



ADHESIÓN Y COMPORTAMIENTO AL DESGASTE DE RECUBRIMIENTOS CERÁMICOS DE Cr/CrN MONO Y MULTICAPA DEPOSITADOS POR PVD SOBRE ACERO AISI 4140 NITRURADO

A. J. Maskavizan^{(1)*}, S. P. Brühl⁽¹⁾, A. B. Márquez⁽²⁾, E. L. Dalibón⁽¹⁾

(1) Grupo de Ingeniería de Superficies, Facultad Regional Concepción del Uruguay, Universidad Tecnológica Nacional, Ing. Pereyra 676, Concepción del Uruguay, Entre Ríos, Argentina.

(2) Instituto de Física del Plasma, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad de Buenos Aires, Int. Güiraldes 2160, CABA, Argentina.

*Correo Electrónico (autor de contacto): maskavizana@frcu.utn.edu.ar

Tópico: T6 Tecnología de superficies, tratamientos térmicos y transformaciones de fases. **Categoría:** C3 Trabajos de investigación o desarrollo realizados en el marco de la ejecución de un posgrado (especialización, maestría, doctorado).

Una forma de mejorar las propiedades superficiales del acero de media aleación es mediante la combinación de un tratamiento de nitruración y la posterior deposición de recubrimientos cerámicos duros. En este trabajo se comparan recubrimientos de Cr/CrN monocapa y multicapa depositados por PVD sobre acero AISI 4140 nitrurado. Se estudió su microestructura, adhesión y resistencia al desgaste. El recubrimiento consistente de múltiples capas de Cr y CrN presentó un mejor comportamiento en general en los ensayos realizados.

El acero AISI 4140 es un acero aleado que se utiliza en múltiples aplicaciones en la industria metalmeccánica dado que presenta alta tensión de ruptura y alta tenacidad, sin embargo, no posee buenas propiedades tribológicas [1, 2]. Una forma de mejorar las propiedades externas del material es mediante la aplicación de recubrimientos cerámicos duros, que disminuyen el coeficiente de rozamiento y el desgaste, aumentan la vida útil, resultan en una solución económicamente viable y son amigables con el medio ambiente [3]. Particularmente los recubrimientos de base cromo (CrN, CrCN, CrAlN, entre otros) presentan mejores propiedades tribológicas, mejor resistencia a la corrosión y mayor dureza que los recubrimientos de base titanio [3,4]. Una de las técnicas más difundidas para la deposición de estos materiales es mediante physical vapour deposition (PVD) por arco catódico. Este proceso permite obtener películas de diferentes materiales de espesores en el rango nanométrico [5, 6]. Sin embargo, la diferencia de dureza entre el material de base, en este caso el acero AISI 4140, y el recubrimiento cerámico puede producir la falla del sistema debido a una adhesión deficiente de la película al sustrato. Ya que los recubrimientos poseen un espesor de algunos micrómetros, la capacidad de carga está limitada por la resistencia a la deformación plástica del sustrato, provocando la rotura del recubrimiento. Una manera de mitigar estos efectos es aplicar un tratamiento de nitruración previa del material de base en lo que se conoce como procesos dúplex, lo cual aumenta la dureza superficial y mejora la adhesión del recubrimiento al acero [2, 5, 7]. La nitruración asistida por plasma, en comparación con los procesos de nitruración gaseosa, permite nitrar a una menor temperatura y controlar la composición final de la zona afectada por el tratamiento de difusión, ya que la formación de una capa superficial de nitruros de hierro puede afectar negativamente la adhesión al sustrato [8]. Los recubrimientos también pueden fallar debido a una alta concentración de esfuerzos residuales producto del proceso de deposición y pueden presentar defectos que disminuyan su calidad. Generando recubrimientos de múltiples capas de materiales distintos se pueden limitar estos esfuerzos e interrumpir el crecimiento columnar propio de esta técnica, lo cual resulta en mejores propiedades mecánicas y mayor resistencia a la corrosión y la oxidación [3, 5, 9]. En este trabajo se comparan dos configuraciones de recubrimientos cerámicos de Cr/CrN depositados por PVD sobre acero AISI 4140 nitrurado: una capa de Cr metálico y una capa de CrN; y 5 capas de Cr metálico y 4 capas de CrN.

