

ADHESIÓN Y DESGASTE DE UN RECUBRIMIENTO PVD DE TiN DEPOSITADO SOBRE AISI 316L NITRURADO

Autor: Carlos D. Riehme

Tutor: Laura S. Vaca

Universidad Tecnológica Nacional - Facultad Regional Concepción del Uruguay

Ing. Pereira 676 (3260) Concepción del Uruguay (Entre Ríos), Argentina.

e-mail de contacto: dami007@gmail.com

Resumen

En este trabajo se comparó la adhesión y el desgaste de películas delgadas de TiN con interfase de Ti obtenidas por arco catódico combinado con implantación iónica (PBII&D), y de un recubrimiento PVD TiN comercial, ambos depositados sobre acero inoxidable 316L previamente nitrurado.

Las películas se caracterizaron por microscopía electrónica. Se realizaron ensayos Scratch Test e Indentación Rockwell C para probar la adhesión de los recubrimientos a la superficie nitrurada y ensayos de pin-on-disk a fin de evaluar y comparar los coeficientes de fricción y la resistencia al desgaste de las películas de los distintos procesos.

En las imágenes FIB-SEM se observa que los recubrimientos por PBII&D presentaron mayor espesor que los TiN comerciales, los ensayos de pin-on-disk, scratch test e indentación RC mostraron mejores resultados para los films bicapa.

La intercapa de Ti y el proceso PBII&D mejoraron la adhesión y resistencia al desgaste de los PVD TiN comerciales.

Introducción

Los aceros inoxidables austeníticos, como el AISI 316L, son requeridos en la industria alimenticia, química y petroquímica, por sus excelentes propiedades anticorrosivas. Sin embargo, su baja dureza limita sus prestaciones, lo que justifica la aplicación de tratamientos superficiales que prolonguen su vida útil [1-3].

La nitruración iónica es un tratamiento de difusión termoquímica asistido por plasma que modifica las capas superficiales del material confiriéndole una dureza muy superior a la del acero sin tratar, pero si precipitan nitruros que se combinen con el cromo libre de la superficie se resienten las propiedades anticorrosivas del acero [4-5].

Los recubrimientos de nitruro de titanio (TiN) obtenidos por arco de plasma (PVD) son muy usados en la industria debido a su elevada dureza y buena resistencia a la corrosión en medios agresivos, como así también para fines decorativos debido a su color dorado [6-7].

Si a la pieza a recubrir se polariza a un potencial altamente negativo el proceso recibe el nombre de Plasma Based Ion Implantation and Deposition (PBII&D), combinando la implantación de iones durante el tiempo on con la deposición en el tiempo off [8-10].

La aplicación sucesiva de dos tratamientos, llamados procesos dúplex, como es la deposición de un recubrimiento cerámico sobre un sustrato nitrurado, permite obtener mejores resultados que los alcanzados con una sola técnica [11-12].

En este trabajo se comparó la adhesión y la resistencia al desgaste de recubrimientos comerciales de TiN por PVD con recubrimientos TiN por PBII&D obtenidos en equipo experimental, depositados sobre AISI 316L previamente nitrurado.

Metodología

Las muestras se cortaron de una barra cilíndrica de AISI 316L, se lijaron con granulometría creciente, se nitruraron por plasma en un equipo Industrial de la empresa IONAR S.A, en una mezcla de 20 % N₂-H₂, a 420 °C durante 20 horas. Las muestras nitruradas se separaron en dos grupos. Un grupo se recubrió con TiN en un equipo comercial por arco catódico polarizadas a -250 V y a 350 °C de temperatura y se los nombró TiN comercial; los recubrimientos TiN del segundo grupo, con intercapa de titanio (Ti), se depositaron en un equipo experimental, donde el plasma es

generado por una descarga de arco catódico de 120 A de corriente entre un cátodo de Ti de alta pureza y el ánodo, polarizando la muestra a -6 KV, 200 Hz de frecuencia y 50 μ s de ancho de pulso y se los nombró NDI.

La superficie de los films se observó al SEM y el espesor de los recubrimientos se determinó por el corte con un haz de iones focalizados (FIB) adosado a un SEM.

Para probar la adhesión de los recubrimientos de ambos procesos, se los sometieron al ensayo de Scratch Test, con carga constante de 10 N a 30 N, las huellas se observaron al microscopio óptico y se evaluó el daño producido según norma ASTM C1624-05. También se realizaron indentaciones Rockwell C y se caracterizaron según norma VDI 3198, comparando con las figuras HF.

