



## **Efecto de la nitruración iónica por plasma en las propiedades de desgaste de sustratos de acero**

Arizmendi-Ana María<sup>1</sup>, Velasco-Miguel Angel<sup>1</sup>, Vidal-Germán<sup>1</sup>, García-Karla Ixchel<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C. (CIMAV), U. Monterrey,

Alianza Norte 202, parque PIIT. Apodaca, N.L., México, CP 66600.

e-mail: karla.garcia@cimav.edu.mx

### **Resumen**

Debido a la alta demanda de la industria por aceros grado herramienta, se han desarrollado materiales con diferentes tratamientos como recocido, templado, revenido, nitrurado, entre otros. Este tipo de tratamientos tiene la finalidad de mejorar las propiedades mecánicas de los mismos. El proceso de nitrurado se basa en el endurecimiento de la superficie, buscando mejorar la resistencia a la fatiga, desgaste, corrosión y útil para alargar el tiempo de vida de los materiales. La interacción del nitrógeno con los componentes del acero, da lugar a la formación de nitruros metálicos, a lo cual se le denomina: capa nitrurada. Los elementos que determinarán el comportamiento de la capa nitrurada, debido a la reacción que presenten con los nitruros son Cr, Al, Ti, Si, Mo, V, Mn y W. Ha sido reportado que las propiedades (en la superficie) de aceros grado herramienta han sido mejorados por un proceso de nitrurado por plasma. La técnica consiste en la adición de especies de nitrógeno dentro del sustrato (acero), seguida de una difusión hacia el interior del material a temperaturas por encima de 300°C. En el presente trabajo se realizó la caracterización de un acero grado herramienta al alto Molibdeno (M4) y un acero del mismo tipo pero que es sometido a un proceso de nitruración, así como la comparación de propiedades con el acero D2 comercial.

### **I. Introducción**

Debido a la alta demanda de la industria por aceros grado herramienta, se han desarrollado materiales con diferentes tratamientos como recocido, templado, revenido, nitrurado, entre otros. Este tipo de tratamientos tiene la finalidad de mejorar las propiedades mecánicas de los mismos. El proceso de nitrurado se basa en el endurecimiento de la superficie, buscando mejorar la resistencia a la fatiga, desgaste, corrosión y útil para alargar el tiempo de vida de los materiales <sup>[1,2]</sup>. La interacción del nitrógeno con los componentes del acero, da lugar a la formación de nitruros metálicos, a lo cual se le denomina: capa nitrurada<sup>[3]</sup>. Los elementos que determinarán el



comportamiento de la capa nitrurada, debido a la reacción que presenten con los nitruros son Cr, Al, Ti, Si, Mo, V, Mn y W<sup>[4]</sup>. Ha sido reportado que las propiedades (en la superficie) de aceros grado herramienta han sido mejorados por un proceso de nitrurado por plasma<sup>[3,5]</sup>. La técnica consiste en la adición de especies de nitrógeno dentro del sustrato (acero), seguida de una difusión hacia el interior del material a temperaturas por encima de 300°C. En el presente trabajo mostramos la caracterización de un acero grado herramienta al alto Molibdeno (M4) y un acero del mismo tipo pero que es sometido a un proceso de nitruración, así como la comparación de propiedades con el acero D2 comercial.

## II. Procedimiento experimental

Las muestras de los dos tipos de aceros, obtenidos comercialmente (SISA Aceros) fueron cortados en geometría cuadrada de 25 x 25 x 4mm. La preparación de los sustratos incluyó llevar a cabo los tratamientos térmicos correspondientes de temple y doble revenido en vacío con el fin de homogeneizar su dureza y microestructura. Posteriormente los especímenes fueron sometidos a un tratamiento de nitruración por plasma durante 60 horas en una atmósfera de 50%N<sub>2</sub>-50%H<sub>2</sub> a una temperatura de 510°C. Los datos del proceso de nitrurado se omiten por secreto industrial. Después del tratamiento las muestras fueron enfriadas lentamente en una atmósfera de nitrógeno. Posteriormente la preparación de la superficie y secciones transversales de las muestras fueron llevadas a cabo a través de técnicas convencionales de metalografía. Los detalles morfológicos y microestructurales fueron estudiados con un microscopio electrónico de barrido (FEI Nova NanoSEM 200) operado con 15-20 kV. La dureza fue ensayada sobre la sección transversal de las muestras y fue medida usando un microdurómetro Clemex con 200 gf de carga durante un período de tiempo de 10 segundos. El ensayo de microdureza se realizó bajo la Norma ASTM E384-06<sup>[6]</sup>. Para el estudio tribológico, se usó un equipo CSM con configuración de bola en disco en seco (WC, 6 mm de diámetro). El ensayo y los cálculos de pérdida en volumen debido a la fricción y la resistencia al desgaste fueron llevados a cabo de acuerdo al procedimiento de la Norma ASTM G-99<sup>[7]</sup>.

