



Aceros inoxidables nitrurados y recubiertos. Comportamiento al desgaste y a la corrosión

Eugenia Dalibon

Facultad Regional Concepción del Uruguay
Universidad Tecnológica Nacional
Argentina



**Universidad
de La Laguna**

Universidad de La Laguna, Tenerife, 24 de abril de 2023

Introducción

Problema

Aceros inoxidable

Industria



Fallas - superficie



Desgaste



Erosión



Corrosión

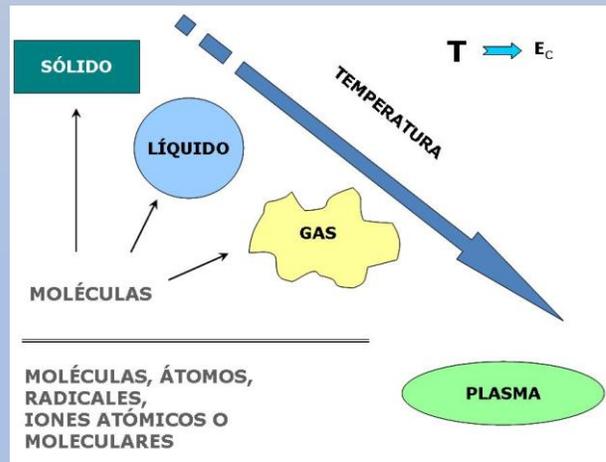
- Pérdidas económicas
- Disminución de la eficiencia
- Detención de la producción

Ingeniería
de superficies

Introducción

Tratamientos de superficies

Técnicas asistidas por plasma



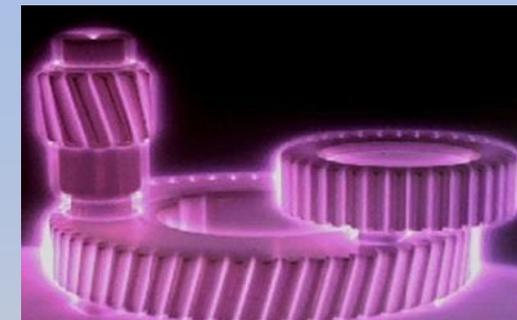
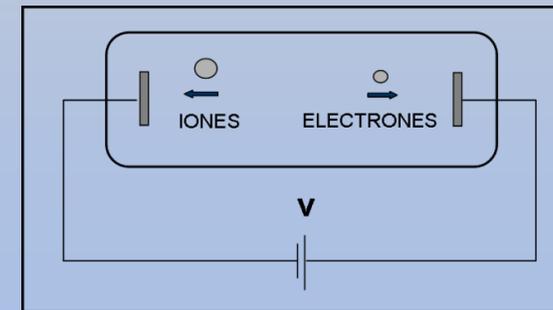
Plasma

Gas cuasi neutro de partículas cargadas y neutras

Ventajas

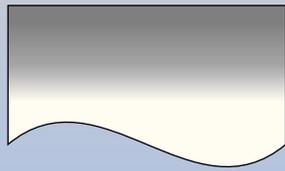
- ➔ Bajas temperaturas
- ➔ Amplio rango de aplicación
- ➔ Control de proceso

Laboratorio

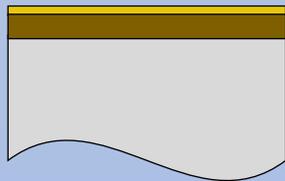


Marco Teórico

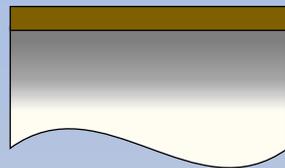
Tratamientos de superficies



Modificación de superficies



Recubrimientos

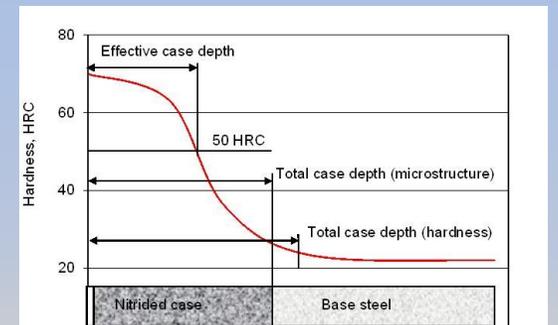
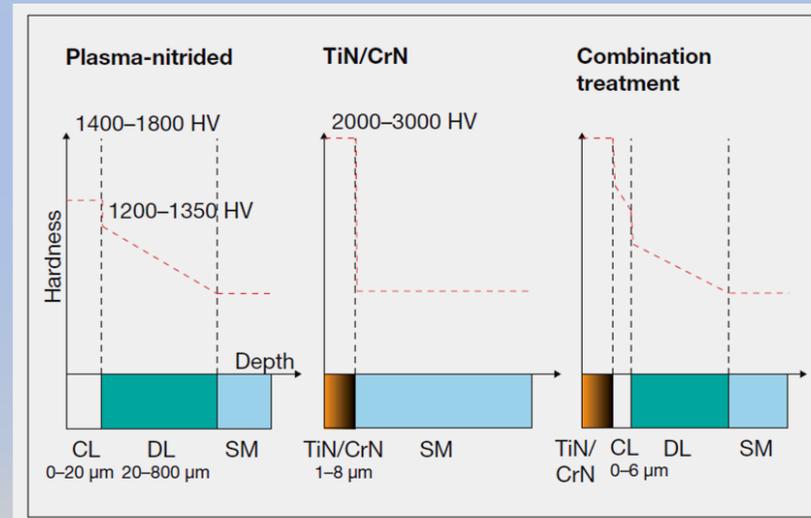
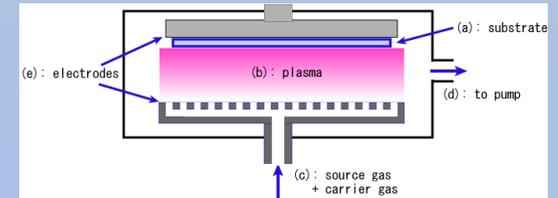
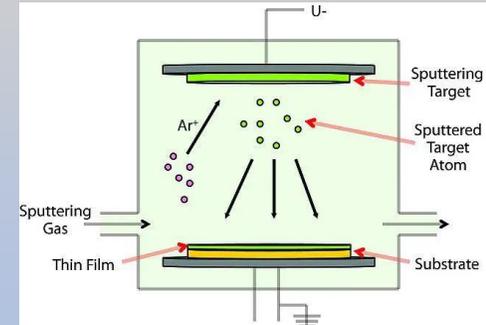


Procesos combinados

PVD y CVD

Multicapa

Monocapa



Objetivos

General

- Diseñar procesos en forma individual o combinada que permitan mejorar el comportamiento a la fricción, al desgaste y a la corrosión.

- ¿Qué procesos?
- Nitruración
 - Oxidación controlada
 - Recubrimientos tipo CVD y PVD

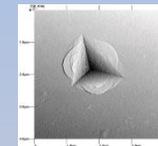
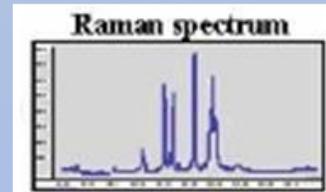
Específicos

- Comprender los cambios microestructurales que se producen en los aceros tratados.
- Determinar las condiciones óptimas del tratamiento previo que asegure mejor rendimiento mecánico y adhesión de los films.

Metodología Experimental

Caracterización de las capas nitruradas y recubrimientos sobre diferentes aceros

- Microscopía óptica y electrónica de barrido (SEM) y Haz de iones focalizado (FIB).
- Espectroscopia Raman.
- Difracción de rayos X.
- Análisis de composición: Espectroscopía óptica en descarga glow (GDOES), Espectroscopía por dispersión de electrones (EDS).
- Nanoindentación (Berkovich 9 mN)
- Microdureza Vickers (25 y 50 g)



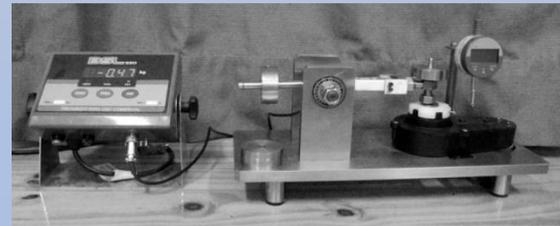
Metodología Experimental

Ensayos de desgaste

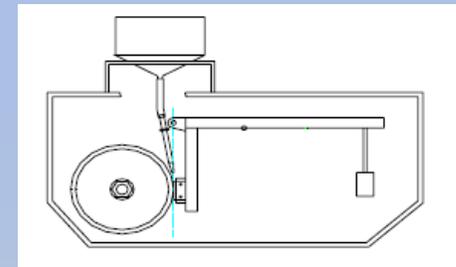
→ Deslizamiento recíproco, fretting.



