

“DESGASTE POR FRETTING EN UN RECUBRIMIENTO DE NITRURO DE TITANIO DEPOSITADO SOBRE DE AISI 316L NITRURADO”

Vaca, L.S.^a; Quintana, J.P.^b, Maskavizan, A J.^a; Cabana, F.E.^a; Márquez, A.^b, Brühl, S.P.^a;
a Grupo de Ingeniería de Superficies, UTN-FRCU, Concepción del Uruguay, Argentina
b Instituto de Física del Plasma, CONICET-UBA, Buenos Aires, Argentina
vacal@frcu.utn.edu.ar

Resumen

Los aceros inoxidables austeníticos son requeridos para su uso en ambientes agresivos debido a su excelente resistencia a la corrosión, pero a fin de ampliar el rango de aplicación es necesario tratarlos superficialmente para elevar su dureza y mejorar su resistencia al desgaste. Si entre dos componentes de un sistema que están en contacto se origina un movimiento oscilatorio de pequeña amplitud es posible que se produzca desgaste por fretting, lo que podría causar una falla que afecte su funcionamiento. El objetivo de este trabajo es evaluar el comportamiento al desgaste por fretting de recubrimientos de TiN depositados por arco catódico sobre acero inoxidable AISI 316L nitrurado por plasma. Se compararon los volúmenes desgastados de un recubrimiento comercial de TiN y recubrimientos bicapa de Ti-TiN combinando éste con implantación iónica. Como referencia fueron evaluadas muestras solamente nitruradas y el acero sin tratar. El ensayo se realizó durante 15, 30 y 60 minutos con una carga de 5 N y se utilizó como contraparte una bolilla de alúmina de 6 mm. Para los ensayos de mayor tiempo los volúmenes desgastados de los recubrimientos no mostraron diferencias y resultaron al menos 40% menores que los de las muestras nitruradas y 70% menores que los del acero sin tratar. Sin embargo, para los ensayos de 15 minutos, los recubrimientos bicapa de Ti-TiN combinados con implantación iónica presentaron el mejor comportamiento al desgaste por fretting, al obtener un menor volumen desgastado y no dejar expuesto al sustrato.

Abstract

Stainless Steel is highly required in aggressive environments because of its excellent corrosion resistance. However, in order to broad this steel applications and uses, it becomes necessary to increase its surface hardness and wear resistance. Whenever between two components which are in contact an oscillatory movement exists, fretting wear can occur, and as consequence a material failure. The main goal of this work is to evaluate the fretting behaviour of TiN coatings, deposited by cathodic arc PVD over plasma nitrided AISI 316L stainless steel. Two processes were studied, one produced in a commercial facility and other bilayer Ti/TiN produced in lab, combined with ion implantation. As reference, also only nitrided samples and plain steel samples were evaluated. The fretting test was carried out with 5 N load, during 15-, 30- and 60-min duration, using an alumina ball as counterpart. For long duration tests the wear volumes in coated samples did not show much difference but were 40% smaller than nitrided samples and 70% than plain steel. However, in the 15 min test, the sample with the bilayer Ti/TiN combined with implantation showed the best wear resistance, with the lower loss volume, without exposing the substrate.

Palabras clave: AISI 316L, Recubrimientos TiN, PBII&D, fretting.

INTRODUCCIÓN

El acero inoxidable austenítico AISI 316L presenta excelentes propiedades anticorrosivas debido a su alto contenido de cromo, por lo que es muy solicitado para su uso en ambientes agresivos. No obstante, su bajo contenido de carbono limita sus aplicaciones en situaciones de desgaste, razón por la cual es conveniente tratarlo superficialmente, con el objeto de mejorar sus propiedades tribológicas [1], [2].

Los tratamientos dúplex resultan de la aplicación sucesiva de dos o más técnicas, como recubrimientos PVD (Plasma Vapor Deposition) aplicados sobre muestras nitruradas por plasma, para lograr propiedades imposibles de obtener con una única técnica [3], [4]. La nitruración iónica o asistida por plasma es un tratamiento de difusión termoquímica asistido por plasma que modifica la superficie cercana del material, confiriéndole una dureza superficial muy superior a la del material base por la difusión de nitrógeno que, si no forma nitruros y permanece en solución, además de aumentar su resistencia al desgaste, no afecta las propiedades anticorrosivas del acero [5], [6]. Por otro lado, los recubrimientos PVD de TiN, depositados a partir de un arco catódico (CA), son compactos, nanoestructurados, de muy alta dureza y resistencia al desgaste [7]. El Plasma Based Ion Implantation and Deposition (PBII&D) combina la deposición con la implantación a altas energías. Las muestras se polarizan a potenciales negativos de hasta algunas decenas de kV y es un proceso pulsado en el que los iones, con energías del orden de los keV, se implantan en la muestra expuesta al plasma durante el pulso y la película se deposita en el intervalo entre los pulsos. Este proceso genera un mayor reordenamiento atómico que favorece la densificación del recubrimiento y mejora notablemente la adhesión [8].

