

## CARACTERIZACIÓN DE RECUBRIMIENTOS PVD DE TiN SOBRE ADI

D.A. Colombo<sup>(1,2)</sup>, M.D. Echeverría<sup>(1)</sup>, O.J. Moncada<sup>(1,2)</sup> y J.M. Massone<sup>(2)</sup>

(1) Grupo Tecnología Mecánica

(2) División Metalurgia INTEMA

Facultad de Ingeniería – Universidad Nacional de Mar del Plata

J.B. Justo 4302, (B7608FDQ) Mar del Plata, Argentina

E-mail (autor de contacto): [diegocolombo@fi.mdp.edu.ar](mailto:diegocolombo@fi.mdp.edu.ar)

### RESUMEN

*Las fundiciones esferoidales austemperadas (ADI) han tenido un creciente avance en la fabricación de componentes mecánicos durante las últimas décadas. Más recientemente, la aplicación de recubrimientos duros por deposición física de vapores (PVD) sobre ADI ha permitido obtener mejoras en las propiedades mecánicas y en las resistencias a la fatiga y corrosión.*

*En este trabajo se aplican recubrimientos PVD de TiN sobre muestras de ADI de distintos grados y conteos nodulares, en un reactor industrial y a temperaturas de 300 y 280°C, adecuando el resto de los parámetros de proceso a tales temperaturas. Se avanza en el estudio de los efectos de la temperatura y otros parámetros sobre las características de los recubrimientos y los posibles cambios en la microestructura de los sustratos. Se determinan fases presentes, textura cristalográfica, espesor, dureza, módulo elástico, topografía superficial y adherencia de los recubrimientos. Además, se realiza la caracterización metalográfica y se determina la cantidad de austenita retenida en los distintos sustratos, antes y después de la deposición.*

*Los recubrimientos PVD de TiN sobre ADI muestran una fuerte orientación preferencial del plano (111) paralelo a la superficie. Las variaciones en la cantidad de austenita retenida para las muestras recubiertas a 300°C son muy leves, y para las recubiertas a 280°C prácticamente nulas. La topografía superficial de las muestras recubiertas es afectada por las características microestructurales y modo de preparación de los sustratos, y por la topografía inducida por el proceso PVD. La deposición a más baja temperatura genera una película con características más pobres en cuanto a espesor, dureza y módulo elástico. La adherencia de los recubrimientos es de buena calidad sobre todos los sustratos y no varía entre los grados de ADI estudiados ni con el conteo nodular dentro de cada grado. Variaciones en las características de los recubrimientos tampoco afectan a la adherencia.*

### Tópico 2: Materiales metálicos.

**Palabras clave:** ADI, recubrimientos PVD, TiN, adherencia.

### 1. INTRODUCCIÓN

Las fundiciones esferoidales austemperadas (ADI) han tenido un creciente avance en la fabricación de componentes mecánicos durante las últimas décadas. Más recientemente, la aplicación de recubrimientos duros por deposición física de vapores (PVD) sobre ADI ha permitido obtener mejoras en las propiedades mecánicas y en las resistencias a la fatiga y corrosión [1-3].

La microestructura ausferrítica está formada por una mezcla fina de ferrita acicular y austenita metaestable, de alto carbono. La austenita queda retenida a temperatura ambiente debido a que el crecimiento de la ferrita bainítica incrementa el contenido de carbono de la austenita adyacente, disminuyendo su temperatura de transformación martensítica (Ms) por debajo de la temperatura ambiente. Si se le da suficiente temperatura y tiempo, la austenita puede disminuir su energía transformándose en una mezcla de ferrita y cementita, deteriorándose de este modo las propiedades mecánicas del material [4]. Por lo tanto, cualquier tratamiento superficial que implique la exposición de ADI a temperaturas elevadas durante tiempos prolongados, puede activar los mecanismos de descomposición descriptos.

Estudios realizados con recubrimientos PVD de TiN y CrN aplicados en condiciones de proceso habitualmente empleadas en la industria para aceros en general, sobre fundiciones esferoidales de distinto conteo nodular austemperadas a 360°C, provocan degradación de la microestructura ausferrítica con importante disminución de la cantidad de austenita retenida y alteración de la dureza de la matriz metálica [5] para temperaturas de 350 y 400°C, con tiempos de deposición de 90 y 60min respectivamente.

