

## Estudio topográfico y microestructural de un acero de baja aleación nitrurado por plasma

D. A. Egidí<sup>(i)</sup>, P. Corengia<sup>(i)</sup>, D. García Alonso-García<sup>(i)</sup>, G. Ybarra<sup>(ii)</sup>, C. Moina<sup>(ii)</sup> y A. Cabo<sup>(iii)</sup>

<sup>(i)</sup> INTI-Mecánica

<sup>(ii)</sup> INTI-Procesos Superficiales

<sup>(iii)</sup> IONAR S.A.

### Introducción

La nitruración iónica es un método termoquímico asistido por plasma ampliamente usado para incrementar la vida a fatiga, dureza y resistencia al desgaste de aceros de baja aleación, aceros para herramientas y aceros inoxidables<sup>[1,2]</sup>.

Al nitrurar un acero de baja aleación se pueden identificar dos zonas en la superficie, llamadas capa blanca o de compuestos y zona de difusión. La primera, dependiendo de los parámetros de proceso puede estar ausente o estar compuesta de ambos o alguno de los nitruros  $\text{Fe}_4\text{N}$ - $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ . En la zona de difusión pueden ocurrir diversas reacciones debido a la difusión del N, tales como precipitación de nitruros, saturación  $\alpha$ -Fe, cambios en las tensiones residuales y redistribución del carbono<sup>[2]</sup>.

Çelik y col.<sup>[3]</sup> no observaron variaciones en los compuestos formados durante la nitruración iónica de un acero AISI 4140 según se incrementa el tiempo de tratamiento entre 1 y 10 h a diferentes temperaturas, siendo la fase presente en todos los casos ( $\gamma$ '- $\text{Fe}_4\text{N}$ ), mientras que S. W. Kurny y col.<sup>[4]</sup>, observaron en la capa blanca del acero, una transformación de nitruros  $\epsilon$ - $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$  en  $\gamma$ '- $\text{Fe}_4\text{N}$  según se incrementa el tiempo de tratamiento. Por todo lo dicho anteriormente es que es necesario realizar estudios que contribuyan al mejor entendimiento de la evolución de la capa de compuestos, según se empleen diferentes condiciones de procesos. Se estudió la evolución microestructural y las características mecánicas de la capa nitrurada como así también la evolución topográfica y la rugosidad.

### Descripción Experimental

La composición química del acero AISI 4140 empleado es 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 320 HV<sub>25g</sub>. Las muestras fueron maquinadas en discos de 45 mm de diámetro y 8 mm de espesor, luego fueron desbastadas hasta papel grado 600 y algunas de ellas fueron pulidas con alúmina 1  $\mu\text{m}$  para el estudio topográfico. Las muestras fueron nitruradas en un reactor de

nitruración por plasma DC-pulsado; los parámetros de proceso usados fueron los siguientes: tiempo: 1, 2, 4, 15, 20 y 28 h; tensión: 750 V, pulso on/off: 70–200  $\mu\text{s}$ ; densidad de corriente: 1,03 mA.cm<sup>-2</sup>; presión: 60 Pa; temperatura 773 K; atmósfera: 75 % H<sub>2</sub> - 25 % N<sub>2</sub>.

Las microestructuras fueron reveladas usando el reactivo nital 3% siendo examinadas con un microscopio óptico (OM) Zeiss Axiotech y 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. El espesor de la capa de compuestos fue determinado por SEM, y la profundidad de la zona de difusión fue obtenida de los valores de microdureza. Las mediciones de difracción de rayos X fueron realizadas en un difractómetro Philips PW 1810 usando radiación Co K $\alpha$ . Las mediciones AFM fueron llevadas a cabo en el centro y borde de las muestras con un microscopio de fuerza atómica UltraObjective (Surface Imaging Systems GmbH) (AFM) en modo no contacto, usando cantilevers de Si (NanoProbes GmbH) de constante de fuerza de 48 N/m. El contenido de C y N en la sección de las muestras fue determinado por microanálisis (EPMA). El equipo empleado fue un instrumento Cameca SX100 equipado con cinco espectrómetros dispersivos en longitud de onda.

### Resultados

Como se observa de los perfiles de microdureza (*ver Fig. 1*), cuando se incrementa el tiempo de proceso, la interfase capa/núcleo es menos pronunciada y el endurecimiento alcanza una mayor profundidad. La dureza en superficie alcanza un valor máximo para 2 h de tratamiento. En todas las probetas se observó una capa blanca continua y uniforme (*ver Fig. 2*), la cual no ha sido atacada por el reactivo metalográfico nital. Debajo de esta capa se observa la microestructura correspondiente a la zona de difusión, donde el N se encuentra en solución o formando nitruros de elementos de aleación.

De la observación de las muestras nitruradas a diferentes tiempos se observa que el espesor de la capa nitrurada se incrementa según aumenta el tiempo de nitruración. En las primeras horas del proceso el espesor crece rápidamente

disminuyendo esta velocidad para los tiempos mas prolongados. Este comportamiento tiene una considerable desviación respecto del crecimiento parabólico observado en la nitruración gaseosa<sup>[5]</sup>.

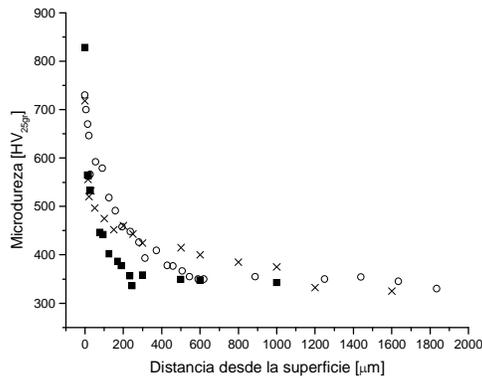


Figura 1. Perfiles de microdureza de muestras nitruradas por plasma DC-pulsado por (■) 2 h, (○) 15 h y (x) 28 h a 773 K.