La resistencia al desgaste se evaluó con el ensayo de Pin-on-Disk, con bolilla de alúmina, carga de 1 N, recorrido de 500 m de longitud y 5 mm de radio. Las huellas resultantes del ensayo se observaron con microscopio óptico, se tomaron perfiles con perfilómetro mecánico, se graficaron y se calculó la pérdida de volumen.

Resultados

1. Microestructura

En la Fig. 1, que muestra la superficie de los recubrimientos, puede observarse mayor presencia de microgotas en la NDI que en la de TiN comercial, mientras que en ésta última las microgotas presentes son de menor tamaño y el recubrimiento copia la topografía de la superficie nitrurada.

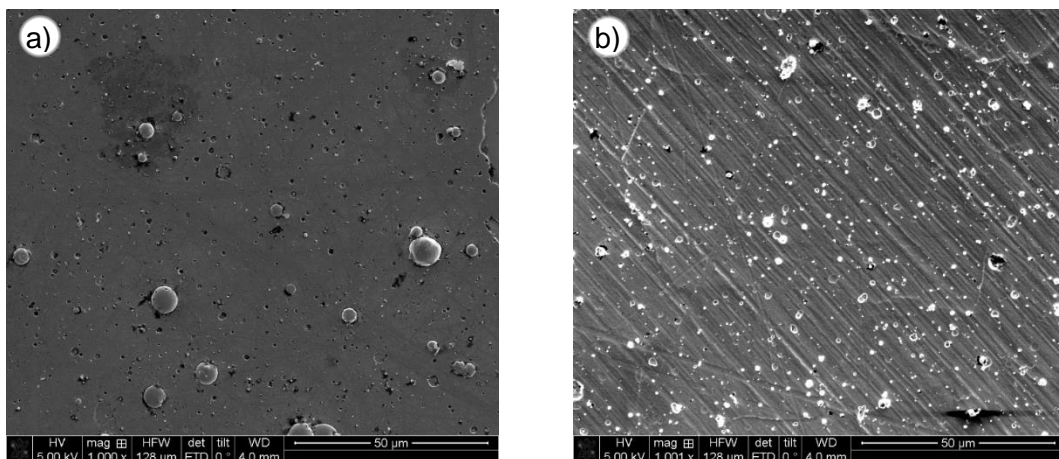


Fig. 1 SEM superficie 1000x a) NDI, b) TiN comercial

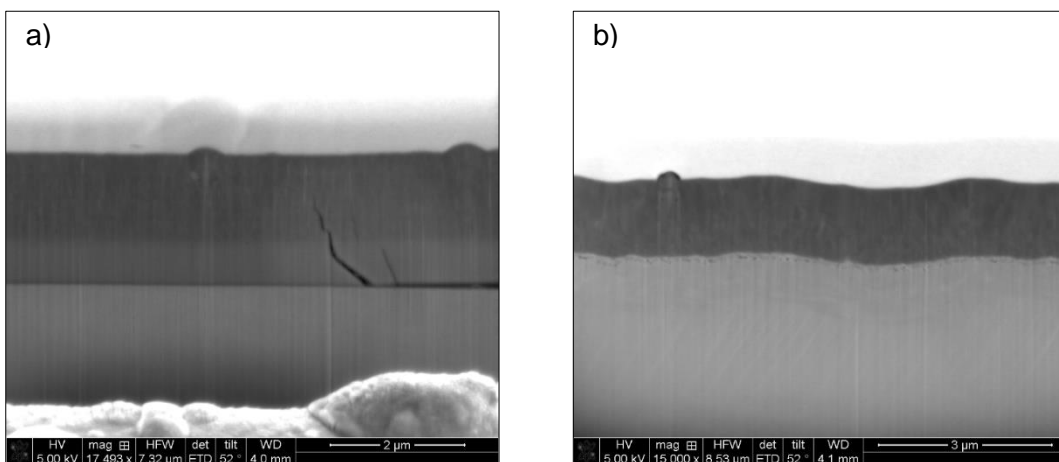


Fig. 2 FIB-SEM a) NDI, b) TiN comercial

Las imágenes SEM de la Fig. 2 del corte con FIB de los recubrimientos muestran que, en el caso de la muestra NDI se observa la intercapa de Ti, de 1,05 μ m y la capa de TiN de 2,08 μ m, siendo el

espesor de la de TiN comercial de 2,17 μm . En ambos films se observan microgotas y el defecto que presenta el NDI (Fig. 1 a)) probablemente se deba a la presencia de tensiones, propio de este tipo de tratamiento [13-14].

