INFLUENCIA DE REVESTIMIENTOS PVD (TiN, TiAlN) EN LA RESISTENCIA A FRACTURA DE CARBUROS CEMENTADOS MECANIZADOS POR ELECTROEROSIÓN

B. Casas[1], A. Lousa[2], J. Calderón[1], M. Anglada[1], J. Esteve[2] y L. Llanes[1]

[1]Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, ETSEIB, Universitat Politècnica de Catalunya, 08028 Barcelona.
[2]Departament de Física Aplicada i Òptica, Universitat de Barcelona, 08028 Barcelona.

Resumen. En este trabajo, se estudia la influencia de revestimientos PVD de TiN y TiAlN nanoestructurado en la resistencia a fractura de un carburo cementado WC-Co con 10 % en peso de cobalto, mecanizado mediante dos procesos distintos: corte-microfino por electroerosión y desbaste y pulido con diamante. La resistencia a fractura de muestras recubiertas y no recubiertas es evaluada en flexión por cuatro puntos. La deposición de revestimientos PVD en probetas electroerosionadas resulta en un incremento significativo de su resistencia a fractura en comparación a muestras no recubiertas. En cuanto a las probetas mecanizadas bajo modos convencionales y posteriormente revestidas, no se observan variaciones en las propiedades mecánicas del material. Estos resultados son racionalizados a partir de un análisis en el marco de la mecánica de la fractura elástico-lineal, en función del tipo, tamaño, y localización de los defectos críticos, así como de la distribución de tensiones residuales en el sistema sustrato/recubrimiento.

Abstract. The influence of deposition of PVD (TiN, TiAlN) coatings on the mechanical strength of WC-10%$_{wt}$ Co substrates with different surface finish variants has been studied. Surface conditions investigated included: sequential EDM involving several surface finish steps and conventional grinding and polishing employing diamond as abrasive. Fracture resistance of coated and uncoated samples was measured under four-point bending tests. Experimental results confirm the detrimental effect of the EDM treatment on the fracture strength of cemented carbides. Furthermore, they show that deposition of TiN and TiAlN on the EDM-related surface variant evaluated yield a significant fracture resistance increase. On the other hand, changes of mechanical properties of the reference polished condition and subsequently coated have not been observed. These findings are discussed, within a linear-elastic fracture mechanics framework, in terms of type, size and location of the strength-limiting flaws and residual stresses in the PVD films.

1. INTRODUCCIÓN

Los carburos cementados del tipo WC-Co se caracterizan por su excelente combinación de dureza, resistencia al desgaste y resistencia mecánica. Estas propiedades han permitido su utilización como materiales de herramientas en operaciones de corte y de conformado de metales y de aleaciones. En la actualidad, la creciente demanda de estos componentes ha favorecido el desarrollo de nuevas tecnologías que permiten incrementar el tiempo de vida útil de estas herramientas, mediante la mejora de su calidad superficial. Una de estas técnicas consiste en la aplicación de revestimientos duros PVD, como los de nitruro de titanio (TiN) y nitruro de aluminio titanio (TiAlN) [1].

Por otra parte, la fragilidad intrínseca de los carburos cementados y su elevada dureza dificulta su mecanización bajo modos convencionales. En consecuencia, se requiere del uso de otros procesos de conformado siendo el de electroerosión uno de los más establecidos en la práctica industrial. La razón principal para ello es que este proceso permite mecanizar materiales conductores de electricidad, a través de una serie de descargas eléctricas discontinuas que producen temperaturas localizadas suficientemente altas como para fundir o vaporizar el material en la región inmediata a la descarga. La ausencia de contacto físico directo evita que la pieza sea sometida a esfuerzos mecánicos, por lo que esta técnica es idónea para el conformado de materiales de elevada dureza y fragilidad como los carburos cementados [2]. Sin embargo, la aplicación del proceso de mecanizado por electroerosión puede producir zonas afectadas térmicamente en la región cercana a la superficie (aumento de la rugosidad, generación de fisuras y de tensiones residuales) que pueden conducir al deterioro de la integridad estructural de la pieza mecanizada [3-9]. En particular, se han estudiado los efectos directos de los distintos parámetros de corte por electroerosión en la condición superficial resultante [5,6],

y su influencia en las propiedades mecánicas y tribológicas de los carburos cementados [7,8]. En estos estudios se ha observado un importante deterioro de la resistencia mecánica y de la respuesta al contacto como resultado del proceso de corte por electroerosión. Sin embargo, estos efectos pueden ser reducidos con la mejora del acabado superficial mediante múltiples pases en máquinas de electroerosión de altas prestaciones [7,8].

