



Dyna

ISSN: 0012-7353

dyna@unalmed.edu.co

Universidad Nacional de Colombia
Colombia

Colorado, Henry; Ghilarducci, Ada; Salva, Horacio; Vélez, Juan Manuel
Fricción interna de metales recubiertos con capas de TiN mediante PVD
Dyna, vol. 71, núm. 144, noviembre, 2004, pp. 67-74
Universidad Nacional de Colombia
Medellín, Colombia

Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=49614408>

- Cómo citar el artículo
- Número completo
- Más información del artículo
- Página de la revista en redalyc.org

redalyc.org

Sistema de Información Científica
Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal
Proyecto académico sin fines de lucro, desarrollado bajo la iniciativa de acceso abierto

FRICCIÓN INTERNA DE METALES RECUBIERTOS CON CAPAS DE TiN MEDIANTE PVD

HENRY COLORADO

Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín, Escuela de Ingeniería de Materiales, Facultad de Minas, Medellín, Colombia. hacolora@unalmed.edu.co

ADA GHILARDUCCI

Centro Atómico Bariloche -CNEA, CONICET, Instituto Balseiro-U.N.Cuyo, San Carlos de Bariloche, RN, Argentina. friccion@cab.cnea.gov.ar

HORACIO SALVA

Centro Atómico Bariloche -CNEA, CONICET, Instituto Balseiro-U.N.Cuyo, San Carlos de Bariloche, RN, Argentina. friccion@cab.cnea.gov.ar

JUAN MANUEL VÉLEZ

Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín, Escuela de Ingeniería de Materiales, Facultad de Minas, Medellín, Colombia, hacolora@unalmed.edu.co

Recibido 10 de Septiembre de 2004, aceptado 28 de Septiembre de 2004, versión final 10 de Octubre de 2004

RESUMEN: La técnica de Fricción Interna (FI) y módulo elástico como métodos para la caracterización de recubrimientos e intercaras y su potencialidad en la determinación de la adhesión de la película al sustrato son presentados. Se realizaron mediciones de fricción interna en un péndulo de torsión invertido en el modo de decaimiento libre de las oscilaciones, en aceros recubiertos con películas duras de TiN. Las películas se obtuvieron por deposición física de vapor (PVD) mediante Magnetron Sputtering.

PALABRAS CLAVE: Fricción Interna, Anelasticidad, Espectroscopia mecánica, Recubrimientos, TiN.

ABSTRACT: Internal Friction (IF) and Shear Modulus are presented as methods to determine the adhesion of thin film to substrate. Internal Friction measurements were carried out in AISI 304 coat with TiN obtained by PVD Magnetron Sputtering. The measurements of IF were performed in a low frequency torsion pendulum in the free vibration mode.

KEY WORDS: Internal Friction, Anelasticity, Mechanical Spectroscopy, Coatings, TiN.

1. INTRODUCCIÓN

La Fricción interna [1] es la propiedad de un material que caracteriza su capacidad para dispersar de forma irreversible, por medio de mecanismos internos, la energía de las vibraciones mecánicas. Es una cantidad adimensional y se simboliza frecuentemente como Q^{-1} , f , $\tan f$, ó FI .

La fricción interna se produce por migración o reordenamiento de defectos, de cualquier unidad microestructural o de momentos magnéticos. Debido a éstas características, ésta propiedad se utiliza para: medición de coeficientes de difusión y determinación del

contenido de elementos intersticiales ([2] y [3]), plantear modelos de borde de grano a través del estudio de la relajación de borde de grano [4], caracterización del tamaño y forma de los granos [5], determinación de la solubilidad [6], transformaciones de fase y tratamientos térmicos ([7] y [8]), construcción de instrumentación en vía a la detección de ondas gravitacionales [9], estudio de las constantes elásticas [10], evaluación de daños por fatiga [11], dinámica y caracterización de dislocaciones ([12] y [13]), estudios sobre microplasticidad [1], relajaciones de dominios magnéticos y ferroeléctricos [14], entre muchas otras.

