

Comparación de las propiedades tribológicas de los recubrimientos AlCrN y TiAlN depositados sobre acero AISI 420

Comparison of the tribological properties of the AlCrN and TiAlN coatings deposited over AISI 420 steel

Presentación: 22/10/2023

Tomás Källsten

Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Concepción del Uruguay
tomasgchu@gmail.com

Eugenia Dalibón

Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Concepción del Uruguay
dalibone@frcu.utn.edu.ar

Resumen

En este trabajo se compararon las propiedades tribológicas de los recubrimientos AlCrN y TiAlN depositados mediante el proceso PVD sobre acero inoxidable martensítico AISI 420. La microestructura y el espesor de los recubrimientos fueron analizados con microscopio óptico y su dureza fue determinada mediante nanoindentación. La adhesión de los recubrimientos al sustrato se evaluó mediante ensayos dinámicos Scratch test a carga constante y ensayos estáticos de indentación Rockwell C. Además, se estudió el comportamiento de los recubrimientos al desgaste mediante ensayos de desgaste abrasivo (ASTM G65) y por deslizamiento tipo pin-on-disk (ASTM G99), donde el volumen desgastado y el coeficiente de fricción fueron evaluados. Ambos recubrimientos tuvieron un espesor similar. El recubrimiento AlCrN presentó una mejor respuesta en los ensayos de adhesión y un mejor desempeño bajo las diferentes condiciones de desgaste que el recubrimiento TiAlN.

Palabras clave: recubrimiento AlCrN, recubrimiento TiAlN, comportamiento tribológico, acero AISI 420.

Abstract

In this work, the tribological properties of the AlCrN and TiAlN coatings deposited by PVD process over AISI 420 steel were compared. The microstructure and the thickness of the coatings were analyzed by optic microscope and its hardness was measured by nanoindentation. The adhesion of the coatings to the substrate was evaluated by Scratch test with constant load and Rockwell C indentation tests. In addition, the wear behavior of the coatings was assessed by abrasive wear test (ASTM G65) and by sliding pin-on-disk test (ASTM G99), where the wear volume loss and the friction coefficient were evaluated. Both coatings showed similar thickness. The AlCrN coating showed better adhesion tests and a better performance under different wear conditions than the TiAlN ones.

Keywords: AlCrN coating, TiAlN coating, tribological behavior, AISI 420 steel.

Introducción

El acero inoxidable martensítico AISI 420 es ampliamente utilizado en componentes de máquina, instrumentos quirúrgicos, y otras aplicaciones dentro de la industria química, farmacéutica y alimenticia, donde se requieren buenas propiedades mecánicas y anticorrosivas (Dalibón et al., 2022). Sin embargo, el constante desarrollo industrial y la exigencia en acotar los tiempos de producción demandan mejores propiedades superficiales de los aceros.

Los recubrimientos cerámicos basados en nitruros ternarios de metales de transición como el nitruro de titanio-aluminio (TiAlN) y el nitruro de cromo-aluminio (AlCrN) se caracterizan por tener alta dureza, buena resistencia al desgaste y a la corrosión, así como también baja conductividad térmica y buena estabilidad a altas temperaturas. Es por ello que durante las últimas décadas han sido foco de estudio y encuentran actualmente numerosas aplicaciones industriales para mejorar las propiedades superficiales de los aceros (Mo et al., 2007; Kumar et al., 2014). Estos recubrimientos pueden ser depositados por diferentes técnicas asistidas por plasma, destacándose actualmente entre ellas los procesos PVD (Physical Vapour Deposition). Específicamente, en los procesos PVD por arco catódico, se realiza una descarga de alta corriente (~100 A) entre dos electrodos inmersos en una cámara de vacío. Luego, las especies reactivas son aportadas por un plasma metálico formado a partir de la evaporación y ionización del material catódico. Además, si se inyecta un gas reactivo en la cámara, este puede combinarse con los iones del plasma y formar películas de distinta composición como óxidos, nitruros o carburos (Maskavizan et al., 2022).

