

INFLUENCIA DE LOS RECUBRIMIENTOS DÚPLEX SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y RESISTENCIA AL DESGASTE DEL ACERO AISI 4140 BONIFICADO

FRANCISCO JAVIER BOLÍVAR OSORIO*

GILBERTO BEJARANO GAITÁN**

MARYORY ASTRID GÓMEZ BOTERO***

RESUMEN

El acero AISI 4140 es un acero de baja aleación al cromo/molibdeno de elevada resistencia mecánica y buena tenacidad, el cual se utiliza para la fabricación de piezas de maquinaria como piñones, cigüeñales, ejes de levas, etc. Sin embargo, su resistencia al desgaste es bastante limitada y suele ser mejorada mediante el tratamiento superficial de la nitruración. El propósito de este trabajo consistió en mejorar las propiedades mecánicas e incrementar la resistencia al desgaste del acero 4140 mediante la aplicación de un tratamiento superficial DUPLEX consistente en la nitruración líquida (conocida como Teniffer) seguido del depósito de un recubrimiento duro de nitruro de titanio (TiN). La microestructura cristalina fue evaluada mediante difracción de rayos X, la morfología y la composición química fue determinada por microscopía SEM y espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (EDS), las propiedades tribológicas fueron analizadas mediante mediciones en un tribómetro de tipo esfera sobre disco y la microdureza se determinó por el método Vickers. Las muestras tratadas con el recubrimiento dúplex mostraron una resistencia al desgaste 4 veces mayor que la muestra en estado bonificado, lo cual demuestra la aplicación potencial que tiene el acero 4140 sometido a este tratamiento dúplex.

PALABRAS CLAVES: recubrimientos dúplex; nitruro de titanio; nitruración; resistencia al desgaste; pulverización catódica.

* Ingeniero metalúrgico, M.Sc. y Ph. D. Profesor Universidad de Antioquia, Grupo de Corrosión y Protección-CIDEMAT, Universidad de Antioquia. Correo electrónico: fbolivar@udea.edu.co

** Ingeniero en Metalurgia, M.Sc. y Ph. D. Profesor Universidad de Antioquia. Grupo de Corrosión y Protección-CIDEMAT, Universidad de Antioquia. Correo electrónico: gbejarano@udea.edu.co

*** Ingeniera metalúrgica y Ph. D. Profesora Universidad de Antioquia. Grupo de Corrosión y Protección-CIDEMAT, Universidad de Antioquia. Correo electrónico: mgomez@udea.edu.co

INFLUENCE OF THE DUPLEX COATINGS ON THE MECHANICAL PROPERTIES AND WEAR RESISTANCE OF THE TEMPERED AISI 4140 STEEL

ABSTRACT

The AISI 4140 steel is a low chrome/molybdenum alloyed steel with high tensile strength and good toughness, which is normally used for the manufacture of machine parts such as gears, crank shafts, camshafts, etc. However, its wear resistance is quite limited and this is usually improved by nitriding surface treatment. The purpose of this study was to increase the mechanical properties and wear resistance of 4140 steel by applying a DUPLEX surface treatment consisting of a liquid nitriding (known as Teniffer) followed by the deposition of a titanium nitride (TiN) hard coating. The crystalline microstructure was evaluated by X-ray diffraction (XRD), morphology and elemental chemical composition was determined by microscopy SEM and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS), tribological properties were tested using a tribometer type ball-on-disc and micro hardness was determined by the Vickers method. The duplex treated samples showed a wear resistance 4 times greater than the tempered sample, demonstrating the potential application of 4140 steel that has undergone this duplex treatment.

KEYWORDS: duplex coatings; titanium nitride; nitriding; wear resistance; magnetron sputtering.

INFLUÊNCIA DOS REVESTIMENTOS DUPLEX SOBRE AS PROPRIEDADES MECÂNICAS E RESISTÊNCIA AO DESGASTE DO AÇO AISI 4140 BONIFICADO

RESUMO

O aço AISI 4140 é um aço de baixa liga ao cromo/molibdeno de elevada resistência mecânica e boa tenacidade, o qual se utiliza para a fabricação de peças de maquinaria como pinhões, cigüeñales, eixos de cames, etc. No entanto, sua resistência ao desgaste é bastante limitada e costuma ser melhorada mediante o tratamento superficial da nitratação. O propósito deste trabalho consistiu em melhorar as propriedades mecânicas e incrementar a resistência ao desgaste do aço 4140 mediante a aplicação de um tratamento superficial DUPLEX consistente na nitratação líquida (conhecida como Teniffer) seguido do depósito de um revestimento duro de nitrato de titânio (TiN). A microestrutura cristalina foi avaliada mediante difração de raios X, a morfologia e a composição química foi determinada por microscopia SEM e espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS), as propriedades tribológicas foram analisadas mediante medidas num tribómetro de tipo esfera sobre disco e a microdureza determinou-se pelo método Vickers. As mostras tratadas com o revestimento dúplex mostraram uma resistência ao desgaste 4 vezes maior que a mostra em estado bonificado, o qual demonstra a aplicação potencial que tem o aço 4140 submetido a este tratamento dúplex.

PALAVRAS-CÓDIGO: coberturas duplex; nitreto de titânio; nitretação; resistência ao desgaste; sputtering.

