

6° Encuentro de Jóvenes Investigadores en Ciencia y Tecnología de Materiales - JIM 2017
San Martín, Provincia de Buenos Aires, 17 y 18 de agosto 2017

ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO AL DESGASTE DE ACERO INOXIDABLE AUSTENÍTICO AISI 316L TRATADO SUPERFICIALMENTE MEDIANTE NITRURACIÓN IÓNICA Y LASER PATTERNING

G. S. Schierloh¹, S. P. Brühl¹, M. A. Guitar²

¹Grupo de Ingeniería de Superficies. Universidad Tecnológica Nacional Facultad Regional Concepción del Uruguay.
Ing. Pereira 676, E3260 Concepción del Uruguay, Argentina. schierloh.gonzalo@gmail.com,
sonia@frcu.utn.edu.ar

²Departamento de ciencia de materiales, Universidad de Saarland Campus D3.3, D66123 Saarbrücken, Germany.
magustinag@gmail.com

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

Resumen

Los aceros inoxidable austeníticos son muy utilizados tanto en la industria alimenticia como en la médica, ya que es necesario utilizar materiales con excelente resistencia a la corrosión. Sin embargo, sus propiedades tribológicas son malas, tienen un alto coeficiente de fricción y de baja dureza, por lo que existe el riesgo de que se produzca deterioro en las piezas o incluso rotura.

En este trabajo se presenta el estudio del comportamiento al desgaste de un acero inoxidable austenítico 316L tratado mediante nitruración iónica y estructuración por láser utilizando la técnica llamada "laser patterning". El objetivo de este trabajo es encontrar el período y orientación de los mismos que mejor se comporte en condiciones de desgaste por deslizamiento.

Para caracterizar las muestras se les midió dureza en superficie. Se analizó la superficie de las probetas estructuradas utilizando un microscopio electrónico de barrido y se realizaron cortes con un haz de iones enfocado. Se realizaron ensayos de desgaste a las probetas tratadas en un tribómetro lineal con una bolilla de alúmina como contraparte. Luego utilizando interferómetro de luz blanco y microscopio confocal se analizaron y midieron las huellas dejadas en los ensayos de desgaste. Con estos datos se calcularon los volúmenes perdidos de cada huella utilizando una aproximación matemática. Se cortaron e incluyeron las muestras para poder observar su microestructura utilizando microscopía óptica y se midió la capa modificada durante la nitruración. Se discute la utilidad del uso combinado de estas técnicas y el grado en que mejora en el comportamiento al desgaste del material tratado.

Palabras clave: Acero inoxidable austenítico, nitruración asistida por plasma, láser patterning, desgaste sin lubricación, fricción.

Keywords: Austenitic stainless Steel, plasma nitriding, laser patterning, dry wear, friction.

1. Introducción

Los aceros inoxidable austeníticos son ampliamente utilizados tanto en la industria alimenticia como en la médica debido a su excelente resistencia a la corrosión. Sin embargo, éstos tienen pobres propiedades tribológicas ya que son materiales con poca dureza y con altos coeficientes de fricción, lo que conlleva al deterioro de las piezas fabricadas con ellos disminuyendo su vida útil y pudiendo llegar hasta la rotura en caso de no realizarse el correspondiente mantenimiento [1,2].

Existen distintos tratamientos capaces de mejorar estas propiedades, tales como la nitruración y la nitrocarburoación. La nitruración asistida por plasma es un tratamiento termoquímico en el cual una descarga eléctrica sobre un gas a baja presión origina y mantiene un plasma. Esto permite endurecer las capas superficiales de los aceros mediante la difusión de nitrógeno formando compuestos, capa blanca, y quedando en solución en la zona de difusión. Este proceso permite un mejor control de los parámetros y puede llevarse a cabo a menor temperatura que un tratamiento tradicional como la nitruración gaseosa, en los cuales se necesita un

equipo más robusto para soportar las condiciones de ensayo. Esta técnica es capaz de realizarse sobre aceros inoxidable debido a que es posible realizar una etapa previa de sputtering, donde se elimina la capa pasivante de óxido de cromo acelerando iones de argón contra la superficie del material [1-3].

El aumento de dureza en el material que causa esta técnica mejora el comportamiento al desgaste del mismo. Sin embargo, no se logra una reducción en el coeficiente de fricción dado que hay un aumento de rugosidad posterior al tratamiento.

Para mejorar el comportamiento al desgaste sin modificar la composición del material se puede utilizar otro tipo de técnicas como la estructuración superficial utilizando laser patterning. Esta técnica disminuye el coeficiente de fricción reduciendo el área de contacto entre las piezas, esto se logra fundiendo pequeñas cantidades del material utilizando láser. El tratamiento permite generar distintas geometrías en la superficie de la pieza con diferentes períodos de interferencia [4].

