

COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DE UN ACERO INOXIDABLE MARTENSÍTICO AISI 410 NITRURADO POR PLASMA DC-PULSADO

F. Walther^a, M. B. Parodi^a, D. A. Egidí^a, P. A. Corengia^a, M. O. Quinteiro^a, A. Cabo^b

^a Centro de Investigación y Desarrollo en Mecánica (CEMEC), Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), C.C. 157, (B1650WAB) San Martín, Buenos Aires, Argentina. corengia@inti.gov.ar

^b IONAR S.A., Arias 3422, C1430CRB Ciudad de Buenos Aires, Argentina. ionar@uolsinectis.com.ar

RESUMEN

Los aceros inoxidable son empleados generalmente como materiales de ingeniería debido a su resistencia a la corrosión. No obstante en algunas aplicaciones presentan problemas por su baja resistencia al desgaste y limitado comportamiento tribológico. Debido a esa situación, existe interés en mejorar las propiedades de superficie mediante tratamientos termoquímicos asistidos por plasma, principalmente a través de nitruración iónica.

En este trabajo se evaluó el comportamiento frente al desgaste de un acero inoxidable martensítico tipo AISI 410 nitrurado por plasma. La nitruración se efectuó en un equipo industrial empleando una mezcla de gases con 25% N₂ y 75% H₂ bajo una descarga glow DC-pulsada durante 20 h a 673 K. Los ensayos de desgaste (rodadura-deslizamiento) se realizaron en una máquina Amsler sometiendo las muestras a diferentes cargas normales.

Se estudiaron las características y naturaleza de los mecanismos de desgaste actuantes durante las diferentes condiciones de ensayo, mediante microscopía óptica y electrónica de barrido junto a ensayos de microdureza.

Los ensayos de desgaste en modo rodadura-deslizamiento muestran mejoras tribológicas, en todos los casos, de la superficie nitrurada frente a la no tratada. En este trabajo se estudia la influencia de las condiciones de nitruración en el comportamiento al desgaste y se discuten los diferentes mecanismos para explicar los resultados experimentales.

Palabras claves: tribología, nitruración por plasma pulsado, aceros inoxidables.

1. INTRODUCCIÓN

La nitruración por plasma es un tratamiento termoquímico asistido por plasma ampliamente utilizado para mejorar las propiedades tribológicas de componentes de acero, fundición, titanio, etc.

Una de las muchas ventajas de este tratamiento respecto a la nitruración convencional proviene del efecto del *sputtering* durante el tratamiento asistido por plasma.

Este efecto produce una remoción de los contaminantes de la superficie y permite una mayor transferencia del N desde el plasma al componente [1].

En el caso de los aceros inoxidables, el *sputtering* es fundamental, ya que el mismo permite eliminar la película pasiva (Cr₂O₃) que se encuentra en la superficie de los mismos y permite la transferencia de N.

Varios estudios se llevaron a cabo en nitruración iónica de aceros inoxidables austeníticos, pero pocos han sido realizados en aceros inoxidables martensíticos [2-4]. Estos últimos son una buena alternativa para medios corrosivos no muy severos y aplicaciones a bajas temperaturas [5, 6].

En este trabajo se presentan y analizan las características microestructurales y el comportamiento tribológico de un acero inoxidable martensítico AISI 410 nitrurado por plasma DC-pulsado a diferentes temperaturas de proceso.

2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

La aleación en estudio posee la siguiente composición química (peso. %): C, 0.13; P, 0.022; S, 0.005; Mn, 0.74; Cr, 12.93; Mo, 0.170; Al, 0.015; V, 0.030; Si, 0.43; Ni, 0.28; Fe, balance.

La dureza del sustrato empleado fue de 212 HV con una estructura de carburos precipitados en una matriz ferrítica; algunos granos de ferrita delta también fueron observados.

Previo a la nitruración iónica, las muestras fueron limpiadas mediante *sputtering* empleando una mezcla de gases compuesta por 50% Ar + 50% H₂ durante 2 h para remover la película pasiva formada en los aceros inoxidables [7]. El tratamiento fue llevado a cabo en un reactor industrial descrito previamente [8] y los parámetros de proceso se detallan en la Tabla I.

