

# Influencia de la terminación superficial previa a la nitruración de acero inoxidable AISI 420

*Raul Charadia<sup>1\*</sup>, Sonia P. Brühl<sup>1</sup>, Eugenia L. Dalibón<sup>1</sup>*

1: Grupo de Ingeniería en Superficies, Facultad Regional Concepción del Uruguay-UTN, Concepción del Uruguay, Argentina

\* charadia@frcu.utn.edu.ar

## Abstract

En este trabajo se presentan los resultados de nitruración iónica de un acero inoxidable martensítico AISI 420 con diferente acabado superficial, un grupo lijado hasta granulometría 1000 y otro pulido a espejo. Se analizó la microestructura, se midió dureza superficial y en profundidad. Se realizaron ensayos de deslizamiento recíproco para estudiar el comportamiento tribológico. Para evaluar la resistencia a la corrosión se realizó un ensayo de niebla salina y se midió el potencial de corrosión. Se determinó que en las muestras pulidas se logra una nitruración más efectiva, buena dureza en superficie con un perfil de dureza de mayor penetración, mejor comportamiento al desgaste y a la corrosión.

**Palabras Clave:** *nitruración iónica, aceros inoxidables, rugosidad*

## 1 INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidables martensíticos son aleaciones de uso masivo en la industria donde se requiere buenas propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión. La nitruración iónica es un tratamiento termoquímico efectivo para aumentar la dureza y la resistencia al desgaste (Xi et al., 2008), consecuentemente mejorar la performance y extender la vida en servicio de diferentes piezas o componentes (Li y Bell, 2006). Este proceso ha superado diferentes inconvenientes que presentaban los métodos de nitruración tradicional debido a que permite eliminar el óxido pasivante en el proceso de sputtering y luego puede operar a bajas temperaturas. Este tratamiento de modificación superficial es de alta flexibilidad, se puede ejercer un control preciso sobre las variables que intervienen en el proceso y determinan los resultados (Czerwicz et al., 2000). Si bien existen publicaciones sobre nitruración de aceros inoxidables martensíticos, hay pocos estudios realizados sobre la influencia del acabado superficial previo en los resultados obtenidos con la nitruración.

Antes de realizar el proceso de nitruración, las superficies a tratar se terminan según el requerimiento de uso de las piezas, algunas requieren terminación por lijado mecánico y otras pulido a espejo. Se han realizado estudios en aceros rápidos y se ha concluido que el espesor de capa es mayor cuando la muestra es pulida (Rocha et. al., 2003). Se ha determinado según estudios realizados en aceros inoxidables austeníticos que la condición superficial inicial influye

en los procesos de difusión (Guitar, 2006) y en consecuencia en sus resultados (Singh et al., 2006).

En este trabajo se presenta el estudio de muestras nitruradas con diferente acabado superficial, un grupo lijado hasta granulometría 1000 y otro acabado con pasta de diamante 0,5  $\mu\text{m}$ . El objetivo es estudiar la influencia del estado superficial inicial en los resultados de la nitruración.

## 2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 2.1 Preparación de las muestras y nitruración

El material utilizado es un acero inoxidable martensítico AISI 420 cuya composición química (porcentaje en peso) es: 0,38% C; 13% Cr; 0,44 Mn; 0,42 Si; 0,07 Mo; 0,02 P y Fe como balance. Las muestras se cortaron de una chapa de 2 mm de espesor en discos de 20 mm de diámetro. El tratamiento térmico consistió en lo siguiente: precalentamiento a 800°C durante 15 minutos, luego se llevaron las probetas a 1030°C durante 30 minutos, fueron templadas en aire agitado, y luego se realizaron dos revenidos a 260°C durante 2 horas. Posteriormente, un grupo fue lijado hasta granulometría 1000 (denominado CL1000) y otro grupo fue pulido, además, con pasta de diamante de 0,5  $\mu\text{m}$  (denominado CP). Seguidamente todas las muestras se nitruraron en un plasma DC pulsado con un proceso de sputtering previo en las condiciones que a continuación se detallan.