La utilización de recubrimientos PVD, como se ha referido anteriormente, permite incrementar el tiempo de vida útil de la herramienta de corte mediante la mejora de su condición superficial. Por tanto, la deposición de tales revestimientos en piezas mecanizados por electroerosión podría resultar en variaciones de su integridad estructural. Sin embargo, no se conocen estudios en los que se describa el efecto de estos revestimientos duros en piezas de carburos cementados conformadas por electroerosión. En este trabajo, se estudia y analiza la influencia de recubrimientos PVD de nitruro de titanio (TiN) y de nitruro de aluminio titanio (TiAlN) nanoestructurado en la resistencia a fractura de carburos cementados mecanizados mediante dos procesos distintos: corte-microfino por electroerosión y desbaste y pulido con diamante.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material estudiado es un carburo cementado WC-Co comercial, con 10 % en peso de cobalto y tamaño de carburo medio de 0,8 μm, suministrado en forma de barras rectangulares de dimensiones 4 x 3 x 45 mm. Se evaluaron sustratos del mismo material con dos condiciones diferentes de acabado superficial. El primer acabado se refiere como condición D y corresponde al corte microfino obtenido mediante múltiples pases en una máquina de electroerosión por hilo de altas prestaciones. La segunda condición superficial (P) se utiliza como referencia y corresponde al corte, desbaste y pulido convencional utilizando diamante como abrasivo. El pulido final se realizó con pasta de diamante de hasta 3 μm. En ambos casos se evaluaron los parámetros de rugosidad utilizando un sistema de medición de textura superficial.

Se aplicaron dos revestimientos PVD: nitruro de titanio (TiN) y nitruro de aluminio y titanio (TiAlN) nanoestructurado, mediante el proceso de evaporación por arco catódico de Balzers-Elay. Las características microestructurales de los recubrimientos y de las interfases sustrato-recubrimiento se estudiaron por microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (MEBEC). Se evaluó la adhesión de los revestimientos mediante ensayos de indentación Rockwell, utilizando un indentador Rockwell C de diamante a diferentes niveles de carga: 98, 294, 490, 613, 980 y 1471 N. Las áreas de indentación fueron analizadas por microscopía electrónica de barrido (MEB) y espectroscopía de energía dispersada (EDS).

La resistencia a fractura de las probetas con distintos acabados superficiales y posteriormente recubiertas, se determinó en flexión en cuatro puntos (distancias de separación entre rodillos superiores e inferiores, 20 y 40 mm, respectivamente) y se comparó con la resistencia mecánica de muestras no revestidas. Las pruebas se realizaron en una máquina de ensayos universal con capacidad estática de 20 KN y a una velocidad de aplicación de la carga de 100 N/s. Finalmente, las superficies de fractura de todas las probetas ensayadas fueron examinadas mediante MEB con la finalidad de determinar el tipo, el tamaño y la localización de los defectos que originaron la rotura.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La integridad superficial de carburos cementados mecanizados por la técnica de electroerosión ha sido descrita detalladamente en un trabajo previo [8]. Similarmente a lo observado en otros estudios [3,5], el acabado obtenido por electroerosión presenta microfisuras radiales y longitudinales, de entre 5-10 μm, que se extienden hacia el volumen del material. De igual modo, los resultados cuantitativos de rugosidad permiten discernir diferencias entre las condiciones superficiales estudiadas, obteniéndose un parámetro R_a=0.1 μm para el caso D en contraste con el valor de R_a=0.01 μm correspondiente a la condición de referencia (P).

Los revestimientos PVD de TiN y TiAlN aplicados a sustratos con diferentes condiciones superficiales, consistieron en capas uniformes de aproximadamente 4 μm de espesor (Figura 1). En todos los casos estudiados se observaron estructuras densas, columnares y de grano fino y no se obtuvieron diferencias apreciables de estructura o de composición entre revestimientos aplicados a sustratos electroerosionados (D) con respecto a los mecanizados bajo modos convencionales (condición P). En el recubrimiento de TiAlN se distinguieron granos de tamaños nanométricos (a partir de 30 nm).

