

# PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE PELÍCULAS DE Al Sn DEPOSITADAS POR "MAGNETRON SPUTTERING".

H. De Rosa<sup>(1)</sup>, G. Cardús<sup>(1)</sup>, E. Broitman<sup>(2)</sup>, R. Zimmerman<sup>(2)</sup>.

(1) Laboratorio de metalografía

(2) Laboratorio de Películas Delgadas.

Facultad de Ingeniería UBA. Paseo Colón 850. (1063) Buenos Aires

e-mail [hderosa@fi.uba.ar](mailto:hderosa@fi.uba.ar)

En el presente trabajo se estudiaron propiedades estructurales y tribológicas de películas delgadas del material bimetálico Al Sn 20 de aplicación como lubricante sólido en la industria automotriz.

Se depositaron películas de espesores entre 150 nm. y 3 µm por la técnica de "magnetron sputtering". En las películas más delgadas predomina el mecanismo de crecimiento por difusión, mientras que en las de mayores espesores el de agregación. Se obtiene una estructura finamente dispersada de partículas uniformes en tamaño y forma vital para el buen comportamiento tribológico.

The structural and tribological properties of thin films of the bimetallic Al Sn 20 material, with automotive industrial applications as a solid lubricant, were investigated.

Thin films in the thickness range of 150 nm to 3 µm were codeposited by magnetron sputtering from an Al Sn 20 target. For the thinnest specimens growth is dominated by diffusion mechanism, whereas thicker films are aggregate controlled, resulting in a finely dispersed structure with uniform particle size and shape, which is vital to good tribological behavior.

## INTRODUCCIÓN

La aplicación de depósitos en vacío y especialmente el desarrollo de la técnica de "magnetron sputtering" abrió mucho las posibilidades de obtener una variedad de materiales de considerable atracción en el campo de las propiedades tribológicas tales como desgaste y fricción<sup>1, 2, 3, 4</sup>.

Este trabajo centra su atención en el depósito de un recubrimiento blando para la lubricación sólida de la superficie de cojinetes de deslizamiento de alto rendimiento, para motores diesel<sup>5</sup>. Se trata del material bimetálico Al con 20% en peso de Sn, conocido en metalurgia como Al Sn 20.

El Al y el Sn son inmiscibles con una solubilidad de estaño en aluminio menor que 0,02 % en peso<sup>6</sup>. Las películas de Al Sn muestran una estructura heterogénea que está caracterizada por una matriz continua de aluminio embebida de finos granos de estaño<sup>7</sup>; la matriz acepta las cargas mecánicas mientras que las inclusiones blandas de estaño actúan como lubricante sólido. El tamaño, forma y distribución de las inclusiones es vital para el comportamiento tribológico.

El objetivo del trabajo es obtener una película de Al Sn 20 en que el Sn esté incluido en la matriz de Al con una estructura finamente dispersada y tan uniforme como sea posible en superficie y en profundidad.

## PARTE EXPERIMENTAL

Las películas fueron codepositadas por la técnica de "magnetron sputtering" en un equipo Leybold Univex 450 con un cátodo de AlSn20 de 50 mm de diámetro. Se trabajó con corrientes de 200 a 300 mA y tensiones de 300 V con una presión de Ar de  $5 \times 10^{-3}$  mbar con el

sustrato ubicado a 35 mm del blanco. Los parámetros descriptos permitieron obtener velocidades de depósito de 0,7 a 1,0 nm por segundo.

Las películas se depositaron sobre varios tipos de sustrato: cristales de Cl Na y grillas de Ti recubiertas de carbono para ser estudiadas por microscopía electrónica de transmisión (TEM), arandelas de acero inoxidable AISI 316 y obleas de Si para ser observadas por microscopía electrónica de barrido (SEM). La composición química fue determinada por microanálisis de rayos X.

Se hizo un estudio sistemático variando el espesor entre 100 nm. y 3 µm

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

### PELÍCULAS FINAS

En la figura 1 se muestra la micrografía TEM de una película de 150 nm. El fondo claro corresponde al Al que cubre la superficie en forma continua y las regiones oscuras al Sn.

Se trata de una estructura heterogénea caracterizada por partículas alargadas de Sn del orden de  $0,3 \times 2$  µm bien separadas en la matriz de Al.

La figura 2 corresponde a la observación SEM de una película sobre sustrato de Si obtenida en las mismas condiciones que la anterior. Muestra una estructura similar, una película continua de Al con partículas irregulares de Sn separadas por distancias grandes.

Partículas grandes de Sn separadas por distancias de orden de magnitud similar a su tamaño, indican una alta movilidad del Sn sobre la superficie del Al, largas distancias de difusión y una baja estabilidad de los granos pequeños.