Esta técnica se puede combinar con un tratamiento de nitruración posterior. Si bien existen trabajos publicados donde se estudió esta temática, hay parámetros del proceso de estructuración que tienen influencia en la resistencia al desgaste, tales como la orientación de los patterns [4] y el período de texturado de los mismos, que no han sido completamente definidos [4-7].

En este trabajo se investigó el comportamiento al desgaste de un acero inoxidable austenítico 316L tratado por estructuración láser (con tres períodos de interferencia diferentes) y posteriormente nitrurado por plasma.

2. Metodología

Se prepararon probetas de acero inoxidable 316L, cortadas y pulidas. Luego fueron texturadas mediante la técnica de láser patterning [4] en la Universidad de Saarland utilizando un pulso único de 10 ns proveniente de un láser de estado sólido Nd:YAG (Quanta Ray PRO 290), en condiciones atmosféricas normales. El haz del láser primario se divide en dos haces secundarios que interfieren en la superficie de la muestra resultando un pattern lineal sinusoidal. El período (p) del pattern, o período de interferencia, se define como la distancia topográfica que existe entre dos picos consecutivos del pattern. Para este trabajo se utilizaron tres distintos períodos de interferencia, 6, 9 y 12 μm . La geometría de los patterns es lineal, es decir todos los patterns son paralelos entre sí.

A continuación, las muestras fueron enviadas a Concepción del Uruguay para ser tratadas mediante la técnica de nitruración asistida por plasma en un reactor experimental utilizando una descarga DC donde la pieza a tratar actúa como cátodo, bajo las condiciones indicadas en la tabla 1.

Tabla 1.

Tiempo (h)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Tensión (V)	Corriente (mA)	N ₂ (%)	H ₂ (%)
6	400	460	30	25	75

Una vez tratadas todas las muestras se procedió a realizar los ensayos de caracterización y desgaste.

2. 1. Caracterización

Para caracterizar las probetas se les midió dureza en superficie antes y después de la nitruración con un microdurómetro Shimadzu con indentador Vickers, cargas de 50 g y con un tiempo de indentación de 10 segundos. Se realizaron 10 mediciones de dureza en superficie, se obtuvo el promedio y la desviación estándar. Al ser todas las muestras del mismo acero y con el mismo tratamiento de nitruración iónica todas tienen la misma dureza.

Se sacaron fotos con un microscopio electrónico de barrido (SEM) a la superficie de las muestras en las zonas donde fueron estructuradas para evaluar la topografía de las mismas.

Se realizaron cortes con un SEM equipado con FIB (Focused Ion Beam) para poder medir el espesor de la capa nitrurada y evaluar el efecto de la nitruración sobre los patterns.

Una de las muestras se cortó e incluyó en resina fenólica para realizar el análisis metalográfico utilizando

microscopio óptico. Para revelar la microestructura de la capa nitrurada primero se pulió la superficie y luego se la atacó con el reactivo de marble.

2. 1. Desgaste

Para evaluar el comportamiento al desgaste de las probetas se las sometió a ensayos con un tribómetro lineal en la Universidad de Saarland. Se realizaron ensayos de forma paralela y perpendicular a las líneas del pattern para comparar su comportamiento al desgaste. El ensayo se realizó utilizando una bolilla de 5 mm de diámetro de alúmina como contraparte, una carga de 5 N, 600 ciclos con una amplitud de 5 mm con una velocidad de 1 cm/s. Este equipo también permite controlar la temperatura y la humedad a la que se realizan los ensayos, los cuales se hicieron a 25 $^{\circ}\text{C}$ y 45% de humedad. Los datos del coeficiente de fricción los toma una computadora conectada al equipo.

Para aumentar la precisión de los resultados en cada muestra se realizaron 3 ensayos de forma perpendicular a las líneas del pattern, 3 en paralelo a ellas y 1 fuera de la zona texturada, donde las muestras solo están nitruradas para usarlas como referencia. Por lo que cada probeta tiene un total de 7 huellas de desgaste.

Para medir el área de las huellas desgastadas se analizaron con un interferómetro de luz blanca (WLI), que permitió determinar el ancho y la profundidad de las mismas. Para calcular el volumen desgastado fue necesario encontrar el largo de las huellas utilizando un microscopio confocal.

Además, las huellas de desgaste fueron observadas con microscopio confocal para evaluar el daño producido durante el ensayo.