Con respecto a la medición de la adhesión mediante indentaciones Rockwell C, se observó que los revestimientos de TiN y de TiAlN aplicados a sustratos con condición superficial D, presentaban un comportamiento similar al obtenido para la condición P (Figura 2). En todos los casos estudiados, no se apreciaron delaminaciones del recubrimiento sino a partir de cargas de 490 N. La adhesión de los recubrimientos duros en sustratos electroerosionados, comparable a la observada en probetas P, puede atribuirse a la estructura superficial de microfisuras y/o microcráteres uniformemente distribuidos que parece favorecer el anclaje mecánico de los revestimientos (Figura 1b).

Los valores medios de la resistencia a rotura transversal y la desviación estándar correspondientes para todos los casos investigados se muestran en la Figura 3. Las probetas mecanizadas bajos modos convencionales (condición P) y posteriormente recubiertas con TiN y TiAlN, no muestran variaciones en la resistencia a fractura con respecto a muestras no recubiertas. Resultados similares han sido descritos por Jindal et. al. [10].

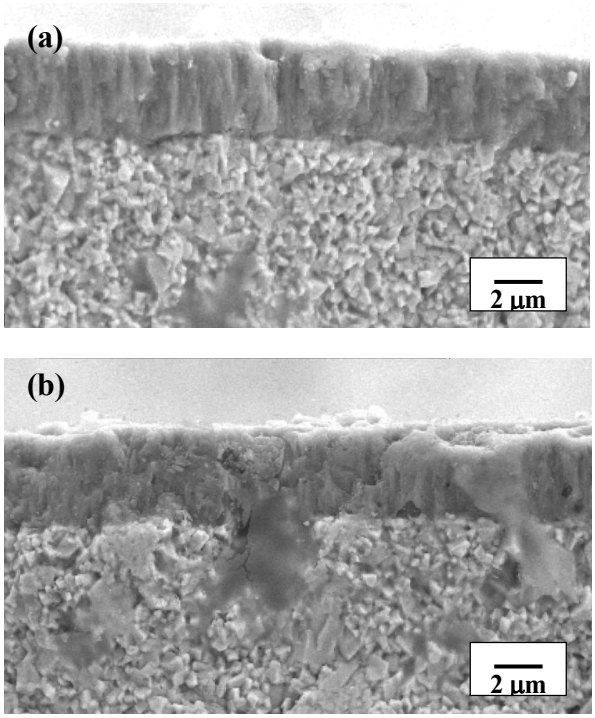


Figura 1: Foto por MEBEC del recubrimiento PVD de TiAlN nanoestructurado, aplicado a sustratos con condiciones superficiales: (a) P y (b) D.

En el caso de las probetas conformadas por la técnica de electroerosión y posteriormente recubiertas, se obtienen diferentes resultados. En las muestras D no recubiertas se observa una degradación mecánica superior al 50 % en relación a la condición P de referencia, en concordancia con investigaciones anteriores [7]. Sin embargo, la aplicación de revestimientos de TiN y TiAlN a los sustratos electroerosionados, produce un aumento significativo de su resistencia a fractura (45 y 60 % con TiN y TiAlN, respectivamente) en comparación con el valor medio obtenido para probetas D no recubiertas.

Por otra parte, el estudio por MEB de las superficies de rotura de todas las muestras ensayadas, permitió apreciar que:

- Las muestras P recubiertas y no recubiertas exhiben una rotura asociada a defectos ubicados en el volumen del material, aunque muy cercanos a la superficie expuesta a la máxima solicitación tensil (Figura 4). Estos defectos internos consisten, por lo general, en poros, carburos de gran tamaño o aglomerados de carburos en ausencia de fase ligante, que son inducidos durante el proceso de fabricación y sinterización del material.

- La fractura de las probetas D recubiertas y no recubiertas tiene su origen en los defectos superficiales, tales como micro-cráteres, introducidos durante el proceso de mecanizado por electroerosión. En las muestras D recubiertas tanto con TiN como con TiAlN, se observó un aumento en el tamaño de los defectos superficiales que controlan la rotura con respecto a probetas no recubiertas. Durante el proceso de deposición, los revestimientos parecen anclarse en las micro-cavidades producidas por la técnica de electroerosión (Figura 1b), resultando en una elevada adhesión al sustrato y en el incremento del tamaño de los defectos en la superficie del material al incorporarse el espesor del recubrimiento (Figura 5).

