# COMPARACIÓN DEL COMPORTAMIENTO AL DESGASTE DE UN ACERO AISI 1045 NITRURADO Y SEGUIDO DE UN TEMPLE POR INDUCCIÓN

# COMPARISON OF BEHAVIOUR WEAR OF NITRIDED AND INDUCTION HARDENED -NITRIDED AISI 1045 STEEL

Gonzalo J. Schierloh<sup>1</sup>, Matías Regis<sup>1</sup>, Raúl Charadia<sup>1</sup>, Eugenia L. Dalibon<sup>1</sup>, Sonia P. Brühl<sup>1</sup> (1) Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Concepción del Uruguay, Ingeniero Pereira 676, E3264BTD Conc. del Uruguay, Entre Ríos - Argentina (e-mail: schierloh.gonzalo@gmail.com)

Recibido: 23/12/2015 - Evaluado: 04/03/2016 - Aceptado: 05/05/2016

#### RESUMEN

Se estudió el comportamiento al desgaste del acero AISI1045 con un tratamiento de nitruración iónica y posterior temple por inducción. Se midió dureza en superficie y perfil en profundidad. Se analizó la microestructura y evaluó el comportamiento al desgaste. Como resultado de la nitruración se obtuvo una zona formada por una capa de compuestos seguida por una zona de difusión de nitrógeno. La dureza superficial del acero templado y revenido aumentó en un 50% y, con el temple por inducción posterior, resultó aún superior con incremento en la dureza del núcleo. El comportamiento al desgaste resultó mejor que la del acero sólo nitrurado, debido al incremento de la capacidad de soporte de carga del sistema.

#### ABSTRACT

The wear behavior of the AISI1045 steel with an ionic nitriding treatment and subsequent induction tempering, was studied. Surface hardness and profile depth were measured. The microstructure was analyzed and evaluated the wear behavior. As the result of the nitriding treatment, a modified layer formed by a compound followed by a zone of diffusion of nitrogen, was obtained. Surface hardness increased 50 % its value with the nitriding treatment and after induction hardening it was even higher, where the core hardness also increased. The wear behavior was better than the steel nitride, only due to increased load bearing capacity of the system.

Palabras clave: nitruración, temple por inducción, desgaste, acero al carbono Keywords: nitriding, induction hardening, wear, carbon steel

# INTRODUCCIÓN

Los aceros de media aleación, como el AISI 1045, son muy utilizados en la industria para la fabricación de engranajes, árboles y ejes, pernos, parte estructural de herramientas agrícolas, etc. debido a su buena resistencia mecánica y tenacidad a bajo costo. Es posible mejorar sus propiedades superficiales por un tratamiento térmico o mediante diferentes tratamientos superficiales como la nitruración. La nitruración asistida por plasma es una técnica que permite endurecer este acero mediante la difusión de nitrógeno en las capas superficiales, donde queda en solución o forma compuestos (Henry, 1999; Pye, 2003; Hernández *et al.*, 2008). Este proceso puede llevarse a cabo a menor temperatura que los tratamientos de nitruración tradicionales, gaseosa y por sales, también es de alta flexibilidad y es posible controlar los parámetros de proceso que determinan los resultados (Hirsh *et al.*, 2007; Hoffmann & Mayr, 1999; Diaz Guillén *et al.*, 2012).

Como resultado de la nitruración, se forma una capa de compuestos, que puede ser dura pero fragiliza la superficie del acero (Podgornik et al., 1999; Sirin et al., 2008; Mahboubi & Fattah, 2005; Ooi & Bhadeshia, 2012) y puede afectar su comportamiento al desgaste, por esta razón un tratamiento posterior como un temple por inducción puede resultar conveniente. El tratamiento de temple por inducción consiste en exponer la pieza a tratar a un campo magnético alterno de muy alta frecuencia concentrado en la superficie del acero por efecto skin, dicho campo genera en el acero (material ferromagnético) pérdidas por histéresis y corrientes de Foucault. Éstas, por efecto Joule, aumentan la temperatura de la superficie de la pieza hasta alcanzar en pocos segundos la temperatura de temple. Para modificar los resultados de este tratamiento se pueden variar parámetros como la potencia de la fuente, la frecuencia, la forma del inductor y el número de vueltas del mismo, las propiedades magnéticas de la pieza y la velocidad de enfriamiento. La potencia regula la temperatura mientras que la frecuencia determina el espesor de la zona tratada y la velocidad de enfriamiento se controla a través de la selección del medio de enfriamiento e influye en la dureza final. La permeabilidad magnética y resistividad del material también influyen en la profundidad de penetración del tratamiento. El temple por inducción es un tratamiento localizado que mejora las propiedades a profundidades mayores que la nitruración y que normalmente se utiliza como único tratamiento de endurecimiento (Kusmoko et al., 2014; Totik et al., 2003). Utilizando esta técnica en aceros con determinado porcentaie de carbono se forma una zona martensítica en la profundidad afectada por el temple. Es un tratamiento en el cual se produce un calentamiento superficial rápido y uniforme, es energéticamente eficiente, tiene bajo impacto ambiental, además este proceso es adecuado para usarlo en líneas de producción debido a que se produce por un calentamiento localizado en la pieza a tratar (Apraiz Barreiro, 1984; Davis, 2002; Totik et al., 2003; Ipek & Selcuk, 2005).