1. INTRODUCCIÓN

El acero AISI 4140 es un acero de medio carbono y baja aleación, que posee una alta templabilidad, elevada resistencia mecánica, buena resistencia a la fatiga y al impacto y se ofrece normalmente en el mercado en estado bonificado con durezas entre 29 y 34 Rockwell C (HRC). Este acero se utiliza principalmente para la fabricación de elementos de maquinaria tales

como piñones, ejes de levas, cigüeñales, tornillos de alta resistencia, entre otros. Sin embargo, este tipo de acero puede ser templado y revenido a durezas entre 50 y 56 HRC para utilizarlo en algunas aplicaciones donde se requiera mayor dureza y menor tenacidad como guías para partes deslizantes, asientos de válvulas y elementos de corte, entre otros Special Steels & Metals Limited (2012). Para mejorar aún más la resistencia al desgaste



de los aceros, éstos pueden ser sujetos a tratamientos superficiales como la nitruración, o se pueden recubrir mediante técnicas de Depósito Físico en fase Vapor (PVD), Depósito Químico en fase Vapor (CVD), técnicas electroquímicas, etc. Chen et al. (2010); Guruvenket et al. (2009); Atsushi, Kazutaka y Tatsuhiko (2000); Purushotham et al. (2008); Narojczyk et al. (2007); Yongqiang y Chunzhi (2011); Raoufi et al. (2012); Torres et al. (2010); Huang, He, y Hon (1994); Ma, Li, y Xu (2001); Batista, Godoy y Matthews (2002); Liu (2012).

Dentro de los tratamientos superficiales la nitruración es ampliamente usada para mejorar las propiedades en herramientas comerciales y componentes industriales Borgioli et al. (2005) y Novák, Dalivor y Šerák (2006). La nitruración previa del sustrato contribuye a prevenir su deformación plástica, lo cual podría promover una falla prematura del recubrimiento, además, los tratamientos dúplex son usados también para mejorar la adhesión interfacial sustrato-recubrimiento Batista, Godoy y Matthews (2002). Esto último sólo se logra si el proceso se controla de manera que no se forme el compuesto o la llamada capa blanca, la cual es inestable térmicamente y tiende a descomponerse durante el proceso de depósito del recubrimiento Torres et al. (2010); Braga, Dias y Cavaleiro (2006); Bell, Dongy Sun (1998). Las mejoras obtenidas mediante la nitruración se pueden superar con la aplicación de recubrimientos dúplex. Estos tratamientos dúplex consisten en realizar dos pasos independientes: un tratamiento superficial mediante procesos como nitruración, boruración o cementación seguidos por el depósito de un recubrimiento duro. Durante la nitruración ocurre la difusión de nitrógeno en el acero permitiendo la formación de una capa de difusión subsuperficial compuesta por nitruros de hierro y/o de elementos de aleación del acero dependiendo de los parámetros del proceso y del sustrato utilizado.

En las últimas décadas se ha logrado extender la vida en servicio de herramientas de conformado y corte, así como de componentes mecánicos recubriendo la superficie con películas duras delgadas de materiales como nitruro de titanio (TiN), carburo de titanio (TiC) y nitruro de cromo (CrN), entre otros nitruros y carburos de metales de transición Hedenqvist et al. (1990). El TiN es uno de los recubrimientos reconocido por su elevada dureza, buena conductividad térmica y eléctrica, resistencia al desgaste, resistencia a la corrosión, así como

por su color y brillo que le da apariencia de oro cuando es obtenido por técnicas PVD y por técnicas CVD. Aún hoy día es de los materiales más ampliamente usados en aplicaciones industriales desde herramientas de corte, partes mecánicas hasta componentes decorativos Rha et al. (1998); Sproul y Rothstein (1985); Raoufi et al. (2012); Deng, Tao y Guo (2012). El TiN ha sido ampliamente estudiado como un recubrimiento monocapa depositado sobre acero, pero poco se ha investigado cuando se deposita en un recubrimiento dúplex.

El propósito de este trabajo de investigación consistió en mejorar las propiedades mecánicas y tribológicas del acero AISI 4140 en estado bonificado mediante un tratamiento superficial DUPLEX consistente en la nitruración por el método Teniffer y el subsecuente depósito de un recubrimiento de TiN.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Obtención de los recubrimientos dúplex

Para el desarrollo experimental de este trabajo se utilizaron muestras cilíndricas de acero AISI 4140 en estado bonificado de 15 mm de diámetro y 5 mm de espesor. Las muestras se pulieron con abrasivo de carburo de silicio (SiC) con tamaño de grano 320, 600, 1000 y 1500 y se pulieron luego con una solución de alúmina hasta una rugosidad $R_a = 0,6 \mu\text{m}$, la cual se determinó con un perfilómetro óptico con una resolución de $0,01 \mu\text{m}$. La composición química en porcentaje atómico del acero en estado de suministro (% C = 0,36, % Mn = 0,92, % Cr = 0,96, % Mo = 0,21, % Si = 0,32, % S = 0,02, % P = 0,03) fue verificada por espectrometría de emisión óptica con un espectrómetro Shimadzu OES 5500 y su dureza inicial fue determinada por el método Vickers (Shimadzu, M-71911) aplicando una carga de 3 N durante 15 segundos en diferentes zonas de la muestra, en esta prueba se encontró una dureza promedio de $320 \pm 10 \text{HV}_{3,00}$. Un grupo de muestras se sometió a nitruración líquida mediante el conocido proceso de Teniffer durante 3 horas a una temperatura de 560°C obteniendo una capa nitrurada con una microdureza superficial promedio de $1150 \pm 15 \text{HV}_{0,20}$ determinada por el método Vickers con una carga de 0,20 N. Adicionalmente, se obtuvo un perfil de dureza en sección