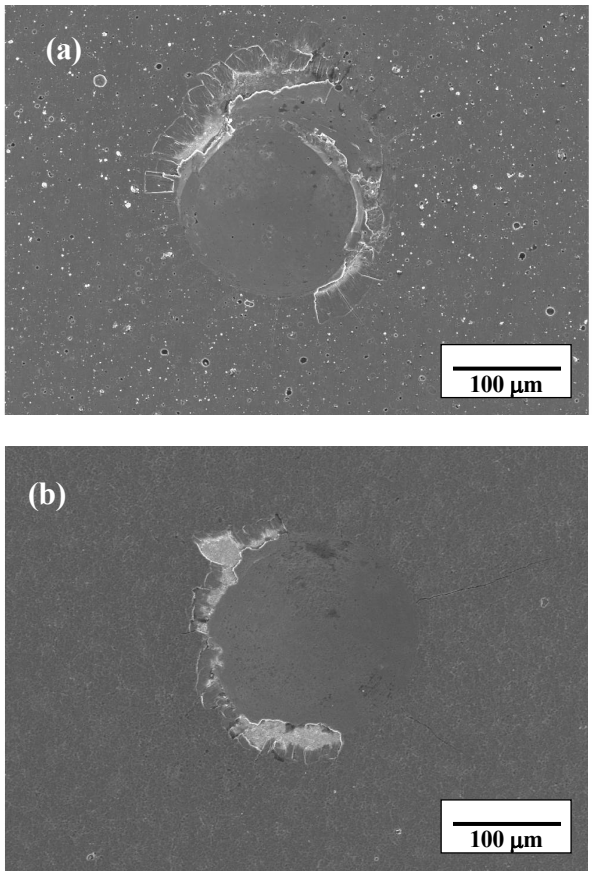


Figura 2: Indentaciones Rockwell C en recubrimientos de TiN aplicados a probetas (a) P y (b) D, a una carga de 490 N.

Con el fin de intentar racionalizar el comportamiento mecánico asociado a la aplicación de recubrimientos PVD en carburos cementados con diferentes condiciones superficiales, se llevó a cabo un análisis en el marco de la mecánica de la fractura elástico-lineal. Para ello, se parte del hecho bien conocido que la rotura de materiales frágiles como el WC-Co está normalmente asociada a la

propagación inestable de defectos existentes en el material. De esta forma, el nivel de resistencia mecánica viene dado en función de la tenacidad de fractura y del tamaño de defecto crítico existente para unas condiciones dadas, de acuerdo a la ecuación:

$$K_{Ic} = Y\sigma_{rot}\,(\pi\, a_c)^{1/2} \qquad (1)$$

donde K_{Ic} es la tenacidad de fractura del material, a_c es la longitud de la fisura crítica, σ_{rot} es la tensión de rotura e Y es un factor adimensional que depende de la geometría y de la forma tanto del defecto como de la solicitación. A partir de esta expresión se han estimado los valores de a_c calculando el factor adimensional Y correspondiente a una fisura semielíptica superficial mediante ecuaciones empíricas desarrolladas por Newman y Raju [11]. El valor de K_{Ic} fue evaluado en probetas entalladas y prefisuradas por compresión cíclica, resultando en un valor de 9,21 $MPa\sqrt{m}$. Información detallada de la metodología de evaluación de la tenacidad de fractura empleada puede ser consultada en otros trabajos por parte de los autores [12,13].

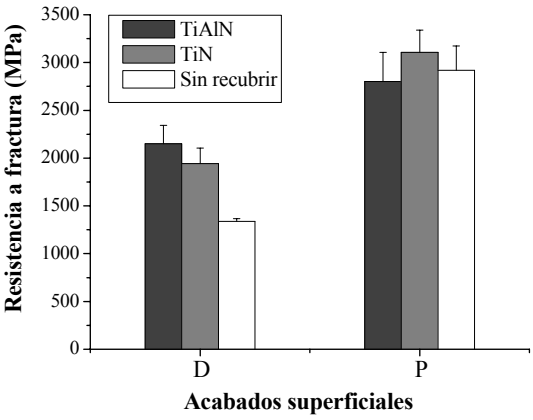


Figura 3: Resistencia a fractura de WC-10 % en peso de Co, para las dos condiciones superficiales estudiadas con y sin recubrimientos.