Por su parte, estudios efectuados por los autores de este trabajo [6], sobre ADI de distintos grados y conteos nodulares, muestran que recubrimientos de PVD TiN aplicados en un reactor industrial a 300°C durante 120min presentan características aceptables de espesor, dureza y adherencia sin producir deterioro significativo de la microestructura ausferrítica, observándose sólo una ligera disminución de la cantidad de austenita retenida. La adherencia mejora para los sustratos de menor conteo nodular y mayor rugosidad, y no es afectada por la diferencia de dureza entre los grados de ADI estudiados.

Las propiedades del recubrimiento y su reproducibilidad dependen de las características del sustrato (limpieza previa a la deposición, microestructura, topografía superficial, propiedades mecánicas, compatibilidad fisicoquímica con el material del recubrimiento), de la técnica PVD utilizada y de los parámetros del proceso (presión de la cámara, ángulo de incidencia y distribución del flujo de gases, densidad de corriente, voltaje de polarización, temperatura del sustrato) [7].

En este trabajo se avanza en el estudio de los efectos de la temperatura y otros parámetros del proceso PVD sobre las características de recubrimientos de TiN y los posibles cambios en la microestructura de sustratos de ADI. Los recubrimientos se aplican en un reactor industrial utilizando la técnica PVD de plateado iónico con arco catódico. Se realizan deposiciones a 300 y 280°C, adecuando el resto de los parámetros de proceso a tales temperaturas. Se utilizan sustratos de distintos conteos nodulares, austemperados a 280 y 360°C. Se determinan fases presentes, textura cristalográfica, espesor, dureza, módulo elástico, topografía superficial y adherencia de los recubrimientos depositados sobre cada sustrato. Además, se realiza la caracterización metalográfica y se determina la cantidad de austenita retenida de los sustratos, antes y después de la deposición.

## **2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

### **2.1. Preparación de los sustratos**

Se empleó fundición esferoidal (FE) producida en un horno de inducción de media frecuencia (3KHz) y 55kg de capacidad, siguiendo prácticas convencionales de fusión, nodulización, inoculación y colado en moldes de arena. La carga consistió en arrabio (31%), chatarra de acero (65%), y el resto carburante y FeSi en piedras.

El metal fue fundido y sobrecalentado hasta los 1550°C. La extracción y tratamiento del metal líquido se realizó en dos cucharas. En la primera cuchara se realizó la nodulización, utilizando FeSiMg (6% Mg). La inoculación se realizó durante el traspaso a la segunda cuchara, inoculando en el chorro con un 0,65% de FeSi (75% Si).

Se colaron moldes con placas de 4 y 6mm de espesor usando un modelo de disposición vertical y también se colaron bloques “Y” de 1/2”, obteniéndose tres conteos nodulares diferentes. La composición química (% en peso) del material colado, medida por espectroscopía de emisión óptica con excitación por chispa, resultó: C: 3,4; Si: 2,7; Mn: 0,21; S: 0,008; P: 0,027; Mg: 0,033. CE: 4,30.

Las placas y bloques “Y” fueron cortados y mecanizados por aserrado y limado para obtener muestras prismáticas de dimensiones nominales 25x25x3,5mm, aproximadamente.

Las muestras fueron divididas en dos grupos, y cada grupo fue sometido a diferente tratamiento térmico de austemperado para satisfacer grados de ADI de alta resistencia y de alta ductilidad, grados 5 y 1 de la norma ASTM 897-90 respectivamente. Los tratamientos consistieron en un austenizado a 910°C durante 120min, en caja con carbonilla para evitar descarburación, seguido de un austemperado en baño de sales a temperaturas de 280 y 360°C durante 90min y posterior enfriamiento al aire hasta temperatura ambiente. Las muestras tratadas fueron sometidas a un pulido manual progresivo con lija al agua de SiC hasta granulometría 600.

Las muestras austemperadas a 280 y 360°C se identificaron como “ADI280” y “ADI360” respectivamente.

### **2.2. Proceso de recubrimiento PVD**

Los recubrimientos de TiN se aplicaron en un reactor industrial utilizando la técnica PVD de plateado iónico con arco catódico. Los sustratos fueron previamente desengrasados, limpiados en baño ultrasónico, enjuagados con alcohol isopropílico y secados con aire caliente. Dentro del reactor, se realizó una nueva limpieza de los

sustratos mediante un bombardeo iónico, eliminando restos de óxidos u otros contaminantes. Se realizaron deposiciones a 300 y 280°C, adecuando el resto de los parámetros de proceso a tales temperaturas y manteniendo constante el tiempo de deposición. Los parámetros empleados en cada proceso se listan en la Tabla 1. Los procesos realizados a 300 y 280°C fueron identificados como “TiN300” y “TiN280” respectivamente.

