



# 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, Tenerife, 24 de abril de 2023*

# Introducción

## Problema

## Aceros inoxidables

Industria



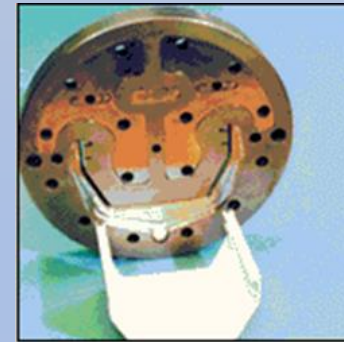
Fallas - superficie



Desgaste



Erosión



Corrosión

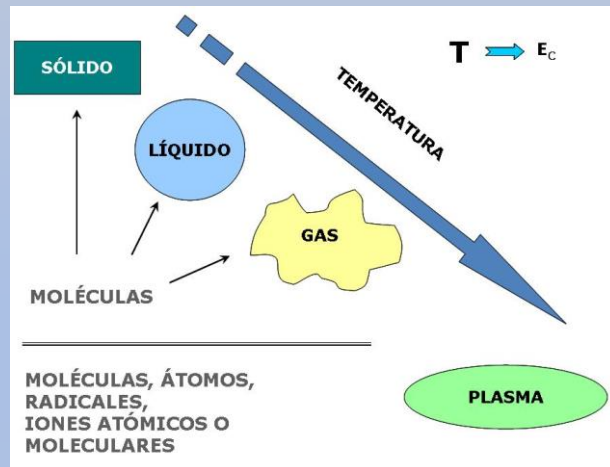
- Pérdidas económicas
- Disminución de la eficiencia
- Detención de la producción

Ingeniería de superficies

# Introducción

## Tratamientos de superficies

### Técnicas asistidas por plasma



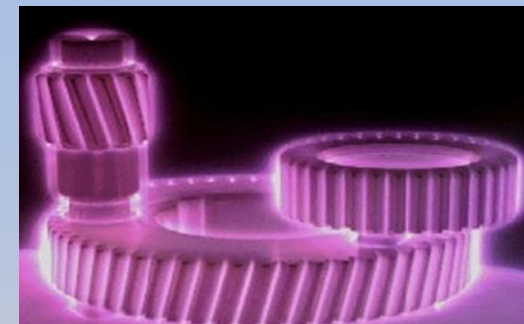
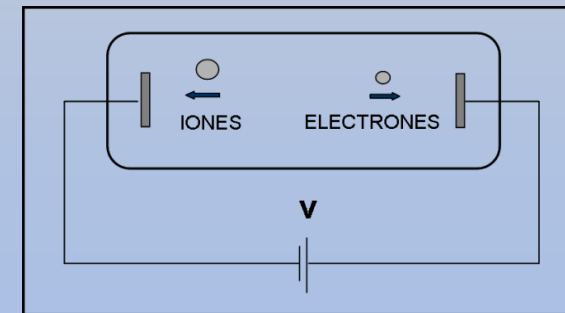
### Plasma

Gas cuasi neutro de partículas cargadas y neutras

### Ventajas

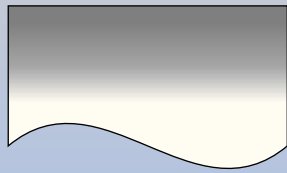
- ➔ Bajas temperaturas
- ➔ Amplio rango de aplicación
- ➔ Control de proceso

### Laboratorio

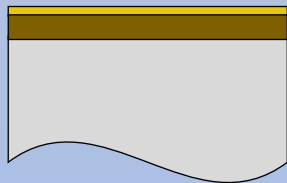


# Marco Teórico

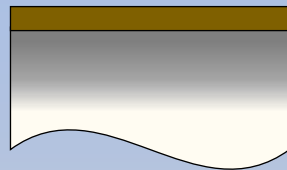
## Tratamientos de superficies



**Modificación de superficies**



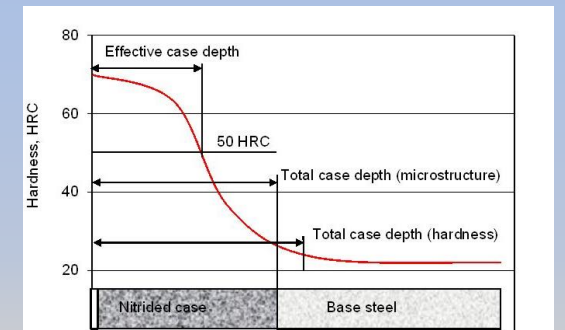
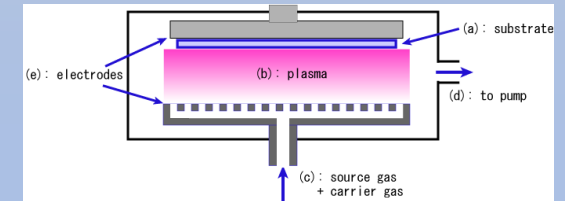
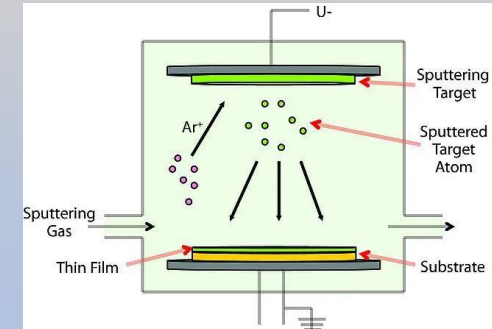
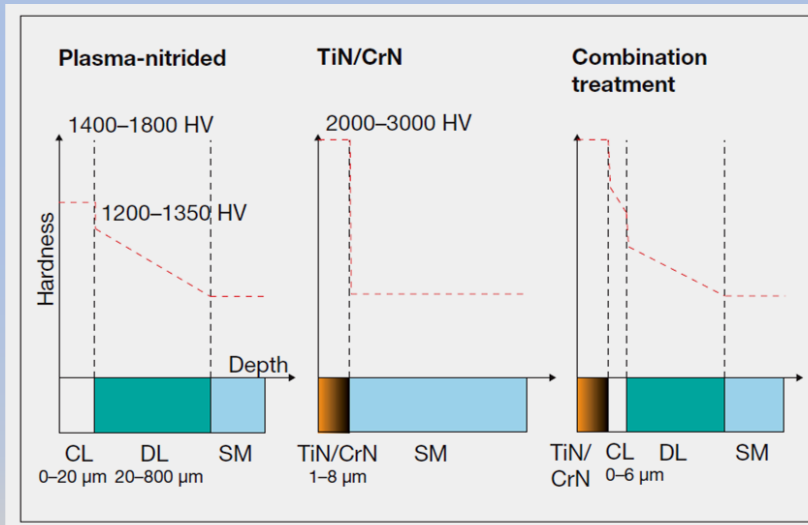
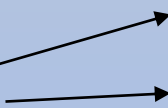
**Recubrimientos**



**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

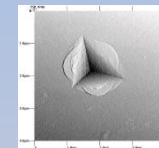
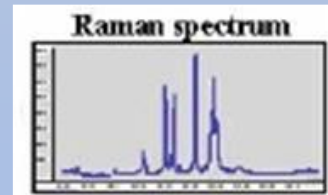
## Específicos

- 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)





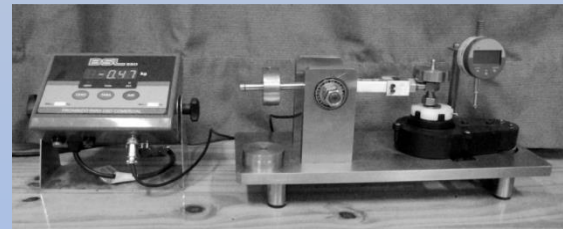
# Metodología Experimental

## Ensayos de desgaste

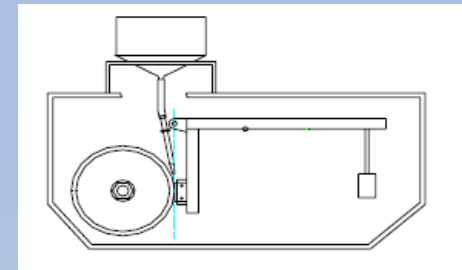
→ Deslizamiento recíproco, fretting.



→ Pin on disk  
ASTM 99-04



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



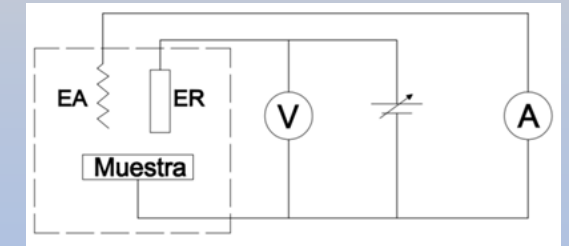
→ Erosión



# Metodología Experimental

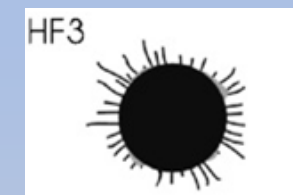
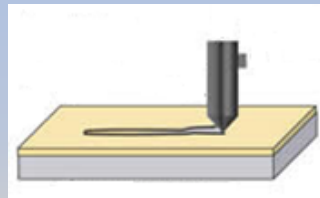
## Ensayos de corrosión

