

EFFECTO DE LA GEOMETRÍA EN LAS CARACTERÍSTICAS DE SUPERFICIE DE COMPONENTES DE ACERO AISI 4140 NITRURADOS POR PLASMA DC-PULSADO

C. Calahorra⁽¹⁾, E. De Las Heras⁽¹⁾, F. De La Serna⁽¹⁾,
P. Corengia^(1,3), G. Ybarra⁽²⁾, H. Svoboda⁽³⁾

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

⁽²⁾ Centro de Investigación y Desarrollo en Electrodeposición y Procesos Superficiales, Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), C.C. 157, (B1650WAB) San Martín, Buenos Aires, Argentina, gabriel@inti.gov.ar

⁽³⁾ Facultad de Ingeniería, Universidad de Buenos Aires, Paseo Colón 850, Buenos Aires, Argentina, hsvobod@fi.uba.ar

RESUMEN

En este trabajo piezas de acero AISI 4140 conteniendo agujeros cilíndricos de diferentes diámetros y profundidades fueron nitruradas por plasma, en una atmósfera de 25% N₂ + 75% H₂ bajo una descarga tipo glow DC-pulsada durante 15 h. Las muestras fueron nitruradas para estudiar la influencia de las dimensiones de los agujeros sobre la uniformidad de la capa de compuestos, la profundidad de la zona de difusión y la microdureza de superficie y subsuperficie. Los resultados mostraron que la nitruración de piezas con agujeros introducen variaciones en los parámetros eléctricos y modifican la uniformidad de la capa de compuestos formadas alterando las propiedades mecánicas de la superficie y subsuperficie.

Palabras Claves: nitruración por plasma, acero AISI 4140, glow discharge

1. INTRODUCCIÓN

La nitruración iónica es un tratamiento termoquímico asistido por plasma ampliamente utilizado para aumentar la dureza, resistencia al desgaste y a fatiga de piezas de acero [1]. Este tratamiento produce en aceros de baja aleación dos capas llamadas capa blanca o de compuestos y zona de difusión [1-3]. Sin embargo, el espesor, la continuidad y la uniformidad de estas zonas varían con la temperatura, la tasa de sputtering y la aparición de efectos de borde y de cátodo hueco, entre otros. La nitruración de piezas con geometrías complejas presenta un desafío tecnológico, ya que introducen variaciones en los parámetros eléctricos y pueden modificar las estructuras formadas, alterando las propiedades de la capa y provocando fallas en servicio.

En estas situaciones, se originan capas nitruradas no uniformes. Estas variaciones son producto del comportamiento del potencial ϕ , el campo E y la densidad superficial de carga s (ρ), en las proximidades de estos cantos agudos o aristas. La ecuación que define la dependencia de la densidad de carga eléctrica en función de la distancia r esta dada por la ecuación de Laplace (1) [4], donde a es un

coeficiente que depende del potencial eléctrico inducido (potencial remoto) en la arista, β es el ángulo entre las superficies que forman la arista y r es la distancia de la arista y el punto considerado, donde se desea determinar la densidad de carga eléctrica.

$$s(r) = -\frac{a_1}{4b} r \left(\frac{r}{b}\right)^{-1} \quad (1)$$

Las componentes del campo y la densidad superficial de carga próximos a $r = 0$, varían con la distancia, proporcionalmente a $r^{(\pi/\beta)-1}$. En la Figura 2 se observa la dependencia de la densidad superficial de carga con r para algunos casos especiales [4].

Si se tiene un vértice muy agudo (β pequeño), la potencia de r se vuelve muy grande. Esencialmente, no hay acumulación de partículas cargadas en este vértice. Para $\beta = \pi$ (superficie plana), las cantidades del campo se independizan de r . Cuando $\beta > \pi$, el vértice bidimensional se transforma en una arista, el campo y la densidad superficial de carga se vuelven singulares cuando $r \rightarrow 0$. El campo eléctrico en la

proximidad es muy grande. Para las extremidades rectas, $\beta = 3\pi/2$, la densidad de carga superficial es proporcional a $\rho^{-1/3}$.



Figura 2. Variación de la densidad superficial de carga con la distancia ρ medida a partir de la arista, con ángulos $\beta = \pi/4, \pi/2, \pi, 3\pi/2$ y 2π

En este trabajo se analizó la influencia del diámetro y profundidad de agujeros cilíndricos en la capa de compuestos y la microdureza de un acero AISI 4140 nitrurado por plasma utilizando muestras cilíndricas con un agujero central de diámetros 2, 4, 6, 10 y 12 mm y 3, 8 y 15 mm de profundidad.

Las muestras fueron nitruradas en un equipo industrial empleando una atmósfera de 25% N_2 + 75% H_2 bajo una descarga tipo glow DC-pulsada durante 15 h. La caracterización se realizó mediante microdureza, microscopía óptica y electrónica de barrido.

