

# COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DE UN ACERO INOXIDABLE AUSTENÍTICO AISI 316L NITRURADO POR PLASMA DC-PULSADO

*E. De Las Heras<sup>(1)</sup>  
F. Walther<sup>(1)</sup>  
P. A. Corengia<sup>(1)</sup>  
A. Cabo<sup>(2)</sup>  
B. S. Brühl<sup>(3)</sup>*

## Resumen

Los aceros inoxidable austeníticos son ampliamente utilizados en diversas aplicaciones debido a su elevada resistencia a la corrosión. En la actualidad la nitruración iónica ha mostrado ser una técnica adecuada para efectuar modificaciones en este tipo de aceros, de forma de mejorar su resistencia al desgaste sin que por ello se vea disminuida su resistencia a la corrosión. Si bien numerosos trabajos han reportado mejoras en las propiedades tribológicas del AISI 316 nitrurado, resulta de interés realizar estudios sistemáticos que evalúen dicho comportamiento utilizando equipos industriales para su tratamiento termoquímico. En este trabajo se estudió el comportamiento tribológico por medio de ensayos de desgaste con diferentes condiciones en una máquina Amsler-disc-machine A 135 de un acero AISI 316L nitrurado por plasma DC-pulsado en un equipo industrial bajo una atmósfera 25% N<sub>2</sub> y 75% H<sub>2</sub> durante 20 h a 400 °C. Para caracterizar las muestras desgastadas se realizaron perfiles de microdureza y microscopía óptica y electrónica de barrido y determinar los mecanismos de desgaste actuantes. Los resultados obtenidos mostraron una mejora sustancial en la resistencia al desgaste de las muestras nitruradas frente a las no tratadas y se discutieron los diferentes mecanismos de desgaste para explicar los resultados experimentales.

**Palabras clave:** Nitruración iónica; Tribología; Aceros inoxidables.

<sup>(1)</sup> Centro de Investigación y Desarrollo en Mecánica, Instituto Nacional de Tecnología Industrial, C.C. 157, B1650WAB San Martín, Buenos Aires, Argentina. [lasheras@inti.gov.ar](mailto:lasheras@inti.gov.ar)

<sup>(2)</sup> IONAR S.A., (B1650LOP) Buenos Aires, Argentina. [ionar@sinectis.com.ar](mailto:ionar@sinectis.com.ar)

<sup>(3)</sup> Facultad Regional C. del Uruguay, Universidad Tecnológica Nacional, 3260 Concepción del Uruguay, Entre Ríos, Argentina. [sonia@frcu.utn.edu.ar](mailto:sonia@frcu.utn.edu.ar)

## 1 INTRODUCCION

Los aceros inoxidable austeníticos son utilizados en diversas industrias como la química, alimenticia y nuclear debido a su alta resistencia a la corrosión. Sin embargo la baja resistencia al desgaste y dureza superficial y su elevado coeficiente de fricción limitan el campo de aplicación de los mismos [1,2].

Diversos métodos de modificación superficial asistidos por plasma, entre los que se encuentra la nitruración, han sido utilizados para mejorar las propiedades antes nombradas sin afectar la resistencia a la corrosión. Con este objetivo diferentes tipos de nitruración iónica, implantación iónica, etc han sido utilizados [3,4].

La nitruración iónica se ubica en un lugar de relevancia entre los tratamientos convencionales (nitruración gaseosa y en baños de sales) y los nombrados anteriormente [5] debido a que son aplicados a bajas temperaturas de proceso.

Estudios realizados han reportado un rango de temperaturas de trabajo comprendido entre los 300 °C y 440 °C para nitrurar aceros inoxidable; la primera representa la mínima temperatura a la cual se logra incrementar la dureza superficial en tiempos aceptables mientras que la segunda es aquella a partir de la cual comienzan a precipitar nitruros de cromo ( $\text{CrN}$ ,  $\text{Cr}_2\text{N}$ ) en la superficie y subsuperficie. Este proceso, si bien confiere una alta dureza superficial, está acompañado por la pérdida de resistencia a la corrosión del acero tratado [5-7].