- 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

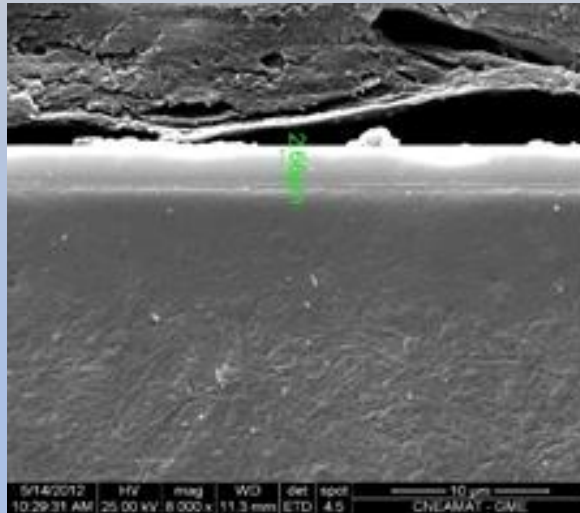




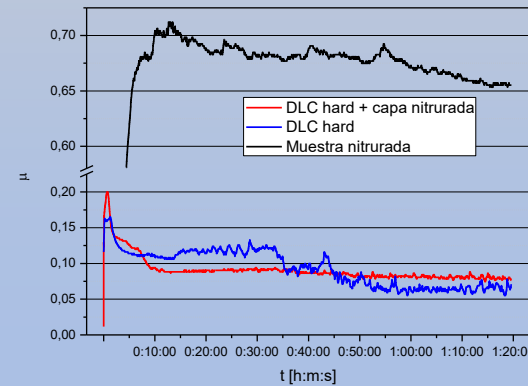
# Resultados

## DLC hard depositado sobre acero AISI 420

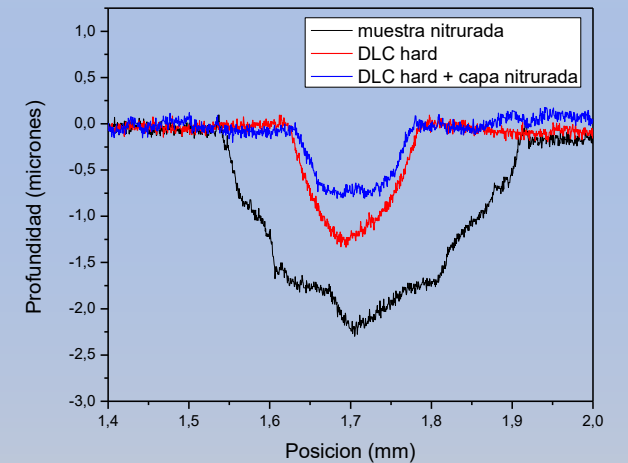
Microestructura



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

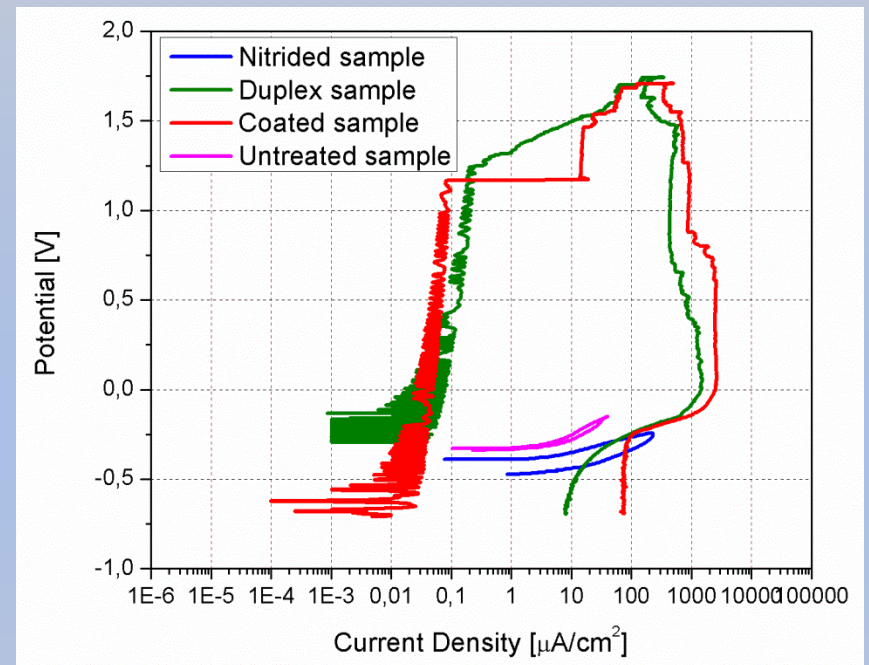


DLC hard



Muestra nitrurada

## Corrosión Electroquímica



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

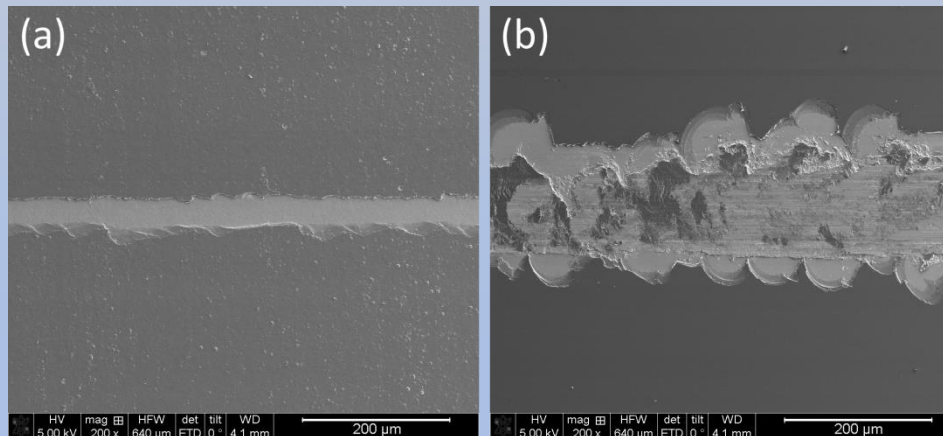
*J. Mater. Res. 31 (2016) 3549 - 3556*

# Resultados

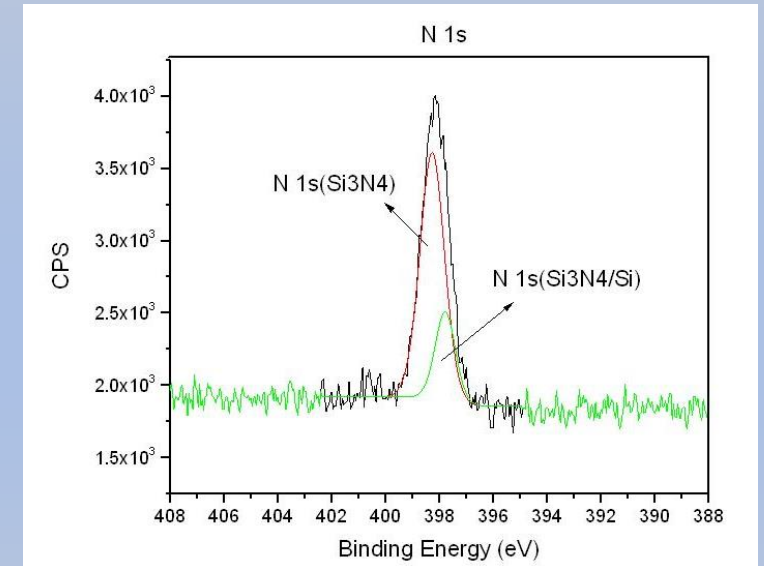
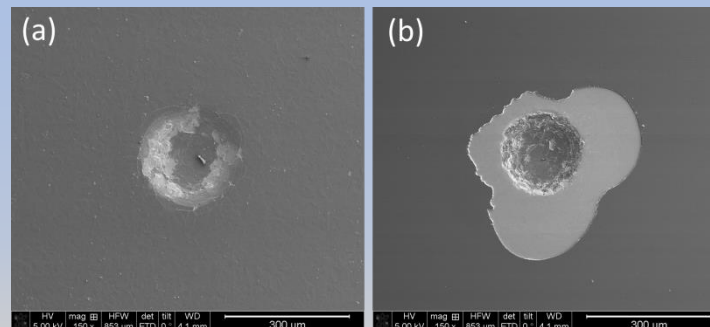
## DLC hard depositado sobre acero AISI 420

