

Nitruración por plasma utilizado para recubrir acero aleado y su respuesta tribológica

RESUMEN: El movimiento controlado de un componente en relación con otro, típicamente se observa en sistemas como rodamientos, articulaciones, engranes, mecanismos, correderas, etc. La modificación o adición de otros materiales, sobre la superficie del material base, se convierte en la portadora de, virtualmente, mejores propiedades, tales como: tribológicas, eléctricas, ópticas, electrónicas, químicas y magnéticas. En el presente trabajo se depositó una capa de nitruros mediante la nitruración por plasma empleando el proceso por deposición física por vapor (PVD), con la finalidad de fortalecer la superficie de un acero AISI 4140 contra desgaste. Se caracterizó la capa depositada microestructural y tribológicamente. La difusión de nitruros alcanzó penetraciones de hasta 150 micras. La capa nitrurada por plasma exhibió mayor resistencia al desgaste y capacidad de carga en condición seca comparado con la nitruración convencional por gas.

PALABRAS CLAVE: Nitruración por plasma, tribología, acero AISI 4140.



Colaboración

Joselyn Aletia Calderón Ocampo; Ricardo Cervantes Troncoso; Celibee Adriana Calderón Ocampo; José Solís Romero, Instituto Tecnológico de Tlalnepantla

Fecha de recepción: 13 de marzo de 2021

Fecha de aceptación: 07 de septiembre del 2021

ABSTRACT: The controlled movement of a component against another in some systems is typically observed such as bearings, mechanisms, gears, sliders, etc. The modification or addition of other materials on the material surface virtually becomes the carrier of better properties as for instance, tribological, electrical, optical, electronical, chemical and magnetic among others. In the present work, a nitrided layer was deposited by plasma nitriding through the physical vapor deposition technique in order for strengthening the surface of the AISI 4140 steel against wear. The diffusion of iron nitrides reached around 150 microns in depth. The nitrided layer by plasma nitriding exhibited both higher wear resistance and higher load capacity under dry condition compared to the regular gas nitriding.

KEYWORDS: Plasma nitriding, tribology, AISI 4140 steel.

INTRODUCCIÓN

La superficie es crucial para el mejor desempeño de máquinas y componentes mecánicos. La modificación superficial se realiza sin que se afecte el diseño del material base (substrato) aplicando una o varias capas ya sea por deposición o difusión de especies, a fin de incrementar la resistencia al desgaste y la corrosión.

El nitrurado es un proceso difusivo que introduce nitrógeno en materiales metálicos. Durante la nitruración de aceros, se forman dos diferentes estructuras desde la superficie al núcleo, la capa compuesta y la región de difusión. En esta capa, los átomos de N se disuelven intersticialmente en exceso en la red del material metálico, para precipitar de nitruros de hierro. En los últimos años se han utilizado diferentes técnicas para nitrurar: nitruración líquida, nitruración por gas y por plasma [1]. La nitruración por líquidos y por gas son procesos que contaminan el medio ambiente y

resultan peligrosos para los operadores [2, 3], mientras que la nitruración por plasma es un proceso limpio aunque requiere de aparatos complicados.

En lo que a nitrurado se refiere, el TiN y TiC han sido los materiales más exitosos para capas duras debido a sus excelentes propiedades tribológicas y su buena adherencia a sustratos de acero. Sin embargo, exhiben altos coeficientes de fricción (por el orden de 0.6 a 1.1) cuando deslizan con otros materiales que no sean entre las mismas capas de TiN [7]. Aunque los recubrimientos de nitruro de titanio tienen una posición dominante en el mercado existe una variedad de otros recubrimientos con nitruros para aplicaciones tribológicas, tales como CrN, ZrN [8] con la configuración bicapa CrN/AlN.

En el presente trabajo se establecen condiciones de preparación para la difusión de nitrógeno en materiales metálicos ferrosos, en los que se busca mejores propiedades tribológicas.

