

DEFORMACIÓN ELÁSTICA RESIDUAL EN LÁMINAS DE ACERO AISI 304 RECUBIERTAS CON UNA PELÍCULA DE NITRURO DE TITANIO DEPOSITADA POR PVD-MAGNETRON SPUTTERING

RESIDUAL ELASTIC STRAIN OF AISI 304 STAINLESS STEEL SHEETS COVERED WITH A TITANIUM NITRIDE THIN FILM DEPOSITED BY PVD-MAGNETRON SPUTTERING

H. A. COLORADO

Universidad de Antioquia, Departamento de Ingeniería Mecánica, Medellín-Colombia, hacolora@udea.edu.co

H. R. SALVA

*Centro Atómico Bariloche-CNEA, Instituto Balseiro-Universidad Nacional de Cuyo, CONICET
San Carlos de Bariloche-Argentina, friccion@cab.cnea.gov.ar*

A. A. GHILARDUCCI

*Centro Atómico Bariloche-CNEA, Instituto Balseiro-Universidad Nacional de Cuyo, CONICET
San Carlos de Bariloche-Argentina, salva@cab.cnea.gov.ar*

Recibido para revisar julio 20 de 2009, aceptado agosto 12 de 2009, versión final septiembre 10 de 2009

RESUMEN: se realizó una caracterización mediante difracción de rayos x (DRX) en láminas de acero inoxidable AISI 304 recubierto con una capa de nitruro de titanio de 3 μm de espesor, obtenida mediante deposición física de vapor (PVD-MAGNETRON SPUTTERING) a una temperatura de 200 °C. se tomaron imágenes de microscopía electrónica de barrido (MEB), microscopía óptica (MO) y microscopía de fuerza atómica (MFA) para caracterizar el sustrato, la capa y la zona cercana a la intercara. adicionalmente se determinó la deformación elástica residual asociada con el ensanchamiento de los picos de DRX.

PALABRAS CLAVE: Acero AISI 304, películas delgadas, TiN, deformación elástica residual, DRX.

ABSTRACT: X Ray Diffraction characterization was carried out on AISI 304stainless steel sheets covered with a 3 μm thick titanium nitride film. The deposition technique used was PVD-Magnetron Sputtering at 200 °C. The resulting microstructures of the substrate, the film and the interface were studied by Optical Microscopy (OM), Scanning Electron (SEM) and Atomic Force (AFM) Microscopes. Residual elastic strain associated with the X- ray diffraction (XRD) broadening peaks was also determined.

KEYWORDS: AISI 304 stainless steel, thin solid films, TiN, residual elastic strain, XRD.

1. INTRODUCCIÓN

Los recubrimientos obtenidos mediante procesos por deposición física de vapor (PVD) se encuentran entre los más duros [1]. Estas capas se forman sobre la superficie a partir de la

inserción mecánica de átomos (o especies ionizadas). La energía de penetración depende de factores tales como el ángulo de incidencia de las partículas y la masa de los átomos de incidencia con relación a la masa de los átomos del sustrato, entre otros. La técnica de PVD

Magnetron Sputtering tiene como características [2] una alta tasa de deposición, baja presión de trabajo, bajo voltaje de descarga y un espesor de la capa obtenida no muy uniforme. Esta técnica es comúnmente usada en la obtención de recubrimientos que van a estar sometidos a alta fricción y desgaste [3]. Debido a las características del proceso, las capas obtenidas por PVD pueden tener altos esfuerzos residuales.

Desde que los recubrimientos de nitruro de titanio (TiN) apareció en el mercado en 1980, se convirtió en uno de los más populares debido a que asegura alta resistencia mecánica, dureza y resistencia al desgaste para la superficie recubierta. Como en otros recubrimientos, los esfuerzos y las deformaciones residuales, el tipo de estructura cristalina, el coeficiente de textura del plano (111) y el factor de empaquetamiento, entre otros factores, son muy relevantes en sus propiedades físicas y químicas [2]. Debido a su importancia en las propiedades mecánica y en la vida útil del recubrimiento, este trabajo se centra en el estudio de las deformaciones residuales.

Las tensiones residuales en superficies pueden determinarse de muy diversas formas, por ejemplo, mediante la curvatura de la capa deformada [5], o mediante la caracterización con rayos X [6]. Ésta última se usará en este trabajo para caracterizar el sistema AISI 304-TiN.