El fretting es un tipo de desgaste debido a pequeños movimientos oscilatorios entre dos superficies en contacto, que interactúan bajo carga normal. Es frecuente que se produzca entre pares en contacto de componentes de equipos sometidos a vibraciones mientras están en operación, como en pernos, uniones remachadas, rodamientos, y en aplicaciones biomédicas, tales como en prótesis de reemplazo de articulaciones de cadera o rodilla, que están afectados de

cargas, como así también en las roscas de implantes dentales, que están en conexión directa con el hueso. El desgaste por fretting puede disminuir la resistencia a la fatiga y producir fallas, que podrían llegar a ser catastróficas [9]-[12].

En este trabajo se evalúa el comportamiento al desgaste por fretting de AISI 316L tratado con un proceso dúplex, combinando la nitruración iónica como pre -tratamiento y los recubrimientos de TiN con y sin implantación iónica.

DESARROLLO

Metodología Experimental

Las muestras fueron cortadas de una barra certificada de acero inoxidable AISI 316L, se rectificaron y pulieron con lija al agua hasta granulometría #1000. Las muestras se nitruraron en un equipo industrial de la empresa IONAR S.A., en una atmósfera de 20 % N₂ – 80 % H₂, a 400 °C, durante 20 h. Un primer grupo de muestras, nitruradas se recubrieron con TiN por arco catódico en un equipo PVD comercial, de la empresa SUDOSILO S.A., con una corriente de arco de 75A, a 350 °C, 2 Pa de presión, sin intercapa de Ti y con las muestras polarizadas a – 250 V, (**TiN**). Otros dos grupos de muestras nitruradas se recubrieron en un equipo PVD experimental por arco catódico con una corriente de 100 A, a 300 °C, 0.03 Pa de presión, con intercapa de Ti, uno de estos grupos con las muestras mantenidas a potencial flotante, (**Ti-TiN**) y el otro grupo con las muestras polarizadas con pulsos de – 6 kV, 200 Hz de frecuencia y 30 μs de ancho de pulso generando el proceso de PBII&D, (**Ti-TiN+I**). A modo de control, se consideró un grupo de muestras solamente nitruradas, (**N**) y un quinto grupo de muestras patrón que no fue tratado superficialmente (**P**). Las denominaciones de las muestras de cada grupo y los tiempos de deposición se detallan en la Tabla 1.

Tabla 1: Denominación, potencial y tiempo de descarga

Muestras dúplex	Potencial (kV)	Tiempo Ti/TiN (min)
TiN	-0,25 DC	0/20
Ti-TiN	flotante	2/17
TiTiN+I	-6 pulsado	2/17

Todas las muestras se sometieron al ensayo de desgaste por fretting en una máquina diseñada y construida en el Grupo de Ingeniería de Superficies (GIS-UTN-FRCU), con una carga de 5 N, bolilla de alúmina de 6 mm como contraparte, a una frecuencia de 11,67 Hz y 84 μm de amplitud de desplazamiento, para tiempos de 15, 30 y 60 min. Las muestras fueron observadas al microscopio óptico, los perfiles de la huella se obtuvieron con un microscopio laser confocal marca Carl Zeiss modelo Smartproof 5. El análisis de las micrografías obtenidas se realizó utilizando el software libre Gwyddion, a fin de acotar la zona correspondiente a la huella resultado del ensayo y registrar los perfiles en distintas trayectorias para generar un plano ajustado a la superficie de la muestra sin ensayar. La combinación este plano y la superficie de la muestra ya ensayada se utilizó para el cálculo de los volúmenes de material desgastado de las diferentes condiciones experimentales estudiadas.