2. Adhesión

2.1. Scratch

En Fig. 3 a), se muestra la micrografía del ensayo de Scratch Test en una muestra NDI con carga de 30 N, y se observa que la falla es de tipo Wedging Spallation. En Fig. 3 b); en cambio, el recubrimiento TiN comercial con carga de 25 N presentó falla de tipo Gross Spallation [15].

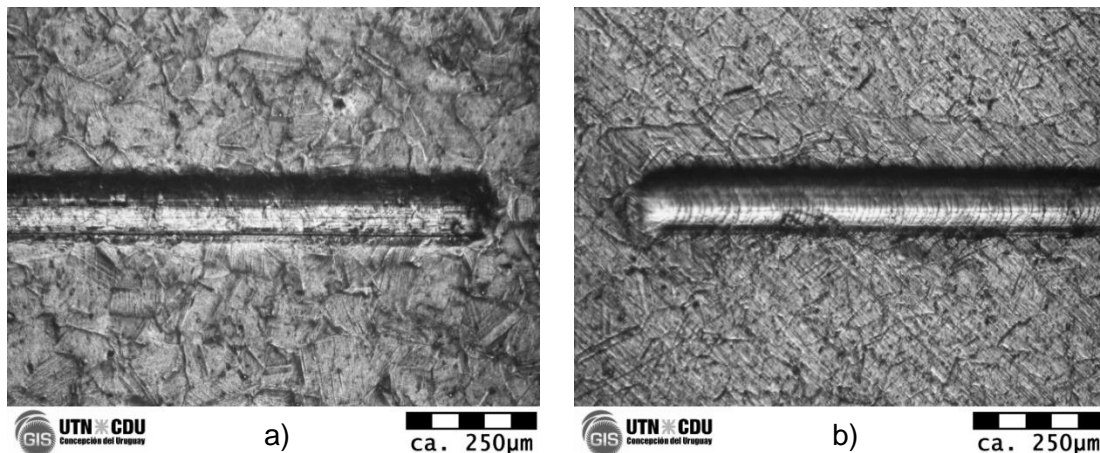


Fig. 3 Micrografías 100x Scratch Test a) NDI con 30 N, b) TiN comercial con 25 N

2.2. Indentación

Puede observarse en la Fig. 4 a) que la muestra NDI presenta deformación plástica y no se observan delaminaciones alrededor de la impronta, considerándola falla HF2 aceptable. En la Fig. 4 b), correspondiente al TiN comercial se observan delaminaciones solo a un lado de la impronta, pudiendo considerarse también aceptable con falla tipo HF4 [16]

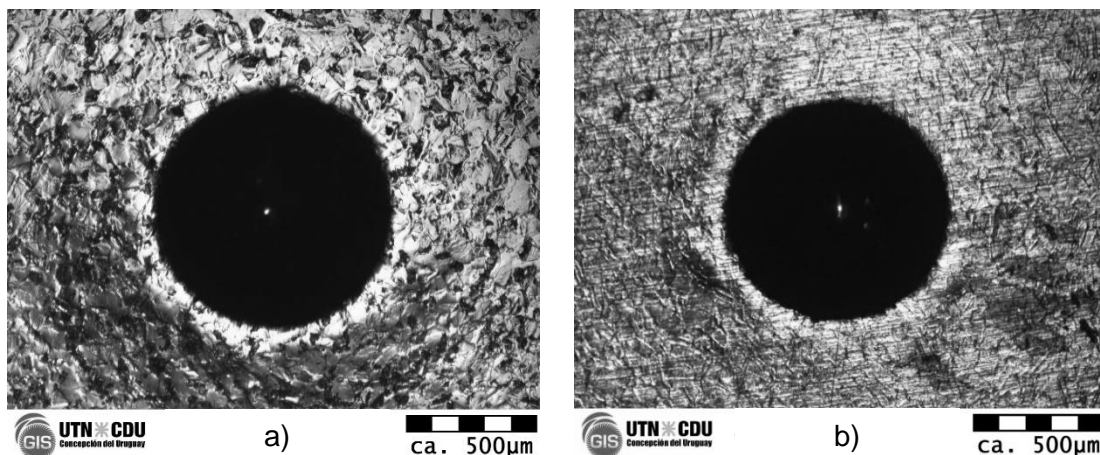


Fig. 4 Micrografías 40x Indentación Rockwell C (150 Kg) a) NDI, b) TiN Comercial

En general, los resultados de ambos ensayos de adhesión mostraron que el recubrimiento experimental (NDI) resultó mejor adherido que el TiN comercial, posiblemente debido a la intercapa de titanio y a la combinación de la deposición con la implantación.

