

## PROPIEDADES MECÁNICAS Y COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DE RECUBRIMIENTOS MULTICAPA DE CrN/TiN

MARYORY ASTRID GÓMEZ<sup>1</sup>  
GILBERTO BEJARANO<sup>2</sup>  
DIEGO ALEJANDRO CANO<sup>3</sup>  
JAIME ALBERTO OSORIO<sup>4</sup>  
FRANCISCO JAVIER BOLÍVAR<sup>5</sup>

### RESUMEN

Los recubrimientos multicapa representan una clase promisoría de recubrimientos protectores, gracias a la mejora en las propiedades tribológicas, mecánicas y anticorrosivas que confieren a las superficies recubiertas. Esto ha motivado la investigación, desarrollo e implementación de estos materiales en muchas aplicaciones industriales, debido a que en la actualidad los requisitos que se tienen en la industria no se satisfacen con materiales que cumplan con una propiedad buena, sino con una combinación de buenas propiedades para la mayoría de las aplicaciones. En este trabajo se depositaron recubrimientos multicapa de CrN/TiN por pulverización catódica; la variación del número de bicapas de los recubrimientos con 4  $\mu\text{m}$  de espesor fue de 10, 40, 80 y 100. El tamaño de grano y la rugosidad de los recubrimientos se determinaron mediante microscopía de fuerza atómica; se realizaron pruebas de microdureza y adhesión por rayado, los coeficientes de fricción se evaluaron en un tribómetro de tipo esfera sobre disco y la resistencia al desgaste abrasivo se determinó por el método Calotest. Los recubrimientos con 100 bicapas de CrN/TiN exhibieron un volumen de desgaste dos órdenes de magnitud menor que las muestras de una

- 
- 1 Ingeniera Metalúrgica, Universidad de Antioquia; Doctora en Técnicas Instrumentales de la Física y la Ciencia de los Materiales, Universitat de Barcelona. Profesora e investigadora, Grupo de Corrosión y Protección –CIDEMAT–, Universidad de Antioquia. Medellín, Colombia. mgomez@udea.edu.co
  - 2 Ingeniero Diplomado en Metalurgia y Ciencia de los Materiales, Universidad Técnica de Renania Westfalia (RWTH) Aachen, Alemania; Doctor en Ingeniería con énfasis en Materiales, Universidad del Valle. Profesor e investigador Grupo de Corrosión y Protección –CIDEMAT–, Universidad de Antioquia. Medellín, Colombia. gbejarano@udea.edu.co
  - 3 Ingeniero de Materiales e integrante del Grupo de Corrosión y Protección –CIDEMAT–, Universidad de Antioquia. Ingeniero Inspector NDT, Inspeq Ingeniería Ltda. Bogotá, Colombia. dacfman@yahoo.es
  - 4 Físico, Universidad de Antioquia; Magíster y Doctor en Física, Universidad del Valle. Profesor e investigador Grupo de Estado Sólido, Universidad de Antioquia. Medellín, Colombia. josorio@fisica.udea.edu.co
  - 5 Ingeniero Metalúrgico y Magíster en Ciencias Químicas, Universidad de Antioquia; Doctor en Física de Materiales, Universidad Complutense de Madrid. Profesor e investigador, Grupo de Corrosión y Protección –CIDEMAT–, Universidad de Antioquia. Medellín, Colombia. fbolivar@udea.edu.co

monocapa de TiN y de CrN. Las propiedades mecánicas fueron fuertemente influenciadas con la disminución del espesor del período de modulación de los recubrimientos, incrementándose de 23,1 GPa para la muestra con 10 bicapas a 29,8 GPa para la muestra con 100 bicapas de CrN/TiN.

**PALABRAS CLAVE:** propiedades tribológicas; microdureza; multicapas CrN/TiN; pulverización catódica magnetron.

## **MECHANICAL PROPERTIES AND TRIBOLOGICAL BEHAVIOUR OF CrN/TiN MULTILAYER COATINGS**

### **ABSTRACT**

Multilayer coatings represent a promising class of protective coatings due to the improvement in tribological, mechanical, and anticorrosive properties conferred to the coated surfaces. This has motivated the research, development and implementation of these materials in many industrial applications; nowadays the requirements of the industry are not satisfied with materials that have a good property, but a combination of good properties for most of the applications. In this work CrN/TiN multilayer coatings were deposited by magnetron sputtering; the variation of number of coating bilayers with 4  $\mu\text{m}$  total thickness was of 10, 40, 80 and 100. The grain size and the roughness of coatings were determined by means of atomic force microscopy; micro hardness and scratch adhesion tests were performed, the friction coefficients were evaluated in a ball on disk tribometer, and the abrasive wear resistance was determined by Calotest method. The coatings with CrN/TiN 100 bilayers exhibited a wear volume two orders of magnitude lower than the single layer coatings of TiN and CrN. Mechanical properties were strongly influenced by the decrease of the modulation period thickness of the coatings, having increased from 23.1 GPa for the sample with 10 bilayers to 29.8 GPa for the sample with CrN / TiN 100 bilayers..