Se cortaron muestras de acero al carbono AISI 4140 bonificado de 25,4 mm de diámetro y 5 mm de espesor y se lijaron con papel de SiC con granulometría creciente hasta #1000. El tratamiento de nitruración se llevó a cabo en un equipo de nitruración iónica comercial durante 15 horas a 500 °C en una atmósfera de 20 % N₂ y 80 % H₂ a una presión de 600 Pa. Luego del tratamiento de difusión, las muestras se lijaron nuevamente con papel de SiC. La dureza de las muestras posterior al lijado y previo a la deposición de los recubrimientos fue de (946 ± 126) HV_{0,05}. Las superficies a recubrir se limpiaron mediante sputtering en una atmósfera de 50 % Ar y 50 % H₂ durante 90 minutos. Tanto en el caso de los recubrimientos de una capa como en los de múltiples capas el Cr metálico se depositó a una temperatura de 300 °C, una presión de 4 · 10⁻⁴ mbar aplicando una corriente de 100 A, para la formación de CrN se introdujo a la cámara N₂ gaseoso con un flujo de 30 sccm alcanzando una presión de 2,4 · 10⁻⁴ mbar. Se controló el tiempo de deposición para que ambas configuraciones resulten en el mismo espesor total. El análisis de las fases se realizó mediante difracción de rayos X en incidencia rasante, empleando un ángulo de 3°. Los resultados se contrastaron con los patrones publicados en la base de datos abierta de cristalografía (COD). La adhesión de los recubrimientos se determinó mediante la norma VDI 3198 y mediante Scratch test según la norma ASTM C1624. Las indentaciones y marcas de rayado se observaron con microscopía óptica y electrónica. La resistencia al desgaste se evaluó mediante ensayos de pin-on-disk en un equipo construido de acuerdo con la norma ASTM G99 aplicando cargas de 3 N y 5 N a una velocidad de 0,1 ms⁻¹ a lo largo de una distancia de 500 m utilizando como contraparte una bolilla de alúmina de 6 mm de diámetro. Las huellas se evaluaron mediante un perfilómetro mecánico y se observaron mediante microscopía óptica y electrónica. Se realizaron ensayos de fretting

aplicando un movimiento oscilatorio a una frecuencia de 23 Hz con una amplitud de 80 μm empleando una bolilla de Al_2O_3 de 6 mm de diámetro. Se aplicó una carga de 5 N durante 30, 45 y 60 minutos. Las huellas se observaron con microscopía óptica.

El espesor de los recubrimientos fue de, aproximadamente, $(2,42 \pm 0,06 \mu\text{m})$ para las dos configuraciones estudiadas. Estos están formados principalmente por CrN, según lo observado en los difractogramas de rayos X. La adhesión de ambos recubrimientos puede clasificarse como HF1, no se observan delaminaciones ni fisuras importantes. La carga crítica obtenida en los ensayos de rayado es de 60 N para los recubrimientos de Cr/CrN monocapa y de 70 N para los recubrimientos multicapa, el comportamiento de este último ante mayores cargas es mejor. En los ensayos de pin-on-disk con 3 N de carga el coeficiente de rozamiento (CoF) de los recubrimientos fue, en promedio, 0,2, menor que el CoF del acero sin tratar y nitrurado. Al aplicar una carga de 5 N el recubrimiento multicapa presenta un CoF de 0,4, similar al valor del acero sin tratar, mientras que el recubrimiento monocapa posee un CoF de 0,65. La pérdida de volumen resultó menor para el acero nitrurado y recubierto con Cr/CrN en múltiples capas en comparación con los demás materiales para ambas cargas.

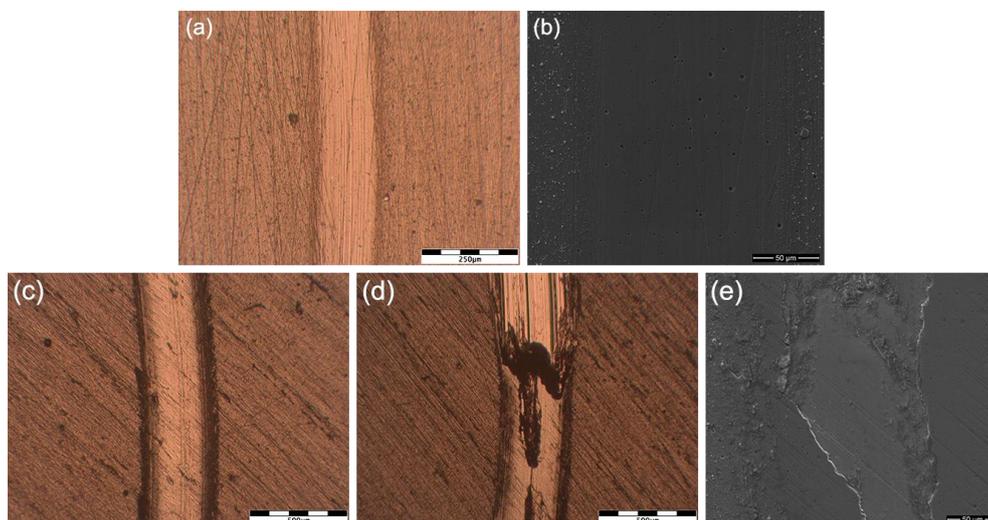


Figura 1: Micrografías de las muestras nitruradas y recubiertas con Cr/CrN multicapa (a y b) y monocapa (c, d y e) tomadas con microscopía óptica y electrónica.