La fricción interna tiene un campo de aplicación muy amplio que algunos autores [1] han dividido en cuatro categorías:

1. Física del estado sólido.
2. Evaluación de daños al interior del material.
3. Propiedades mecánicas dinámicas.
4. Sistemas vibroacústicos.

Durante las mediciones de fricción interna se puede evitar que el esfuerzo aplicado cause algún tipo de cambio irreversible en la microestructura. Así, un esfuerzo oscilatorio puede ser usado para obtener información del material sin producir cambios en su interior, que es el objeto de las diferentes espectroscopias.

Se define Espectroscopia mecánica como la técnica en la que un esfuerzo armónico S de frecuencia w interactúa con el sólido y como resultado se puede medir la energía disipada por su interior en función del desfase entre la señal aplicada (esfuerzo) y la respuesta del material (deformación).

En esta técnica se involucran variables mecánicas, y el objeto es obtener información del material sin alterar su microestructura. Cuando la medición se hace bajo decaimiento libre de las oscilaciones [1], como en este trabajo, ver la figura 1, haciendo un ajuste de la curva envolvente de decaimiento libre, se obtiene el decremento logarítmico d , ó a través del logaritmo de la razón entre amplitudes (A) sucesivas:

$$d = \ln(A_n / A_{n+1}) \quad (1)$$

El decremento logarítmico está relacionado directamente [1] con la fricción interna por medio del desfase entre el esfuerzo y la deformación f , así:

$$d = pf \quad (2)$$

Es decir que

$$Q^{-1} \approx d/p \quad (3)$$

Fricción interna en materiales sólidos recubiertos con películas

La aplicación de la teoría de la fricción interna para el estudio y caracterización de las propiedades mecánicas dinámicas y físicas de capas delgadas (PVD, CVD, Sol-gel, etc), es un avance relativamente reciente. La teoría [15] de fricción interna (decremento logarítmico, d) para capas delgadas, Figura 2, dice que la fricción interna volumétrica de un sistema compuesto por un sustrato con una capa delgada totalmente coherente e idealmente plana, figura 2a, es:

$$d_{av} = \frac{\Delta W_s + \Delta W_f}{2(W_s + W_f)} \quad (4)$$

Donde los subíndices s y f se refieren respectivamente a sustrato y película.

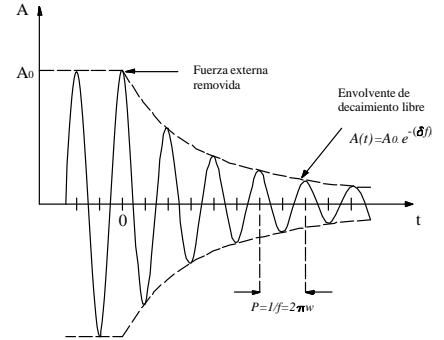


Figura 1. Decaimiento libre de las oscilaciones.

Cuando tanto la fricción interna de la película como la del sustrato pueden ser evaluadas independientemente bajo las mismas condiciones, se tiene que,

$$d_s = \frac{\Delta W_s}{2W_s} \text{ y } d_f = \frac{\Delta W_f}{2W_f} \quad (5)$$

Combinando las ecuaciones 19 y 20 se tiene que

$$d_{av} = \frac{W_s d_s + W_f d_f}{W_s + W_f} \quad (6)$$

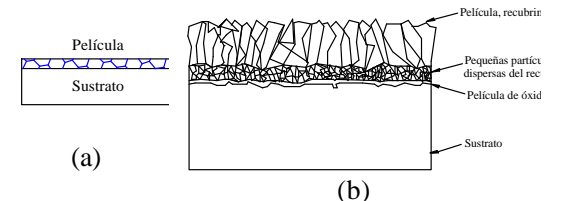


Figura 2. Esquema sustrato-película: a) modelo usado actualmente, b) representación más real de la intercara.

Esta es una relación general entre d_s , d_f y d_{av} para materiales con películas delgadas, la cual permite evaluar todos los materiales bifásicos y puede ser vista como una ley de mezclas para la fricción interna.