**KEY WORDS:** tribological properties; micro-hardness; CrN/TiN multilayers; magnetron sputtering.

## **PROPIEDADES MECÂNICAS E COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DE REVESTIMENTOS MULTICAMADA DE CrN/TiN**

### **RESUMO**

Os revestimentos multicamada representam uma classe promissória de revestimentos protetores, devido à melhora nas propriedades tribológicas, mecânicas e anticorrosivas que conferem às superfícies recobertas. Isto tem motivado a pesquisa, desenvolvimento e implementação destes materiais em muitas aplicações industriais, porque na atualidade os requisitos que se têm na indústria não se satisfazem com materiais que cumpram com uma propriedade boa, sino com uma combinação de boas propriedades para a maioria das aplicações. Neste trabalho depositaram-se revestimentos multicamada de CrN/TiN por pulverização catódica; a variação do número de bicamadas dos revestimentos com 4  $\mu\text{m}$  de espessura foi de 10, 40, 80 y 100. O tamanho de grão e a rugosidade dos revestimentos determinaram-se mediante microscopia de força atômica; realizaram-se provas de microdureza e adesão por rajado, os coeficientes de fricção avaliaram-se em um tribômetro de tipo esfera sobre disco y a resistência ao desgaste abrasivo determinou-se por o método Calotest. Os revestimentos com 100 bicamadas de CrN/TiN exibiram um volume de desgaste duas ordens de magnitude menor que as mostras de uma monocapa de TiN y de CrN. As propriedades mecânicas foram fortemente influenciadas com a diminuição da espessura do período de modulação dos revestimentos, incrementando-se de 23,1 GPa para a mostra com 10 bicamadas a 29,8 GPa para a mostra com 100 bicamadas de CrN/TiN.

**PALAVRAS-CHAVE:** propriedades tribológicas; microdureza; multicapas CrN/TiN; pulverizacao catódica magnetron.



## 1. INTRODUCCIÓN

Los fenómenos de fricción y desgaste causan millonarias pérdidas en la industria manufacturera generando un aumento de los costos de producción, que afecta desfavorablemente el precio del producto final y con ello los niveles de productividad y competitividad de las empresas (Mesa y Sinatora, 2003; ASM International, 2009). Una alternativa para mitigar los problemas de la fricción y el desgaste de piezas y herramientas es el depósito de recubrimientos duros, que al mismo tiempo protejan contra la corrosión, elevando su eficiencia y vida útil. En este sentido el depósito físico en fase vapor de monocapas de CrN, TiN, ZrN, TiAlN, entre otros, ha sido utilizado exitosamente (Barshilia y Rajam, 2007; Dobrzański y Lukaszewicz, 2007; García, Piratoba y Mariño, 2007). Es conocido que estos recubrimientos poseen elevada dureza, bajo coeficiente de fricción y buena resistencia al desgaste, sin embargo, debido a las condiciones de operación cada vez más rigurosas en los procesos de corte y conformación plástica de los materiales, las exigencias tecnológicas son mucho mayores en lo que respecta a las propiedades que deben poseer las herramientas y elementos de máquinas (Gant, Gee y Orkney, 2011). Es así como las investigaciones en el campo de los recubrimientos duros se han centrado en el desarrollo de multicapas nanométricas alternadas de materiales con carácter metálico y otros de perfil cerámico (Braic *et al.*, 2003; Cselle *et al.*, 2003; Li *et al.*, 2006; Paulitsch *et al.*, 2008).

Los recubrimientos multicapa con períodos nanométricos son conocidos porque mejoran las propiedades mecánicas respecto a los recubrimientos monocapa, debido al incremento de la dureza y de la tenacidad y por la relajación de esfuerzos en el recubrimiento. Se ha conocido mediante estudios que la resistencia al desgaste abrasivo, a la fatiga y al agrietamiento se correlacionan con la tenacidad y la resistencia del material (Berger *et al.*, 1999). Los recubrimientos multicapa también pueden mejorar las propiedades tribológicas por el incremento de la adhesión recubrimiento/sustrato, por aumentar la carga soportada y por mejorar la resistencia a la propagación

de grietas (Bull y Jones, 1996; Wiklund, Hedenqvist y Hogmark, 1997; Holmberg, Matthews y Ronkainen, 1998; Holmberg, Ronkainen y Matthews, 2000).

Con el fin de aportar al conocimiento de los recubrimientos multicapa, este trabajo presenta los resultados del depósito, tanto en monocapas de CrN y TiN como en multicapas alternadas de CrN/TiN con 10, 40, 80 y 100 bicapas sobre probetas de acero AISI H13 y con un espesor total del recubrimiento de 4  $\mu\text{m}$ . Se estudiaron propiedades mecánicas como microdureza y adherencia y se correlacionaron con el tamaño de grano y la rugosidad de los recubrimientos. También se hicieron ensayos de fricción en deslizamiento en un tribómetro de tipo esfera sobre disco y se definió la tasa de desgaste abrasivo mediante pruebas realizadas por el método Calotest.

Los resultados de este estudio también fueron presentados en el XI Iberomet Conamet/SAM 2010 celebrado en Viña del Mar (Chile) (Gómez *et al.*, 2010) en noviembre de 2010.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 2.1 Depósito de los recubrimientos

Los recubrimientos se efectuaron en un equipo de pulverización catódica (magnetron sputtering) con blancos de Cr y Ti con 99,9 % de pureza, en una atmósfera de 93 % Ar y 7 % N<sub>2</sub>, a 250 °C y 2,1x10<sup>-2</sup> mbar. Durante el proceso de depósito, los sustratos estuvieron rotando a 20 r. p. m. aplicando un voltaje de -100 V. Previo al depósito de los recubrimientos, los sustratos de acero AISI H13 se limpiaron con alcohol isopropílico y con acetona, y más tarde se secaron en un horno de convección a 120 °C. Una limpieza final dentro de la cámara se llevó a cabo tanto en los blancos como en los sustratos mediante bombardeo iónico con argón durante 15 minutos a una presión de 50 mbar. Seguidamente se aplicó una capa adherente de 200 nm de Cr para depositar monocapas de CrN y una capa adherente de Ti para formar monocapas de TiN y multicapas de

CrN/TiN. Para depositar las multicapas se utilizó un sistema de escudos (*shutters*) que se movían mecánicamente y de forma alternada entre los blancos de cromo y titanio. La variación del número de bicapas de los recubrimientos con  $4\ \mu\text{m}$  de espesor total fue de 10, 40, 80 y 100.