En la Figura 6 se muestra la correlación entre el tamaño de defecto crítico observado experimentalmente y el estimado (a_c) a partir de la ecuación (1). En este tipo de análisis, la falta de correspondencia 1 a 1 entre ambos valores se atribuye generalmente a la presencia de tensiones residuales en la superficie del material que no son considerados en la estimación del tamaño de defecto crítico, por ejemplo ref. [14]. En el caso de muestras desbastadas y pulidas con diamante sin recubrir, las tensiones residuales atribuidas al proceso de mecanizado son mínimas o prácticamente inexistentes, por lo que el tamaño de los defectos de rotura observados por MEB coinciden con los valores estimados. En las probetas D sin recubrir, las diferencias significativas entre los valores estimados y los experimentales (Figura 6) y la degradación de la resistencia a fractura (Figura 3), se asocia a la presencia de tensiones residuales de tracción inducidos en el material durante el proceso de conformado por eletroerosión. Estos esfuerzos residuales se pueden estimar a partir de la ecuación (1), resultando en rangos que oscilan entre 1-2 GPa, en concordancia con valores experimentalmente determinados por otros autores [6,15].

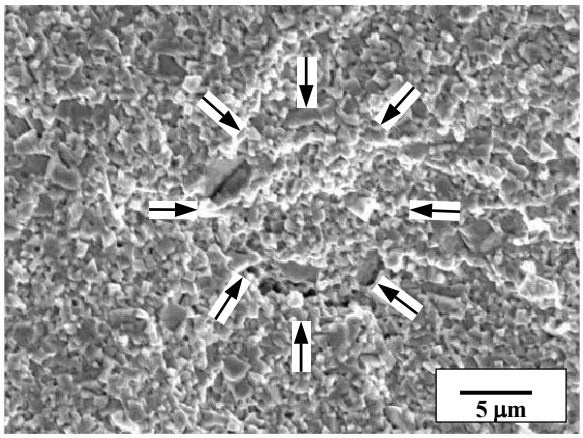


Figura 4: Foto por MEB de la superficie de fractura de una probeta P recubierta con TiN. Se muestra con flechas el defecto interno que controla la rotura del material.

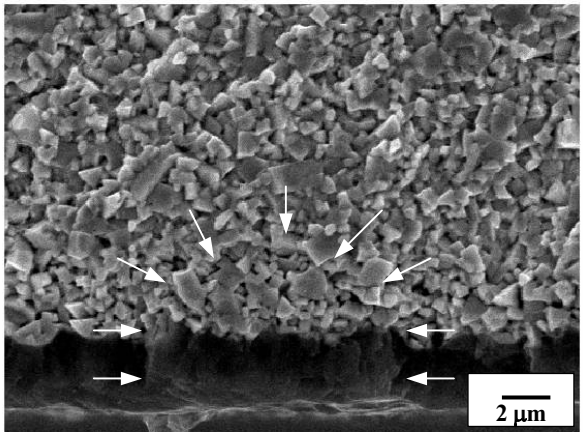


Figura 5: Foto por MEB de la superficie de fractura de una probeta D recubierta con TiN. Se muestra con flechas el defecto superficial asociado al inicio de la rotura.

En probetas P recubiertas, la rotura está asociada a defectos ubicados en el volumen del sustrato que no se ven afectados, en cuanto a su tamaño y severidad, por el estado tensional del sistema. De este modo, la resistencia a fractura del material no varía con la aplicación de los revestimientos PVD. A diferencia de esto, en muestras mecanizadas por electroerosión y posteriormente recubiertas, los defectos que originan la fractura se encuentran ubicados en la superficie del material. El tamaño de estos defectos aumenta en comparación con

probetas D no recubiertas como resultado del proceso de aplicación de los revestimientos. Sin embargo, la resistencia mecánica del material aumenta, hecho que debe estar asociado con una disminución de las tensiones residuales adscritas a la condición D no recubierta.