Se han hecho numerosas publicaciones sobre el comportamiento tribológico de los recubrimientos AlCrN y TiAlN depositados sobre diferentes tipos de acero que se basan principalmente en ensayos de corta duración y cargas reducidas, o bien, se evalúan aplicaciones puntuales como aumentar el filo de determinadas herramientas de corte (Spain et al., 2005; Sampath et al., 2014; Mo et al., 2007). Sin embargo, el comportamiento de estos recubrimientos depositados sobre acero inoxidable martensítico y bajo condiciones severas de carga no ha sido extensamente estudiado. Teniendo en cuenta que el desempeño tribológico no depende únicamente del recubrimiento, sino también de la microestructura y la composición química del sustrato, así como del método de deposición, es importante estudiar el comportamiento de todo el sistema, conformado por el sustrato, la interfase y el recubrimiento.

El principal interés en el ámbito industrial es tener una estimación de la vida útil de distintos componentes recubiertos sometidos a determinadas condiciones de desgaste. Por esta razón, en este trabajo se comparó la microestructura, el comportamiento al desgaste y la adhesión de los recubrimientos TiAlN y AlCrN depositados mediante el proceso PVD por arco catódico sobre muestras de acero inoxidable martensítico AISI 420 previamente templado y revenido.

Desarrollo

Las probetas estudiadas son discos de acero AISI 420 de 25,4 mm de diámetro y 1,5 mm de espesor, que previamente fueron sometidos a un tratamiento de temple a una temperatura de 1030°C durante 30 minutos con enfriamiento en aire agitado. Posteriormente, se les realizó un doble revenido a 260 °C durante 2 horas, donde el primero de ellos fue enfriado con aire agitado. Esto elimina tensiones residuales generadas durante el temple, disminuye la dureza y aumenta la ductilidad de las muestras.

Después del tratamiento térmico, las probetas se lijaron gradualmente hasta granulometría 1000. Este procedimiento se realizó en un total de 30 muestras que luego se enviaron a recubrir a la sede argentina de la empresa Oerlikon Balzers. Un grupo de muestras fue recubierto con TiAlN y otro con AlCrN, que Balzers los designa comercialmente como Futura NANO® y Alcrona®, respectivamente.

Se cortó una muestra de cada grupo y se las incluyó en resina fenólica para observar la sección transversal con el microscopio óptico y medir su espesor con la ayuda de un software de análisis de imágenes metalográficas. También se determinó la dureza y el módulo de Young de los recubrimientos mediante ensayos de nanoindentación, implementando un triboindentador de la firma Bruker, modelo Hysitron, con una carga estándar de 9000 μN y un indentador Berkovich, según la norma ISO 14577-1 en la Universidad Nacional de Mar del Plata.

Para analizar la adhesión de los recubrimientos al sustrato se realizaron ensayos estáticos de adhesión mediante indentación Rockwell C y ensayos dinámicos de adhesión del tipo Scratch test a carga constante. Las indentaciones se realizaron con un indentador cónico Rockwell aplicando una carga de 150 kg durante 10 segundos, para luego observarlas en el microscopio óptico y contrastarlas con la tabla de la norma VDI 3198 (Vidakis et al., 2003). Los ensayos Scratch test se realizaron según la norma ASTM C1624 en una máquina fabricada en la Facultad por el Grupo de Ingeniería de Superficies y se utilizaron cargas de 50, 60, 70, 80 y 90 N. Luego se analizaron las huellas mediante microscopía óptica para determinar la carga a la cual falla el recubrimiento, la cual se designa como carga crítica.

Para evaluar el comportamiento frente al desgaste se realizaron ensayos de desgaste abrasivo y ensayos por deslizamiento tipo pin-on-disk (POD). Los ensayos de desgaste abrasivo se realizaron en un equipo fabricado en base a la norma ASTM G65, implementando una carga de 65 N durante 10 minutos y arena de granulometría AFS 70. Para los ensayos POD se utilizó una máquina construida según norma ASTM G99, con cargas de 5 y 10 N, radios de 5 y 7 mm, una distancia de 500 m y una bolilla de alúmina de 6 mm de diámetro como contraparte (pin), donde además se midió el coeficiente de fricción (CoF) y se tomaron perfiles de las huellas con un rugosímetro mecánico Mitutoyo® para posteriormente calcular el volumen desgastado. Las huellas de los ensayos de desgaste fueron observadas utilizando microscopía electrónica de barrido.