La microestructura fue revelada mediante el reactivo metalográfico Marble, y fue examinada con un microscopio óptico (OM) Zeiss Axiotech. El perfil de microdureza fue determinado con un microdurómetro Vickers (Akashi, MVK-H2) usando una carga de 25 g. Las fases presentes en la capa nitrurada fueron determinadas mediante difracción de rayos X de haz rasante (GIXRD) con un difractómetro Philips modelo PW3710 empleando radiación de Co K α .

Las muestras empleadas para determinación de coeficiente de fricción consistieron en discos con un diámetro de 30 mm y 8 mm de espesor, los cuales fueron desbastados hasta papel grano 600. Los ensayos *pin on disc* fueron realizados con un equipo

PLINT T79. Se empleó una bolilla de alumina de 6,33 mm de diámetro, una carga de 8 N y la velocidad fue de 120 rpm. Se realizaron tres ensayos en muestras nitruradas y tres en muestras sin tratamiento.

Tabla I

Parámetro	Valor
Tiempo	20 h
Tensión	750 V
Pulso on/off	70–200 μ s
Densidad de corriente	1,03 mA cm ⁻²
Presión	60 Pa
Temperatura	673 K
Atmósfera	75% H ₂ - 25%N ₂

Las muestras y su disposición para el ensayo de desgaste AMSLER se detalla en la Figura 1.

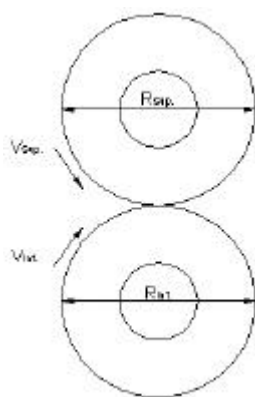


Figura 1. Esquema de la disposición de las muestras en el ensayo de desgaste AMSLER.

El ensayo se efectuó bajo una condición combinada de rodadura-deslizamiento. Los radios exteriores de ambas probetas, superior e inferior (R_{sup} y R_{inf}), fueron de 40 mm y el espesor de 8 mm. La velocidad de rotación de la muestra superior (V_{sup}) fue de 200 rpm y de la inferior (V_{inf}) 215 rpm. En todos los casos las muestras en contacto tuvieron el mismo tratamiento. Se emplearon cargas normales de 50, 125 y 200 Kg. Las muestras fueron limpiadas en un baño ultrasónico con acetona durante 7 minutos y luego con alcohol durante 3 minutos, previamente a su pesado. Las probetas fueron pesadas a diferentes intervalos de tiempo con el objeto de determinar la evolución del desgaste.

Luego de los ensayos de desgaste, las muestras y el debris colectado fueron examinados con un microscopio electrónico de barrido (SEM) Philips SEM 505 y con una lupa estereoscópica Olympus (SM).

3. RESULTADOS

3.1. Microdureza y microestructura

La Figura 2 muestra el perfil de microdureza de la muestra nitrurada por plasma DC-pulsado durante 20 h a 673 K. El perfil de microdureza indica la presencia de una interfase abrupta entre la capa tratada y el núcleo (matríz).

Esta interfase abrupta está asociada a la precipitación de nitruros en el frente de nitruración [9] ya que el acero estudiado AISI 410, posee aproximadamente 13 % de Cr, y este elemento es un fuerte formador de nitruros.

En la Figura 3 se observa una imagen OM de la muestra nitrurada durante 20 h a 623 K. En la Figura se detecta una capa blanca de aproximadamente 30 μ m de espesor, con algunos precipitados oscuros, aparentemente situados en borde de grano.

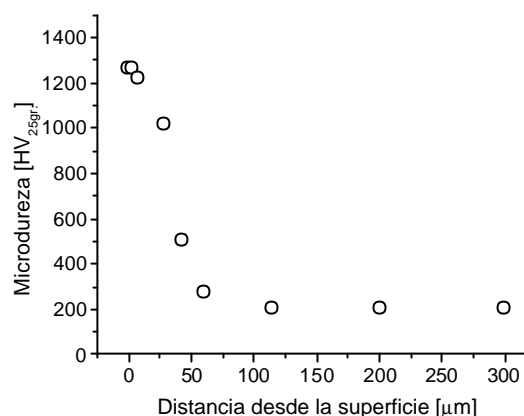


Figura 2. Perfil de microdureza de una acero AISI 410 nitrurado por plasma DC-pulsado durante 20 h a 673 K.

