

COMPORTAMIENTO AL DESGASTE Y CORROSIÓN DE UN RECUBRIMIENTO TiN POR PBII&D DEPOSITADO SOBRE AISI 316L NITRURADO

Ignacio. Tabares¹; Diego. Poletto¹; Damián. Riehme¹; Laura Vaca¹

¹Grupo Ingeniería de Superficie Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Concepción del Uruguay, Concepción del Uruguay, Argentina.

ignatabares@gmail.com; diegoarielpoletto@gmail.com; dami007@gmail.com; laurasvaca@gmail.com

Tópico: T06. Ciencia y tecnología de superficies. **Categoría:** C1. Estudiante de Grado

Resumen

El acero inoxidable AISI 316L, muy solicitado por la industria química y papelera, entre otras, posee una excelente resistencia a la corrosión pero baja dureza y alto coeficiente de fricción, por lo que es necesario mejorar sus propiedades tribológicas a fin de ampliar su rango de aplicación. En este trabajo se evaluó la adhesión, resistencia al desgaste y corrosión de un recubrimiento de nitruro de titanio (TiN) obtenido por Plasma Based Ion Implantation and Deposition (PBII&D) combinado con temperatura y depositado sobre AISI 316L nitrurado por plasma. Se analizó la microestructura de los recubrimientos por difracción de Rayos X, microscopía óptica y electrónica de barrido. Se probó la adhesión de los recubrimientos por el método de Indentación Rockwell C y Scratch Test con carga constante. El comportamiento al desgaste se evaluó con el ensayo de pin-on-disk, las huellas se observaron con microscopía óptica y se tomaron registro de los perfiles con perfilómetro mecánico. Las muestras dúplex se sometieron a los ensayos de niebla salina por 100 horas y de polarización anódica para evaluar la resistencia a la corrosión. Los recubrimientos TiN por PBII&D con resistencia calefactora presentaron espesores de entre 1,5 μm y 2,5 μm y muy buena adhesión, soportando cargas de 30 N en el test de scratch e indentaciones RC con 150 kg sin desprenderse, mejoraron la resistencia al desgaste respecto a los no polarizados y las pruebas de corrosión evidenciaron que los recubrimientos son químicamente inertes, mientras que las muestras nitruradas presentaron signos de corrosión.

Palabras clave: AISI 316L, recubrimientos TiN, PBII&D, desgaste, corrosión

Keywords: AISI 316L, TiN coatings, PBII&D, wear, corrosion

1. Introducción

El acero inoxidable austenítico AISI 316L, es muy solicitado en la industria, alimenticia, farmacéutica, química y para aplicaciones biomédicas. Su baja dureza y elevado coeficiente de fricción limitan sus aplicaciones, por lo que es necesario tratarlos a fin de mejorar sus propiedades tribológicas sin resentir sus propiedades anticorrosivas y aumentar su vida útil [1-3].

La nitruración iónica es un tratamiento de difusión termoquímica asistido por plasma que modifica las capas superficiales del material. Si el nitrógeno permanece en solución sin formar nitruros, se eleva la dureza superficial del material y mejorando su resistencia al desgaste sin resentir sus propiedades anticorrosivas [4-5].

Los recubrimientos PVD de nitruro de titanio (TiN), obtenidos a partir de un arco catódico poseen un bajo coeficiente de fricción y elevada dureza, aumentando la resistencia al desgaste del material tratado [6,7].

Los tratamientos "dúplex" consisten en la aplicación sucesiva de dos tratamientos superficiales, a fin de obtener propiedades que no pueden alcanzarse con una sola técnica [8,9]

La implantación iónica es un proceso que ha sido estudiado y aplicado con muy buenos resultados en numerosas áreas. Esta técnica puede crear una interfase progresiva entre la superficie y el material base. Cuando la deposición es

combinada con implantación, polarizando la pieza a un potencial altamente negativo, se logra un tratamiento superficial que cuando la alta tensión no es aplicada los iones se adhieren a la superficie formando una película y cuando se aplican los pulsos de alta tensión negativa, los iones son implantados y este proceso se conoce como Plasma Based Ion Implantation and Deposition (PBII&D) [10-12].

En este trabajo se presentan los resultados de adhesión, resistencia al desgaste y a la corrosión de recubrimientos bicapa de Ti-TiN depositado por la técnica por PBII&D con fuente calefactora sobre muestras nitruradas, nombradas como (NDIT) y se compara con los resultados presentados en un trabajo anterior de muestras solo nitruradas (N), recubiertas no polarizadas ni calefaccionadas (ND), recubiertas no polarizadas y calefaccionadas (NDT) y polarizadas no calefaccionadas (NDI) [13].