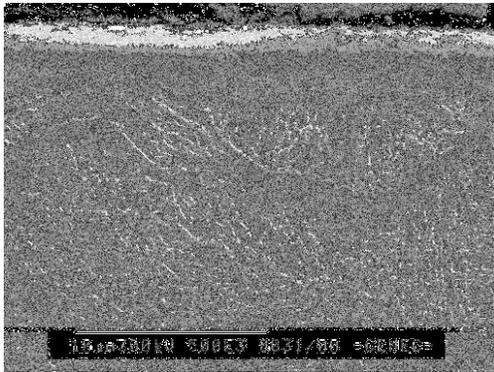


Figura 2. Micrografía SEM de un corte de una muestra de acero AISI 4140 nitrurado por plasma a 773 K durante 4 h.

Marciniak<sup>[6]</sup> propuso un modelo para explicar la evolución del espesor de la capa blanca con el tiempo. En nuestro caso, la cinética de crecimiento para la capa de compuestos puede ser explicada por la siguiente ecuación:

$$T_h = at^{1/2} + bt + c \quad (1)$$

donde  $T_h$  es el espesor de la capa de compuestos en [ $\mu\text{m}$ ],  $a$  es el coeficiente de crecimiento por difusión en [ $\mu\text{m h}^{-1/2}$ ],  $b$  es la velocidad de sputtering en [ $\mu\text{m h}^{-1}$ ], y  $c$  es el espesor de capa de compuestos formado durante el *ramp-up time* en [ $\mu\text{m}$ ]<sup>[7]</sup>. Si ajustamos los valores experimentales con la ec. (1) obtenemos que  $a = 2.278 \mu\text{m h}^{-1/2}$  y  $b = -0.168 \mu\text{m h}^{-1}$ . El coeficiente de difusión efectivo de N determinado fue  $3.18 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ , de acuerdo a los datos experimentales.

Los difractogramas de las muestras indican para tiempos de nitruración cortos la presencia de dos nitruros,  $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$  y  $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ , mientras que para largos tiempos de nitruración (>15 h) solo se detecta la fase  $\gamma'$ .

El valor de rugosidad media de la superficie determinado por AFM es de aproximadamente 14 nm con una máxima altura entre pico-valle de  $H_{pv}$  de 35 nm sobre el área medida de  $25 \mu\text{m}^2$  (ver

Fig.3). Las marcas originales han desaparecido y la superficie aparece cubierta con pequeñas microformaciones. La rugosidad media se incrementa a 111 nm con  $H_{pv} = 232 \text{ nm}$  después de la nitruración durante 1 h.

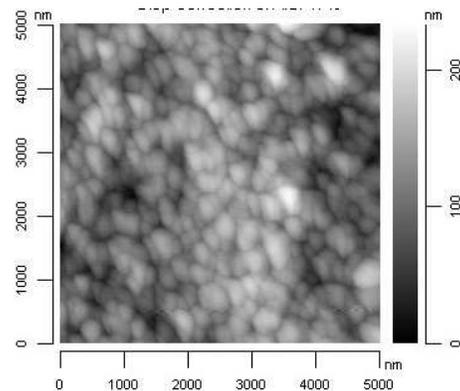


Figura 3. Imagen AFM de la superficie de un acero AISI 4140 después de la nitruración a 773 K por 1 h.

### Conclusiones

Se encontró una relación entre el espesor de la capa nitrurada y la raíz cuadrada del tiempo de nitruración, como se esperaba para un proceso controlado por difusión.

Se espera que las muestras tratadas a largos tiempos de nitruración (>15 h) presentarán una mejor ductilidad y resistencia a la fatiga, debido a que las mismas muestran una alta homogeneidad consistiendo solamente de una fase  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$ .

La dureza de superficie depende del tiempo de nitruración. Existe un incremento en las primeras dos horas, donde alcanza un máximo, y después disminuye debido al engrosamiento de los nitruros precipitados.

La rugosidad media  $R_a$  y  $H_{pv}$  se incrementan con el tiempo de nitruración. La velocidad de incremento es mayor durante las primeras horas de nitruración, lo que podría estar relacionado a la intensidad relativa de sputtering y re-deposición. El incremento del tiempo de nitruración produce un incremento de microformaciones produciendo grandes conos de menor densidad de superficie.

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

Los autores quieren agradecer la colaboración recibida por Adolfo Rodrigo, Fernando Rodríguez y Fabian Alvarez de CAC- CNEA.

### Referencias

- [1] B. Edenhofer, Heat Treat. Met. 1 (1974) 23.
- [2] T. Bell and Y. Sun, Surf. Eng. 6 (2) (1990) 133.
- [3] A. Çelik and S. Karadeniz, Surf. Coat. Technol. 80 (1996) 283.
- [4] S. W. Kurny, M. Mallya and M. Mohan Rao, J. Mater. Sci. Eng. 78 (1986) 95.
- [5] K. Schwerdtfeger, P. Grieveson and E. T. Turkdogan, Trans. AIME 245 (1969) 2461.
- [6] A. Marciniak, Surf. Eng. 1 (4) (1985) 283.
- [7] E. Rollinski and G. Sharp, J. Mater. Eng. Perform. 10 (4) (2001) 444.

Autor de contacto: Pablo A. Corengia  
corengia@inti.gov.ar