



Estudio de desgaste de una acero AISI 316L con tratamiento superficial dúplex

De Las Heras, E.⁽ⁱ⁾; Corengia, P.⁽ⁱ⁾; Egidi, D.⁽ⁱ⁾; Flores Martinez, M.⁽ⁱⁱ⁾; Cabo A.⁽ⁱⁱⁱ⁾; Brühl S.^(iv);

⁽ⁱ⁾INTI-Mecánica

⁽ⁱⁱ⁾Universidad de Guadalajara, México

⁽ⁱⁱⁱ⁾IONAR S. A

^(iv) Universidad Tecnológica Nacional, Regional Concepción del Uruguay

Introducción

Los aceros inoxidables austeníticos son utilizados en áreas de la industria en las cuales el desempeño frente a la corrosión debe ser alta, ejemplo de ello son la industria alimenticia, química y *off-shore* entre otras. Sin embargo la resistencia frente al desgaste de estos aceros es pobre ^[1]. Por esta razón, una amplia variedad de procesos superficiales y recubrimientos han sido aplicados de forma de mejorar el desempeño frente al desgaste, a la fatiga como así también su comportamiento en medios biológicos ^[2,3] sin por ello disminuir su resistencia a la corrosión. Entre los tratamientos más utilizados actualmente, encontramos: el anodizado, tratamientos termoquímicos como nitruración gaseosa ^[4], iónica ^[5], de post-descarga ^[6], implantación iónica ^[7], post-oxidación y nitrocarburoización entre otros como así también los recubrimientos por PVD (*Physical Vapour Deposition*), CVD (*Chemical Vapour Deposition*), etc.

Entre los tratamientos citados anteriormente, la nitruración iónica es extensamente utilizada debido a que permite realizar tratamientos a bajas temperaturas (300-450 °C) ^[8] posibilitando, además, la eliminación de la película pasiva (para el caso de los aceros inoxidables), mediante un *sputtering* previo al tratamiento. Por su parte, los recubrimientos duros han sido implementados para proteger diferentes sustratos del desgaste y la corrosión en condiciones extremas de operación. Entre ellos, los recubrimientos metálicos duros, tal como el TiN (nitruro de titanio), se encuentran entre los más estudiados y utilizados por sus propiedades mecánicas y tribológicas siendo además, químicamente estable ^[9]. Estudios posteriores han mostrado que multicapas de Ti/TiN mejoran la resistencia a la corrosión del 316L en medios biológicos ^[10].

Tanto la nitruración asistida por plasma como la

utilización de recubrimientos por PVD han sido estudiadas en una gran cantidad de aceros, presentando la capa nitrurada un soporte mecánico para el recubrimiento, encontrándose el sistema de trabajo, material base-capla nitrurada-recubrimiento, en mejores condiciones frente a diferentes sollicitaciones que aquellos materiales recubiertos directamente sobre el material base.

Por medio de las técnicas de nitruración iónica y recubrimiento de TiN por PVD se obtuvieron muestras dúplex que fueron ensayadas en una máquina Amsler-disc-machine en la condición rodadura-10 % de deslizamiento bajo cargas de 50, 125 y 200 kg. Las superficies, subsuperficies y partículas de desgaste (o *wear debris*, tal como suele denominarse en la literatura inglesa) de las muestras ensayadas fueron observadas y analizadas por medio de Microscopía Óptica, Electrónica de Barrido y perfiles de microdureza. Las determinaciones realizadas integran la información necesaria para analizar los mecanismos de desgaste actuantes.

Metodología

El acero utilizado presentó la composición química del acero AISI 316L (% 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. La dureza del sustrato empleado fue de ~ 160 HV con una estructura de sulfuros de manganeso en una matriz austenítica. Las muestras utilizadas fueron cilíndrica con un radio interior de 16 mm, exterior de 40 mm y un ancho de 10 mm.

En forma previa a la nitruración, las muestras fueron limpiadas superficialmente mediante *sputtering* durante 3 h usando una mezcla de 50 % Ar + 50 % H₂. El tratamiento fue llevado adelante en un reactor industrial, bajo las condiciones detalladas en la Tabla I. El

recubrimiento de Ti/TiN por PVD fue realizado en un reactor industrial.

Los ensayos de desgaste se realizaron en una máquina Amsler-Disc-Machine con una condición rodadura-10 % deslizamiento (velocidad de rotación del eje inferior: 220 rpm y superior 200 rpm) bajo cargas normales de 50, 125 y 200 kg, de forma de comparar los resultados obtenidos con los correspondientes a muestras nitruradas y sin nitrurar reportados en el trabajo *Microstructure and wear behavior of DC-pulsed plasma nitrided AISI 316L austenitic stainless steel* [11].