2. Metodología

Las muestras fueron cortadas de una barra cilíndrica de acero inoxidable austenítico AISI 316L. Se rectificaron y se lijaron hasta granulometría 1000.

Todas las muestras fueron nitruradas en un equipo experimental, diseñado y construido en GIS – UTN-FRCU, en un proceso de 6 horas, en una atmósfera de 24% N₂-H₂, 600 Pa y 400 °C. Se realizó un sputtering previo en una atmósfera de 60% Ar-H₂ durante 3 horas a fin de remover el

óxido pasivante de la superficie, característico de este tipo de aceros.

Los recubrimientos bicapa de nitruro de titanio (Ti-TiN) sobre las muestras nitruradas se realizaron en un equipo experimental del Instituto de Física del Plasma (INFIP – UBA - CONICET) y se obtuvieron por la técnica PVD en un plasma generado por una descarga de arco catódico de 100 A de corriente, entre un cátodo de titanio de grado 2 (99,6% Ti) y el ánodo, con la pieza situada a 20 cm del cátodo y polarizada a -6 kV, 200 Hz de frecuencia y 50 μ s de ancho de pulso, adicionando una fuente de calefacción de 300°C. Se realizó una descarga en vacío de 2 min para obtener la intercapa de Ti y, posteriormente, se introdujo un flujo de N₂ y se realizaron cuatro descargas de 3 min cada una para crecer la película de TiN.

La microestructura se analizó por Difracción de Rayos X (XRD) en la geometría Bragg Brentano, microscopía óptica (OM) y electrónica de barrido (SEM).

A todas las muestras recubiertas se les probó la adhesión con Scratch Test con carga constante e indentación Rockwell C.

Para probar la resistencia al desgaste se sometieron las muestras al ensayo de Pin-on Disk (POD), con carga de 1N, recorrido de 500 m y, como contraparte, se usó una bolilla de alúmina de 6 mm de diámetro. Se tomaron perfiles con un perfilómetro mecánico y se graficaron con software-

Se practicó el test de hisopado con una solución de sulfato de cobre pentahidratado (CuSO₄ +.5H₂O) como sugiere la norma ASTM A967 en su práctica “D”, que al depositar revela la presencia de hierro libre en la superficie, lo que origina una falla en la capa de óxido pasivante del material. La resistencia a la corrosión por picado se evaluó mediante el ensayo de polarización anódica, que permite determinar si un metal es susceptible a la corrosión uniforme o al ataque localizado, según norma ASTM G 61 – 86 (98), utilizando como electrodo de trabajo la probeta a ensayar, electrodo auxiliar de platino, electrodo de referencia de calomel saturado (SCE) y velocidad de barrido de 1 mV/s, sobre dos muestras de cada condición con tres puntos en cada una. Se probó la resistencia a la corrosión generalizada de las muestras con el ensayo de niebla salina por 100 horas, en una cámara diseñada y construida en el GIS, según norma ASTM B117.

3. Resultados

3.1 Microestructura

Las muestras nitruradas presentaron una capa bien diferenciada del material base de (6.5 ± 0.5) μ m de espesor y (740 ± 20) HV_{0.05} de dureza superficial.

Los recubrimientos presentaron espesores entre 1.5 y 2.5 μ m, como puede observarse en la imagen SEM de la Fig. 1.

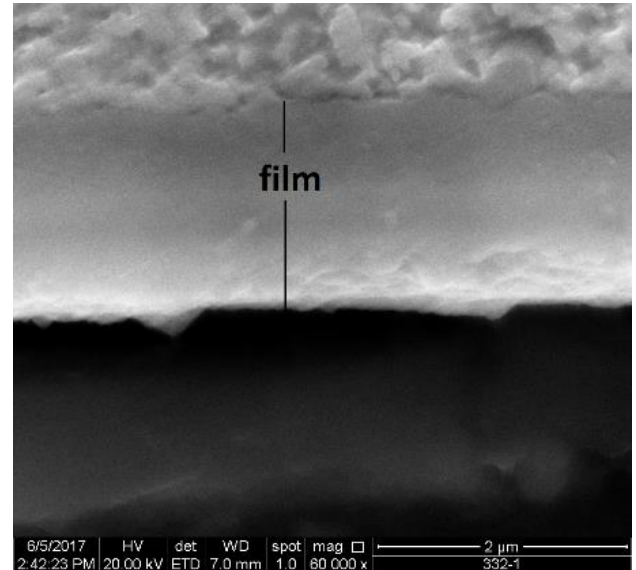


Figura 1. SEM espesor film NDIT 60000x

En el difractograma presentado en la figura 2, se observan los picos característicos del TiN, los dos primeros del Ti, correspondientes a la intercapa y los propios al sustrato nitrurado y material base.