La caracterización con la técnica de difracción de rayos X (DRX) permite determinar la presencia de esfuerzos elásticos residuales. Si el ancho a la mitad de la altura de un pico de intensidad en el espectro de DRX es mayor a 0.1° , hay un ensanchamiento β que puede ser

debido a las tensiones residuales en la red (β_r) o a un tamaño de grano (TG) menor a $1\mu\text{m}$ (β_g), [4]. Si el tamaño de grano de la muestra es mucho mayor a $1\mu\text{m}$, el ensanchamiento de los picos puede entonces ser asociado a la deformación elástica residual.

Además, se presenta la caracterización mediante el uso de microscopía óptica (MO), microscopía de fuerza atómica (MFA) y microscopía electrónica de barrido (MEB), se busca establecer la relación entre las tensiones residuales y la microestructura. El acero AISI 304 es de amplio uso industrial, es austenítico y puede presentar martensita inducida por deformación plástica, [7].

2. EXPERIMENTOS

Se cortaron muestras de acero AISI 304, cuya composición química se muestra en la Tabla 1, de $3 \times 13 \times 0.2 \text{ mm}^3$ en una cortadora de disco de diamante de baja velocidad, las cuales se pulieron mecánicamente hasta lograr acabado espejo por ambas caras. Los recubrimientos se hicieron en un equipo DC/RF- PVD Magnetron Sputtering. Las muestras se recubrieron en condiciones de alto vacío en una atmósfera mixta de Argón y Nitrógeno, a una temperatura de 200°C . La limpieza se realizó con alcohol isopropílico y acetona.

Posteriormente se enjuagaron con agua y se secaron con aire a presión. Se llevaron a un horno de convección a 120°C . En el reactor se realizó un bombardeo iónico con argón sobre las muestras con el fin de eliminar la capa de óxido presente.

Tabla 1. Resultados de composición química del acero inoxidable AISI 304 utilizado

Table 1. Chemical composition results for AISI 304 stainless steel

| C | Si | Mn | S | P | Ni | Cr | Mo | Al | Cu | Ti | V |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 0.032 | 0.540 | 1.548 | 0.012 | 0.023 | 8.456 | 18.234 | 0.109 | 0.005 | 0.144 | 0.005 | 0.074 |

En la Tabla 2 se resumen los parámetros de deposición del recubrimiento. Para obtener el espesor indicado de $3\mu\text{m}$, el tiempo de tratamiento fue de 2h aproximadamente. Con el

fin de revelar la capa de TiN en las muestras de acero recubiertas, se cortaron las muestras transversalmente y luego se trataron con Marble durante 1 min.

Tabla 2. Parámetros de deposición del recubrimiento**Table 2.** Deposition parameters for thin films

| Presión de trabajo [mTorr] | Temperatura °C | Flujo de Argón sccm | Flujo de Nitrógeno sccm | Potencia Magnetron[W] | Bias RF del sustrato [V] | Espesor [μm] |
|----------------------------|----------------|---------------------|-------------------------|-----------------------|--------------------------|--------------|
| 5 | 200 | 2x25 | 3.5 | 2x 250 RF | -30 | 3 |

Las superficies se caracterizaron con Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) en un equipo JEOL JSM 5910LV, con Microscopía Óptica (MO) en un equipo Leyca Q-Win y con Microscopía de Fuerza Atómica (MFA) en un equipo Autoprobe CP de Park Scientific Inc. Las fases presentes en el sustrato se caracterizaron mediante Difracción de Rayos X (DRX) en un equipo Philips PW1840.

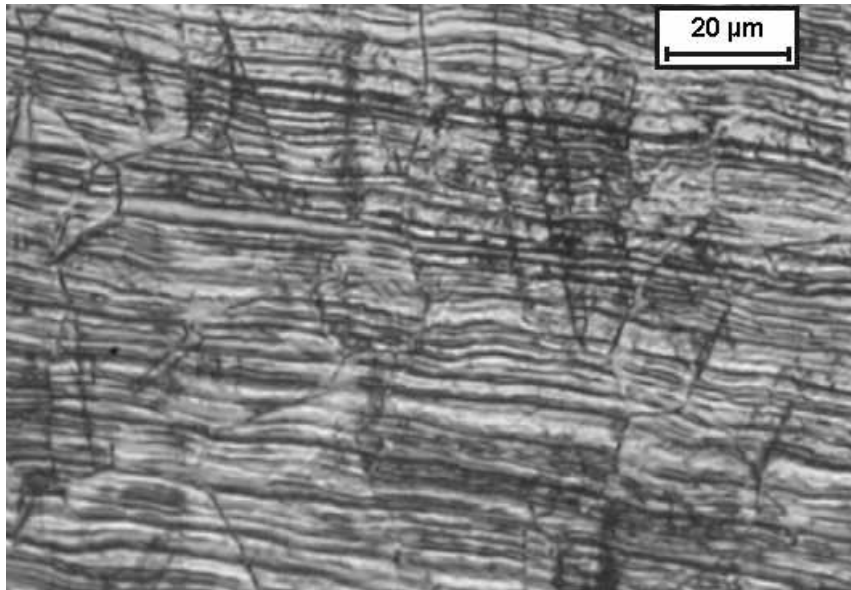
Con el fin de analizar los resultados de DRX sobre las fases presentes en el sustrato, se obtuvo una muestra con 100% de γ mediante tratamiento térmico. Para ello, se introdujo la muestra sin capa de TiN en una cápsula hermética de vidrio bajo una atmósfera inerte de argón, con el fin de evitar la oxidación en caliente y mediante el argón, incrementar la conducción térmica. Posteriormente se llevó a una temperatura de 1050°C por 5 minutos y luego se introdujo en un tanque con agua para