Normalmente se nitrura luego del tratamiento térmico pero no hay antecedentes de realizar el temple por inducción posterior a la nitruración. Por esa razón en este trabajo se estudió la posibilidad de realizar este tipo de temple después del tratamiento de nitruración con el fin de aumentar la dureza en profundidad y mejorar la performance al desgaste para aumentar la vida útil de las componentes y poder incrementar el campo de aplicación de este acero.

# MATERIALES Y METODOS

El material utilizado fue acero AISI 1045 cuya composición química (porcentaje en peso) es: 0,43-0,50 %C, 0,60-0,90 % Mn, 0,15-0,30 % Si, 0,04 % P, 0,05 % S, Fe como balance. Las probetas de acero AISI 1045 fueron cortadas de una barra de 25 mm de diámetro y 6 mm de espesor. Luego se les realizó el tratamiento térmico tradicional pues la estructura tensionada es favorable para el proceso de difusión de nitrógeno. Se comenzó llevando las muestras a una temperatura de 850°C durante 30 minutos en una atmósfera levemente carburante y fueron templadas en aceite. Luego, el revenido se llevó a cabo a 400°C durante 2 horas, y a estas muestras patrón o de referencia se las denominará P en este trabajo.

Luego del tratamiento térmico se procedió a realizar el rectificado y lijado de las probetas con distintas granulometrías hasta llegar a 1000. El tratamiento de nitruración se llevó a cabo en un reactor industrial de la

empresa IONAR S.A. con un plasma DC pulsado donde la pieza a tratar actúa como cátodo, bajo las siguientes condiciones: en una mezcla gaseosa de  $25\%N_2$  y  $75\%H_2$ , a  $510^{\circ}$ C durante 45 horas, con una tensión de 700 V y una densidad de corriente de aproximadamente de 1 mA/cm<sup>2</sup>. A las muestras nitruradas se las denominará con la letra N.

Posteriormente, se le realizó a las muestras nitruradas un temple por inducción a una frecuencia de 200 KHz con un calentamiento de 8 segundos en un inductor frontal, que entrega una potencia de 6,5 KVA, seguido por enfriamiento en agua (a estas muestras se las llamará N+I). Se analizaron cuatro muestras de cada condición.

Se midió dureza en superficie y en profundidad con un microdurómetro Shimadzu con indentador Vickers, cargas de 50 y 25 g respectivamente, con un tiempo de indentación de 10 segundos. Se realizaron 10 mediciones de dureza en superficie en cada una de las muestras, se obtuvo el promedio y la desviación estándar. Las muestras fueron cortadas e incluidas, atacadas con el reactivo de Nital (3% de ácido nítrico en alcohol etílico) para revelar su microestructura y observadas con el microscopio óptico. Se analizó la microestructura por difracción de rayos X en un equipo de difracción de rayos X de la empresa PANalytical, modelo X'pert Pro de la Universidad de Saarland, Alemania. Las mediciones se realizaron con la configuración de Bragg Brentano utilizando la radiación de Cu.

Para evaluar el comportamiento al desgaste, se realizaron ensayos de desgaste en condiciones de deslizamiento rotatorio, tipo pin-on-disk, en una máquina construida por el Grupo de Ingeniería de Superficies (GIS) siguiendo las recomendaciones de la norma internacional ASTM G99. Los ensayos fueron realizados con carga de 2 N, una distancia de 500 m y utilizando una bolilla de alúmina de 6 mm de diámetro como contraparte, con una velocidad tangencial de 10 cm/s. Se analizaron las huellas de desgaste utilizando un perfilómetro mecánico de marca Mitutoyo y a partir del área promedio se calculó el volumen desgastado.

# **RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

#### Dureza y microestructura

Después del tratamiento de nitruración, la dureza superficial de las muestras se incrementó en más de un 50 %, respecto de la templada y revenida, alcanzando un valor de aproximadamente 580 HV como puede observarse en la Tabla 1.