Diversos trabajos [8,9] han estudiado el efecto del desgaste (por deslizamiento) en aceros inoxidable austeníticos, encontrando que la cantidad de *wear debris* se incrementa linealmente con el aumento de la distancia recorrida en el ensayo, presentando una gran cantidad de  $\alpha'$ -martensita para las cargas estudiadas (8N - 48N) [8]; así mismo otros autores [9] determinaron que el comportamiento frente al desgaste y la fricción de estos aceros depende de la estabilidad que presenten los mismos respecto de la transformación martensítica a las fases  $\epsilon$  (h.c.p.) y  $\alpha'$  (b.c.c.). Sin embargo es necesario efectuar nuevos estudios sistemáticos que aporten al mejor entendimiento de dicho fenómeno.

En este trabajo se estudiaron y discutieron el comportamiento tribológico y microestructural de un acero AISI 316L nitrurado por plasma DC-pulsado a 400 °C durante 20 h y sin nitrurar ensayados bajo una condición de rodadura-deslizamiento bajo diferentes cargas normales.

## 2 MATERIALES Y MÉTODOS

El acero utilizado presentó la siguiente composición química (% peso): C, 0.02; Mn, 1.53; P, 0.023; S, 0.024; Si, 0.69; Cr, 16.4; Ni, 10.4; Mo, 2.00; Fe, balance.

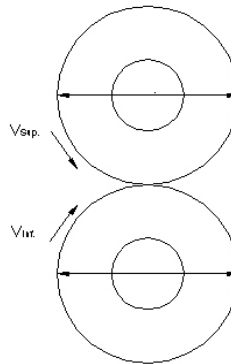
La dureza del sustrato empleado fue de  $\sim 160$  HV con una estructura de sulfuros de manganeso en una matriz austenítica.

En forma previa a la nitruración, las muestras fueron limpiadas superficialmente mediante *sputtering* durante 3 h usando una mezcla de 50% Ar + 50%  $\text{H}_2$  de forma de remover la película pasiva que protege al acero inoxidable, mejorando así la difusión de N en el material. El tratamiento fue llevado a cabo en un reactor industrial descrito en [6] bajo las condiciones detalladas en la Tabla 1.

**Tabla 1.** Condiciones de nitruración.

Parámetros	Valor
Tiempo	20 h
Temperatura	400° C
Presión	6.5 hPa
Atmósfera	75% H <sub>2</sub> +25% N <sub>2</sub>
Tensión	700 V
Pulso ton/toff	70-200 μs
Densidad de corriente	~1 A.cm <sup>-2</sup>

Se ensayaron pares de muestras con la misma condición (nitruradas y sin nitrurar) en una máquina de desgaste AMSLER A 135 bajo una condición combinada de rodadura-deslizamiento (10%) utilizando muestras según las dimensiones y características detalladas en la Figura 1. Se emplearon cargas normales de 50, 125 y 200 kg con una velocidad de rotación de 200 rpm para la muestra superior y 220 rpm para la inferior.



**Figura 1.** Esquema de la disposición de las muestras en el ensayo de desgaste AMSLER.

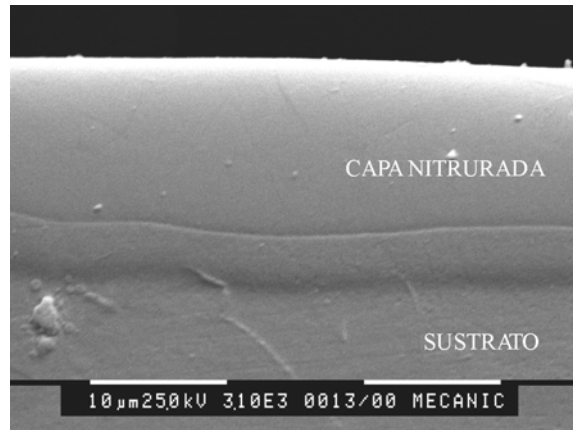
Se realizaron tres ensayos para cada condición de carga realizando interrupciones periódicas con el objeto de pesar las muestras y recoger el *wear debris* para su posterior análisis.