obtener un temple, rompiendo inmediatamente la cápsula de vidrio dentro del agua con el fin de acelerar la tasa de enfriamiento.

3. ANÁLISIS Y RESULTADOS

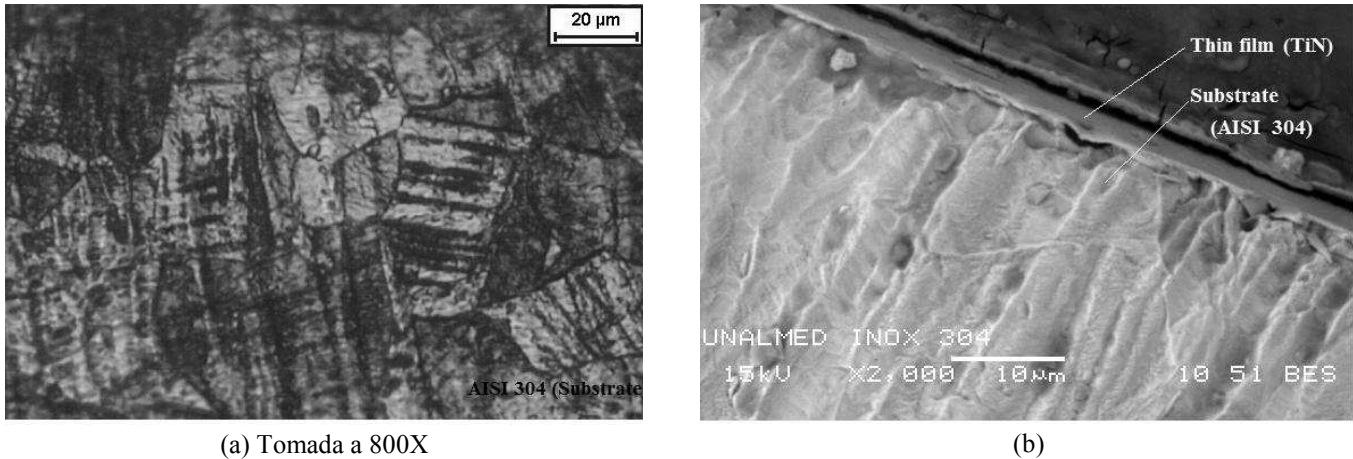
El valor de macro dureza obtenida para el sustrato fue de 131 ± 4 HV. La Figura 1, obtenida mediante MO tomada a una de las caras de mayor área de la lámina, muestra las bandas de deformación presentes en el acero. Esto indica que el acero está deformado plásticamente y puede contener martensita inducida por deformación [7].

La Figura 2 muestra la sección transversal de una muestra de acero AISI 304 recubierto con TiN.



Tomada a 800X en el MO

Figura 1. Imagen de MO de la cara longitudinal de la lámina de acero atacada con Marble durante 1 min**Figure 1.** OM image of the longitudinal face of the steel sample after Marble attack during 1 min



(a) Tomada a 800X

(b)

Figura 2 a) Vista transversal de la muestra de acero atacado con Marble durante 1 min obtenida en el MO, donde se ve la microestructura; b) Imagen del sistema de acero AISI 304/TiN tomada en el MEB de la sección transversal, atacado con Marble durante 1 min

Figure 2 a) OM image in a transversal cut of the steel sample after chemical attack during 1 min in which appear the microstructure, b) SEM image of the AISI 304/TiN system in a transversal cut of the sample after chemical attack during 1 min

La Figura 2-a muestra la presencia de una segunda fase precipitada, placas de martensita α' , dentro de los granos de austenita. La Figura 2-b corresponde a una imagen de MEB de la sección transversal, donde se indican el recubrimiento y el sustrato. La Figura 3 es una

imagen de MFA tomada sobre la capa, donde se notan algunos agujeros. El recubrimiento copió la forma de las bandas de deslizamiento presentes en la superficie del sustrato, mostradas en la Figura 1 y en la Figura 2-a.