Si es una película delgada, W_f puede ignorarse si se compara con W_s , de modo que la ecuación 6 se reduce a

$$d_{av} = d_s + \frac{W_f}{W_s} d_f \quad (7)$$

La ecuación 7 es una generalización para materiales recubiertos con capas delgadas. Para la aplicación de esta ecuación es necesario derivar el factor W_f/W_s para los correspondientes modos de vibración dependiendo del experimento [15].

W_f y W_s pueden obtenerse individualmente mediante la ecuación

$$W = \frac{1}{2} M \iiint e_0^2 dx dy dz \quad (8)$$

Donde M es el módulo efectivo de elasticidad. La amplitud de la deformación e_0 como una función de la posición puede ser escrita en la siguiente forma

$$e_0(x, y, z) = e_{\max} j(x, y, z) \quad (9)$$

Donde e_{\max} es la máxima amplitud de la deformación y j la función de distribución de la deformación normalizada con la unidad, que es característica del modo de vibración.

Vibración en modo torsión

Para una probeta de alambre de diámetro d en el péndulo de torsión, e_0 depende de la distancia radial desde el centro de la probeta y es expresada como

$$e_0(x, y, z) = e_{\max} \frac{2}{d} (x^2 + y^2)^{1/2} \quad (10)$$

Donde $(x^2 + y^2)^{1/2}$ es igual a la distancia radial r en coordenadas cilíndricas. Cuando se sustituyen W_f y W_s de las ecuaciones 8 y

10, y se sustituye en la relación W_f/W_s en la ecuación 7, se obtiene

$$d_{av} = d_s + \frac{8t}{d} \frac{G_f}{G_s} d_f \quad (11)$$

Donde G_f y G_s denotan el módulo de torsión de la película y del sustrato respectivamente. Esta ecuación también puede ser aplicada a modos de resonancia en vibraciones de torsión.

En las ecuaciones constitutivas 4, 7 y 11, la fricción interna debida a la película puede ser evaluada separadamente de los datos de amortiguamiento de los materiales recubiertos con películas delgadas, [15].

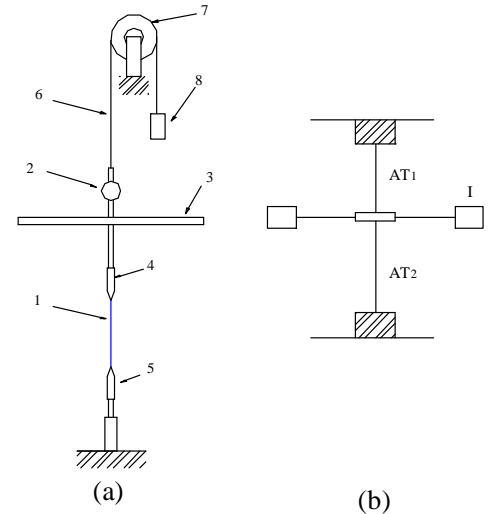


Figura 3. a) Péndulo de torsión invertido. (1) probeta, (2) espejo, (3) barra de torsión, (4) mordaza en rotación, (5) mordaza fija, (6) suspensión de alambre fino, (7) polea y (8) contrapeso; b) esquema simplificado.

El análisis mecánico dinámico del péndulo de torsión invertido de la figura 3-a simplificado en la figura 3-b [16], donde I es la inercia de la barra de torsión, AT_1 es el alambre-suspensión y AT_2 es la muestra, da como resultado las siguientes dos expresiones para evaluar la frecuencia natural de la muestra f_2 (ecuación 12) y su fricción interna Q_2^{-1} :

$$f_2 \approx f_{1+2} \left[1 - (f_1 / f_{1+2})^2 \right]^{1/2} \quad (12)$$

$$Q_2^{-1} \approx \frac{d_{1+2}}{p} \frac{1 - f_1 d_1 / f_{1+2} d_{1+2}}{\left[1 - (f_1 / f_{1+2})^2\right]^{1/2}} \quad (13)$$