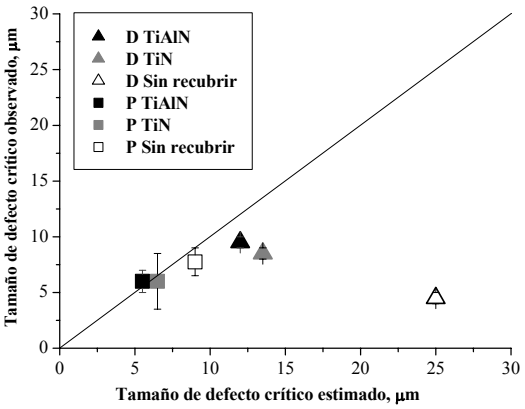


Figura 6: Tamaño del defecto crítico identificado experimentalmente en función del estimado a partir de la mecánica de la fractura elástico-lineal.

Con la finalidad de comprender los resultados obtenidos, es necesario conocer el estado de esfuerzos residuales relacionados con el proceso de aplicación de los revestimientos. Es bien sabido que los recubrimientos PVD, tales como TiN y TiAlN, se encuentran sometidos a tensiones residuales de compresión que se atribuyen a diferencias estructurales (esfuerzos intrínsecos) y/o a los distintos coeficientes de expansión térmica (esfuerzos extrínsecos) entre el sustrato y el recubrimiento, por ejemplo, ref. [16]. En consecuencia, el sustrato estará sometido a esfuerzos de tracción de menor magnitud que los del revestimiento, debido al mayor espesor del sustrato. Estos esfuerzos disminuyen hacia el interior del material. Asimismo, en la zona cercana a la intercara sustrato/recubrimiento, se produce una discontinuidad y los esfuerzos se reducen hasta anularse. Esto se corresponde con resultados de estudios que están llevando a cabo los autores, utilizando la técnica de difracción de rayos X. Así, se puede especular que el aumento del tamaño del defecto arriba referido no resulta tan importante como el efecto de disminución de los esfuerzos residuales hasta anularlos en la intercara sustrato/recubrimiento. De este modo, los defectos en la superficie del material, como consecuencia de la incorporación de los recubrimientos, no se encuentran sometidos a un estado tensional tan crítico como en el caso de muestras mecanizadas por electroerosión sin recubrir. Esto permite explicar la relativa concordancia entre el tamaño de los defectos estimados y los experimentales (Figura 6) por efecto de la aplicación de revestimientos PVD; y por tanto, el incremento en la resistencia a fractura del material (Figura 3). Las pequeñas diferencias que aún se observan pueden atribuirse a errores en la medición del tamaño del defecto experimental, en la aplicación de la mecánica de la fractura elástico-lineal y a tensiones residuales locales atribuidas a la geometría irregular (rugosa) de la intercara [17,18].

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha estudiado la influencia de revestimientos PVD de TiN y TiAlN nanoestructurado en la resistencia a fractura de un carburo cementado WC-Co mecanizado mediante dos procesos distintos: electroerosión y corte, desbaste y pulido con diamante. En el caso de probetas conformadas bajo modos convencionales y posteriormente recubiertas, no se observaron variaciones en las propiedades mecánicas del material. En estas muestras, la rotura está asociada a defectos ubicados en el volumen del sustrato que no se ven afectados, en cuanto a su tamaño y severidad, por el estado tensional del sistema sustrato/recubrimiento. En cuanto a probetas mecanizadas por electroerosión, la deposición de los revestimientos resultó en un incremento significativo de sus resistencia a fractura en comparación con muestras no recubiertas. Esto ha sido atribuido a la disminución del estado tensional crítico al que se ven sometidos los defectos superficiales introducidos durante el proceso de electroerosión, como consecuencia de la aplicación de revestimientos duros PVD.

