

Confirmado el efecto barrera de recubrimientos CrN por tecnología HiPIMS frente a la permeación de hidrógeno

La deposición de recubrimientos en vacío mediante la tecnología Magnetron Sputtering abre nuevas posibilidades para proteger los componentes metálicos frente al hidrógeno. En ONTZHI-II, TEKNIKER trabaja en el desarrollo de recubrimientos de nitruro de cromo (CrN) e interfaces de adherencia Cr/CrN obtenidos por la técnica HiPIMS (High Power Impulse Magnetron Sputtering). Se ha escogido esta técnica para aumentar la densificación y mejorar la cobertura superficial del recubrimiento con el objetivo de reducir la permeación de hidrógeno y aumentar la resistencia a fatiga de componentes recubiertos con DLC (Diamond-Like Carbon) tipo a-C:H en condiciones de hidrógeno presurizado.

HiPIMS: tecnología de deposición de alto rendimiento

HiPIMS es una variante avanzada del magnetron sputtering en la que la potencia al magnetrón se transfiere mediante pulsos de alta potencia. Esto genera un plasma de alta densidad y con mayor presencia de especies ionizadas, permitiendo obtener recubrimientos más densos, adherentes y homogéneos que los obtenidos por procesos de sputtering convencionales.

Cinco configuraciones ensayadas: el papel clave del gradiente

Durante la primera anualidad, TEKNIKER ha depositado y caracterizado distintas configuraciones de recubrimientos Cr-CrN, variando la cantidad de nitrógeno introducido en el proceso y el uso o no de un gradiente en la deposición.

Los recubrimientos 1-3 incorporan una intercara inicial de cromo depositada a mayor presión, seguida de un gradiente descendente en la presión y las condiciones de pulso HiPIMS. Esta transición progresiva busca reducir tensiones en la interfaz y mejorar la compatibilidad con el sustrato. Los recubrimientos 4 y 5, en cambio, depositan el cromo directamente bajo las condiciones finales, sin gradiente.