## 2.2 Caracterización de los recubrimientos

La rugosidad y el tamaño de grano de los recubrimientos se analizaron con un microscopio de fuerza atómica AFM Nanosurf easyScan 2, en modo de contacto. La microdureza fue determinada por microindentación usando todo el rango de cargas posible en el equipo y un indentador Knoop, para el cálculo de la microdureza se efectuó la medición de las diagonales principales por medio de un analizador de imagen con 1500 aumentos y se hicieron gráficas de dureza en función de la carga empleada, a partir de las cuales se encontró la dureza de cada recubrimiento en la zona donde se presentó la menor influencia del sustrato. La adherencia de todos los recubrimientos se caracterizó mediante el método de rayado con una punta de diamante de geometría Rockwell C utilizando un equipo Scratch Microtest MTR2. Para tales efectos se aplicó una tasa de carga de  $4\ \text{N/s}$  y una velocidad de rayado de  $1\ \text{mm/min}$ . La carga máxima aplicada fue  $90\ \text{N}$ , para una longitud total de la raya de  $6\ \text{mm}$ . La carga crítica, bajo la cual tiene lugar la primera falla del recubrimiento, fue la base para hallar cualitativamente su adherencia.

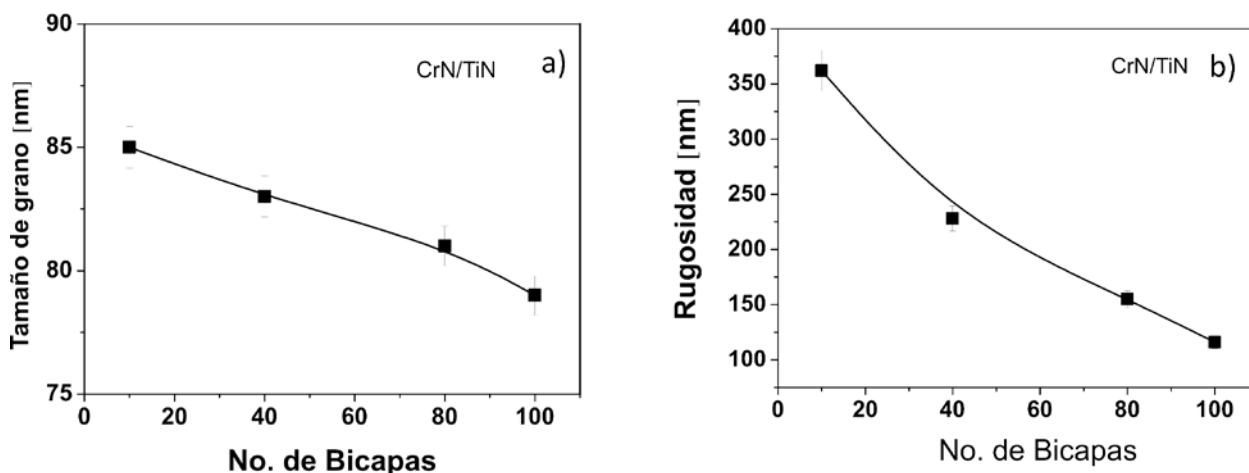
Los coeficientes de fricción de los recubrimientos se determinaron en un tribómetro de tipo esfera sobre disco utilizando como contracuerpo una esfera de alúmina de  $6\ \text{mm}$  de diámetro, una carga normal de  $5\ \text{N}$  a una velocidad de  $50\ \text{r. p. m.}$ , durante  $750$  ciclos; el equipo se ajustó para obtener huellas de fricción con un diámetro de  $4\ \text{mm}$ . Todas las pruebas fueron ejecutadas en seco en condiciones ambientales de laboratorio, con una temperatura de  $(22 \pm 2)\ ^\circ\text{C}$  y una humedad relativa de  $(55 \pm 5)\ \%$ ; el equipo empleado está dotado con un transductor de fricción que permite sensar la fuerza de fricción en

el contacto tribológico a lo largo de cada prueba, y de forma similar fueron medidas la temperatura y la humedad relativa. Antes de realizar las pruebas de fricción, tanto las muestras como los contracuerpos se limpiaron en un baño de ultrasonido con alcohol isopropílico durante  $10$  minutos para eliminar restos de grasa y contaminantes, y después fueron secados con aire caliente. Una vez concluidas las pruebas, las superficies tribológicas se observaron mediante microscopía óptica (Nikon Epiphot 200), con el fin de analizar el estado de las superficies y luego fueron limpiadas con el mismo procedimiento usado al comienzo de cada prueba, para observar de forma más detallada el desgaste sufrido por las superficies.