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

Scratch test



Indentación  
Rockwell 60 kg



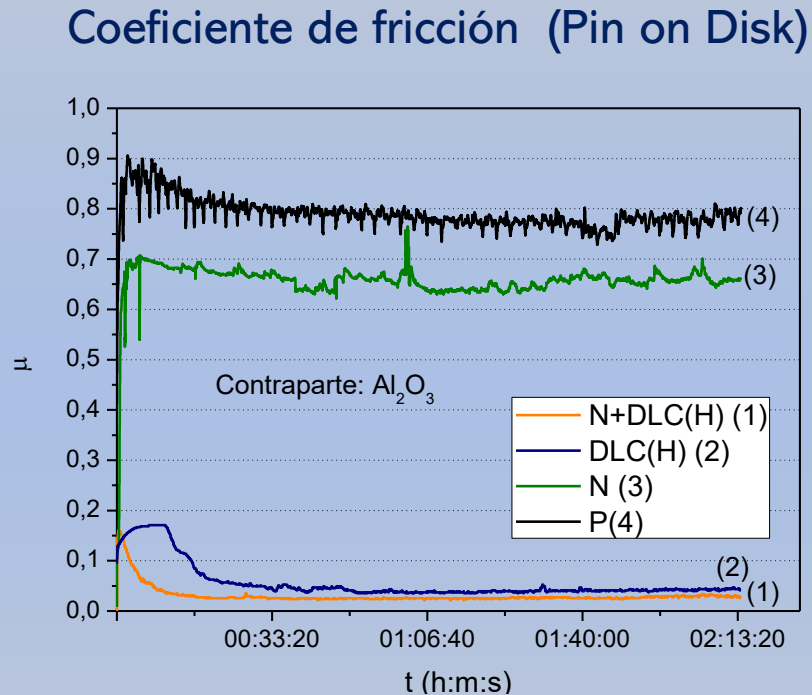
XPS en la interfase

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

# Resultados

## DLC Hard depositado sobre acero PH Corrax

Desgaste

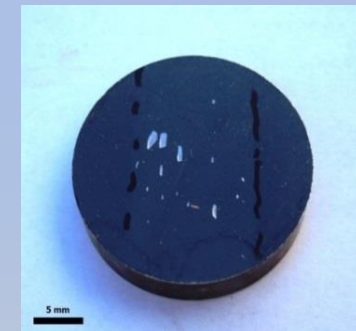


Desgaste abrasivo

- ➔ 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*

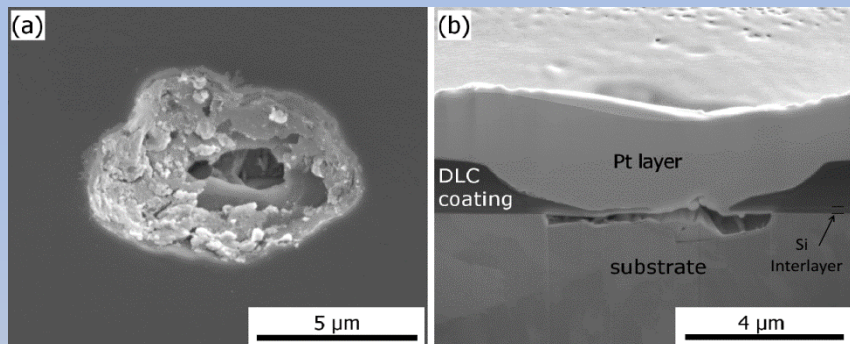
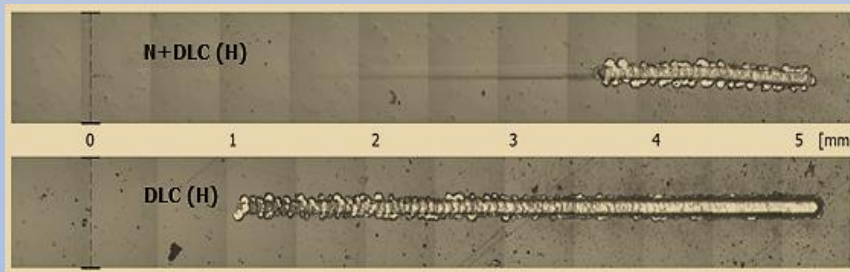


# Resultados

## DLC Hard depositado sobre acero PH Corrax

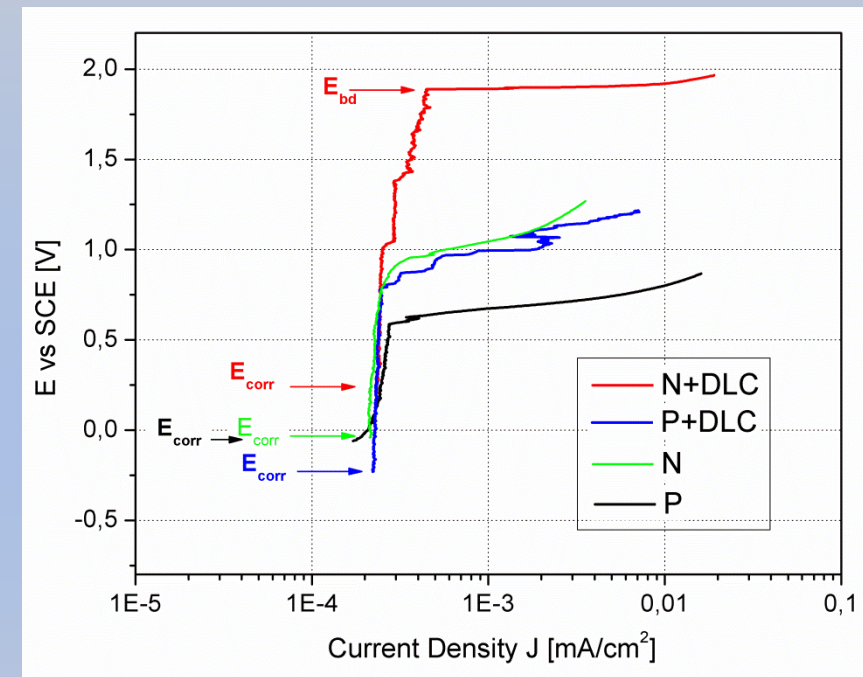
Adhesión

Scratch test



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

Corrosión



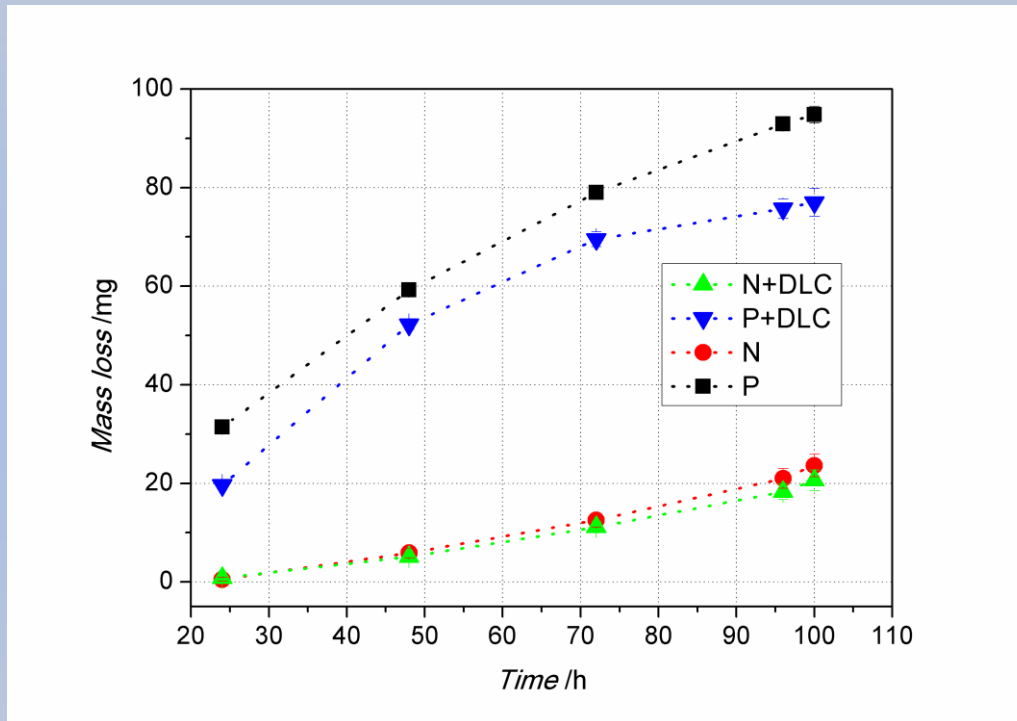
Curvas de polarización anódica

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

# Resultados

## DLC Hard depositado sobre acero PH Corrax

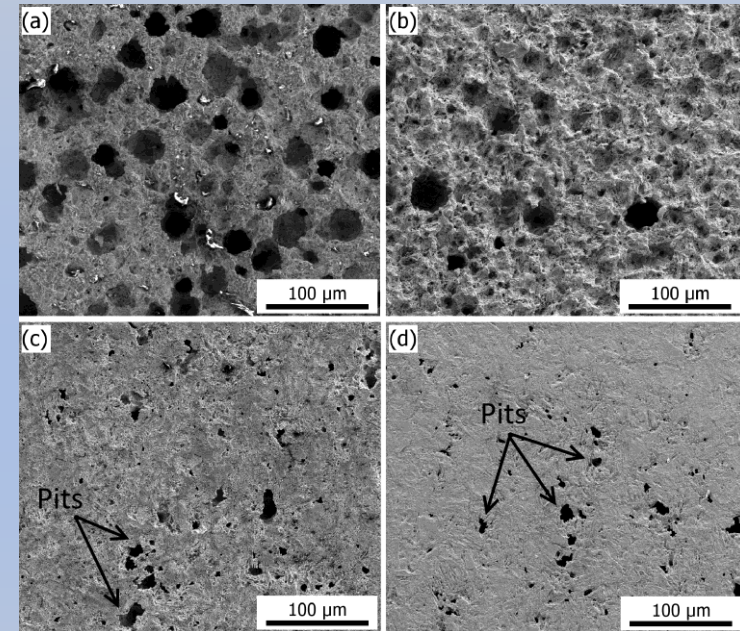
### Ensayos de inmersión



Pérdida de masa

Corrosión

### Imágenes SEM de la superficie



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

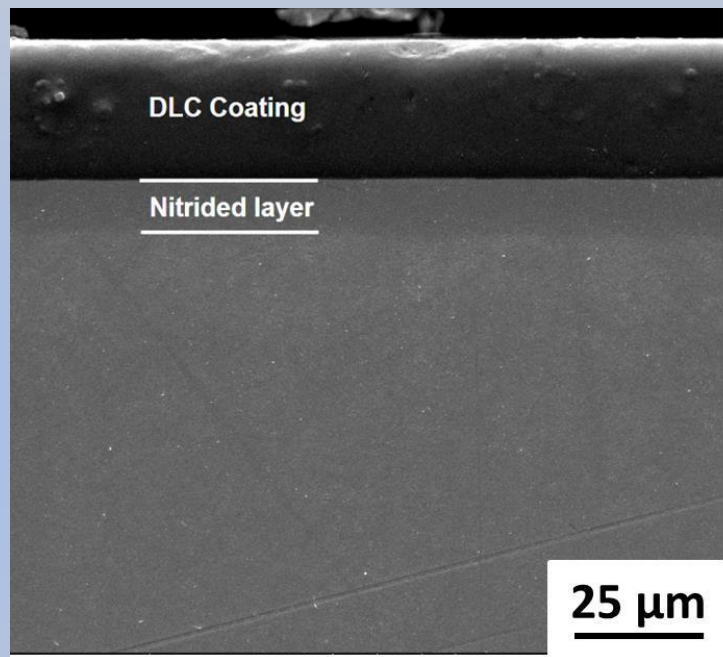
Adv. Eng. Mater. 18 (2016) 826 - 832



# Resultados

DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

Microestructura



DLC soft + capa nitruada

- Espesor: 20-40  $\mu\text{m}$
- Dureza:  $12 \pm 1$  GPa
- $6,04 \pm 0,54$  GPa
- Mód. elástico:  $74 \pm 6$  GPa
- $38 \pm 3$  GPa