→ Pin on disk
ASTM 99-04



→ Desgaste abrasivo ASTM G65 - 94 “Dry Sand- Rubber Wheel”



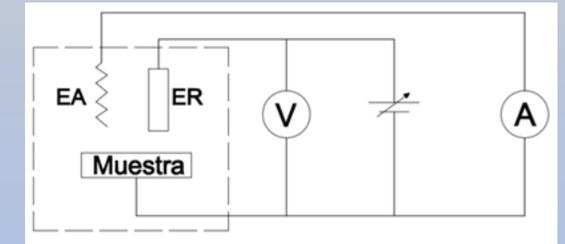
→ Erosión



Metodología Experimental

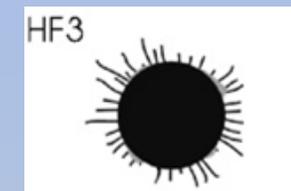
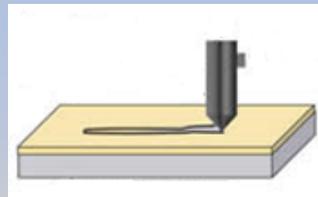
Ensayos de corrosión

- Cámara de niebla salina (Corrosión atmosférica)
- Potencial de corrosión
- Ensayos de polarización anódica y cíclica
- Prueba de pasividad



Ensayos de adhesión

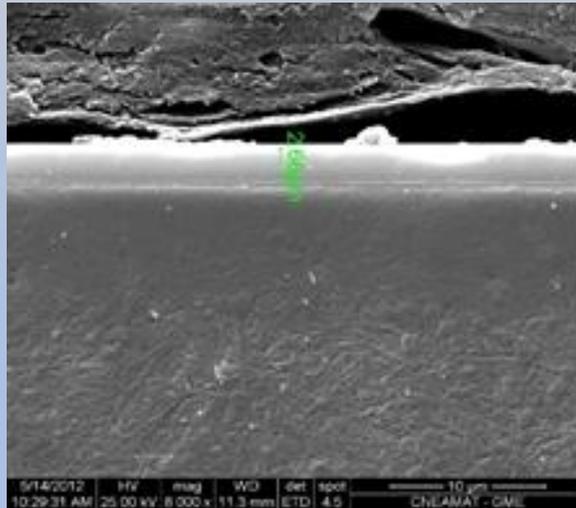
- Scratch Test, carga constante y variable
- Indentación Rockwell C



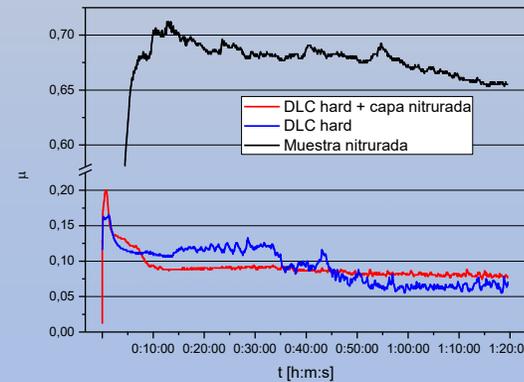
Resultados

DLC hard depositado sobre acero AISI 420

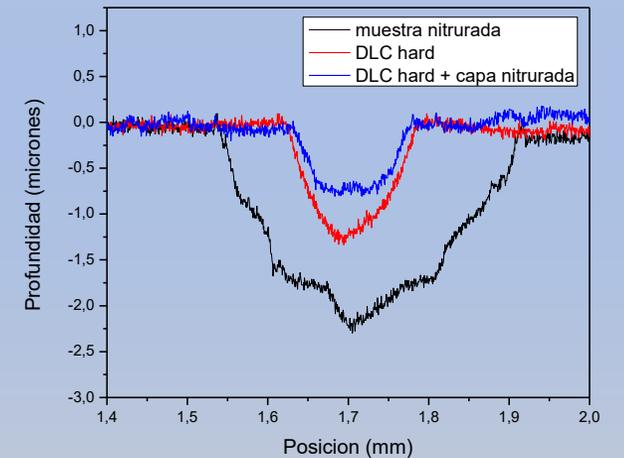
Microestructura



Fricción



Desgaste



Muestras	Espesor (μm)
DLC Hard	2,6 - 3
DLC Hard + capa nitrurada	11

Resultados

DLC hard depositado sobre acero AISI 420

Corrosión
atmosférica



DLC hard + capa nitrurada

Ensayos
de Niebla
Salina

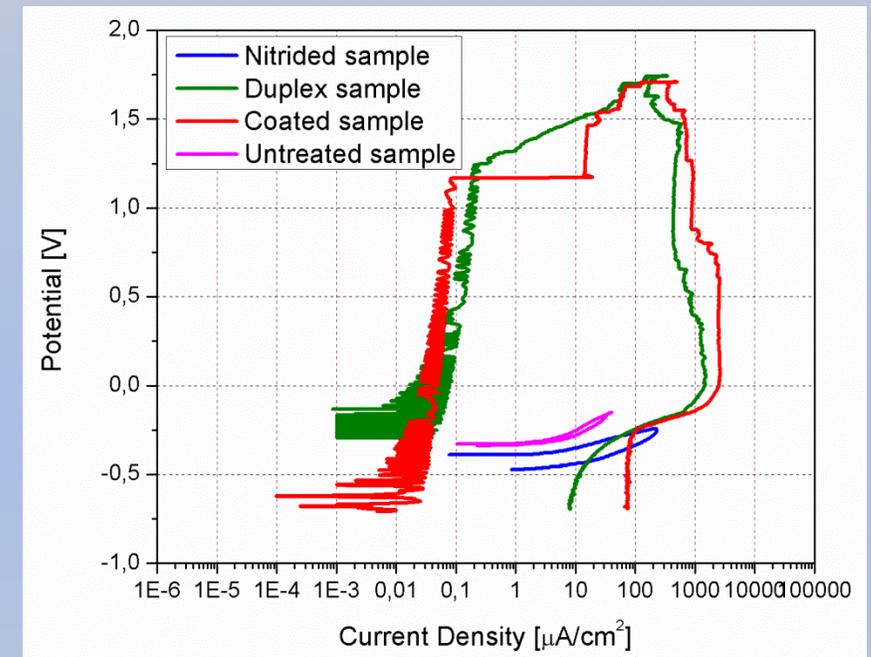


DLC hard



Muestra nitrurada

Corrosión Electroquímica



Curvas de polarización cíclica en una
solución de NaCl al 3,5 %

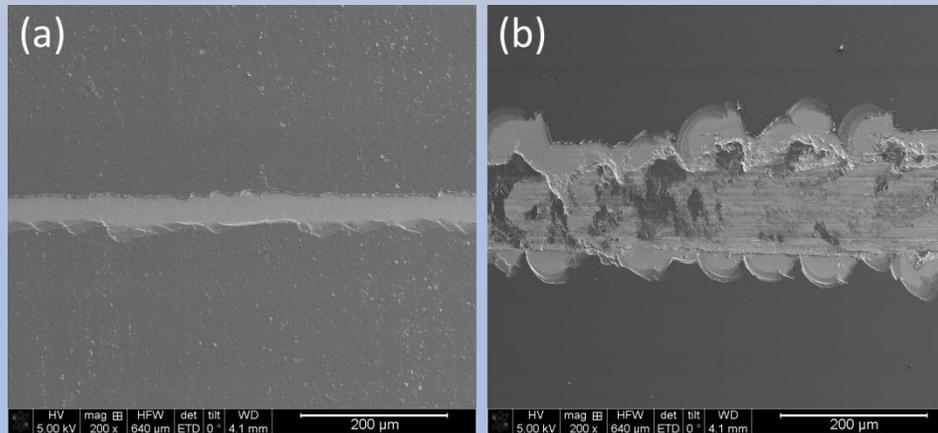
J. Mater. Res. 31 (2016) 3549 - 3556

Resultados

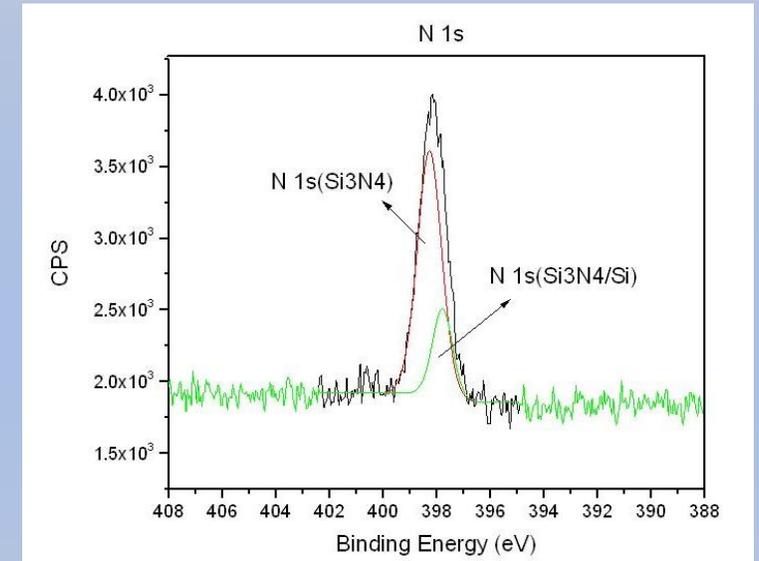
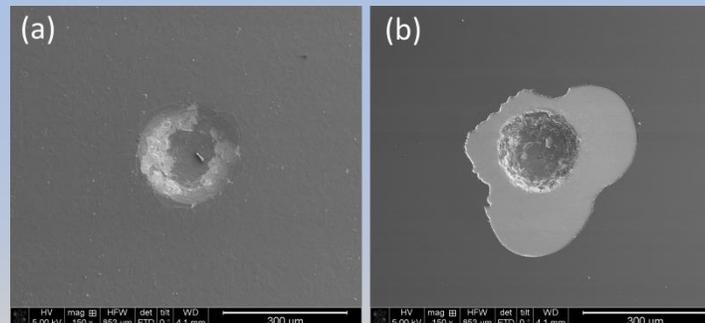
DLC hard depositado sobre acero AISI 420

Adhesión sobre nitrurados (a) y no nitrurados (b)