La observación mediante SEM y el estudio con EDS de las huellas de desgaste permiten confirmar que con una carga de 5 N el recubrimiento multicapa no se rompe, mientras que el recubrimiento monocapa sí presenta fallas (fig. 1). En el caso de los ensayos de fretting, las muestras recubiertas con Cr/CrN monocapa presentaron fallas por adhesión para los tres tiempos ensayados, mientras que para la configuración el múltiples capas no se detectaron desprendimientos.

Los resultados obtenidos permiten concluir que la configuración multicapa presenta una mejor adhesión y mayor resistencia al desgaste que la configuración monocapa sobre acero AISI 4140 nitrurado. El coeficiente de rozamiento del recubrimiento de Cr/CrN presenta un menor valor y mayor regularidad que el acero sin tratar y nitrurado. No se observa desprendimiento del recubrimiento multicapa en la huella de desgaste en las condiciones ensayadas, en contraposición con lo obtenido en el caso del recubrimiento monocapa.

Referencias

- [1] F. Correa, J. C. Caicedo, W. Aperador, C. A. Rincón y G. Bejarano, Mejoramiento de la resistencia a la corrosión del acero AISI 4140 utilizando multicapas de titanio/nitruro de titanio, *Revista Facultad de Ingeniería Universidad de Antioquia*, 46, 2008, 7-14. (Paper)
- [2] A. Ballesteros-Arguello, F. O. Ramírez-Reyna, G. A. Rodríguez-Castro, A. Meneses-Amador, D. Fernandez-Valdes y O. Reyes-Carcano, Experimental and numerical evaluation of the contact fatigue resistance of AlCrN, Fe_xN and AlCrN/ Fe_xN coatings on AISI 4140 steel, *Surface & Coatings Technology*, 423, 2021, doi: 10.1016/j.surfcoat.2021.127620. (Paper)
- [3] F. Jasempoor, H. Elmkhah, O. Imantalab y A. Fattah-alhossein, Improving the mechanical, tribological, and electrochemical behavior of AISI 304 stainless steel by applying CrN single layer and Cr/CrN multilayer coatings, *Wear*, 2022, 504-505, doi: 10.1016/j.wear.2022.204425 (Paper)
- [4] M. S. Bouamerene, C. Nouveau, H. Aknouche, A. Zerizer, T. Doria Atmani, M. Oulhadj Challali, A Study of Cr/CrN and Cr/CrN/CrAlN Multilayer Coatings for Permanent Mold Castings of Aluminum Alloys: Wear and Soldering Tendency, *Journal of Materials and Engineering Structures*, 8(1), 2021, 83-94. (Paper)
- [5] A. Gilewicz, D. Murzynski, E. Dobruchowska, J. Kwiatkowski, R. Olik, J. Ratajski y B. Warcholinsk, Wear and corrosion behavior of CrCN/CrN coatings deposited by cathodic arc evaporation on nitrated 42CrMo4 steel substrates, *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*, 53, 2017, 312–321, doi: 10.1134/S2070205117020101 (Paper)
- [6] V. Baldin, L. R. R. da Silva, C. R. B. Baldin, C. Augusto Neitzke, R. Diego Torres, y A. Rocha Machado, Characterization and Performance of TiAlN and TiN Coatings on Plasma-Nitrated AISI 4140 Steel, *Materials Performance and Characterization*, 10(1), 2021, 503–514, doi: 10.1520/MPC20200191 (Paper)
- [7] F. O. Ramírez-Reyna a, G. A. Rodríguez-Castro, U. Figueroa-López, R.C. Morón, I. Arzate-Vázquez y A. Meneses-Amador, Effect of nitriding pretreatment on adhesion and tribological properties of AlCrN coating, *Materials Letters*, 284, 2021, doi: 10.1016/j.matlet.2020.128931 (Paper)
- [8] R. Hoy, J. D. Kamminga, y G. C. A. M. Janssen, Scratch resistance of CrN coatings on nitrated steel, *Surface and Coatings Technology*, 200(12-13), 2006, 3856-3860, doi: 10.1016/j.surfcoat.2004.11.013 (Paper)
- [9] R. Bayón, A. Igartua, X. Fernández, R. Martínez, R. J. Rodríguez, J. A. García A. de Frutos, M. A. Arenas, J. de Damborenea, Corrosion-wear behaviour of PVD Cr/CrN multilayer coatings for gear applications, *Tribology International*, 42, 2009, 591-599, doi: 10.1016/j.triboint.2008.06.015 (Paper)