### 2.3. Caracterización de sustratos y recubrimientos

Se determinaron valores promedios de conteo nodular para cada espesor colado, mediante microscopía óptica (Olympus PMG3) y procesamiento digital de imágenes, tomando como valor umbral un diámetro de nódulo de 5µm. Se determinó la dureza Vickers de las muestras tratadas térmicamente utilizando un durómetro universal Durotest DU250. Los valores de conteo nodular y dureza de los distintos sustratos se detallan en la Tabla 2.

**Tabla 1.** Parámetros del proceso PVD

Proceso	TiN300	TiN280
Material del blanco	Ti (99,9%)	Ti (99,9%)
Gas reactivo	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
Tensión de polarización (V)	-250	-150
Corriente de arco (A)	65	60
Presión de la cámara (Pa)	2	1,5
Temperatura del sustrato (°C)	300	280
Tiempo de deposición (min)	120	120

**Tabla 2.** Características de los sustratos

Sustrato	Origen	Conteo nodular [nod/mm <sup>2</sup> ]	Dureza [HV <sub>30</sub> ]
ADI360	Bloque Y 1/2"	494	348
	Placa 6mm	593	366
	Placa 4mm	1056	385
ADI280	Bloque Y 1/2"	494	454
	Placa 6mm	593	481
	Placa 4mm	1056	511

Se determinaron fases presentes en sustratos y recubrimientos, utilizando DRX. Se empleó un difractómetro Panalytical X'pert PRO con radiación K $\alpha$  de Cu. Los difractogramas fueron registrados en un rango de 2 $\theta$  desde 30° hasta 90°, en pasos de 0,02° y con una velocidad de 1seg/paso.

Con el fin de analizar los efectos del proceso PVD sobre la microestructura de ADI, se realizó la caracterización metalográfica mediante microscopía óptica, y se determinó la cantidad de austenita retenida de las distintas matrices ausferríticas, antes y después de la deposición, mediante el procesamiento de los diagramas de DRX utilizando el software PowderCell. Para registrar los difractogramas de los sustratos luego de la deposición, los recubrimientos fueron removidos mediante pulido manual con lija al agua.

La topografía superficial de las muestras, antes y después de la deposición, se evaluó mediante el análisis de dos parámetros de rugosidad, la rugosidad media (Ra) y la asimetría del perfil (Rsk). Se utilizó un rugosímetro de contacto Taylor Hobson con un cut-off de 0,8mm. Además, se observó la superficie de las muestras recubiertas mediante SEM (JEOL JSM-6460LV).

Sobre imágenes digitales, obtenidas mediante SEM, correspondientes a secciones transversales fracturadas de las muestras recubiertas, se midió el espesor de los recubrimientos.

Se determinó la dureza Knoop de sustratos y recubrimientos utilizando una carga de 15g.

Se realizaron ensayos de nanoindentación instrumentada utilizando un equipo Hysitron TI 900 Triboindenter. Se empleó un indentador Berkovich y el equipo se operó en el modo control de carga, aplicando cargas máximas de 14 y 5mN para las muestras TiN300 y TiN280, respectivamente. La dureza y el módulo elástico reducido de los recubrimientos se calcularon mediante el método de Oliver – Pharr [8].

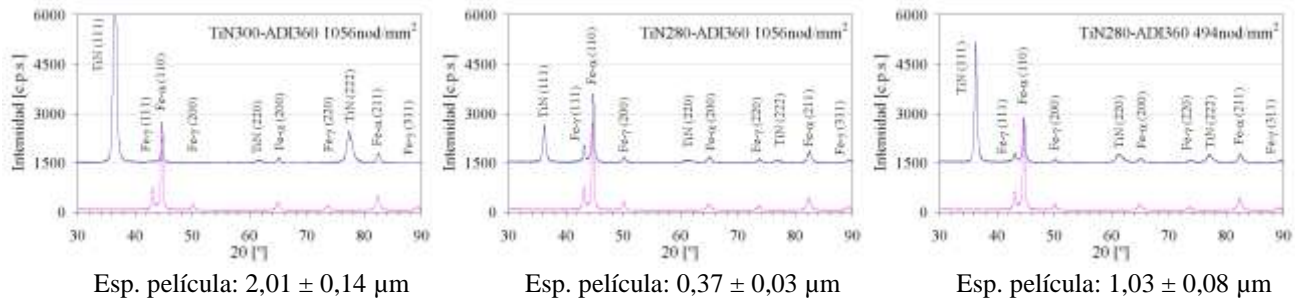
El módulo elástico real del recubrimiento puede obtenerse a partir de su módulo elástico reducido utilizando la expresión  $1/E_r = (1 - \nu_m^2)/E_m + (1 - \nu_i^2)/E_i$ , siendo los subíndices  $m$  e  $i$  las constantes elásticas del recubrimiento y del indentador, respectivamente.  $E$  es el módulo de Young y  $\nu$  el coeficiente de Poisson. Las constantes del indentador usadas fueron  $E_i = 1140$  GPa y  $\nu_i = 0,07$ . Se asumió  $\nu_m = 0,25$  para TiN [9].