## III. Resultados y discusión

La Tabla 1 presenta la composición química nominal de los aceros estudiados<sup>[8]</sup>. Como se puede apreciar el acero D2 tiene más elementos de aleación, sin embargo el que se encuentra en mayor cantidad es el Cr en comparación con el acero M4. Cabe mencionar que el M4 contiene elementos en cantidades muy similares, los cuales son muy susceptibles a la formación de carburos como el Cr, V, Mo, y W.

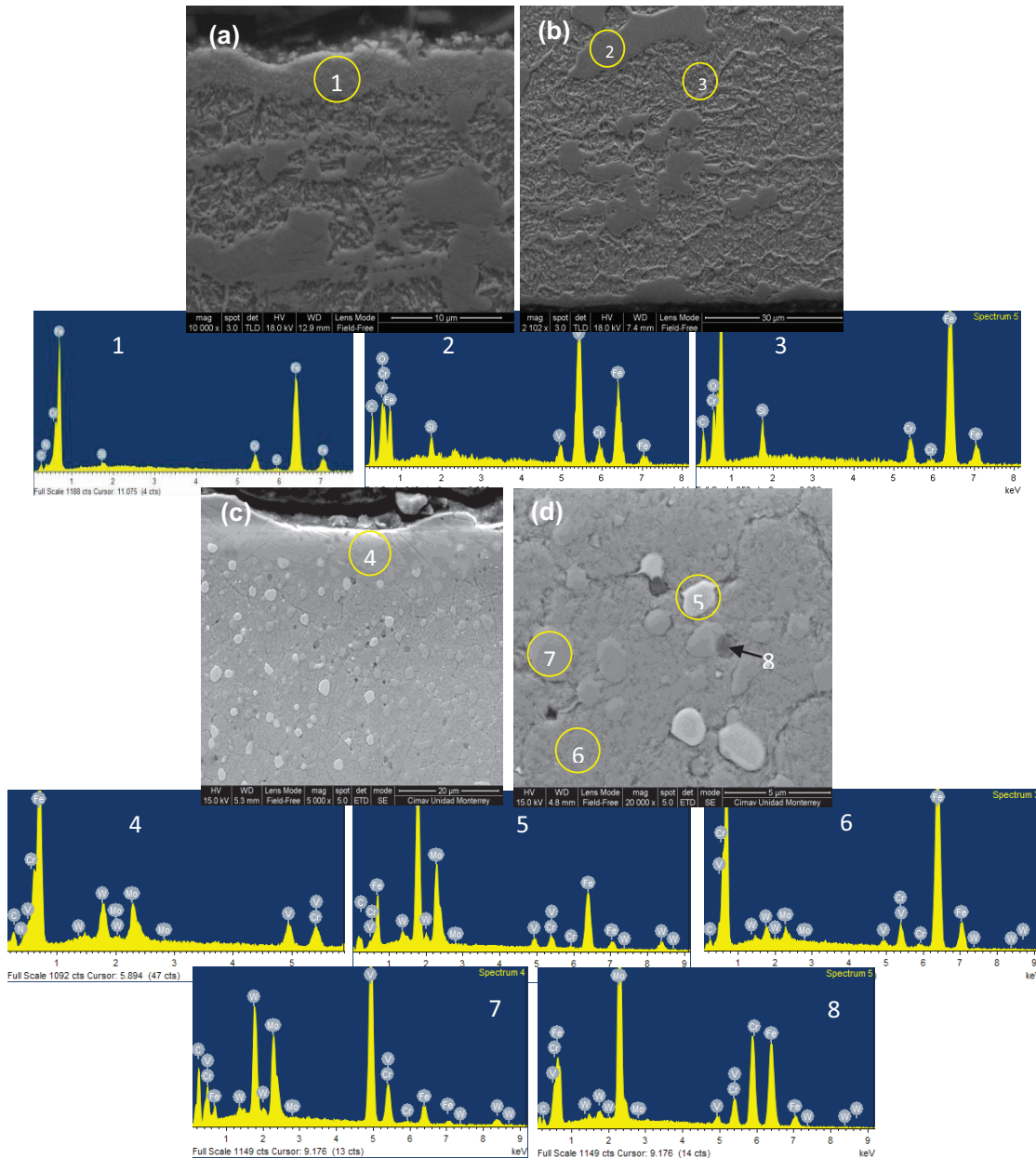


**Tabla 1. Composición Química nominal de los aceros estudiados.**

Composición Química (% e.p.)								
Aceros	C	Cr	V	W	Mo	Mn	Si	Ni
D2	1.40	11.00	1.10	-	0.70	0.60	0.60	0.30
M4	1.42	4.00	4.00	5.50	5.25	0.30	-	-

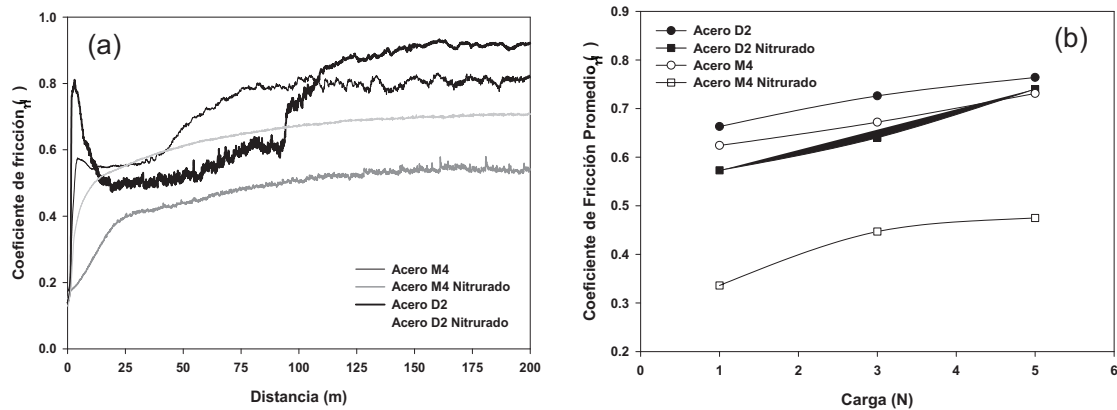
En la Figura 1 se muestra un comparativo entre los aceros D2 y M4, en función de la microestructura y las fases presentes. Como se puede observar el acero M4 se consolidó a partir de pequeñas partículas de polvo, cada una con composición y distribución uniforme de carburos finos. Además la distribución uniforme de los carburos finos previene el crecimiento de grano, dando una fina microestructura en la pieza. En las Figuras 1(a) y 1(c) se puede apreciar el espesor de la capa nitruada de los dos tipos de acero, la cual se observa en la superficie con diferente tonalidad al substrato, siendo una región enriquecida en nitrógeno de 10 a 15  $\mu\text{m}$  de profundidad, sin embargo la difusión del nitrógeno avanzó hacia el interior del substrato en alrededor de 200  $\mu\text{m}$ . Por otra parte la microestructura del acero D2 