

## DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UN CALOTEST UTILIZADO PARA MEDIR ESPESORES DE PELICULAS DELGADAS

### RESUMEN

Este artículo presenta el diseño, construcción y validación de un equipo "Calotest" para medir espesores de recubrimientos y películas. El equipo parte de la necesidad de caracterizar recubrimientos y capas obtenidos en laboratorios de la región. Para comprobar la exactitud del equipo se realizaron pruebas en películas de Zr/ZrN obtenidas por la técnica de deposición en fase vapor asistida por plasma PAPVD por arco pulsado. El valor de los espesores obtenidos por la técnica "Calotest" se comparó con los resultados obtenidos por microscopía de fuerza atómica (AFM) y Perfilometría.

**PALABRAS CLAVES:** calolest, desgaste, recubrimientos duros.

### ABSTRACT

*This paper presents the design, construction and validation of equipment named "Calotest" for measuring the thickness of coatings and films. This device is necessary to characterization of coatings and films obtained at local laboratories. In order to prove the accuracy was carried out tests in Zr/ZrN coatings produced by Plasma Assisted Physical Vapor deposition PAPVD with Pulsed Arc. The thickness of coatings' was compared with the assess obtained by from Atomic Force Microscopy (AFM) and profilometry*

**KEY WORDS:** calotest, wear, hard coatings.

### VICENTE BENAVIDES

Estudiante Ingeniería Física.

### ELIZABETH RESTREPO

Profesora Facultad Ciencias y Administración

### RODOLFO RODRÍGUEZ

Profesor Facultad Ingeniería y Arquitectura

### ALFONSO DEVIA

Profesor Facultad Ciencias y Administración

### YULIETTE .C. ARANGO

Estudiante de Maestría en Física

Laboratorio Física del Plasma  
Universidad Nacionalde Colombia  
Sede Manizales

labplaun@nevado.manizales.unal.edu.co

### 1. INTRODUCCIÓN

Los campos de aplicación de películas delgadas obtenidas por técnicas como la Deposición Física de Vapor PVD y la Deposición Química de Vapor CVD son cada vez más amplios. Bhushan, (1999), aclara que una de las características importantes a controlar en la obtención de películas delgadas es el espesor de la misma, la razón es que las propiedades de los recubrimientos y su comportamiento dependen en gran medida de su espesor. [1,2]

De acuerdo a la aplicación de la película, el espesor se convierte en un parámetro muy importante a controlar. Por ejemplo, Prutton (1980) señala que el uso de películas en aplicaciones ópticas y electrónicas requieren mantener un espesor preciso y reproducible, situación que ha impulsado el desarrollo de técnicas que permitan medir este parámetro con gran exactitud; en contraste, otras aplicaciones permiten un espesor en un amplio rango como es el caso de las aplicaciones decorativas, en metalurgia o protectoras. Ohring et al (1992), referencia la gran variedad de películas y sus diferentes usos generando una multitud de métodos para medir el espesor. Algunos de estos métodos utilizan técnicas basadas en la óptica, mecánica, diferencias de masas, oscilación de cristales entre otras. [3,4]

Una de las técnicas mecánicas más utilizadas por su versatilidad y su exactitud es la técnica "Calotest" [5]. El ensayo consiste en una esfera de diámetro conocido, la

cual gira sobre la película ejerciendo una presión preestablecida. La posición de la esfera relativa a la película y la presión ejercida son constante, el cráter formado en la película puede ser observado a través de microscopía óptica si la película es lo suficientemente gruesa, o a través de una técnica más sofisticada como el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) si la película tiene espesores de menos de una micra<sup>[5,6]</sup>.

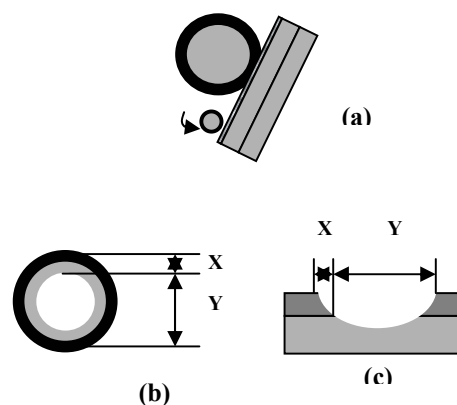


Figura.1. Esquema del funcionamiento básico de un "Calotest" (a) el eje haciendo rotar el balón que a su vez gira sobre la muestra. (b) vista superior del cráter y sus dimensiones (c) corte transversal del cráter.