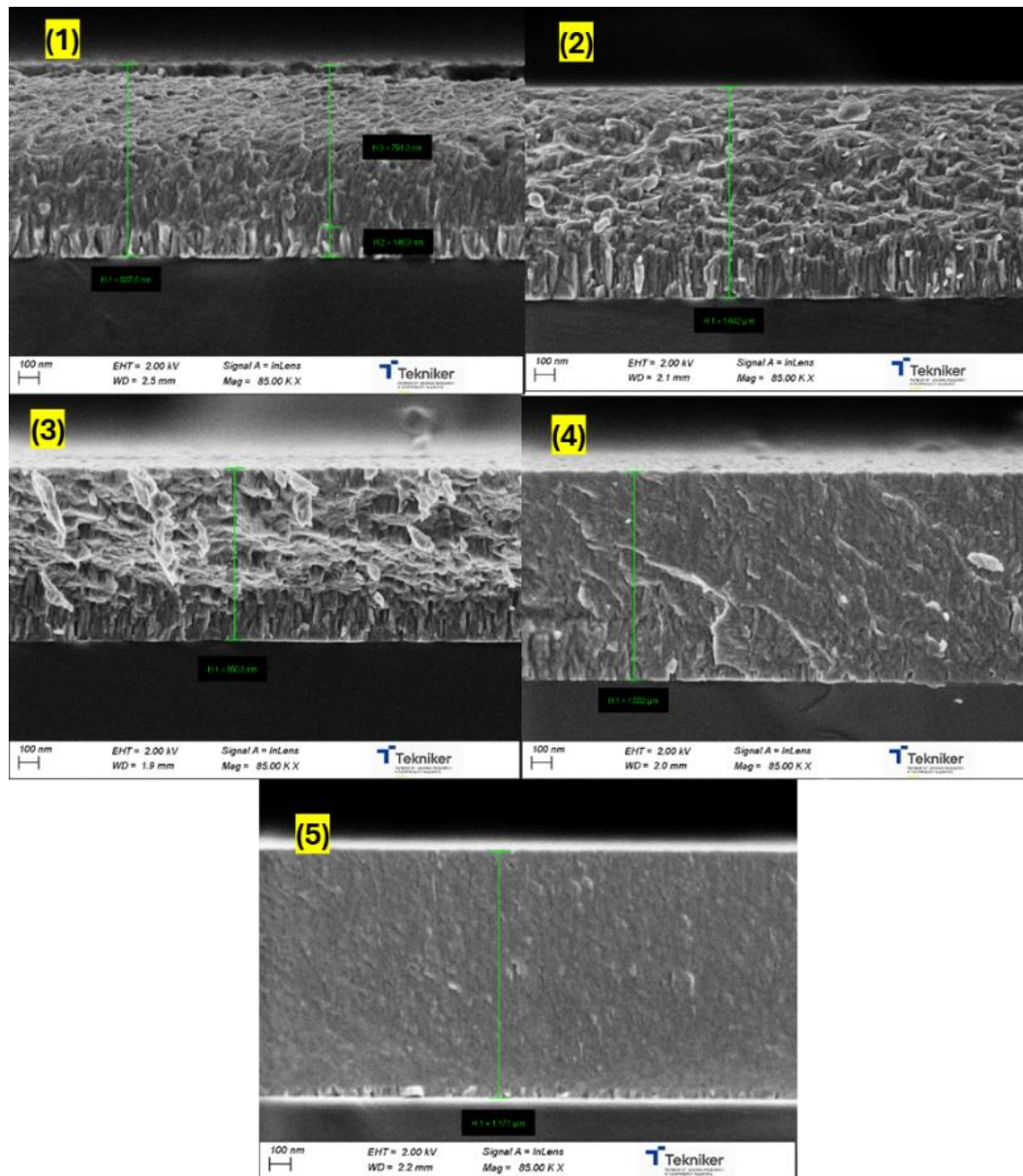


Figura 1. Sección transversal de las 5 configuraciones de recubrimientos Cr-CrN desarrolladas, obtenida mediante microscopía electrónica de barrido (SEM)

Los resultados de los ensayos de adherencia (Rockwell-C y scratch test) revelan un comportamiento claramente superior en los recubrimientos con gradiente: los sistemas 4 y 5, más compactos pero sin transición gradual, presentan un peor rendimiento en los ensayos de adhesión. Este resultado confirma que la densidad del recubrimiento no es el único factor determinante: la arquitectura de la intercara y la gestión de tensiones juegan un papel igualmente importante.

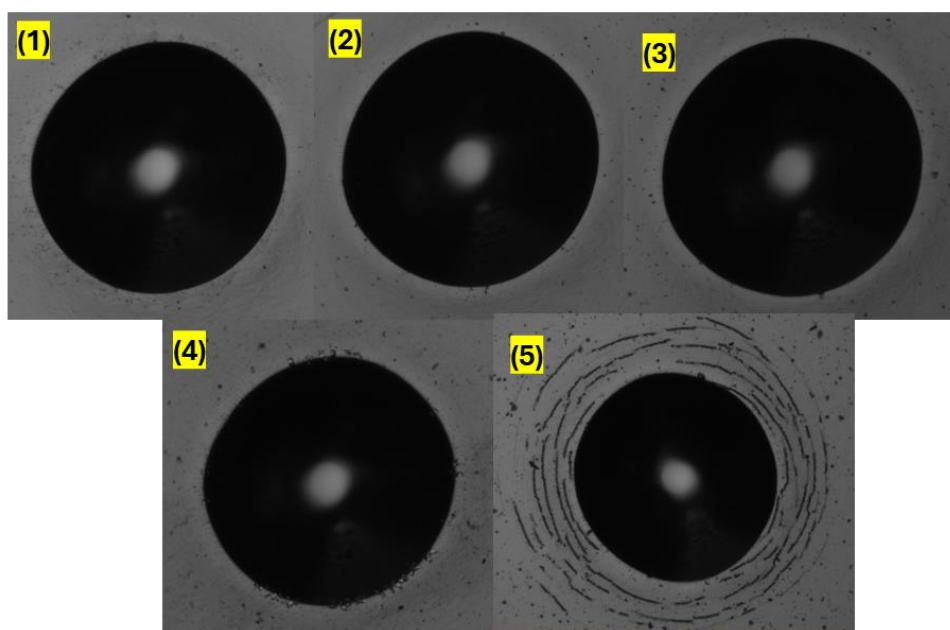


Figura 2. Hendiduras tras el ensayo de Rockwell-C en los recubrimientos con gradiente (izda.) y sin gradiente (dcha.), evidenciando diferencias en el comportamiento de adherencia