MATERIALES Y MÉTODOS

Para llevar a cabo la nitruración iónica o por plasma se utilizó un reactor (Figura 1).



Figura 1. Reactor para nitruración iónica.

Se empleó acero comercial AISI 4140 como sustrato, debido a que se usa ampliamente en la industria automotriz, aeroespacial y en manufactura de aplicaciones

industriales. Se utilizó 7 en barra circular de 37.5 mm de diámetro y 8 mm de espesor. La composición nominal está dada en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición según norma nacional NMX-B-300-1991, (%) [12].

Fe	C	Si	Mn	P máx.	S máx.	Cr	Mo
96.8-97.8	0.38-0.43	0.15-0.35	0.75-1.00	0.035	0.040	0.80-1.10	0.15-0.25

Los parámetros de procesamiento por plasma seleccionados se compilan en la Tabla 2:

Tabla 2. Factores de procesamiento.

Parámetros de trabajo	Cantidades
Argón	9 sccm
Nitrógeno	2 sccm
Hidrogeno	4 sccm
Corriente	50 mA
Tiempo	60 min
Presión base	100 Pa

Las muestras nitruradas se analizaron con el microscopio óptico metalográfico invertido marca Olympus PMG-3. La microscopía electrónica de barrido (SEM) se utilizó para la caracterización microestructural, empleando un equipo JSM-6360LV de la marca JEOL (Fig. 1.8). El análisis de composición química se realizó por medio de la técnica de espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS) a través del OXFORD INCA 200. Para cuantificar los perfiles de microdureza Vickers se utilizó un microdurómetro de la marca Shimadzu tipo M con indentador de diamante Vickers.

Las pruebas para el análisis del desgaste se utilizó el método pin en disco que es regido por la norma ASTM G99-90. El objetivo de esta prueba es determinar la proporción del desgaste de deslizamiento y el coeficiente de fricción (Figura 2).



Figura 2. Tribómetro de prueba tipo pin-on.

Las condiciones de prueba utilizadas para el comportamiento por desgaste de todas las muestras se compilan en la Tabla 3.

Tabla 3. Condiciones de prueba de desgaste.

Parámetros	Adquisición
Radio de la pista de desgaste:	15.00-18.00 [mm]
Velocidad lineal:	2.00 [cm/s]
Carga aplicada:	10, 15 y 18 [N]
Condición para detenerse:	50.00 [m]
Muestra	
Substrato	Acero AISI 4140
Contraparte	
Bola:	AISI 52100
Diámetro:	5.00 [mm]
Condiciones ambientales	
Temperatura:	20.00 [°C]
Atmosfera	Aire (prueba en seco)
Humedad	50.00-62.00 [%]

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La microestructura para el acero nitrurado por plasma consiste de un núcleo interno con una capa mixta en la superficie externa (Figura 3). La capa nitrurada presenta una región de difusión de nitrógeno con precipitados de nitruros finos elongados y una capa compuesta delgada en la parte externa.



Figura 3. Producto formado en el acero 4140 nitrurado por plasma durante 1 hr.

Por su parte, el comportamiento superficial respecto al gradiente de microdureza desde la superficie para el acero nitrurado por plasma se muestra en la Figura 4. Existe un incremento en el gradiente de dureza en la capa compuesta y la disminución aguda en la zona de difusión.

