

Tópico: 21. Películas delgadas y tratamiento de superficie

Influencia de los parámetros de nitruración iónica de corta duración en la resistencia al desgaste de un acero AISI 420

R. Charadia^a, A. Cabo^b, M. Moscatelli^a, E. L. Dalibon^a, S. P. Brühl^a

^aGrupo de Ingeniería de Superficies (FRCU- UTN), Ing. Pereira 676, E3264BTD Concepción del Uruguay, Argentina

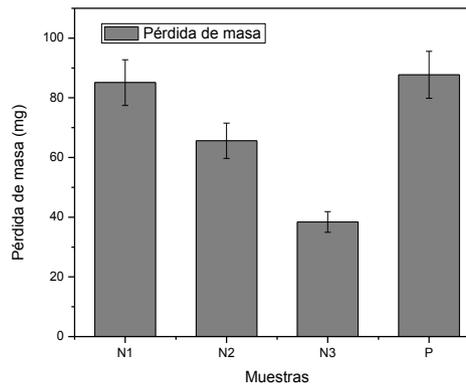
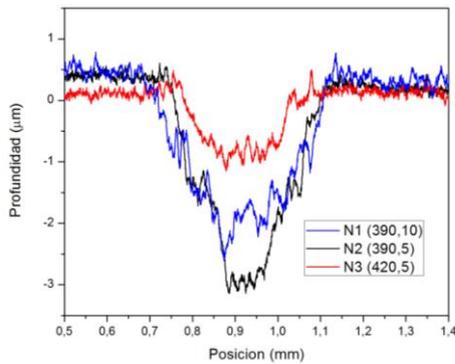
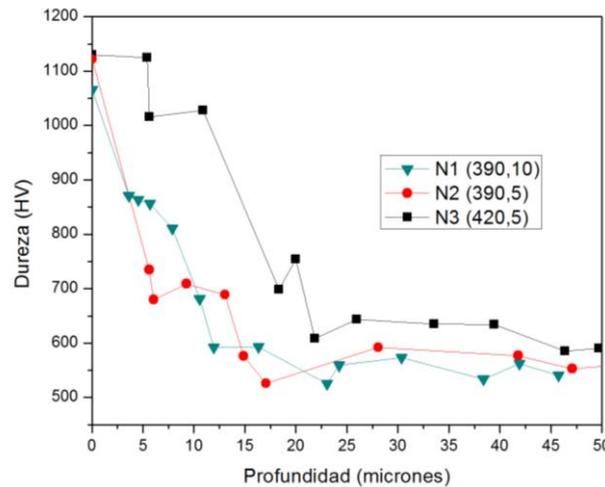
^bIONAR SA, Arias 3422, 1430 Buenos Aires, Argentina

Email: charadia@frcu.utn.edu.ar, maumomoscate@yahoo.com.ar, dalibone@frcu.utn.edu.ar, sonia@frcu.utn.edu.ar

Preferencia de presentación (oral o póster): póster

Palabras Claves: nitruración por plasma, AISI 420, desgaste.

Resumen Grafico:



En el gráfico se representan los perfiles de dureza de las muestras nitruradas en distintas condiciones donde puede observarse que el perfil de dureza presenta una caída más gradual en la muestra nitrurada a mayor temperatura, dando mayor profundidad de penetración y espesor de capa. Las muestras correspondientes a este ensayo presentaron mejor comportamiento al desgaste por deslizamiento y erosivo.

Tópico: 21. Películas delgadas y tratamientos de superficie**Influencia de los parámetros de nitruración iónica de corta duración en la resistencia al desgaste de un acero AISI 420**

Raúl Charadia^{a,*}, A. Cabo^b, Mauro Moscatelli^a, Eugenia L. Dalibon^a, Sonia P. Brühl^a

^aGrupo de Ingeniería de Superficies (FRCU- UTN), Ing. Pereira 676, E3264BTD Concepción del Uruguay, Argentina

^bIONAR SA, Arias 3422, 1430 Buenos Aires, Argentina

*Autor correspondiente: charadia@frcu.utn.edu.ar

ABSTRACT

Martensitic stainless steels are used in petrochemical and hydraulic industry where good mechanical properties and high wear resistance are required. As it is well known, plasma nitriding has proved to be an effective surface modification method for hardening these steels. However, all the nitriding processes take about 10 hours or more. In this work, the wear behaviour of a nitrided layer obtained under two different conditions (5 hs, 390 °C and 420 °C) was studied and compared to the traditional process (10 hs, 390 °C). Microstructure was analysed, surface hardness was measured and also a hardness depth profile was assessed. The wear behaviour was evaluated through pin-on-disk and erosion tests. The nitrided layer was thicker and nitrogen penetration was deeper in the nitrided sample at higher temperature than in the other samples. Its behaviour in pin on disk tests was better and erosion tests showed that its wear resistance was not only related to surface hardness but also to hardness profile in depth.