Muestras	Microdureza anterior (HV)	Microdureza posterior (HV)
Р	370 ± 20	
Ν	370 ± 20	580 ± 20
N + I	580 ± 20	930 ± 10

Tabla 1. Dureza	anterior v	nosterior a	cada uno	de los	tratamientos
	ancenory	posterior a	caua uno	ue 103	ti atamientos

Después del temple por inducción de las muestras nitruradas, éstas alcanzaron una dureza superior a 900 HV (Tabla 1). Las probetas nitruradas y templadas fueron las más duras, seguidas de las solamente nitruradas y por último, las patrones, que tenían sólo el tratamiento térmico tradicional. Se midió también la dureza en profundidad en las muestras N y N+I, los perfiles se muestran en la Figura 1.

Con respecto a los perfiles de dureza en profundidad, puede observarse en la Figura 1, que a igual profundidad, la dureza resulta más alta en la muestra N+I que en la muestra N. En ambas muestras, se observa un pronunciado decrecimiento de los valores de dureza hasta una profundidad de aproximadamente 50 µm, punto

a partir del cual ambas muestras alcanzan un valor constante de dureza. La muestra N+I muestra una diferencia de dureza casi homogénea con respecto a la N de alrededor de 400 HV en todo el perfil.



Fig. 1: Perfiles de dureza en profundidad.

Las condiciones de nitruración (bajo porcentaje de nitrógeno y larga duración del tratamiento) favorecieron la difusión del nitrógeno a mayor profundidad en las muestras N, causando un aumento de microdureza en profundidad por el nitrógeno en solución. Una mejora considerable fue observada con el tratamiento posterior de temple debido a la formación de martensita nitrogenada generada luego de la nitruración, interviniendo así el nitrógeno como elemento de aleación del acero durante el tratamiento de temple.

Con respecto a la microestructura en la muestra N se detectó una capa modificada que se presenta blanca al atacarla con el reactivo de Nital, con una interfase irregular y con un espesor promedio de 5 µm (Figura 2a). Esta capa es la llamada capa de compuestos, la cual está constituida por nitruros de hierro del tipo  $Fe_{2^-3}N$  y/o  $Fe_4N$ , que se forman como resultado de la nitruración de acuerdo a lo reportado en la literatura (Apraiz Barreiro, 1984; Henry, 1999; Davis, 2002; Díaz Guillén *et al.*, 2012; Cabo *et al.*, 2016). Hacia el interior del material, esta capa es seguida por una zona de difusión que corresponde a una solución de nitrógeno en menor concentración, la cual fue detectada por el aumento de dureza en profundidad, pero que no se revela en las micrografías. En la muestra N+I no se observó la zona de compuestos.



Fig. 2: Micrografías ópticas de las muestras N a) y N+I b)

Las muestras P, N y N+I fueron analizadas por difracción de rayos X con radiación K $\alpha$ -Cu con incidencia normal. En el material patrón se detectaron los picos de ferrita expandida  $\alpha_N$  o martensita (Figura 3). En las muestras nitruradas se detectaron los picos de los nitruros  $\cdot$ -Fe<sub>4</sub>N como también verificaron otros autores (Díaz Guillén *et al.*, 2012; Hernández *et al.*, 2008; Cabo *et al.*, 2016). En la muestra N+I, se detectaron los picos de martensita nitrogenada, que están levemente corridos y ensanchados con respecto a los picos de martensita del material sólo templado y revenido. Esta martensita nitrogenada se formó debido a la incorporación de nitrógeno en solución durante el proceso de nitruración de larga duración (Apraiz Barreiro, 1984). Además, dado que en el temple se alcanza la temperatura de austenización, se disuelve la capa de compuestos dejando de esta manera austenita con nitrógeno en solución, la cual posteriormente al temple se transforma en martensita nitrogenada. Y es ésta la que otorga a la muestra N+I un perfil alto de dureza en profundidad.



Fig. 3: Difractogramas de las diferentes muestras

Comportamiento al desgaste

En los ensayos de pin-on-disk, en la muestra N+I, el volumen desgastado fue menor que en las otras muestras como puede observarse en la Tabla 2.