Tabla I. Condiciones de nitruración.

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

Se realizaron tres ensayos para cada condición de carga realizando interrupciones periódicas con el objeto de pesar las muestras y recoger las partículas de desgaste para su posterior análisis. La pérdida en peso fue determinada por medio de una Balanza Mettler AB204 (0.0001 g).

Finalizado el ensayo, las superficies de las muestras desgastadas fueron observadas mediante un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) Philips SEM 505. Los cortes longitudinales y transversales, con y sin ataque metalográfico, fueron observados con un microscopio óptico (OM) Zeiss Axiotech. Los perfiles de microdureza de los cortes transversales se realizaron con un Microdurómetro Prüfen+messen, FRANK con carga de 100 g. Con el propósito de determinar los mecanismos de desgaste actuantes durante el ensayo, las partículas de desgaste recolectado en cada una de las paradas fue examinado por medio de SEM.

Resultados

3.1 Observación metalográfica:

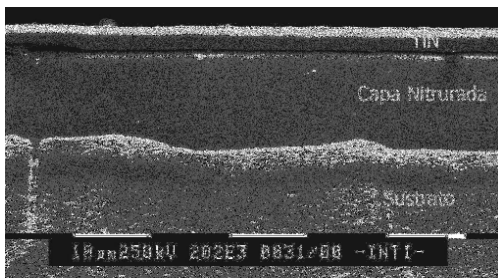


Fig. 1: Micrografía SEM de un corte transversal de

una muestra de acero AISI 316L con tratamiento dúplex.

En la micrografía SEM obtenida de una muestra dúplex (ver Fig. 1) se puede observar la presencia de una capa nitrurada continua y uniforme de aprox. 17 µm de espesor (la capa nitrurada obtenida por este proceso fue extensamente analizada en *Microestructura y comportamiento frente a la corrosión de un acero AISI 316L nitrurado por plasma DC-pulsado* [12]), seguida de una capa de TiN de 3.5 µm.

3.2. Superficies: La observación por medio de SEM de la superficie de una muestra ensayada bajo carga normal de 50 kg presentó rayas paralelas en el sentido de deslizamiento (ver Fig. 2).

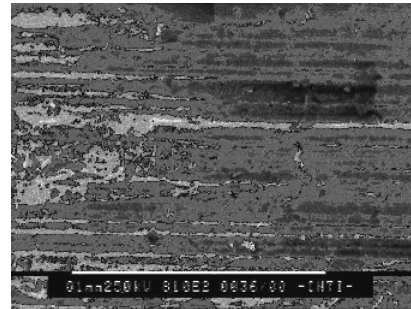


Fig. 2: Micrografía SEM de una muestra dúplex ensayada bajo carga normal de 50 kg.

La superficie ensayada bajo carga normal de 125 kg, (ver Fig. 3), presentó una superficie dañada en la que se aprecian zonas aisladas ausentes de recubrimiento de TiN (punto 2), mientras que en otras, aparece una superficie lisa que podría corresponder al recubrimiento de TiN o un aglomerado de este (punto 1). Los espectros realizados en el punto 1 corroboraron la presencia de picos correspondientes al Ti, no mostrándolos el espectro del punto 2.

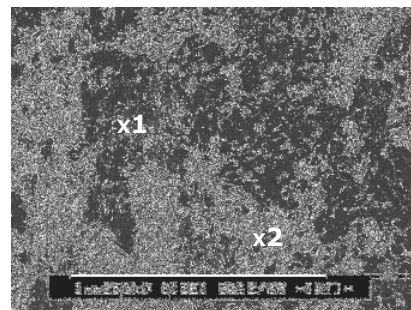


Fig. 3: Micrografías SEM de la superficie de una muestra ensayada bajo carga normal de 125 kg

Las superficies correspondientes a las muestras ensayadas bajo carga normal de 200 kg, presentaron una superficie dañada con ausencia total de capa nitrurada y recubrimiento de TiN, aglomerados o restos de este.

Como observación general se destaca que en todos los casos las superficies se presentan libres de partículas incluidas.

3.3. Subsuperficies: Los cortes transversales y longitudinales de las muestras dúplex ensayadas bajo carga normal de 50 kg confirman la presencia de capa nitrurada y recubrimiento de TiN sobre la superficie. La subsuperficie se presentó sin fisuras, poros ni deformación plástica subsuperficial (ver Fig. 4a).