Keywords: Plasma nitriding, AISI 420, wear

RESUMEN

Los aceros inoxidables martensíticos son frecuentemente utilizados en la industria petroquímica e hidráulica y toda aquella donde se requiera un acero inoxidable con buenas propiedades mecánicas y alta resistencia al desgaste. La nitruración asistida por plasma ha probado ser un método de modificación superficial eficaz para endurecer este tipo de aceros, sin embargo, como es ampliamente conocido en todos los casos los procesos son de larga duración (aproximadamente 10 horas o más). En este trabajo se estudió el comportamiento al desgaste de las capas nitruradas obtenidas con un tratamiento de nitruración de 5 horas de duración y dos temperaturas de tratamiento diferentes. Se midió dureza en superficie y en profundidad. Se analizó la microestructura y se evaluó el comportamiento al desgaste mediante ensayos de pin on disk y de erosión. El espesor de capa y la profundidad de penetración de nitrógeno fueron mayores en la muestra nitrurada a mayor temperatura y 5 horas de duración. El comportamiento en los ensayos de pin on disk fue mejor en la muestra nitrurada a mayor temperatura y en los ensayos de erosión la tendencia demuestra un comportamiento que se relaciona no sólo con la alta dureza superficial de las muestras tratadas sino con el decaimiento gradual del perfil de dureza en profundidad.

Palabras Clave: nitruración por plasma, AISI 420, desgaste.

1. Introducción

Los aceros inoxidables martensíticos son utilizados en la industria como partes de máquinas o equipos, álabes de turbinas, válvulas, instrumentos quirúrgicos y cuchillería donde se requiere buena resistencia al desgaste y a la corrosión.

Para mejorar las propiedades superficiales sin afectar las propiedades máscas se pueden utilizar tratamientos de modificación superficial asistidos por plasma como la nitruración iónica. La nitruración iónica permite endurecer la superficie de los aceros mediante la difusión de nitrógeno en las capas superficiales, donde queda en solución o forma compuestos. Este proceso de modificación superficial es de alta flexibilidad debido al control que se puede ejercer sobre las variables que intervienen en el mismo y determinan los resultados [1,2].

En el acero inoxidable martensítico AISI 420 posteriormente a la nitruración se forma una zona modificada que retiene la estructura martensítica más tensionada llamada "martensita expandida" según lo reportado en la literatura [3].

Las características y propiedades de la capa nitrurada dependen de las condiciones de proceso, dado que pueden precipitar nitruros de hierro y de cromo. Estos últimos afectan el comportamiento la corrosión debido a que reducen el cromo libre para formar la capa de óxido pasivante [4]. Si bien hay trabajos publicados de nitruración de acero inoxidable martensítico AISI 420, la información no es tan abundante como para los aceros inoxidables austeníticos. Se ha estudiado la influencia de la temperatura, el tiempo y el porcentaje de gases en la microestructura de la capa nitrurada, su comportamiento al desgaste y a la corrosión pero no se han hallado parámetros que permitan obtener una capa resistente al desgaste y a la corrosión simultáneamente [4-6].

Además, en todos los casos estudiados, los tratamientos de nitruración iónica sobre acero inoxidable martensítico AISI 420 fueron de larga duración entre 10 y 20 horas, lo cual implica consumo de energía y consecuentemente resulta poco eficiente. En este trabajo se estudia el comportamiento mecánico del acero inoxidable AISI 420 nitrurado en distintas condiciones de corta

duración y se lo compara con el mismo acero nitrurado del modo tradicional durante 10 horas.

2. Experimental

El material utilizado fue acero inoxidable AISI 420 cuya composición 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 21,5 mm de diámetro.

El tratamiento térmico consistió en lo siguiente: las probetas fueron sometidas a un precalentamiento a 800°C durante 15 minutos, luego se llevaron a 1030°C durante 30 minutos, fueron templadas en aire agitado, y luego se realizaron dos revenidos a 260°C durante 2 horas.