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La composición química del acero AISI 4140 empleado fue la siguiente: (peso %): C, 0.41; P, 0.014; S, 0.011; Mn, 0.82; Cr, 0.90; Mo, 0.17; Si, 0.30; Ni, 0.04; Fe, balance.

Una barra de acero fue templada desde 1113 K y revenida a 823 K durante 2 h, y finalmente enfriada en aire, resultando un material con una dureza final de 330 HV_{25g} . Las muestras fueron confeccionadas con agujeros de diferentes diámetros y profundidades (Figura 1).

En la Tabla I se detalla la identificación de las muestras estudiadas.

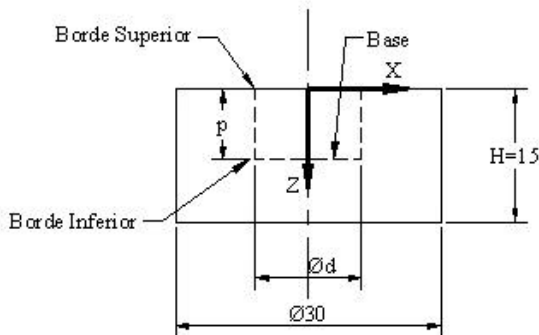


Figura 1. Esquema de las dimensiones y disposición de los ejes (X, Z) de las muestras estudiadas

Después de la limpieza con acetona en un baño ultrasónico, los sustratos fueron situados dentro del

reactor de nitruración por plasma DC-pulsado; los parámetros de proceso usados fueron los siguientes: tiempo: 15 h; tensión: 750 V, pulso on/off: 70–200 μs ; densidad de corriente: 1,03 $mA.cm^{-2}$; presión: 6 hPa; temperatura 773 K; atmósfera: 75% H_2 - 25% N_2 .

Tabla I. Identificación de muestras nitruradas

Profundidad [mm]	Diámetro [mm]					
	0	2	4	6	10	12
3	p0 d0	p3 d2	p3 d4	p3 d6	p3 d10	p3 d12
8	p0 d0	p8 d2	p8 d4	p8 d6	p8 d10	p8 d12
15	p0 d0	p15 d2	p15 d4	p15 d6	p15 d10	p15 d12

Luego de la nitruración iónica las muestras fueron seccionadas y se prepararon metalografías para determinar el espesor de capa de compuestos y la microdureza y profundidad de zona de difusión en el contorno de los agujeros. El espesor de la capa de compuestos fue determinado mediante un microscopio electrónico de barrido (SEM) Philips SEM 505.

La microdureza fue determinada con un microdurómetro Vickers (Akashi, MVK-H2) usando una carga de 25 g en diferentes posiciones en el contorno de agujeros, y la profundidad de la zona de difusión fue obtenida de los valores de microdureza. Se realizaron mediciones de difracción de rayos X en la muestra plana (p0d0) antes y después de la nitruración con un difractómetro Philips PW 1810 usando radiación $Co K\alpha$.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Como consecuencia de las irregularidades del campo eléctrico las condiciones de bombardeo iónico varían a lo largo de la muestra [5,6], afectando el balance de energía y la cinética del proceso de nitruración en la superficie. La ecuación (1) indica que componentes con bordes, como moldes, engranajes, piezas con agujeros son fuertemente afectados por este efecto, generando una capa nitrurada irregular y consecuentemente una alta variación en la dureza superficial y subsuperficial.

En la Figura 3 se presentan micrografías electrónicas del contorno del agujero obtenidas a distintas profundidades ($Z = 30 \mu m$, $Z = 14500 \mu m$) de la muestra nitrurada identificada como p15d12. En las imágenes se aprecia un menor espesor de capa de compuestos para una mayor profundidad de Z.

La disminución en el espesor según se incrementa la profundidad se observó en todas las muestras de diferentes diámetros. Sin embargo en las muestras nitruradas con diámetro $d = 2$ mm la capa blanca llega a desaparecer completamente para mayores profundidades.

La misma tendencia fue observada en los perfiles de microdureza, donde se detectaron menores profundidades de zona de difusión, microdureza de superficie y subsuperficie según se incrementa Z.