Caracterización cristalográfica: formación de fases CrN y Cr₂N

La difracción de rayos X (XRD en configuración rasante) ha permitido identificar las fases cristalinas presentes en cada recubrimiento. Los resultados muestran la formación predominante de CrN en todas las configuraciones, con orientaciones (111), (200), (220) y (222). No obstante, en las condiciones de bajo flujo de nitrógeno —especialmente en el recubrimiento 5— se observa un aumento de la fase secundaria Cr₂N, que según la literatura presenta un rendimiento inferior como barrera.

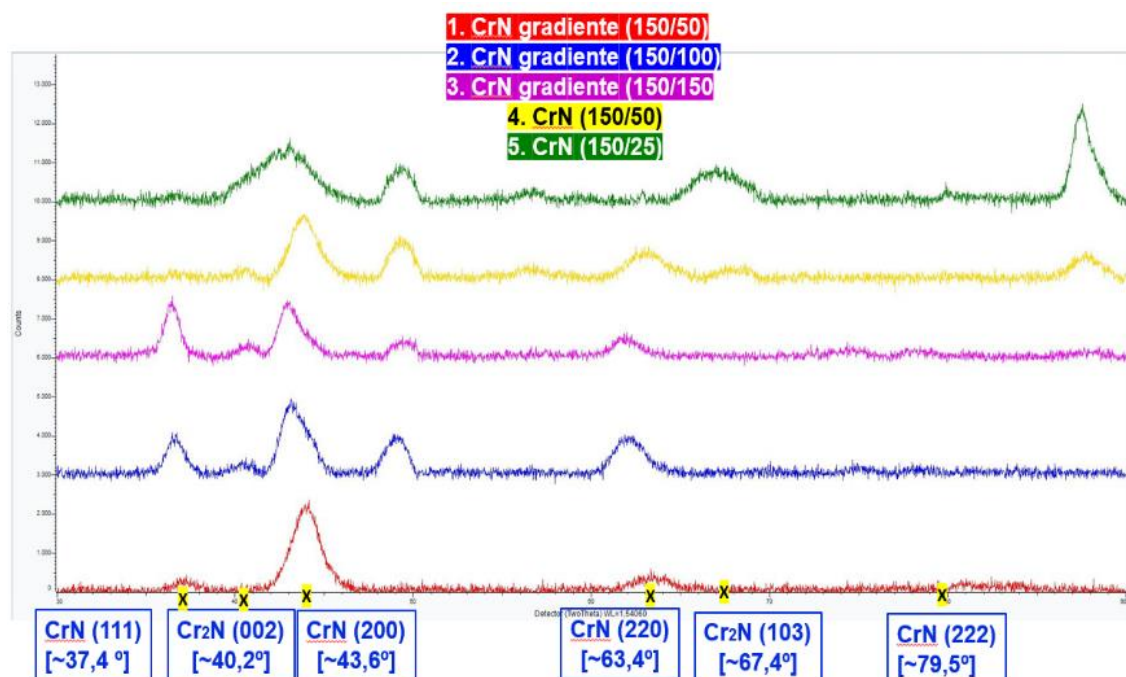


Figura 3. Difractogramas de los recubrimientos Cr-CrN con incidencia rasante (10°), mostrando las fases cristalinas CrN y Cr₂N identificadas

Ensayos de permeación: efecto barrera confirmado

Un resultado especialmente relevante de esta primera anualidad es la confirmación experimental del efecto barrera de los recubrimientos de CrN frente al transporte de hidrógeno. Los ensayos de permeación electroquímica realizados en celda de Devanathan-Stachurski muestran:

- Una reducción significativa de la corriente de permeación en los sistemas recubiertos en comparación con el sustrato sin recubrir.
- Un aumento del tiempo de inicio de permeación (breakthrough time), lo que indica que el recubrimiento retrasa la penetración del hidrógeno.
- El sistema con gradiente (CrN 1) presenta un mejor comportamiento barrera que el sistema sin gradiente (CrN 4), con valores de corriente notablemente menores.