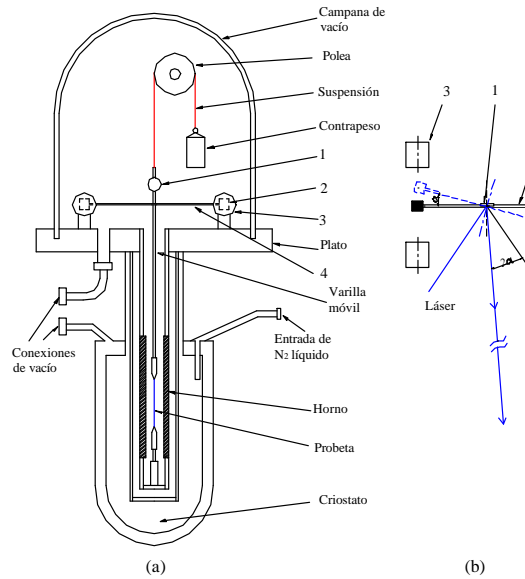


Figura 4. (a) Esquema de un péndulo de torsión invertido, (b) detalle de vista superior: (1) espejo, (2) imán, (3) bobina y (4) barra de torsión.

Donde los subíndices 1+2 indican la variable obtenida para el sistema combinado suspensión-muestra, 1 para la suspensión y 2 para la muestra.

En las figuras 4 y 5 se muestran un esquema detallado y una fotografía del péndulo de torsión invertido diseñado y construido con el que se realizaron las mediciones [17]. Las mediciones de fricción interna fueron realizadas bajo la etapa de calibración del equipo, convirtiéndose en uno de los objetivos de este trabajo.

2. EXPERIMENTOS

Se tomaron muestras de alambre Cu de 0.2 mm y algunas de ellas se recubrieron con una capa de 3 μm de espesor de diámetro y de 43 mm de longitud libre entre las mordazas del péndulo. La capa de esmalte que traen se les retiró con lija 600. Luego una capa de 6 μm de TiN fue depositada mediante la técnica de deposición física de vapor (PVD) *Magnetron Sputtering*. Se tomaron micrografías en el MEB para ver la capa de TiN. El alambre

usado como suspensión en el péndulo es de acero SAE 1070 de 0.2 mm de diámetro.

A las muestras se les hizo caracterización superficial en el MEB y ensayos de FI en el Péndulo de torsión invertido de baja frecuencia en el modo de decaimiento libre de las oscilaciones, en la Universidad Nacional Sede Medellín. Los recubrimientos de TiN fueron realizados en el SENA, regional Valle.

Para la adquisición y análisis de los datos de fricción interna se automatizó el péndulo de torsión usando el Software Lab View y una tarjeta de adquisición de datos SCXI-1200 National Instruments. La amplitud inicial en promedio fue de aproximadamente un ángulo de torsión de 3°. Esta variable corresponde a un tiempo de excitación en las bobinas de 3 ms. Para todas las mediciones se registraron 600 datos por segundo, promediados en 60 datos por segundo en las curvas de decaimiento mostradas. Esto se realizó con el fin de minimizar el efecto del ruido.

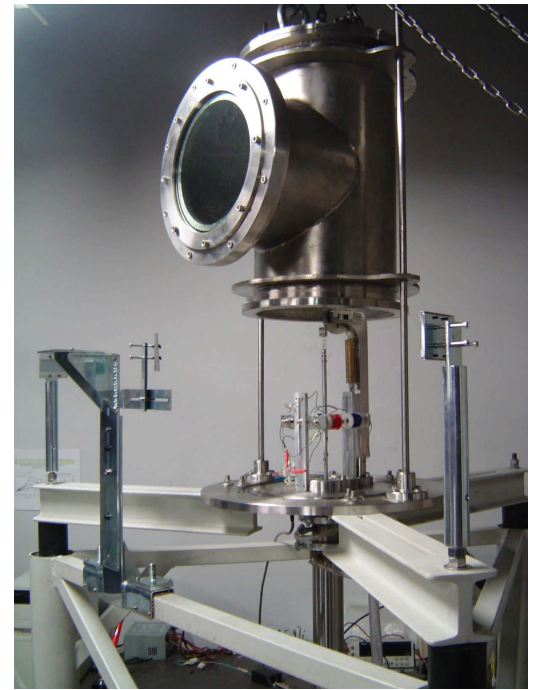


Figura 5. Fotografía del péndulo de torsión invertido de baja frecuencia para la medición de la fricción interna y el módulo de corte, Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín, [17].