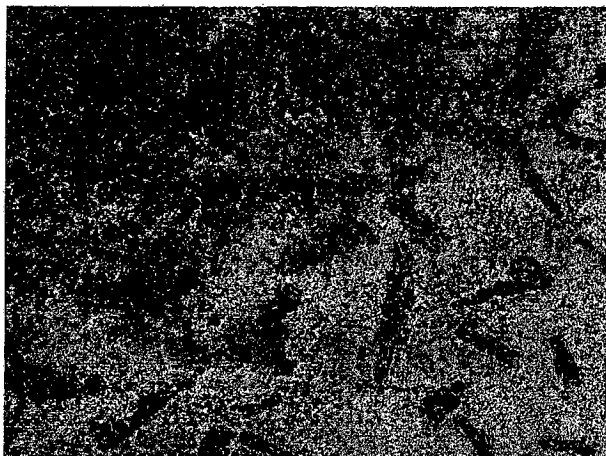


Fig.1 7000X  
 Imagen TEM de una película de Al Sn sobre carbono de 150 nm. de espesor. El fondo claro corresponde al Al y las partículas oscuras al Sn.

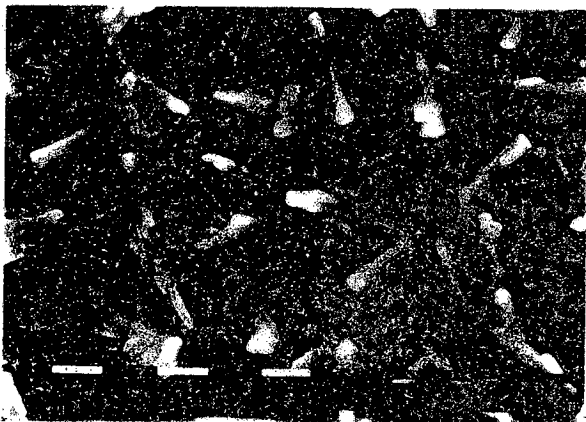


Fig.2 7000X  
 Imagen SEM de una película de Al Sn depositada sobre Si de 150 nm. de espesor. El Sn se observa como partículas claras en la matriz oscura de Al.

### PELÍCULAS GRUESAS.

Se produce un cambio importante. En las figuras 3 y 4 se observan agregados de Sn tridimensionales de forma redondeada en puntos bien aislados.

Los espesores observados variaron entre 1 y 3  $\mu\text{m}$ ; no hay influencia significativa del espesor en la forma y tamaño de los agregados.

El aspecto áspero y rugoso de los límites entre las partículas de Sn y la matriz de Al también contribuye a la suposición de que el crecimiento de las partículas de Sn se produce por un mecanismo de agregación.

Las observaciones están de acuerdo con los procesos descritos como dominantes para el crecimiento de una película de dos componentes inmiscibles presentes en concentraciones que difieren mucho<sup>8</sup>.

- choque y unión de partículas de Al en Al.
- difusión de núcleos de Sn en Al con distancias de difusión del orden de los  $\mu\text{m}$
- formación de núcleos estables de Sn. Unión de partículas de Sn a núcleos estables.
- Recubrimiento parcial o total del Sn por Al.

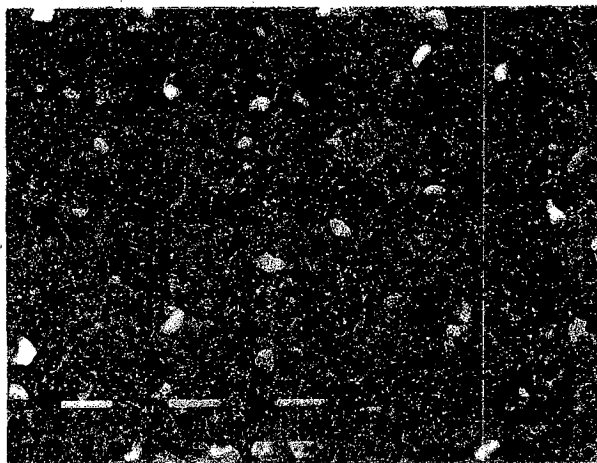


Fig.3 7000X  
 Imagen SEM de una película de 2  $\mu\text{m}$  de espesor sobre sustrato de Si.

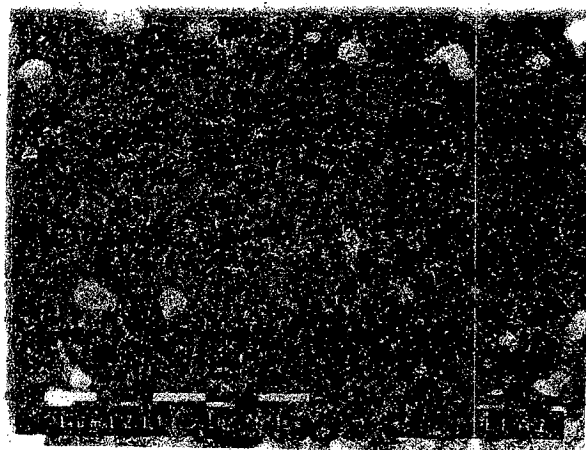


Fig.4 7000X  
 Imagen SEM de una película de 2,9  $\mu\text{m}$  de espesor sobre acero inox

## ESTRUCTURA DE UNA SECCIÓN TRANSVERSAL.

Para poder hacer observaciones de una sección transversal se fracturó una película depositada sobre Si previamente refrigerada utilizando nitrógeno líquido, para evitar la deformación plástica de la película.