3. Desgaste - Pin On Disk

En los gráficos de la Fig. 5 se muestran los resultados del ensayo de pin-on-disk donde puede observarse que el recubrimiento experimental tuvo menor profundidad de huella y menor volumen perdido que el comercial. Los promedios y errores corresponden a las mediciones de 5 muestras de cada una de las condiciones.

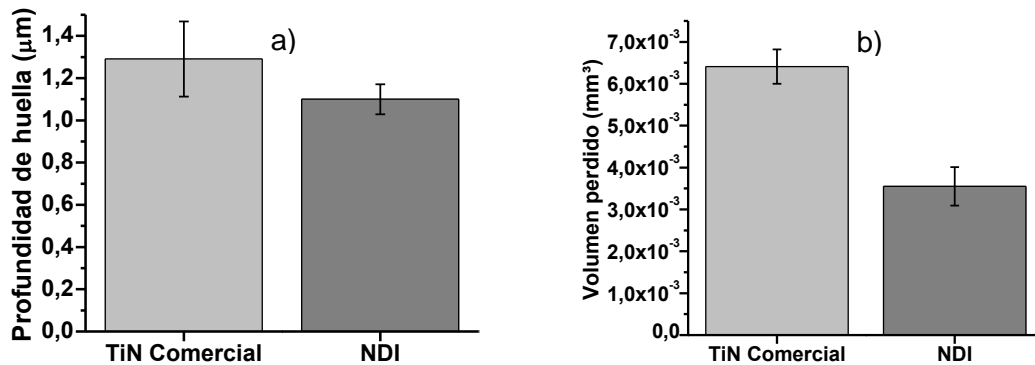


Fig. 5 Resultados Pin on Disk TiN Comercial y NDI a) Profundidad de huella, b) Volumen perdido

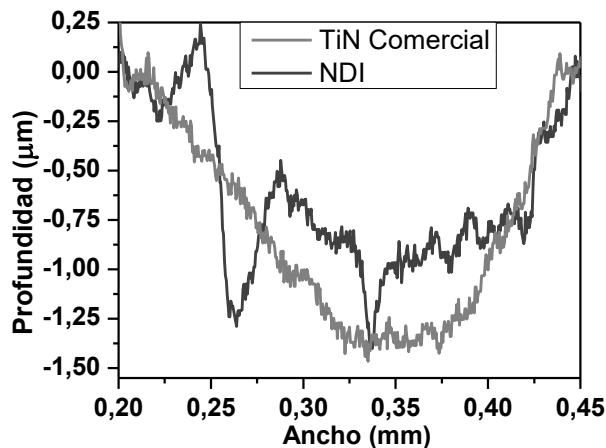


Fig. 6 Perfiles huellas Pin on Disk TiN Comercial y NDI

En los perfiles de las huellas Pin-on-disk de la Fig. 6 puede observarse también la menor profundidad de huella y volumen perdido de los recubrimientos NDI respecto de los comerciales, como así también la irregularidad de la misma, lo que se corresponde con la mayor rugosidad de los NDI, tal como se mostró en las imágenes SEM de la Fig. 1.

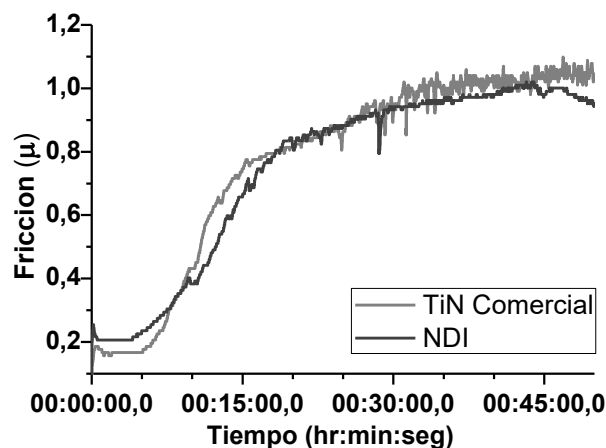


Fig. 7 Curva de fricción de ensayos de TiN Comercial y NDI

En la Fig. 7 se observa que el recubrimiento comercial presenta menor coeficiente de fricción que el del experimental en los primeros 50 m (8 minutos) del recorrido, para luego superar al del NDI, sin que las diferencias sean significativas. Los coeficientes de fricción promedio de ambos recubrimientos no mejoran respecto al acero sin tratar para la carga de 1N debido a la rugosidad de los mismos, resultado que podría variar en favor de los recubrimientos para cargas mayores [17].