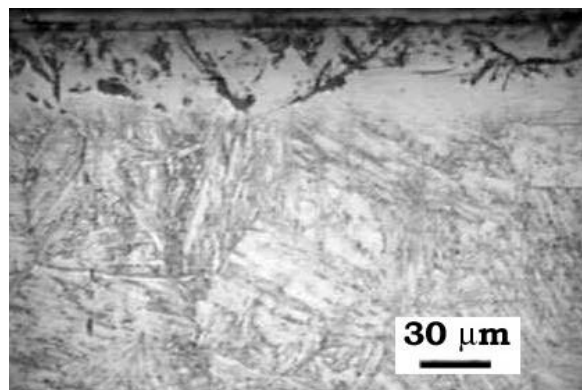


Figura 3. Micrografía óptica de la sección de una muestra de acero AISI 410 nitrurado por plasma DC-pulsado durante 20 h a 673 K.

Del análisis del difractograma obtenido se identificó, en la superficie de la muestra nitrurada, la presencia de las siguientes fases: CrN, α -Fe, Fe₄N y Fe₂₋₃N. Según algunos investigadores la fase oscura que se observa en la Figura 3 esta asociada a una estructura laminar (CrN + α), de similares características morfológicas a la estructura perlítica de los aceros al carbono [10], mientras que la capa blanca está

asociada a precipitados coherentes de CrN y Fe₄N y a la presencia de una solución sólida sobresaturada de N en a-Fe [11].

3.2. Fricción

Los ensayos tribológicos muestran que el coeficiente de fricción μ , fue reducido desde un valor de 0,7-0,8 a 0,4-0,5 para un intervalo de 400 seg., al nitrurar las muestras durante 20 h a 673 K (Figura 4).

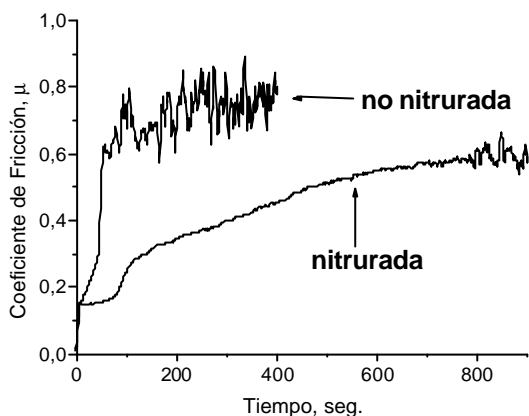


Figura 4. Coeficiente de fricción versus tiempo de deslizamiento de un acero AISI 410 sin nitrurar y nitrurado por plasma DC-pulsado durante 20 h a 773 K.

Las grandes variaciones en el μ en la muestra no tratada, podrían estar asociadas a la adherencia o pegado entre el acero y la bolilla, llevando a un desgaste adhesivo.

3.3 Desgaste

En la Figura 5 se presenta el gráfico que detalla la pérdida en peso de las muestras sin nitrurar y nitruradas sometidas al ensayo de desgaste AMSLER (de rodadura y deslizamiento 10%) bajo una carga aplicada de 125 Kg.

En la figura se observa que la tasa de desgaste fue reducida por un factor aproximadamente de 4,4 luego del nitrurado por plasma.

Luego del ensayo de desgaste realizado con una carga normal de 50 Kg. se observó que las muestras no tratadas presentaron una superficie desgastada rugosa, con surcos profundos en dirección de deslizamiento, indicando desgaste severo (Fig. 6). Esta característica de superficie fue similar en las muestras no nitruradas desgastadas bajo cargas de 125 y 200 Kg. En contraste con las muestras nitruradas por plasma ensayadas bajo una carga de 50 Kg., que muestran una superficie suave con una fina pista de partículas de óxidos generada por la fricción, característica de un proceso de tribo-oxidación [11].