Resultados

Los espesores promedio obtenidos fueron de $(2,9 \pm 0,4) \mu m$ y $(3,1 \pm 0,2) \mu m$ en AlCrN y TiAlN, respectivamente. El promedio se calculó a partir de 5 mediciones realizadas con el software $\mu Grain$ ®, las cuales pueden verse en la figura 1. También puede observarse la similitud en el espesor de los recubrimientos y que su interfase con el sustrato es regular en ambos casos.

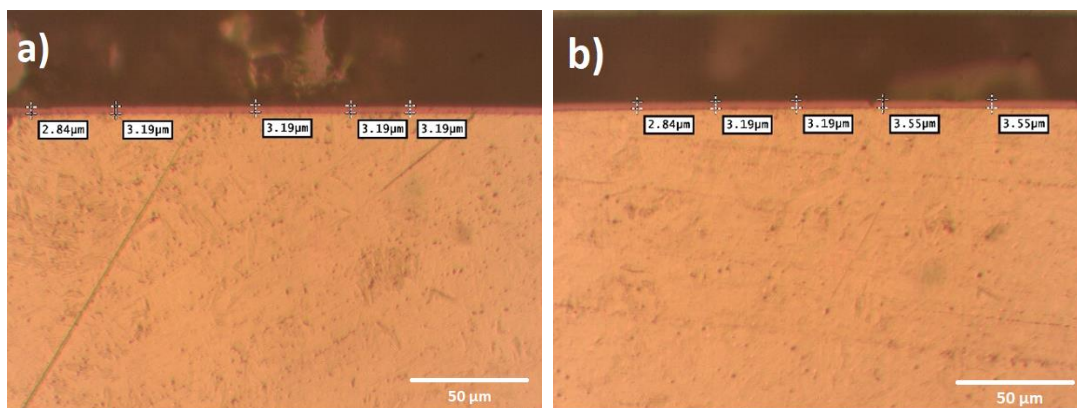


Figura 1: micrografías ópticas transversales de recubrimientos AlCrN (a) y AlTiN (b)

Los resultados de las propiedades mecánicas de los recubrimientos obtenidos en los ensayos de nanoindentación así como las relaciones H/E y H^2/E^3 se resumen en la tabla 1.

| Recubrimiento | Dureza (H) | Módulo de Young (E) | Profundidad de contacto | H/E | H^3/E^2 |
|---------------|------------------------------|--------------------------------|-------------------------|------|-----------|
| AlCrN | $45,05 \pm 6,60 \text{ GPa}$ | $349,12 \pm 33,06 \text{ GPa}$ | $76 \pm 7 \text{ nm}$ | 0,13 | 0,75 |
| TiAlN | $40,74 \pm 4,75 \text{ GPa}$ | $347,98 \pm 28,93 \text{ GPa}$ | $81 \pm 6 \text{ nm}$ | 0,12 | 0,57 |

Tabla 1: características mecánicas de los recubrimientos AlCrN y TiAlN obtenidos mediante nanoindentación

Dado que la profundidad promedio de contacto en ambos recubrimientos no supera el 10% de sus espesores, que serían aproximadamente 300 nm, se puede asumir que los valores de dureza no tienen influencia del sustrato y son representativos de los recubrimientos (Bückle, 1959). Por otra parte, estos valores de dureza están dentro del rango reportado por Baijun Xiao et al. (2017) para este tipo de recubrimientos.