Muestras	Volumen desgastado	Profundidad de huella	μ
	(10 <sup>-3</sup> mm <sup>3</sup> )	(μm)	
Р	19,5	3,0	0,511
Ν	38,0	4,8	0,604
N+I	10,0	2,1	0,484

Tabla 2: Resultados cuantitativos de los ensayos de desgaste

También en la Figura 4, que muestra los perfiles de las huellas de desgaste, puede observarse que la huella correspondiente a muestra N+I es de menor área que en las demás muestras. Por otro lado, en todas las muestras, los perfiles no presentan crestas a los costados de las huellas y picos pronunciados en la profundidad de la huella, lo que indica que tuvieron un comportamiento frágil (Stachowiak y Batchelor, 2005). En general la tasa de desgaste está relacionada con la dureza, de hecho es inversamente proporcional a la misma de acuerdo

http://www.exeedu.com/publishing.cl/av\_cienc\_ing/

a la ecuación propuesta por Archard y reportada por algunos autores (Haflang *et al.*, 2014). Sin embargo, en este caso la resistencia al desgaste estuvo vinculada más probablemente al perfil de dureza en profundidad y a la microestructura que a la dureza en superficie.

La muestra N+I como presenta un perfil más elevado de dureza y una dureza base más alta, tuvo mayor resistencia y capacidad de soporte de carga, consecuentemente menor volumen desgastado. Además, esta muestra presentó en su microestructura martensita nitrogenada generada por el temple superficial la cual resultó resistente al desgaste por deslizamiento. Por otra parte, con el temple por inducción posterior a la nitruración las pérdidas de volumen medidas fueron menores a las obtenidas en muestras sólo templadas por inducción, de acuerdo a lo reportado en la literatura (Totik *et al.*, 2003).

En la muestra N, que por tener una capa dura, fina y frágil sobre una base de baja dureza; parte de esta capa se quebró durante el ensayo, se desprendió y se convirtió en partícula abrasiva produciendo mayor volumen desgastado, fenómeno que también ha sido reportado por otros autores (Podgornik *et al.*, 1999; Ooi & Bhadeshia, 2012; Conci *et al.*, 2014). Los valores de la tasa de desgaste para esta muestra son del mismo orden que los reportados en la literatura (Haflang *et al.*, 2014). Con respecto a la muestra P, el perfil de la huella resultó más irregular con picos de diferente profundidad.

En relación al coeficiente de fricción, éste estuvo vinculado a la microestructura de las muestras. El valor más bajo de los coeficientes de fricción de las muestras estudiadas correspondió a la muestra N+I, probablemente debido a la presencia de martensita nitrogenada. Dicho valor resulta menor que el reportado para muestras solamente tratadas con temple por inducción durante el mismo tiempo de proceso (Totik *et al.*, 2003). Esto indica que el tratamiento combinado N+I permite reducir el coeficiente de fricción.

El valor más alto del coeficiente de fricción correspondió a la muestra N, probablemente esto se deba a la deformación plástica local causada por las partículas de la capa desprendida que actuaron como tercer cuerpo y afectaron el coeficiente de fricción (Podgornik *et al.*, 1999; Ooi & Bhadeshia, 2012; Conci *et al.*, 2014; Rocha Lima *et al.*, 2015).



Fig. 4: Perfiles de las huellas de pin-on-disk de las muestras

http://www.exeedu.com/publishing.cl/av\_cienc\_ing/

De acuerdo a los resultados presentados anteriormente, podría indicarse que el coeficiente de fricción y el desgaste estuvieron estrechamente vinculados. Esto se debe a que la energía es transformada como consecuencia del contacto friccional y puede ser almacenada en el tribosistema o disipada de diferentes formas. Parte de la energía disipada puede utilizarse para crear nuevas superficies por fractura o deformar material (Blau, 2001). En los casos estudiados, las muestras que tuvieron mayor coeficiente de fricción presentaron mayor volumen desgastado.

#### CONCLUSIONES

A partir de los resultados anteriormente mencionados se puede concluir que el tratamiento combinado de nitruración + temple por inducción permitió aumentar la dureza en superficie y en profundidad y mejorar la resistencia al desgaste por deslizamiento con respecto a la muestra sólo nitrurada. Se disolvió la capa de compuestos, lo que es beneficioso para aplicaciones donde la fragilidad sería un problema. Además se obtuvo un coeficiente de fricción más bajo que con los otros tratamientos lo cual implicaría una reducción en el consumo de energía en aplicaciones mecánicas.

Con el tratamiento posterior de temple por inducción se logró una difusión de nitrógeno a mayor profundidad en el acero de media aleación AISI 1045. La incorporación de nitrógeno durante la nitruración permitió la formación de martensita nitrogenada en el temple posterior. Se demostró que esta combinación de tratamientos, nitruración + temple por inducción, permitirá aumentar la vida útil de las piezas fabricadas con este acero.

Con respecto al comportamiento al desgaste, podría indicarse que el coeficiente de fricción y la pérdida de volumen estuvieron estrechamente vinculados, dado que la muestra con mejor resistencia al desgaste, tuvo el menor coeficiente de fricción.

