

Efecto del *sputtering cleaning* en la nitruración iónica de aceros inoxidables martensíticos

Corengia, P.⁽ⁱ⁾; Egidi, D.⁽ⁱ⁾; Quinteiro, M.⁽ⁱ⁾; Alves Jr., C.⁽ⁱⁱ⁾.

⁽ⁱ⁾ Centro de Investigación y Desarrollo en Mecánica (CEMEC)

⁽ⁱⁱ⁾ Depto. Física Teórica y Experimental, Universidade Federal Rio Grande do Norte (Natal - Brasil)

1.- INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidables en general tienen en su superficie una película pasiva (Cr₂O₃) fuertemente resistente a la corrosión. Para poder nitrurar estos materiales es necesario remover este film que impide la transferencia de nitrógeno al sustrato[1].

En la etapa anterior a la nitruración iónica de aceros inoxidables, comúnmente se realiza una limpieza iónica (*sputtering cleaning*) para eliminar la película pasiva.

En muchas ocasiones especialmente en la nitruración de aceros inoxidables martensíticos (AISI 410) luego de ser nitrurados por plasma, bajo ciertas condiciones de proceso, se obtiene una gran variación en los valores microdureza y espesor de capa tratada.

En este trabajo se estudió la influencia de las condiciones de *sputtering cleaning* (presión, gases, pulso dc aplicado) en las características de superficie de un acero inoxidable martensítico AISI 410 con el objetivo de optimizar las condiciones de proceso.

2.- MATERIALES Y METODOS

El material empleado en este trabajo es un acero AISI 410, con la siguiente composición química (porcentaje en masa): 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. Se emplearon sustratos en estado de recocido de globulización con una dureza de 212 HV y una estructura de carburos precipitados en una matriz ferrítica. Las muestras consistieron en discos de 45 mm de diámetro y 8 mm de espesor. La superficie de las mismas fue preparada mediante desbaste mecánico, empleando papel de SiC grano 600 en el último paso. El *sputtering* por plasma dc y dc-pulsado se realizó en un reactor cilíndrico

de acero inoxidable de 400 mm x 400 mm (altura x diámetro) que fue desarrollado por el Laboratorio de Processamento de Materiais por Plasma de la Universidad Federal Rio Grande do Norte (Natal – Brasil) [2].

Las presiones de proceso utilizadas fueron: 1.7, 2.3 y 5 mbar, los gases empleados fueron: H₂, Ar, , 50% Ar-50% H₂, 20% H₂-80%N₂ (esta última composición corresponde a la utilizada comúnmente en nitruración) y se empleó una fuente dc, y dc-pulsada con los siguientes anchos de pulso (ton: 270, 520 y 910 μ s) con una frecuencia fue en todos los casos de 1040 Hz.

La microestructura y uniformidad de las muestras sometidas a *sputtering* y nitruración iónica fueron analizadas utilizando un microscopio óptico Carl Zeiss Neophot y las mediciones de microdureza fueron realizadas en un equipo Carl Zeiss Jena mph.

3.- RESULTADOS Y DISCUSION

Es conocido que cuando en ciertos materiales como el titanio, aluminio y acero inoxidable son sometidos a procesos de oxidación generan filmes de diversos colores en función del espesor [3]. Pasando desde el dorado para espesores de aproximadamente 17nm al azul para 40 nm hasta el rosado para 175 nm.

De las experiencias realizadas se observó que de acuerdo a la presión de *sputtering* se obtuvieron óxidos depositados en diferentes zonas de las muestras. En la figura 1(a) se observa un aro de color azul en la superficie de la muestra tratada a 2.3 mbar, en cambio en la muestra tratada a mayor presión (5 mbar) se observa un disco en el centro de la de similar aspecto.



Fig. 1 . Muestras tratadas adiferentes presiones. (a) 2.3 mbar y (b) 5 mbar.

Esta variación puede ser explicada teniendo en cuenta las diferentes intensidades de *sputtering* (erosión) que sufre la muestra, dado que el potencial, el campo eléctrico y densidad superficial de carga dependen entre otras cosas de la presión y la geometría de la muestra^[5]. En las muestras tratadas a mayor presión existe una mayor erosión en el borde de la muestra, en cambio en tratamientos a menores presiones, donde la lamina de plasma se distancia de la superficie y las curvas equipotenciales son paralelas a la superficie, el bombardeo iónico es perpendicular a la superficie de la muestra.

De este análisis se desprende que las zonas donde se encuentra el film de oxido corresponden a lugares de baja tasa de *sputtering*, y por lo tanto en estas zonas existe una mayor re-deposición de la misma película pasiva que posee el acero inoxidable.

Otro parámetro importante que se estudió fue la influencia del flujo de gas, de las experiencias realizadas se observó, que flujos de gases inferiores a 100 sccm no eran suficientes para el volumen de la cámara que empleada, ya que es necesario en este tipo de aceros generar una continua renovación y de esta manera disminuir la contaminación, buenos resultados se observaron en flujos de gases mayores a 100 sccm. Observaciones similares fueron realizadas por otros investigadores^[5].

De las experiencias realizadas con dc pulsada con diferentes *ton* (270, 520 y 910 μ s) a una presión de 5 mbar se produjo una zona central oxidada, este efecto desapareció cuando las presiones empleadas fueron menores. En todos los casos la utilización de la fuente dc-pulsada aumentó la uniformidad y disminuyó el área oxidada. Esto puede ser explicado dado que La fuente pulsada produce una mayor uniformidad en el sputtering, debido a que existe un tiempo *toff* en el que las especies ionizadas decaen y se recombinan, por lo que se elimina en parte el efecto de borde observado en las muestras sometidas a sputtering dc.

4.- CONCLUSIONES

Del estudio realizado se desprende que los mejores resultados se obtienen utilizando flujos de gases mayores a 100 sccm, presiones inferiores a 2 mbar, bajo descarga dc pulsada. El sputtering más efectivo fue el que utilizó una mezcla gaseosa de 50% Ar y 50% H₂ posiblemente debido a la combinación de una reacción mecánica por el bombardeo de Ar y una reacción química por la reducción del hidrógeno en la película pasiva.

5.- AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la colaboración del personal del Laboratorio de Processamento de Materiales por Plasma de la Universidade Federal do Rio Grande do Norte (Natal-Brasil) y al CEMEC – INTI.

6.- REFERENCIAS

- [1] J. Yoon, M. Son, G. Lee, Journal of the Korean Institute of Metals & Materials. **35**, 4 (1997) 501.
- [2] R.S. de Souza, C. Alves Jr., J. Mate. Eng. Perform. 6 (3) (1997) 300.
- [3] Tabla
- [4] C. Alves Jr, E. F. da Silva, A. E. Martinelli, Surf. Coat. Technol. 139 (2001) 1.
- [5] C. Ruset, T. Bell, ^a Bloyce, Heat Treatment of Metals 4 (1999) 90.

Para mayor información contactarse con:

Pablo Corengia – surfaces@inti.gov.ar