Luego del ensayo de desgaste, las muestras y el *wear debris* fueron observadas por medio del microscopio óptico (OM) Zeiss Axiotech, electrónico de barrido (SEM) Philips SEM 505 y con una lupa estereoscópica Olympus. Se obtuvieron además perfiles de microdureza Vickers con un microdurómetro Akashi, MVK-H2.

### 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1 Microestructura y Microdureza

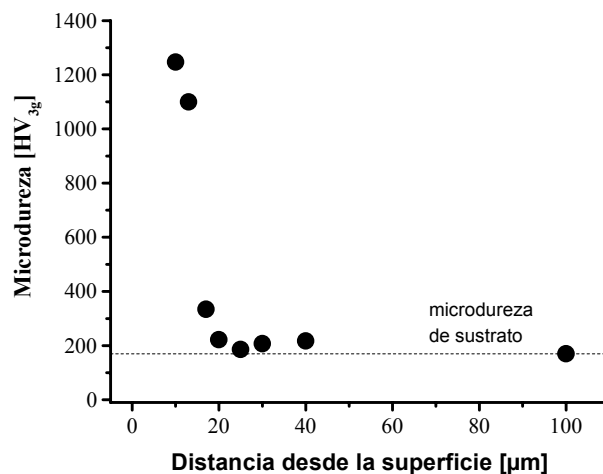
La Figura 2 muestra una micrografía electrónica de una muestra nitrurada bajo las condiciones mencionadas en la Tabla I, donde se puede observar la presencia de una capa nitrurada continua y uniforme de aspecto claro sin zonas oscuras características de la precipitación de Cr<sub>x</sub>N [10]. Además se puede apreciar que la capa nitrurada está formada por dos subcapas. El espesor total de la misma fue de aproximadamente 15 μm



**Figura 2.** Micrografía electrónica de una muestra nitrurada bajo una descarga DC-pulsada durante 20 h a 400 °C.

Diferentes trabajos sostienen que entre 310 °C y 420 °C la capa nitrurada está compuesta por una solución sólida sobresaturada de nitrógeno en hierro  $\gamma$  (FCC) o también llamada austenita expandida ( $\gamma_N$ ). Esta fase presenta una alta dureza y resistencia al desgaste manteniendo la resistencia a la corrosión del acero tratado [10-12]. En la revisión publicada por T. Czerwicz y col. se ha reportado la existencia de dos subcapas, diferenciándose ambas en el contenido de N, siendo este mayor en la superior. En el mismo trabajo se sugiere que las subcapas se forman durante el enfriamiento lento del sustrato posterior al tratamiento de nitruración [12]. Otros autores como K. Marchev y col. han sugerido que la fase presente es BCT (tetragonal centrada en el cuerpo) llamándola “fase m” [5] lo que es contradecido por Thomas Christiansen quien asegura, mediante el estudio de acero sinterizado nitrurado, que dicha fase es FCC [13].

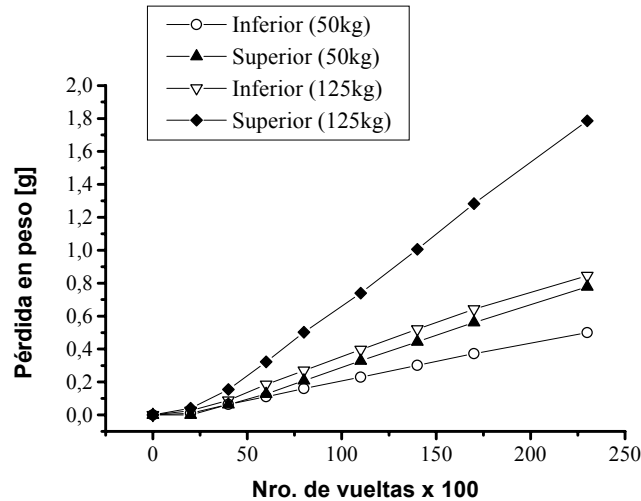
La Figura 3 presenta el perfil de microdureza de la muestra nitrurada durante 20 h a 400 °C. En la figura se aprecia una transición abrupta entre la capa y el sustrato. Esta transición está asociada a la presencia de una capa formada por  $\gamma_N$  [10].