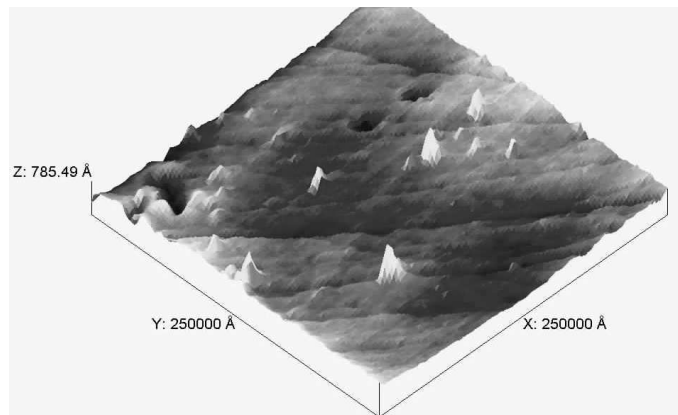


Figura 3. Imagen tomada en el MFA sobre la superficie del TiN
Figure 3. AFM image of the TiN surface

Adicionalmente, se hicieron pruebas con un imán que revelaron que hay una fase magnética en el acero estudiado. Se ha reportado [7] que este acero deformado plásticamente forma las martensitas ϵ y α' , además de que mediante

Microscopía Electrónica de Transmisión [8] se ha mostrado que el modo más probable de transformación de austenita a martensita es $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$.

La Figura 4 muestra el espectro de DRX del sistema capa-recubrimiento, medido sobre la capa, donde se aparecen picos correspondientes a la fase austenita (111, 220, 311); al TiN (111, 200) y a la fase martensita (200, 211); lo cual confirma el resultado de la prueba magnética. La

posición de los picos de TiN (111), (200) y (311) coincide con resultados reportados en la literatura, donde se ha usado el TiN como recubrimiento [9]. Los picos se enumeraron de izquierda a derecha con letras de la A a la H.

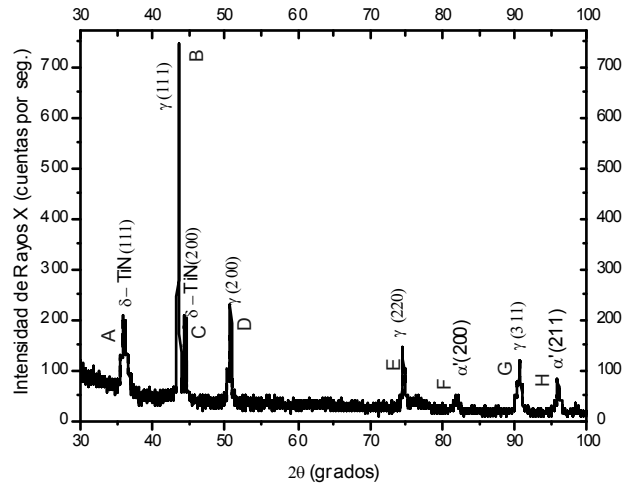


Figura 4. Espectro de DRX de la muestra AISI 304/TiN
Figure 4. XRD spectrum of the AISI 304/TiN sample

En la zona de ángulos bajos, se nota un fondo típico de un material amorfo, debido al porta-muestras, el cual es afectado por el haz incidente debido a las pequeñas dimensiones de la lámina examinada, 3x13x0.2mm³.

Los picos de DRX de la Figura 4 están ensanchados β respecto al ancho instrumental,

puesto que el ancho a mitad de la altura es mayor a 0.1°, [4]. El coeficiente de textura (111) encontrado para la capa de TiN [10] fue de 0.7649, puesto que $I_{111}=194.644$ y $I_{200}=59.830$, donde I es el área bajo el pico, ajustado con el software ‘Peak Fit’. Esto significa que la textura (111) es el 76.5% del total de (111) y (200). Los resultados se resumen en la Tabla 3.