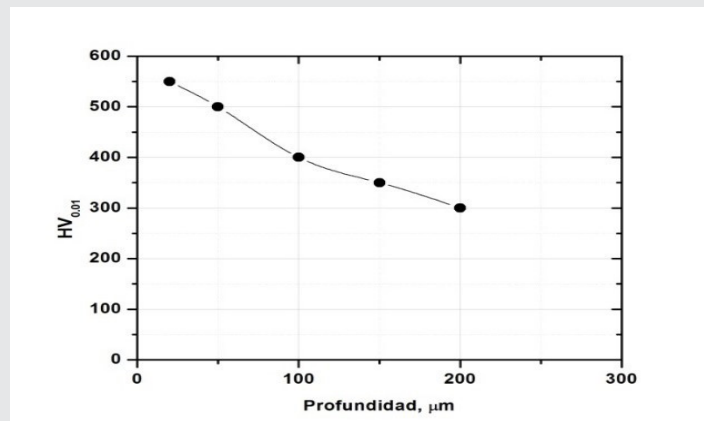


Figura 4. Perfil de microdureza como una función de la profundidad (gradiente de dureza).

La máxima dureza de la capa compuesta se observa por el orden de los 550 HV0.05. Después de este valor pico, la dureza presenta una disminución monótonica en la profundidad, con valores por el orden de las 100 µm. El substrato o material base reporta una microdureza en el rango de 250-350 HV.

Como una referencia para comparar el proceso de nitruración por plasma, se utilizó la nitruración por gas. En la Figura 5 se presenta el efecto que tiene la aplicación de una carga con 10 N sobre el acero 4140 nitrurado por gas durante 10 h. Se puede deducir que el mecanismo de desgaste principal es abrasivo-adhesivo debido a la presencia de surcos o rayado en la pista, indicando así una fuerte deformación plástica, como se puede apreciar en los incisos (a-d). A mayores ampliificaciones (d,e,f,g) se puede apreciar los surcos pero interesantemente también se aprecia un agrietamiento agudo (e) mismo que con la continuación de la prueba representan el inicio del desprendimiento de capa (d). El agrietamiento se observa perpendicular a la dirección de la pista de desgaste, lo que conFigura un indicio de capa frágil.

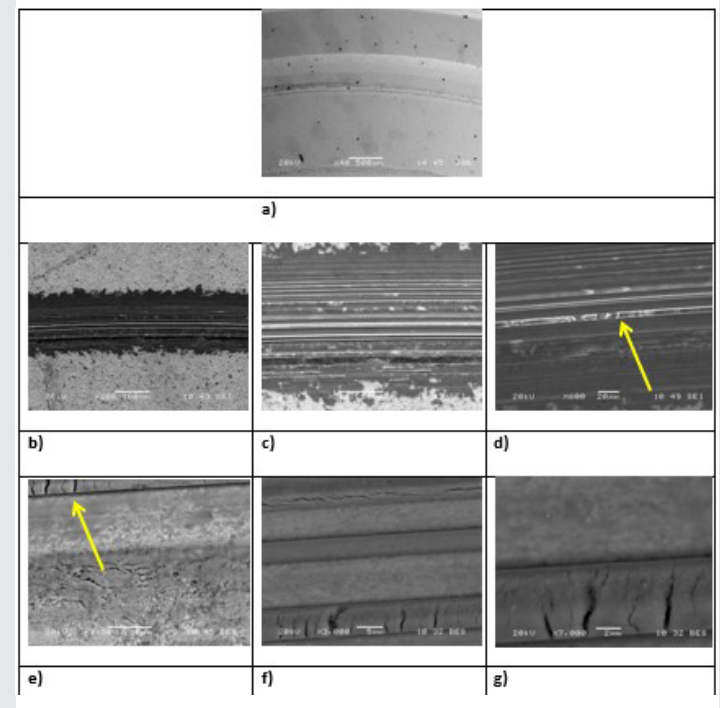


Figura 5. Micrografías tomadas con el microscopio electrónico de barrido a una muestra nitrurada por gas durante 10 hrs.

Las muestras bajo el tratamiento de nitrurado por gas en general presentan desgaste abrasivo-adhesivo, causado por granos y partículas durante el desgaste. A medida que avanza la abrasión se va desprendiendo la superficie debido a la fatiga y el elevado número de esfuerzos generando grietas y delaminación. En términos de fricción, esta elevada cantidad de grietas y desprendimientos se traduce en un gran número de asperezas en la superficie, lo que a su vez significa una variación

significativa en el coeficiente de fricción, tal y como se puede apreciar en la Figura 6.