En los ensayos de Scratch test, las cargas críticas obtenidas fueron de 60 y 70 N en TiAlN y AlCrN, respectivamente, presentándose en ambos casos fallas del tipo cohesivo. Luego, para una carga de 90 N, la falla observada en ambos recubrimientos fue del tipo adhesivo. Estos valores de cargas críticas y diferencias en las respuestas de adhesión son similares a los reportados por Spain et al. (2005) para recubrimientos similares. En la figura 2 pueden observarse las micrografías ópticas de las huellas de Scratch test para las respectivas cargas críticas de los recubrimientos. En ambos casos se aprecian fallas en el borde de la huella, que se denominan fallas del tipo “Recovery Spallation” según la norma ASTM C1624.

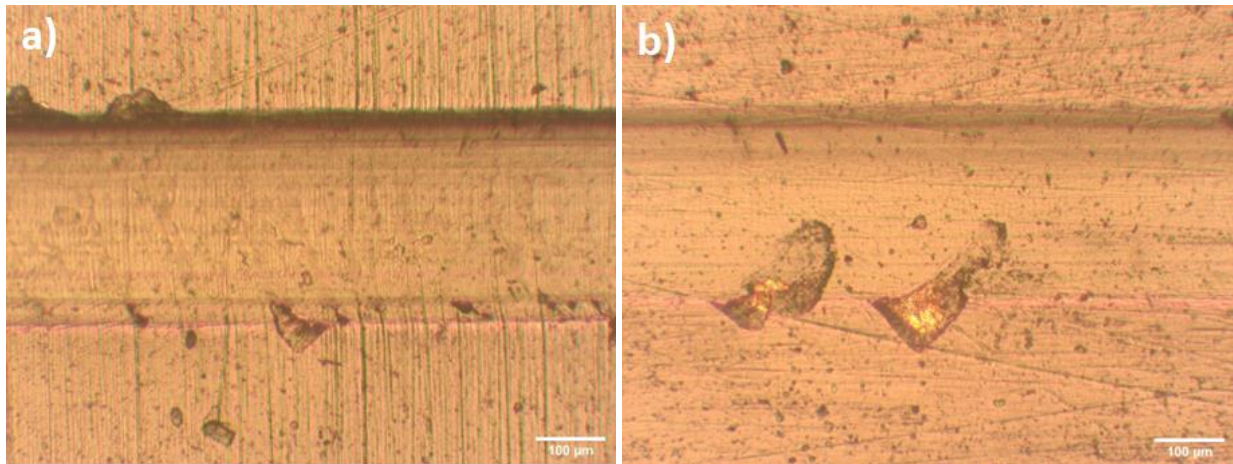


Figura 2: huellas de cargas críticas en Scratch test. Carga de 70 N en AlCrN (a) y 60 N en TiAlN (b)

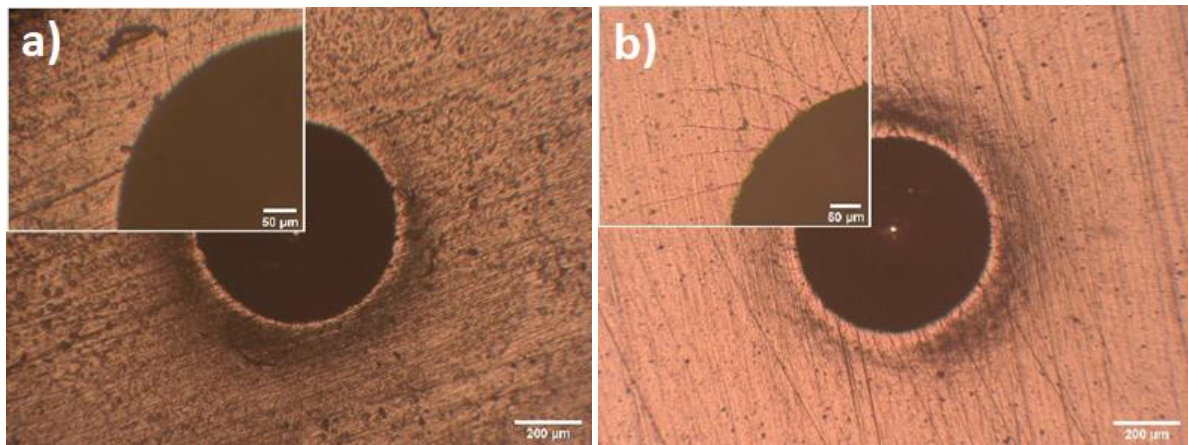


Figura 3: indentaciones Rockwell C en AlCrN (a) y TiAlN (b)