La nitruración por plasma se llevó a cabo en tres condiciones diferentes según se detalla en la tabla 1.

Nitruración	Parámetros	Denominación
Condición 1	20% N ₂ , 390 °C, 10hs	N1
Condición 2	20% N ₂ , 390 °C, 5 hs	N2
Condición 3	20% N ₂ , 420 °C, 5 hs	N3

Tabla 1. Parámetros de nitruración

Se midió dureza en superficie y en profundidad con un microdurómetro Shimadzu con indentador Vickers y cargas de 25 g. Se observó la microestructura de la zona tratada con microscopio óptico y se analizó por difracción de rayos X con radiación de cobre y geometría de Bragg-Brentano.

Para evaluar el comportamiento al desgaste se realizaron ensayos en situación de deslizamiento, el ensayo pin on disk, con una carga de 5 N, radio de la huella de 6 mm y una longitud de 500 m, utilizando como contraparte una bolilla de alúmina con un diámetro 6 mm. También ensayos de erosión en una máquina construida en el GIS (UTN-FRCU), en la que se colocan las probetas frente a un flujo de agua y arena AFS 50 en suspensión, durante 8 horas a un ángulo de flujo de 60° con la normal al plano de la probeta. Se evaluó la pérdida de masa con pesadas antes y después del ensayo con una precisión de 0,1 mg. Las probetas erosionadas se examinaron mediante comparación óptica de las imágenes reveladas con el contacto plano de azul de Prusia para contrastar con la superficie de la erosionada y así estimar el área desgastada.

3. Resultados y Discusión

3.1. Dureza y microestructura

La dureza del acero AISI 420 templado y revenido fue de 550 HV y posteriormente a la nitruración la dureza superó los 1000 HV en las tres condiciones de nitruración (tabla 2).

Muestras	Espesor de capa (µm)	Dureza (HV)
N1	13,7	1066 ± 27
N2	11,5	1122 ± 55
N3	15,5	1130 ± 54

Tabla 2. Resultados de nitruración

En cuanto a la dureza en profundidad, los valores decrecen hasta alcanzar la dureza del material base siguiendo una curva que depende fundamentalmente de la temperatura (Figura 1), dado que el porcentaje de gases fue el mismo en todos los ensayos. La profundidad de penetración fue mayor en la muestra N3, el decrecimiento de los valores de dureza con la profundidad fue más gradual en las demás muestras.

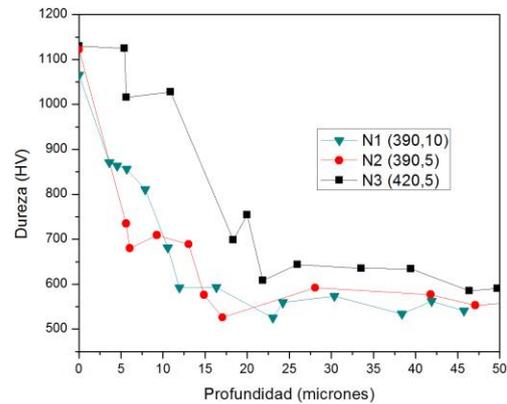


Fig. 1. Perfiles de dureza en profundidad

El espesor de capa en la probeta N1 fue lógicamente mayor al de la probeta N2, ensayo de menor duración e igual temperatura, pero en la muestra N3, de corta duración pero mayor temperatura, se obtuvo una capa de mayor espesor, donde se hace muy notable la mayor velocidad de difusión con el aumento de la temperatura. Con respecto a la microestructura, como resultado de la nitruración se obtuvo una zona modificada que se ve blanca al atacarla con el reactivo de Vilella y corresponde a una región de “martensita expandida” [6], hacia el interior del material 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.