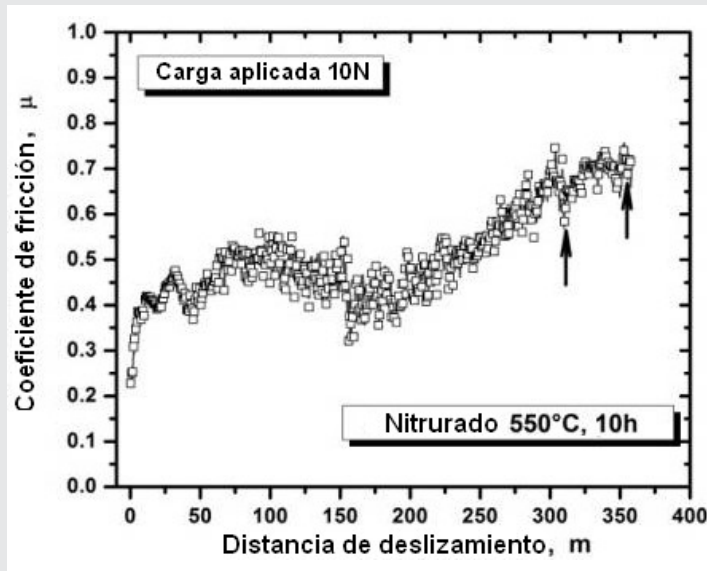


Figura 6. Comportamiento del coeficiente de fricción de la superficie nitrurada por gas.

En contraste, el comportamiento superficial sujeto al proceso de nitruración iónica o por plasma en términos de fricción, se presenta en la Figura 7.

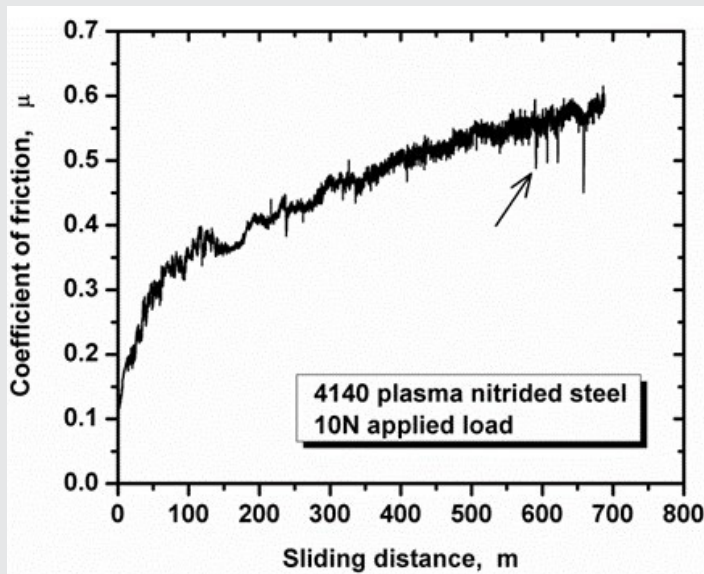


Figura 7. Comportamiento del coeficiente de fricción de la superficie nitrurada por plasma.

Se puede observar un crecimiento del coeficiente de fricción bastante gradual hasta alcanzar valores de aprox. 0.4 a una distancia de deslizamiento de los 150 m. Se observa en la misma gráfica una considerable reducción en la variación del coeficiente de fricción desde el inicio hasta prácticamente los 600 m de deslizamiento.

Para confirmar estas observaciones, en la Figura 8 se incluye una fotografía obtenida por microscopía óptica

de la pista desgastada tomada a los 60 m de deslizamiento continuo en seco en la que se evidencia la presencia de una deformación plástica en la formación de surcos por efecto del contacto entre la contraparte con 10 N de carga. Sin embargo, no se denota alguna región con posibles indicios de separación o desfragmentación de capa como sucedió en la nitruración por gas.