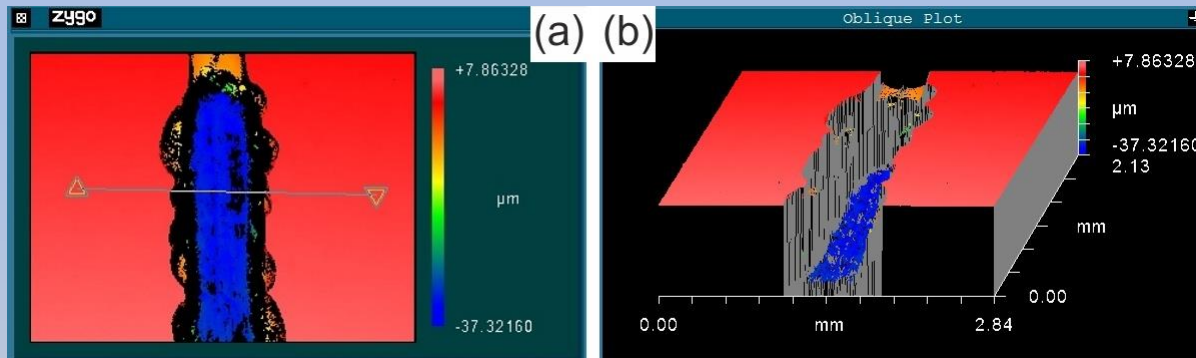
# Resultados

## DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

### Deslizamiento recíproco lineal

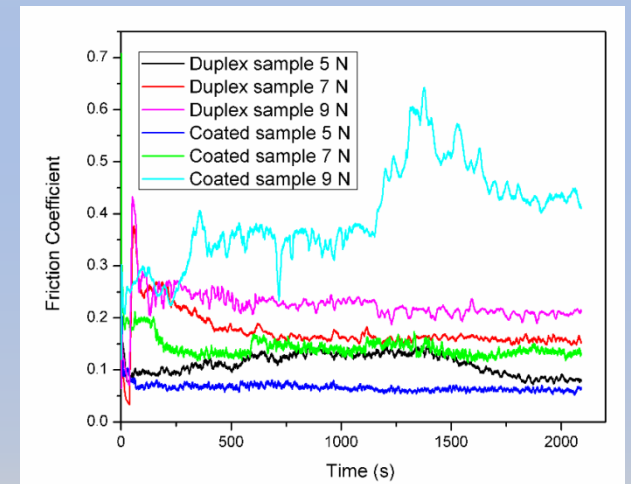
Desgaste

Muestras	Volumen desgastado $\cdot 10^{-3}$ (mm <sup>3</sup> )		
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



Huella en la muestra recubierta para 7 N de carga

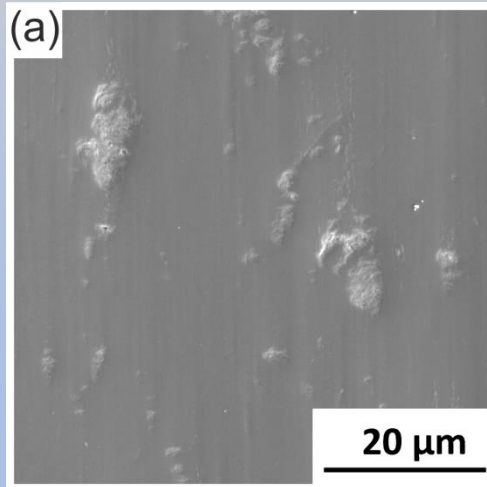
### Coeficiente de fricción



# Resultados

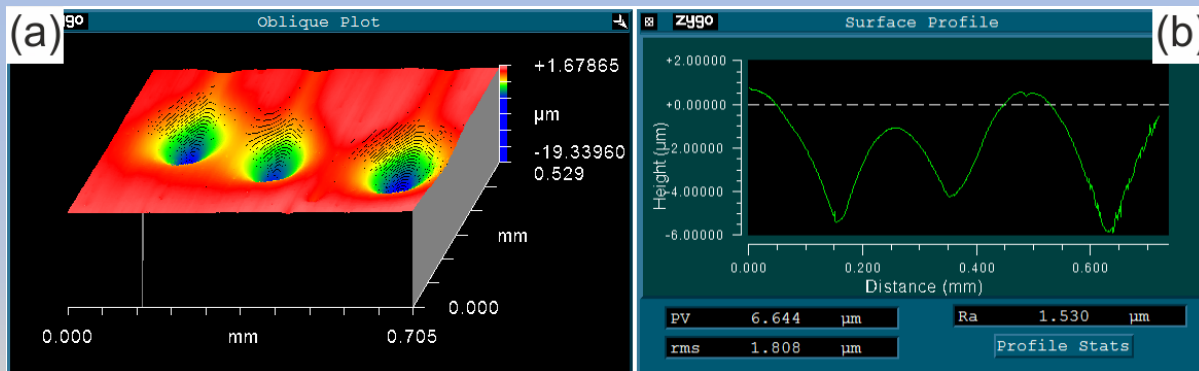
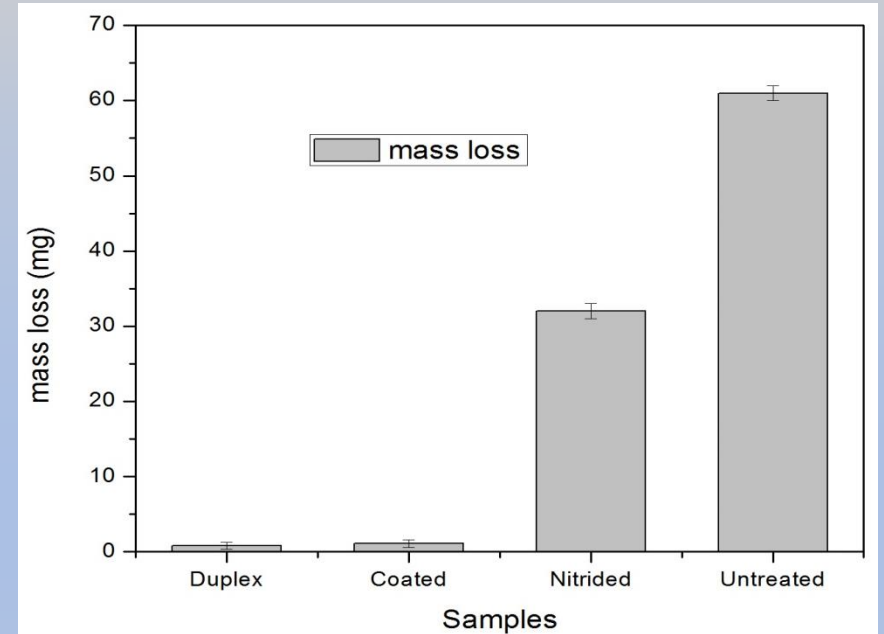
DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