Tabla 1. Datos de proceso

	Sputtering	Nitruración
<b>Gases y proporción</b>	Ar-H <sub>2</sub> 50%-50%	N <sub>2</sub> -H <sub>2</sub> 20%-80%
<b>Tiempo de proceso</b>	3 horas	10 horas
<b>Tensión- Valor medio</b>	600 V	600 V
<b>Temperatura</b>	450 °C	390 °C

### 2.2 Estudios y análisis realizados en las muestras nitruradas

Para evaluar el acabado superficial se midió la rugosidad media antes y después de la nitruración con un rugosímetro mecánico de marca Mitutoyo. Se midió dureza superficial y en profundidad con indentador Vickers y cargas de 50 g. Para estudiar microestructura, se seccionaron las probetas y se incluyeron en resina fenólica, y para revelar estructuras se utilizó el reactivo de Vilella (ácido pícrico en solución de HCl y etanol). Se analizó la microestructura por difracción de rayos X con radiación de Cu utilizando la geometría Bragg-Brentano. Para evaluar el comportamiento mecánico, se realizaron ensayos de deslizamiento recíproco en una máquina diseñada y construida por el Grupo de Ingeniería en Superficies (FRCU-UTN), con carga 2,85 N durante 1,5 horas, utilizando como contraparte una bolilla de carburo de tungsteno de 5 mm de diámetro. Para evaluar el comportamiento a la corrosión se realizó un ensayo de niebla salina durante 100 hs según ASTM B117 y se midió el potencial de corrosión con respecto a un electrodo de calomel saturado en una solución de NaCl al 3,5%.

### 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1 Rugosidad superficial

Se observó una escasa diferencia entre los valores de rugosidad previa y posterior a la nitruración (figura 1). Lo mismo ocurre con la diferencia entre los valores de rugosidad media de la muestra lijada a CL1000 y CP.

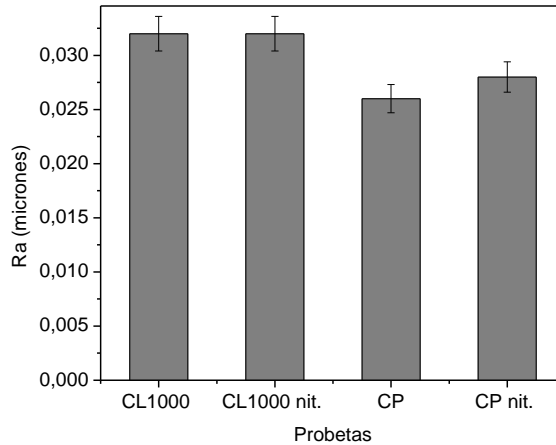


Figura 1. Rugosidad de las muestras tratadas

Con el perfil de rugosidad, sobre los cuatro milímetros lineales recorridos por el rugosímetro, se calcularon las longitudes de rectificación de dichos perfiles y posteriormente esa medida se usó para el cálculo de las áreas de intercambio con referencia a cada milímetro cuadrado de área proyectada (tabla 2).

Tabla 2. Rugosidad y área de intercambio

	Ra	Longitud Rectificada/4mm	Área de intercambio/mm <sup>2</sup>
CP	0,026	138,4777 mm	1198,5 mm <sup>2</sup> /mm <sup>2</sup>
CL1000	0,033	130,1768 mm	1059,1 mm <sup>2</sup> /mm <sup>2</sup>

#### 3.2 Dureza y microestructura

El acero inoxidable martensítico después de templado y revenido adquirió una dureza de  $580 \pm 20$  HV y posteriormente a la nitruración ésta se elevó en ambos casos a valores superiores a  $1000 \pm 60$  HV. En la muestra CP, la dureza superficial fue menor pero la profundidad de penetración fue mayor que en la muestra CL1000. Según el criterio indicado en la Norma DIN 50 190-3, la profundidad de penetración es de 23 micrones para CP y de 16 micrones CL1000 (figura 2).

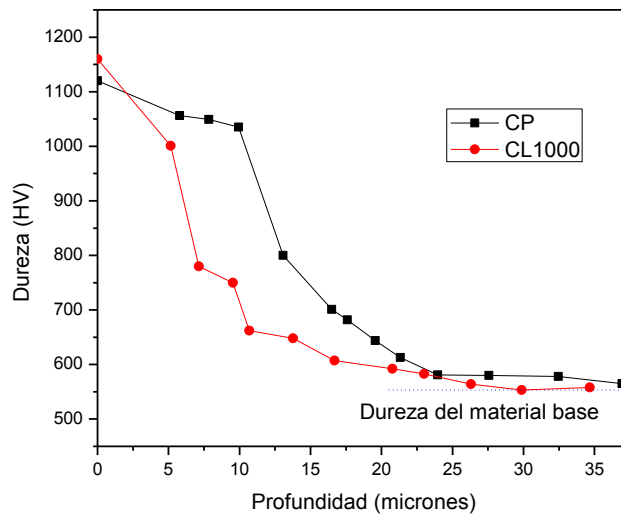


Figura 2. Perfiles de dureza en profundidad

Con respecto a la microestructura, en ambas muestras se distingue una zona modificada denominada capa blanca, por el color que presenta al atacarla con el reactivo de Vilella (figura 3) y que corresponde a una estructura martensítica con nitrógeno en solución, llamada “martensita expandida” seguida de una zona de difusión según lo que se observa en el perfil de dureza en profundidad.

