ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO Y ADHESIVO DE MULTICAPAS DE $[AL_2O_3/YSZ]_N$ DEPOSITADAS SOBRE ACERO AISI 304 POR MAGNETRÓN SPUTTERING

V. Rodríguez[1], J. C. Caicedo[1], C. Amaya[1,3], N. A. De Sánchez[2,4], G. Zambrano[1]

- ✓ Este artículo forma parte del "Volumen Suplemento" **s1** de *la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales (RLMM)*. Los suplementos de la RLMM son números especiales de la revista dedicados a publicar memorias de congresos.
- ✓ Este suplemento constituye las memorias del congreso *"X Iberoamericano de Metalurgia y Materiales (x IBEROMET)"* celebrado en Cartagena, Colombia, del 13 al 17 de octubre de 2008.
- ✓ La selección y arbitraje de los trabajos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del comité organizador del *X IBEROMET*, quien nombró una comisión *ad-hoc* para este fin (véase editorial de este suplemento).
- ✓ La *RLMM* no sometió estos artículos al proceso regular de arbitraje que utiliza la revista para los números regulares de la misma.
- ✓ Se recomendó el uso de las "Instrucciones Para Autores" establecidas por la *RLMM* para la elaboración de los artículos. No obstante, la revisión principal del formato de los artículos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*.

Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales 2009; **S1** (4): 1545-1548

ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO Y ADHESIVO DE MULTICAPAS DE $[AL_2O_3/YSZ]_N$ DEPOSITADAS SOBRE ACERO AISI 304 POR MAGNETRÓN SPUTTERING

V. Rodríguez[1], J. C. Caicedo[1], C. Amaya[1,3], N. A. De Sánchez[2,4], G. Zambrano[1]

1: Grupo de Películas Delgadas Universidad del Valle, Cali – Colombia.
2: Grupo Ciencia e Ingeniería de Materiales GCIM Universidad Autónoma de Occidente.
3: Laboratorio de Recubrimientos Duros, CDT-ASTIN SENA, Cali – Colombia.
4: Centro de Excelencia en Nuevos Materiales

** Email: gzambra@calima.univalle.edu.co*

Trabajos presentados en el X CONGRESO IBEROAMERICANO DE METALURGIA Y MATERIALES IBEROMET
Cartagena de Indias (Colombia), 13 al 17 de Octubre de 2008

Selección de trabajos a cargo de los organizadores del evento

Publicado On-Line el 29-Jul-2009
Disponible en: *www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html*

Resumen

Se depositaron películas delgadas tipo multicapas de Alúmina (Al_2O_3) y Zirconia estabilizada con Itria 8% molar (8YSZ) sobre substratos de silicio (100) y acero inoxidable AISI 304 mediante un sistema multi-blanco magnetrón sputtering en r.f (13.56 MHz), utilizando blancos de 8 mol. % Y_2O_3-ZrO_2 y de aluminio de alta pureza (99.95%) en una atmósfera compuesta de Ar/O_2 a una temperatura constante del substrato de 300 ºC. Con el objetivo de estudiar la influencia de la variación del periodo en este tipo de recubrimientos, sobre la morfología y las propiedades tribológicas, se diseñaron multicapas de $[Al_2O_3/YSZ]_n$ variando el periodo entre 35, 70, 120 y 200 bicapas. La caracterización morfológica, tribológica y de adhesión, se realizó mediante las técnicas de microscopia de fuerza atómica AFM, desgaste mediante las tecnicas de pin-on-disck y scratch . Los resultados obtenidos por AFM muestran una disminución del 87.5% y 32.4% en el tamaño de grano y la rugosidad respectivamente, desde 1 bicapa hasta $[Al_2O_3/YSZ]_{200}$. Debido al incremento de las multicapas, se aprecia una reducción del coeficiente de fricción entre 0.8 y 0.3 a medida que aumenta el periodo, al mismo tiempo que el valor de la carga crítica adhesiva se incrementó desde 0.8N hasta 4.8N de 35 a 200 bicapas. Los resultados presentados confirman que las notables propiedades tribológicas de las multicapas de $[Al_2O_3/YSZ]_n$ son una característica relevante desde el punto de vista de durabilidad ya que de esta manera se abre la posibilidad para que estas multicapas se depositen sobre dispositivos a pequeña escala expuestos a elevadas temperaturas.