La adherencia de los recubrimientos se evaluó utilizando la técnica de indentación Rockwell-C. Se aplicó una carga de 150kg. Las zonas adyacentes al borde de las improntas se observaron a 100 aumentos en un microscopio óptico y el daño provocado al recubrimiento se comparó con un patrón de calidades de adherencia y se clasificó según un índice que varía entre HF1 y HF6. Los índices HF1 a HF4 representan buena adherencia, mientras que los índices HF5 y HF6 adherencia insuficiente [10].

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. Identificación de fases

La Figura 1 muestra algunos diagramas de difracción de las muestras TiN300 y TiN280, y de sus respectivos sustratos. Los diagramas de las muestras recubiertas muestran los picos de difracción principales de TiN y algunos de los picos de las fases pertenecientes a los sustratos, debido a que la profundidad de penetración de los RX es mayor al espesor de los recubrimientos. Sobre todos los sustratos, se observa el crecimiento de la película de TiN con una orientación preferencial del plano (111) paralelo a la superficie. En coherencia con otros estudios [11-12], se observa menor intensidad de los picos de TiN al disminuir el espesor de película. Variaciones en el espesor de película, como se verá más adelante, se evidencian al modificar las condiciones del proceso PVD.



**Figura 1.** Diagramas de difracción de las muestras recubiertas y sin recubrir

#### 3.2. Microestructura de los sustratos

En la Figura 2 puede verse que la deposición, para los distintos parámetros de proceso empleados, no produce cambios sensibles en la microestructura de los sustratos. El análisis de los difractogramas revela que las variaciones en la cantidad de austenita retenida para las muestras TiN280 son prácticamente nulas y muy leves para las muestras TiN300, según muestra la Tabla 3. Puede inferirse la conveniencia de disminuir la temperatura de trabajo, ya que para el rango de temperaturas estudiado, una disminución de 20°C inhibe totalmente el proceso de transformación de la austenita retenida. No obstante ello, se prevé completar el análisis de los efectos de los parámetros del proceso, teniendo en cuenta su efecto sobre las características de los recubrimientos.



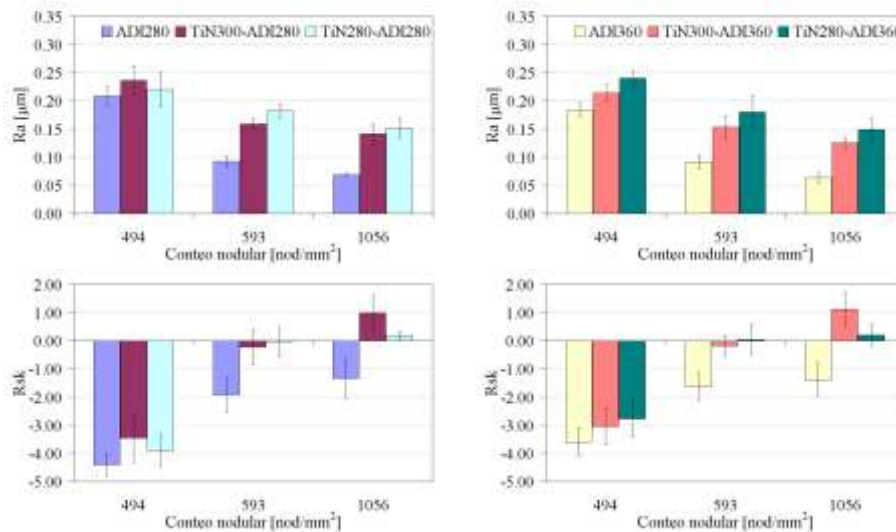
**Figura 2.** Microestructura de los sustratos antes y después de la deposición: (a) ADI280 494nod/mm<sup>2</sup>, (b) TiN300-ADI280 494nod/mm<sup>2</sup>, (c) TiN280-ADI280 494nod/mm<sup>2</sup>