La evaluación del desgaste abrasivo se llevó a cabo mediante el método Calotest según norma DIN 1071. La probeta en estudio se sujetó a un soporte plano y se sometió a contacto dinámico con una esfera de acero de diámetro de  $42,7\ \text{mm}$ , impregnada con pasta de diamante abrasiva de  $0,5\ \mu\text{m}$ , la cual se puso a girar a  $60\ \text{r. p. m.}$  durante un tiempo de  $120\ \text{s}$  sobre la probeta. Durante el movimiento relativo entre las dos superficies, la muestra presenta una pérdida de masa por desgaste abrasivo, dejando sobre la superficie una huella concéntrica en forma de cráter, cuyo volumen puede calcularse conociendo el diámetro de la huella y su profundidad.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

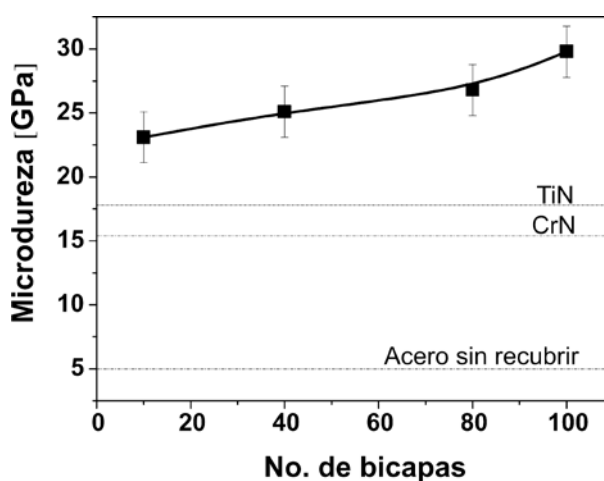
En la figura 1 se puede ver la variación de la rugosidad y del tamaño de grano de los recubrimientos en función del número de bicapas, medidas mediante microscopía de fuerza atómica (AFM). Puede apreciarse que la evolución del tamaño de grano y la rugosidad presentan un comportamiento paralelo con el número de bicapas; en la medida en que aumenta el número de bicapas, el tamaño de grano disminuye (figura 1a), debido a que por efectos de nucleación, el crecimiento de los granos se va interrumpiendo cuando se empieza a depositar una nueva monocapa en la estructura multicapa, y, en consecuencia, al formarse granos más pequeños, la microestructura se hace más compacta y da



**Figura 1.** a) Evolución del tamaño de grano y b) Evolución de la rugosidad de los recubrimientos multicapas de CrN/TiN en función del número de bicapas

lugar a una menor rugosidad (figura 1b). Se puede observar que el tamaño de grano y la rugosidad disminuyen desde 85 nm y 362 nm para 10 bicapas de CrN/TiN hasta 79 nm y 116 nm para 100 bicapas, respectivamente; este comportamiento es acorde con la reducción del periodo de modulación de las multicapas, el cual va disminuyendo desde 400 nm a 40 nm con el incremento del número de multicapas de 10 a 100 respectivamente.

En la figura 2 se aprecia el registro de la microdureza de los recubrimientos CrN/TiN en función del número de bicapas, hallada por el método Knoop. Con el fin de tener un amplio rango de comparación se incluyeron las durezas para las monocapas de CrN, TiN y de una muestra de acero AISI H13 patrón sin recubrir. Puede apreciarse que la dureza superficial del acero aumenta ostensiblemente cuando es recubierto con la monocapa de CrN o la de TiN, pasando de un valor de 5 GPa a valores de 15,4 y 17,8 GPa respectivamente. Asimismo se aprecia que se alcanzó un incremento de la microdureza con los recubrimientos multicapa respecto a la lograda con los recubrimientos monocapa. Además, la dureza de los recubrimientos multicapa se va acrecentando con el número de bicapas, pasando de 23,1 GPa para la muestra con 10 bicapas a 29,8 para la muestra con 100 bicapas de CrN/TiN.



**Figura 2.** Microdureza de los recubrimientos multicapa de CrN/TiN en función del número de bicapas

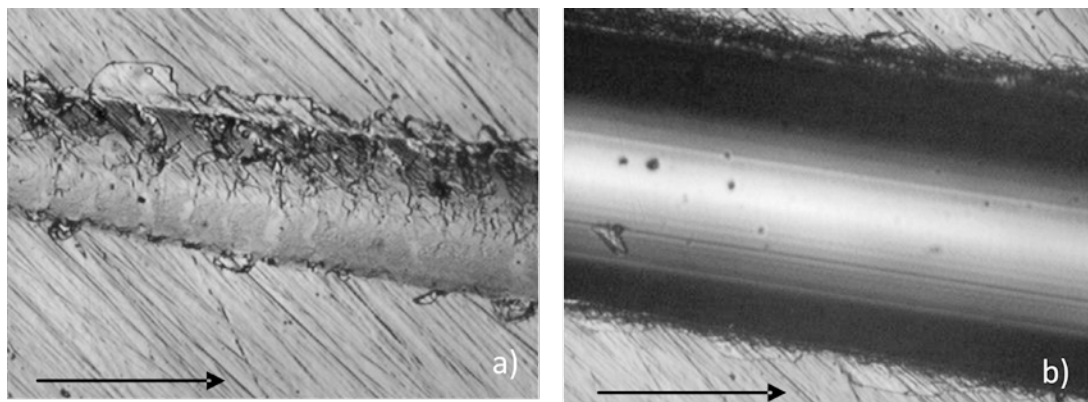
La dureza de los recubrimientos depositados en este trabajo es inferior a los valores obtenidos por otros investigadores mediante la nanoindentación, debido a la influencia que tiene la deformación plástica del sustrato bajo la carga aplicada en estas pruebas (Yashar *et al.*, 1998; Barshilia y Rajam, 2003). Esta elevada dureza es el resultado, entre otros factores, de esfuerzos compresivos inducidos en la superficie del acero del sustrato por el impacto de las