La superficie de fractura obtenida mostró ( figura 5) un agregado de granos pobremente definidos. La superficie de la película tiene un aspecto liso y mate. No se observa estructura columnar.

En las proximidades del sustrato las partículas de Sn sugieren la nucleación de capas bidimensionales; a medida que el espesor de la película aumenta se desarrollan como agregados tridimensionales suspendidos en la matriz de Al.

El aspecto de la película puede ser descripto como la zona 1 del modelo de zonas de crecimiento de Thornton<sup>9</sup>.



Fig.5

14000X

Imagen SEM de una sección transversal de una película de 2  $\mu\text{m}$  de espesor sobre Si.

### PRESENCIA DE WHISKERS

Algunas de las películas mostraron la presencia de una estructura llamativa (figura 6): partículas alargadas con un diámetro y una longitud aproximados de 0,3 y 1,5  $\mu\text{m}$  que aparecen emergiendo de la superficie sin que se observe alineación de sus ejes, similares a "whiskers".

Si bien la palabra "whisker" se usa para un monocristal largo y recto y que crece como resultado de tensiones, en el caso de películas delgadas no hay explicación para el transporte del material necesario para formar esta extraña estructura.

Estructuras similares fueron informadas por Barna et al<sup>10</sup> que las atribuyó a la contaminación del Al Sn 20 con oxígeno.



Fig.6

7000X

Imagen SEM de una película de 2,9  $\mu\text{m}$  de espesor donde se observa la presencia de partículas alargadas similares a "whiskers"

### COMENTARIO FINAL

Hemos depositado películas de Al Sn 20 por magnetron sputtering a partir de un único blanco e investigado sus propiedades estructurales.

El desarrollo de las películas fue observado desde las primeras etapas de su crecimiento hasta espesores de 3  $\mu\text{m}$ . Para espesores delgados el mecanismo de crecimiento de las partículas de Sn está determinado por su alta movilidad y la baja estabilidad de los granos pequeños lo que hace que aparezcan en la forma de islas alargadas de formas irregulares. Para espesores mayores se observa un cambio drástico en el mecanismo de crecimiento que se produce ahora por agregación. Se ha reducido la movilidad y los núcleos iniciales de Sn actúan como sitios preferenciales para el depósito posterior desarrollándose agregados tridimensionales.

Una observación interesante fue la presencia de "whiskers" que fueron informados para películas de Al<sub>2</sub>Sn obtenidas con atmósferas de Ar contaminadas con O<sub>2</sub>. En nuestro caso se trabajó con Ar puro y por lo tanto no pueden ser atribuidos a la presencia de O<sub>2</sub>.

La sección transversal mostró que la estructura columnar característica de películas metálicas ha sido reemplazada por una estructura densa y uniforme deseable desde el punto de vista tribológico.

Para las mediciones tribológicas se está poniendo a punto un equipo de tipo pin-on-disk, construido en el

laboratorio que permite medir fricción en películas delgadas.

Hemos presentado la primera parte del trabajo propuesto que continúa en ejecución.

## REFERENCIAS

1. M. Ohring. The Materials Science of Thin Films ( Academic Press, Boston, 1992)
2. K. Holmberg and A Matthews, Coating Tribology ( Elsevier, Amsterdam, 1994).
3. L Hultman, and J.-E Sundgren. Coating for wear reduction, corrosion/erosion, protection and biomaterials ( R.F. Bunshah Ed. Noyes Publ., N. York ,capítulo 6, 1994).
4. F.P. Bowden, and D. Tabor . Friction and Lubrication. (Methuen & Co. Ltd.1967).
5. F. Koroschets W. Garner. New Materials and Methods for the Manufacture of Bearing. (MIBA Gleitlagers Technical Information, Austria 1990).
6. J. R. Davis. Aluminium and Aluminium Alloys. (ASM Specialty Handbook, N. York, 1993).
7. H Bangert, C.Eisenmenger-Sittner, A Bergauer. Deposition and structural properties of two-component metal coatings for tribological applications.(Surface and Coating Technology, 80, 162, 1996.)
8. C.Eisenmenger-Sittner, H. Bangert, A Bergauer. Kinetic phase separation in sputter-deposited Aluminium-Tin films.( J. Cristal Growth,186, 151, 1998).
9. J. A. Thornton. Hight rate thick film growth. (Ann. Rev. Mater. Sci. 7, 239, 1977)
10. A. Bergauer, H. Bangert, C.Eisenmenger-Sittner, P. B. Barna. Whisker growth on sputter AlSn 20 films. (Thin Solid Films, 258, 115, 1995).