

COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DE UN ACERO INOXIDABLE AUSTENÍTICO AISI 316L NITRURADO POR PLASMA DC-PULSADO.

E. De Las Heras⁽¹⁾, F. Walther⁽¹⁾, P. A. Corengia⁽¹⁾, M. O. Quinteiro⁽¹⁾, A. Cabo⁽²⁾,
S. Brühl⁽³⁾, S. Sommadossi⁽⁴⁾

⁽¹⁾ Centro de Investigación y Desarrollo en Mecánica, Instituto Nacional de Tecnología Industrial, C.C. 157, B1650WAB San Martín, Buenos Aires, Argentina. corengia@inti.gov.ar

⁽²⁾ Ionar S.A., (B1650LOP) Buenos Aires, Argentina. ionar@olsinectis.com.ar

⁽³⁾ Facultad Regional C. del Uruguay, Universidad Tecnológica Nacional, 3260 Concepción del Uruguay, Entre Ríos, Argentina. sonia@frcu.utn.edu.ar

⁽⁴⁾ Institut für Industrielle Fertigung und Fabrikbetrieb IFF - Universität Stuttgart Nobelstr. 12 D-70569 Stuttgart, Germany. svvs@iff.uni-stuttgart.de

RESUMEN

Los aceros inoxidables austeníticos son ampliamente utilizados en diversas aplicaciones debido a su elevada resistencia a la corrosión. En la actualidad la nitruración iónica ha mostrado ser una técnica adecuada para efectuar modificaciones en este tipo de aceros, de forma de mejorar su resistencia al desgaste sin que por ello se vea disminuida su resistencia a la corrosión. Si bien numerosos trabajos han reportado mejoras en las propiedades tribológicas del AISI 316 nitrurado, resulta de interés realizar estudios sistemáticos que evalúen dicho comportamiento utilizando equipos industriales para su tratamiento termoquímico.

En este trabajo se estudió el comportamiento tribológico por medio de ensayos de desgaste con diferentes condiciones en una máquina Amsler-disc-machine A 135 de un acero AISI 316L nitrurado por plasma DC-pulsado en un equipo industrial bajo una atmósfera 25% N₂ y 75% H₂ durante 20 h a 400 °C. Para caracterizar las muestras desgastadas se realizaron perfiles de microdureza y microscopía óptica y electrónica de barrido y determinar los mecanismos de desgaste actuantes.

Los resultados obtenidos mostraron una mejora sustancial en la resistencia al desgaste de las muestras nitruradas frente a las no tratadas y se discutieron los diferentes mecanismos de desgaste para explicar los resultados experimentales.

Palabras claves: nitruración iónica, tribología, aceros inoxidables.

1. INTRODUCCION

Los aceros inoxidables austeníticos son conocidos por su alta resistencia a la corrosión siendo ampliamente utilizados en la industria alimenticia y química. Sin embargo presentan una pobre dureza superficial y resistencia al desgaste, lo que limita su campo de aplicación en equipamientos y partes de mecanismos donde la resistencia al desgaste es una propiedad altamente requerida [1,2].

Una gran cantidad de procesos han sido desarrollados de forma de obtener mejoras en las propiedades antes nombradas sin perjudicar la resistencia a la corrosión. La nitruración es uno de los tratamientos superficiales ampliamente utilizados, ya que provee a los materiales tratados una buena resistencia a la fatiga y al desgaste [3]. Es posible nombrar la nitruración gaseosa, en baño de sales, iónica, DC-pulsada, PI³, entre otras.

La nitruración iónica permite realizar procesos a bajas temperaturas por lo que es una de las técnicas elegidas para lograr mejoras en las propiedades superficiales en aceros inoxidables. Estudios realizados han reportado

un rango de temperatura comprendido entre los 300 °C y 440 °C para nitrurar aceros inoxidables; la primera representa la mínima temperatura a la cual se logra incrementar la dureza superficial en tiempos aceptables mientras que la segunda es aquella a partir de la cual comienzan a precipitar nitruros de cromo (CrN, Cr₂N) en la superficie y subsuperficie. Este proceso, si bien confiere una alta dureza superficial, está acompañado por la pérdida de resistencia a la corrosión del acero tratado [4-6].

En este trabajo se estudiaron y discutieron el comportamiento tribológico y microestructural de un acero AISI 316L nitrurado por plasma DC-pulsado a 400 °C durante 20 h.

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

El acero utilizado presentó la siguiente composición química (% peso): C, 0.02; Mn, 1.53; P, 0.023; S, 0.024; Si, 0.69; Cr, 16.4; Ni, 10.4; Mo, 2.00; Fe,

balance. El material sin tratar presentó una estructura austenítica con una dureza de ~ 83 HRB.