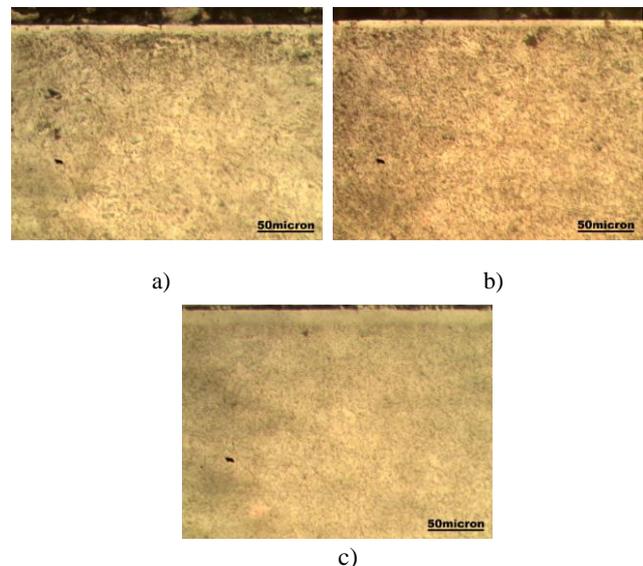


Fig. 2. Micrografía óptica 400x de la capa nitrurada, a) N1, b) N2, c) N3

Como puede observarse en la figura 2, no se detectaron regiones oscuras, que suelen corresponder a la formación de compuestos de nitrógeno sin embargo, por difracción de rayos X con radiación de cobre, se detectaron nitruros de cromo y de hierro en todas las muestras (Figura 3). Con esta radiación la profundidad de penetración fue aproximadamente de 2 μm , lo cual indicaría que en la cercana superficie, la estructura de las tres muestras fue similar.

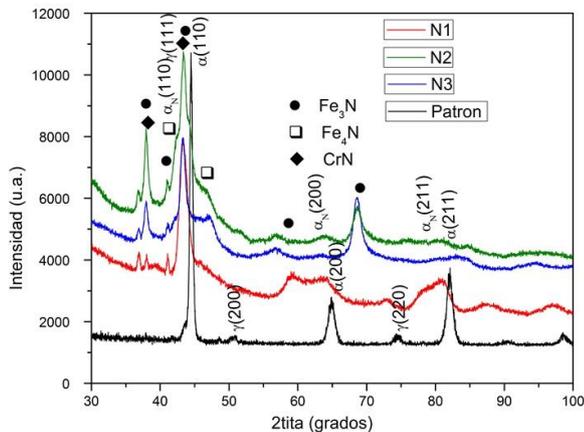


Fig. 3. Difractogramas de las diferentes muestras.

3.2 Comportamiento al desgaste

En los ensayos de pin on disk, el coeficiente de fricción resultó similar para todas las muestras y para el acero sin nitrurar. El tratamiento de nitruración no produce una mejora notable en el coeficiente de fricción respecto del acero sin tratar como se observa en la Tabla 3.

Muestras	Profundidad de ka huella (μm)	μ
N1	2,2	0,8
N2	3,1	0,856
N3	1,1	0,813
Patrón	3,4	0,831

Tabla 3. Resultados de los ensayos de pin on disk

En cuanto al desgaste, la profundidad de la huella fue mayor en la muestra N2 que corresponde a la nitruración de menor temperatura y menor tiempo donde la capa fue de menor espesor (tabla 3).

Si bien en todos los casos, la profundidad de la huella fue inferior al espesor de la capa nitrurada, en la muestra N3 probablemente ésta resultó más homogénea y por su espesor brindó mayor soporte de carga, dado que presentó mejor resistencia en este ensayo, como puede observarse en la Figura 4. En todos los casos, no se observan en la superficie crestas a los costados de las huellas, lo cual indicaría que no hubo deformación plástica sino remoción de material, indicando que la capa blanca presentó un comportamiento frágil.

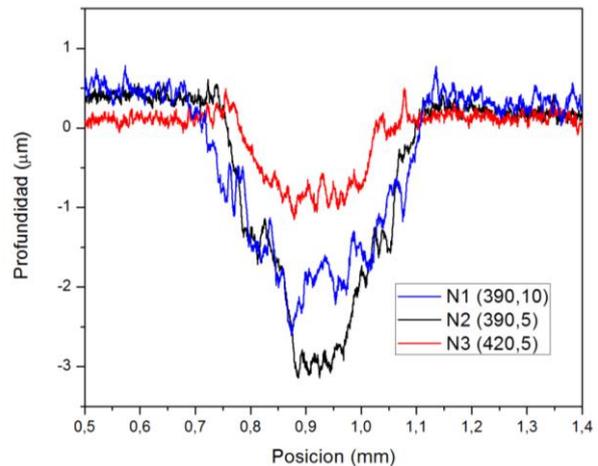


Fig. 4. Perfiles de las huellas de pin on disk

En los ensayos de erosión, la pérdida de masa fue menor en la muestra N3 (Figura 5), la cual tuvo mayor espesor de capa blanca, un perfil de dureza más profundo y con decrecimiento de los valores de dureza más gradual. El mejoramiento de la resistencia a la erosión puede ser resultado de los efectos combinados de la microestructura, la alta dureza superficial y la mayor resistencia a la deformación plástica que presenta la capa nitrurada [7].