transversal de las muestras nitruradas. El espesor de la zona nitrurada fue de aproximadamente $90\ \mu\text{m}$, el cual fue determinado por microscopía óptica (Nikon Epiphot 200). Antes de introducir las muestras en la cámara de vacío, éstas se limpiaron en un baño de ultrasonido (CD-4800) con etanol durante 15 minutos. Seguidamente se seleccionaron algunas muestras bonificadas y otras nitruradas, las cuales fueron sometidas a una limpieza final al interior de la cámara mediante un bombardeo con iones de argón a baja presión y a un proceso de recubrimiento con TiN a través de la técnica de pulverización catódica asistida por plasma y campo magnético “*plasma assisted magnetron sputtering*”. En la Figura 1 se puede observar de forma esquemática los diferentes recubrimientos obtenidos en el estudio. En la Tabla 1 se presentan los parámetros de limpieza iónica y de depósito del recubrimiento de TiN, el cual presentó un espesor promedio de $3\ \mu\text{m}$ determinado por microscopía electrónica de barrido (SEM) en sección transversal de la muestra recubierta. Una descripción detallada del equipo utilizado para el depósito del recubrimiento de TiN puede ser consultada en una publicación anterior Bejarano, Muñoz Saldaña y Caicedo (2008).

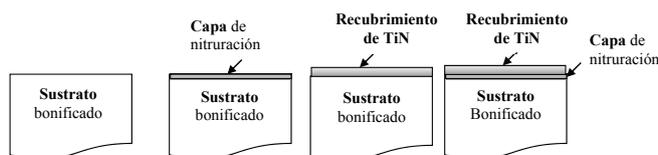


Figura 1. Esquemas de los diferentes tratamientos realizados a los sustratos bonificados de acero 4140.

Tabla 1. Parámetros de proceso para el depósito del TiN

Monocapa de TiN	
Temperatura del sustrato ($^{\circ}\text{C}$)	250
<i>Limpieza iónica del blanco y del sustrato</i>	
Potencia del blanco de Ti (W)	100
Tiempo de limpieza (min.)	20
Flujo de Argón (sccm)	50
Voltaje bias (V)	-300
Parámetros de depósito del TiN	
Potencia del blanco de Ti (W)	350
Tiempo de proceso (h)	3
Presión (mbar)	7×10^{-3}
Contenido de Argón	90,0%
Contenido de Nitrógeno	10,0%
Voltaje bias (V)	-90

2.2 Caracterización de los recubrimientos

La morfología, el espesor y la composición química elemental de los recubrimientos de TiN fueron determinados en la sección transversal de las muestras mediante microscopía SEM y espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (EDS) con un equipo JEOL JSM, 6490 LV, mientras que la microestructura y las fases constituyentes del TiN se evaluaron por difracción de rayos X (XRD) con un difractómetro marca ANTON PAR utilizando un voltaje acelerador de 40 kV, corriente de 30 mA, ángulo de incidencia de 2° y la radiación $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda=0.154\ \text{nm}$). Este análisis fue complementado con una caracterización del recubrimiento por Espectroscopía micro Raman con un equipo con focal marca Horiba Jobin Yvon, Modelo Labram HR de alta resolución. Se utilizó un láser He/Ne de 633 nm y las zonas a analizar se observaron en un microscopio con focal Nikon modelo BX41 con objetivos de plano acromático. Además, de las medidas de microdureza que se realizaron al sustrato bonificado y nitrurado, se midió la microdureza sobre los recubrimientos de nitruro de titanio en dirección perpendicular a la superficie de éstos, obteniendo varios perfiles de dureza aplicando cargas desde 0,25 N hasta 5 N para determinar los valores que corresponden a la dureza de los recubrimientos donde la influencia del sustrato se considera despreciable. Los coeficientes de fricción y las tasas de desgaste en deslizamiento en seco se evaluaron en un tribómetro de tipo esfera sobre disco utilizando como contra-cuerpos esferas de alúmina de 6 mm de diámetro. Los parámetros de los ensayos fueron los siguientes: carga 2 N, velocidad 60 rpm, diámetro de la huella 4 mm y número de ciclos 5400. Las pruebas fueron conducidas bajo condiciones ambientales de laboratorio con una temperatura de $22 \pm 2\ ^{\circ}\text{C}$ y humedad relativa $55 \pm 5\ \%$. Antes y después de cada prueba, tanto las muestras como los contra-cuerpos fueron lavados con alcohol en baño de ultrasonido. Para determinar la cantidad de material desgastado antes de cada prueba las muestras fueron lavadas, secadas y posteriormente pesadas. Al final de cada prueba se repitió el mismo proceso con el fin de detectar la pérdida de masa durante el ensayo. Para ello las muestras fueron pesadas en una balanza analítica (Mettler Toledo, UMX5 comparator) que tiene una sensibilidad de $0.1\ \mu\text{g}$, la tasa de desgaste se determinó de acuerdo a la ecuación 1:



$$K = \frac{M}{F \times s} \quad (1)$$

Donde: K es la tasa de desgaste (kg/Nm)

M es la pérdida de masa en el ensayo (kg)