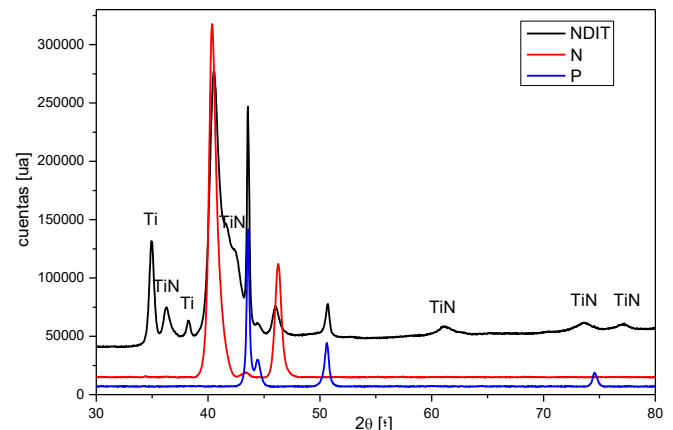


Figura 2. XRD muestras NDIT, N y P

3.2 Adhesión del recubrimiento

Las pruebas de scratch test a las cargas de 10 N y 20 N deformaron el recubrimiento sin desprenderlo, mientras que con la carga de 30 N se produjeron pequeñas delaminaciones alrededor de la huella, como puede observarse en la figura 3.

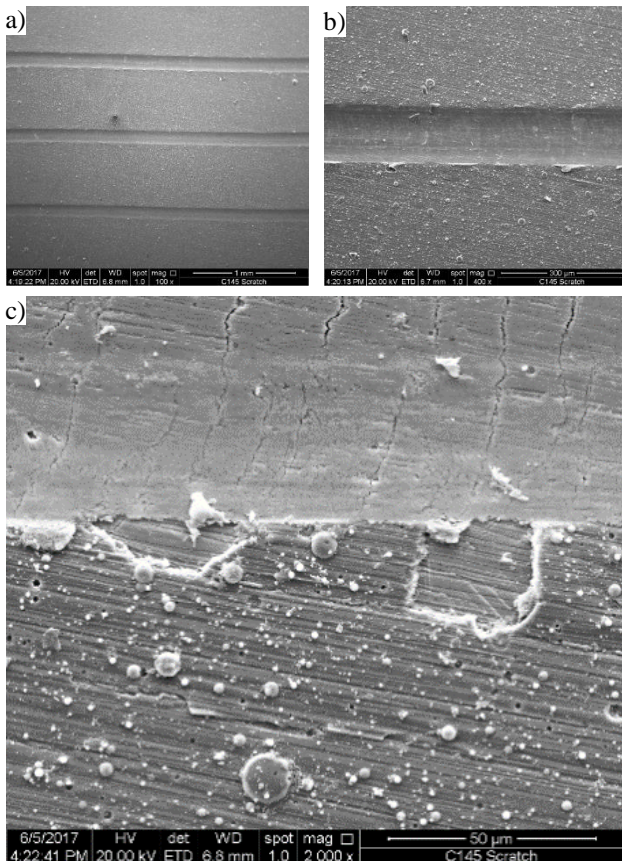


Figura 3. Imágenes SEM NDIT huellas de scratch test con cargas de: a) 10 N (inferior), 20 N (central) y 30 N (superior) 100x; b) 30 N 400x; c) 30 N 2000x

Las indentaciones RC de las imágenes a) y b) de la figura 4 muestran una pequeña delaminación con la carga de 150kg, correspondiendo a una condición HF 2 de la norma VDI 3198, pudiéndose considerar aceptable bajo los criterios de la misma y mejorando la adhesión respecto de las muestras ND, NDI y NDT, en las que sólo la NDT resultó aceptable, correspondiéndose a una condición H3 [13].