Resultados y discusión

Todos los recubrimientos presentaron un espesor de TiN de $(1,5 \pm 0,2)$ μm y el espesor de la intercapa de Ti en los recubrimientos bicapa resultó de $(0,5 \pm 0,1)$ μm

En la Fig. 1 puede observarse que, para todos los tiempos de ensayo, las muestras recubiertas disminuyeron el volumen desgastado. Para los ensayos más severos (60 min) los distintos recubrimientos no mostraron diferencias en los volúmenes desgastados, pero perdieron alrededor de un 40 % menos que las muestras nitruradas y aproximadamente 70 % menos que la muestra patrón. El volumen desgastado de todos los recubrimientos resultó equivalente para los ensayos de 30 min y disminuyendo en 70 % al de la muestra nitrurada y en 80 % al de la muestra patrón. En cambio, en el caso de los ensayos de menor tiempo (15 min), la muestra Ti-TiN+I presentó la menor pérdida de volumen, disminuyendo en alrededor del 10 % la de los otros dos recubrimientos, en más del 80 % de la nitrurada y 90 % de la muestra sin tratamiento superficial (P).

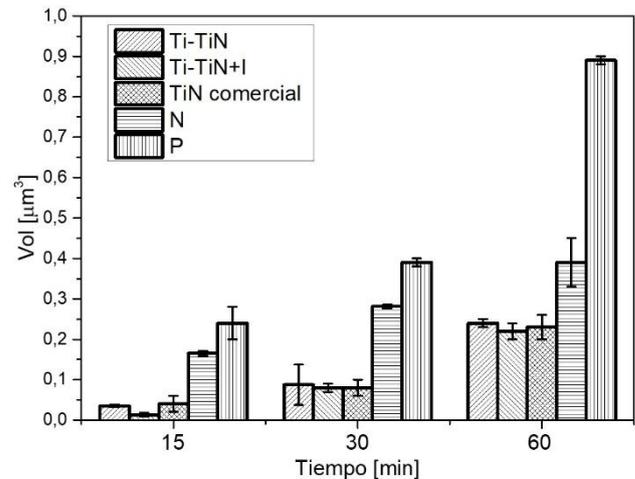


Figura 1: Volumen desgastado por fretting.

La Fig. 2 muestra las imágenes obtenidas con microscopio confocal y óptico de las huellas de fretting correspondientes al ensayo de 15 min de los recubrimientos: a) Ti-TiN, b) Ti-TiN+I y c) TiN. Puede observarse que los recubrimientos bicapa Ti-TiN+I presentan surcos en la huella, probablemente originados por un mecanismo de desgaste adhesivo con arrastre de material desprendido y que actúa como tercer cuerpo, pero no exhiben el sustrato. En cambio, en las muestras Ti-TiN y TiN parte de la superficie nitrurada queda expuesta en el centro de la huella, siendo más marcado en el caso de las muestras TiN. Esto podría deberse a que la combinación de deposición con implantación en el PBII&D genera películas más compactas y mejor adheridas por el efecto de la implantación.

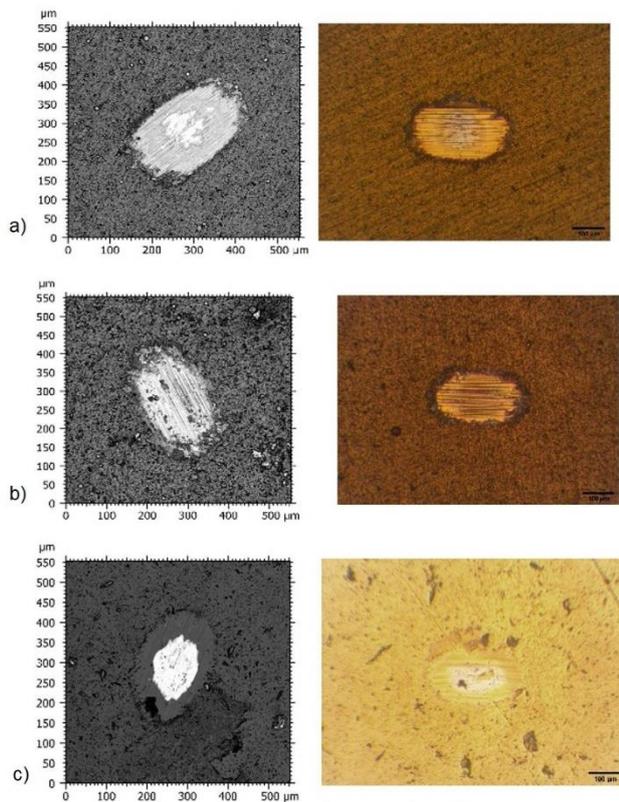


Figura 2: Huellas fretting: a) Ti-TiN; b) Ti-TiN+I; c) TiN.