Desgaste



Desgaste abrasivo  
Dry Sand /  
Rubber Wheel

Imagen SEM



Huella de desgaste abrasivo en la muestra recubierta con DLC soft

Imagen WLI

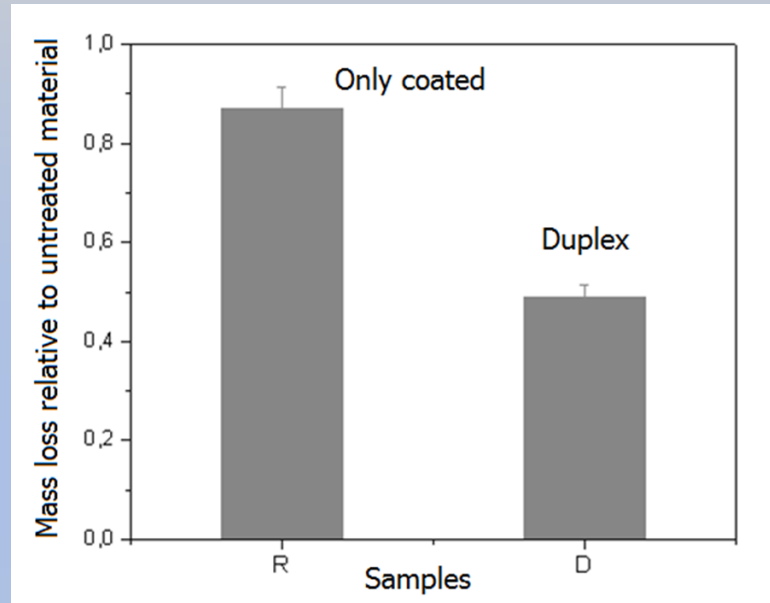
Surf. Coat. Technol. 312 (2017) 101-109

# Resultados

## DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

Desgaste

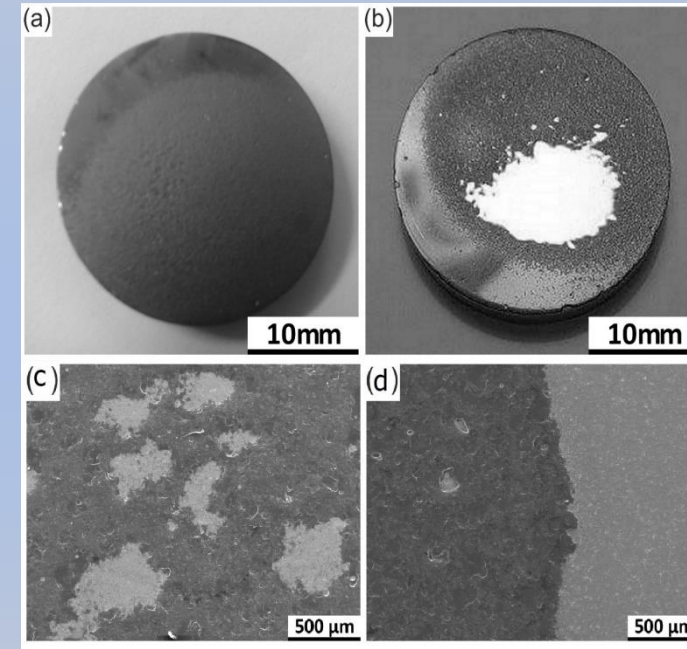
Desgaste erosivo



a) y c) DLC soft + capa nitrurada

b) y d) DLC soft

Imágenes de las muestras erosionadas

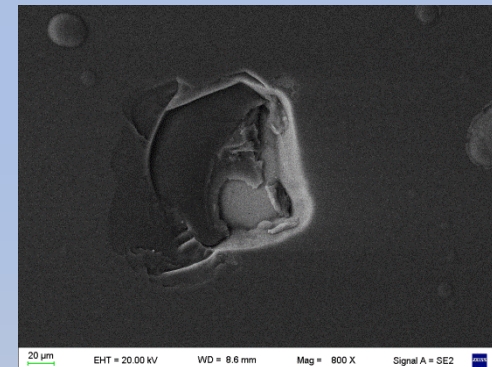
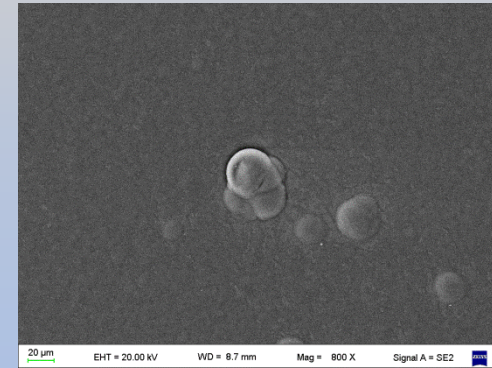
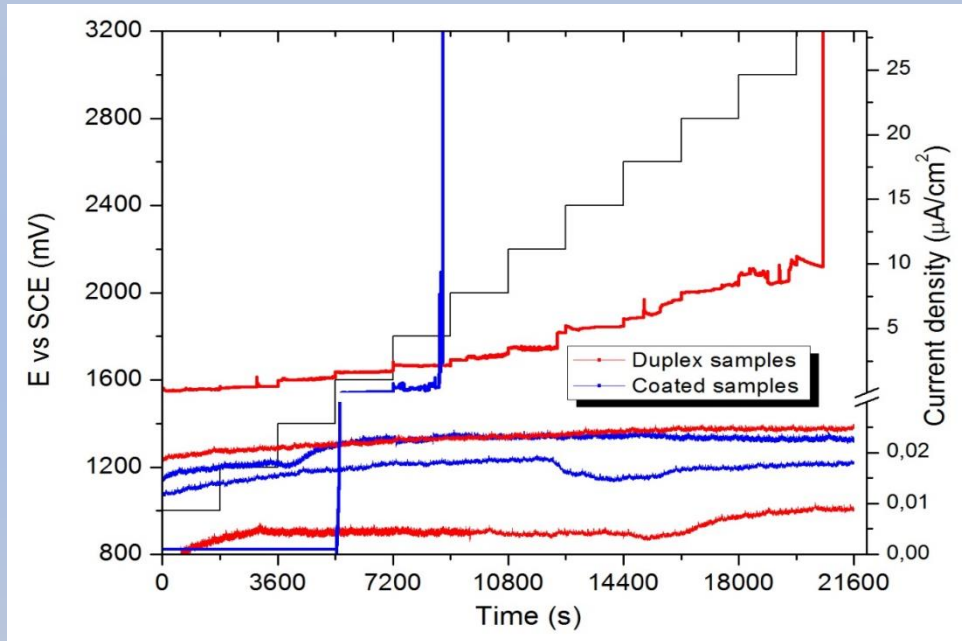


# Resultados

## DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

Corrosión

### Ensayos potenciostáticos



Defecto tipo protuberancia o burbuja y hueco

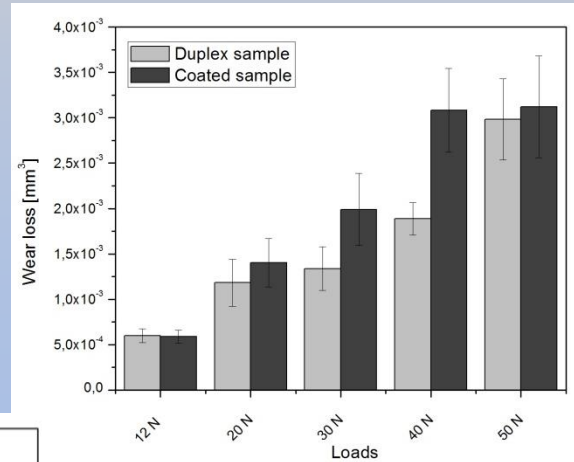
*Surf. Coat. Technol. 312 (2017) 101-109*