**Figura 3.** Perfil de microdureza de una muestra nitrurada por plasma DC-pulsado durante 20 h a 400° C.

### 3.2 Desgaste

El gráfico de la Figura 4 presenta la pérdida en peso en función del número de vueltas x 100 de las muestras sin nitrurar sometidas al ensayo de desgaste bajo una condición de rodadura-deslizamiento (10%) con cargas normales aplicadas de 50 kg y 125 kg.

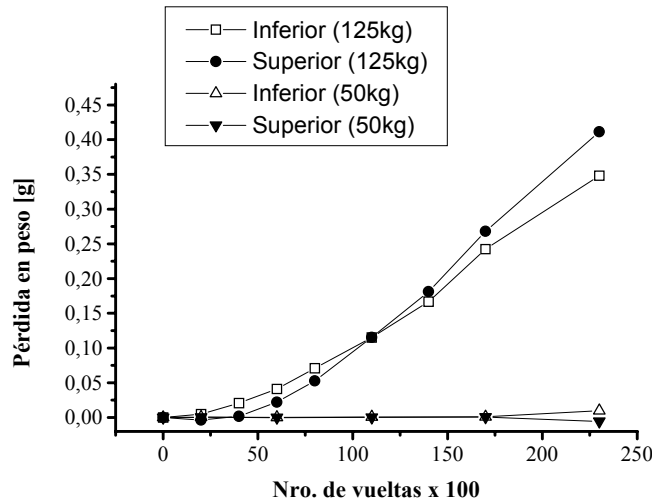


**Figura 4.** Gráfico de pérdida en peso de muestras sin nitrurar vs. Nro de vueltas x 100

Las muestras sin nitrurar ensayadas a 50 y 125 kg mostraron una pérdida de peso constante según se incrementó el número de vueltas. Además se apreció un mayor desgaste en las probetas superiores frente a las inferiores.

El comportamiento observado para ambas cargas indicaría la presencia del mismo mecanismo de desgaste durante el ensayo.

Las muestras nitruradas presentaron una pérdida en peso total de aproximadamente un 25% de las muestras sin nitrurar como puede apreciarse en la Figura 5. Además se observó un incremento en la pérdida en peso según se incrementó la carga aplicada de 50 kg a 125 kg. En este caso no se apreció diferencia significativa en la pérdida en peso detectada entre las muestra superiores e inferiores.