AGRADECIMIENTOS

El presente estudio ha sido financiado por el Ministerio de Ciencia y Tecnología (MCYT) y por la Generalitat de Catalunya en el marco de los proyectos MAT2000-1014-C02, ACI2000-25 y DURSI 2001SGR-00229. El trabajo ha sido desarrollado con la colaboración de los entes industriales DURIT Ibérica, Mecanizados Gines y Balzers-Elay. Los autores agradecen, especialmente, a M. Marsal (Servei de Microscopia Electrònica, UPC) por la asistencia experimental en el estudio por microscopía electrónica de barrido convencional y a F. Wakai por permitir el uso del microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (Center of Materials Design, Tokio Institute of Technology, Yokohama, Japón) por parte de uno de los autores del trabajo (J. Calderón). Finalmente, B. Casas aprecia la beca FPI concedida por el MCYT.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] Bull, S. y Rickerby, S., "Characterization of hard coatings" en Handbook of Hard Coatings (Ed. Bunshah, R.) pp. 181-182, Materials Science and Processing Technology Series, Noyes Publications/William Andrew Publishing, LLC, New York, USA (2001).

[2] Petrofes, N. y Gadalla, A., "Processing aspects of shaping advanced materials by electrical discharge machining", Adv. Mater. & Manuf. Proc., 3 (1), 127-153 (1988).

[3] Lenz, E.; Katz, E.; König, W. y Wertheim, R., "Cracking behaviour of sintered carbides during EDM", Annals of CIRP 24, 109-114 (1975).

[4] Heuvelman, C., "Summary report on the CIRP Cooperative research on spark-erosion machining of cemented carbides (die-sinking)" Annals of CIRP 29, 541-544 (1980).

[5] Gadalla, A. y Tsai, W., "Electrical discharge machining of tungsten carbide-cobalt composites", J. Am. Ceram. Soc., 72 (8), 1396-1401 (1989).

[6] Gadalla, A. y Tsai, W., "Machining of WC-Co composites", Mater. & Manuf. Proc., 4 (3), 411-423 (1989).

[7] Llanes, L.; Idañez, E.; Marsal, M.; Mateo, A. y Anglada, M., "Resistencia a fractura de carburos cementados (WC-Co): Influencia del acabado superficial", Anales de Mecánica de la Fractura, 16, 204-209 (1999).

[8] Llanes, L.; Idañez, E.; Martínez, E.; Casas, B. y Esteve, J., "Influence of electrical discharge machining on the sliding contact response of cemented carbides", Int. J. Ref. Metals & Hard Mater., 19, 35-40 (2001).

[9] Yadav, V.; Jain, V. y Dixit, P., "Thermal stresses due to electrical discharge machining", Int. J. Mach. Tools & Manuf., 42, 877-888 (2002).

[10] Jindal, P.; Santhanam, A.; Schleinkofer, U. y Shuster, A., "Performance of PVD TiN, TiCN, TiCN, and TiAlN coated cemented carbide tools in turning", Int. J. Ref. Metals & Hard Mater., 17, 163-170 (1999).

[11] Newman, J. y Raju, I., "An empirical stress-intensity factor equation for the surface crack", Eng. Fract. Mech. 15, 185-192 (1981).

[12] Torres, Y.; Casellas, D.; Anglada, M. y Llanes, L., "Fracture toughness evaluation of hardmetals: influence of testing procedure", Int. J. Ref. Metals & Hard Mater., 19, 27-34 (2001).

[13] Torres, Y.; Anglada, M. y Llanes, L., "Influencia del contenido de ligante en la resistencia a la propagación de grietas por fatiga de carburos cementados", Anales de Mecánica de la Fractura, 18, 91-96 (2001).

[14] Rice, R., "Monolithic and composite ceramic machining flaw-microstructure-strength effects: model evaluation", J. Eur. Ceram. Soc. 22, 1411-1424 (2002).

[15] Kamachi, K.; Toru, I.; Yamamoto, T. y Nakamura, S., "Deterioration of mechanical properties of WC-Co cemented carbides by discharge spark erosion method", J. Japan Inst. Metals, 52 (6), 581-587 (1988).

[16] Vlasved, A.; Harris, S.; Doyle, E.; Lewis, D. y Munz, W., "Characterisation and performance of partially filtered arc TiAlN coatings", Surf. Coat. Tecnol. 149, 217-224 (2002).

[17] Strawbridge, A. y Evans, H., "Mechanical failure of thin brittle coatings", Eng. Failure Anal., 2 (2), 85-103 (1995).

[18] Wiklund, U.; Gunnars, J. y Hogmark, S., "Influence of residual stresses on fracture and delamination of thin hard coatings", Wear, 232, 262-269 (1999).