

# RESISTENCIA AL DESGASTE Y CORROSIÓN DE AISI 316L NITRURADO POR PLASMA Y RECUBIERTO CON TiN

Tesista: L. S. Vaca, Fac. Reg. C. del Uruguay de la UTN<sup>(1)</sup>

Director: Dra. S. P. Brühl, Fac. Reg. C. del Uruguay de la UTN<sup>(1)</sup>

Co-Director: Dra. A. Marquez, Instituto de Física del Plasma, CONICET-UBA<sup>(2)</sup>

Co-Director: Dra. D. Manova, Instituto Leibniz de Modificación de Superficies, Leipzig, Alemania

<sup>(1)</sup>Ing. Pereira 676 (3260) Concepción del Uruguay, Argentina.

<sup>(2)</sup>Ciudad Universitaria, Pab. 1 (1428) Buenos Aires, Argentina.

E-mail de contacto: [vacal@frcu.utn.edu.ar](mailto:vacal@frcu.utn.edu.ar)

## INTRODUCCIÓN

El acero inoxidable austenítico AISI 316L es muy requerido por la industria química, alimenticia, papelería y también en aplicaciones biomédicas como material de implantes o en placas de fijación temporaria, debido a sus excelentes propiedades anticorrosivas. Sin embargo, por su baja dureza y alto coeficiente de fricción es necesario someterlo a tratamientos de endurecimiento que eleven su vida útil [1,2].

La nitruración iónica es un tratamiento de difusión termoquímica asistido por plasma que modifica las capas superficiales del material, elevando su dureza y mejorando la resistencia al desgaste, aunque el nitrógeno en solución suele formar nitruros, afectando negativamente sobre las propiedades anticorrosivas [3].

Los recubrimientos PVD de nitruro de titanio depositados por arco de plasma son muy atractivos por ser inertes químicamente, poseer elevada dureza y bajo coeficiente de fricción [4].

Los recubrimientos dúplex consisten en la aplicación sucesiva de dos tratamientos, tales como nitruración y recubrimiento, combinando las propiedades individuales de ambos [5,6].

En este trabajo se presentan los resultados de desgaste y corrosión realizados sobre acero AISI 316L nitrurado por plasma y recubierto con nitruro de titanio con la técnica de PVD por arco de plasma.

## MATERIALES Y MÉTODOS

Las muestras se cortaron de una barra cilíndrica de AISI 316L, se lijaron con granulometría creciente, se nitruraron en un equipo diseñado y construido en el GIS (UTN - FRCU) [5], con una descarga DC pulsada, en una mezcla de 24 % N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>, durante 6 horas y posteriormente se recubrieron con nitruro de titanio (TiN) en un equipo diseñado y construido en el INFIP (UBA - CONICET) [7], en el que el plasma es generado y sostenido por una descarga de arco en vacío de 125 A de corriente entre un blanco de titanio, actuando como cátodo y la cámara de vacío como ánodo, en una atmósfera de nitrógeno. La pieza a recubrir se conectó a tierra o se polarizó a - 6 kV en el caso de deposición con implantación. Las muestras conectadas a tierra se denominaron **ND** y las polarizadas **NDI**. Se realizaron dos descargas en vacío de 1,5 min cada una, a 1.10<sup>-2</sup> Pa de presión, a fin de obtener una intercapa de titanio y tres descargas de 2 min cada una con un flujo de N<sub>2</sub> de 20 sccm, a 3.10<sup>-2</sup> Pa de presión y se obtuvieron recubrimientos de espesores inferiores a 1 μm [8].

La microestructura de los recubrimientos se analizó con microscopía óptica y con microscopio electrónico de barrido equipado con haz de iones focalizados, que permitió medir los espesores de los films.

La adhesión de los recubrimientos se evaluó por el método de la cinta adhesiva y del Scratch Test con carga constante de 5 a 20 N.

Todas las probetas fueron sometidas al ensayo de pin-on-disk en una máquina diseñada y construida en el GIS (UTN - FRCU) según norma ASTM G 99 - 04, con bolilla de alúmina de 6 mm de diámetro, carga de 1 N y recorrido de 500 m. Las huellas de desgaste se observaron con microscopio óptico y se registraron los perfiles con perfilómetro mecánico.

La conservación de la pasivación de todas las muestras se probó con el test del hisopado con una solución de sulfato de cobre pentahidratado (CuSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O) y los recubrimientos se sometieron, además, a ataque durante 10 segundos con el reactivo Marble (4g de CuSO<sub>4</sub>, 20 ml de HCl y 20 ml de H<sub>2</sub>O), usado para revelar la estructura del AISI 316L.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La imagen SEM de la Fig. 1 muestra la porosidad y presencia de macropartículas sobre la superficie del recubrimiento, característica de este tipo de tratamiento, que pueden afectar la rugosidad, adhesión y resistencia a la corrosión.