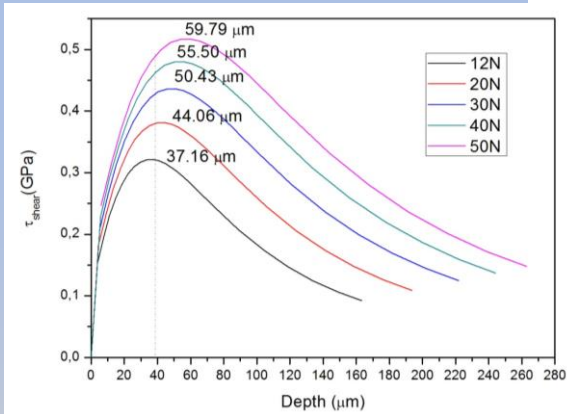
# Resultados

## DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

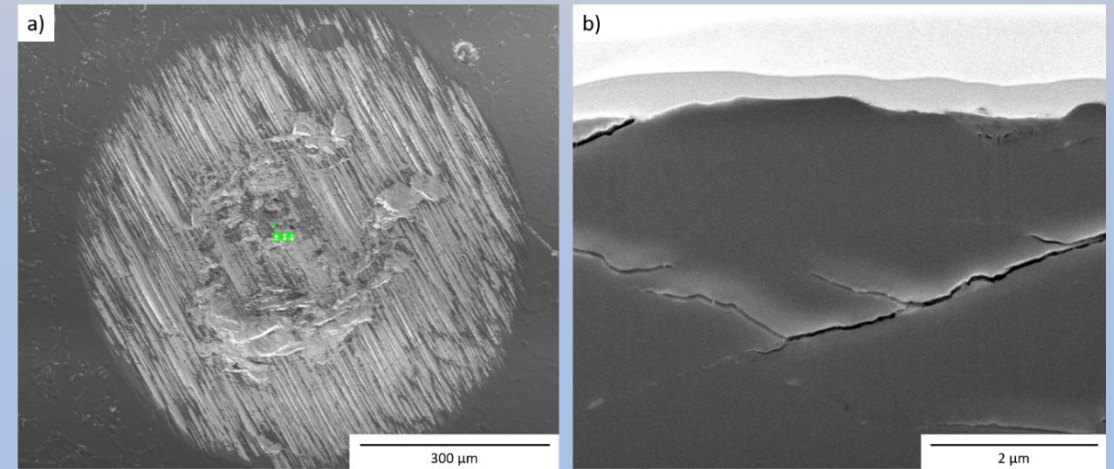
Desgaste por fretting



Volumen perdido



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

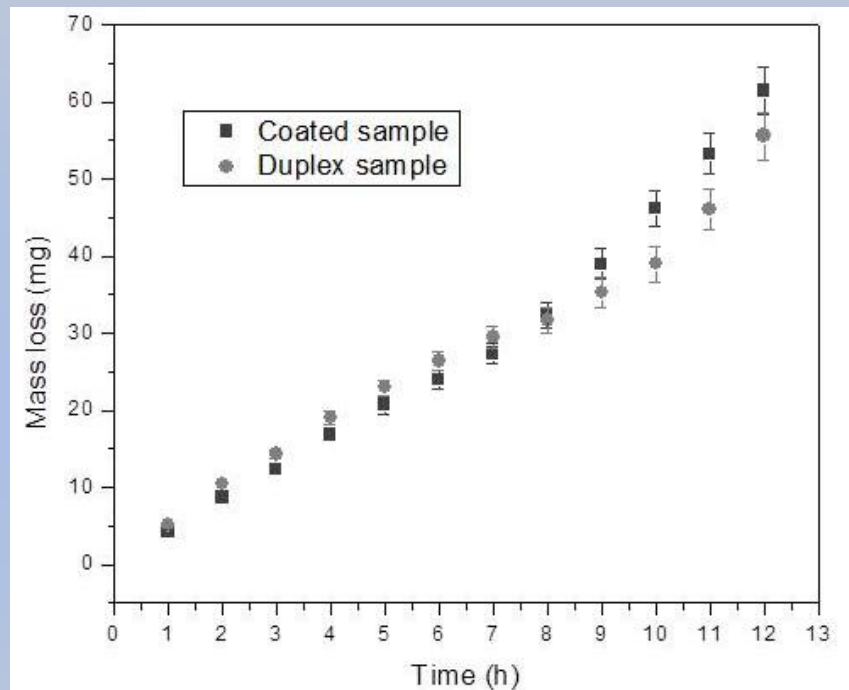




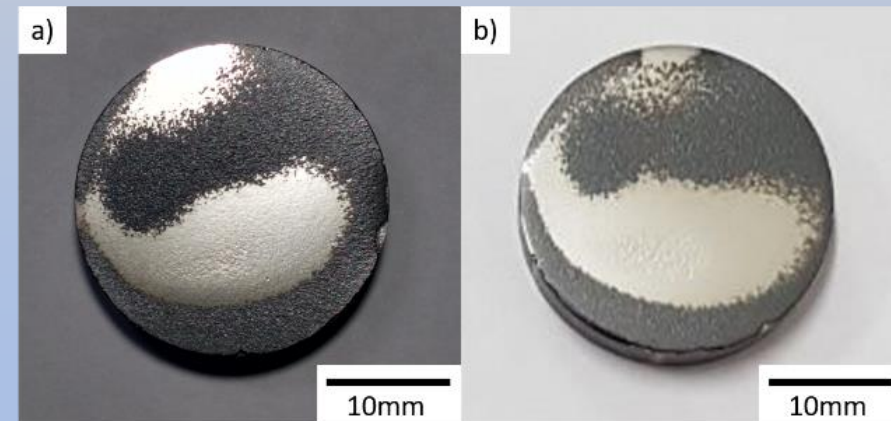
# Resultados

DLC soft depositado sobre acero AISI 316L

Desgaste  
por erosión



Pérdida de masa en función del tiempo.

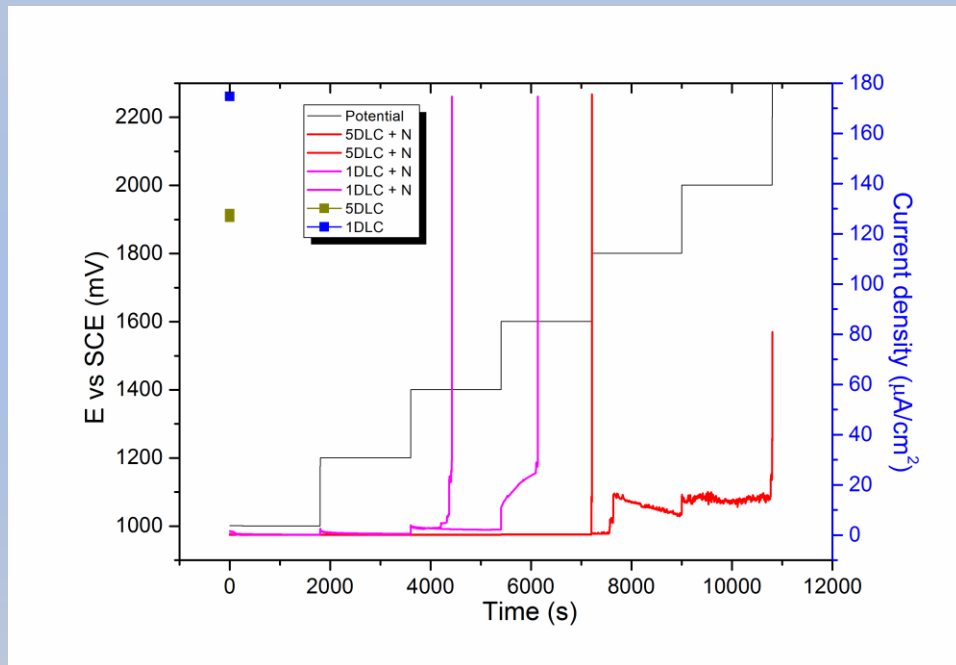


Superficie de las muestras después de 9 horas de ensayo: a) muestra duplex, b) muestra recubierta.

# 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

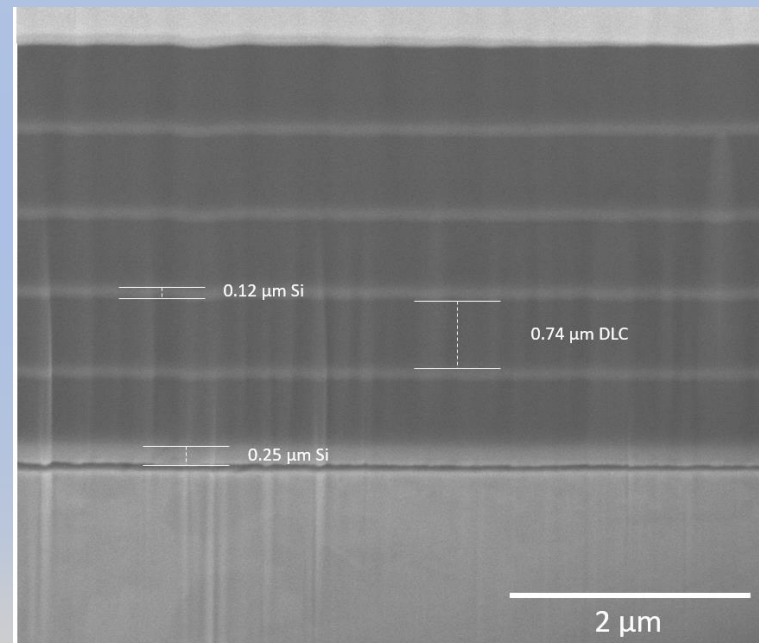
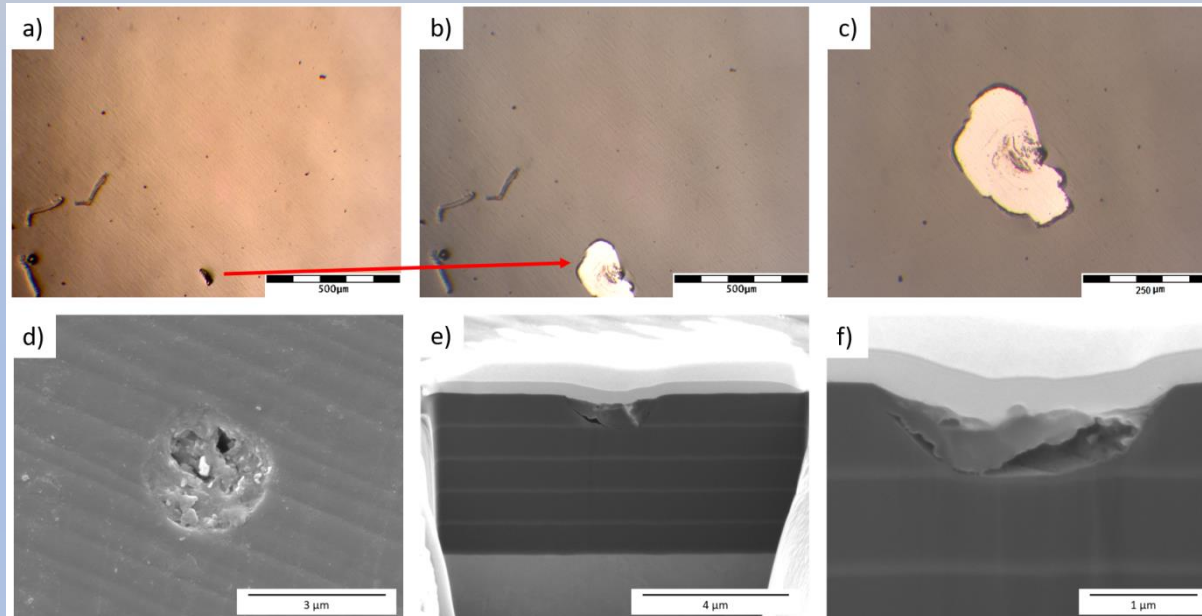