Si bien las imágenes de la Fig. 2 c) presentan un área menor que las de la a) y b), la zona sin recubrimiento supera a la de la Ti-TiN (a), resultado que se corresponde con los valores de volúmenes desgastados presentados en la gráfica de la Fig. 1.

CONCLUSIONES

En todos los casos los recubrimientos presentaron un menor volumen desgastado, mejorando la resistencia al desgaste por fretting, respecto de las muestras solo nitruradas y del acero sin tratar.

Para los ensayos de 30 y 60 minutos, los volúmenes desgastados de los recubrimientos no evidenciaron diferencias, y disminuyeron en un 40% los volúmenes desgastados de las muestras nitruradas y en un 70% de los del acero sin tratar para los ensayos más severos (60 min)

Para los ensayos menos severos (15 min) las muestras Ti-TiN+I presentaron el menor volumen desgastado y fueron las únicas que el desgaste no avanzó como para exhibir el sustrato o el

material inmediatamente inferior, mostrando solamente surcos en la superficie. Este comportamiento podría deberse a la compacidad y mejor adhesión de los recubrimientos crecidos por PBI&D.

Para completar el estudio del comportamiento al desgaste por fretting sería necesario determinar la composición química de las huellas y de la contraparte con espectroscopía de dispersiva de electrones (EDS), lo que queda para un futuro trabajo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a:

- La empresa IONAR S.A., por los tratamientos de nitruración iónica.
- SUDOSILO S.A., por los recubrimientos PVD de TiN.
- Dr. Walter Tuckart, director del Laboratorio de Ensayos de Materiales de la Universidad Nacional del Sur, por las mediciones e imágenes obtenidas con el microscopio láser confocal, que fueron fundamentales para este trabajo.

REFERENCIAS

- [1] ASM Handbook Vol. 5. (1994). *Surface Engineering*. ASM Int.
- [2] Sedriks, A.J. (1996). *Corrosion of Stainless Steel*. 2nd Edition. John Wiley & Sons, Inc.
- [3] De Las Heras, E., Egidi, D.A., Corengia, P., González-Santamaría, D., García-Luis, A., Brizuela, M., López, G.A., Flores Martínez, M., (2008). surface treatment of an AISI 316L stainless Duplex steel; microstructure and tribological behaviour. *Surface & Coatings Technology* (202) 2945–2954
- [4] Escalada, L., Lutz, J., Brühl, S.P., Fazio, M., Márquez, A., Mändl, S., Manova, D., Simison, S.N. (2013). Microstructure and corrosion behavior of AISI 316L duplex treated by means of ion nitriding and plasma based ion implantation and deposition, *Surface & Coatings Technology* (223) 41–46.
- [5] ASM Handbook Vol. 4. (1991). *Surface Engineering*. ASM Int.
- [6] Gil, L., Brühl, S.P., Jiménez, L., Leon, O., Guevara, R., Staia, M.H. (2006). Corrosion performance of the plasma nitrided 316L



- stainless steel, *Surface and Coatings Technology* (201), 4424-4429.
- [7] Sanders, D.M., Anders, A. (2000). Review of cathodic arc deposition technology at the start of the new millennium, *Surface and Coatings Technology* (133-134), 78-90.
- [8] Vaca, L.S.; Quintana, J.P., Vega, D., Márquez, A., Brühl, S.P. (2021). Tribological and corrosion behavior of duplex coated AISI 316L using plasma based ion implantation and deposition. *Materials Today Communications*, (26), 101892.
- [9] Tuckart, W. (2017). Curso desgaste mecánico y fricción, Y-TEC, La Plata, Buenos Aires, Argentina
- [10] Ding, J., Kang, G., Zhu, Y., Zhu, M. (2014). Finite element analysis on bending fretting fatigue of 316L stainless steel considering ratchetting and cyclic hardening, *International Journal of Mechanical Science* (86), 26-33.
- [11] Vadiraj, A., Kamaraj, M. (2006). Characterization of fretting fatigue damage of PVD TiN coated biomedical titanium alloys. *Surface & Coatings Technology* (200) 4538–4542.
- [12] Shima, M., Okado, J., McColl, I.R., Waterhouse, R.B., Hasegawa, T., Kasaya, M. (1999). The influence of substrate material and hardness on the fretting behavior of TiN, *Wear*, (225-229), 38-45.