Scratch test



Indentación
Rockwell 60 kg



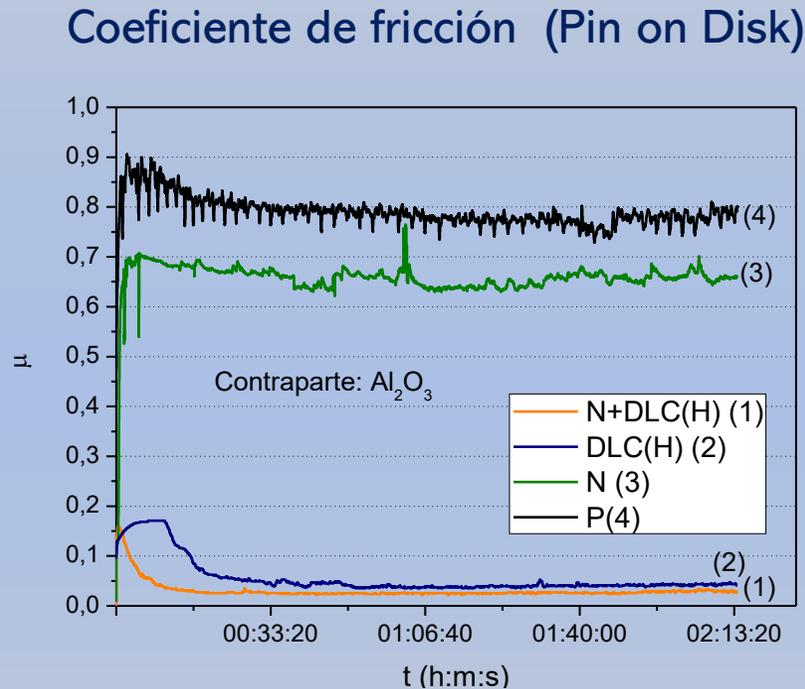
XPS en la interfase

J. Mater. Res. 31 (2016) 3549 - 3556

Resultados

DLC Hard depositado sobre acero PH Corrax

Desgaste

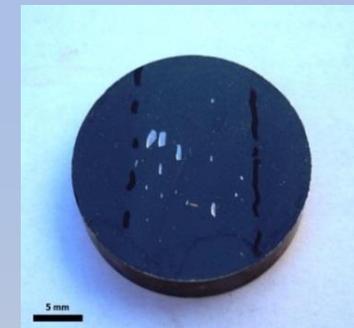


Desgaste abrasivo

- ➔ Espesor: $1,8 \mu\text{m}$
- ➔ Dureza: 2000 HV
- ➔ Mód. elástico: 250 GPa



DLC Hard



DLC Hard + capa nitrurada

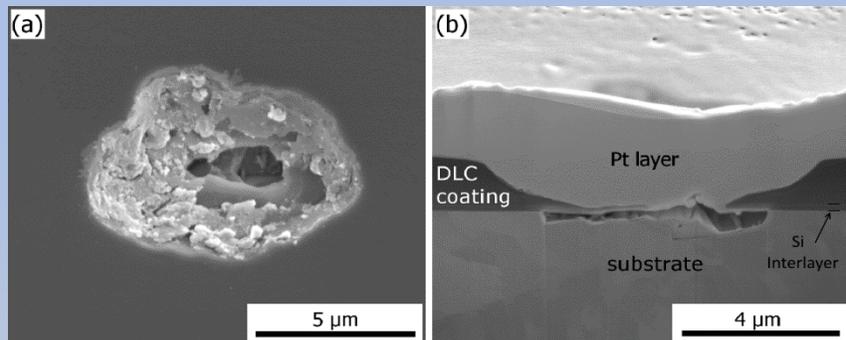
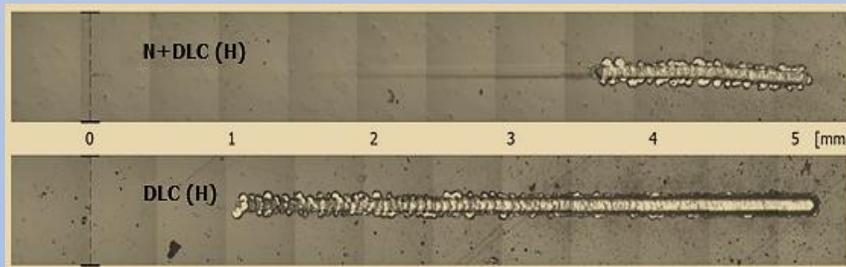
Surf. Coat. Technol. 255 (2014) 22 - 27

Resultados

DLC Hard depositado sobre acero PH Corrax

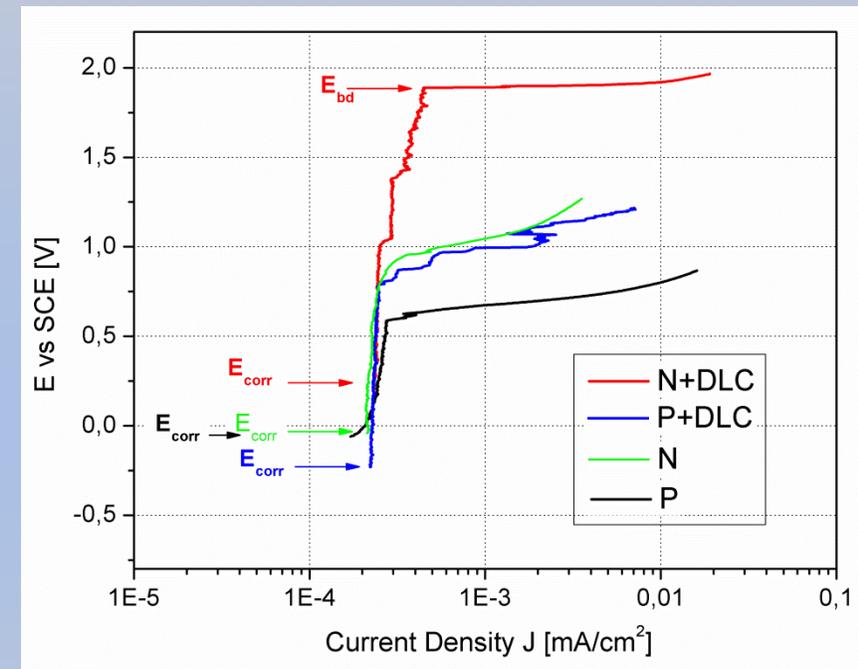
Adhesión

Scratch test



- a) Defecto en el DLC hard
- b) Corte SEM - FIB

Corrosión



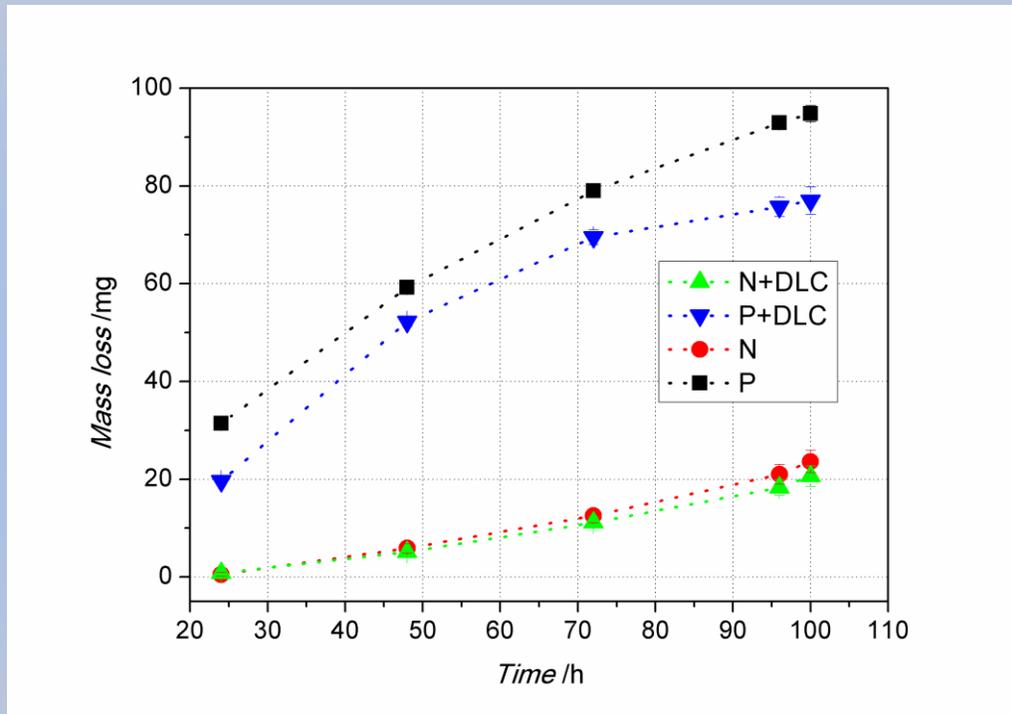
Curvas de polarización anódica

Surf. Coat. Technol. 255 (2014) 22 – 27
Adv. Eng. Mater. 18 (2016) 826 - 832

Resultados

DLC Hard depositado sobre acero PH Corrax

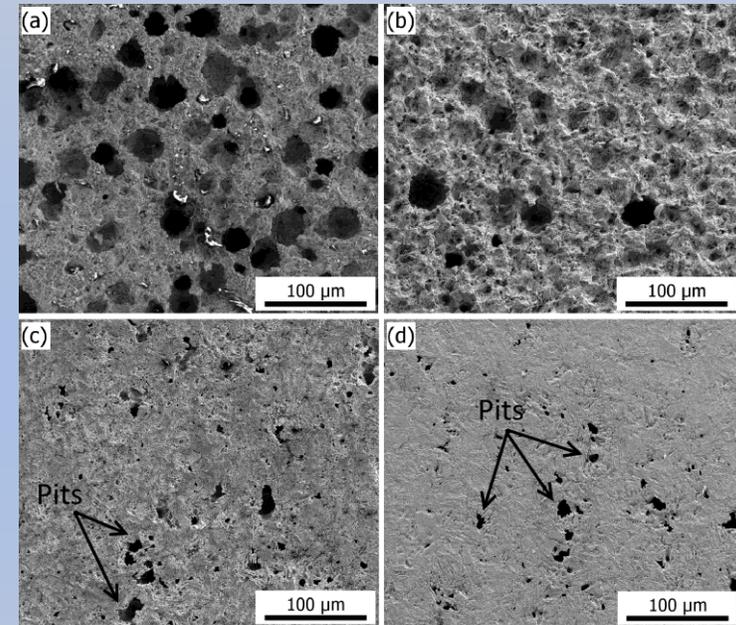
Ensayos de inmersión



Pérdida de masa

Corrosión

Imágenes SEM de la superficie



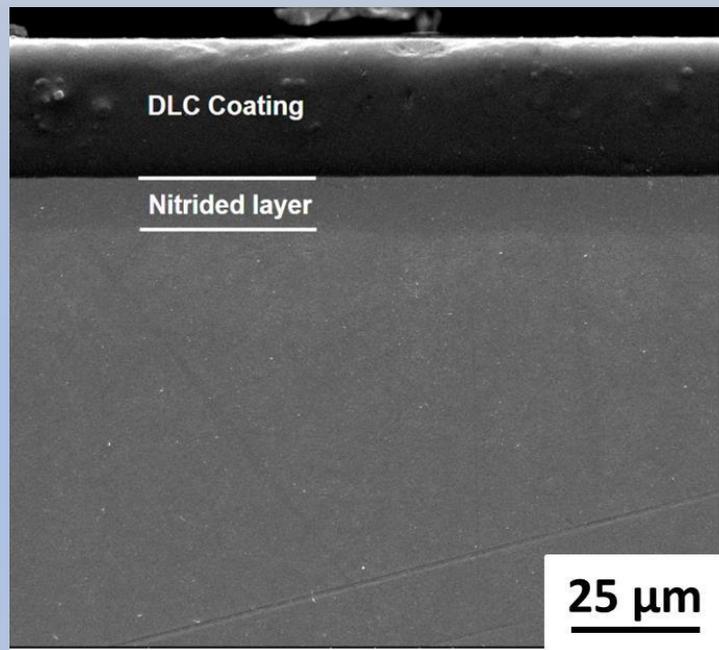
- a) P
- b) P+DLC
- c) N
- d) N+DLC

Adv. Eng. Mater. 18 (2016) 826 - 832

Resultados

DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

Microestructura



DLC soft + capa nitruada

- Espesor: 20-40 μm
- Dureza: 12 ± 1 GPa
- $6,04 \pm 0,54$ GPa
- Mód. elástico: 74 ± 6 GPa
- 38 ± 3 GPa