Palabras Claves: *Multicapas de $[Al_2O_3/YSZ]_n$, magnetrón sputtering, propiedades tribológicas, adhesión.*

Abstract

We deposited multilayer thin films of Alumina (Al_2O_3) and Yttria Stabilized Zirconia (YSZ) on silicon (100) and AISI 304 stainless steel substrates via multi-target rf magnetron sputtering (13.56 MHz), using 8mol. % Y_2O_3-ZrO_2 target and aluminum target with high purity (99.95%) under Ar/O_2 gas mixture, at constant substrate temperature of 300 °C. In order to study the influence of the variation of multilayer period over the morphology and tribological properties, the designed multilayer $[Al_2O_3/YSZ]_n$ period was changed for 35, 70, 120 and 200 bilayer. The morphological, tribological and adhesive characterization were analized via AFM, pin-on-disck and scratch test, respectively. The results obtained by AFM show a decreasing of 87.5% and 32.4% in the grain size and roughness, respectively, when the period changed from one bilayer to $[Al_2O_3/YSZ]_{200}$ bilayers. Similary, with the increase of multilayer number, there is a reduction of friction coefficient between 0.8 and 0.3, while the value of adhesive critical loads increased from 0.8 N to 4.8 N. The presented results confirm that the remarkable tribological properties of the multilayer $[Al_2O_3/YSZ]_n$ are an important feature from the standpoint of durability because in this way opens the possibility for these multilayer devices are placed on a small scale exposed to high temperatures.

Keywords*: $[Al_2O_3/YSZ]_n$ Multilayer, magnetron sputtering, tribological properties, adhetion*

1. INTRODUCCIÓN

Uno de los grandes esfuerzos en la continua búsqueda de soluciones para incrementar la vida útil en dispositivos de gran desempeño, está la resistencia a cambios abruptos en la temperatura de trabajo que sufren los materiales. La circonia (ZrO_2) estabilizada con itria (Y_2O_3) al 8 % mol. [8YSZ)],

presenta características excepcionales de baja conductividad térmica, buena resistencia a la corrosión y alto coeficiente de expansión térmica, por lo que es comúnmente utilizado para aplicaciones como recubrimiento tipo barrera térmica en la industria aeronáutica [1]. Aparte de los fenómenos de fatiga térmica a la que se encuentran expuestos los diversos materiales se presenta también la fatiga mecánica y daño por desgaste excesivo dado a los exigentes escenarios tribológicos donde se utilizan los materiales empleados para alto desempeño; por lo tanto diversos autores han producido multicapas cerámicas de YSZ/Al_2O_3 por diferentes métodos para el estudio de la evolución microestructural, el desarrollo de esfuerzos residuales y cambios en las propiedades mecánicas y tribológicas [2], [3], [4]. Es bien sabido que el efecto del número de multicapas sobre las propiedades mecánicas del recubrimiento aún no ha sido completamente elucidado. En trabajos previos [5] se han estudiado las propiedades químicas, estructurales, mecánicas y de aislamiento térmico de estas bicapas de Al_2O_3/YSZ depositadas sobre pequeños componentes metálicos de alto desempeño que en funcionamiento deberán responder a fuertes cambios debido a elevadas temperaturas y a fenómenos físicos que incluyen altos esfuerzos mecánicos y tribológicos. Es por eso que el objetivo fundamental de este trabajo, es estudiar la influencia del numero de bicapas de $[Al_2O_3/YSZ]_n$ sobre las propiedades mecánicas y tribológicas de películas crecidas sobre substratos de silicio [100] y acero AISI 304.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Se sintetizaron y depositaron multicapas de Al_2O_3/YSZ, las cuales fueron crecidas sobre substratos de silicio (100) y de acero AISI 304 utilizando la técnica del magnetrón sputtering, empleando una fuente r.f. (13.56 MHz) y con blancos de 8% mol de Y_2O_3-ZrO_2 y blancos de Al con pureza de 99.5%. La influencia del número de bicapas de Al_2O_3/YSZ sobre las propiedades de las películas se estudió variando el número de bicapas entre 1, 35, 70, 120 y 200, dejando fijos los demás parámetros de depósito. Las bicapas fueron crecidas con potencia de 350 W, voltaje de polarización (bias) de -20V, temperatura del sustrato de 300°C, en mezcla de gases de 76% de Ar y 24% O_2 a presión de trabajo de $7x10^{-3}$ mbar [5], [6]. La morfología de las capas se caracterizó con un microcopio de fuerza atómica, Autoprobe CP Park Scientific Instrument. La caracterización del desempeño tribológico de las películas, se llevó a cabo mediante un equipo pin–on-disk, Microtest, MT 4001 – 98 y la prueba de rayado en un equipo Scratch Test Microtest MTR2.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El efecto de la variación del tamaño de grano sobre la morfología de películas delgadas crecidas como bicapas de Al_2O_3/YSZ sobre sustratos de silicio y sobre su desempeño tribológico analizado por pin–on-disk y Scratch Test en películas crecidas sobre substratos de acero, se presenta a continuación.

