite el crecimiento de un recubrimiento con menos esfuerzos intrínsecos.

La Fig. 3 muestra el esfuerzo biaxial promedio en los recubrimientos de TiN en función del potencial de polarización del sustrato en el rango de 100 a 450 V. Los esfuerzos medidos, que van de aproximadamente 5.0 a 1.0 GPa, corresponden a esfuerzos de tensión, los cuales llevan a un aumento de las distancias interplanares del material. En la figura insertada se grafica el esfuerzo promedio en función del tamaño de grano cristalino. Se observa que el valor de los esfuerzos promedio disminuyen gradualmente con el aumento del potencial de polarización. Asimismo, se observa que la reducción de los esfuerzos corresponde con el aumento del tamaño de grano. Esto muestra que, el aumento en la energía de los iones que inciden sobre el recubrimiento cuando se aumenta el potencial de polarización, lleva a un ordenamiento atómico estructural en el recubrimiento, con granos cristalinos de mayor tamaño y menores esfuerzos de tensión. Considerando que la temperatura de depósito de las muestras fue de 400°C, y que la medición de esfuerzos se realizó a temperatura ambiente, parte de los esfuerzos también es debido a la

diferencia de expansión térmica entre el sustrato y el recubrimiento. Los esfuerzos debidos a la diferencia de expansión térmica fueron calculados usando la relación:

$$\sigma_{th} = \frac{E}{1-\nu^2} \Delta\alpha\Delta T \quad (7)$$

donde $\Delta\alpha$ es la diferencia de coeficientes de expansión térmica del sustrato y del recubrimiento, ΔT ($= 375^\circ\text{C}$) es la diferencia de temperatura. El valor utilizado del coeficiente de expansión térmica para TiN fue $\alpha_{\text{TiN}} = 9.4 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ [13], y para c-Si, $\alpha_{\text{Si}} = 4.68 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ [14], obteniéndose valores de esfuerzos térmicos de alrededor de 1.6 GPa. Esto indica que los esfuerzos de origen térmico son los dominantes para las muestras crecidas con potenciales de polarización de 300 y 450 V, mientras que para las muestras con menor potencial de polarización de sustrato corresponden a aproximadamente el 30% del total de esfuerzos.

Las recubrimientos obtenidos tienen un espesor que va de 0.5 a 1.2 μm . La indentación Vickers de estos recubrimientos debe hacerse con la menor carga posible, de manera que la huella de deformación plástica tenga una profundidad menor al espesor. Considerando que la profundidad de la huella con indentación Vickers tiene un relación de 1/7 de la longitud de la diagonal, en todos los casos medidos la profundidad de la deformación plástica fue menor al espesor del recubrimiento. En la Fig. 4 se muestran imágenes de microscopía electrónica de barrido de dos indentaciones realizadas a muestras de TiN, correspondientes a las muestras con potencial de polarización de 100 V (a) y 450 V (b), donde se señala la longitud de las diagonales que se utilizaron para calcular la dureza experimental del composito sustrato-recubrimiento. En la imagen (b) de la Fig. 4 se ve claramente la formación de fracturas que parten de las esquinas de la huella de indentación. Estas fracturas solo se observan para las muestras con potenciales de polarización de 450 V.

En la Fig. 5 se muestra el comportamiento de la dureza de recubrimientos de TiN en función del potencial de polarización. En esta gráfica se incluyen los datos experimentales del composito recubrimiento-sustrato obtenidos por la técnica de indentación de Vickers (triángulos blancos). Las estimaciones de los valores de dureza del recubrimiento de TiN, excluyendo el efecto del sustrato, obtenidas aplicando los modelos JH (cuadros negros) y de trabajo de indentación (cuadros blancos), son mostrados también en la figura. La máxima dureza, de alrededor de 27 GPa, corresponde a la muestra de TiN depositada con menor potencial de polarización. El menor valor de la dureza experimental fue para el recubrimiento depositado con un potencial de polarización de 450 V. Sin embargo, aplicando el modelo efectivo de dureza JH, que permite obtener una estimación de la dureza del recubrimiento, se obtienen valores de dureza del recubrimiento entre 19 y 24 GPa. El modelo de trabajo de indentación, utilizando un valor de $\alpha = 3.5$, predice una dureza del recubrimiento en el rango de 16 a 29 GPa. Se

utilizó un valor de k basándonos en un trabajo de Tuck y colaboradores [15]. De acuerdo con Tuck y colaboradores, el valor de k es prácticamente constante donde la plasticidad domina, y tiene un valor que se incrementa con el espesor para recubrimientos duros donde la fractura es el principal mecanismo. Ambos comportamientos son observados en las imágenes de microscopía electrónica de barrido, en particular, las imágenes de indentación para las muestras con potencial de sustrato de 450 V muestran la presencia de fracturas en el recubrimiento. La indentación en las otras muestras presenta una deformación sin presencia evidente de fracturas, lo que indica que el mecanismo de deformación es plástica. La determinación precisa de los valores de parámetros como k requiere de la realización de mediciones sistemáticas de indentaciones con cargas en varios ordenes de magnitud.

Haciendo una correlación entre los valores de dureza obtenidos para todas las muestras, tanto los experimentales para el composito recubrimiento-sustrato como los estimado para el recubrimiento, y sus esfuerzos intrínsecos no térmicos, se observa que recubrimientos de TiN con mayores esfuerzos intrínsecos corresponden a los mayores valores de dureza. Comportamientos similares fueron reportados en la literatura [16,17].