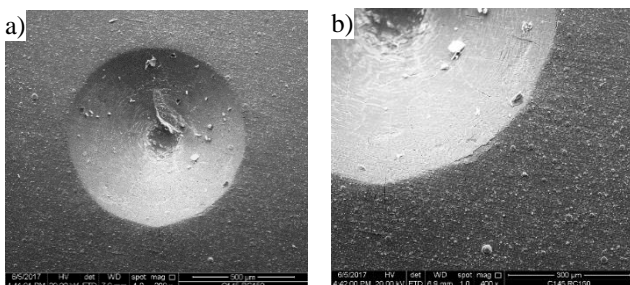


Figura 4: Imágenes SEM NDIT RC 150 kg, a) 200x; b) 400x

3.3 Corrosión

Ninguna de las muestras recubiertas se afectó luego de someterlas al test de hisopado, lo que indicaría que el film es homogéneo.

En la figura 5, que muestra las curvas de polarización anódica y en la tabla 1, que se presentan los datos cuantitativos de las mismas; puede observarse que el mejor comportamiento a la

corrosión por picado corresponde a la muestra con implantación NDIT ya que presenta el potencial de corrosión E_{corr} mas electropositivo y el mayor potencial de ruptura (o breakdown) E_{bk} , superior a los 1000 mV.

Luego le sigue la muestra NDI y con potenciales de corrosión (E_{corr}) positivos y potenciales de ruptura o breakdown superiores a 1000 mV

Si bien la curva de la NDI se desarrolla intensidades de corriente algo mayores presenta potencial de corrosión (E_{corr}) positivo y potencial de ruptura o breakdown superior a 1000 mV, con la misma pendiente que la NDIT. En cambio, la NDT soportó una mínima diferencia de potencial.

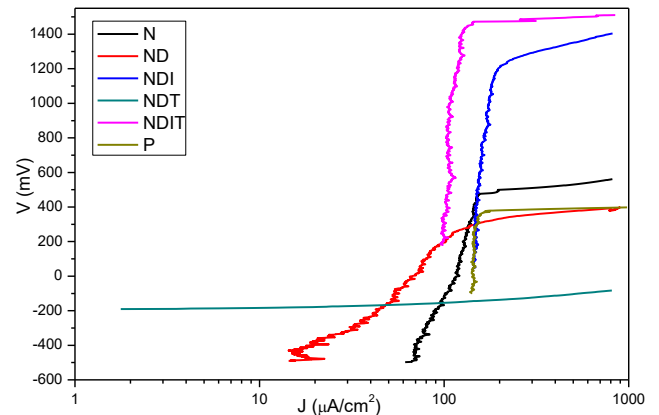


Figura 5. Curvas polarización anódica de muestras P, N, ND, NDT, NDI y NDIT

Tabla 1. Datos cuantitativos ensayo polarización anódica

Muestra	E_{corr} vs SCE [mV]	j_{pas} 100mV [$\mu A/cm^2$]	E_{bk} vs SCE [mV]	$E_{bk}-E_{corr}$ vs SCE [mV]
P	-100	144	377	477
N	-517	121	484	1001
ND	-478	80	300	778
NDT	-190	-	-180	10
NDI	41	146	1234	1193
NDIT	202	-	1469	1267

En las fotos de la superficie de las muestras que se sometieron al ensayo de niebla salina de la figura 6; se observa que la muestra N (b) experimentó deterioro corrosivo, mientras que las muestras P (c) y NDIT (a), no mostraron signos de corrosión.



Figura 6. Fotos superficie expuesta al ensayo de niebla salina de muestras, a) NDIT, b) N; c) P

3.4 Desgaste – Pin on disk

Los perfiles de las huellas de desgaste por pin-on-disk que se muestran en la figura 7 evidencian que la menor profundidad corresponde a la huella de la muestra NDIT.