3.1 Análisis de AFM

Las figuras 1a y 1b muestran imágenes de AFM obtenidas para 1 y 200 bicapas de $[Al_2O_3/YSZ]_n$ sobre silicio, donde se aprecia claramente la distribución y variación del tamaño de grano sobre la superficie de la película. Se puede observar que a medida que aumenta el número de bicapas de Al_2O_3/YSZ se presenta una mayor homogeneidad de la superficie de las películas, este comportamiento es típico de la técnica de sputtering utilizada para la deposición de las multicapas [7].

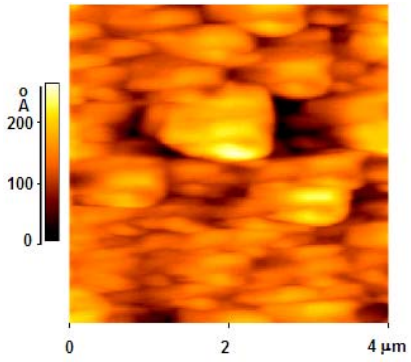


Figura 1a. Imagen AFM de 1 bicapa de Al_2O_3/YSZ.

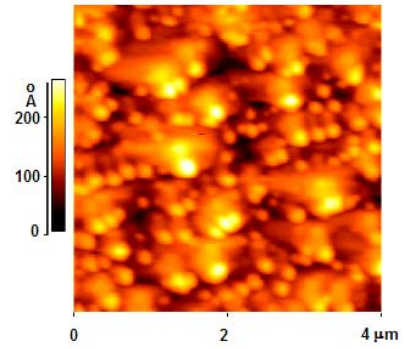


Figura 1b. Imagen AFM de 200 bicapas de Al_2O_3/YSZ.

Con los resultados obtenidos en las imágenes de AFM de 4 μm^2 para todas las multicapas, se estableció una tendencia para la rugosidad y el tamaño de grano de las películas crecidas como función del número de bicapas de Al_2O_3/YSZ ver fig. 2a y 2b respectivamente. A partir de ese estudio se determinó que la rugosidad y el tamaño de grano presentaron una disminución de 62% y 86% respectivamente.

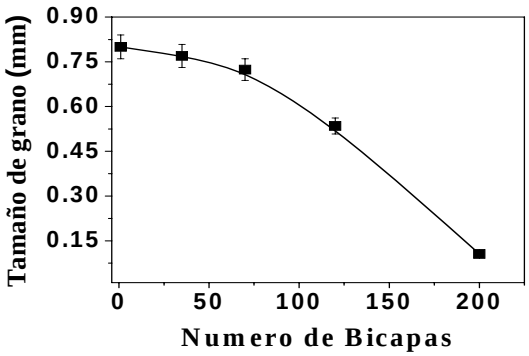


Figura 2a. Tamaño de grano en función del número de bicapas de $[Al_2O_3/YSZ]_n$.