Resultados

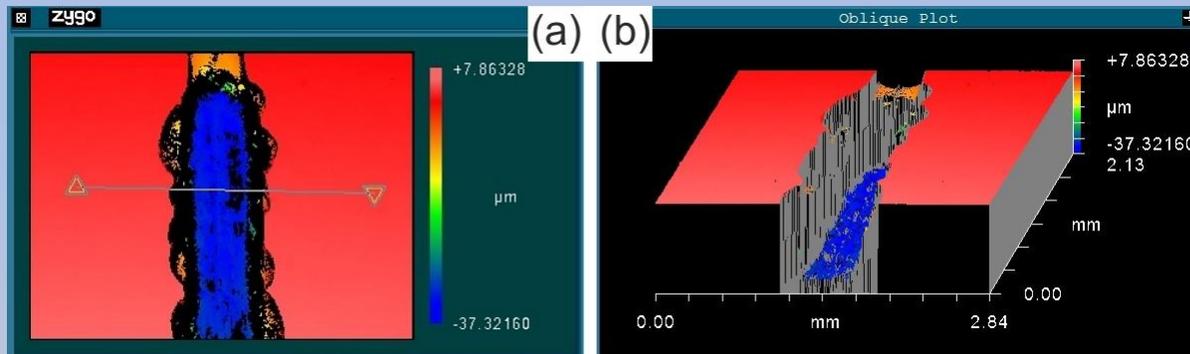
DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

Deslizamiento recíproco lineal

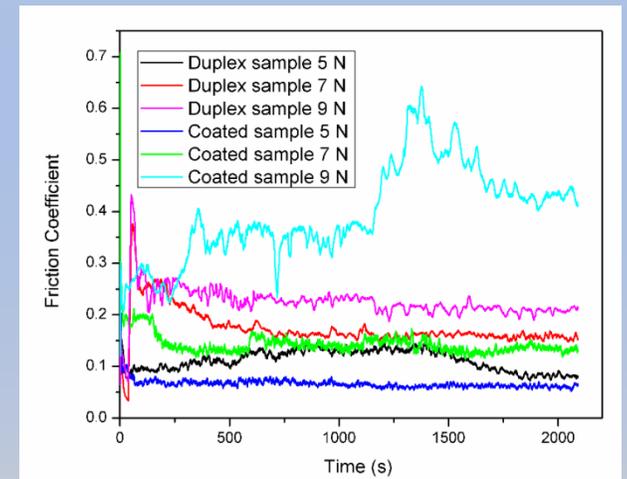
Desgaste

Muestras	Volumen desgastado $\cdot 10^{-3}$ (mm ³)		
Carga /Presión Hertziana	5 N /1,29 GPa	7 N /1,44 GPa	9 N /1,57 GPa
DLC soft + capa nitrurada	1,98 \pm 0,20	3,31 \pm 0,53	13,69 \pm 1,63
DLC soft	2,13 \pm 0,25	50,33 \pm 4,38	62,89 \pm 6,43

Coeficiente de fricción



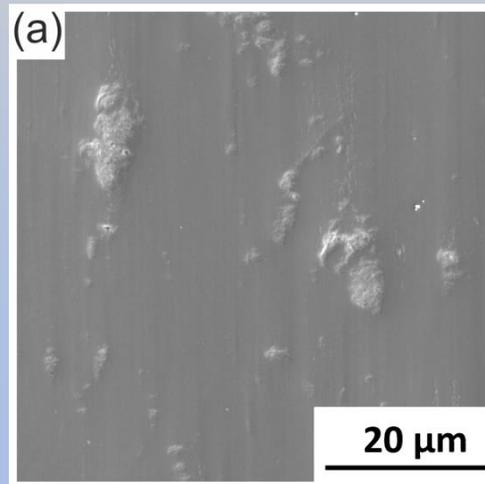
Huella en la muestra recubierta para 7 N de carga



Resultados

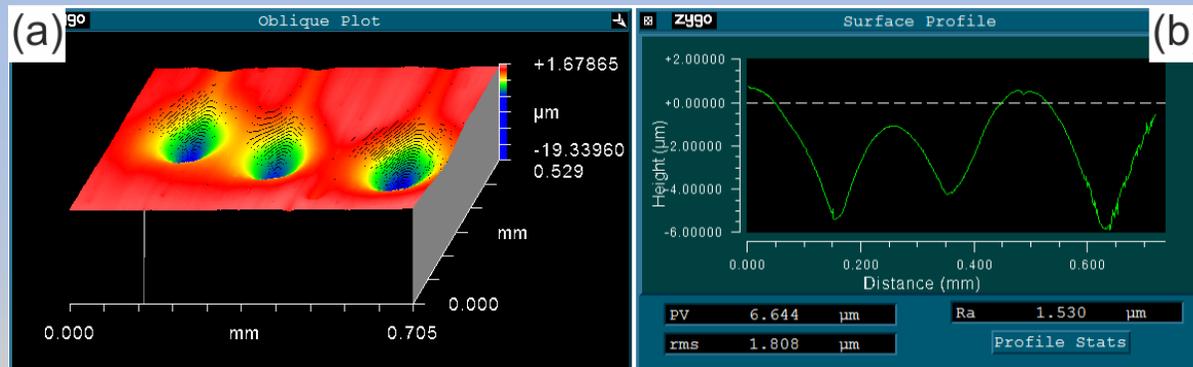
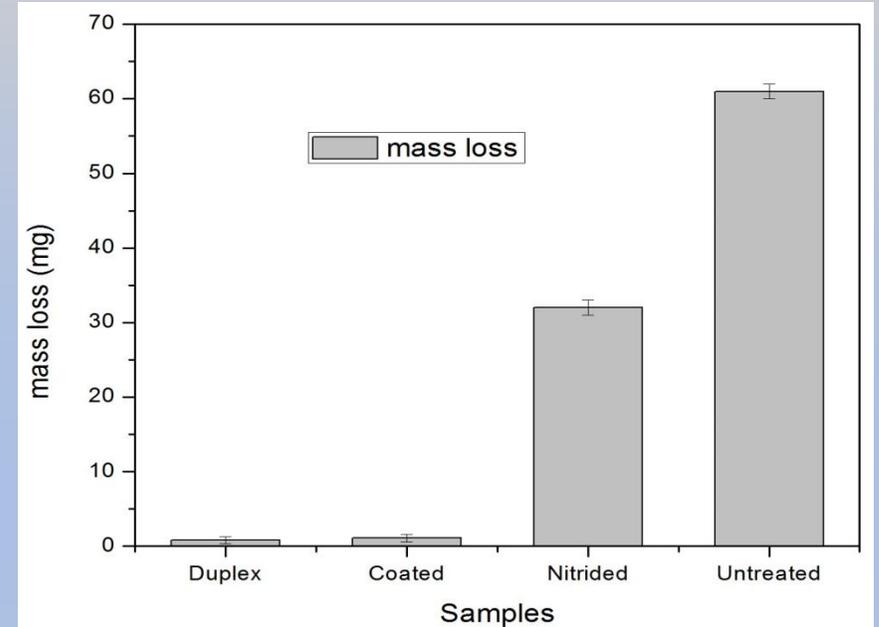
DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