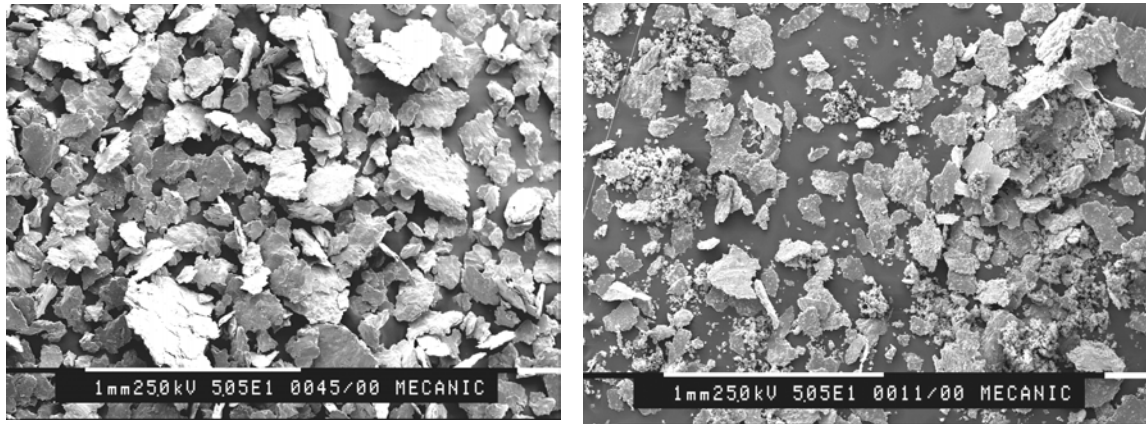


**Figura 5.** Gráfico de pérdida en peso de muestras nitruradas vs. Nro. de vueltas x 100

La observación mediante OM y SEM del *wear debris* extraído permitió apreciar en las muestras sin tratar que el mismo se presentó limpio, de aspecto metálico brillante y sin indicios de oxidación. El mismo estuvo compuesto por partículas en forma de láminas de diferentes dimensiones y fue posible observar un aumento del tamaño medio a medida que aumentó el número de vueltas y la carga normal aplicada. Los ensayos realizados bajo carga normal de 200 kg, fueron interrumpidos a un número de vueltas inferior a los realizados bajo carga normal de 50 y 125 kg debido a que las muestras originalmente circulares se deformaron cambiando de esta forma su geometría, lo que provocó un inadecuado funcionamiento de la máquina.

En el caso de las muestras nitruradas, se generó escasa cantidad de *wear debris* para la carga de 50 kg luego de la interrupción correspondiente a las 17000 vueltas. Para la carga de 125 kg se apreció un *wear debris* inicial de menor tamaño y aspecto oxidado que el de las muestras sin nitrurar. De acuerdo a Sun y colaboradores [14] una posible explicación para la oxidación de las superficies nitruradas es que los óxidos son más estables que los nitruros de acuerdo a los datos de energía libre. De esta forma átomos de nitrógeno en la superficie nitrurada se reemplazan por átomos de oxígeno durante el proceso de desgaste debido a las altas temperaturas de contacto provocado por el calentamiento por fricción[15].

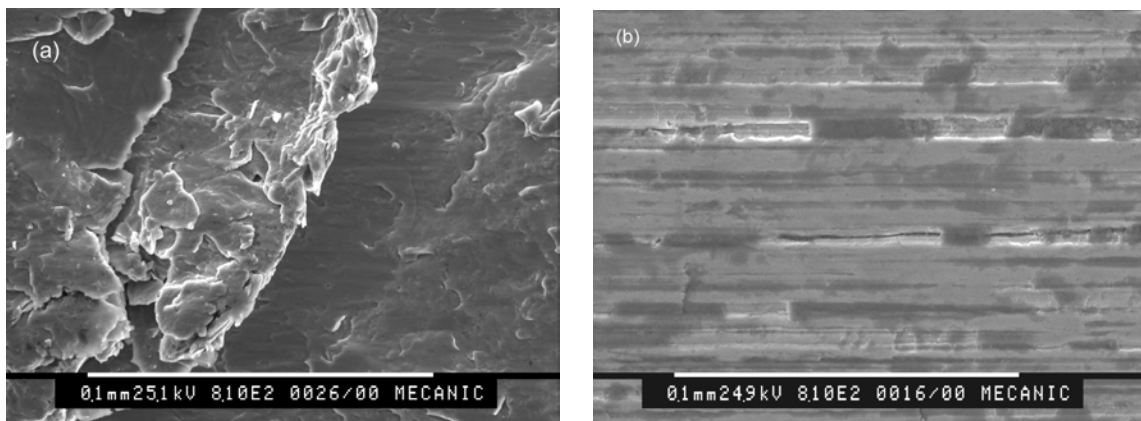
Las Figuras 6a y b corresponden a micrografías SEM de *wear debris* de las muestras sin nitrurar y nitruradas, respectivamente, ensayadas bajo carga de 50 kg. Las láminas presentes en ambos casos son similares pudiéndose observar que la morfología de las mismas se corresponde con el mecanismo de delaminación. Asimismo se observó que el tamaño de partícula de las muestras nitruradas es menor al de las muestras sin tratar.



**Figuras 6.** Micrografías SEM de los *wear debris* obtenidos de una muestra desgastada bajo una carga normal de 50 kg después de 23.000 vueltas. (a) sin nitrurar y (b) nitrurada.

En la Figura 7a y b se observan las superficies de las muestras sin nitrurar y nitruradas ensayadas bajo carga normal de 50 kg. En ambos casos es notable la ausencia de partículas incluidas en la superficie.