3. Resultados

3. 1. Dureza y microestructura

La dureza de las muestras luego del tratamiento de nitruración aumentó en casi 300% llegando hasta un valor de 650 HV como se muestra en la tabla 2. El tratamiento de nitruración permite aumentar la dureza superficial del material como ha sido reportado en la literatura [1,2]. En este caso, el tratamiento de nitruración fue corto con respecto a los tratamientos tradicionales de 10 horas y consecuentemente tanto el espesor de la capa como la dureza en superficie resultó menor que la obtenida en esos tratamientos [1,2]. Además, este valor de dureza está influenciado por el sustrato, debido a que la profundidad de la impronta fue superior al 10% del espesor de la capa.

Tabla 2. Valores de Microdureza

Microdureza anterior (HV)	Microdureza posterior (HV)
220 \pm 5	650 \pm 20

Con respecto a la microestructura, la probeta cortada e incluida presenta una capa modificada luego de ser atacada con marble y observarla con el microscopio óptico de un espesor promedio de 4 μm como se puede observar en la

figura 1. Ésta presenta una interfase irregular con el sustrato de acero austenítico.



Figura 1. Microestructura, espesor de capa 4µm.

La capa nitruada corresponde a una fase de austenita expandida por nitrógeno de acuerdo a lo reportado por trabajos previos del grupo GIS (Grupo de Ingeniería de Superficies) [8].

Las fotos tomadas en la superficie de las muestras con el SEM permitieron visualizar la estructura de los patterns y comprobar los periodos de cada uno de ellos como se ve en la figura 2.

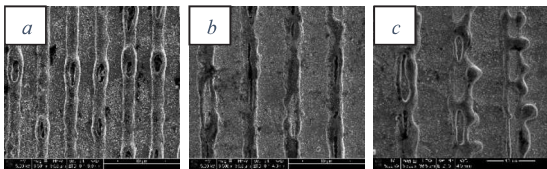


Figura 2. Periodos de interferencia a) 6µm b) 9µm c) 12µm. La profundidad de los patterns fue en promedio de 1µm.

Como puede observarse el texturado presenta irregularidades a lo largo de las líneas de los patterns debidas a las características propias del tratamiento.

Los cortes utilizando el FIB, figura 3, fueron usados para comprobar que los picos generados durante la estructuración láser fueron nitruados en su totalidad y confirmar el espesor de capa nitruada.

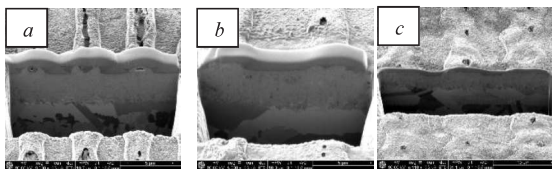


Figura 3. Periodos de interferencia a) 6µm b) 9µm c) 12µm.

3. 2. Desgaste.

En los ensayos de desgaste, las huellas realizadas en las zonas texturadas de las muestras tuvieron en todos los casos un volumen desgastado mayor que en las realizadas sobre la superficie solamente nitruada, como se observa en la figura 5.

Posteriormente a los ensayos, se revisaron las huellas de desgaste tanto en la zona texturada como en la solamente nitruada, donde se observó que estas últimas presentaban una menor cantidad de material acumulado en los extremos de las mismas (figura 4).

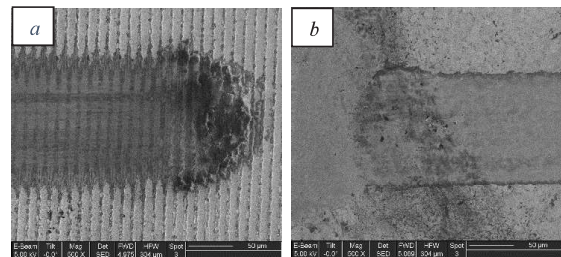


Figura 4. Imágenes del SEM de las huellas de desgaste a) Pattern b) Nitruada.

También puede observarse que en las zonas texturadas hubo mayor daño por desgaste dado que las huellas son más anchas y profundas. Es posible que parte de material de las líneas de pattern se haya desprendido durante el ensayo, produciendo desgaste abrasivo y consecuentemente mayor volumen perdido.

Otra información que es posible obtener de las imágenes es que en los ensayos de desgaste no se eliminaron completamente los valles generados durante la estructuración.

Comparando el desgaste de las huellas en las zonas texturadas con un mismo patrón de interferencia, realizadas con orientación paralela y perpendicular a las líneas del pattern, no se observaron grandes diferencias en lo que a pérdida de volumen se refiere, como puede observarse en la figura 5.

Realizando la comparación entre los volúmenes desgastados de las huellas realizadas con mismo sentido frente a las líneas del pattern, pero con periodos de interferencia diferentes, se encontró que la diferencia de volúmenes para los periodos de 6 y 9 µm están dentro del error de la medida. En cambio, las huellas realizadas sobre las muestras con el período de interferencia de 12 µm tuvieron una pérdida de volumen menor (figura 5).