presenta una microestructura de martensita revenida con una gran cantidad de carburos alargados y de tamaño grande, distribuidos uniformemente. Adicionalmente la Figura 1 muestra los espectros de EDS (Espectroscopia de Energía Dispersiva) para aceros D2 (Fig. 1(a) y 1 (b)) y para el acero M4 (Fig. 1(c) y 1(d)), en los cuales se tomaron mediciones puntuales para poder realizar una comparación de concentración de componentes de las fases presentes. La medición en la Figura 1(a) está posicionada en la superficie nitruada del acero D2, observándose un pico pequeño de nitrógeno debido a una baja concentración con respecto a los demás elementos aleantes del acero. La Figura 1(b) contiene dos puntos que coinciden con dos fases diferentes presentes en el acero D2, el punto 2 muestra una fase rica en cromo y vanadio en forma de carburos. La fase del punto 3 en cambio es rica en hierro, además presenta el pico de carbono que coincide con la fase de la matriz. La Figura 1(c) muestra un punto de medición en la superficie del acero nitruado M4, el cual da como resultado, la aparición de un pico característico de hierro representante de la matriz del acero y un pico pequeño de nitrógeno en el espectro representante de la capa nitruada. La microestructura del acero M4 presenta tres tipos de carburos los cuales son de morfología globular. Estos tipos de carburos están presentes en toda la microestructura y dispersos homogéneamente. La presencia de una gran cantidad de carburos de diferentes composiciones químicas en los dos tipos de aceros da como resultado un