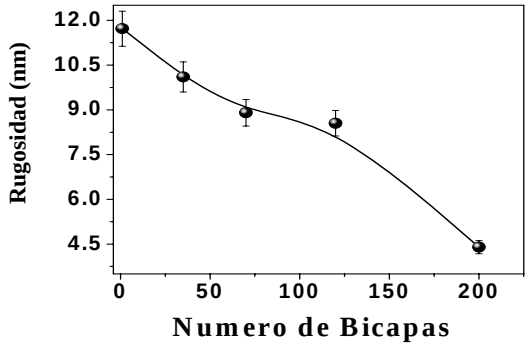


Figura 2b. Rugosidad en función del número de bicapas

Este comportamiento de la variación del tamaño de grano y de la rugosidad se debe al incremento en el número de bicapas con espesores nanométricos, que junto con el voltaje de polarización aplicado, producen un cambio en la microestructura que se evidencia en su reducción sistemática. Este tipo de características morfológicas tienen una influencia directa en el comportamiento mecánico y tribológico de las multicapas [7].

3.2 Análisis de Pin–on-disk

En las figuras 3a y 3b se presentan las gráficas de tendencia de los coeficientes de fricción en función del recorrido y del número de bicapas de Al_2O_3/YSZ, respectivamente, se observa la reducción del coeficiente de fricción a medida que se incrementa el número de bicapas. El modelo mecánico de fricción propuesto por Archard [8], donde se contempla la contribución de la rugosidad y las durezas al coeficiente de fricción de las superficies en contacto de la bola del pin-on-disc y del recubrimiento, permite explicar esta reducción. De acuerdo a este modelo cuando la superficie del material base presenta baja rugosidad y alta dureza, el coeficiente de fricción de este sistema tiende a disminuir, observándose además con el periodo de asentamiento, la característica adhesiva de la multicapa y su estabilidad frente a la distancia de recorrido [8],[9],[10]. En nuestros resultados se puede determinar una reducción del 42% en el coeficiente de fricción cuando el número de bicapas de Al_2O_3/YSZ aumenta de 1 a 200.

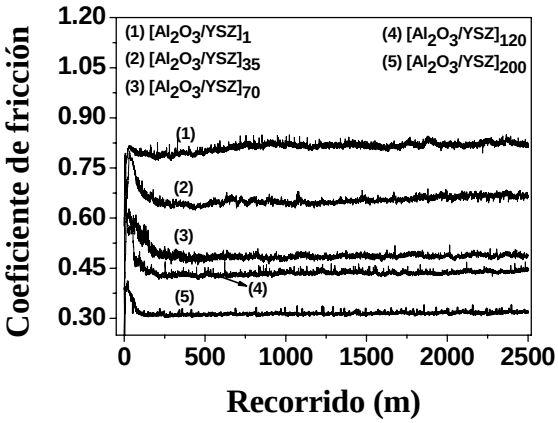


Figura 3a. Coeficiente de fricción en función de la distancia de recorrido para diferente número de bicapas.

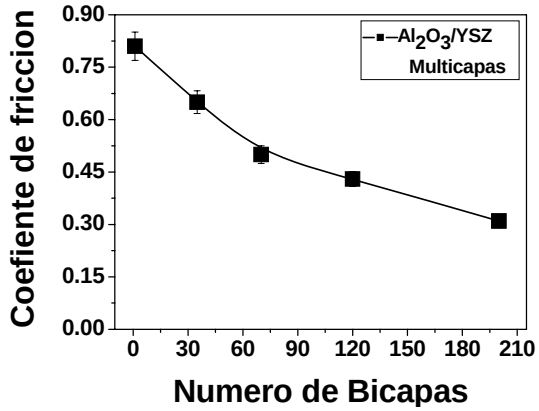


Figura 3b. Variación del coeficiente de fricción con el incremento del número de bicapas.

3.3 Análisis de Scratch Test

En la figura 4a. se observa mediante microscopia óptica la zona donde ocurre el daño cohesivo (Lc1) debido al desplazamiento durante la aplicación de la carga y posteriormente se observa al final el sitio donde ocurre el daño adhesivo (Lc2) dado que en este lugar se alcanza una carga máxima y el recubrimiento se desprende. En la figura 4b se presenta un incremento de la carga crítica para el daño cohesivo como función del incremento del número de bicapas de $[Al_2O_3/YSZ]_n$ lográndose así una mejora en la resistencia al rayado en un 98% cuando comparamos la Lc1 para 1 y 200 bicapas.