En forma previa a la nitruración, las muestras fueron limpiadas superficialmente mediante *sputtering* durante 3 h usando una mezcla de 50% Ar + 50% H₂ de forma de remover la película pasiva que protege al acero inoxidable, mejorando así la difusión de N en el material. El tratamiento fue llevado a cabo en un reactor industrial descrito en [6] bajo las condiciones detalladas en la Tabla I.

Tabla I. Condiciones de nitruración.

Parámetros	Valor
Tiempo	20 h
Temperatura	400°C
Presión	6.5 hP
Atmósfera	75% H ₂ +25% N ₂
Tensión	700V
Pulso on/off	70-200 μs
Densidad de corriente	~1 A.cm ²

Las muestras nitruradas y sin tratar fueron ensayadas en la máquina de desgaste AMSLER A 135 bajo una condición combinada de rodadura-deslizamiento (10%) para ello se realizaron muestras según las dimensiones y características detalladas en [7] y se emplearon cargas normales de 50 y 125 kg con una velocidad de rotación de 200 rpm para la muestra superior y 220 rpm para la inferior.

Se realizaron tres ensayos para cada condición de carga realizando interrupciones periódicas con el objeto de pesar las muestras y recoger el *wear debris* para su posterior análisis.

Luego del ensayo de desgaste, las muestras fueron observadas por medio del microscopio óptico (OM) Zeiss Axiotech, electrónico de barrido (SEM) Philips SEM 505 y con una lupa estereoscópica Olympus, se obtuvieron además perfiles de microdureza Vickers con un microdurómetro Akashi, MVK-H2.

3. RESULTADOS

3.1. Análisis microestructural

La Figura 1 muestra una micrografía obtenida por SEM de una muestra nitrurada bajo las condiciones mencionadas en la Tabla I, donde se puede observar la presencia de una capa nitrurada continua y uniforme de aspecto claro sin zonas oscuras características de la precipitación de Cr_xN [8]. Además se puede apreciar en la Figura que la capa nitrurada está formada por dos subcapas.

Diferentes trabajos sostienen que entre 310 °C y 420 °C la capa nitrurada está compuesta por una solución sólida FCC sobresaturada de nitrógeno o también

llamada austenita expandida (γ_N). Esta fase presenta una alta dureza y resistencia al desgaste manteniendo la resistencia a la corrosión del acero [8,9]. Así mismo T. Czerwicz y colaboradores han encontrado en muestras enfriadas de manera lenta la presencia de dos subcapas, diferenciándose ambas en el contenido de N, siendo este mayor en la superior. Los mismos autores sugieren que las subcapas se forman durante el enfriamiento lento del sustrato posterior al tratamiento de nitruración [9], sin embargo es necesario efectuar nuevos estudios sistemáticos que aporten al entendimiento de dicho fenómeno.

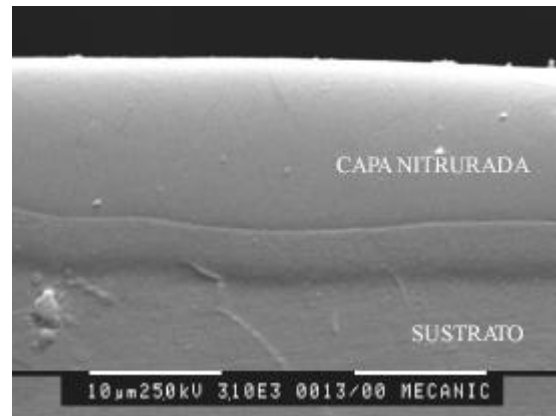


Figura 1: Micrografía electrónica de una muestra nitrurada bajo una descarga DC-pulsada durante 20 h a 400 °C.

3.2 Microdureza

La Figura 2 presenta el perfil de microdureza de la muestra nitrurada durante 20 h a 400 °C. Es posible apreciar un transición de dureza abrupta entre la capa nitrurada y el sustrato. Esta transición está asociada a la presencia de una capa formada por γ_N [8].

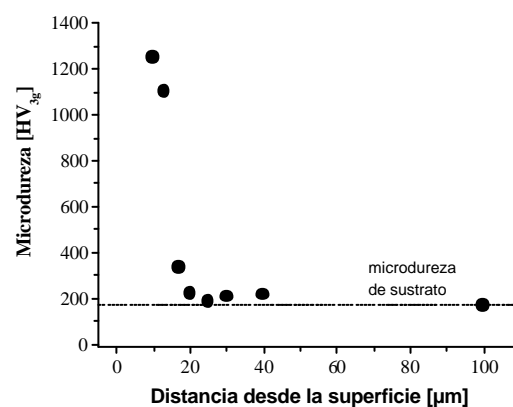


Figura 2. Perfil de microdureza de una muestra nitrurada por plasma DC-pulsado durante 20 h a 400 °C.