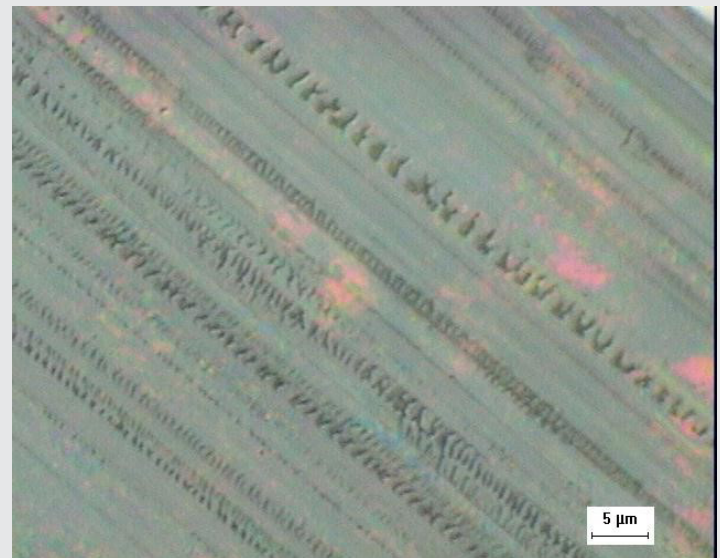


Figura 8. Pista desgastada de la superficie nitrurada por plasma con carga de 10 N y a una distancia de deslizamiento de 60 m.

Para los 200 m de deslizamiento, se aprecia mayor cantidad de surcos con incremento en la deformación plástica por efecto de la carga normal aplicada en forma continua en seco, pero persiste la adherencia sin que se presente desfragmentación o agrietamiento (Figura 9).

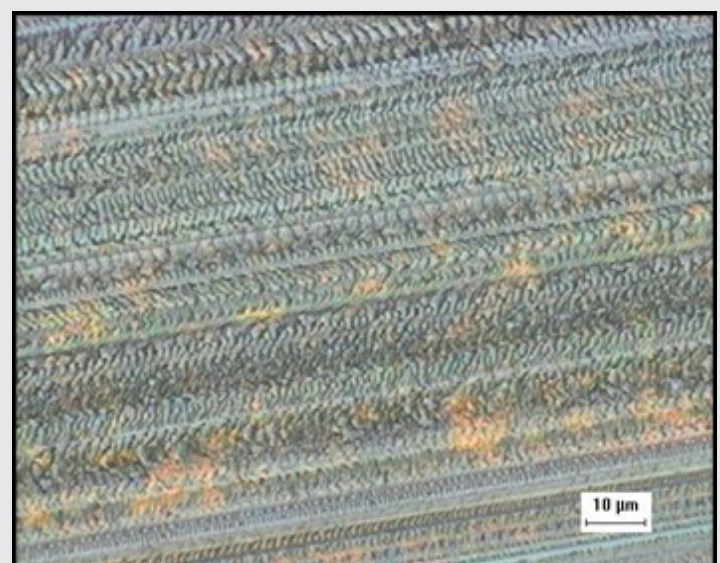


Figura 9. Pista desgastada de región nitrurada con carga de 10 N y a una distancia de deslizamiento de 200 m.

El análisis anterior se puede aún justificar con el desgaste que presenta la contraparte del sistema pin on

disc, es decir, el desgaste de la bolilla misma. En la Figura 10 se ilustra en (a) la huella de la zona desgastada sobre la bola que se utilizó en el acero nitrurado por gas. En (b), se muestra la huella del acero nitrurado por plasma.