Desgaste



Desgaste abrasivo
Dry Sand /
Rubber Wheel

Imagen SEM



Huella de desgaste abrasivo en la muestra recubierta con DLC soft

Imagen WLI

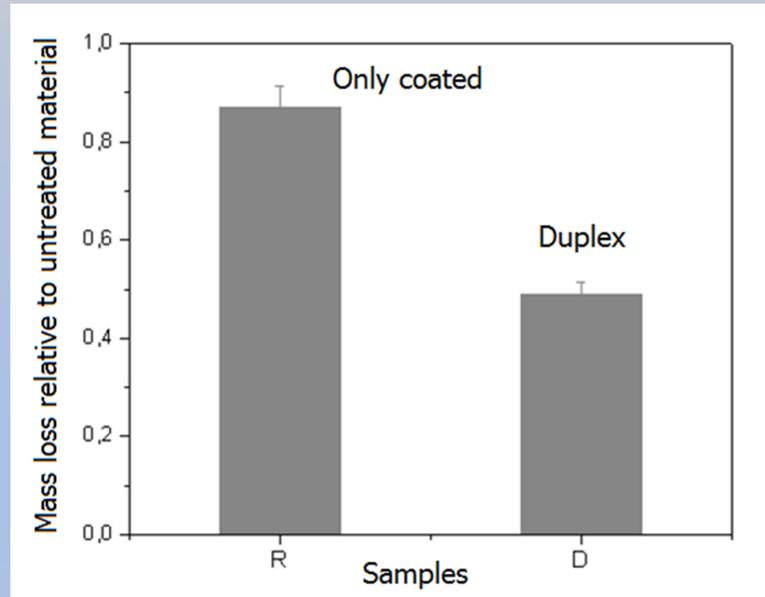
Surf. Coat. Technol. 312 (2017) 101-109

Resultados

DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

Desgaste

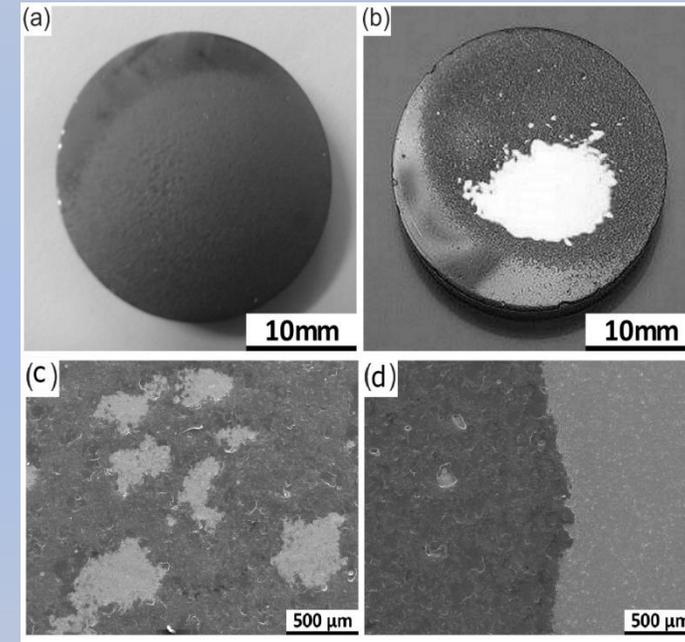
Desgaste erosivo



a) y c) DLC soft + capa nitrurada

b) y d) DLC soft

Imágenes de las muestras erosionadas

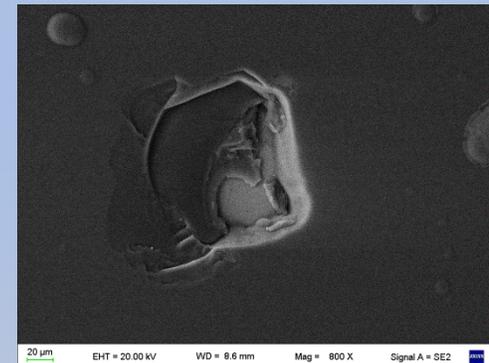
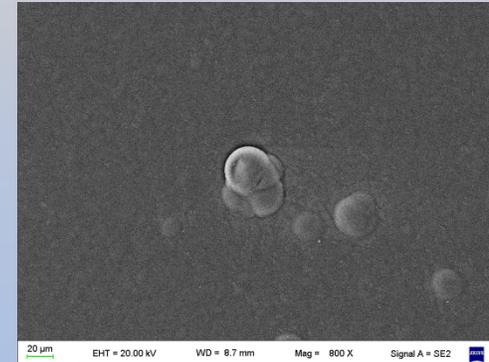
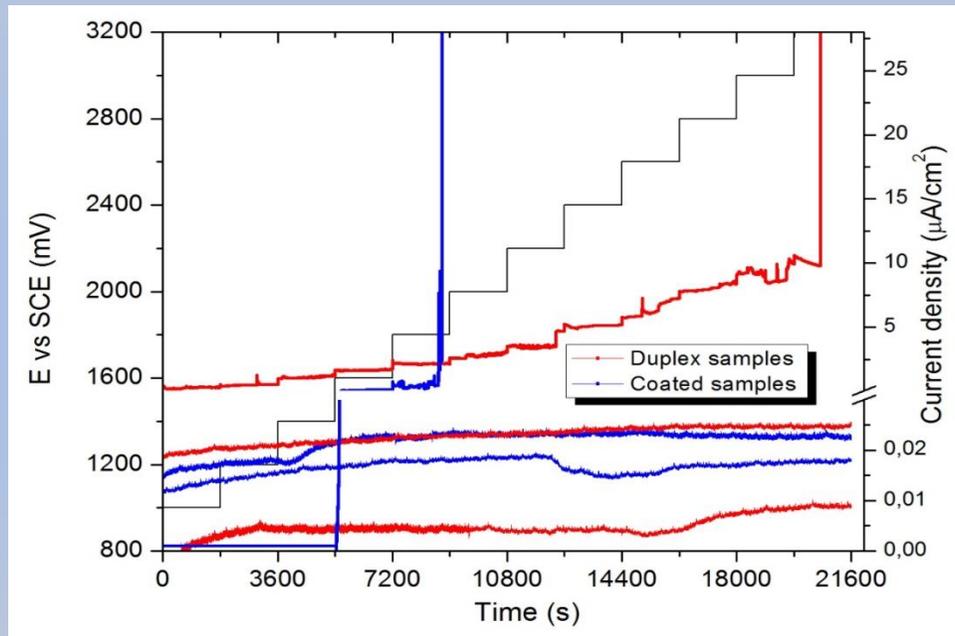


Resultados

DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

Corrosión

Ensayos potenciostáticos



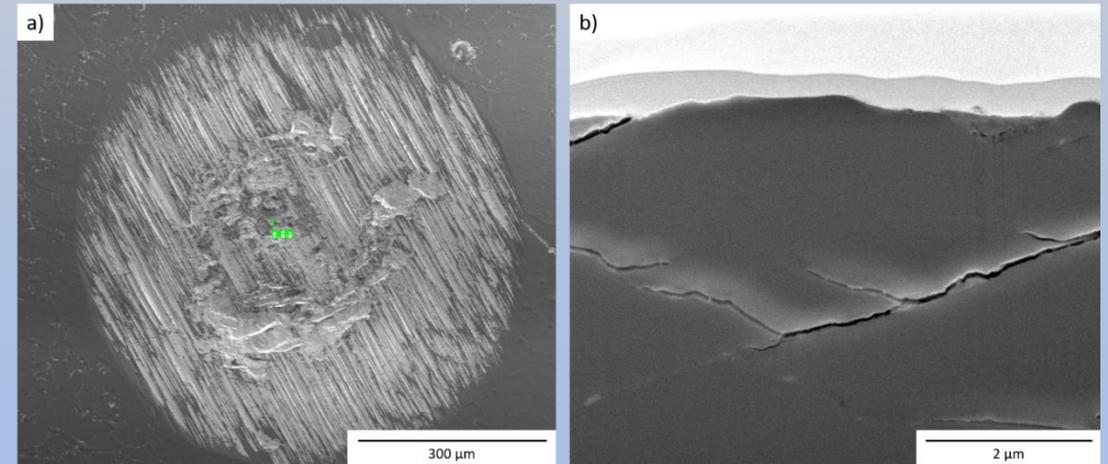
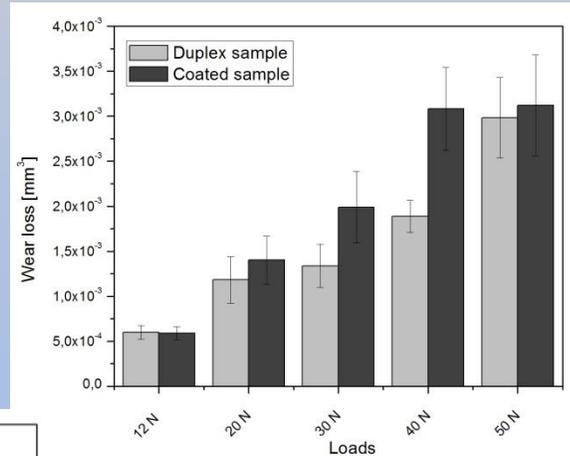
Defecto tipo protuberancia o burbuja y hueco

Surf. Coat. Technol. 312 (2017) 101-109

Resultados

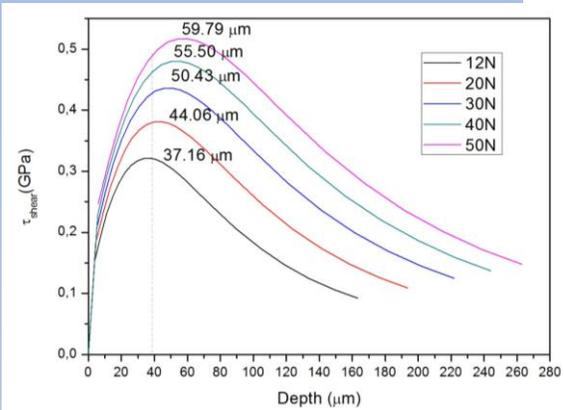
DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

Desgaste por fretting



a) Huella de fretting (50 N, 1 h) imagen SEM , b) corte FIB

Volumen perdido

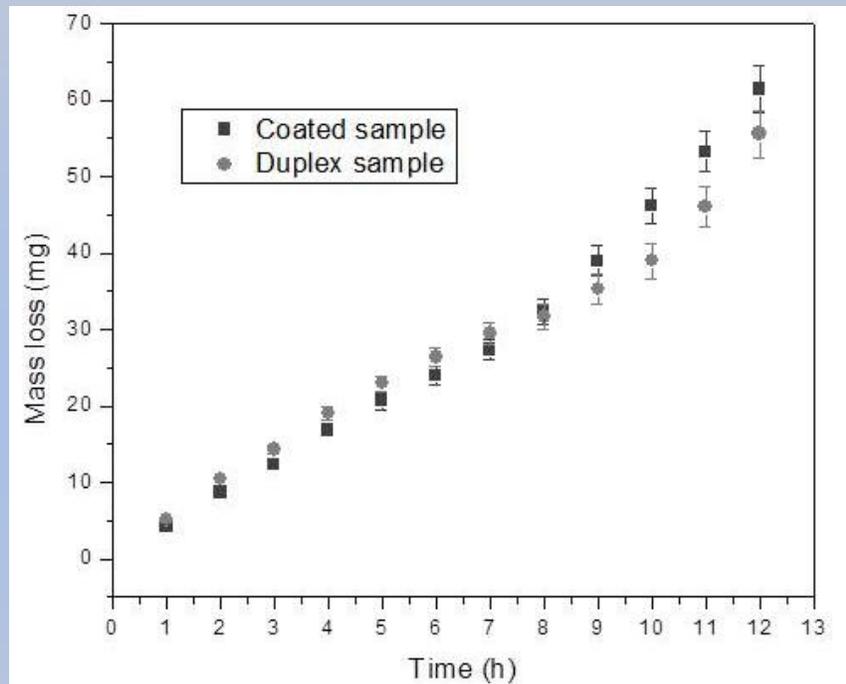


Distribución de tensiones para el recubrimiento DLC para las diferentes cargas.