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 6 se muestra una imagen tomada en el Microscopio Electrónico de barrido (MEB) de la muestra de alambre recubierta a la que se le hicieron los ensayos de FI. Las rayas que se ven son generadas en el proceso de retiro de la capa de esmalte mecánicamente.

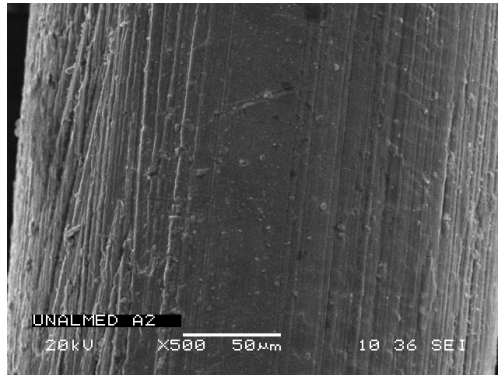


Figura 6. Imagen tomada a 500 aumentos en el MEB para un alambre de cobre de 0.2 mm de diámetro.

En la figura 7 se ve una ampliación de una parte de la imagen de la figura 6, donde se diferencia parte de la morfología de la capa de TiN depositada. Tanto en la figura 6 como en la 7 no se ven zonas sin capa de TiN.

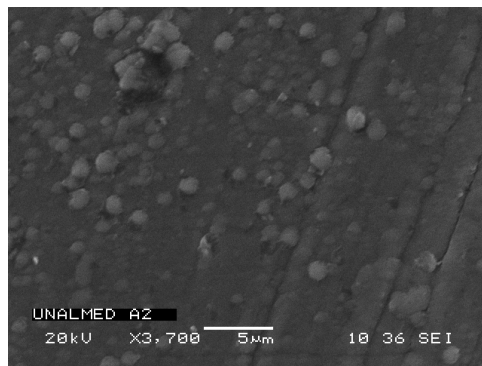


Figura 7. Imagen tomada a 3700 aumentos en el MEB para un alambre de cobre de 0.2 mm de diámetro.

Se realizaron ensayos de decaimiento libre de las oscilaciones en el péndulo de torsión invertido para el alambre de suspensión (sin muestra) y para el sistema compuesto alambre de suspensión-muestra (con

muestra). Los resultados se resumen en la Tabla 1.

Tabla 1. Datos obtenidos en el péndulo de torsión invertido para el alambre de suspensión en alambre de acero AISI 1070 (sin muestra) y para el sistema con muestra de acero AISI 1070. Los valores sin muestra son una constante para el péndulo, constituyen el fondo (*background*) de la curva cuando se incluye una muestra.

Sin muestra	Amort. (d_1)	T(°C)	Frec. (Hz),
			f_1
Media	0.003061	19.9	1.144
Desv. Es.	0.0006665	0.24	0.19861
Con muestra	d_{1+2}	T(°C)	f_{1+2}
Media	0.003406	19.2	1.463
Desv. Es.	0.0014594	1.48	0.14593

En la figura 8 se muestra el decaimiento medido en el péndulo de torsión invertido sin muestra, es decir, el decaimiento del alambre 6 en la figura 3.

La frecuencia natural del péndulo sin muestra fue $f_1 = 1.144 \pm 0.19861$ Hz y la temperatura media de los ensayos fue de 19.9 ± 0.24 C.

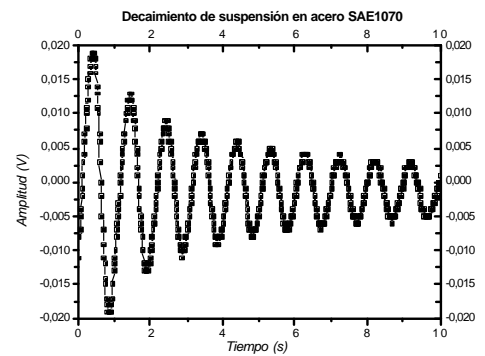


Figura 8. Decaimiento del alambre de acero SAE 1070 de diámetro 0.2 mm medido en el péndulo de torsión invertido. La amplitud inicial fue de 18.9 mV.