3.3 Desgaste

El gráfico de la Figura 3 presenta la pérdida en peso en función del número de vueltas x 100 de las muestras sin nitrurar sometidas al ensayo de desgaste bajo una condición de rodadura-deslizamiento (10%) con una carga normal aplicada de 50 kg y 125 kg.

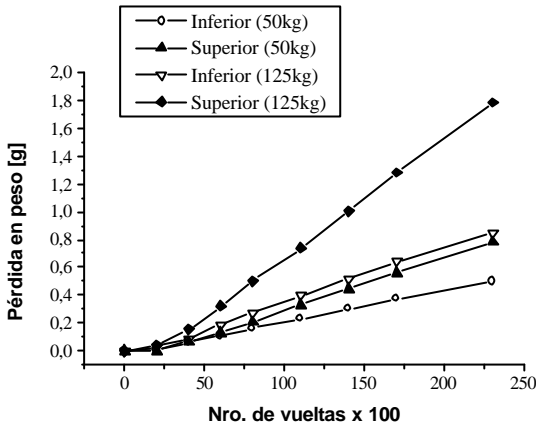


Figura 3. Gráfico de pérdida en peso vs. nro de vueltas x 100

Las muestras sin nitrurar ensayadas a 50 y 125 kg mostraron una pérdida de peso constante según se incrementó el número de vueltas. Además se apreció un mayor desgaste en las probetas superiores frente a las muestras inferiores.

El comportamiento observado para ambas cargas indicaría la presencia del mismo mecanismo de desgaste durante el ensayo.

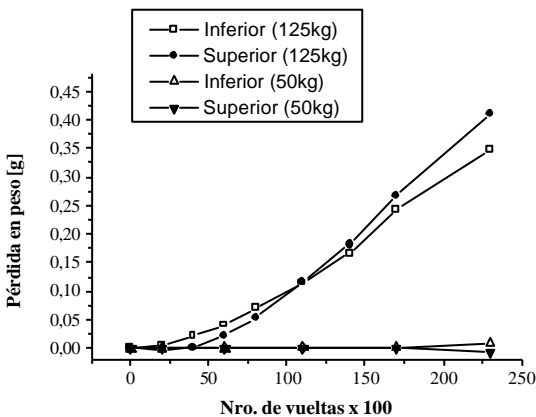


Figura 4. Gráfico de pérdida en peso de las muestras nitruradas vs. nro. de vueltas x 100

Las muestras nitruradas presentaron una pérdida en peso de aproximadamente un 25% de las muestras sin nitruradas. Además se observó un incremento en la pérdida en peso según se incrementó la carga aplicada de 50 kg a 125 kg. En este caso no se apreció

diferencia significativa en la pérdida en peso detectada entre las muestra superiores e inferiores.

Luego de realizar los ensayos, las muestras y el wear debris recogido fueron observados mediante OM y SEM. En el caso de las muestras sin tratar se observó que el wear debris presentó un aspecto metálico sin presencia de oxidación. El wear debris estuvo compuesto por partículas en forma de láminas de diferentes tamaños y fue posible observar un aumento del tamaño medio de las mismas a medida que aumentó el número de vueltas y la carga normal aplicada.

En el caso de las muestras nitruradas se generó debris para la carga de 50 kg luego de la interrupción correspondiente a las 17000 vueltas, mientras que para la carga de 125 kg se apreció un debris de menor tamaño y aspecto oxidado.

De acuerdo a Sun y colaboradores [11] una posible explicación para la oxidación de las superficies nitruradas es que los óxidos son más estables que los nitruros de acuerdo a los datos de energía libre a [12]. De esta forma átomos de nitrógeno en la superficie nitrurada se reemplazan por átomos de oxígeno durante el proceso de desgaste debido a las altas temperaturas de contacto provocado por el calentamiento por fricción.

En todas las muestras se observó una gran deformación plástica subsuperficial, siendo este fenómeno mayor en el caso de las muestras sin nitrurar. Esto estaría asociado a que la capa nitrurada otorga una superficie de alta dureza que inhibe la deformación.

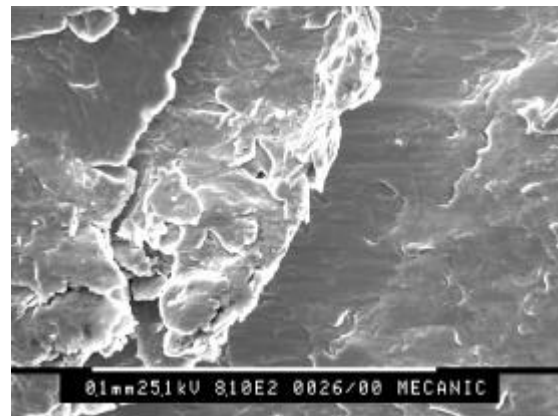


Figura 5. Micrografía electrónica de una muestra sin nitrurar desgastada bajo una carga de 50 kg.