F es la carga aplicada (N)

s es la distancia deslizada (m)

Adicionalmente, después de finalizados los ensayos las superficies tribológicas fueron observadas mediante microscopía óptica (NIKON, Epiphot200) con el fin de analizar el aspecto superficial y dilucidar posibles mecanismos de desgaste.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Microestructura y composición de los recubrimientos

En la Figura 2 se puede apreciar la micrografía de la sección transversal de una de las muestras nitruradas, la cual se divide en tres zonas a saber: La zona superior de color grisáceo de aproximadamente $5 \mu\text{m}$ de espesor correspondiente a la de compuestos o capa blanca, la subsiguiente zona de difusión de unas $85 \mu\text{m}$ de espesor y una zona inferior de color café claro con una estructura de martensita revenida correspondiente a la microestructura del núcleo de la muestra que no fue afectada por el proceso de nitruración. La zona de difusión está probablemente constituida principalmente por nitruros de hierro y de los elementos de aleación cromo y molibdeno acorde a la composición química del acero 4140.

En la Figura 3 se pueden observar los patrones de difracción de rayos X del recubrimiento de TiN depositado sobre acero 4140 bonificado, los cuales revelan la formación de una estructura cristalina cúbica centrada en las caras fcc. El barrido $20-90^\circ$ muestra los picos principales con las orientaciones cristalográficas (111) y (200) y (222) del TiN, en los ángulos correspondientes de difracción $36,9^\circ$; $42,9^\circ$ y $78,8^\circ$. El parámetro de red calculado utilizando la ecuación de Bragg y a partir del pico con mayor intensidad (111) de $a_{111} = 0.4214 \text{ nm}$ es menor al reportado para el TiN en polvo y libre de esfuerzos de $a = 0.4240 \text{ nm}$ Bobzin et al. (2009). Este comportamiento es generado probablemente por los esfuerzos de compresión inducidos en el recubrimiento a causa del intenso bombardeo iónico de éste por el voltaje bias aplicado al sustrato.

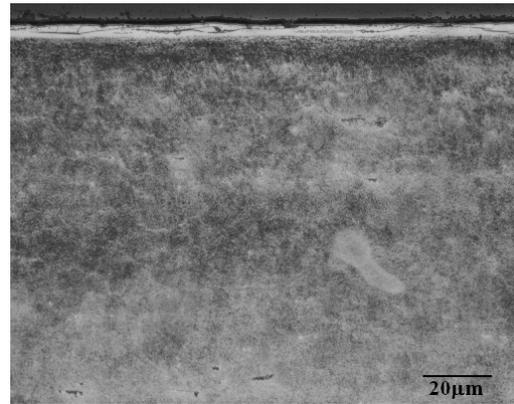


Figura 2. Micrografía de la sección transversal de una muestra de acero 4140 nitrurada.

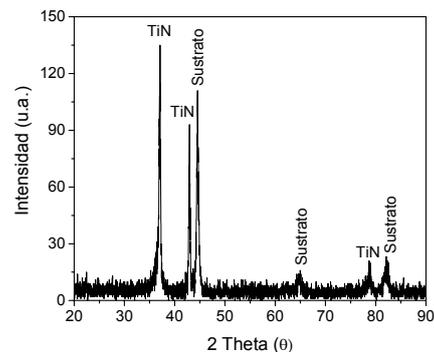


Figura 3. Espectro de difracción de rayos X del recubrimiento de TiN depositado sobre acero 4140 bonificado.

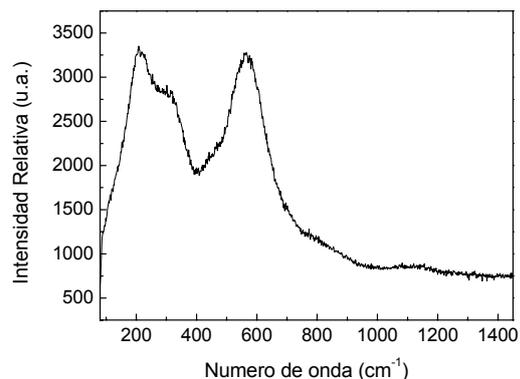


Figura 4. Espectro Raman del recubrimiento de TiN depositado sobre acero 4140 bonificado.

En la Figura 4 se puede observar el espectro Raman de la capa formada del recubrimiento de TiN sobre el acero bonificado, en el cual se observan dos bandas anchas cuyos centros aproximados están en 220 y 550 cm^{-1} . La banda en 220 cm^{-1} se le asigna a vibraciones acústicas en el rango de 170345 cm^{-1} , estas vibraciones corresponden a fonones longitudinales (LA) en el rango de 170-250 cm^{-1} y transversales (TA) en el rango de 250-345 cm^{-1} . Esta señal Raman se debe principalmente a las vibraciones de los iones metálicos de Ti. En dicha figura se observa también que la banda centrada en 550 cm^{-1} corresponde a los modos ópticos, estas vibraciones corresponden a los fonones longitudinales y transversales (LO-TO) ubicados en la región de 500 cm^{-1} . Esta banda corresponde a las vibraciones de los iones no metálicos del N.