#### AGRADECIMIENTOS

A la Empresa IONAR SA por la colaboración en la realización de los experimentos de nitruración y a los becarios del Grupo GIS por la preparación de muestras y realización de ensayos de desgaste.

# REFERENCIAS

- 1. Apraiz Barreiro, J. (1984). *Tratamientos térmicos de los aceros* (pp. 385-405; 412-418). Edición Editorial Dossat S.A., España.
- 2. Blau, P.J. (2001). The significance and use of the friction coefficient. *Tribology International, 34 (9),* 585–591.
- 3. Cabo, A., Brühl, S., Prietto, G. & Tuckart, W. (2016). Tribological behaviour of nitrided and nitrocarburized carbon steel used to produce engine parts. *Industrial lubrication and tribology, 68,* 125-133.
- 4. Conci, M.D., Bozzi, A.C. & Ribeiro, A.F. (2014). Effect of plasma nitriding potential on tribological behaviour of AISI D2 cold-worked tool steel. *Wear*, *317*(1-2), 188-193.
- 5. Davis, J.R (ed) (2002). *Surface hardening of steels*. ASM International. 1<sup>a</sup> Edición. United States of America.
- Díaz Guillén, J.C., Granda Gutiérrez. E.E., Campa Castilla A., Pérez Aguilar S.I., Garza Gómez A. & Candelas Ramírez J. (2012). Modificación superficial de un acero AISI 1045 mediante un proceso dúplex nitruración y post- oxidación en un plasma CD pulsado. J.*C. Superficies y Vacío, 25* (3), 166-170.

- Haftlang, F., Habibolahzadeh, A. & Sohi, M.H. (2014). Comparative tribological studies of duplex surface treated AISI 1045 steels fabricated by combinations of plasma nitriding and aluminizing. *Materials and Design*, 60, 580-586.
- 8. Henry, S.D. (ed). (1999). ASM Handbook, Vol. 5: "*Surface Engineering*". ASM International. United States of America.
- 9. Hernández, M., Staia, M.H. & Puchi-Cabrera, E.S. (2008). Evaluation of microstructure and mechanical properties of nitrided steels. *Surface and Coatings Technology, 202* (10), 1935-1943.
- 10. Hirsch, T., Clarke, T.G.R. & da Silva Rocha, A. (2007). An in-situ study of plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 201 (14) 6380-6386.
- 11. Hoffmann, F.T. & Mayr, P. (1999); *Nitriding and nitrocarburizing* (pp.888). ASM Handbook, Vol.6. Editorial: ASM International, United States of America.
- 12. Ipek, R. & Selcuk, B. (2005). The dry wear profile of cam shaft. *Journal of Materials Processing Technology*, *168* (3), 373–376
- 13. Kusmoko, A., Druce, D., Dahar, R.& Li, H. (2014). Surface Treatment Evaluation of Induction Hardened and Tempered 1045 Steel. *International Journal of Current Engineering and Technology*, *4*(3), 1236-1239
- 14. Mahboubi, F. & Fattah, M. (2005). Duplex treatment of plasma nitriding and plasma oxidation of plain carbon steel. *Vacuum, 79* (1-2), 1-6.
- 15. Ooi, S. & Bhadeshia, H.K.D.H. (2012). Duplex Hardening of Steels for Aeroengine Bearings. *ISIJ International, 52* (11), 1927–1934.
- 16. Podgornik, B., Vižintin, J. & Leskovšek, V. (1999). Wear properties of induction hardened, conventional plasma nitrided and pulse plasma nitrided AISI 4140 steel in dry sliding conditions. *Wear*, *232*(2), 231-242.
- 17. Pye. D. (2003); *Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburzing* (pp. 71-84). ASM International, United States of America.
- 18. Rocha Lima Cesconetto, M., Ribeiro Franco, A. & Vieira, E.A. (2015). Improving the Abrasive Wear Resistance of a Microalloyed Steel by Plasma Nitriding. *Materials Research, 18(2),* 334-340.
- 19. Sirin, S.Y., Sirin, K. & Kaluc, E. (2008); Effect of the ion nitriding surface hardening process on fatigue behavior of AISI 4340 steel. *Materials Characterization, 59* (4), 351-358.
- 20. Stachowiak, G. & Batchelor, A. (2005). *Engineering Tribology* (pp. 487–492; 509–523). Elsevier Butterworth and Heinemann, USA.
- 21. Totik, Y., Sadeler, R., Altun, H. & Gavgali, M. (2003). The effects of induction hardening on wear properties of AISI 4140 steel in dry sliding conditions. *Materials and Design, 24* (1), 25–30.