**Tabla 3.** Cantidad de austenita retenida [vol %] en los sustratos antes y después de la deposición

Sustrato	Conteo nodular [nod/mm <sup>2</sup> ]	TiN300		TiN280	
		Antes	Después	Antes	Después
ADI360	494	30,0	29,4	30,3	30,2
	593	31,6	31,0	30,8	30,7
	1056	32,1	31,5	29,9	29,8
ADI280	494	20,4	19,7	19,1	19,0
	593	16,4	15,8	17,3	17,2
	1056	17,3	16,8	18,3	18,2

### 3.3. Topografía superficial

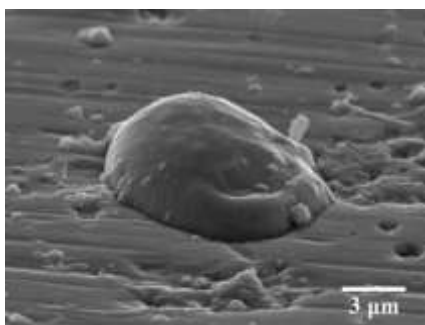
La Figura 3 muestra valores de los parámetros de rugosidad de las muestras antes y después de la deposición.



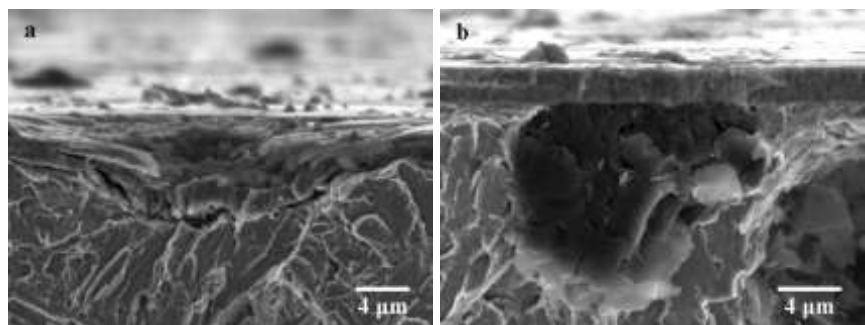
**Figura 3.** Parámetros de rugosidad de las muestras recubiertas y sin recubrir

Los parámetros Ra y Rsk de los sustratos no varían significativamente entre los dos grados de ADI estudiados, pero en cambio, varían con el conteo nodular dentro de cada grado. Es predominante la presencia de cráteres en la superficie de los sustratos ( $R_{sk} < 0$ ). Esto puede atribuirse a la remoción parcial o completa del grafito de algunos nódulos superficiales durante la preparación de las probetas, debido al tipo de pulido empleado [13] y a la baja resistencia mecánica del grafito respecto a la matriz metálica. Los parámetros Ra y Rsk son mayores para los conteos más bajos, pues los nódulos tienen mayor tamaño y por consiguiente también los cráteres generados. Los procesos de deposición modifican la topografía superficial de las muestras, produciendo un aumento de la rugosidad media y un cambio en la asimetría de los perfiles. Estas alteraciones pueden atribuirse al tipo de proceso utilizado y a la presencia de micropartículas de Ti puro adheridas a la película [14]. En concordancia con otros autores [15-16], un proceso de deposición que utiliza menor tensión de polarización, menor presión de la cámara y/o menor temperatura de trabajo, provoca mayores variaciones en los parámetros de rugosidad, como se observa en general para las muestras TiN280.

La Figura 4 muestra una micrografía superficial SEM de una de las muestras TiN300, donde se observa una macropartícula adherida a la película. La Figura 5a muestra que la película copia la forma de los cráteres generados en la superficie de los sustratos durante la etapa de pulido. El aspecto del recubrimiento en esa zona puede atribuirse a que el cráter opera como un defecto superficial promotor de una formación irregular de la película. Por otro lado, en la Figura 5b, puede verse que la continuidad de la película no se altera por la presencia de los nódulos de grafito superficiales que soportaron el pulido sin ser removidos.



**Figura 4.** Micrografía SEM mostrando una macropartícula adherida a la película



**Figura 5.** Micrografías SEM mostrando la morfología de la película: (a) sobre un cráter, (b) sobre un nódulo superficial no removido

### 3.4. Características de los recubrimientos

En la Tabla 4 se reportan valores de espesor de película, dureza y adherencia de los recubrimientos de TiN.