En la Figura 5 se observa una micrografía SEM de la sección transversal de una muestra de acero 4140 bonificado recubierta con TiN. El recubrimiento presenta una estructura homogénea y columnar acorde a la zona T del modelo de crecimiento propuesto por Thornton, J.A. (1977), y su espesor es de aproximadamente 3 μm . La Figura 6 presenta un espectro EDS realizado al recubrimiento de TiN depositado sobre el acero bonificado, donde se pueden apreciar los picos de Ti y de N correspondientes al recubrimiento, y algunos picos de Fe provenientes del sustrato.

3.2 Estudio de las propiedades mecánicas y tribológicas

La Figura 7 muestra un perfil de la microdureza en función del espesor de la zona nitrurada de una de las muestras de acero 4140. La máxima dureza se midió a 2 micras de la superficie mostrando un valor de $1184,9 \pm 15,3$ HV, este valor decrece paulatinamente hasta $504,7 \pm 10,2$ HV a una distancia de aproximadamente 90 μm de la superficie, donde la microestructura no fue afectada de forma considerable por el proceso de nitruración.

El comportamiento de la dureza es acorde a la microestructura de la Figura 2 y a lo expuesto en ese punto respecto a la posible existencia de las fases de nitruro de hierro, cromo y molibdeno.

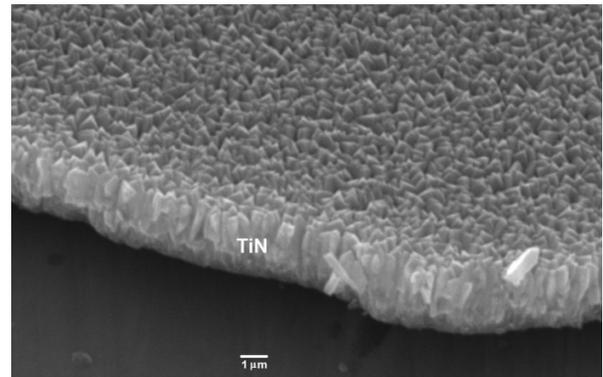


Figura 5. Micrografía SEM de la sección transversal de una muestra de acero 4140 bonificado recubierta con TiN.

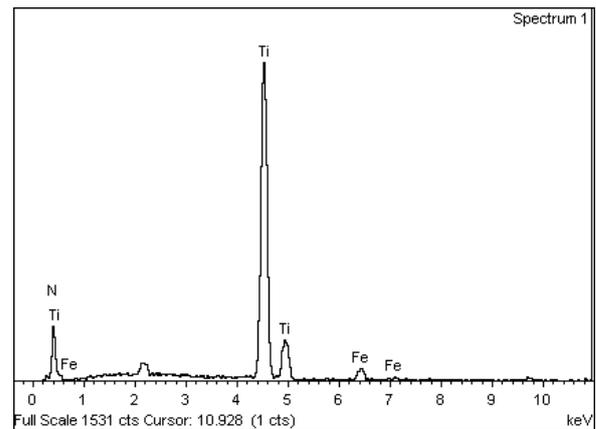


Figura 6. Espectro EDS de un recubrimiento de TiN sobre acero 4140 bonificado.

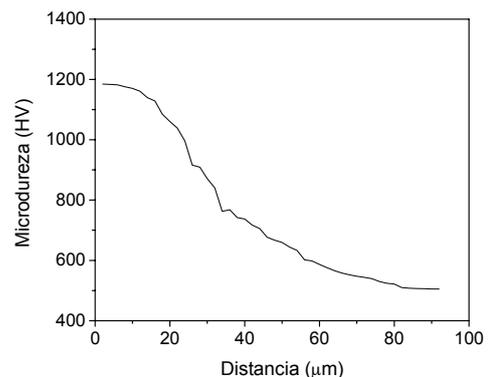


Figura 7. Perfil de dureza de una muestra nitrurada de acero 4140.

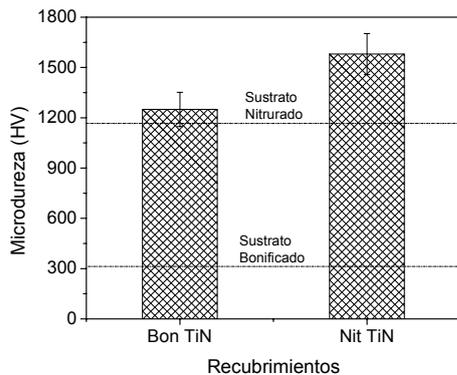


Figura 8. Resultados de las medidas de microdureza de las muestras de acero 4140 tratadas con recubrimientos monocapa de TiN y recubrimientos Dúplex.

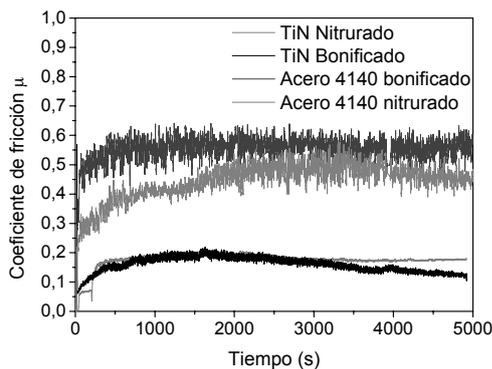


Figura 9. Registros de los coeficientes de fricción en función del tiempo, obtenidos en el tribómetro de tipo esfera sobre disco.