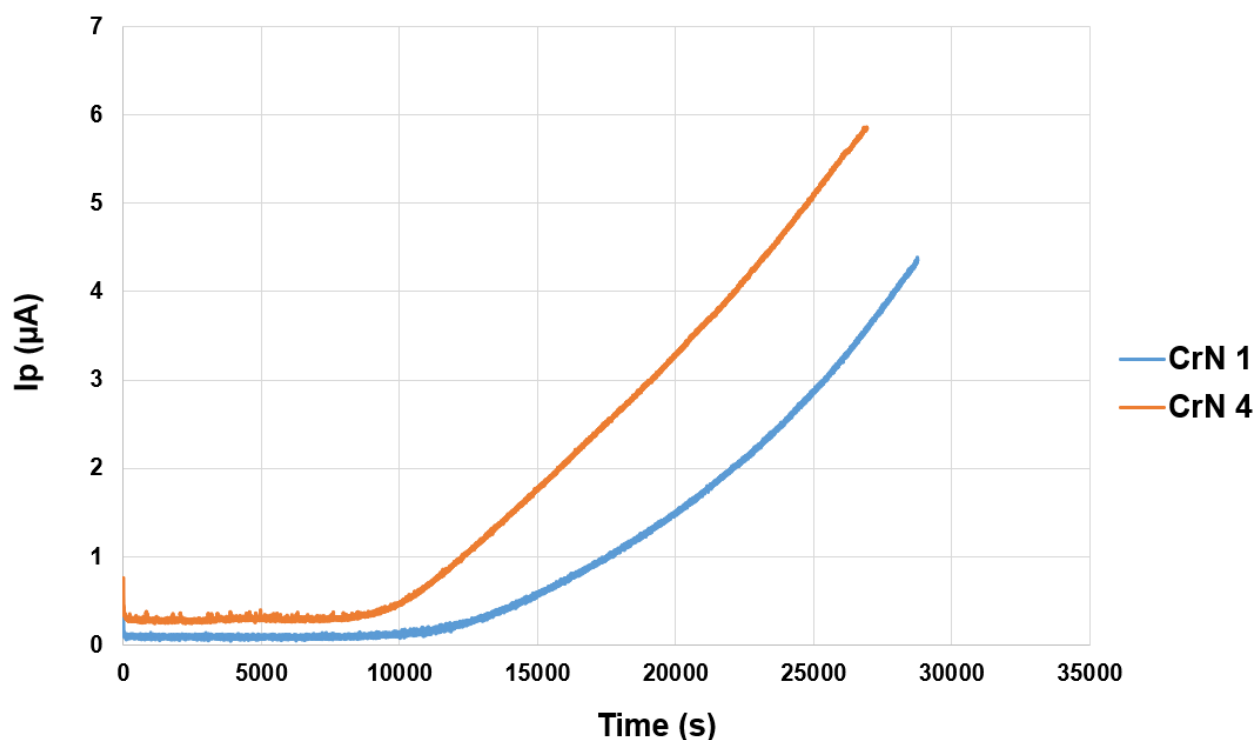


Figura 4. Curvas de permeación electroquímica del sustrato AISI 4130 sin recubrir (referencia)

Los resultados se consideran preliminares, ya que en ninguno de los casos se ha alcanzado la saturación dentro del tiempo de ensayo (≈ 8 horas). En la segunda anualidad se ampliarán los tiempos de ensayo para obtener parámetros cuantitativos fiables, incluyendo el Permeation Reduction Factor (PRF).