**Tabla 4.** Características de los recubrimientos

Sustrato	Conteo Nodular [nod/mm <sup>2</sup> ]	Dureza [HK <sub>0,015</sub> ]	TiN300			TiN280		
			Espesor [μm]	Dureza [HK <sub>0,015</sub> ]	Adherencia [HF]	Espesor [μm]	Dureza [HK <sub>0,015</sub> ]	Adherencia [HF]
ADI360	494	369 ± 18	1,81 ± 0,13	1710 ± 36	1 – 2	1,03 ± 0,08	739 ± 53	1 – 2
	593	394 ± 13	1,74 ± 0,12	1785 ± 36	1 – 2	0,97 ± 0,08	792 ± 59	1 – 2
	1056	417 ± 19	2,01 ± 0,13	1865 ± 49	1 – 2	0,37 ± 0,03	635 ± 74	1 – 2
ADI280	494	487 ± 21	2,02 ± 0,13	1870 ± 32	1 – 2	0,33 ± 0,03	797 ± 65	1 – 2
	593	513 ± 12	1,92 ± 0,11	1951 ± 36	1 – 2	1,05 ± 0,10	1019 ± 69	1 – 2
	1056	584 ± 20	1,89 ± 0,15	2215 ± 47	1 – 2	0,38 ± 0,04	892 ± 70	1 – 2

El espesor de película de las muestras TiN300, comprendido en el rango de 1,74 a 2,02 μm, se sitúa en el orden de los reportados en la bibliografía [17], mientras que el de las muestras TiN280 resultó significativamente inferior, con valores entre 0,33 y 1,05 μm, para iguales tiempos de deposición. La dispersión en los valores, para cada proceso, se atribuye a la diferente posición que adoptan las muestras dentro del reactor.

La dureza Knoop de las muestras TiN300, comprende el rango de 1710 a 2215 HK y se ubica dentro del rango de valores reportados en la bibliografía [18]. En las muestras TiN280 resultó significativamente menor, y en ambos casos varía con el grado de ADI y el conteo nodular.

Es sabido que la respuesta mecánica del sistema recubrimiento – sustrato ante una indentación, depende de la profundidad de penetración del indentador (h) y del espesor del propio recubrimiento (t). Relaciones h/t < 0,1 indican que la influencia del sustrato en la deformación es mínima y que la respuesta del sistema está dominada por las características del recubrimiento. Para relaciones h/t > 0,1 la respuesta es mixta, influenciada por las características del sustrato y del recubrimiento.

Si bien, para realizar las indentaciones Knoop se utilizó la menor carga disponible (15g) que permitió resolver por medios ópticos las dimensiones de las improntas, dio como resultado relaciones h/t de 0,18 a 0,21 para las muestras TiN300 y de 0,42 a 0,54 para las muestras TiN280, evidenciando la influencia de los sustratos.

Para minimizar la influencia de los sustratos en los valores de dureza de los recubrimientos se realizaron ensayos de nanoindentación instrumentada limitando la relación h/t a valores menores a 0,1 a través del control de la carga aplicada. En la Tabla 5 se reportan los valores de dureza y módulo elástico obtenidos.

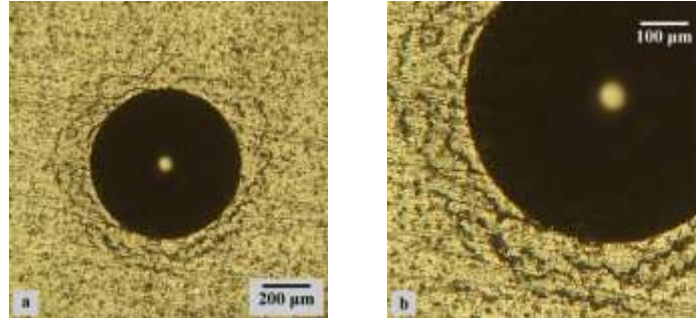
**Tabla 5.** Dureza y módulo elástico de los recubrimientos, obtenidos mediante nanoindentación

Muestra	Conteo nodular [nod/mm <sup>2</sup> ]	TiN300		TiN280	
		Dureza [GPa]	M. elástico [GPa]	Dureza [GPa]	M. elástico [GPa]
ADI360	494	24,07 ± 2,34	346,63 ± 20,63	21,78 ± 7,20	311,76 ± 40,74
	593	24,22 ± 3,16	341,51 ± 30,49	23,15 ± 4,94	315,57 ± 38,47
	1056	24,59 ± 2,54	340,06 ± 27,82	--	--
ADI280	494	24,11 ± 2,62	326,35 ± 37,04	--	--
	593	24,42 ± 2,55	331,48 ± 32,72	21,65 ± 11,41	307,17 ± 65,43
	1056	24,30 ± 2,39	331,41 ± 68,99	--	--