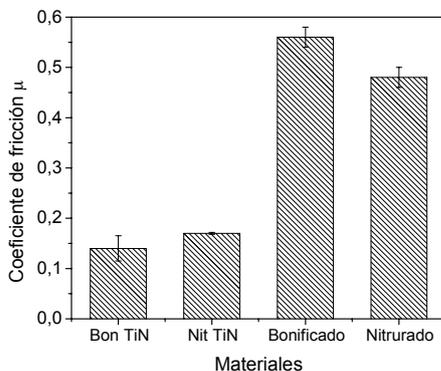


Figura 10. Valores promedio de los coeficientes de fricción en el régimen estable.

La Figura 8 muestra los resultados de las medidas de microdureza de los materiales estudiados. Los recubrimientos que fueron depositados directamente

sobre los sustratos de acero 4140 bonificado presentaron los más bajos valores de dureza de 1250 HV, comparado con los 1580 HV del acero tratado con el recubrimiento dúplex de nitruración y recubrimiento de TiN, mostrándose así un efecto positivo de este tipo de tratamiento sobre el acero bonificado AISI 4140, el cual sólo alcanzó una dureza promedio de $320 \pm 10 \text{ HV}_{3.00}$. En ambos casos tanto para el acero bonificado como para el nitrurado, el recubrimiento de TiN representó incrementos en la dureza del 74,4 % y del 27,2 % respectivamente.

Los registros de los coeficientes de fricción se presentan en la Figura 9 donde se puede observar que después de 3000 s de prueba los coeficientes de fricción μ alcanzan un régimen relativamente estable. El acero en su estado bonificado revela un coeficiente de fricción de $0,55 \pm 0,03$, el cual disminuye a un valor de $0,48 \pm 0,03$ cuando el acero es nitrurado. Los recubrimientos de TiN muestran una evolución del coeficiente de fricción mucho más estable que los demás tratamientos. La Figura 10 muestra los valores promedio de los coeficientes de fricción en la zona de régimen estable donde se puede apreciar que los coeficientes de fricción de los recubrimientos de TiN son bajos como para considerar estos materiales buenos recubrimientos tribológicos, estos recubrimientos logran disminuir la fricción del acero 4140 bonificado y nitrurado hasta por debajo del 50 %. Estos resultados muestran que los recubrimientos de TiN que mostraron la mayor dureza, también presentaron los menores coeficientes de fricción, mientras que el acero bonificado y el acero nitrurado que presentan menor dureza exhibieron los mayores coeficientes de fricción. El recubrimiento dúplex con la más alta dureza de todos los materiales estudiados muestra un coeficiente de fricción bastante bajo (0,17), mientras que el acero bonificado con el valor más bajo de dureza presenta el valor más alto de μ (0,55). Los pares tribológicos estudiados en el presente trabajo presentan valores de μ más bajos, comparados con otros pares similares (TiN contra esfera de alúmina) reportados en la literatura Guruvket et al. (2009); Liu et al. (2012); Deng, Tao y Guo (2012); Öztürk et al. (2008).

En la Figura 11 se pueden observar las tasas de desgaste obtenidas con estos recubrimientos. Los sustratos de acero 4140 en su estado bonificado y nitrurado mostraron tasas de desgaste superiores en un 32 % y un 40 % que los respectivos sustratos recubiertos con TiN.

La mayor dureza de los recubrimientos dúplex y de TiN sobre acero bonificado probablemente es la responsable de que sean más resistentes al desgaste, mientras que los sustratos de acero 4140 bonificado y nitrurado muestran menores durezas y presentan también las mayores tasas de desgaste, este comportamiento está de acuerdo con los resultados obtenidos en varios estudios en los que se han obtenido resultados similares con otros pares tribológicos Torres et al. (2010); Liu et al. (2012); Raoufi et al. (2012). Estos resultados muestran una mejora del 32 % en la resistencia al desgaste cuando se hace el tratamiento de nitruración por plasma previo al depósito de los recubrimientos de TiN, esto respecto al recubrimiento depositado directamente sobre el acero bonificado. Las tasas de desgaste variaron desde $1,01 \times 10^{-9}$ kg/Nm para el recubrimiento dúplex con el que se obtuvo el valor más bajo hasta $2,19 \times 10^{-9}$ kg/Nm con el acero bonificado, el cual mostró el mayor desgaste.

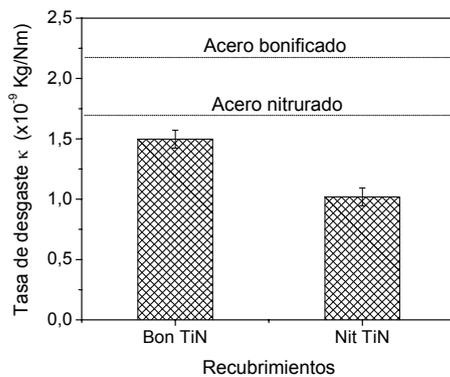


Figura 11. Tasas de desgaste en deslizamiento en seco en función de los diferentes materiales estudiados, obtenidas en el tribómetro de tipo esfera sobre disco contra esferas de alúmina.