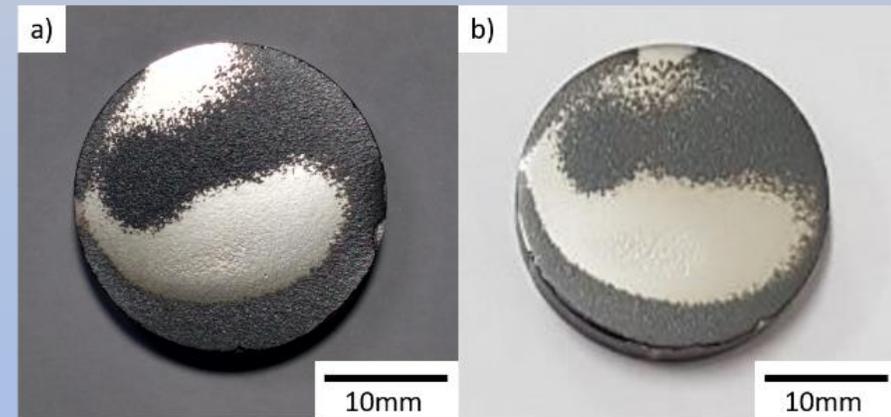
Resultados

DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

Desgaste por erosión



Pérdida de masa en función del tiempo.

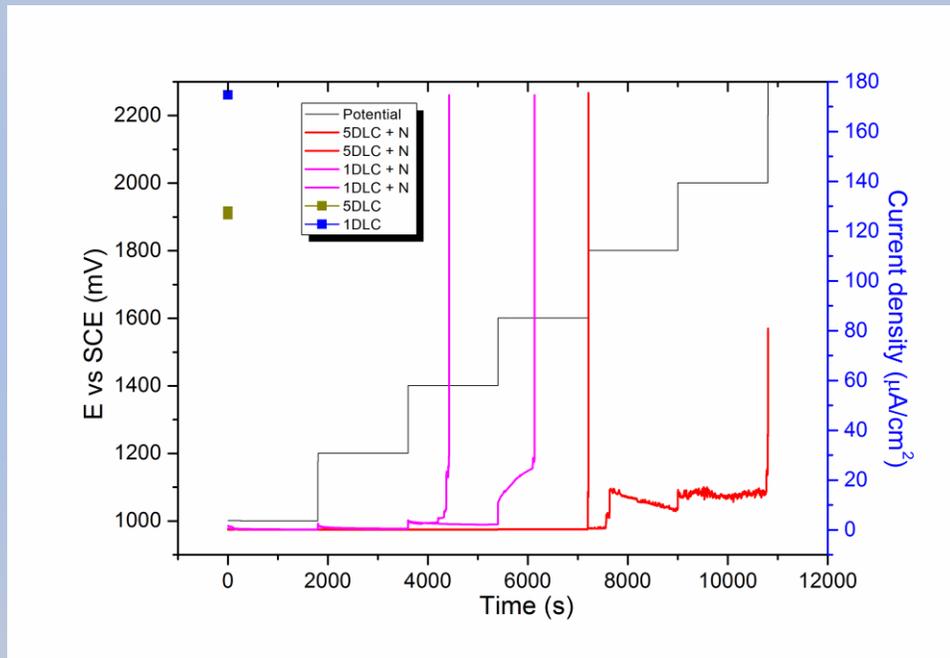


Superficie de las muestras después de 9 horas de ensayo: a) muestra duplex, b) muestra recubierta.

Resultados

Recubrimientos DLC multicapas. Comportamiento a la corrosion

Ensayos potencioestáticos



Samples	Designation
Plasma nitrided + 1DLC	1DLC + N
Heat treated + 1DLC	1DLC
Plasma nitrided + 5DLC	5DLC + N
Heat treated + 5DLC	5DLC

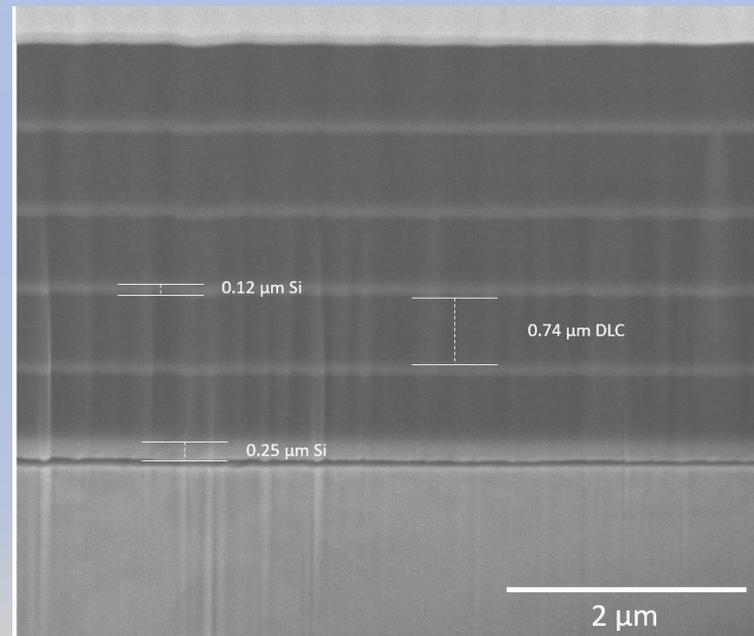
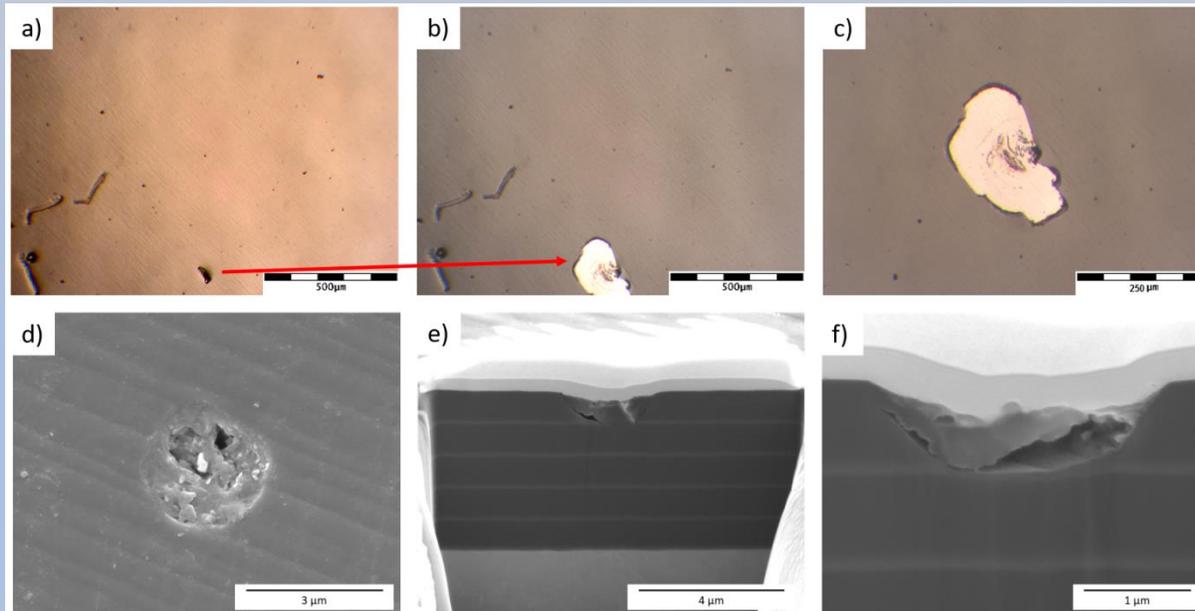


Imagen SEM-FIB
del recubrimiento
multicapas

Diam. Rel. Mat. s 118 (2021) 108507

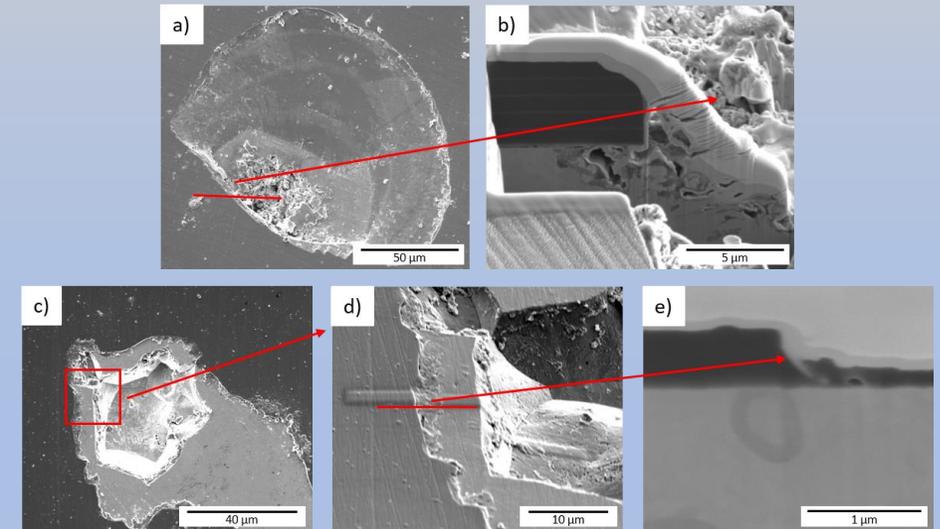
Resultados

Morfología del ataque corrosivo



Micrografía óptica del área ensayada

- a) antes del ensayo,
- b) y c) después del ensayo,
- d) imagen SEM de un defecto en el recubrimiento DLC ,
- e) y f) imagen SEM-FIB de la sección transversal del defecto.