La dureza y módulo elástico de las muestras TiN300 y TiN280 se hallan dentro del rango de datos reportados en la bibliografía [11, 19]. No se evidencia el efecto de los sustratos en las propiedades de los recubrimientos obtenidas mediante técnicas de nanoindentación. Sin embargo, los valores se reducen en las muestras TiN280 de espesor ~1 μm. Por otro lado, en las muestras TiN280 de espesor ~0,4 μm no se pudieron obtener valores representativos. Esto puede atribuirse a que para las profundidades de penetración requeridas (~30 nm), la rugosidad de la superficie influye marcadamente en los resultados de las indentaciones.

La adherencia de los recubrimientos a los sustratos es de buena calidad, con índices entre HF1 y HF2. No se produjeron delaminaciones en ningún caso. La adherencia no varía entre los grados de ADI estudiados ni con el conteo nodular dentro de cada grado. Las variaciones de espesor, nanodureza y módulo elástico entre las muestras TiN300 y TiN280 tampoco provocan efecto alguno. Los patrones de fisuración no se corresponden

completamente con los tabulados en la norma de referencia, sino que se observa la preponderancia de fisuras circunferenciales alrededor de las improntas, como muestra la Figura 6. Se aprecia cierta influencia de los nódulos superficiales, ya que las fisuras se alinean entre los cráteres generados en los sustratos durante el pulido. Se prevén futuros estudios para determinar la influencia de los nódulos superficiales en los mecanismos de fisuración de los recubrimientos.



**Figura 6.** Impronta Rockwell-C: (a) TiN300-ADI280 1056nod/mm<sup>2</sup>,  
(b) detalle fisuras circunferenciales

Si bien desde el punto de vista de la estabilidad de los sustratos, el proceso TiN280 inhibe completamente el proceso de transformación de la austenita retenida, se observa que al disminuir la tensión de polarización, la presión de la cámara, la corriente de arco y la temperatura de trabajo, para igual tiempo de deposición, disminuye el espesor de película y más levemente la nanodureza y el módulo elástico de los recubrimientos. Esto puede atribuirse a que el reactor empleado, operando en tales condiciones, se encuentra cerca del límite inferior de funcionamiento, por lo que se obtiene un plasma de baja energía y una película de características más pobres. Por lo tanto, puede inferirse la conveniencia de utilizar el proceso TiN300, ya que las variaciones en la cantidad de austenita retenida, principal parámetro para evaluar la degradación de los sustratos, son insignificantes y las características de los recubrimientos obtenidos son superiores.

#### 4. CONCLUSIONES

Los recubrimientos PVD de TiN sobre muestras de ADI grados 1 y 5, de distinto conteo nodular muestran una fuerte orientación preferencial del plano (111) paralelo a la superficie. La intensidad de los picos de TiN disminuye con el espesor de película.

Las variaciones en la cantidad de austenita retenida para las muestras recubiertas a 300°C son muy leves, y para las recubiertas a 280°C prácticamente nulas. Una disminución de 20°C en la temperatura de trabajo, manteniendo constante el tiempo de deposición, inhibe el proceso de transformación de la austenita. No se observan cambios apreciables en las metalografías de los sustratos luego de la deposición para ambas condiciones de proceso.

La topografía superficial de las muestras recubiertas es afectada por las características microestructurales y modo de preparación de los sustratos, y por la topografía inducida por el proceso de deposición utilizado. La deposición a 280°C provoca mayores variaciones en los parámetros de rugosidad.

El espesor de película de los recubrimientos aplicados a 280°C es significativamente inferior al espesor de los aplicados a 300°C, para el mismo tiempo de deposición.

La dureza Knoop de los recubrimientos está afectada por las características de los respectivos sustratos. La influencia es mayor en las muestras con espesor de película más pequeño, para una misma carga aplicada.

La nanodureza y módulo elástico de los recubrimientos no están influenciados por las características de los sustratos. Sin embargo, condiciones de baja energía, como las obtenidas en la deposición a 280°C, generan películas de menor nanodureza y módulo elástico.

La adherencia de los recubrimientos es de buena calidad sobre todos los sustratos, con índices entre HF1 y HF2, y no varía entre los grados de ADI estudiados ni con el conteo nodular dentro de cada grado. Variaciones en el espesor de película tampoco afectan a la adherencia. Los patrones de fisuración muestran la presencia predominante de fisuras circunferenciales alrededor de las improntas.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento a la empresa Sudosilo S.A. por su desinteresada colaboración en la realización de los recubrimientos.