especies atómicas que bombardearon el recubrimiento (voltaje polarizado), y del tamaño nanométrico de los granos que, al originar una mayor densidad de límite de grano por unidad de volumen, causan un represamiento de las dislocaciones generadas en el recubrimiento. Esta situación se manifiesta en especial cuando se depositan películas delgadas o recubrimientos multicapa con periodos de bicapas menores a 10 nanómetros, ya que la deformación plástica del recubrimiento tiene lugar por deslizamiento a lo largo de los bordes de grano y no por el desplazamiento de las dislocaciones, proceso que requiere mayor energía y, por lo tanto, genera un gran incremento de la dureza y del módulo de elasticidad del recubrimiento. Otro factor que contribuye a obstaculizar el movimiento de las dislocaciones es el sinnúmero de interfases entre las monocapas, lo cual conduce a una subida adicional de la dureza (Komiya, Ono y Umezu, 1977; Dück *et al.*, 2001; Mayrhofer, Tischler y Mitterer, 2001); Zhang *et al.*, 2007; Barshilia *et al.* (2008).

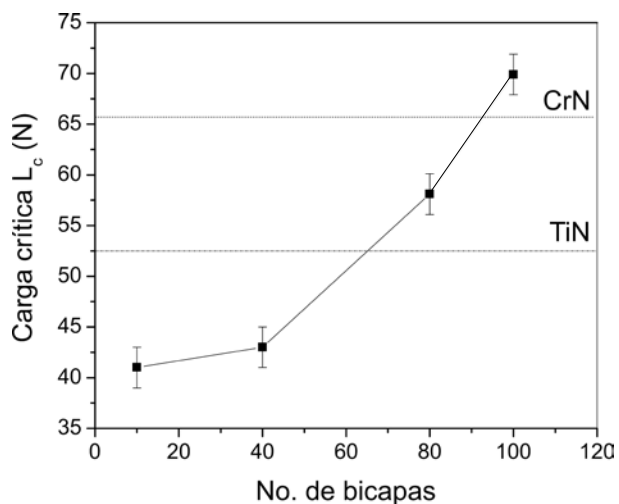
La figura 3 muestra el aspecto de las huellas de rayado después de la falla del recubrimiento; en las imágenes las flechas indican el sentido de desplazamiento de la punta de diamante sobre la muestra. El modo de falla a la carga crítica fue muy similar en todos los recubrimientos, lo que permite hacer comparaciones con sentido entre las diferentes muestras, en todas las cuales se produjo agrietamiento

transversal a la dirección de rayado tanto dentro de la huella como alrededor de la zona deformada plásticamente, como puede apreciarse en la figura 3a. El incremento continuo de la carga durante el ensayo de rayado causó el desprendimiento del recubrimiento en el interior de la huella residual y en su zona circundante, como se muestra en la figura 3b. En ambos tipos de recubrimiento (monocapa y multicapa) se observó falla adhesiva, que se desarrolla como consecuencia de los esfuerzos de tracción asociados a la deformación elastoplástica inducida por la carga aplicada con la punta de rayado sobre el sistema recubrimiento-sustrato. Una vez la punta se desplaza, tras ella ocurre una recuperación elástica; en este caso, el agrietamiento se detuvo en la interfase como efecto de la disipación de energía que se produce al pasar de un recubrimiento cerámico con comportamiento frágil al sustrato metálico de comportamiento dúctil.

La figura 4 muestra el comportamiento de la carga crítica en función del número de bicapas del sistema CrN/TiN. Se observa como la carga crítica que soporta el sistema recubrimiento-sustrato pasa de 40 N para 10 bicapas a 69,9 N para 100 bicapas. Tal comportamiento puede ser explicado con el incremento de la energía de adhesión del sistema, dado que el mayor número de interfases en el recubrimiento multicapa permite una atenuación de



**Figura 3.** Aspecto de la huella de rayado en dos zonas diferentes en el recubrimiento multicapa con 100 bicapas

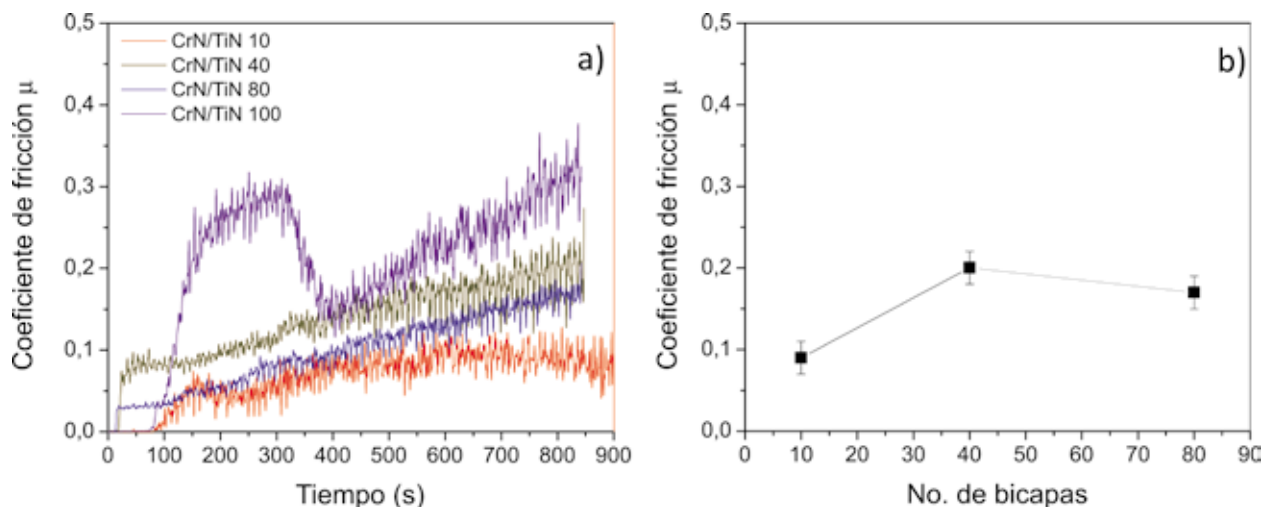


**Figura 4.** Variación de la carga crítica en función del número de bicapas de recubrimientos multicapa de CrN/TiN y monocapas de CrN y TiN