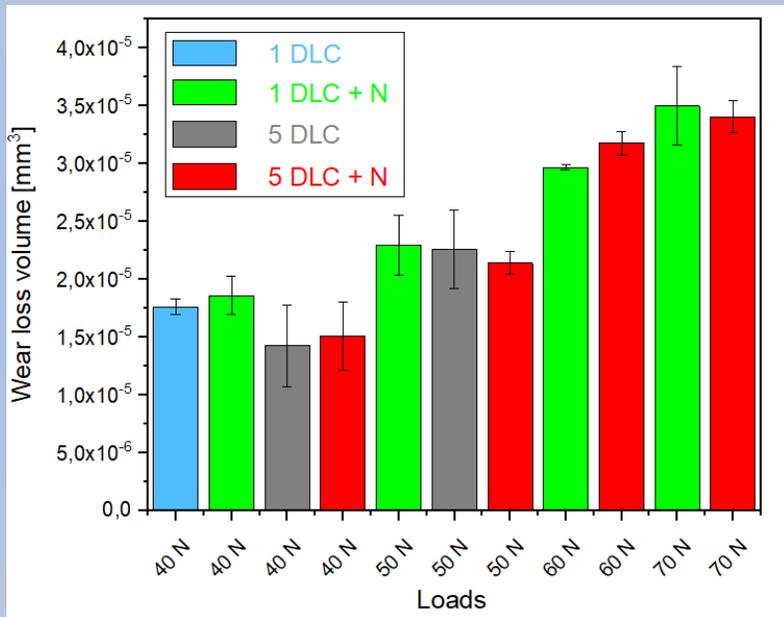
Imágenes SEM-FIB

- a) Pit en la muestra 5DLC + N,
- b) corte SEM-FIB del pit mostrado en a),
- c) pit en la muestra 1DLC + N,
- d) zona del pit donde se realizó el corte con FIB,
- e) corte SEM-FIB del pit.

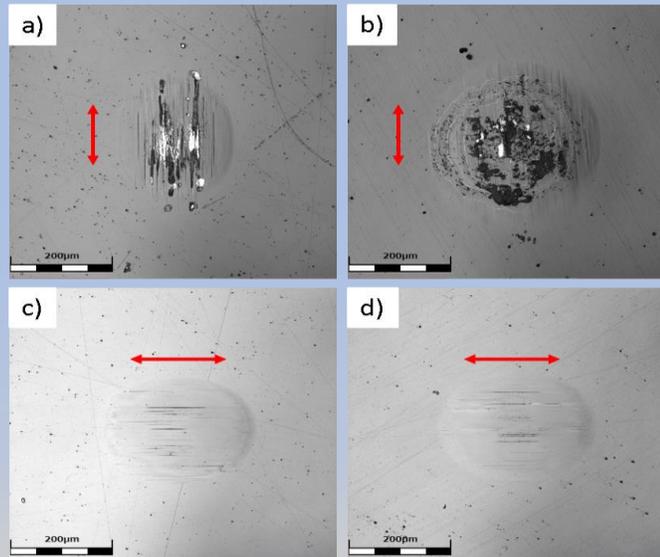
Resultados

Recubrimientos DLC multicapas. Comportamiento al desgaste por fretting

Desgaste por fretting



Samples	Loads			
	40 N	50 N	60 N	70 N
1DLC	Ok	Failed	-	-
1DLC + N	Ok	Ok	Ok	Ok
5DLC	Ok	Ok	Failed	-
5DLC + N	Ok	Ok	Ok	Ok



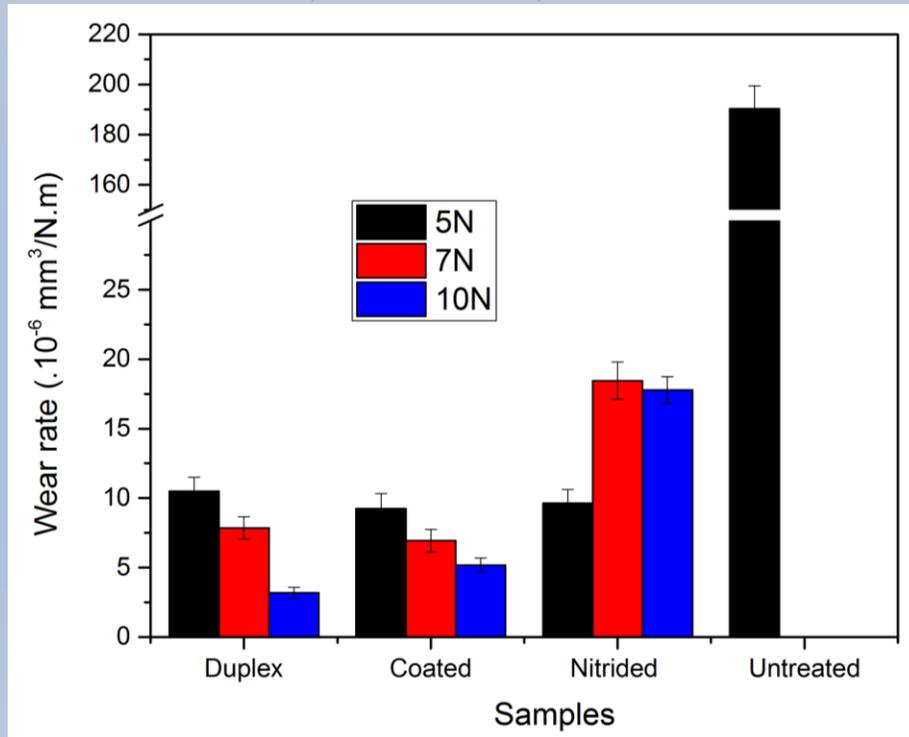
Imágenes del microscopio confocal de las huellas de fretting para:

- a) 1 DLC y 50 N,
- b) 5DLC y 60 N,
- c) 1DLC +N y 70 N,
- d) 5DLC + N y 70 N.

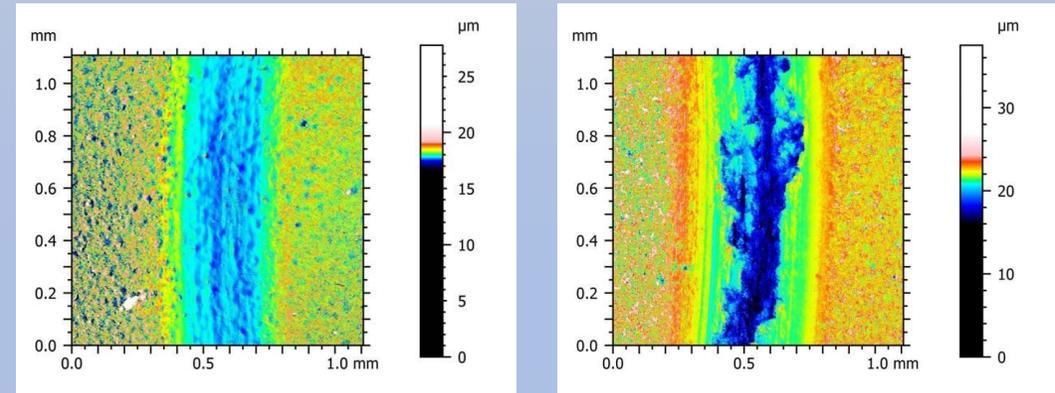
Resultados

Recubrimientos PVD de TiAlN. Comportamiento al desgaste

Ensayos de desgaste



Tasa de desgaste

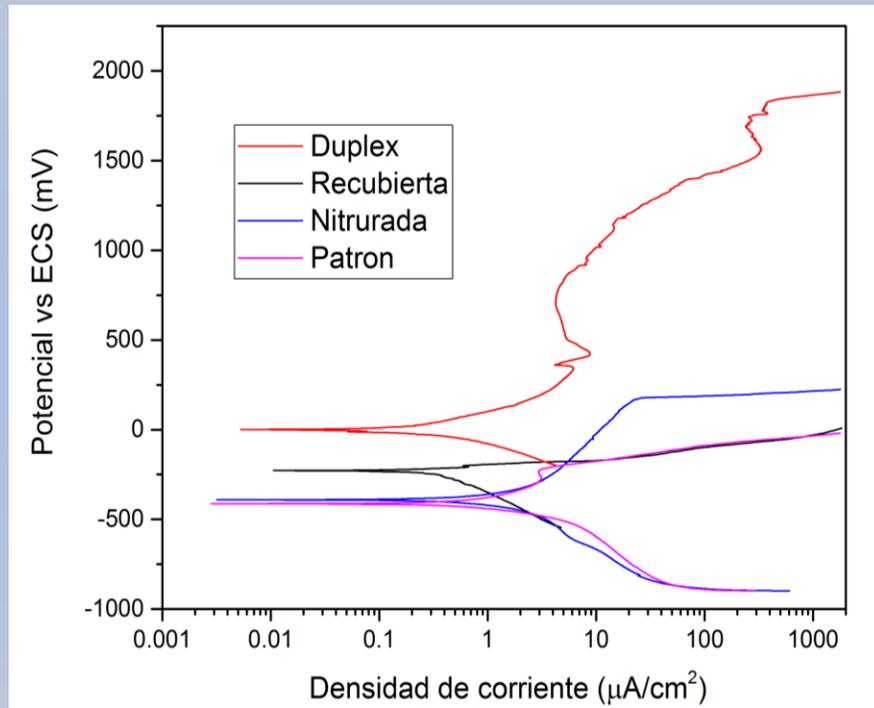


Imágenes de las huellas de desgaste para 10 N obtenidas con microscopio confocal, muestra recubierta (derecha), muestra dúplex (izquierda).