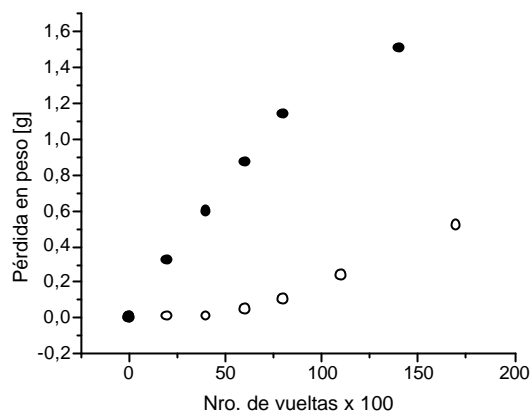


Figura 5. Pérdida en peso vs. vueltas. (●) muestras no nitruradas y (○) muestras nitruradas.

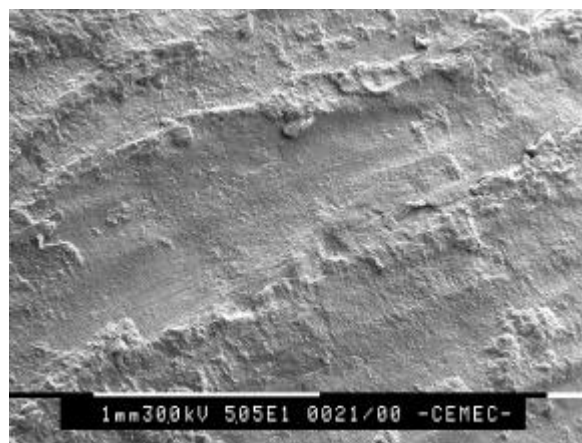


Figura 6. Imágenes SEM de la muestra no nitrurada desgastada bajo una carga de 50 Kg. después de 25000 vueltas.

La oxidación observada en la superficie podría estar asociada, según datos termodinámicos de energía libre [12], con el reemplazo de átomos de N por átomos de O en la superficie de la muestra, debido a las elevadas temperaturas generadas por la fricción durante el ensayo.

Las muestras nitruradas que fueron desgastadas bajo cargas de 125 y 200 Kg. mostraron, además de un desgaste oxidativo, la existencia de delaminación. En la Figura 7 se observa una imagen SM de la superficie de una muestra nitrurada luego de un ensayo de desgaste de 13000 vueltas y bajo una carga aplicada de 200 Kg. En la misma se puede observar el fenómeno de delaminación de la capa tratada como consecuencia de la fricción. Esta característica también fue observada en estudios tribológicos realizados en un acero martensítico tipo AISI 440C [13].

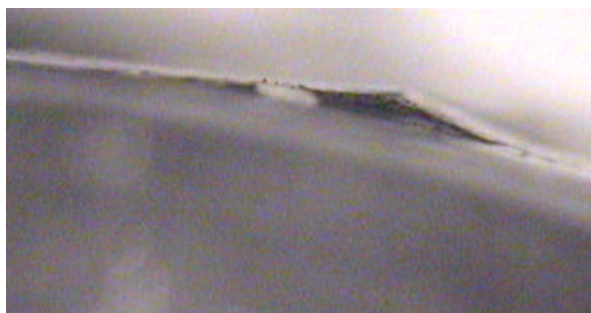


Figura 7. Imagen SM de la sección de una muestra de acero AISI 410 nitrurado por plasma luego del ensayo de desgaste (13000 vueltas) bajo una carga de 200 Kg., (capa delaminada).

Las microscopías ópticas de las secciones de las muestras nitruradas desgastadas verifican la presencia de delaminación y la existencia de algunas fisuras iniciadas en la subsuperficie.

En la Figura 8 se muestra el gráfico pérdida en peso vs. carga aplicada, para las muestras no nitruradas y nitruradas. El valor de pérdida en peso en todos los casos fue determinado para una duración de 6000 vueltas.

Se observó que para todas las condiciones de ensayo existe una mejora sustancial en la resistencia al desgaste, siendo esta más evidente en los ensayos realizados a 200 Kg. También se observa un incremento en la pérdida en peso según se incrementa la carga aplicada.

Esta mejora en el comportamiento tribológico podría estar asociada a la presencia de una capa nitrurada de alta dureza, homogénea y continua en la superficie de las muestras tratadas.

Si bien existe una mejora sustancial en las características tribológicas por el nitrurado iónico del acero AISI 410, es posible que la rotura por delaminación de la capa tratada pueda ser reducida o evitada si se generara una interfase capa-matriz más difusa, esto es, extender la zona de difusión a una mayor profundidad.