la energía transferida por la carga externa aplicada. En este sentido, la capa adherente de titanio y las multicapas del tenaz CrN pueden absorber una gran cantidad de la energía a través de deformaciones elásticas o elastoplásticas. En suma, como se discutió, la existencia de múltiples interfases y bordes de grano bloquean el crecimiento y avance de las

microgrietas que se forman durante el rayado, mejorando la adherencia del recubrimiento; asimismo las múltiples interfases formadas también contribuyen a la relajación de los esfuerzos residuales mejorando la adhesión (Yashar *et al.*, 1998; Barshilia y Rajam, 2003; Braic *et al.*, 2003; Cselle *et al.*, 2003; Li *et al.*, 2006; Konchady *et al.*, 2008).

La figura 5a muestra la evolución de los registros de los coeficientes de fricción para los diferentes recubrimientos multicapa. Al principio de las pruebas los coeficientes de fricción presentan valores muy cercanos a cero, debido a que durante esta etapa la esfera de alúmina se acomoda sobre la superficie plana del recubrimiento, ocasionando que posiblemente se limen rugosidades entre las superficies tribológicas; de igual forma en esta etapa también se eliminan películas de contaminantes remanentes que puedan haber quedado en la superficie después de la limpieza, entre otros factores. Más tarde, los coeficientes de fricción se incrementan hasta lograr un valor que se conserva relativamente estable durante la mayor parte del ensayo, que corresponde al coeficiente de fricción del recubrimiento. Se puede apreciar que la multicapa con 100 bicapas exhibe desde el inicio del ensayo un



**Figura 5.** Registros del ensayo de fricción en el tribómetro tipo esfera sobre disco: a) Coeficientes de fricción de los recubrimientos multicapa en función del tiempo de la prueba y b) Coeficientes de fricción promedio en función del número de bicapas

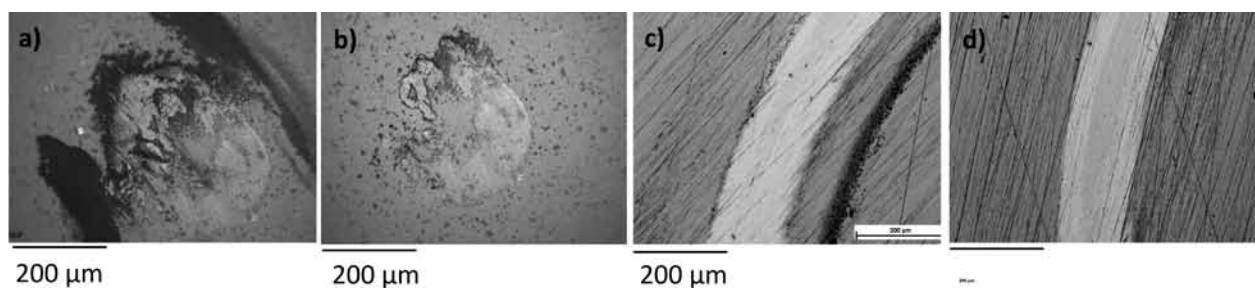
coeficiente de fricción relativamente alto, debido a que en esta prueba se desnudó el sustrato en varias partes de la huella (las tres veces que se repitió el ensayo), de modo que no es posible concluir sobre el valor del coeficiente de fricción de esta muestra; por el contrario, en los otros tres recubrimientos ensayados, que mostraron coeficientes de fricción más representativos, no se alcanzó a observar el sustrato en ninguna zona de la huella de fricción. En la figura 5b se presentan los coeficientes de fricción promedio obtenidos de la zona estable para cada recubrimiento multicapa.

Se observa que el menor valor de coeficiente de fricción (0,09) lo presenta la multicapa con 10 bicapas; en tanto que con el aumento del número de bicapas los coeficientes crecen. Este comportamiento puede deberse a que el período de modulación fue mayor al depositar menos bicapas, y en particular para el ensayo en las 10 bicapas predominó el coeficiente de fricción del CrN, que siempre es la capa más externa en los recubrimientos, ya que el ensayo se acabó cuando quizás empezaba el contacto entre la esfera y la primera nanocapa de TiN, el cual puede presentar un coeficiente de fricción mayor que el CrN. Este comportamiento no se verificó para los demás recubrimientos en los cuales se alcanzaron a desgastar tanto monocapas de CrN como de TiN.