En la muestra CP esta capa alcanza un espesor de 13 micrones aproximadamente y presenta una interfase difusa con el material base, en cambio, en la CL1000 se observa que es de 8,5 micrones de espesor con una interfase bien definida con el resto del material.

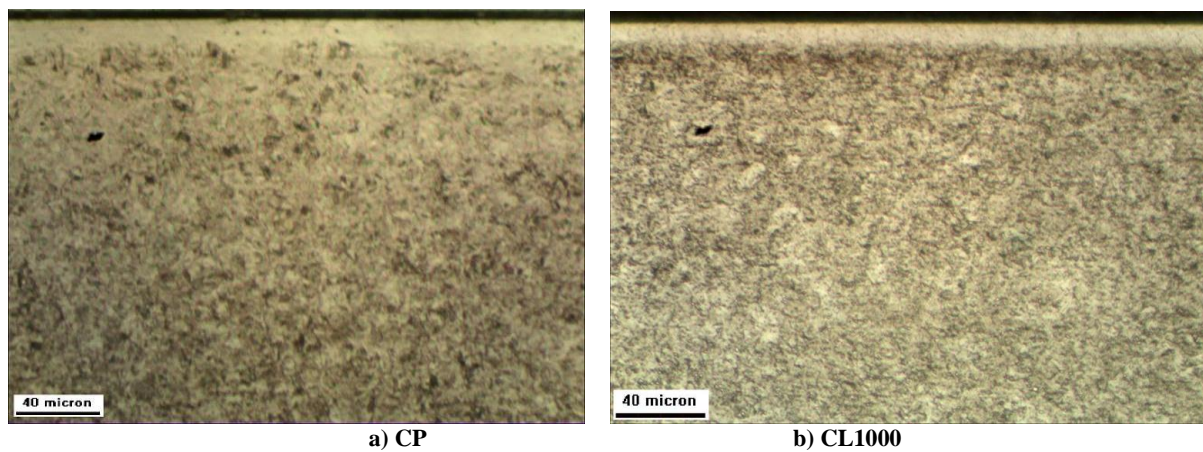


Figura 3. Micrografía óptica 400x de la capa nitrurada

En los difractogramas de rayos X se detectaron los picos de hierro alfa en el material patrón y la misma red,  $\alpha_N$ , expandida por nitrógeno en las muestras nitruradas (figura 4).

Se pudo determinar que la expansión de la red considerando el pico (110) es mayor en la muestra CP que en la muestra CL1000, dado que hay un corrimiento de los picos de  $\alpha_N$  hacia ángulos más pequeños y según la siguiente relación se puede calcular dicha expansión:

$$\Delta a = \frac{a_{\alpha N} - a_{\alpha}}{a_{\alpha}} * 100 \quad (1)$$

Donde  $a_{\alpha N}$  y  $a_{\alpha}$  son los parámetros de red de la martensita y martensita expandida respectivamente (Mingolo, 2006).

La expansión de la red teniendo en cuenta la familia de planos (110) resulta para la muestra CP de 1,89% y para la muestra CL1000 de 1,01%.

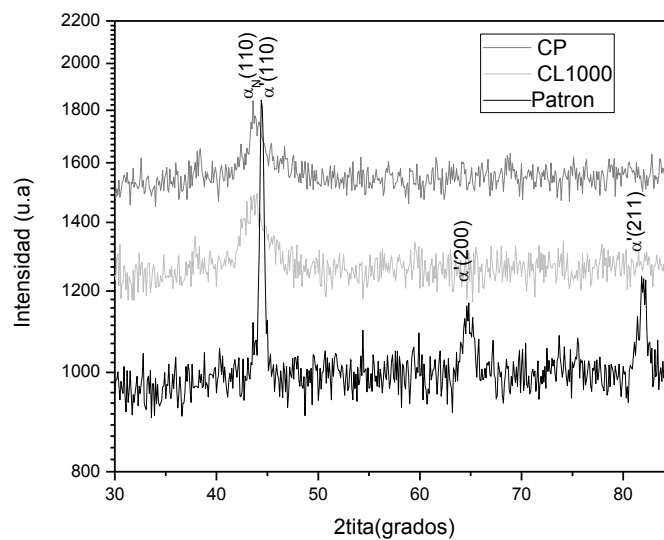


Figura 4. Difractogramas

### 3.3 Comportamiento mecánico y a la corrosión

En el ensayo de deslizamiento recíproco, el comportamiento de la muestra CP fue mejor que en la CL1000. La profundidad de la huella fue 10 veces menor (figura 5) que en el material patrón y 5 veces menor que en la CL1000. Esto estaría relacionado al mayor espesor y dureza que presenta la capa en la muestra CP.