Las muestras ensayadas bajo carga de 125 kg presentaron un daño mayor, acompañadas de zonas aisladas de capa nitrurada y recubrimiento de TiN, o un aglomerado de este (ver Fig. 4b) confirmando lo observado en la Fig. 3.

Las muestras ensayadas bajo carga de 200 kg presentan ausencia de recubrimiento y capa nitrurada. Se observa en la micrografía (ver Fig. 4c) poros y fisuras subsuperficiales, algunas de las cuales se extienden hasta la superficie.

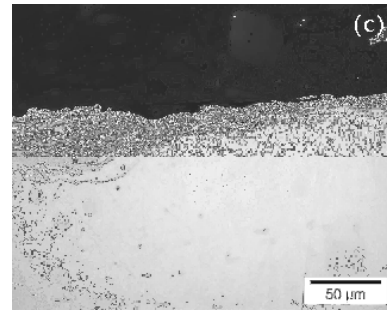
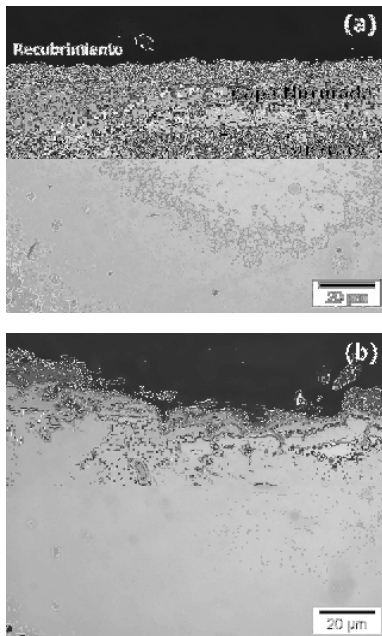


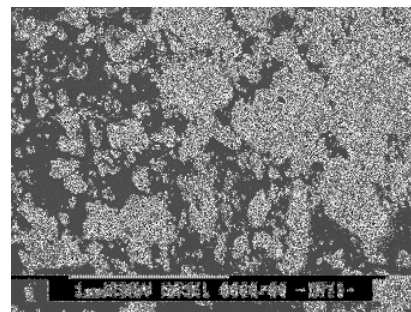
Fig. 4: Corte transversal, sin ataque metalográfico, de las muestras ensayadas bajo carga normal de (a) 50; (b) 125 y (c) 200 kg

Las microscopías ópticas de los cortes longitudinales con ataque metalográfico de las muestras ensayadas bajo carga normal de 125 y 200 kg presentaron la estructura propia del material con zonas oscuras paralelas que se acumulan en la región cercana a la superficie denotando la deformación plástica sufrida por las muestras durante el ensayo.

3.4. Perfiles de microdureza: En los perfiles de microdureza realizados se puede observar que la dureza alcanzada en la zona cercana a la superficie, se incrementa con la carga normal aplicada en el ensayo de desgaste. Los valores de dureza alcanzados se relacionan con la deformación plástica subsuperficial sufrida por las muestras durante el ensayo.

3.5. Observación de las partículas de desgaste: En los ensayos realizados bajo carga de 50 kg no fue posible recolectar partículas de desgaste en ninguna de las paradas intermedias.

Las partículas obtenidas del ensayo de desgaste bajo carga de 125 y 200 kg se presentaron con forma de láminas y su tamaño se incrementa con el aumento de la carga normal aplicada. En las micrografías SEM (ver Fig. 5) observadas, se aprecian partículas finas de menor tamaño y forma irregular que tienden a aglomerarse y a disminuir con el incremento del número de vueltas.



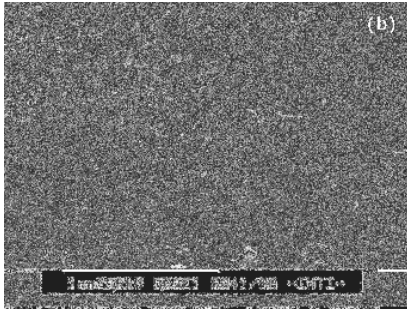


Fig. 5: Partículas de desgaste (wear debris) de las muestras ensayadas bajo carga normal de 125 (a) y (b) 200 kg (14.000 vueltas).