En la figura 6, que presenta el aspecto de las superficies tribológicas después del ensayo de fricción en deslizamiento, es posible ver que todas

las muestras exhiben partículas de desgaste una vez terminado el ensayo. En la figura 6a estas partículas se ubican alrededor de la zona de contacto del contracuerpo. La figura 6b muestra el aspecto de la misma zona, una vez las partículas de desgaste se removieron con alcohol, permitiendo apreciar que la esfera de alúmina también sufrió desgaste durante el ensayo. En la figura 6c se observa la apariencia de la huella antes de limpiarla con alcohol, haciendo evidente la formación de partículas de desgaste alrededor de la zona del contacto tribológico, que fueron removidas durante la operación de la limpieza (figura 6d), puesto que su adherencia al recubrimiento fue prácticamente nula. El aspecto de la huella revela que el mecanismo de desgaste generado fue adhesivo, por cuanto se originó una huella muy suave que no presenta zonas en las cuales el sustrato metálico haya quedado expuesto durante el ensayo. Los demás recubrimientos multicapa revelaron huellas de desgaste similares a las mostradas en la figura 6, sugiriendo el predominio del mecanismo de desgaste adhesivo en todos los sistemas depositados y ensayados.

La figura 7 ilustra las tasas de desgaste abrasivo obtenidas durante las pruebas del Calotest. Los recubrimientos multicapa muestran valores de tasas de desgaste abrasivo similares, alrededor de  $5 \times 10^{18} \text{ m}^3/\text{Nm}$ , que se reduce cuando el período de las multicapas disminuye, lo cual se correlaciona con los mayores valores de dureza encontrados en estos recubrimientos. Los recubrimientos monocapa de

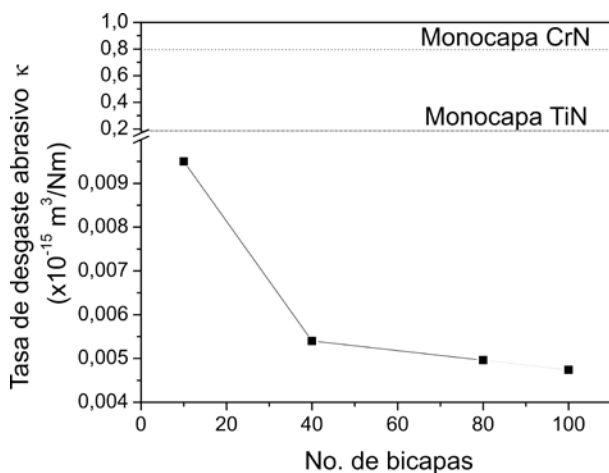


**Figura 6.** Aspecto de las superficies del contacto tribológico después del ensayo de la multicapa de 10 bicapas a) contracuerpo sin limpiar b) contracuerpo limpio, c) huella sin limpiar y d) huella limpia





CrN y TiN muestran tasas de desgaste dos órdenes de magnitud más altas que en los recubrimientos multicapa, mostrando además un comportamiento paralelo a la dureza. Los valores de tasas de desgaste encontrados de los sistemas multicapa que se estudiaron en este trabajo son más bajos que los reportados por otros autores para sistemas de recubrimientos de Cr/CrN y Cr/CrC (Berger *et al.*, 1999; Romero *et al.*, 2003; Gómez *et al.*, 2005).



**Figura 7.** Comparación de las tasas de desgaste abrasivo de los recubrimientos multicapa y monocapa de CrN y TiN.

#### 4. CONCLUSIONES

Los recubrimientos multicapa de CrN/TiN depositados mediante pulverización catódica mostraron una disminución paralela del tamaño de grano y la rugosidad con el incremento del número de bicapas, debido a que la disminución del espesor del período permite obtener microestructuras más compactas.

Los recubrimientos monocapa de referencia de CrN y TiN presentaron valores de microdureza tres veces superiores al sustrato de acero AISI H13 endurecido, sin embargo, fueron superados por los valores de microdureza de los recubrimientos multicapa, en los cuales el aumento de la dureza con el

número de bicapas se relaciona con la formación de una microestructura de granos nanométricos más pequeños. Los valores de carga crítica mostraron un comportamiento similar al exhibido por la dureza de los recubrimientos multicapa, es decir, un mayor número de bicapas condujo a un aumento del valor de carga crítica, debido a la creciente relajación de los esfuerzos conforme aumenta la cantidad de interfases en la microestructura.

El incremento del número de bicapas originó un aumento de los coeficientes de fricción de los recubrimientos, la mayoría de los cuales mostraron un mecanismo de desgaste adhesivo. Las tasas de desgaste abrasivo de los recubrimientos multicapa disminuyeron dos órdenes de magnitud respecto a las monocapas de referencia. Esta disminución del desgaste abrasivo se hizo más marcada conforme se depositó un mayor número de bicapas.

#### AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan su agradecimiento a la Convocatoria Sostenibilidad 2010 realizada por la Vicerrectoría de Investigación de la Universidad de Antioquia.

#### REFERENCIAS

- ASM International [en línea] [consultado el 2 de agosto de 2011] Disponible en: <http://hts.asminternational.org/content/ASM/StoreFiles/ACFAA74.pdf> (2009).
- Barshilia, Harish C. and Rajam, K. S. (2003). "Deposition of TiN/CrN hard superlattices by reactive d.c., magnetron sputtering". *Bulletin Materials Science*, vol. 26, No. 2 (February), pp. 233-237.
- Barshilia, Harish C. and Rajam K. S. (2007). "Performance evaluation of reactive direct current unbalanced magnetron sputter deposited nanostructured TiN coated high-speed steel drill bits". *Bulletin Materials Science*, vol. 30, No. 6 (December), pp. 607-614.
- Barshilia, Harish C.; Selvakumar, N.; Rajam, K. S.; Gopinadhan, K. and Chaudhary, Sujeet (2008). "Investigation of interface properties of sputter deposited TiN/CrN superlattices by low angle x-ray reflectivity". *Journal Physics D: Applied Physics*, vol. 41, No. 20, pp. 205409-205420.