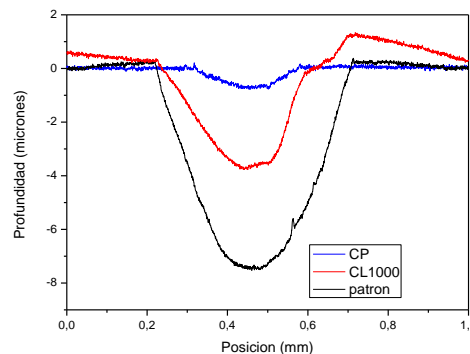


Figura 5. Perfiles de las huellas de deslizamiento recíproco

Con respecto a la morfología de la huella, el daño es menor en la muestra CP que en la CL1000. Puede observarse en las fotos SEM que los mecanismos de desgaste son diferentes. En la huella de la muestra CP se observó la presencia de partículas, debris, que corresponderían a partes de la bolilla que actúa como contraparte (figura 6 b), en donde se detectó la presencia de tungsteno en el EDS; en este caso podría considerarse que hubo adhesión. En cambio la huella de desgaste de la probeta CL1000 presenta características de abrasión, dado que a mayor profundidad cuenta con menor dureza lo que favorece a ese tipo de desgaste.

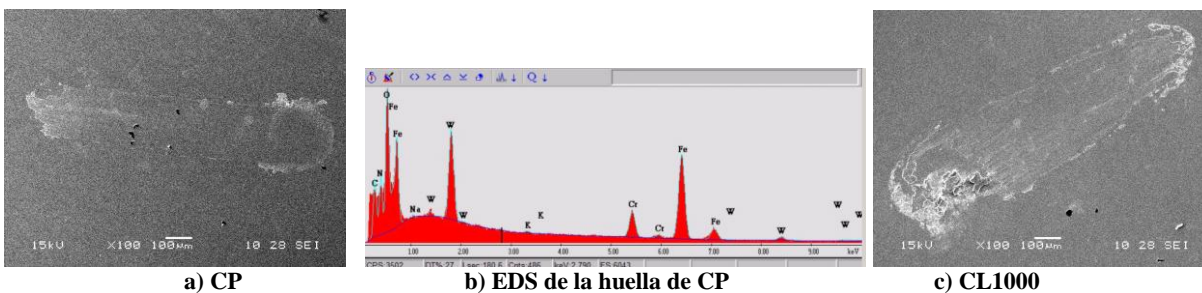


Figura 6. Fotos SEM de las huellas de deslizamiento recíproco y EDS

En cuanto al comportamiento a la corrosión en la tabla siguiente se presenta un resumen de los resultados.

Tabla 2. Resultados de corrosión

Muestras	Corrosión generalizada (%) Ensayo ASTM B117	Cantidad de pits de área mayor a 0,01 mm <sup>2</sup> Ensayo ASTM B117
Nitrurada lijada	50	-
Nitrurada pulida	25	-
Patrón	12	5

En las fotos de las muestras después del ensayo de niebla puede observarse que el porcentaje de corrosión generalizada es mayor en la muestra CL1000 y sólo en la muestra patrón el tamaño de los pits supera a 0,01 mm<sup>2</sup>.

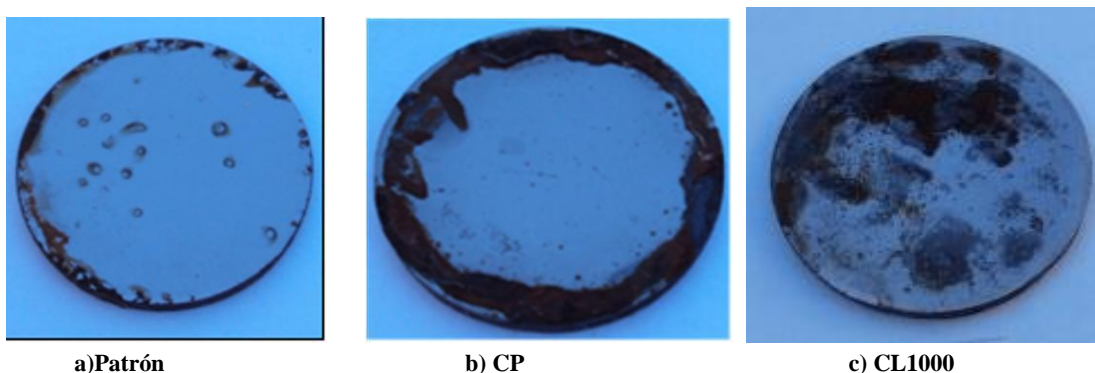


Figura 7. Fotos de la superficie de las muestras después del ensayo de niebla

El potencial de corrosión es más bajo en la muestra CP que en la CL1000 (figura 8).