Tabla 3. Deformación elástica residual de los picos correspondientes al sustrato, suponiendo que β es debido a las tensiones residuales de la red, es decir, $\beta=\beta_\epsilon$

Table 3. Residual strain for the substrate peaks assuming $\beta=\beta_\epsilon$

| Pico | Planos de difracción | Posición medida (2θ) | Posición estándar reportada | Amplitud (Cuentas por seg) | Ancho a mitad de la altura (°) | Ancho a mitad de la altura (rad) | Ensanchamiento del pico $\beta = \beta_\epsilon$ (rad) | Integral (Área bajo el pico) | Def. de la red por esf. Res. |
|------|----------------------|----------------------|-----------------------------|----------------------------|--------------------------------|----------------------------------|--|------------------------------|------------------------------|
| B | $\gamma(111)$ | 43.6 | 42.759 [11] | 658.07 | 0.103 | 1.80×10^{-3} | 0.80×10^{-3} | 211.395 | 0.00051 |
| D | $\gamma(200)$ | 50.7 | 49.788 [11] | 185.39 | 0.158 | 2.76×10^{-3} | 1.76×10^{-3} | 89.911 | 0.00093 |
| E | $\gamma(220)$ | 74.7 | 73.068 [11] | 85.79 | 0.187 | 3.26×10^{-3} | 2.26×10^{-3} | 48.418 | 0.00074 |
| F | $\alpha'(200)$ | 81.9 | 82 [12] | 26.57 | 0.463 | 8.08×10^{-3} | 7.08×10^{-3} | 35.467 | 0.00204 |
| G | $\gamma(311)$ | 90.6 | 88.542 [11] | 99.63 | 0.249 | 4.35×10^{-3} | 3.35×10^{-3} | 76.771 | 0.00083 |
| H | $\alpha'(211)$ | 95.9 | - | 61.18 | 0.211 | 3.68×10^{-3} | 2.68×10^{-3} | 39.761 | 0.00060 |

3.1 Análisis de los Picos de DRX para el Sustrato, Acero AISI 304

Se calculó la deformación residual elástica (ε) en el sustrato [4] suponiendo que β es debido solo a tensiones residuales en los picos obtenidos, es decir $\beta=\beta_\varepsilon$. Los resultados se presentan en la Tabla 3, donde además se indica la posición del pico reportada en la literatura para cada pico cuando no hay tensiones residuales. En esta tabla se nota que todos los picos están ensanchados, ya que presentan valores superiores a 0.1° .

Para determinar el ensanchamiento β_τ , se restó 0.1° a cada valor de ancho de pico y mediante la ecuación 1 se determinó la deformación residual ε [4], la cual es presentada en la misma tabla, siendo del orden de 10^{-4} para la austenita y la martensita en el plano (211) y de 10^{-3} para la martensita en el plano (200).

$$\beta_\varepsilon = 4\varepsilon \tan \theta \quad (1)$$

Cuando el ensanchamiento del pico es debido al TG, se denomina β_τ . La ecuación de Scherrer [4], ecuación 2, permite estimar el tamaño del grano TG asociado a un ensanchamiento determinado.

$$TG = \frac{K\lambda}{\beta_\tau \cos \theta} \quad (2)$$

Donde K es el factor de forma dado en radianes, el cual usualmente toma el valor de 0.9 [13], y λ es la longitud de onda de los rayos-X ($\lambda = 0.1542 \times 10^{-9}$ m, correspondiente al cobre). Si TG es mayor a $1\mu\text{m}$, no produce ensanchamiento de los picos [4].

Para comprobar si el ensanchamiento del pico registrado en la Tabla 3, es debido al TG, se utilizó el valor de β para calcularlo (ecuación 2), es decir, se tomó $\beta=\beta_\tau$. Los resultados se resumen en la Tabla 4.

Se observa que el TG asociado a β estaría en magnitudes inferiores a $0.2\mu\text{m}$. Debido al hecho de que el TG para el acero varían entre 10 y $60\mu\text{m}$ (ver Figura 2 donde se ven los granos originales de austenita, con presencia de segundas fases en su interior), el ensanchamiento de los picos de DRX es debido a algún efecto adicional, es decir a tensiones residuales. El tamaño de grano no fue calculado exactamente debido a que su efecto sobre las tensiones residuales fue rápidamente descartado por estar tan alejado del valor crítico, de $1\mu\text{m}$.