La figura 9 representa la envolvente de decaimiento para el péndulo sin muestra hallada con los máximos de los picos mostrados en la figura 8. La curva obtenida se ajustó con una exponencial decreciente, obteniéndose un coeficiente de

amortiguamiento $d_1 = 0.003061 \pm 0.0006665$ y un coeficiente de amplitud de 18.9 mV. Usando la ecuación 3, se puede estimar la fricción interna asociada al alambre de acero SAE 1070 que sirve como suspensión:

$$Q_1^{-1} \approx \frac{d_1}{p} = 9.743 \times 10^{-4}$$

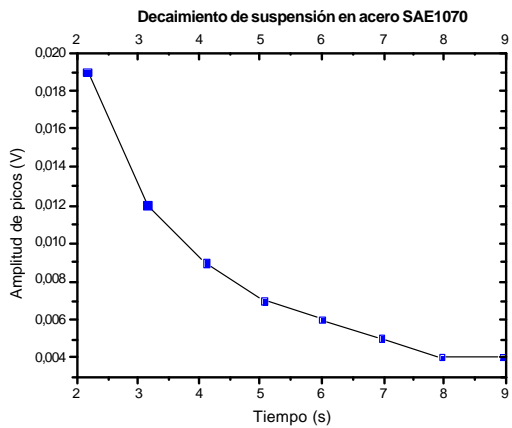


Figura 9. Envolvente de decaimiento del alambre de acero SAE 1070 de diámetro 0.2 mm usado como suspensión.

En la figura 10 se muestra el decaimiento del péndulo con una muestra de acero SAE 1070 de diámetro 0.2 mm, es decir, el decaimiento del alambre 6 en la figura 3-a. La frecuencia natural del péndulo con muestra aumentó, fue $f_{1+2} = 1.463 \pm 0.14593$ Hz y la temperatura a la que se hizo el ensayo fue de $19.2 \pm 1.48^\circ\text{C}$.

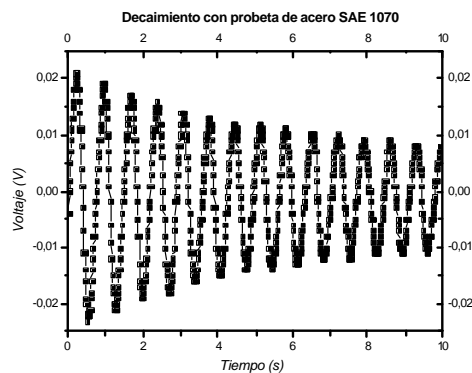


Figura 10. Decaimiento con muestra de acero SAE 1070 de diámetro 0.2 mm medido en el péndulo de torsión invertido. La amplitud inicial fue de 20.8 mV.

La figura 11 representa la envolvente de decaimiento para el péndulo con muestra hallada con los máximos de los picos mostrados en la figura 10. La curva obtenida se ajustó con una exponencial decreciente, obteniéndose un coeficiente de amortiguamiento $d_{1+2} = 0.003406 \pm 0.0014594$ y un coeficiente de amplitud de 20.8 mV.

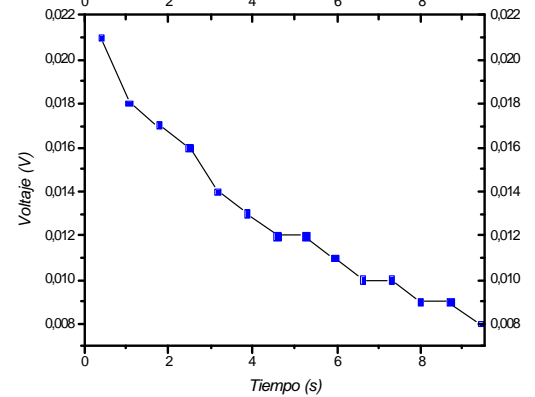


Figura 11. Envolvente de decaimiento con muestra de acero SAE 1070 de diámetro 0.2 mm.