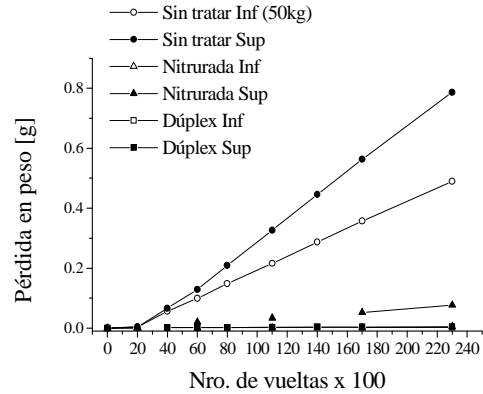
3.6. Determinación de curvas de pérdida de peso:

Los gráficos de pérdida en peso en función del número de vueltas x 100 de las muestras dúplex, (ver Fig. 6a-c) fueron complementados con la información de las muestras nitruradas y sin nitrurar del trabajo *Microstructure and wear behavior of DC-pulsed plasma nitrided AISI 316L austenitic stainless steel* [11].

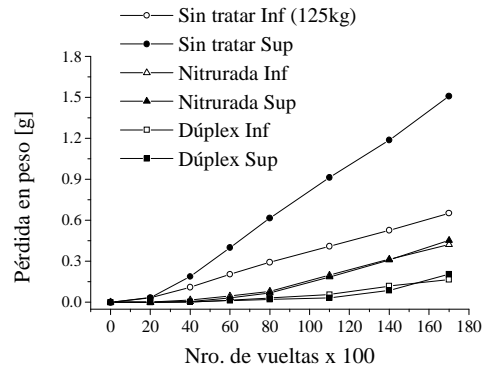
En todos los casos, las muestras ensayadas bajo diferentes cargas (sin tratar, nitruradas y dúplex) mostraron una pérdida de peso creciente con el número de vueltas y la carga aplicada.

Las curvas correspondientes a la carga aplicada de 50 kg (ver Fig. 6a) poseen una pendiente constante la cual sólo se ve modificada al comienzo del ensayo. Las curvas obtenidas a 125 kg (ver Fig. 6b) presentaron un cambio de pendiente a las 16.000 rev. para las muestras nitruradas y 23.000 rev. para las muestras dúplex. Si bien, algunos autores [13] asocian el cambio de pendiente con una variación en el mecanismo de desgaste actuante, la observación de las partículas de desgaste recolectado en las paradas anterior y posterior al punto de quiebre no presenta variaciones significativas en el tamaño de las partículas, geometría, morfología, etc.

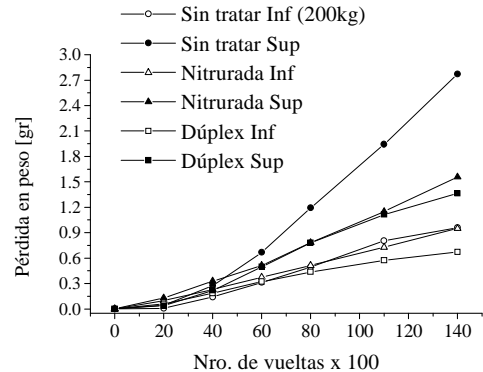
Las muestras ensayadas bajo carga normal de 200 kg (ver Fig. 6c) presentan una pérdida en peso del mismo orden de magnitud que las nitruradas y sin nitrurar.



(a)



(b)



(c)

Fig. 6: Gráfico de pérdida en peso vs. nro de vueltas x 100 de muestras dúplex, nitruradas y sin nitrurar ensayadas bajo carga normal de a) 50, b) 125 y c) 200 kg.

Discusión

De las observaciones realizadas de las superficies y subsuperficies de las muestras dúplex podemos inferir que bajo una carga normal de 50 kg, se aprecia que dicho recubrimiento se encuentra desgastado en diferentes zonas de la superficie presentando surcos paralelos a la dirección de desgaste indicando que el principal mecanismo de desgaste actuante es el de abrasión [14]. La observación de los cortes transversales de las

muestras confirma la existencia de capa nitrurada y recubrimiento de TiN en la superficie de la muestra al final del ensayo. Este resultado explicaría por qué los perfiles de microdureza no presentaron un elevado endurecimiento superficial como así también la ausencia de poros y fisuras en la subsuperficie, hecho si que fue observado en las muestras sin tratar.