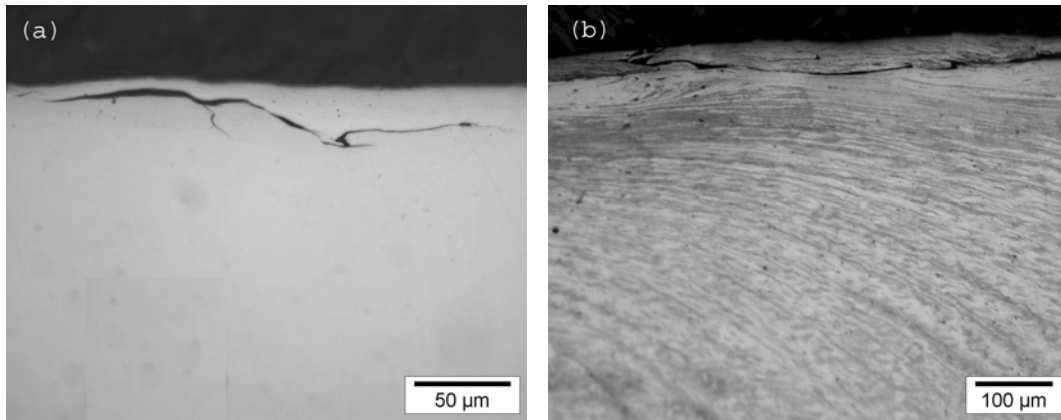
Para el caso de las muestra sin nitrurar desgastadas bajo una carga de 50 kg, se apreciaron láminas, como se observa en la Figura 7a, las cuales se desprendieron en el transcurso del ensayo formando el *wear debris* recolectado.



**Figura 7.** Micrografías SEM de la superficie obtenidos de una muestra desgastada bajo una carga normal de 50 kg después de 23.000 vueltas. (a) sin nitrurar y (b) nitrurada.

Se estudiaron las muestras mediante cortes transversales y longitudinales de las muestras sometidas a desgaste bajo una carga normal de 50 kg con el fin de observar la subsuperficie. En los mismos se apreció una gran deformación plástica subsuperficial en todas las muestras ensayadas excepto las probetas nitruradas y ensayadas bajo carga de 50 kg. Esto estaría asociado a que la capa nitrurada otorga una superficie de alta dureza que inhibe la deformación.

En la Figura 8a se observa la sección transversal de la muestra sin nitrurar ensayada bajo carga normal de 125 kg, donde se pueden apreciar fisuras subsuperficiales paralelas a la superficies desgastadas producto del mecanismo de delaminación actuante [16]. En el caso de la Figura 8b se presenta la deformación subsuperficial observada a partir de revelar la estructura con el reactivo Marble.



**Figura 8.** Imagen OM de la sección transversal de una muestra sin nitrurar ensayada bajo carga de 125 kg. (a) fisura subsuperficial, (b) deformación subsuperficial.

#### 4 CONCLUSIONES

La aplicación de la nitruración por plasma DC-pulsada en muestras de un acero inoxidable austenítico AISI 316L demostró ser un tratamiento efectivo para mejorar la resistencia al desgaste. La capa nitrurada otorga una superficie de alta dureza que inhibe la deformación plástica subsuperficial.

La capa nitrurada obtenida se presentó uniforme y continúa compuesta por dos subcapas con una aparente diferencia en la concentración de nitrógeno, la exterior de aproximadamente 11µm mientras que la interior presentó un espesor de 4µm.

El principal mecanismo de desgaste que operó en las muestras nitruradas y sin nitrurar fue el de delaminación. Sin embargo en las muestras nitruradas sometidas a 125 kg operaron simultáneamente los mecanismos de oxidación y delaminación.

En todos los casos se observó que la pérdida en peso se incrementó con el aumento de la carga normal aplicada y el número de vueltas.