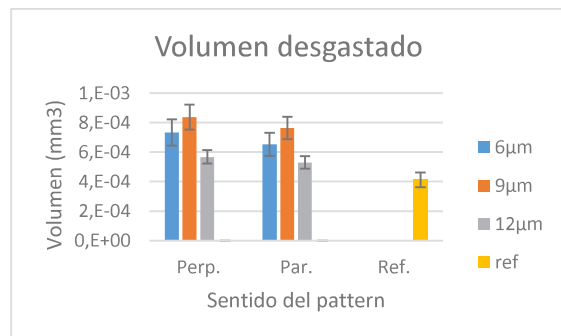


Figura 5. Volumen desgastado.

6° Encuentro de Jóvenes Investigadores en Ciencia y Tecnología de Materiales - JIM 2017
San Martín, Provincia de Buenos Aires, 17 y 18 de agosto 2017

La diferencia entre el volumen desgastado de las huellas con patrón de interferencia 6 y 9 μm con las huellas realizadas con 12 μm podría deberse a que existe mayor distancia entre los picos de los patterns. Las partículas abrasivas existentes en el sistema pueden haberse alojadas en los valles de los patterns debido a que existe más lugar en ellos.

Otro factor que puede haber influido en este resultado es el hecho de que el texturado con 12 μm de período de interferencia presenta un área de contacto menor entre el material y la contraparte.

Además, en los perfiles de las huellas se observó una menor presencia de deformación plástica en las probetas con período de interferencia de 12 μm (teniendo en cuenta las crestas a los costados de la huella), lo que podría explicar su menor pérdida de volumen durante los ensayos de desgaste.

En la tabla 3 figuran los coeficientes de fricción obtenidos de los ensayos de desgaste.

Los ensayos realizados en la zona tratada con el láser tuvieron en general un coeficiente de fricción similar que el que se obtuvo en la zona solamente nitrurada. Es decir, en estas condiciones, la texturización de la superficie no tuvo un efecto en el comportamiento a la fricción de las muestras.

Tabla 3. Coeficientes de fricción (μ)

	Perpendicular	Paralelo
6 micrones	0,35	0,34
9 micrones	0,34	0,31
12 micrones	0,39	0,35
Referencia	0,35	

4. Conclusiones

Los resultados obtenidos demuestran que el tratamiento de laser patterning se realizó con éxito, respetando los períodos de interferencia en cada caso y con una topografía superficial típica de la técnica. La nitruración iónica generó una zona modificada de un espesor y dureza superficial que coinciden con los parámetros del tratamiento.

La mayor pérdida de volumen en las huellas de las zonas texturadas comparado contra la zona solamente nitrurada puede deberse al efecto que podrían causar las partículas de

material al romperse los picos de los patterns y actuar como partículas abrasivas en el sistema.

En lo que respecta a las muestras con diferentes períodos de interferencia, la resistencia al desgaste estuvo vinculada al área de contacto y a la distancia entre las líneas de pattern. Esta última es la que determina el espacio disponible para alojar partículas de desgaste. En las condiciones ensayadas, las muestras con un período de 12 μm presentaron mejor comportamiento.

Agradecimientos

Los autores agradecen al personal del Departamento de Ciencia de Materiales de la Universidad de Saarland por los tratamientos de estructuración por láser y a la Dra. Eugenia Dalibon por contribuir al análisis de los resultados.

Referencias

- [1] X. L. Xu, L. Wang, Z. W. Yu, Z. K. Hei, Surf. Coat. Technol. **132** (2000), 270-274.
- [2] T. Czerwiec, N. Renevier, H. Michel, Surf. Coat. Technol. **131** (2000), 267-277.
- [3] H. Dong, Int. Mater. Rev. **55** (2010), 65-98.
- [4] C. Gachot, A. Rosenkranz, L. Reinert, E. Ramos, N. Souza, M. Müser, F. Mücklich, Tribol Lett. **49** (2013), 193-202.
- [5] A. Rosenkranz, L. Reinert, C. Gachot, F. Mücklich, Wear. **318** (2014), 46-61.
- [6] A. Borghi, E. Gualtieri, D. Marchetto, L. Moretti, S. Valeri, Wear. **265** (2008), 1046-1051.
- [7] L. Rapoport, A. Moshkovich, V. Perfilyev, I. Lapsker, G. Halperin, Y. Itovich, I. Etsion, Surf. Coat. Technol. **202** (2008), 3332-3340.
- [8] L. Gil, S. P. Brühl, L. Jiménez, O. Leon, R. Guevara, M. H. Staia, Surf. Coat. Technol. **201** (2006), 4424-4429.