En la Figura 5 se observa la superficie de una muestra sin nitrurar desgastada bajo una carga de 50 kg, donde se pueden apreciar las láminas que se desprenden en el transcurso del ensayo. En la Figura 6 se observa la sección de la misma muestra, donde se pueden

apreciar fisuras subsuperficiales paralelas a la superficies desgastadas producto del mecanismo de delaminación actuante [13].

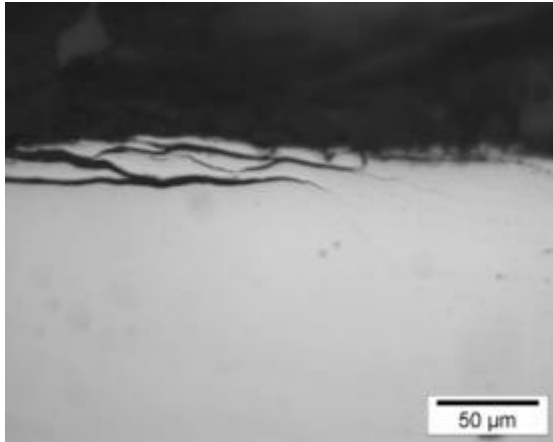


Figura 6. Imagen OM de la sección de una muestra de acero AISI 316L nitrurado por plasma luego del ensayo de desgaste (23000 vueltas) bajo una carga de 50 Kg.

4. CONCLUSIONES

La aplicación de la nitruración por plasma DC-pulsado en muestras de un acero inoxidable austenítico AISI 316L demostró ser un tratamiento efectivo para mejorar la resistencia al desgaste. Esto se debe principalmente a que la capa nitrurada otorga una superficie de alta dureza que inhibe la deformación plástica subsuperficial.

El principal mecanismo de desgaste que operó en las muestras nitruradas y sin nitrurar fue el de delaminación. Sin embargo en las muestras nitruradas sometidas a 125 kg operaron simultáneamente los mecanismos de oxidación y delaminación.

Por último, se observó una marcada influencia de la carga aplicada en el desgaste de ambas muestras, siendo este mayor para las cargas más elevadas.

5. REFERENCIAS

- [1] Zhao Cheng, C. X. Li, h. Dong, T. Bell; low temperature plasma nitrocarburising of AISI 316 austenitic stainless steel. *Surface & Coatings Technology* (2004)
- [2] Peter A. Dearnley, Giles Aldrich-Smith, Corrosion-wear mechanisms of hard coated austenitic 316L stainless steel. *Wear* **256** (2004) 491-499.
- [3] A comparative study between pulsed and D. C. ion nitriding behavior in specimens with blind holes. S. C. Kwon, G. H. Lee, M. C. Yoo 77-81.

[4] V. Singh, K. Marchev, C. V. Cooper, E. I. Meletis. Intensified plasma-assisted of AISI 316L stainless steel. *Surfaces and Coatings Technology* **160** (2002) 249-258.

[5] Bong-Yong Jeong, Myung-Ho Kim. Effects of pulse frequency and temperature on the nitride layer and surface characteristics of plasma nitrided stainless steel. *Surfaces and Coatings Technology* **137** (2001) 249-254.

[6] Pablo A. Corengia, G. Ybarra, C. Moina, A. Cabo, E. Broitman. Enviado a *Surfaces and Coatings Technology*

[7] F. Walter, M. B. Parodi, D. A. Egidi, P. A. Corengia, M. O. Quinteiro, A. Cabo. Comportamiento tribológico de un acero inoxidable martensítico AISI 410 nitrurado por plasma DC-Pulsado. *Jornadas SAM/ CONAMET/ SIMPOSIO MATERIAL 2003.08-01*

[8] Y. Sun, T. Bell, Z. Kolosvary, J. Flis. The response of austenitic stainless steels to low-temperature plasma nitriding. *Heat Treatment of Metals 1999* **1**, pp 9-16.

[9] Y. Li, Low temperature plasma nitriding of 316 stainless steel-nature of S phase and its thermal stability. *Surface Engineering* 2001 **17** N°2 147-152.

[10] T. Czerwec, N. Renevier, H. Michel, Low-temperature plasma-assisted nitriding. *Surface and Coating Technology* **131** (2000) 267-277.

[11] Y. Sun, T. Bell, G. Wood, *Wear* **178** (1998) 131-138.

[12] O. Kubaschewski, B.F. Hopkins, *Oxidation of Metals and Alloys*, Butterworths, London, 2nd edn., 1962.

[13] F.H. Stott, *Tribology Int.* **31** (1998) 61.

DEDICATORIA

A la memoria del Ing. Mario O. Quinteiro y de Hugo Helguero, compañeros y amigos.