La figura 1 esquematiza el funcionamiento básico de un equipo Calotest. Para hacer el cálculo del espesor se utiliza la ecuación<sup>1</sup>:

$$e = \frac{xy}{\phi} \quad (1)$$

Donde  $e$  es el espesor en mm,  $\phi$  es el diámetro del balín  $x$  y  $y$  se definen en la figura 1.<sup>17</sup>

## 2. DISEÑO Y CONSTRUCCION DEL EQUIPO

El equipo "Calotest" está dividido en dos partes (figura 2): En primer lugar la parte eléctrica y de potencia está constituida por un motor de 1/3 HP y 1800 r.p.m, al que se le diseñó e instaló un variador de velocidad con el fin de controlar con exactitud la velocidad angular del motor. La otra parte está formada por el montaje mecánico del equipo que incluye: (1) el porta muestras, constituido por un sistema de mordazas que permiten sujetar adecuadamente la probeta durante el ensayo. (2) un eje acoplado directamente al motor, cuya sección irregular cóncava permite albergar el balín. (3) El balín, de dureza 55 HRC. (4) Una estructura-soporte que evita en lo posible que las vibraciones afecten la medida. La figura 3 muestra una fotografía del sistema ya construido.

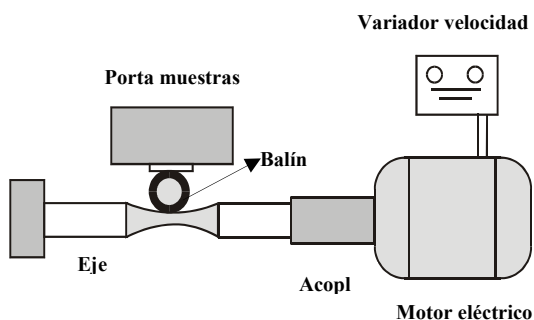


Figura.2. Esquema General "Calotest"



Figura.3. Fotografía del "Calotest"

El equipo "Calotest" requiere como complemento de un equipo que permita observar la huella con claridad para realizar las medidas necesarias. Habitualmente se emplea un microscopio óptico para películas de gran espesor, ó un microscopio electrónico para películas delgadas. En el caso de las películas analizadas en el presente trabajo fue necesario emplear el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM), marca Phillips XL-30 de la Universidad Nacional de Colombia Sede Manizales.

## 3. REALIZACION DE PRUEBAS

Los recubrimientos Zr/ZrN, a los cuales se les realizó la determinación del espesor por la técnica "Calotest", fueron obtenidos en el Laboratorio de Física del Plasma de la Universidad Nacional de Colombia Sede Manizales, mediante la técnica de deposición en fase vapor asistida por plasma PAPVD por arco pulsado.

Una vez obtenidos los recubrimientos de Zr/ZrN sobre discos ( $\phi=12$  mm y 4 mm espesor) de acero Inoxidable AISI 316, se procedió a montarlos adecuadamente en el equipo y someterlas a contacto directo con el balín ( $\phi=30$  mm) durante 300 s y una velocidad de 1750 rpm.

## 4. ANALISIS DE RESULTADOS

En la figura 4 se muestra el cráter realizado al recubrimiento de Zr/ZrN. En esta imagen se midió el diámetro del cráter, que es aproximadamente de 702 micras. La figura 5 muestran imágenes SEM de regiones en las cuales se observa la diferencia entre el sustrato y el recubrimiento. Tomando varias imágenes y promediando, se presentan en la siguiente tabla los datos "x", "y" obtenidos.

Parámetro	
Diámetro del Balín	30 mm.
Diámetro de la Huella	702 micras
Y	677.8 micras
X	24.2 micras
Espesor técnica "Calotest"	555,8 nm.
Espesor técnica AFM	800 nm
Espesor técnica Perfilometro	620 nm

Tabla.1. Resumen de cálculos para el espesor

Este resultado se comparó con valores arrojados aplicando microscópica de fuerza atómica (AFM), y perfilometría (la figura 6 (a) y (b)); buscando validar los resultados obtenidos por el "Calotest". Los resultados de la medida del espesor usando estas dos técnicas son presentados en la tabla 1.