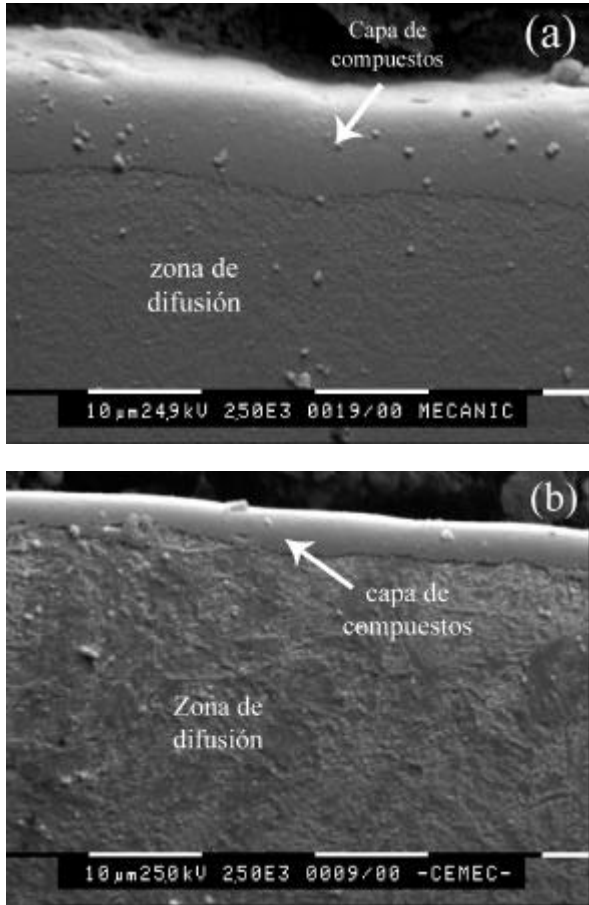


Figura 3. Micrografías SEM del contorno del agujero de la muestra p15d12 a diferentes profundidades. (a) Z = 30 μm, (b) Z = 14500 μm

En la Figura 4 se presentan los perfiles de microdureza de las muestras p3d2 y p3d12 nitruradas por plasma DC-pulsado a 773 K durante 15 h determinados a diferentes profundidades (Z = 30, 1500 y 3000 μm).

Como se observa en la Figura 4, los espesores de zona de difusión determinados mediante los perfiles de microdureza disminuyen según se incrementa la profundidad Z. Este efecto es menos sensible para mayores diámetros.

Del análisis microestructural y de microdureza se desprende que el espesor de la capa de compuestos y la profundidad de la zona de difusión fue máxima en las zonas donde Z = 0 y disminuye según se incrementa el valor de Z. Esto podría estar asociado con que la acumulación de cargas eléctricas en Z = 0 es máxima, produciendo una mayor tasa de re-deposición en esta zona. En el caso de los bordes inferiores de los agujeros (Z = 3000, 8000 y 15000 μm)

la interpretación es similar a la desarrollada anteriormente para el caso de los bordes superiores (Z = 0). En los bordes inferiores rectos ($\beta = \pi/2$), la densidad superficial de carga disminuye proporcionalmente a r , este efecto se ilustra en el esquema de la Figura 1.

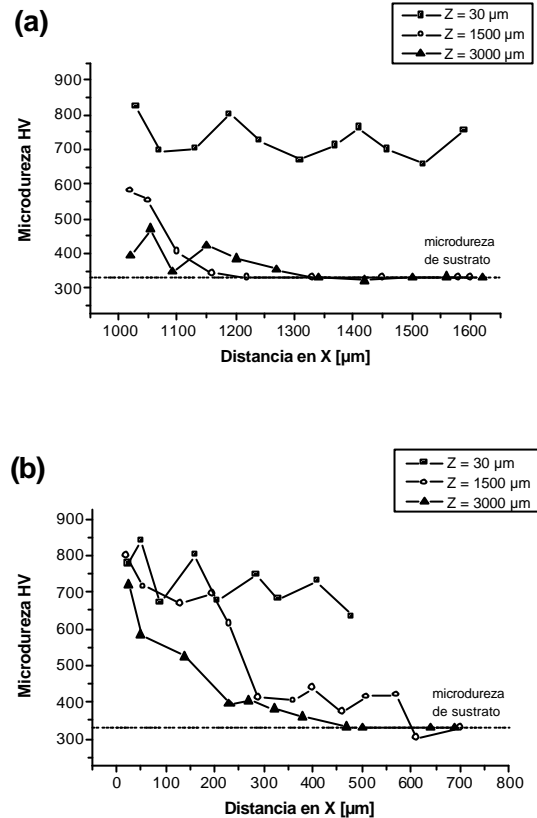


Figura 4. Perfiles de microdureza determinados a diferentes profundidades Z. (a) muestra p3d2 y (b) muestra p3d12

En las muestras nitruradas se observó un incremento del espesor de la capa de compuestos y microdureza desde del borde hacia el centro, observándose el espesor máximo y la mayor microdureza en el centro del orificio (X = 0). Además, las muestras nitruradas de menor diámetro y mayores profundidades no presentaron capa de compuestos en el borde inferior.

Esta inhomogeneidad de la tasa de deposición dentro de los orificios podría estar relacionada con el aspecto geométrico de los mismos, gobernada por la razón entre el diámetro y la profundidad [7]. Investigaciones previas desarrolladas por J.L. Vossen [7] indican que en agujeros con relaciones menores a 0,3 la tasa de deposición disminuye en el borde inferior del agujero. Este efecto se evidenció mediante las determinaciones de espesor de capa de compuestos y los perfiles de microdureza realizados en los bordes inferiores y la base de los orificios de las muestras nitruradas.