En los ensayos de adhesión estática se realizaron 10 indentaciones por recubrimiento. De acuerdo con la designación de la norma VDI 3198 los dos recubrimientos presentaron una adhesión aceptable, ya que en ambos casos sus respuestas no superaron el grado HF3. Sin embargo, AlCrN también presentó respuestas HF1 mientras que TiAlN solo HF2 y HF3, lo que indica un mayor grado de adhesión en AlCrN. Dado que la adhesión al sustrato de un recubrimiento está relacionada con los esfuerzos residuales que este presenta luego de la deposición, el mayor grado de adhesión de AlCrN podría deberse a sus menores tensiones residuales con respecto a TiAlN (Tillmann et al., 2019). En la figura 3 a) se muestra una respuesta HF1 en AlCrN, donde se ven pequeñas fisuras radiales sin delaminación, y en la figura 3 b) se muestra una respuesta HF2 en TiAlN, en la que también se aprecian fisuras radiales sin delaminación, pero en este caso se presentan más extensas y en mayor cantidad a lo largo del perímetro de la indentación.

En todas las condiciones de carga empleadas en los ensayos de desgaste por deslizamiento POD, ambos recubrimientos disminuyeron la pérdida de volumen hasta 3 veces con respecto al acero sin recubrir. La pérdida de volumen y la profundidad de la huella obtenida en AlCrN fue entre 8 y 10 veces menor que en TiAlN (figura 5) y también mostró un menor CoF, cuyo valor fue 0,5 contra 0,65 en TiAlN (figura 6). Según lo reportado por Kara et al. (2018), durante experimentos de desgaste en recubrimientos AlCrN se forman en la superficie partículas de óxido de aluminio y especialmente de óxido de cromo. Estas partículas duras forman una capa de transición o “transfer layer”, la cual disminuye el área de contacto de desgaste, generando un efecto lubricante y disminuyendo el CoF.

Además, el superior desempeño tribológico de AlCrN podría estar relacionado con su mayor relación H/E, ya que este parámetro es un indicador de la resistencia al desgaste de un recubrimiento (Leyland et al., 2000).

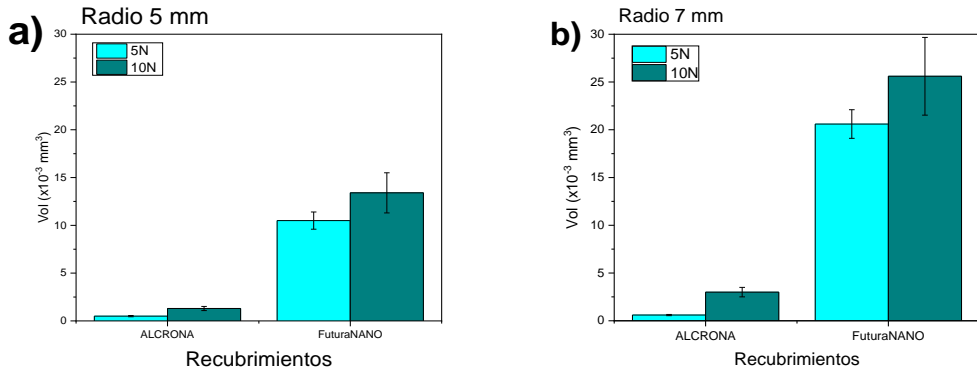


Figura 4: volúmenes desgastados en ensayos POD con radio 5 mm (a) y 7 mm (b)