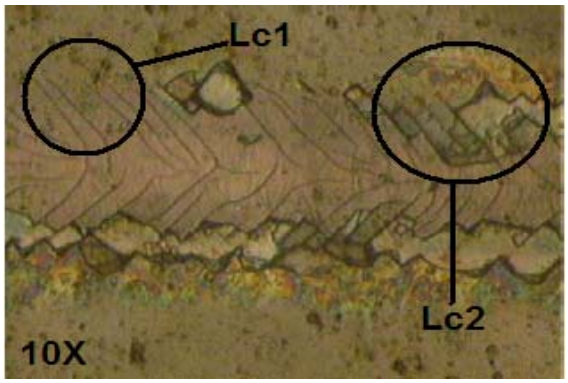


Figura 4a. Microscopia óptica donde se muestra el daño cohesivo (Lc1) y el daño adhesivo (Lc2).

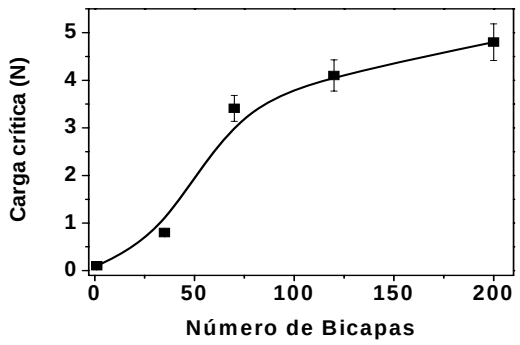


Figura 4b. Evolución de la carga críticas con respecto al incremento del número de bicapas de Al_2O_3/YSZ.

La razón del incremento en la carga critica para el daño cohesivo, radica en la naturaleza de las estructuras tipo bicapa, debido que, al incrementar el número de bicapas se incrementa la microdureza y además al tener capas intermedias alternadas de Al_2O_3 y YSZ en mayor número, la energía debida a la carga aplicada es absorbida y distribuida a través de las bicapas [7], [11].

4. CONCLUSIONES

Recubrimientos tipo multicapas de $[Al_2O_3/YSZ]_n$ fueron depositados sobre sustratos silicio (100) y acero AISI 304, presentando una morfología con una distribución uniforme de granos y evidenciándose la variación de la rugosidad y el tamaño de grano como función de número de bicapas. De los análisis de pin–on-disk., se apreció una reducción del coeficiente de fricción con el aumento del número de las bicapas de 1 a 200, observando así una mejora de un 42%. De las pruebas de scratch test se determinó un incremento de la carga crítica en la zona del daño cohesivo en un 42% para el caso de 200 multicapas de Al_2O_3/YSZ. Como resultado del estudio se concluye finalmente que este tipo de arreglo de multicapas puede ser aplicable sobre piezas donde se requiera una buena combinación de resistencia al desgaste y aislamiento térmico de pequeños componentes metálicos de alto desempeño que trabajen a elevadas temperaturas.

5. AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo contó con el apoyo del CDT ASTIN-SENA, Universidad Autónoma de Occidente y Centro de Excelencia en Nuevos Materiales, CENM, bajo el contrato RC-043-2005 suscrito con COLCIENCIAS

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] Levi. C. G, et al. *Current Opinion in Solid State & Materials Science*. 2004, **8,** 77-91.

[2] X.-J. Lu,et al. *Journal of the European Ceramic Society*. 2007, **27**, 2613–2621.

[3] W.-J. Chou, et al. *Thin Solid Films*, 2002, **405**, 162–169

[4] A. Voevodin, et al. *Wear*. 2006, **261**, 797–805

[5] C. Amaya, et al. *Revista Colombiana de Física*, 2007, **39**, 563–566.

[6] C. Amaya, J. C. Caicedo, et al. " *phys. stat. sol.* (c) 4 . 2007, **11**, 4288–4293

[7] J. C. Caicedo, et al. *Revista Colombiana de Física*, 2005. **37**, 388 – 392

[8] J. F. Archard. *Journal of Applied Phycis*, 1953, **24**, 981-988

[9] Yinping Ye ,et al, *Ceramics International. Unpublished version* 2008.

[10] D. W. Stollberg, et al. *Materials and Engineering* A, 2003, **359**, 112-118.

[11] N. A. de Sánchez, et al., ", *Advanced Materials Research.* 2008, **38**, 63–7.