Imagen SEM-FIB  
del recubrimiento  
multicapas

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

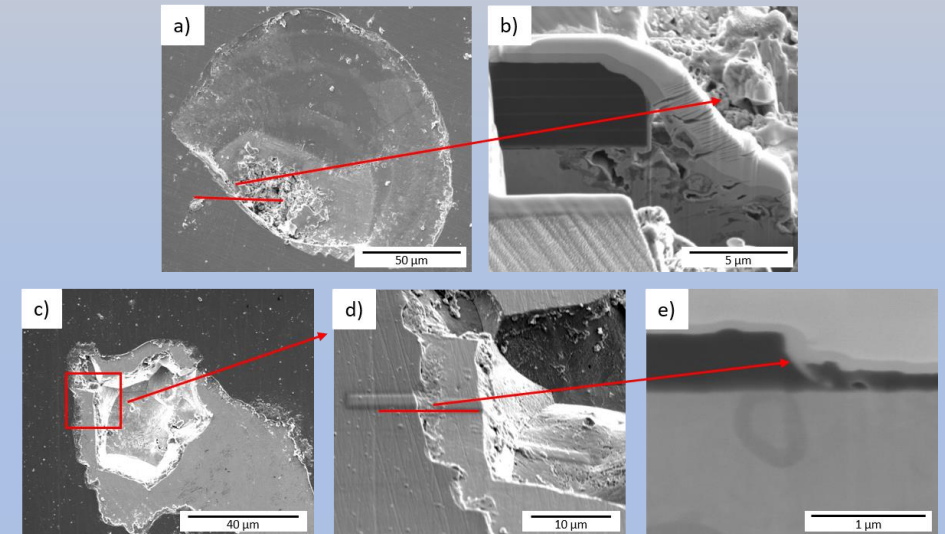
# Resultados

## 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.



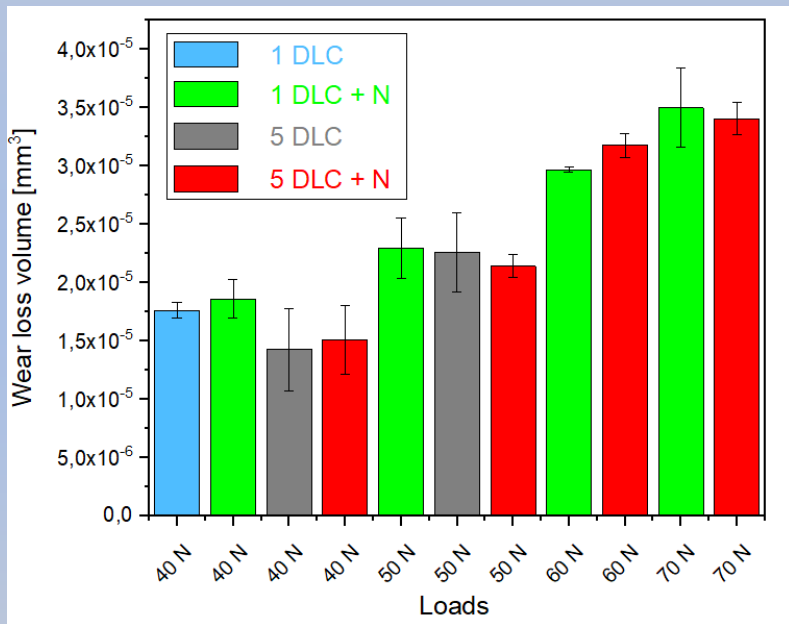
### Imágenes SEM-FIB

- 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.

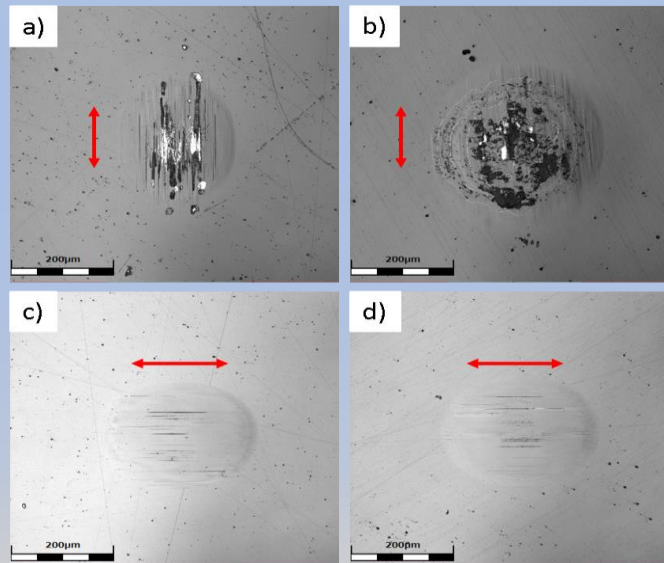
# Resultados

## 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:

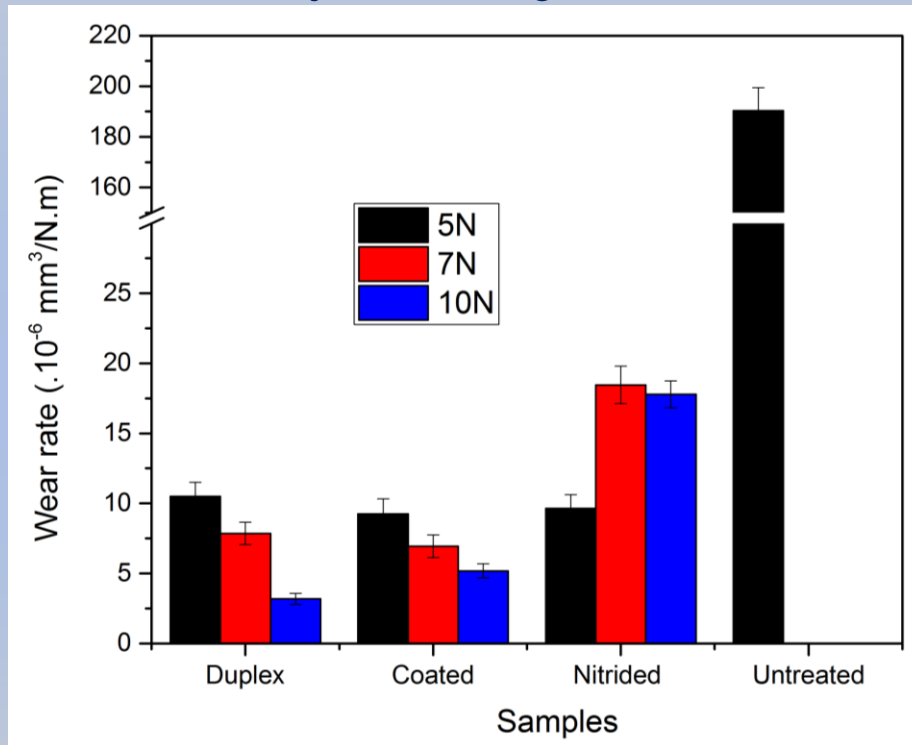
- a) 1 DLC y 50 N,
- b) 5DLC y 60 N,
- c) 1DLC +N y 70 N,
- d) 5DLC + N y 70 N.



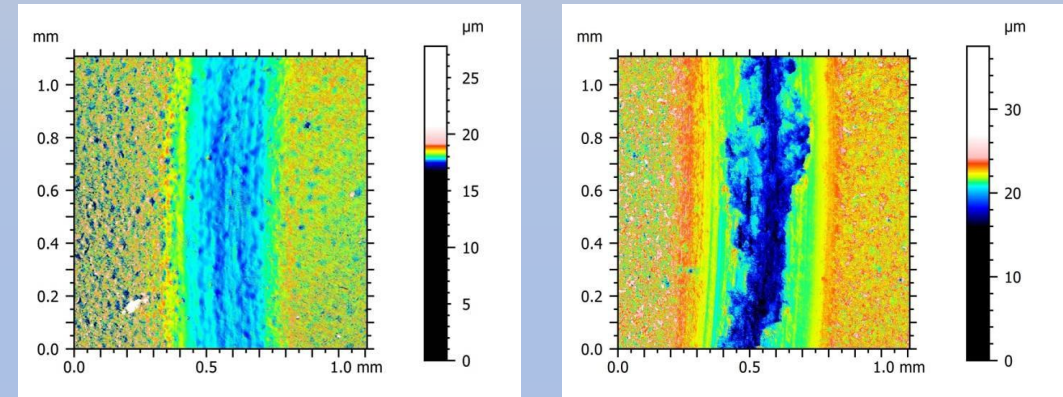
# Resultados

## Recubrimientos PVD de TiAlN. Comportamiento al desgaste

### Ensayos de desgaste



Tasa de desgaste

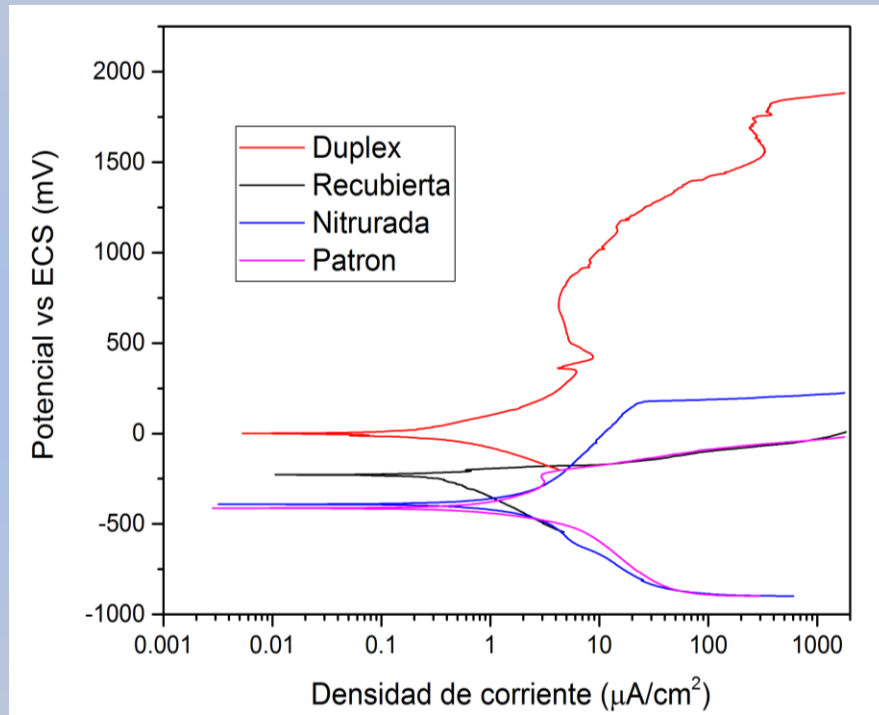


Imágenes de las huellas de desgaste para 10 N obtenidas con microscopio confocal, muestra recubierta (derecha), muestra dúplex (izquierda).