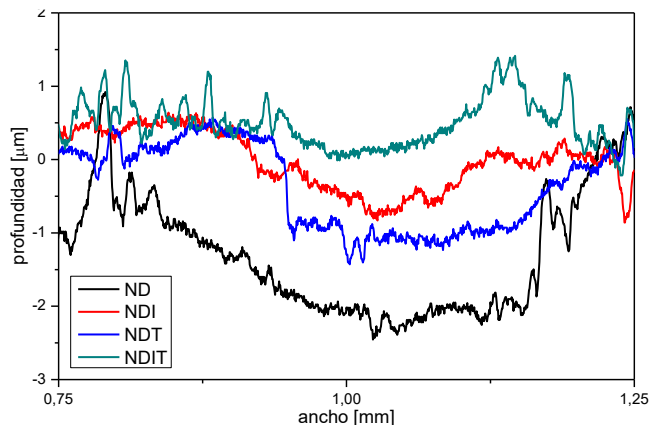


Figura 7. Perfiles huellas POD muestras ND, NDI, NDT y NDIT

Tabla 2. Datos cuantitativos ensayo pin-on-disk

Muestra	Coef. Fricción	Prof. huella (µm)	Vol. Perdido (10 ⁻³ mm ³)	Tasa de desgaste (10 ⁻⁶ mm ³ /Nm)
NDIT	0,614	0,9	2,1	5,0
ND	0,955	2,6	16	30,4
NDI	0,794	1,7	9,4	18,3
NDT	0,806	2,1	10,4	20,4

De los datos presentados en la tabla 2 se observa que el coeficiente de fricción y el volumen perdido de la muestra NDIT son significativamente menores que los de las demás condiciones, evaluadas en un trabajo previo [13]. La mejora en el comportamiento al desgaste de las muestras NDIT podría deberse a una mejora de la adhesión respecto de las otras condiciones de recubrimiento.

4. Conclusiones

De la combinación de implantación y temperatura en el proceso PBII&D aplicado sobre muestras previamente nitruradas se obtuvieron recubrimientos muy bien adheridos y químicamente inertes.

Los recubrimientos NDIT mejoraron la resistencia al desgaste respecto a los obtenidos sin la combinación de implantación y temperatura.

Para el futuro se piensa realizar ajustes de los parámetros del proceso, con el objeto de lograr recubrimientos de mayor espesor que resistan ensayos de desgaste más severos. Además, está previsto realizar estudios que permitan observar los defectos que puedan presentar las distintas condiciones de recubrimiento.

Agradecimientos

Al Servicio de Microscopía Electrónica del INTI por las imágenes SEM.

Al Dr. Daniel Vega CNEA por las mediciones de DRX.

A la Dra. Adriana Márquez y al Lic. Juan P. Quintana INFIP por la producción de los recubrimientos y la discusión acerca de ellos.

Al Ing. Mauro Moscatelli por los ensayos de corrosión.

A los becarios del GIS que colaboraron con la preparación de muestras y ensayos de desgaste.

Al apoyo económico de la UTN – FRCU.

Referencias

- [1] ASM Handbook Vol. 5: *Surface Engineering*, ASM Int. (1994).
- [2] ASM Handbook Vol. 1: *Properties and selection of Irons, Steels, and High-Performance Alloys*, ASM Int. (1991).
- [3] A. J. Sendriks, *Corrosion of Stainless Steel*, Wiley & Sons, 2nd. edición (1996).
- [4] H. Michel, T. Czerwiec, M. Gantois, D. Ablitzer and A. Ricard, *Surface and Coatings Technology* **72** (1995), 103-111.
- [5] Linda Gil, Sonia Brühl, Lorena Jiménez, Ovidio Leon, Rafael Guevara y Mariana H. Staia, *Surface and Coatings Technology* **201** (2006), 4424-4429.
- [6] R. L. Boxman, P. J. Martin, D. M. and Sanders, *Handbook of Vacuum Arc Science and Technology*, New Jersey: Noyes Publications, (1995)
- [7] H. Bruzzone, H. Kelly, A. Márquez, D. Lamas, A. Ansaldi, C. Oviedo, *Plasma Source Sci. and Technol.* **5** (1996), 582-587.
- [8] T. Bell, H. Dong and Y. Sun, *Tribology* **31** (1998) 127-137.
- [9] W. Wu, X. Li, J. Chen, H. Dong, *Surface and Coatings Technology* **203** (2009) 1273-1280.
- [10] D. Sanders, A. Anders, *Surface and Coatings Technology* **133-134** (2000) 78-90.
- [11] T. R. Rautray, R. Narayanan, Kyo-Han Kims, *Progress in Materials Sci.* **56** (2011) 1137-1177.
- [12] L. S. Vaca, A. Márquez, S. P. Brühl, *Journal of Physics: Conference Series* **370** (2012), 012032.
- [13] Diego A. Poletto, Ignacio J. Tabares, L. S. Vaca, S. P. Brühl, *Libro de Actas CyTAL, EdUTecNe, Universidad Tecnológica Nacional* (2016), 289-294. ISBN: 978-987-1896-61-5.