Resultados

Recubrimientos PVD de TiAlN. Comportamiento a la corrosión

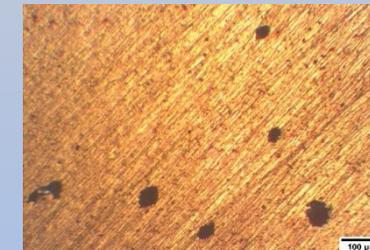
Ensayos electroquímicos



Curvas de polarización

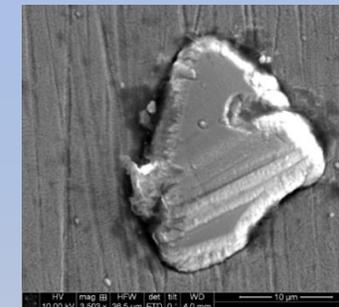
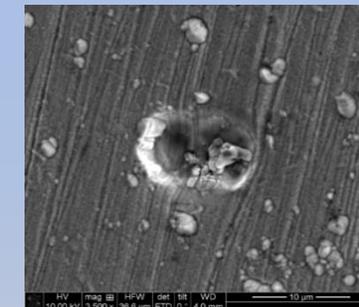


Antes del ensayo



Después del ensayo

Micrografías ópticas del recubrimiento

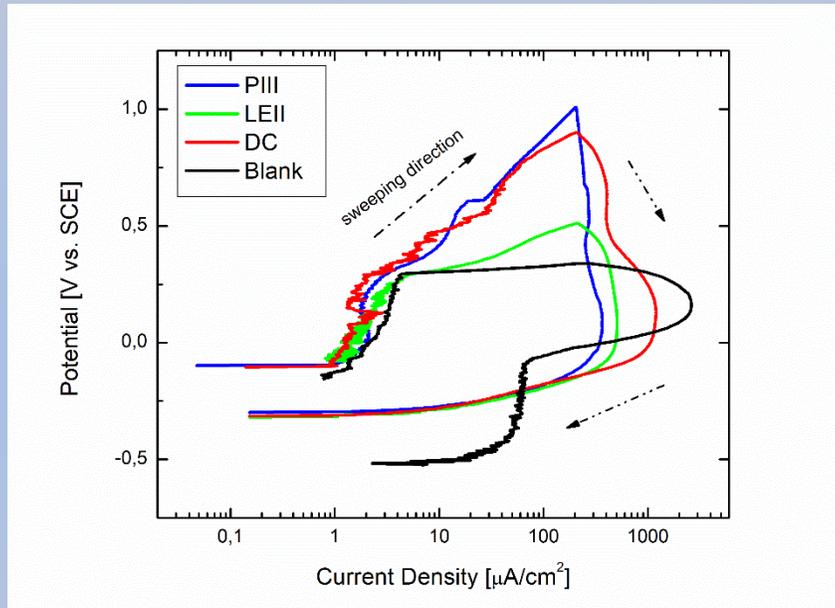


Imágenes SEM de defectos

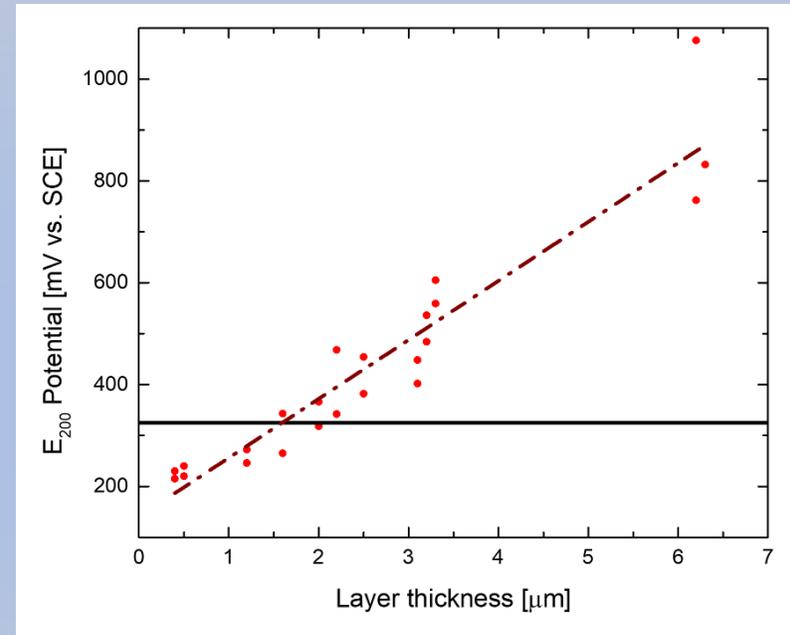
Investigación en curso

Resultados

Acero AISI 316 L nitrurado utilizando diferentes métodos.
Comportamiento a la corrosión



Curvas de polarización cíclica

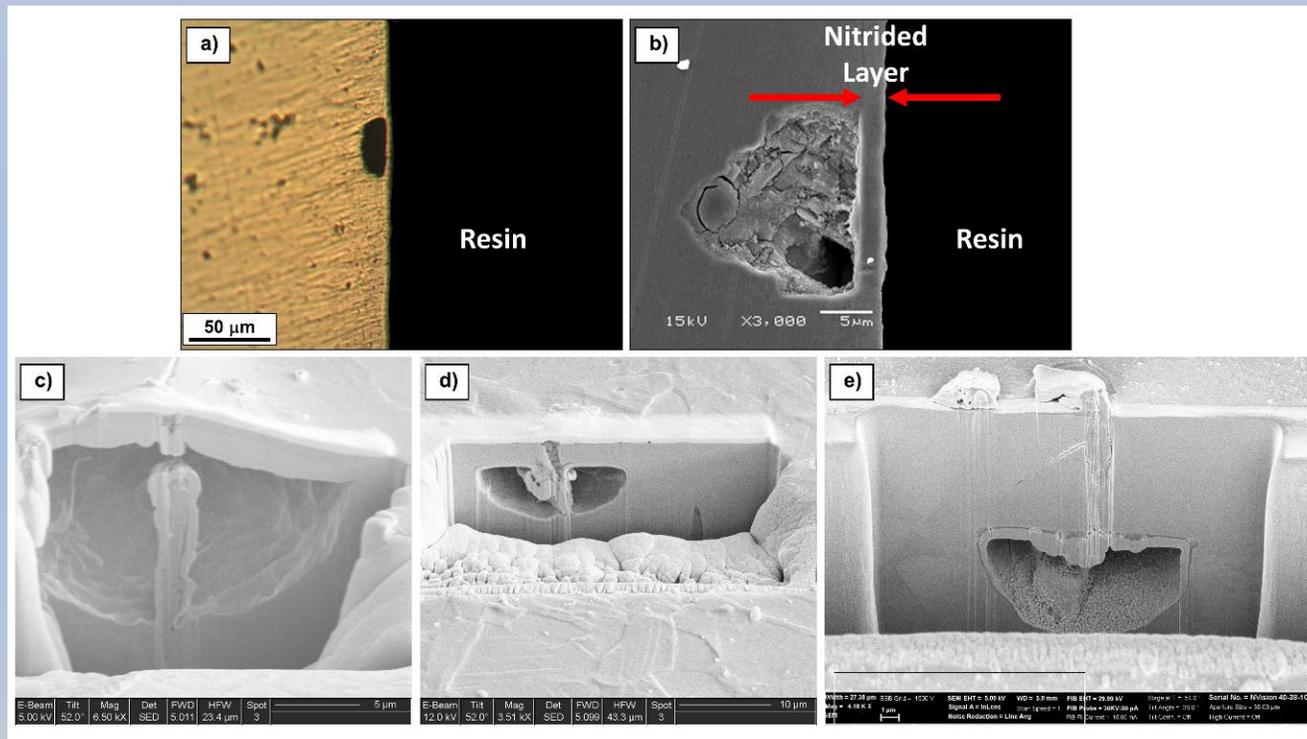


E200 vs espesor de las capas nitruradas.

Relación entre espesor de capa nitrurada con el comportamiento a la corrosión

Resultados

Morfología del ataque corrosivo en el AISI 316 L nitrurado utilizando diferentes métodos



- a) Micrografía óptica de la sección transversa del ataque de corrosion en la muestra LEII, 400°C, 30%
- b) imagen SEM del mismo pit,
- c) Imágenes SEM-FIB de los pits en una muestra PIII tratada a 370°C y 0,6Pa,
- d) LEII a 400°C and 15%,
- e) DC a 400°C, 6hs.

Resultados

Muestras nitruradas y post-oxidadas Comportamiento a la corrosión

Ensayo de niebla salina



AISI 4140

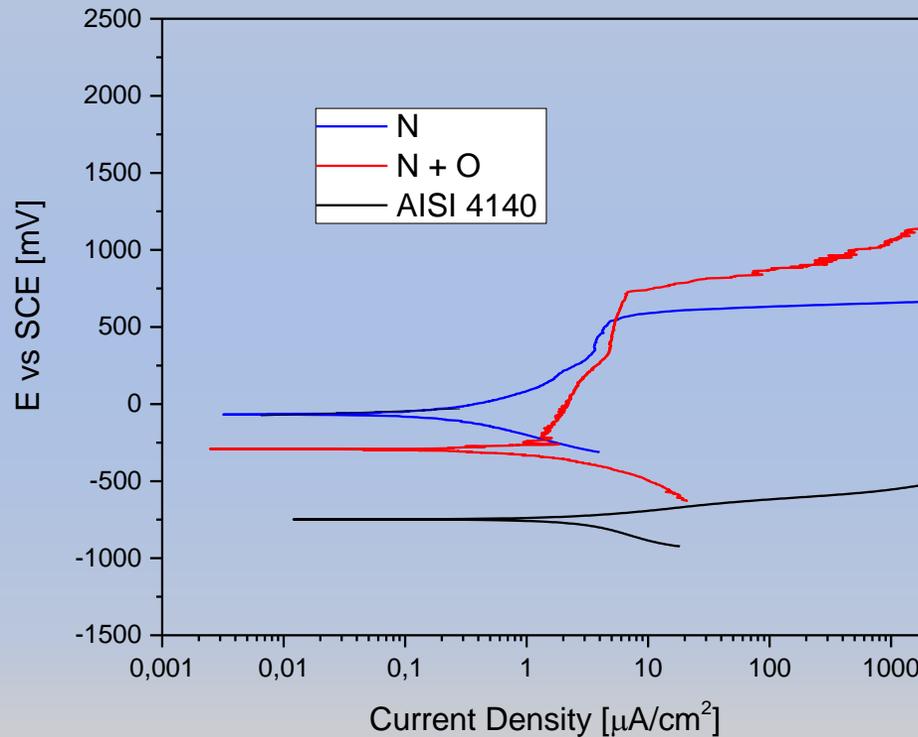


Nitridada



Nit. + Ox.

Curvas de polarización



Investigación en curso

Conclusiones Generales

- La capa nitrurada mejora la resistencia a la corrosión, tanto su espesor como la concentración de nitrógeno determinan su comportamiento.
- En todos los sistemas estudiados no resultó conveniente depositar el recubrimiento duro sin el tratamiento previo de nitruración.
- La nitruración mejoró la adhesión de los recubrimientos soft y hard.
- La influencia de la capa nitrurada en el sistema dúplex se hizo notable en el comportamiento al desgaste en condiciones severas de deslizamiento, abrasión o erosión.
- En estas condiciones, además, la resistencia al desgaste estuvo vinculada a la adhesión de los recubrimientos.
- Las películas presentaron defectos y estos son los que determinaron su comportamiento a la corrosión.



¡Muchas gracias!



dalibone@frcu.utn.edu.ar



Eugenia Dalibon



<http://www.frcu.utn.edu.ar/gis>



Grupo de Ingeniería de Superficies