espesor de capa nitrurada visible, sin embargo como el nitrógeno es intersticial puede difundir entre los sitios disponibles de la red.



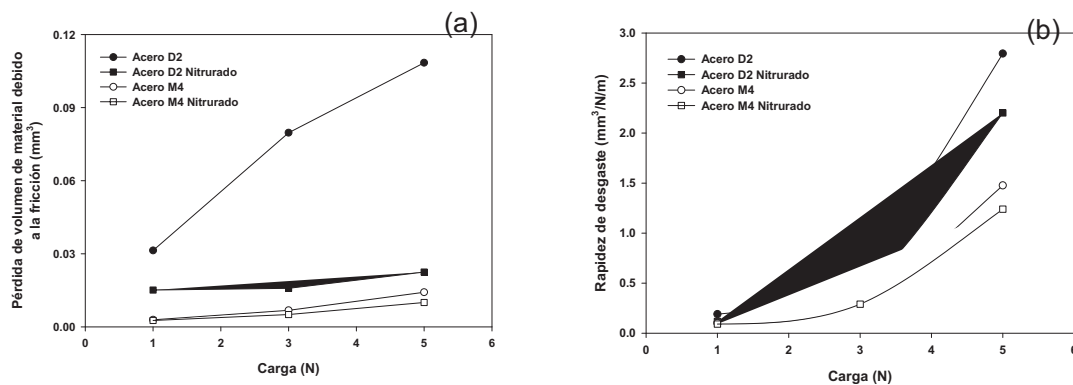
**Figura 1.** Comparación de microestructuras y espectros de composición química de aceros D2 y M4 determinados por MEB-EDS. (a) y (b) Acero D2, (c) y (d) Acero M4.

En la Figura 2(a) se puede apreciar que el coeficiente de fricción es mas variable en las muestras sin tratamiento de nitrurado. En comparación la Figura 2(b) muestra que el coeficiente de fricción promedio aumenta conforme se incrementa la carga en todas las muestras. El coeficiente de fricción menor de 0.4 en promedio corresponde al acero M4 nitrurado con respecto a 0.7 que presenta el acero D2.



**Figura 2.** (a) Variación del coeficiente de fricción con respecto a la distancia recorrida y (b) Coeficiente de fricción promedio en función de la carga aplicada.

La Figura 3(a) presenta la pérdida en volumen de las muestras debido a la fricción, la cual es mayor conforme se incrementa la carga. En la Figura 3(b) se puede apreciar que la rapidez de desgaste es mínima cuando se usan cargas de 1 N y este desgaste se incrementa cuando se usan cargas mayores de 5 N. Observando así que la rapidez de desgaste más baja fue de  $1.24 \text{ mm}^3\text{Nm}^{-1}$  en el acero M4 nitruado, en comparación con el acero D2 sin nitruado que mostró  $2.8 \text{ mm}^3\text{Nm}^{-1}$ . En base a estos resultados el tipo de desgaste que se presenta es abrasivo por ser un material de alta dureza y conformado por carburos.