#### REFERENCIAS

- 1 Zhao Cheng, C. X. Li, h. Dong, T. Bell; Low temperature plasma nitrocarburising of AISI 316 austenitic stainless steel. *Surface & Coatings Technology* (2004)
- 2 Peter A. Dearnley, Giles Aldrich-Smith, Corrosion-wear mechanisms of hard coated austenitic 316L stainless steel. *Wear* 256 (2004) 491-499.
- 3 A comparative study between pulsed and D. C. ion nitriding behavior in specimens with blin holes. S. C. Kwon, G. H. Lee, M. C. Yoo 77-81.
- 4 C. X. Li, T. Bell, Sliding wear properties of active screen plasma nitrided 316 austenitic stainless steel. *Wear* (2003)
- 5 V. Singh, K. Marchev, C. V. Cooper, E. I. Meletis. Intensified plasma-assisted of AISI 316L stainless steel. *Surfaces and Coatings Tecnology* 160 (2002) 249-258.
- 6 Bong-Yong Jeong, Myung-Ho Kim. Effects of pulse frequency and temperature on the nitride layer and surface characteristics of plasma nitrided stainless steel. *Surfaces and Coatings Tecnology* 137 (2001) 249-254.



- 7 Pablo A. Corengia, G. Ybarra, C. Moina, A. Cabo, E. Broitman. Microstructure and corrosion behaviour of DC-pulsed plasma nitrided AISI 410 martensitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology* 187 (2004) 63-39
- 8 A. F. Smith, The friction and sliding wear of unlubricated 316 stainless steel at room temperature in air. *Wear* 96 (1984) 301-318
- 9 K. L. Hsu, T. M. Ahn, D. A. Rigney, Friction, wear and microstructure of unlubricated austenitic stainless steels. *Wear*, 60 (1980) 13-37
- 10 Y. Sun, T. Bell, Z. Kolosvary, J. Flis. The response of austenitic stainless steels to low-temperature plasma nitriding. *Heat Treatment of Metals* 1999 1, p 9-16.
- 11 Y. Li, Low temperature plasma nitriding of 316 stainless steel-nature of S phase and its thermal stability. *Surface Engineering* 2001 17 N°2 147-152.
- 12 T. Czerwicz, N. Renevier, H. Michel, Low-temperature plasma-assisted nitriding. *Surface and Coating Technology* 131 (2000) 267-277.
- 13 Thomas Christiansen, Maecel A. J. Somers, On the crystallographic structure of S-phase. *Scripta Materialia* 50 (2004) 35-37
- 14 Y. Sun, T. Bell, G. Wood, *Wear* 178 (1998) 131-138.
- 15 O. Kubaschewski, B.F. Hopkins, *Oxidation of Metals and Alloys*, Butterworths, London, 2nd edn., 1962.
- 16 F.H. Stott, *Tribology Int.* 31 (1998) 61.

# WEAR BEHAVIOUR OF PLASMA NITRIDED AISI 316L AUSTENITIC STAINLESS STEEL

*E. De Las Heras<sup>(1)</sup>*

*F. Walther<sup>(1)</sup>*

*P. A. Corengia<sup>(1)</sup>*

*C. Cabo<sup>(2)</sup>*

*D. S. Brühl<sup>(3)</sup>*

## **Abstract**

Austenitic stainless steels are widely used in industrial applications, mainly due to its good corrosion resistance; however, its low hardness and poor wear performance impose strong limitations in many cases. During the last decade plasma nitriding has gained acceptance as a technology for surface modification which seems to overcome these problems; on the other hand, several works carried out at laboratory scale have reported improvements on wear characteristics of plasma nitrided samples; consequently, it became of interest to study the wear behaviour of samples nitrided with an industrial equipment. In this work we present results of wear tests performed on AISI 316L stainless steel samples nitrided with an industrial DC-pulsed plasma equipment during 20 h at 400°C in a plasma formed with 25%N<sub>2</sub>+75%H<sub>2</sub>. The wear tests were made with an Amsler-Disc-Machine A 135 under rolling-sliding conditions; the surface and subsurface were studied by optical microscope (OM) and microhardness. Wear debris generated under dry rolling-sliding condition were observed by scanning electron microscope (SEM). Analysis and discussion of results show that plasma nitriding improves the wear resistance of the surface on austenitic stainless steel and the main wear mechanism appears to be delamination. Consequences on the load bearing capacity are discussed.