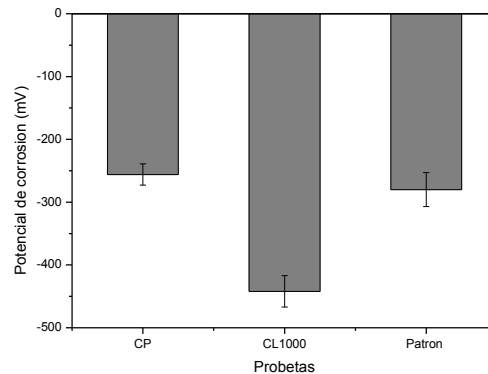


Figura 8. Potencial de corrosión

Como puede verse en los diferentes experimentos de corrosión, el comportamiento de la muestra pulida, CP, es mejor que el de la lijada, CL1000, esto podría deberse a que como esta última es más rugosa, las asperezas o rugosidades son sitios propicios para el inicio de la corrosión.

#### 4 CONCLUSIONES

Se ha demostrado que la rugosidad previa al nitrurado influye en la difusión del nitrógeno en el acero AISI 420 templado y revenido. El pulido a espejo favorece la penetración de nitrógeno generando dureza suficientemente alta en superficie y una capa con mayor espesor que en la probeta lijada. Esto podría deberse a que la probeta lijada a 1000, presenta una mayor superficie de interacción con el medio rico en nitrógeno donde la adsorción se realiza por una superficie 13% mayor que en el caso anterior. Esto significaría que al producirse la absorción se genera una saturación de soluto en las regiones de crestas de la rugosidad, donde se produce una disminución del coeficiente de difusión por obstrucción o barrera, lo que implica una menor velocidad de difusión, generando así una capa de menor profundidad, aunque de dureza superficial algo más alta.

En la resistencia al desgaste, la probeta pulida tiene un mejor comportamiento debido a su elevada dureza superficial y al mayor soporte mecánico producido por la alta dureza en profundidad dada por la mayor concentración de nitrógeno en los primeros micrones. Las respuestas a los ensayos de corrosión son también superiores en la muestra pulida.

#### 5 REFERENCIAS

- CZERWIEC T., RENEVIER N. & MICHEL H. Low-temperature plasma-assisted nitriding, *Surface and Coatings Technology*, 131, pp. 267–277, 2000.
- LI, C.X. & BELL, T. Corrosion properties of plasma nitrided AISI 410 martensitic stainless steel in 3.5% NaCl and 1% HCl aqueous solutions, *Corrosion Science*, 48, pp. 2036-2049, 2006.
- MINGOLO, N., TSCHIPTSCHIN A. P., PINEDO, C.E. On the formation of expanded austenite during plasma nitriding of an AISI 316L austenitic stainless steel, *Surface & Coatings Technology*, 201, pp. 4215–4218, 2006.

ROCHA, A., STROHAECKER, T., HIRSCH, T., Effect of different surface states before plasma nitriding on properties and machining behavior of M2 high-speed steel, *Surface & Coatings Technology*, 165, pp. 176-185, 2003.

SINGH, G. P., ALPHONSA, J., BARHAI, P. K., RAYJADA P.A., RAOLE, P. M. & MUKHERJEE, S. Effect of surface roughness on the properties of the layer formed on AISI 304 stainless steel after plasma nitriding, *Surface & Coatings Technology*, 200, pp. 5807-5811, 2006.

XI, Y. T., LIU, D. X. & HAN, D. Improvement of corrosion and wear resistances of AISI 420 martensitic stainless steel using plasma nitriding at low temperature, *Surface & Coatings Technology*, 202, pp. 2577-2583, 2008.

GUITAR, M. G., Endurecimiento superficial de aceros inoxidable mediante carburización y nitrocarburización por plasma. Concepción del Uruguay, Argentina: Facultad Regional Concepción del Uruguay Universidad Tecnológica Nacional, 2006.