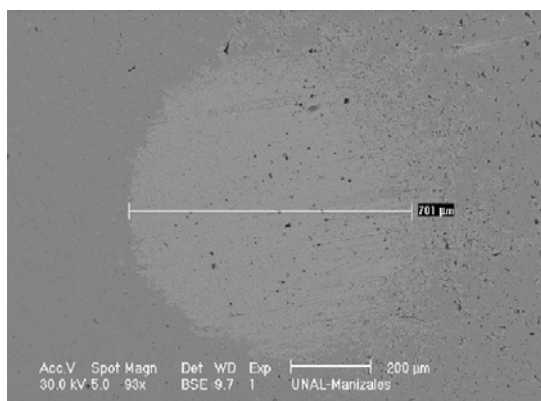


Figura.4. Micrografía de los cráteres formados por el “Calotest” para películas de Zr/ZrN

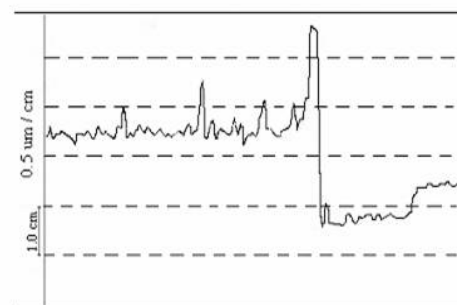
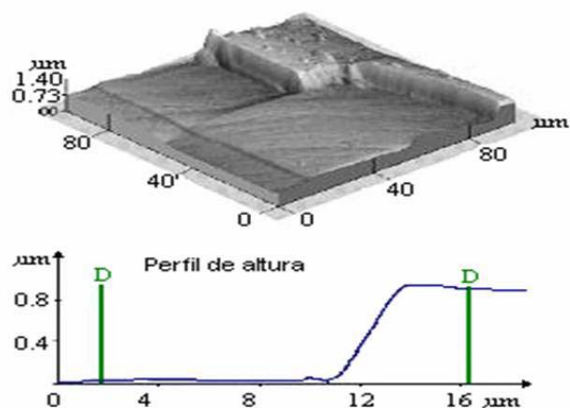


Figura.6. (a) Imagen AFM de un escalón de la película (b) Perfilometría de la película. [8]

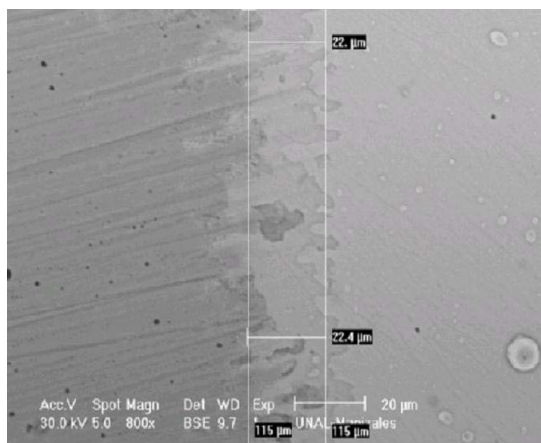


Figura.5. Micrografías de las fronteras para los cráteres de las películas de Zr/ZrN

### 5. CONCLUSIONES

Se diseño y construyó un equipo “Calotest”, como instrumento para medir películas delgadas.

Para las pruebas y calibración del equipo se emplearon recubrimientos de Zr/ZrN producidas por el Laboratorio de Física del Plasma de la Universidad Nacional de Colombia Sede Manizales utilizando la técnica PAPVD por arco pulsado.

El “Calotest” presentó un adecuado comportamiento durante su funcionamiento, obteniéndose huellas definidas y de contornos claros, facilitando su posterior medición; Promediando varias huellas el espesor de la bicapa fue de 555 nm.

La comprobación de la medida por la técnica “Calotest”, frente a la técnica microscópica de fuerza atómica (AFM), arrojó una diferencia no superior al 30.5%, y frente a la técnica perfilometría la diferencia fue no superior al 10.5%.

## 6. BIBLIOGRAFÍA

- [1] B. Bhushan, Principles and Applications of Tribology, A. Jhon Wiley and Sons. Inc, New York, 1999, pp. 738
- [2] I.M. Hutchings, Tribology, Friction and Wear of Engineering Materials, 1980, pp. 78
- [3] M. Ohring, The material Science of Thin Films, Academic press, New York, 1992, pp. 252.
- [4] M. Prutton, Surface Physics, Clarendon Press, 1980, pp. 112.
- [5] J. Esteve, T. Martinez, A. Lousa, F. Montalá, Surf and Coat. Technol. 133-134 (2000) 314 – 418.
- [6] ASTM, G40 Terminology Relating to Erosion and Wear . Vol. 03.02, 1986.
- [7] Catalog Microphotonics, Accedido en <http://www.microphotonic.com/calotets.html>
- [8] P. Pineda, Producción y caracterización de multicapas Zr/Zrn por la técnica PAPVD, Tesis Maestría en Física, Universidad Nacional, pp. 103, 2003.