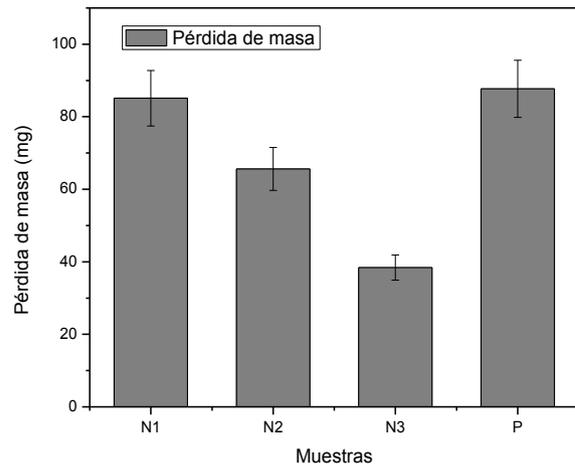


Fig. 5. Gráfico de pérdida de masa en el ensayo de erosión

Para analizar los resultados no sólo se tuvo en cuenta la pérdida de masa sino además se identificó el área desgastada para poder estimar la profundidad de la huella de erosión, usando la técnica de contacto plano con azul de Prusia.



Fig. 6. Fotos del resultado de contacto plano con azul de Prusia

Este ensayo se lee de la siguiente manera: la mayor área azul corresponde a menor área erosionada. La profundidad de erosión se estimó, en todos los casos, como mayor al espesor de la capa

niturada (Fig. 6). Sin embargo se observa que otra vez la muestra N3 presentó un mejor resultado en cuanto a erosión. Esto se puede explicar porque presentó una zona de difusión de mayor espesor con una caída gradual del perfil de dureza, en cambio tanto en las muestras N1 como N2 la capa nitrurada fue más delgada y la caída de dureza abrupta a los pocos micrones de la superficie.

4. Conclusiones

Como se revela a partir de los resultados, se puede concluir que un ensayo de nitruración corto y a una temperatura de 420 °C permite obtener una capa de mayor espesor que los tratamientos largos tradicionales, generando mayor resistencia al desgaste por deslizamiento y erosivo sin reducir la dureza superficial ni modificar el coeficiente de fricción. En el futuro, resta evaluar el comportamiento a la corrosión de esta capa y realizar un análisis microestructural más detallado.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Ing. Sebastian Slawick (Univ. Saarland, Alemania) por la realización de las mediciones de difracción de rayos X, a la Empresa IONAR S.A. (Argentina) por la colaboración en los experimentos de nitruración y a los becarios

del Grupo GIS (UTN) por la preparación de muestras y realización de los ensayos.

REFERENCIAS

- [1] ASM Handbook, Vol. 5: "Surface Engineering"; **1999**, ASM International.
- [2] T. Czerwicz, N. Renevier, et al. "Low-temperature plasma-assisted nitriding". Surf. Coat. Technol. **2000** 131 (1-3) 267-277.
- [3] S. K. Kim, J. S. Yoo, et al. "Characteristics of martensitic stainless steel nitrided in a low-pressure RF plasma". Surf. Coat. Technol. **2003** 163-164 380-385.
- [4] Y-T. Xi, D-X. Liu, et al. "Improvement of corrosion and wear resistances of AISI 420 martensitic stainless steel using plasma nitriding at low temperature" Surf. Coat. Technol. **2008** 202 (18) 2577-2583.
- [5] P. Corengia, G. Ybarra, et al. "Microstructure and corrosion behaviour of DC-pulsed plasma nitrided AISI 410 martensitic stainless steel" Surf. Coat. Technol. **2004** 187 (1) 63-69.
- [6] D. Peix, M. A. Guitart, et al. "Desgaste por erosión en acero inoxidable AISI 420 nitrurado por plasma" Rev. Mat. **2005** 10 205-212.
- [7] Y-T. Xi, D-X. Liu, et al. "Improvement of erosion and erosion-corrosion resistance of AISI420 stainless steel by low temperature plasma nitriding". Appl. Surf. Sci. **2008** 254 5953-50