En la figura 12 se muestran ensayos realizados a diferentes amplitudes iniciales de excitación para el péndulo con muestra y sin muestra, donde se nota el gran incremento en el coeficiente de amortiguamiento para amplitudes mayores a 50mV. Cada punto de la curva corresponde a la media de 5 mediciones.

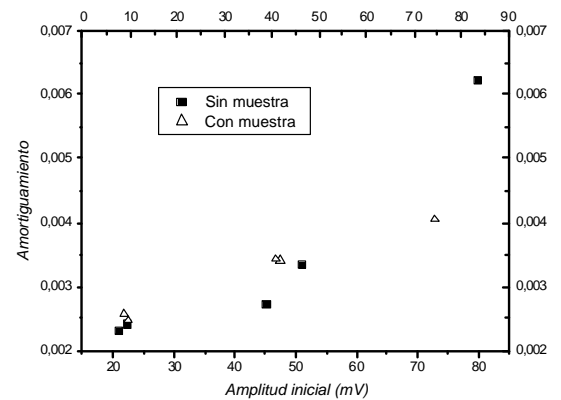


Figura 12. Variación del coeficiente de amortiguamiento con la amplitud inicial de excitación medido en el péndulo de torsión invertido con y sin muestra de acero SAE 1070 de diámetro 0.2mm.

Se realizaron ensayos de decaimiento libre de las oscilaciones en el péndulo de torsión invertido en alambres de cobre de 0.2mm de diámetro y alambres de cobre recubiertos con una capa de TiN de 3 *um* de espesor, ver Tabla 2.

Tabla 2. Datos obtenidos en el péndulo de torsión invertido usando un alambre de Cu y un alambre de cobre con una capa de TiN a una amplitud inicial promedio de 21 mV.

Cu	Amort. (<i>d</i> ₁₊₂)	T(°C)	Frec. <i>f</i> ₁₊₂ (Hz)
Media	0.001588	19.87	1.78
Desv. Es.	6.94E-05	0.032	0.1959
Cu/TiN			
Media	0.001592	19.89	1.64
Desv. Es.	9.627E-05	0.036	0.0438

En la figura 13 se muestra la envolvente de decaimiento con muestra de Cu de diámetro 0.2 mm y la envolvente de decaimiento con muestra de cobre recubierto con una capa de TiN de 3 *um* de espesor, obtenidas en el péndulo de torsión invertido.

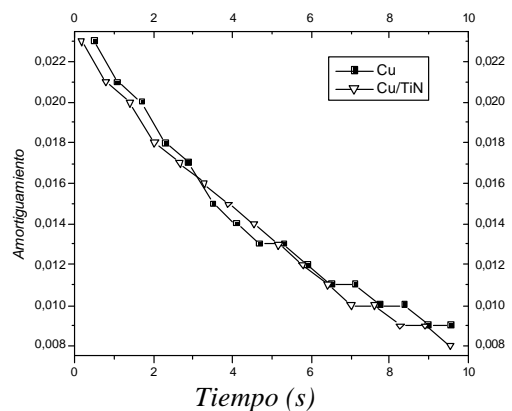


Figura 13. Envolvente de decaimiento de una alambre de Cu de diámetro 0.2 mm y para un alambre de Cu con una capa de 3um de espesor.

Los resultados de frecuencia de la muestra determinados con la ecuación 12 para alambres de Cu y alambres de Cu/TiN, se resumen en la Tabla 3.

Tabla 3. Frecuencia de las muestras de Cu y de las muestras de Cu/TiN para el valor sin muestra de la Tabla 1, *f*₁=1.144 Hz.

Cu	<i>d</i> ₁₊₂	<i>f</i> ₁₊₂	<i>f</i> ₂
	0.001588	1.78	1.36
Cu/TiN	0.001592	1.64	1.18

La fricción interna *Q*₂⁻¹ no se calculó debido a que es necesario usar un alambre de suspensión de menor rigidez, es decir, con menor diámetro y mayor longitud.