En la Fig. 6. se presentan las imágenes de microscopía de fuerza atómica de la superficie de recubrimientos de TiN crecidos con potencial de polarización de 100, 150, 300 y 450 V, para un tiempo de depósito de (a) 5 min, y (b) 60 min. En la Fig. 6.a se obtiene que la rugosidad de las muestras varía de 38 a 354 Å, cuando el potencial de polarización varía de 100 a 450 V. Se observan cráteres que son una evidencia de la colisión de partículas cargadas sobre el recubrimiento. El efecto de las colisiones sobre la rugosidad superficial se incrementa con el potencial de polarización. Para un tiempo de 60 min de depósito, Fig. 6.b, se obtiene una rugosidad que fluctúa entre 43 y 111 Å, sin corresponder al incremento en el potencial de polarización del sustrato. Para 5 min de crecimiento, el espesor del recubrimiento es del orden de la rugosidad (entre 40 y 100 nm), por lo que el efecto de la colisión de partículas grandes es desprender parte del recubrimiento del sustrato, poniendo a prueba la fuerza de adherencia del recubrimiento de TiN con el sustrato de Si. Para un tiempo de depósito de 60 min, el recubrimiento de TiN tiene un espesor entre 0.5 y 1.2 µm, por lo que las colisiones actúan solo sobre las cohesión de TiN y no se provoca el mismo desprendimiento de material.

4. Conclusiones

Se estudió el efecto del potencial del sustrato sobre las propiedades mecánicas y estructurales y morfológicas de los recubrimientos de TiN fabricados por evaporación por arco eléctrico. Se obtiene que los esfuerzos intrínsecos disminuyeron al aumentar el tamaño de grano cristalino.

Así mismo, se observa una correlación entre los esfuerzos intrínsecos de los recubrimientos y la dureza, de manera que la dureza del recubrimiento se incrementa cuando éste está sujeto a mayores esfuerzos intrínsecos. Se evaluaron los esfuerzos originados por expansión térmica, resultando valores menores a los de los esfuerzos intrínsecos. Se estimó el valor de la dureza real de los recubrimientos, sin considerar el efecto del sustrato, aplicando los modelos de composito sustrato-recubrimiento JH y de trabajo efectivo.

Agradecimientos

Este trabajo fue apoyado por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) proyecto G33178-U y por el Consejo de Ciencia y Tecnología del Estado de Querétaro (CONCYTEQ). Los autores agradecen el apoyo técnico de los auxiliares: Ing. José Eleazar Urbina Álvarez, Ing. Martín Adelaido Hernández Landaverde, Ing. Rivelino Flores Farías, Dra. Laura Lorena Díaz Flores, y al Ing. Emilio Corona Hernández.

Referencias

- [1] J. Takadoun, H. Houmid Bennani, y M. Allouard, Surf. Coat. Tech. **88**, 232 (1996); J. Takadoun, H. Houmid Bennani, y M. Allouard, Surf. Coat. Tech. **96**, 272 (1997).
- [2] P.J. Martin, D.R. Mckenzie, in: Handbook of vacuum arc science and technology, Eds. R.L. Boxman, P.J. Martin, y D.M. Sanders (Noyes, Park Ridge, N.J., 1995), p. 467.
- [3] A.S. Vereschaka y I.P. Tretyakov, Cutting tools wear resistant coatings (Mashinostroenie, Moscow, 1986) pp. 19-38.
- [4] J.A. Sue y H.H. Troue, Surf. and Coat. Technol. **33**, 169 (1993).
- [5] J. Viskocil, J. Musil, J. Vac. Sci. Technol. **A 10**, 1740 (1992).
- [6] A. Bendavid, P. J. Martin, R. P. Netterfield, y T. J. Kinder, Surf. Coat. Technol. **70**, 97 (1994).
- [7] M. Molarius, A. S. Korhonen, y E. O. Ristolainen, J. Vac. Sci. Technol. **A 3**, 2419 (1985).
- [8] J. A. Sue. H. H. Troue, Surf. Sci. Technol. **40**, 421 (1989).
- [9] B. Jonsson y S. Hogmark, Thin Solid Films **114**, 257 (1984). E. R. Weppelman, J. S. Field y M. V. Swain, J. Mater. Res. **8**, 830 (1993).
- [10] A.M. Korsunsky, M.R. McGurk, y S.J. Bull, T.F. Page, Surf. Coat. Technol. **99**, 171 (1998).
- [11] B.D. Cullity, Elements of X-ray Diffraction, 2nd ed. (Addison-Wesley, 1978).
- [12] S. Mukerji y T. Kar, Cryst. Res. Technol. **34**, 1323 (1999).
- [13] A. Ehrlich, M. Kuhn, F. Richter, y W. Hoyer, Surf. Coat. Technol. **76/77**, 280 (1995).
- [14] H. A. Clifford, Rare metals hand book, 2nd ed. (Robert E Krieger Publishing Co. Inc, New York, 1971) p. 461.
- [15] J.R. Tuck, A.M. Korsunsky, D.G. Bhat, y S.J. Bull, Surf. and Coatings Technol. **139**, 63 (2001).
- [16] B.K. Tay, X. Shi, H.S. Yang, H.S. Tan, D. Chua, y S.Y. Teo, Surf. Coat. Technol. **111**, 229 (1999).
- [17] P.J. Martin, A. Bendavid, y T.J. Kinder, IEEE Trans. on Plasma Sci. **25**, 675(1997).