Conclusión

Los recubrimientos producidos en equipo experimental por el proceso PBII&D presentaron una mejor adhesión que los comerciales, evidenciado por los resultados de Scratch Test e Indentación RC y mejor comportamiento al desgaste por fricción entre dos materiales, posiblemente debido a que la intercapa de Ti, con dureza similar al acero nitrurado, presenta mayor ductilidad. Además, al polarizar la muestra a un potencial altamente negativo, los iones penetran en la película algunas capas atómicas durante el tiempo on, favoreciendo la disminución de canales que alcancen el sustrato nitrurado, lo que podría afectar, favoreciendo tanto la resistencia al desgaste, como la resistencia a la corrosión.

Está previsto calefaccionar las muestras durante el proceso PBII&D, a la temperatura del proceso comercial, incluyendo, para ello, una fuente calefactora en el equipo experimental, lo que probablemente mejore los resultados ya obtenidos en adhesión y desgaste de las muestras NDI.

Referencias

- [1] ASM Handbook Vol. 5: Surface Engineering, ASM Int. 1994.
- [2] ASM Handbook Vol. 1: Properties and selection of Irons, Steels, and High-Performance Alloys, ASM Int. 1991.
- [3] A. J. Sendriks, Corrosion of Stainless Steel, 2nd. Ed., Wiley & Sons, 1996.
- [4] H. Michel, T. Czerwiec, M. Gantois, D. Ablitzer and A. Ricard, Progress in the analysis of the mechanisms of ion nitriding, Surf. Coat. Technol., Vol. 72, p. 103, 1995.
- [5] Linda Gil, Sonia Brühl, Lorena Jiménez, Ovidio Leon, Rafael Guevara y Mariana H. Staia, Corrosion performance of the plasma nitrided 316L stainless steel, Surface and Coatings Technology 201, p. 4424-4429, 2006.
- [6] R. L. Boxman, P. J. Martin, D. M. and Sanders, (Eds), Handbook of Vacuum Arc Science and Technology, New Jersey: Noyes Publications, 1995.
- [7] H. Bruzzone, H. Kelly, A. Márquez, D. Lamas, A. Ansaldi, C. Oviedo, TiN coatings generated with the pulsed plasma arc, Plasma Source Sci. and Technol. 5 (1996) 582-587.
- [8] D. Sanders, A. Anders, Review of cathodic arc deposition technology at the start of the new millennium, Surf. Coat. Technol. 133-134 (2000) 78-90.
- [9] T. R. Rautray, R. Narayanan, Kyo-Han Kim, Ion implantation in titanium based biomaterials, Progress in Materials Sci. 56 (2011) 1137-1177.
- [10] L. S. Vaca, A. Márquez, S. P. Brühl, Structural and tribological properties of Ti-TiN coatings obtained of the vacuum arc, Journal of Physics: Conference Series 370 (2012), 012032.
- [11] T. Bell, H. Dong and Y. Sun, Realising the potential of duplex surface engineering, Tribology 31 (1998) 127-137.
- [12] W. Wu, X. Li, J. Chen, H. Dong, Design and characterization of an advanced duplex system based on carbon S-phase case and GiC coatings for 316LVM austenitic stainless steel, Surf. Coat. Technol. 203 (2009) 1273-1280.
- [13] H. Oette, R. Wiedemann, Residual stress in PVD hard coatings. Surface and Coatings Technology, 76-77 (1995) 265-273.
- [14] R. Ali, M. Sebastiani, E. Bemporad. Influence of Ti-TiN multilayer PVD-coatings design on residual stresses and adhesion, Materials and Design 75 (2015) 47-56.
- [15] ASTM C-1624-05 (Reapproved 2010) Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing, ASTM International, 2011.
- [16] N. Vidakis, A. Antoniadis, and N. Bilalis: The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. J. Mater. Process. Technol. 481 (2003) 143-144.

- [17] J. Zuo, Y. Xie, J. Zhang, Q. Wei, B. Zhou, J. Luo, Y. Wang, Z. M. Yu and Z. G. Tang, TiN coated stainless steel bracket: Tribological, corrosion resistance, biocompatibility and mechanical performance, *Surface & Coatings Technology* 277 (2015) 227–233