Tabla 4. Tamaño de grano TG para el acero suponiendo que el ensanchamiento de los picos es debido a un TG menor a $1\mu\text{m}$, es decir, $\beta=\beta_\tau$

Table 4. Grain size for the substrate assuming $\beta=\beta_\tau$

| Pico | Planos de difracción | Posición medida (2 θ) | Ancho a mitad de la altura (rad) | Ensanchamiento del pico, β_τ (rad) | TG (m) | TG (μm) |
|------|----------------------|-------------------------------|----------------------------------|---|-----------------------|----------------------|
| B | $\gamma(111)$ | 43.573 | 1.80×10^{-3} | 0.80×10^{-3} | 1.87×10^{-7} | 0.187 |
| D | $\gamma(200)$ | 50.699 | 2.76×10^{-3} | 1.76×10^{-3} | 8.73×10^{-8} | 0.087 |
| E | $\gamma(220)$ | 74.672 | 3.26×10^{-3} | 2.26×10^{-3} | 7.72×10^{-8} | 0.077 |
| F | $\alpha'(200)$ | 81.936 | 8.08×10^{-3} | 7.08×10^{-3} | 2.60×10^{-8} | 0.026 |
| G | $\gamma(311)$ | 90.612 | 4.35×10^{-3} | 3.35×10^{-3} | 5.89×10^{-8} | 0.059 |
| H | $\alpha'(211)$ | 95.944 | 3.68×10^{-3} | 2.68×10^{-3} | 7.73×10^{-8} | 0.077 |

Para analizar los picos de DRX de la austenita, se realizó un tratamiento térmico con el fin de obtener 100% de austenita y hacer una comparación con los picos obtenidos previamente para el acero AISI 304.

En la Figura 5 se presentan los dos espectros obtenidos, superpuestos para efectos de comparación, y además los valores reportados en la literatura para la austenita, sin ensanchamiento.

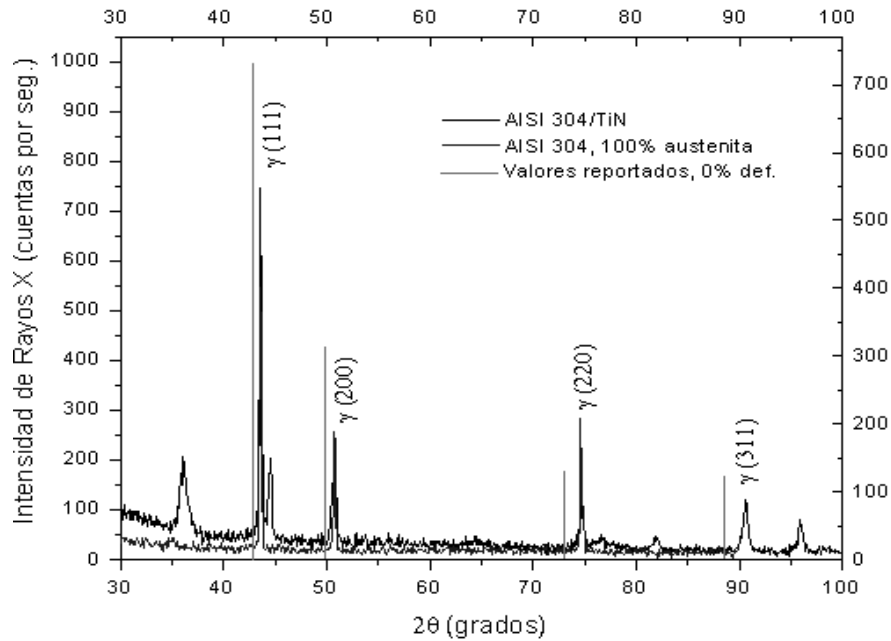


Figura 5. Comparación del espectro de DRX de la muestra AISI 304/TiN con un sustrato de AISI 304 con 100% de austenita y con algunos valores reportados en la literatura [11], [12] y [14]

Figure 5. Comparison of XRD spectrum of the AISI 304/TiN with a substrate with 100% of austenite

En esta figura se nota que los picos del espectro obtenido para 100% de austenita en la probeta de acero, no tienen ensanchamiento. Este espectro está superpuesto con el espectro obtenido para las muestras de AISI 304/TiN, Figura 4, y con líneas que indican la posición y altura de los picos de austenita correspondientes a valores reportados en la literatura [11] cuando no hay ensanchamiento. Se destaca que los picos asociados con la austenita de la muestra con capa, coinciden exactamente con los picos de la austenita presentes en la muestra con 100% de austenita, confirmando la interpretación hecha sobre los resultados de la lámina recubierta con TiN.

3.2 Análisis de los Picos de DRX para la Capa de TiN

Usando la ecuación 1 y el mismo procedimiento empleado para el análisis de los picos DRX del sustrato, se calculó la deformación residual elástica, ϵ , en la capa, con $\beta = \beta_\epsilon$. Los resultados se presentan en la Tabla 5, donde además se indica la posición estándar ya reportada en la literatura para cada pico, sin esfuerzos residuales. En esta tabla se nota que todos los picos están ensanchados, ya que presentan valores superiores a 0.1° y la deformación es del orden de 10^{-4} en los planos (200) y de un orden de magnitud mayor en los planos (111).