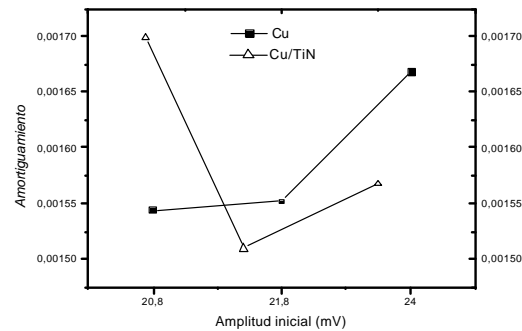


Figura 14. Variación del coeficiente de amortiguamiento con la amplitud inicial de excitación medido en el péndulo de torsión invertido para Cu y Cu/TiN.

En la Figura 14 se muestran datos de ensayos realizados a diferentes amplitudes iniciales de excitación usando muestras de Cu y Cu/TiN. Cada punto de la curva corresponde a la media de 5 mediciones.

4. CONCLUSIONES

- La fricción interna es una técnica que da información de los defectos y su evolución con los ciclos de carga-descarga, muy importantes en la vida de los materiales. Para el caso específico de materiales sometidos a fuerzas de contacto, donde se presenta desgaste, la espectroscopía mecánica puede ayudar a caracterizar la evolución de la superficie en el tiempo, permitiendo mejorar sus propiedades.

- En materiales recubiertos con capas, la espectroscopia mecánica ayudará a entender los mecanismos involucrados en la adhesión y la medida de la misma a por medio de una teoría de la fricción interna mejorada que involucre la forma de la intercara en su análisis. Sobre este tema está enfocada la investigación en curso.

-Para obtener mejores resultados en los ensayos de FI es necesario usar un alambre como suspensión de menor rigidez y menor fricción interna, a la del material usado, acero SAE 1070 de diámetro 0.2 mm. Un diámetro de 0.05 mm en alambre de Tungsteno funcionaría mejor. Sin embargo, por la fragilidad de este material y la dificultad que traería en el montaje, sería adecuado usar un acero de mayor porcentaje de carbono.

5. REFERENCIAS

- [1]. Puskár, Anton: Internal Friction of Materials. Cambridge Int. Science Pub., U. K. 2001.
- [2]. S., Paul: Difussion in solids. The Minerals, Metals and Materials Society, Pennsylvania, 1989.
- [3]. Wert y Zener: Physical Review, 1949, vol. 76, pp. 1169-75.
- [4]. T. S. Ke: Metallurgical and Materials Transactions A, 1999, vol. 30A, pp. 2267-95.
- [5]. Hirao, Ogi y Takashi: J. Acoust. Soc. Am., 1995, 98 (1), pp. 458-464
- [6]. Bénard J. y otros: Metalurgia General. Masson et Cie. Editeurs, Francia. 1973.
- [7]. Coluzzi y otros: J. Alloys Comp. 310 (2000) 300-305.
- [8]. Bonetti y Vinai: Fith European Conference on Internal Friction and Ultrasonic Attenuation in solids, 1987, supplément au No.12, tome 48, pp. 395-400
- [9]. The S. U. Gravitation Laboratory. Página web: www.phy.syr.edu/~%7Egravlab/gravity/node6.html
- [10]. Ogi y otros: Acta mater., 1999, vol 47, No. 9, pp. 2787-2796.
- [11]. Ogi y otros: Metallurgical and Materials Transactions A, 2000, vol. 31A, pp. 1121-28.
- [12]. K. Lücke y A. V. Granato: Physical Review B, 1981, vol. 24 No. 12, pp. 6991-7017
- [13]. Materials Reability Division, Ultrasonic Characterization of Materials. Página web: www.boulder.nist.gov/div853/ucm.htm
- [14]. Schaller, Fantozzis y Gremaud: Mechanical Spectroscopy Q-1 2001. Trans Tech Publications, Switzerland, 2001. Volume 366-368 de Materials Science Forum.
- [15]. Y. Nishino and S. Asano. Phys. Stat. Sol. (a) 139, K97 (1993).
- [16]. Y. Iwasaki, T. Imanaka y K. Fujimoto. J. Phys. E: Sci. Instrum. 10 1050-1056, (1977).
- [17]. H. A. Colorado L.: "Estudio de la fricción interna". Tesis presentada ante la Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín, 2003.