El espesor de las probetas **ND** no alcanzó los 100 nm, mientras que el de las **NDI** fue de 560 nm, como se observa en la imagen FIB – SEM de la Fig. 2, como consecuencia de la mayor tasa de deposición, probablemente por un incremento en la temperatura de la superficie debido a la implantación.

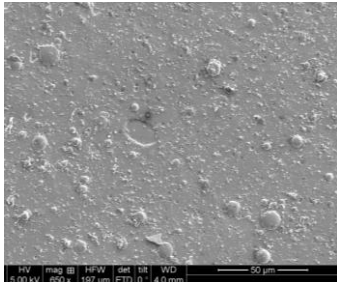


Fig. 1 SEM superficie ND

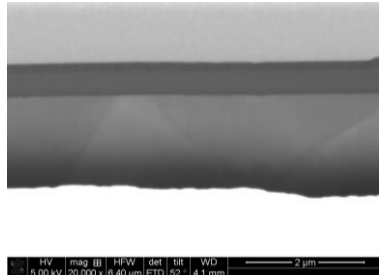


Fig. 2 FIB-SEM recubrimiento NDI

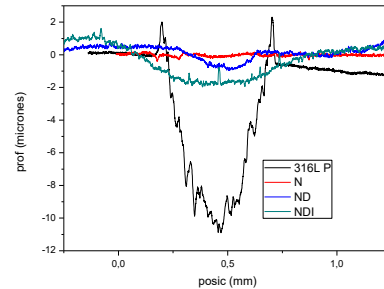


Fig. 3 Perfiles huellas pin-on-disk

Los recubrimientos presentaron una buena adhesión, no se desprendieron con la prueba de la cinta adhesiva y en el Scratch Test soportaron una carga de 20 N.

Si bien la probeta nitrurada tuvo el mejor comportamiento al desgaste, como lo indica el gráfico de la Fig. 3, los films no presentaron delaminaciones.

Las probetas **ND** y **NDI** no se afectaron con el ataque con Marble y superaron la prueba del hisopado de  $\text{CuSO}_4$ , en tanto la probeta nitrurada **N** depositó a los 4 minutos, evidenciando la presencia de hierro libre en la superficie.

## CONCLUSIONES

Los recubrimientos **NDI** presentaron un mayor espesor que los **ND** debido a que la tasa de deposición aumenta probablemente por un incremento en la temperatura de la superficie favorecido por la implantación.

La presencia de macropartículas en la superficie de todos los recubrimientos no afectó en alto grado el comportamiento de los mismos y con la incorporación de filtros magnéticos se podría eliminarlas.

Los films no mejoraron la resistencia al desgaste, probablemente debido a lo delgado de los recubrimientos. Esto podría superarse obteniendo films de espesores superiores a  $1 \mu\text{m}$ .

Los recubrimientos resultaron químicamente inertes, justificando su aplicación sobre el acero nitrurado debido a que protege la superficie expuesta a los agentes corrosivos.

En el futuro está previsto adicionar una fuente de calor en el equipo de PVD con el objeto de lograr recubrimientos de mayor espesor.

## REFERENCIAS

1. ASM Handbook Vol. 5: Surface Engineering. ASM Int. 1994.
2. Sendriks, A. J. "Corrosion of Stainless Steel", 2nd. Ed., Wiley & Sons, 1996.
3. Fossati, A, Borgioli, F, Galvanetto, E, Bacci, T. "Corrosion resistance properties of glow-discharge nitrided AISI 316L austenitic stainless steel in NaCl solutions", Corrosion Sci. 48, p. 1513-1527, 2006.
4. R. L. Boxman, P. J. Martin, D.M Sanders, Handbook of Vacuum Arc Science and Technology, Noyes, New Jersey, 1995.
5. Brühl, S. P., Tijero, J., Cimetta, J., Haudemand, R. y Cabo, A., "Caracterización y Resistencia al desgaste de acero inoxidable austenítico con tratamiento dúplex asistido por plasma", Actas del Congreso SAM/CONAMET 2007, 7° Congreso de Metalurgia y Materiales, San Nicolás, Buenos Aires, Argentina, p:872-877, ISBN 978-950-42-0094-9, 2007.
6. E. De Las Heras, D.A. Egidi, P. Corengia, D. González-Santamaría, A. García-Luis, M. Brizuela, G.A. López, M. Flores Martínez, Surf. Coat. Technol. 202 (2008) 2945-2954.
7. Kelly, H., Márquez, A. and Pirrera, M., "Ion flux transmission in a magnetically filtered vacuum arc", Brazilian J. of Phys. 34, p. 1513, 2004.
8. L.S. Vaca, A. Márquez, S.P. Brühl, Journal of Physic: Conference Series 370 (2012), 012032.