La Figura 12 muestra las huellas de desgaste de los materiales estudiados en el presente trabajo. Se puede apreciar que en el acero nitrurado y bonificado fue predominante el desgaste abrasivo acompañado de tribo-oxidación, Figs. 12 a) y 12 b) respectivamente. Se observan claramente los surcos de abrasión a lo largo de las pistas de deslizamiento del contracuerpo, además, dentro de las huellas se observan regiones de color marrón y café oscuro dejando en evidencia la presencia de productos de reacciones químicas de oxidación. Debido a las condiciones de temperatura y presión que se generan en el contacto tribológico, se promueve la oxidación de la superficie metálica al entrar en contacto con el oxígeno de la atmósfera. De otro lado, debido al constante frotamiento entre las superficies del contracuerpo y del metal se remueve constantemente la película de óxido formada dando lugar a terceros cuerpos libres provenientes de los óxidos, debido a que éstos son cerámicos contribuyen al desgaste abrasivo y de esta manera actúan los dos mecanismos sinérgicamente. Sin embargo, los mecanismos de desgaste cambian drásticamente cuando se evalúan los recubrimientos de TiN depositados sobre el acero nitrurado (Fig. 12 c) y sobre el acero bonificado (Fig. 12 d). Debido a que las durezas entre el cuerpo y el contracuerpo son similares se sugiere que el mecanismo de desgaste en este caso es desgaste adhesivo. Las imágenes revelan una huella de desgaste más suave en el recubrimiento de TiN depositado sobre el acero nitrurado que en el recubrimiento depositado sobre el acero bonificado, tal como se midió de forma cuantitativa.

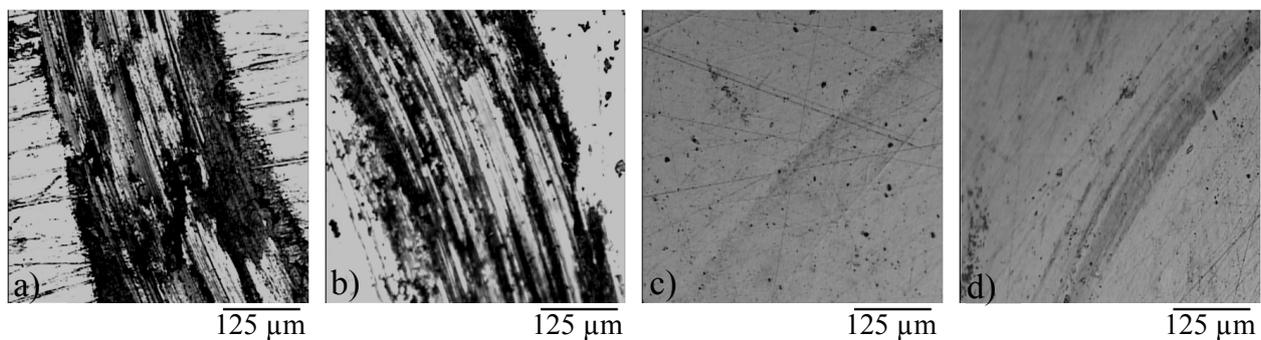


Figura 12. Imágenes de las huellas de desgaste de a) acero nitrurado, b) acero bonificado, c) recubrimiento de TiN sobre acero nitrurado y d) recubrimiento de TiN sobre acero bonificado.



4. CONCLUSIONES

El tratamiento de nitruración por teniffer previo al depósito de los recubrimientos incrementó en un 16 % la durezasuperficial en los respectivos recubrimientos dúplex, mostrando esta propiedad una influencia positiva en la resistencia al desgaste de los mismos.

Los coeficientes de fricción de los recubrimientos de TiN son bajos como para considerar estos materiales recubrimientos tribológicos, estos recubrimientos logran disminuir la fricción del acero 4140 bonificado y nitrurado hasta por debajo del 50 %.

Los recubrimientos estudiados mostraron valores de tasas de desgaste en la escala de 10^{-9} kg/Nm, siendo adecuados para aplicaciones tribológicas. Se logró mejorar la resistencia al desgaste del acero 4140 bonificado hasta en un 53 % mediante la aplicación del tratamiento dúplex. El mecanismo de desgaste predominante en el sustrato bonificado y nitrurado fue abrasión, mientras que sobre los recubrimientos de TiN predominó el desgaste adhesivo.