Para reforzar esta discusión se efectuaron gráficos que presentan los perfiles de microdureza en función de la distancia al borde inferior para las muestras nitruradas p3d2 y p3d12 (Figura 5).

En la base de los agujeros estudiados se observó que según se incrementa la profundidad disminuye el espesor de capa de compuestos y la microdureza subsuperficial. Esto puede ser explicado por el hecho de que durante la nitruración las especies activas del plasma pueden ser consumidas por las paredes del agujero, de esta forma no se logra una eficiente nitruración en la base del mismo. De esta manera la concentración de nitrógeno descende provocando una disminución de la tasa de deposición. J.M. Park [8] encontró resultados similares de espesor de capa de compuestos estudiando engranajes, indicando como causa de esta disminución de espesor la influencia de la concentración de nitrógeno, el efecto de cátodo hueco y la probabilidad de adsorción del compuesto sobre la superficie. Este efecto fue más sensible para agujeros de menor diámetro.

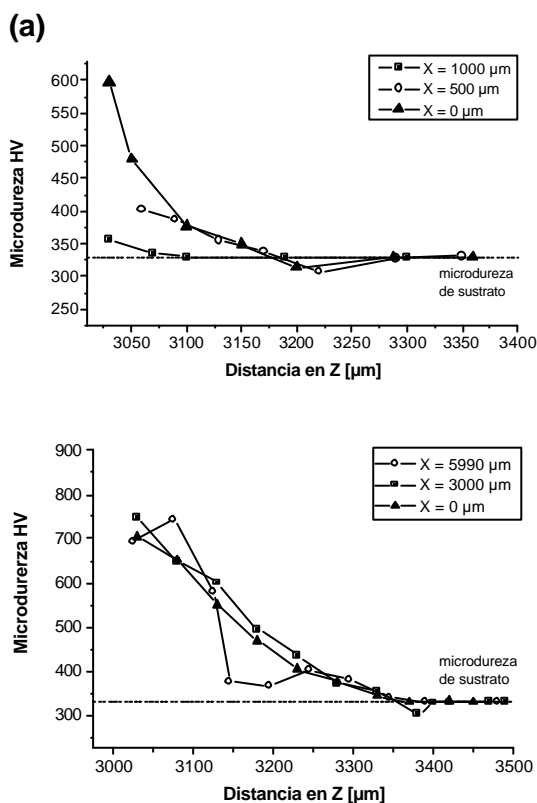


Figura 5. Perfiles de microdureza determinados a diferentes distancias desde el borde inferior del agujero. (a) muestra p3d2 y (b) muestra p3d12

4. CONCLUSIONES

Las capas nitruradas formadas en las muestras con agujeros presentaron variaciones considerables en el espesor de capa y la microdureza esto podría ser consecuencia de las irregularidades del campo eléctrico y la densidad superficial de carga.

Del análisis de los estudios de microscopía y microdureza se desprende que a medida que la relación diámetro/profundidad disminuye se presentan mayores variaciones de los espesores de capa

formados y los perfiles de microdureza en las paredes laterales y la base de los agujeros.

5. REFERENCIAS

- [1] B. Edenhofer, Heat Treatmt of Metals, **1**, 1974, pp. 23.
- [2] T. Bell and Y. Sun, Surface Engineering, **6** (2), 1990, pp.133.
- [3] P. Corengia, M. G. Traverso, D. García Alonso-García, D. A. Egidi, G. Ybarra, C. Moina y A. Cabo, Proc. Jornadas SAM/CONAMET Simposio Materia, 2003, pp. 460-463.
- [4] D.Jackson, Clasical Electrodynamics, Second ed., New York, 1975, pp. 76-78.
- [5] C. Alves Jr., E.F. da Silva, A. E. Martinelli. Surface and Coatings Technology, **139**, 2001, pp.1-5.
- [6] A.R.P. de Ataíde, C. Alves Jr., V. Hajek, J.P. Leite, Surface and Coatings Technology, **167**, 2003, 52-58.
- [7] J.L. Vossen. J. Vac. Technol., 1974, v.11, n.5, pp. 875-877
- [8] J.M. Park. Proc. ASM 2nd. International Conference on Ion Nitriding/Carburizing, Cincinnati (USA), 1998, pp. 203-209.

AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren agradecer la colaboración recibida por Adolfo Rodrigo, Fernando Rodríguez y Fabián Alvarez de CNEA - CAC; a Néstor Alvarez del Centro de Electrodeposición y Procesos Superficiales del INTI y al Dr. A. Cabo de IONAR S.A..

DEDICATORIAS

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