## REFERENCIAS

1. J.M. Massone, R.E. Boeri and J.A. Sikora, "Changes in the structure and properties of ADI on exposure to high temperature"; *International Journal of Cast Metals Research*, 9 (1996), p. 79-92.
2. H. P. Feng, S. C. Lee, C. H. Hsu and J. M. Ho, "Study of high cycle fatigue of PVD surface-modified austempered ductile iron"; *Materials Chemistry and Physics*, 59 (1999), p. 154-161.
3. C.-H. Hsu, K.-L. Chen and J.-H. Lu, "Effects of electroless nickel interlayer on surface properties of CrN arc-coated austempered ductile iron"; *Surface and Coatings Technology*, 203 (2008), p. 868-871.
4. Cheng-Hsun Hsu, Jung-Kai Lu and Rung-Jie Tsai, "Effects of low-temperature coating process on mechanical behaviors of ADI"; *Materials Science and Engineering: A*, 398 (2005), p. 282-290.
5. D.A. Colombo, M.D. Echeverría, J.M. Massone and O.J. Moncada, "Recubrimientos PVD de baja temperatura sobre ADI"; *Anales SAM/CONAMET*, 2009, p. 984-989.
6. P.J. Semenzato, M.D. Echeverría, O.J. Moncada and J.A. Sikora, "Recubrimientos PVD a diferentes temperaturas sobre ADI"; *Anales SAM/CONAMET*, 2009, p. 1002-1007.
7. D.M. Mattox, "Growth and growth-related properties of films formed by Physical Vapor Deposition", in *ASM Handbook Vol. 5: Surface Engineering*, 1994, ASM International. p. 538-555.
8. W. Oliver and G. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments"; *Journal of Materials Research*, 7 (1992), p. 1564-1583.
9. Fouad Attar and Thomas Johannesson, "Adhesion evaluation of thin ceramic coatings on tool steel using the scratch testing technique"; *Surface and Coatings Technology*, 78 (1996), p. 87-102.
10. W. Heinke, A. Leyland, A. Matthews, G. Berg, C. Friedrich and E. Broszeit, "Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests"; *Thin Solid Films*, 270 (1995), p. 431-438.
11. Wen-Jun Chou, Ge-Ping Yu and Jia-Hong Huang, "Deposition of TiN thin films on Si(100) by HCD ion plating"; *Surface and Coatings Technology*, 140 (2001), p. 206-214.
12. Wen-Jun Chou, Ge-Ping Yu and Jia-Hong Huang, "Mechanical properties of TiN thin film coatings on 304 stainless steel substrates"; *Surface and Coatings Technology*, 149 (2002), p. 7-13.
13. Janina M. Radzikowska, "Effect of specimen preparation on evaluation of cast iron microstructures"; *Materials Characterization*, 54 (2005), p. 287-304.
14. J.M. Cairney, S.G. Harris, L.W. Ma, P.R. Munroe and E.D. Doyle, "Characterisation of TiN and TiAlN thin films deposited on ground surfaces using focused ion beam milling"; *Journal of Materials Science*, 39 (2004), p. 3569-3575.
15. M. Ali, E. Hamzah, I. A. Qazi and M. R. M. Toff, "Effect of cathodic arc PVD parameters on roughness of TiN coating on steel substrate"; *Current Applied Physics*, 10 (2010), p. 471-474.
16. S.G. Harris, E.D. Doyle, Y.C. Wong, P.R. Munroe, J.M. Cairney and J.M. Long, "Reducing the macroparticle content of cathodic arc evaporated TiN coatings"; *Surface and Coatings Technology*, 183 (2004), p. 283-294.
17. C.-H. Hsu, M.-L. Chen and K.-L. Lai, "Corrosion resistance of TiN/TiAlN-coated ADI by cathodic arc deposition"; *Materials Science and Engineering: A*, 421 (2006), p. 182-190.
18. J. Takadoum and H. Houmid Bennani, "Influence of substrate roughness and coating thickness on adhesion, friction and wear of TiN films"; *Surface and Coatings Technology*, 96 (1997), p. 272-282.
19. G. Abadias, S. Dub and R. Shmegeera, "Nanoindentation hardness and structure of ion beam sputtered TiN, W and TiN/W multilayer hard coatings"; *Surface and Coatings Technology*, 200 (2006), p. 6538-6543.