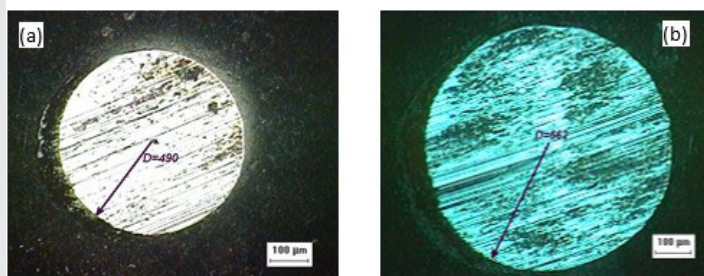


Figura 10. Desgaste de la bola (a) sobre acero nitrurado por gas y (b) sobre acero nitrurado por plasma.

La relación por desgaste representa un 36% más desgaste en la bolilla del acero nitrurado por plasma que la del acero nitrurado por gas. Esto proporciona la certeza de que la modificación superficial aplicada por plasma es más resistente que aquella aplicada por gas.

La nitruración iónica sobre el acero 4140 que tuvo una 1h de tratamiento, deja de manifiesto que tiene una capacidad de carga muy superior a la nitruración por gas, con duración de tratamiento de 10 h. Adicionalmente, se investigó con dos cargas

CONCLUSIONES

La nitruración iónica sobre el acero 4140 que tuvo una 1h de tratamiento, tiene una capacidad de carga muy superior a la nitruración por gas, con duración de tratamiento de 10 h. El ahorro energético que ofrece el proceso de nitruración iónica es evidente con respecto al proceso de nitruración por gas. El inconveniente que quizá sea de mayor relevancia se refiere al costo inicial del equipamiento y la dificultad técnica que implica la puesta en marcha del proceso y su posterior control dado que la física de plasmas, así como las reacciones que ocurren dentro de cualquier reactor son bastante complejas.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Schaaf, P., *Laser nitriding of metals. Progress in Materials Science*, 2002. 47(1): p. 1-161.
- [2] Handbook, A., *Heat Treating, in Vol. 4* 1991. p. 387-388.
- [3] Patrick, W., *Jul/Aug. Heat treating progress*, 2009. 9(4): p. 12-13.
- [4] Hintermann, H.E., *Adhesion, friction and wear of thin hard coatings. Wear*, 1984. 100(1-3): p. 381-397.

[5] Halling, J., *The tribology of surface coatings, particularly ceramics. Proc. Instn. Mech. Engrs.*, 1986. 200C1: p. 31-40.

[6] Knotek, O., et al., *On the origin of compressive stress in PVD coatings – an explicative model. Surface and Coatings Technology*, 1991. 46(3): p. 265-274.

[7] Franklin, S.E. and J. Beuger, *A comparison of the tribological behaviour of several wear-resistant coatings. Surface and Coatings Technology*, 1992. 54-55, Part 2(0): p. 459-465.

[8] Rojo, A., et al., *Tribological properties of CrN/AlN films produced by reactive magnetron sputtering. Journal of Materials & Engineering Performance*, 2009. 19: p. 421-427.

[9] Miyoshi, K., *Fundamental tribological properties of ion beam-deposited boron nitride films. NASA technical memorandum 102088*, 1989: p. 23.

[10] Maragoudakis, N.E. and G. Stergioudis, *Boro-nitriding of Steel US 37-1. Materials Letters*, 2002. 57: p. 949-952.

[11] Heydarzadeh Sohi, M., et al., *Effect of plasma nitrocarburizing temperature on the wear behavior of AISI 4140 steel. Surface and Coatings Technology*, 2010. 205, Supplement 1(0): p. S84-S89.

[12] Industrial, S.d.C.y.F., *Norma Mexicana NMX-B-300-1991, in Barras de acero de baja aleación. 1991, Dirección General de Normas.*

[13] Oxley, P.L.B., *Metallic friction under near-seizure conditions. Wear*, 1980. 65(2): p. 227-241.