- Berger, M.; Wiklund, U.; Eriksson, M.; Engqvist, H. and Jacobson, S. (1999). "The multilayer effect in abrasion: Optimising the combination of hard and tough phases". *Surface and Coatings Technology*, vol. 116-119 (September), pp. 1138-1144.
- Braic, M.; Braic, V.; Balaceanu, M.; Pavelescu, G. and Vladescu, A. (2003). "Plasma deposition of alternated TiN/ZrN multilayer hard coatings". *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, vol. 5, No. 5, pp. 1399-1404.
- Bull, S. J. and Jones, A. M. (1996). "Multilayer coatings for improved performance". *Surface and Coatings Technology*, vol. 78, No. 1-3 (January), pp. 173-184.
- Cselle, T.; Morstein, M.; Geisser, L. and Holubar, P. (2003). "Nanostructured coatings for high performance tools". *Werkzeug Technik*, vol. 77 (March), pp. 1-8.
- Dobrzański, L.A. and Lukaszowicz, K. (2007). "Mechanical properties of monolayer coatings deposited by PVD techniques". *Archives of Materials Science and Engineering*, vol. 28, No. 9 (September), pp. 549-556.
- Dück, A.; Gamer, N.; Gesatzke, W.; Griepentrog, M.; Oesterle, W.; Sahre, M. and Urban I. (2001). "Ti/TiN multilayer coatings: Deposition technique, characterization and mechanical properties". *Surface and Coatings Technology*, vol. 142-144 (July), pp. 579-584.
- Gant, A. J.; Gee, M. G. and Orkney, L. P. (2011). "The wear and friction behaviour of engineering coatings in ambient air and dry nitrogen". *Wear*, vol. 271, No. 9-10 (July), pp. 2164-2175.
- García, Danna; Piratoba, Ulises y Mariño, Álvaro (2007). "Recubrimientos de (Ti,Al)N sobre acero AISI 4140 por sputtering reactivo". *DYNA*, No. 152 (julio), pp. 181-185.
- Gómez, Maryory A.; Romero, Jordi; Lousa, Arturo and Esteve, Joan (2005). "Tribological performance of chromium/chromium carbide multilayers deposited by r.f. magnetron sputtering". *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, No. 5-6 (November), pp. 1819-1824.
- Holmberg, K.; Matthews, A. and Ronkainen, H. (1998). "Coatings tribology-contact mechanisms and surface design". *Tribology International*, vol. 31, No. 1-3 (January), pp. 107-120.
- Holmberg, K.; Ronkainen, H. and Matthews, A. (2000). "Tribology of thin coatings". *Ceramics International*, vol. 26, No. 7 (August), pp. 787-795.
- Komiya, S; Ono, S. and Umezu, N. (1977). "Hardness and grain size relations for thick chromium films deposited by hallow cathode discharge". *Thin Solid Films*, vol. 45, No. 3 (September), pp. 473-479.
- Konchady, Manohar S.; Yarmolenko, Sergey; Pai, Devdas M.; Sankar, Jagannathan and Kvit, Alexander V. (2008). "Nanoscratch behaviour, structure and nanoindentation of multilayer TiN/CrN coatings". *International Journal of Surface Science and Engineering*, vol. 2, No. 6, pp. 439-456.
- Li, D. J.; Liu, F.; Wang, M. X; Zhang, J. J. and Liu, Q. X. (2006). "Structural and mechanical properties of multilayered gradient CrN-ZrN coatings". *Thin Solid Films*, vol. 506-507 (May), pp. 202-206.
- Mayrhofer, P. H.; Tischler, G. and Mitterer, C. (2001). "Microstructure and mechanical/thermal properties of Cr-N coatings deposited by reactive unbalanced magnetron sputtering". *Surface and Coatings Technology*, vol. 142-144 (July), pp. 78-84.
- Mesa, Dairo Hernán y Sinatora, Amilton (2003). "El desgaste de materiales, enfrentarlo o dejarlo de lado y asumir los riesgos". *Scientia et Technica*, No. 22 (septiembre), pp. 87-91.
- Paulitsch, J.; Mayrhofer, P. H.; Münz, W.-D. and Schenkel M. (2008). "Structure and mechanical properties of CrN/TiN multilayer coatings prepared by a combined HIPIMS/UBMS deposition technique". *Thin Solid Films*, vol. 517, No. 3 (December), pp. 239-1244.
- Romero, Jordi; Lousa, Arturo; Martínez, Elena and Esteve, Joan (2003). "Nanometric chromium/chromium carbide multilayers for tribological applications". *Surface and Coatings Technology*, vol. 163-164 (January), pp. 392-397.
- Wiklund, Urban; Hedenqvist, Per and Hogmark, Sture (1997). "Multilayer cracking resistance in bending". *Surface and Coatings Technology*, vol. 97, No. 1-3 (December), pp. 773-778.
- Yashar, P.; Barnett, S. A; Rechner, J. and Sproul, W. D. (1998). "Structure and mechanical properties of polycrystalline CrN/TiN superlattices". *Journal Vacuum Science Technology A*, vol. 16, No. 5 (September), pp. 2913-2918.
- Zhang, J. J.; Wang, M. X.; Yang, J.; Liu, Q. X. and Li, D. J. (2007). "Enhancing mechanical and tribological performance of multilayered CrN/ZrN coatings". *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, No. 9-11 (February), pp. 5186-5189.