Las muestras dúplex ensayadas bajo carga normal de 125 kg exhibieron una superficie con un desgaste más acentuado que las ensayadas bajo carga normal de 50 kg, presentando principalmente desgaste abrasivo y delaminación. Asimismo, como pudimos observar en las micrografías ópticas de los cortes transversales y longitudinales, se aprecia deformación plástica subsuperficial hecho que es corroborado por los perfiles de microdureza realizados. La presencia de capa nitrurada y posibles restos de capa de TiN, en diferentes regiones de la superficie, explicarían los valores de pérdida en peso menores a los obtenidos para las muestras nitruradas y sin nitrurar ensayadas bajo la misma carga.

Las muestras dúplex ensayadas bajo carga normal de 200 kg presentaron delaminación y una elevada deformación plástica subsuperficial al igual que las muestras nitruradas y sin nitrurar. La elevada dureza subsuperficial determinada por los perfiles de microdureza muestran un elevado endurecimiento por trabajado mecánico sufrido por las muestras durante el ensayo. La pérdida en peso se encuentra del mismo orden de magnitud que las muestras ensayadas bajo las mismas condiciones de carga nitruradas y sin nitrurar.

Conclusiones

Del análisis de los resultados obtenidos se desprende que los tratamientos superficiales dúplex presentan una alta potencialidad para obtener superficies con propiedades mecánicas y tribológicas de alta performance. Sin embargo, determinar la carga máxima que son capaces de soportar demanda de un estudio aún mas exhaustivo.

Los ensayos de desgaste fueron evaluados sobre muestras tratadas en reactores industriales lo que favorece que sus resultados sean fácilmente transferibles.

Nota

- El presente trabajo se desarrolló en el marco del Proyecto "Tratamientos superficiales dúplex en aceros de herramientas e inoxidables para aplicaciones tribológicas y de resistencia a la

corrosión" celebrado entre el INTI y la Universidad de Guadalajara (UdeG), México. Julio-Dic 2005. Asimismo, se contó con la colaboración del personal de INTI-Mecánica e INTI-Procesos Superficiales.

- Fue presentado en el Congreso Binacional CONAMET/SAM 2006, 28 de nov.- 1º de dic. 2006. Santiago de Chile, Chile y posteriormente enviado a *Surfaces and Coating Technology*, junio 2007.

Referencias

- [1] X. Y. Li; Surface Engineering, 2001, Vol 17 N°2 pp 147-152
- [2] Metin Usta, Izzet Oney, Muzaffer Yildiz, Yilmaz Akalin, Ahmet Hikmet Ucisik. Vacuum 73 (2004) 505-510.
- [3] S. Mukherjee, M.F. Maitz, M.T. Pham, E. Richter, F. Prokert, W. Moeller. Surface & Coatings Technology, 196 (2005) 312- 316
- [4] K. Hussain, A. Tauqir, A. ul Haq, A.Q. Khan. International Journal of Fatigue 21 (1999) 163-168
- [5] Y. Sun, T. Bell, Z. Kolosvary, J. Flis. Heat Treatment of Metals. 1 (1999) 9-16
- [6] C. X. Li, T. Bell. Wear 256 (2004) 1144-1152
- [7] [FPB] M. P. Fewell, J. M. Priest, M. J. Baldwin, G. A. Collins, K. T. Shot Surface & Coatings Technology. 131 (2000) 284-290
- [8] B. Edenhofer, Heat treatment of Materials, 1 (1974) 23-28
- [9] Martín Flores Martínez. Multicapas de TiN/Ti depositadas por espurreo asistido con campos magnéticos variables. Tesis para obtener el grado académico de Dr. en Ciencia e Ingeniería de Materiales. Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM). 2004
- [10] C. Liu, G. Lin, D. Y, M. Qi. Surface & Coatings Technology 200 (2006) 4011-4016
- [11] E. De Las Heras, D. González Santamaría, A. García-Luis, A. Cabo, M. Brizuela, G. Ybarra, N. Mingolo, S. Brühl, P. Corengia. Plasma Processes and Polymers, 4 (2007) S741-S745
- [12] E. De Las Heras, F. Walther, P. A. Corengia, G. Ybarra, C. Moina, N. Mingolo, S. Brühl, Cabo. Actas Congreso Binacional SAM/CONAMET 2005 – Jornadas MEMAT 2005. Mar del Plata. Argentina. Oct. 2005. ISBN 987-22443 – 0 – 8.
- [13] T. S. Eyre, Tribology International, 9 (1976) 203
- [14] Horst Czichos. Tribology. A systems approach to the science and technology of friction, lubrication and wear. (1978) Elsevier Scientific Publishing Company.

Para mayor información contactarse con:
nombre del autor de contacto – lasheras@inti.gov.ar