# Resultados

## Recubrimientos PVD de TiAlN. Comportamiento a la corrosión

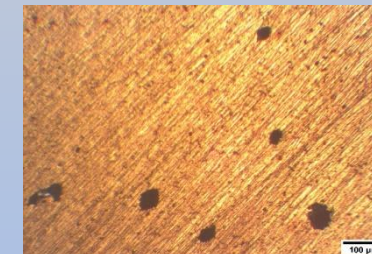
### Ensayos electroquímicos



Curvas de polarización

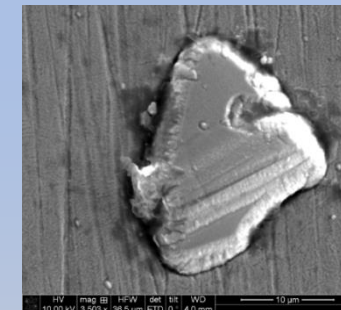
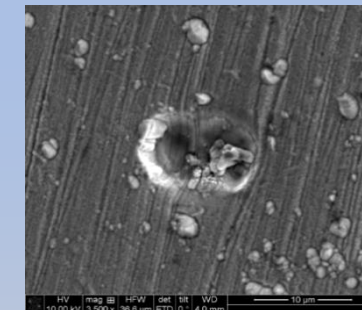


Antes del ensayo



Después del ensayo

Micrografías ópticas del recubrimiento



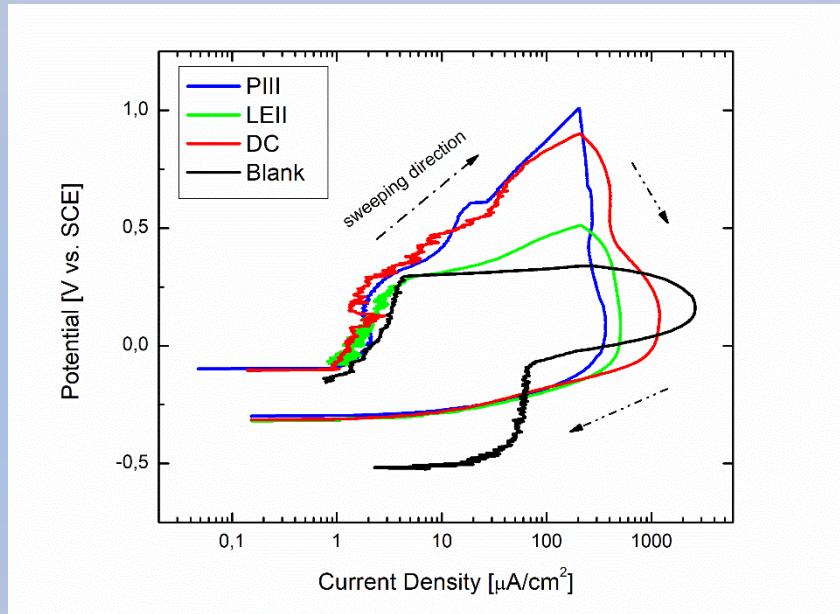
Imágenes SEM de defectos

Investigación en curso

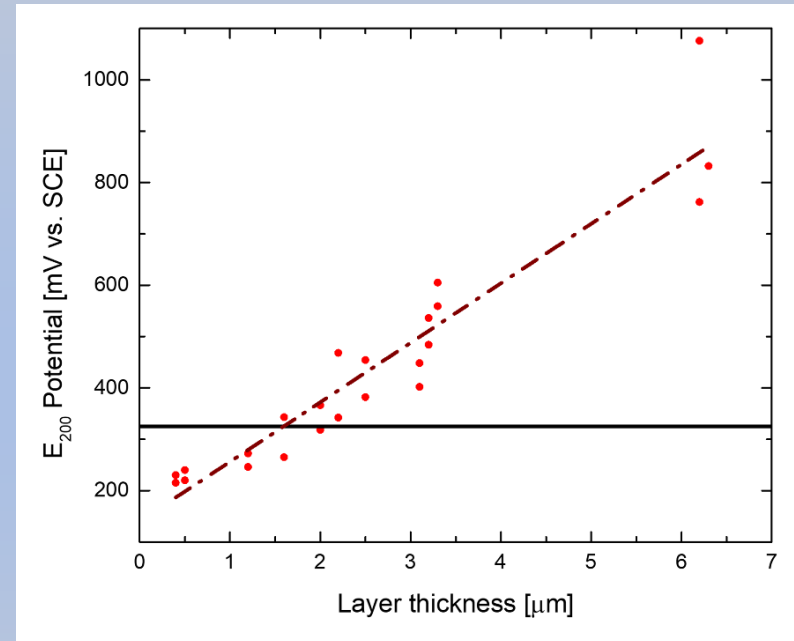


# Resultados

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



Curvas de polarización cíclica

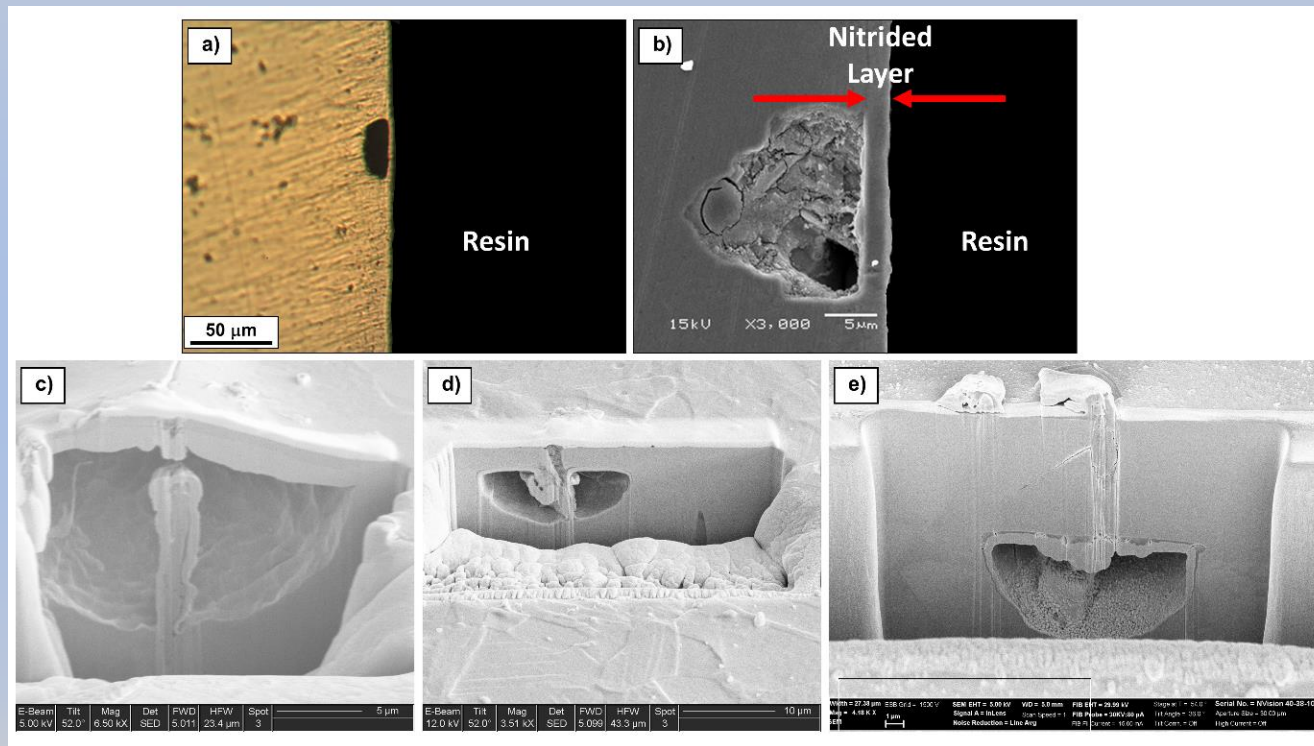


E200 vs espesor de las capas nitruradas.

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.

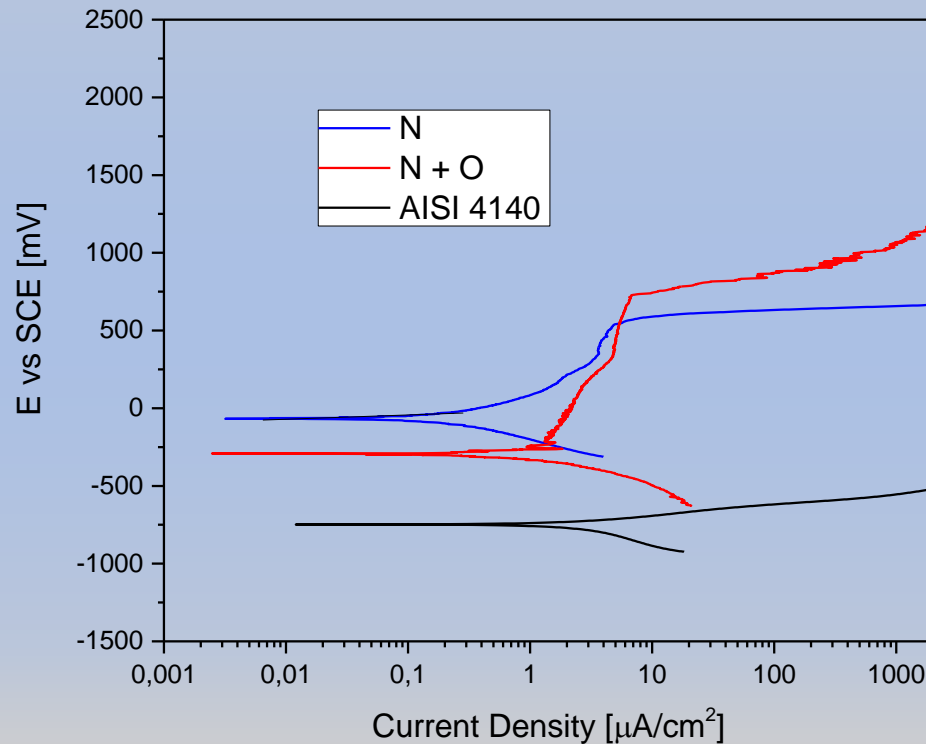
# Resultados

## Muestras nitruradas y post-oxidadas Comportamiento a la corrosión

### Ensayo de niebla salina



### 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](mailto:dalibone@frcu.utn.edu.ar)



Eugenia Dalibon



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



Grupo de Ingeniería de Superficies