Tabla 5 Deformación elástica residual de los picos correspondientes a la capa de TiN, suponiendo $\beta = \beta_\epsilon$

Table 5. Residual strain for the TiN film assuming $\beta = \beta_\epsilon$

| Pico | Planos de difracción | Posición medida (2θ) | Posición estándar reportada | Amplitud (Cuentas por seg) | Ancho a mitad de altura (°) | Ancho a mitad de altura (rad) | Ensanchamiento del pico $\beta = \beta_\epsilon$ (rad) | Integral (Área bajo el pico) | Def. de la red por esf. Res. |
|------|----------------------|----------------------|-----------------------------|----------------------------|-----------------------------|-------------------------------|--|------------------------------|------------------------------|
| A | $\delta - TiN(111)$ | 36.066 | 36.663 [14] | 138.13 | 0.472 | 8.24×10^{-3} | 7.24×10^{-3} | 194.644 | 0.00556 |
| C | $\delta - TiN(200)$ | 44.481 | 42.597 [14] | 151.73 | 0.127 | 2.22×10^{-3} | 1.22×10^{-3} | 59.830 | 0.00075 |

En resultados previos se ha planteado, para capas depositas de TiN sobre un sustrato similar, que los esfuerzos residuales en la capa son debidos a granos compitiendo por crecer durante la deposición [15].

Comparando las deformaciones residuales elásticas calculadas en la Tabla 3 para el sustrato y en la Tabla 5 para la capa, se nota que hay diferencias importantes que evidencian el desajuste [2] que hay en la intercara. Además, en el difractograma de la Figura 4, tanto el TiN como el acero mostraron picos de DRX ensanchados debido a tensiones residuales. La deformación residual fue de 10^{-4} para la austenita, para la martensita en el plano (211) y para el TiN en los planos (200); y 10^{-3} para la martensita en el plano (200) y para el TiN en los planos (111). Así, en las zonas de la intercara donde hay TiN(111) unido con austenita, el desajuste es muy alto, pese a que tanto el TiN como la austenita tienen estructura cristalina cúbica centrada en las caras, aunque con diferentes parámetros de red [16].

Con los parámetros de red del sustrato y de la capa se puede estimar el desajuste [2] y la longitud media entre las dislocaciones de desajuste en la intercara.

El desajuste en la intercara δ entre las redes de la austenita y la capa de TiN está dado por:

$$\delta = \frac{a_f - a_s}{a_s} = \frac{4.244 - 3.585}{3.585} = 0.184 \quad (3)$$

Donde a_f y a_s son respectivamente los parámetros de red de la capa de TiN (ver [17]) y de la austenita (ver [17]) del sustrato. Este resultado corresponde a un desajuste del 18.4%. Nótese que si las redes del sustrato y de la capa fueran iguales, el desajuste sería igual a cero.

De otro lado, el desajuste entre la fase martensita α' del sustrato (cuyo parámetro de red es 2.872 Å, ver [7]) del sustrato y la capa de TiN está dado por:

$$\delta = \frac{a_f - a_s}{a_s} = \frac{4.244 - 2.872}{2.872} = 0.478 \quad (4)$$

Este resultado corresponde a un desajuste del 47.8%. Es decir que el desajuste en la intercara martensita α' -TiN es del orden de tres veces el desajuste en la intercara austenita-TiN, lo cual da una idea de la complejidad en cuanto a la distribución de defectos que hay en la intercara acero AISI 304-capa de TiN. Por otro lado, en la intercara se forman dislocaciones que ayudan a relajar la energía residual debida al desajuste entre las redes del sustrato y de la capa, a una distancia que es una función de la deformación elástica máxima que soporta la intercara. Estas dislocaciones se conocen como dislocaciones de desajuste y son dislocaciones de borde con su eje sobre la intercara. La distancia D_δ que hay entre las dislocaciones de desajuste en la intercara austenita-TiN está dado en la ecuación 5:

$$D_\delta = \left| \frac{(a_f + a_s)^2}{4(a_f - a_s)} \right| = \left| \frac{(4.244 + 3.585)^2}{4(4.244 - 3.585)} \right| = 23.3 \text{ \AA} \quad (5)$$

Este resultado significa que las regiones coherentes en la intercara austenita-TiN tienen una longitud de 23.3 Å. Puesto que el sustrato está deformado, esta longitud puede ser menor en los materiales estudiados.