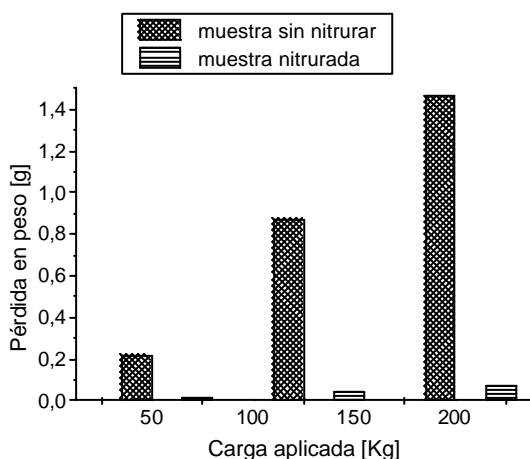


Figura 7. Pérdida en peso vs. carga aplicada. Muestras nitruradas y no nitruradas.

3. CONCLUSIONES

La aplicación de la nitruración por plasma DC-pulsado en muestras de un acero inoxidable martensítico, demostró ser un tratamiento efectivo en mejorar el coeficiente de fricción y la resistencia al desgaste comparado con las muestras que no fueron nitruradas. El mecanismo de desgaste que operó en las muestras nitruradas que fueron ensayadas con una carga aplicada de 50 Kg. fue principalmente de tribooxidación, mientras que en las muestras sometidas a cargas mayores operaron simultáneamente los mecanismos de oxidación y delaminación. Las muestras no nitruradas sufrieron un desgaste severo, mostrando principalmente abrasión.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la colaboración recibida por Adolfo Rodrigo, Fernando Rodríguez y Fabián Alvarez de CNEA; Horacio De Rosa y Hernán Svoboda de la Facultad de Ingeniería de la UBA; a S. Haug from Max Planck Insitute for Metallforschung (Alemania), a Rodrigo Corbari de la Universidade Federal Rio Grande do Sul (Brasil) y a Clodomiro Alves Jr. de la Universidade Federal Rio Grande do Norte (Brasil).

REFERENCIAS

- [1] B. Edenhoffer, *Heat. Treat. Met.*; 1 **1** (1974) 23.
- [2] K. Ichii, K. Fujimura, edited by E. Broszeit, W. D. Munz, H. Oechsner, K. T. Rie and G. K. Wolf in "Plasma Surfaces Engineering", Vol 2 (DGM Informationgesellschaft mbH, Oberursel, 1998) p. 1187.
- [3] P. A. Dearnley, A. Namvar, G.G. A. Hibberd, T. Bell, *Proceedings of the Int. Conference on Plasma Surface Engineering*, **1** (1989) 219-226.
- [4] K. Marchev, C.V. Cooper, B.C. Giessen, *Surf. Coat. Technol.* 99 (1998) 229
- [5] I. Alphonsa, A. Chainani, P.M. Raole, B. Ganguli, P.I. John, *Surf. Coat Technol.* **150** (2002) 263-268.
- [6] S.K. Kim, J.S. Yoo, J.M. Priest, M.P. Fewell, *Surf. Coat. Technol.* **163-164** (2003) 380-385.
- [7] J. Yoon, M. Son, G. Lee, *Journal of the Korean Institute of Metals & Materials.* 35 **4** (1997) 501.
- [8] P. Corengia, G. Ybarra, C. Moina, A. Cabo, E. Broitman, sometido.
- [9] O. Knotek, et al., *Proc. 1st Intern. Conf. Surf. Eng.*, Brighton, England, 25-28 June, 1985.
- [10] Clodomiro Alves Jr., José de Anchieta Rodrigues, Antonio Eduardo Martinelli, *Mater. Sci. and Eng. A* 279 (2000) 10-15.
- [11] S.K. Kim, J.S. Yoo, J.M. Priest, M.P. Fewell, *Surf. Coat. Technol.* 163-164 (2003) 380-385.
- [12] O. Kubaschewski and B.F. Hopkins, *Oxidation of Metals and Alloys*, Butterworths, London, 2^d edn., 1962.
- [13] Y. Sun, T. Bell, G. Wood; *Wear* 178 (1994) 131-138