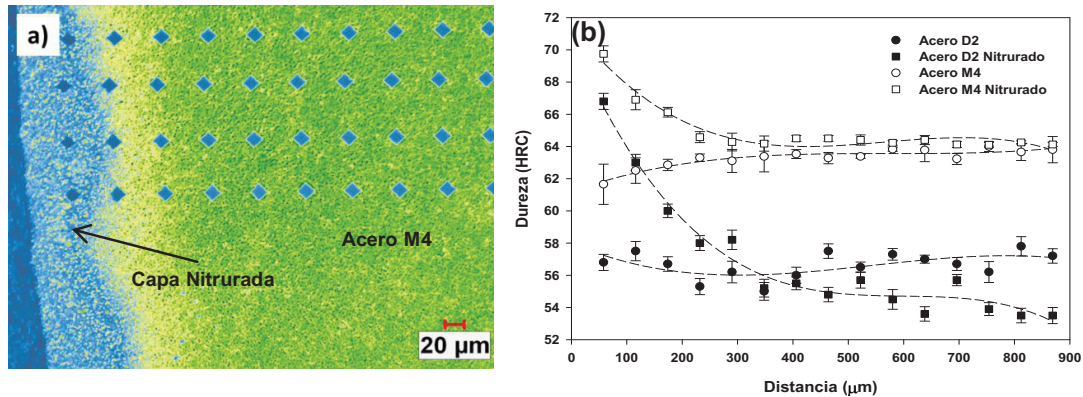


**Figura 3.** Pérdida en volumen debido a la fricción (a) y rapidez de desgaste respecto a diferentes cargas de los aceros estudiados (b).

La Figura 4(a) muestra una fotografía del ensayo de microdureza realizado, se puede observar que las primeras indentaciones son de menor tamaño debido al endurecimiento superficial en la parte nitruada. La micrografía muestra una diferencia en tonalidad que nos da una indicación de la difusión del nitrógeno hacia el interior del acero. Los



resultados obtenidos en microdureza se presentan en la Figura 4(b), los cuales presentan durezas de 70 HRC para el acero M4 Nitruado, esto es superior a 63HRC que presenta el M4 en su presentación comercial. Con el desarrollo experimental llevado a cabo confirmamos que un requisito indispensable para que el Nitruado pueda funcionar es que la temperatura de revenido del acero sea del orden de los 500°C. Esto con el objetivo de evitar una modificación de la microestructura después del nitruado, el cual se realiza en estos rangos de temperatura.



**Figura 4.** Perfil de durezas en las secciones transversales de los aceros estudiados. (a) Fotomicrografía tomada por microscopia óptica y (b) Dureza con respecto a la distancia de la huella de indentación.

#### IV. Conclusiones

En el presente trabajo llevamos a cabo exitosamente un tratamiento superficial de nitruración iónica por plasma en aceros grado herramienta. Este tratamiento fue extremadamente importante desde el punto de vista de mejora en el comportamiento tribológico de las superficies de los aceros. El coeficiente de fricción y la rapidez de desgaste de los materiales son mayores conforme se incrementa la carga, las muestras con alta dureza mostraron mejor comportamiento tribológico, lo cual se relaciona también a la morfología, tamaño y distribución de los carburos en la microestructura. Los resultados de mayor resistencia al desgaste en los aceros sometidos a la nitruración iónica por plasma pueden incrementar el tiempo de vida en servicio de los herramientas.

#### V. Referencias

- [1] Rolinski E., Sharp G., Brondum K., Peterson N., *P/M turbo charger and armature components: plasma nitriding and nitrocarburizing to reduce friction wear*, in: *SAE World Congress Detroit*, Michigan, SAE International, USA, 2005.



- [2] Spies H.-J., Le Thien H., Biermann H. B., *Nitriding and carbonitriding of steels*, *Metal Science and Heat Treatment*, Vol. 46, No. 7 – 8, p. 272-276, 2004.
- [3] Kbari A., Mohammadzadeh R., Templier C., Riviere, J. P., *Effect of the initial microstructure on the plasma nitriding behavior of AISI M2 high speed steel*, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 204, No. 24, p4114-4120, 2010.
- [4] Inal O.T., Ozbaysal K., Metin E.S., Pehlinvanturk N.Y., *A review of plasma surface modification process, parameters, and microstructural characterization*, in: ASM's 2nd International Conference on Ion Nitriding/Carburizing, Cincinnati, OH, USA, p.57–66, 1990.
- [5] Basso, R. L. O., Pastore, H. O., Schmidt, V., Baumvol, I. J. R., Abarca, S. A. C., de Souza, F. S., Spinelli, A., Figueroa, C. A., Giacomelli, C., *Microstructure and corrosion behaviour of pulsed plasma-nitrided AISI H13 tool steel*, *Corrosion Science*, Vol. 52, No. 9, p3133-3139, 2010.
- [6] ASTM International, E384-06 Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials.
- [7] ASTM International, G99-05 Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus.
- [8] Krauss G., *Steels Heat treatment and processing principles*, ASM International, 6<sup>th</sup> Edition, p.404-405, 2000.