REFERENCIAS

- Atsushi, Mitsuo; Kazutaka, Kanda; Tatsuhiko, Aizawa. (2000). "Friction and wear properties of carbon-ion implanted titanium nitride films". *Surface and Coatings Technology*, vol. 128-129, (June), pp. 440-445.
- Batista, J.C.A.; Godoy, C.; Matthews, A. (2002). "Microscale abrasive wear testing of duplex and nonduplex (single-layered) PVD (Ti, Al)N, TiN and CrN coatings". *Tribology International*, vol. 35, No. 6 (June), pp. 363-372.
- Bejarano, Gilberto; Muñoz Saldaña, Juan; Caicedo, Julio. (2008). "Mejoramiento de las propiedades mecánicas y tribológicas del acero AISI 4340 tratado térmicamente, utilizando un recubrimiento de multicapas de TiN/TiAlN". *Revista Facultad de Ingeniería*, No. 44 (Junio), pp. 36-42.
- Bell, T.; Dong, H.; Sun, Y. (1998). "Realising the potential of duplex surface engineering". *Tribology International*, vol. 31, No. 1-3 (January), pp. 127-137.
- Bobzin, K.; Bagcivan, N.; Immich, P.; Bolz, S.; Alami, J.; Cremer, R. (2009). "Advantages of nanocomposite coatings deposited by high power pulse magnetron sputtering technology". *Journal of materials processing technology*, vol. 209, No. 1 (January), pp. 165-170.
- Borgioli, F.; Fossati, A.; Galvanetto, E.; Bacci, T. (2005). "Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment temperature". *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, No. 7 (December), pp. 2474-2480.
- Braga, D.; Dias, J.P.; Cavaleiro, A. (2006). "Duplex treatment: W-Ti-N sputtered coatings on pre-nitrided low and high alloy steels". *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, No. 16-17 (April), pp. 4861-4869.
- Chen, Chang-Zi; Li, Qiang; Leng, Yong-Xiang; Chen, J.Y.; Zhang, Peng-Cheng; Bai, Bin; Huang, Nan. (2010). "Improved hardness and corrosion resistance of iron by Ti/TiN multilayer coating and plasma nitriding duplex treatment". *Surface and Coatings Technology*, vol. 204, No. 18-19 (June), pp. 3082-3086.
- Deng B.; Tao, Y.; Guo, D. (2012). "Effects of vanadium ion implantation on microstructure, mechanical and tribological properties of TiN coatings". *Applied Surface Science*, vol. 258, No. 22 (September), pp. 9080-9086.
- Guruvenket, S.; Li, D.; KlembergSapieha, J.E.; Martinu, L.; Szpunar, J. (2009). "Mechanical and tribological properties of duplex treated TiN, ncTiN/aSN_x and ncTiCN/aSiCN coatings deposited on 410 low alloy stainless steel". *Surface and Coatings Technology*, vol. 203, No. 19 (June), pp. 2905-2911.
- Hedenqvist, Per; Olsson, Mikael; Wallén, Per; Kassman, Asa; Hogmark, Sture; Staffan, Jacobson. (1990). "How TiN coatings improve the performance of high speed steel cutting tools". *Surface and Coatings Technology*, vol. 41, No. 2 (April), pp. 243-256.
- Huang, H.H.; He, J.L.; Hon, M.H. (1994). "Microstructure and mechanical properties of surface layer obtained by plasma nitriding and/or TiN coating on high speed steel". *Surface and Coatings Technology*, vol. 64, No. 1 (April), pp. 41-46.
- Liu, Aihua; Deng, Jianxin; Cui, Haibing; Chen, Yangyang; Zhao, Jun. (2012). "Friction and wear properties of TiN, TiAlN, AlTiN and CrAlN PVD nitride coatings". *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 31, (March), pp. 8288.
- Ma, Shengli; Li, Yanhuai; Xu, Kewei. (2001). "The composite of nitride steel of H13 and TiN coatings by plasma duplex treatment and the effect of pre-nitriding". *Surface and Coatings Technology*, vol. 137, No. 2-3 (March), pp. 116-121.
- Narocznyk, Jerzy; Werner, Zbigniew; Morozow, Dmitrij; Tuszyński, Waldemar. (2007). "Wear resistance of TiN coatings implanted with Al and N ions". *Vacuum*, vol. 81, No. 10 (June), pp. 1275-1277.
- Novák, Pavel; Vojtěch, Dalivor; Šerák, Jan. (2006). "Wear and corrosion resistance of a plasma-nitrided PM tool steel alloyed with niobium". *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, No. 18-19 (May), pp. 5229-5236.

- Öztürk, A.;Ezirmik, K.V.;Kazmanli, K.;Ürgen, M.;Eryilmaz, O.L.;Erdemir, A. (2008). "Comparative tribological behaviors of TiN-, CrN- and MoN-Cu nanocomposite coatings". *Tribology International*, vol. 41, No. 1 (January), pp. 49-59.
- Purushotham, K.P.; Ward, L.P.; Brack, N.; Pigram, P.J.; Evans, P.; Noorman, H.; Manory, R.R. (2008). "The effect of MEVVA ion implantation of Zr on the corrosion behaviour of PVD TiN coatings". *Corrosion Science*, vol. 50, No. 1 (January), pp. 8-14.
- Raoufi, M.; Mirdamadi, Sh.; Mahboubi, F.; Ahangarani, Sh.; Mahdipoor, M.S.; Elmkhah, H. (2012). "Effect of active screen plasma nitriding pretreatment on wear behavior of TiN coating deposited by PACVD technique". *Applied Surface Science*, vol. 258, No. 20 (August), pp. 7820-7825.
- Rha, SaKyun; Lee, WonJun; Lee, SeungYun; Hwang, Yong-Sup; Lee, YoonJik; Kim, DongIl; Kim, DongWon; Chun, SoungSoon; Park, ChongOok. (1998). "Improved TiN films as a diffusion barrier between copper and silicon". *Thin Solid Films*, vol. 320, No. 1 (May), pp. 134-140.
- Special Steels & Metals Limited. [en línea]: [Consultado el 19 de octubre de 2012] Disponible en: <<http://www.ssm.co.nz/sitefiles//4140.pdf>>.
- Sproul, William D.; Rothstein, Robert. (1985). "High rate reactively sputtered TiN coatings on high speed steel drills". *Thin Solid Films*, vol. 126, No. 3-4 (April), pp. 257-263.
- Thornton, J.A. (1977). "High rate Thick films Growth". *Annual Reviews Materials Science*, vol. 7, pp. 239-260.
- Torres, Ricardo D.; Soares Jr., Paulo C.; Schmitz, Cleomar; Siqueira, Carlos J.M. (2010). "Influence of the nitriding and TiAlN/TiN coating thickness on the sliding wear behavior of duplex treated AISI H13 steel". *Surface*