De igual forma, la distancia D_δ que hay entre las dislocaciones de desajuste en la intercara martensita α' -TiN está expresada en la ecuación 4:

$$D_\delta = \left| \frac{(a_f + a_s)^2}{4(a_f - a_s)} \right| = \left| \frac{(4.244 + 2.872)^2}{4(4.244 - 2.872)} \right| = 9.2 \text{ \AA} \quad (6)$$

Lo cual significa que las regiones coherentes en la intercara martensita α' -TiN tienen una longitud de 9.2 Å. De igual forma, como el sustrato está deformado, esta longitud puede ser menor en los materiales estudiados. Los resultados de las ecuaciones 5 y 6 son coherentes con los obtenidos con las ecuaciones 3 y 4, el mayor desajuste en la intercara martensita-TiN corresponde una densidad de dislocaciones de desajuste mayor (menor distancia entre ellas) que en la intercara austenita-TiN.

4. CONCLUSIONES

El análisis de los picos de DRX para el sistema AISI304/TiN mostró que el ensanchamiento de los mismos se debía a tensiones residuales en el sustrato, presentes en las fases austenita y martensita del sustrato y a una posible combinación de grano fino y tensiones residuales en la capa de TiN.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren agradecer al Instituto Colombiano para el Desarrollo de la Ciencia y la Tecnología COLCIENCIAS y a la Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín.

REFERENCIAS

- [1] ULF HELMERSSON, MARTINA LATTEMANN, JOHAN BOHLMARK, ARUTIUN P. EHIASARIAN, JON TOMAS GUDMUNDSSON, *Thin Solid Films* 513 , 1-24, 2006.
- [2] M. OHRING, *The Materials Science of Thin Films*, Academic Press, NY, USA, Second Edition, 750-950, 2002.
- [3] J.I. OÑATE, M. BRIZUELA, A. GARCÍA-LUIS, I. BRACERAS , S. PACHECO Y J.L. VIVIENTE, *Rev. Metal. Madrid* 37,148-153, 2005.
- [4] R. JENKINS, R. L. SNYDER, *Chemical Analysis: Introduction to X-Ray Powder Diffractometry*. Jhon Wiley and Sons, INC., USA, Vol. 138, 750-950, 1994.
- [5] G. PARRY , J. COLIN, C. COUPEAU, F. FOUCHER, A. CIMETIERE, J. GRILHE, *Acta Materialia* 53, 441-447, 2005.
- [6] V. GARCÍA-NAVAS, I. FERRERES, J.A. MARAÑÓN, C. GARCÍA-ROSALES Y J. GIL-SEVILLANO, *Rev. Metal. Madrid* 41, 148-153, 2005.
- [7] D. PECKNER, I. M. BERNSTEIN, *Handbook of Stainless Steels*, McGraw-Hill Book Company, USA, Chapter 4, 1-78, 1977.
- [8] ISTVÁN MÉSZÁROS Y JÁNOS PROH ASZKA, *Journal of Materials Processing Technology*, 161, 162-168, 2005.
- [9] HARISH C. BARSHILIA Y K. S. RAJAM, *BULL. Mater. Sci.*, 26, 2, 233-237, 2003.
- [10] WEN-JUN CHOU, GE-PING YU, JIA-HONG HUANG, *Surface Coating Technology*, 149, 7-13, 2002.
- [11] COLAS, R., DUUNNER, P., SCHMITS-PRANGHE, N., *Z. ANGEW, Phys.*, 23, 245, 1967.
- [12] S. S. S. TAVARES, D. FRUCHART, S. MIRAGLIA, *Journal of Alloys and Compounds*, 307, 311-317, 2000.
- [13] KLUG, H. P., Y ALEXANDER, L. E. *X-Ray Diffraction*, Wiley, NY, USA, Second Edition, 656-670, 1974.
- [14] W. WONG-NG, H. MCMURDIE, B. PARETZKIN, C. HUBBARD, A. DRAGOO. ICDD Grant-in-Aid, NBS, GAITHERSBURG, MD, USA, 1987.
- [15] M. LEONI, P. SCARDI, S. ROSSI, L. FEDRIZZI, Y. MASSIANI *Thin Solid Films* 345, 263-269, 1999.
- [16] J. KRAFT, O. RATTUNDE , O. RUSU, A. HAFELE, H. HABERLAND, *Surface and Coatings Technology*, 158-159, 441-447, 2002.
- [17] J. M. HOWE, *Interfaces in Materials*, University of Virginia, John Wiley and Sons, EE.UU. 176-193, 1997.