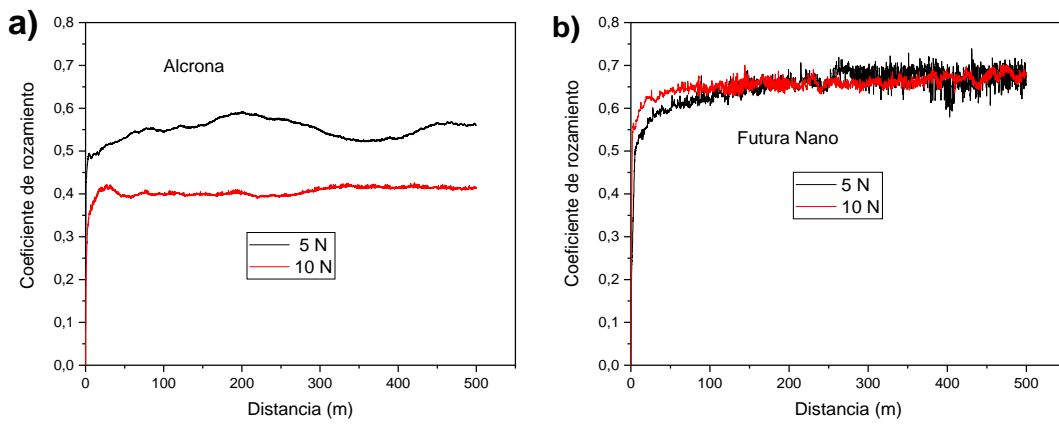


Figura 5: CoF en ensayos POD con radio 7 y cargas de 5 y 10N en (a) AlCrN y (b) TiAlN.

En la figura 7 se muestran micrográficas electrónicas de las huellas POD de ambos recubrimientos bajo las mismas condiciones de ensayo. En AlCrN (figura 4 a) pueden verse surcos suaves y áreas oscuras que podrían corresponderse con óxidos. Luego, teniendo en cuenta que las imágenes se tomaron con la misma magnificación, puede notarse que la huella en TiAlN (figura 4 b) es más ancha y presenta surcos en la dirección de deslizamiento que corresponderían a un mecanismo de desgaste del tipo abrasivo con mayor deformación plástica que para el recubrimiento AlCrN.

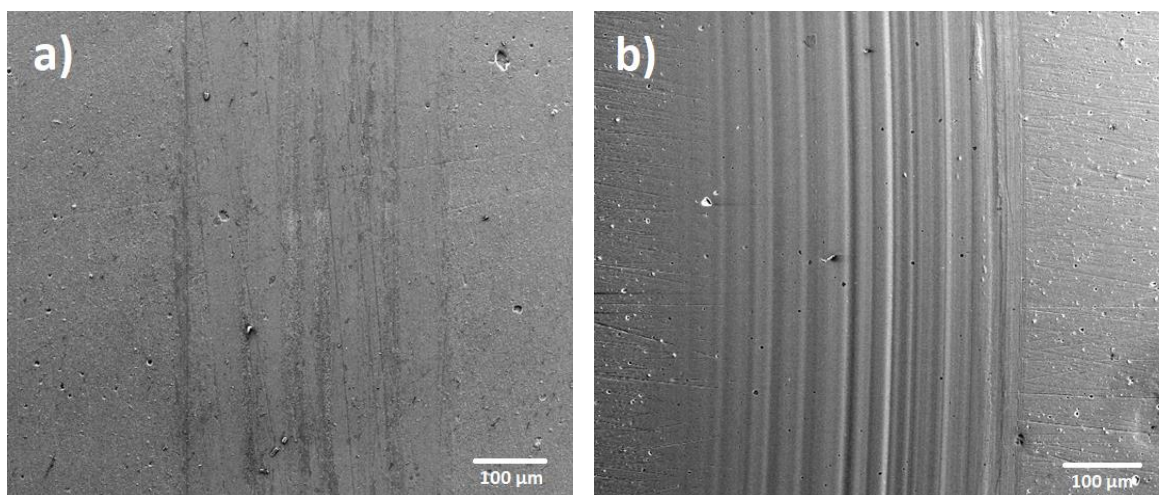


Figura 6: huellas POD con 10 N de carga, radio 7 y 500 m en AlCrN (a) y TiAlN (b)

Ambos recubrimientos presentaron una respuesta favorable en todas las condiciones de desgaste abrasivo, de tal manera que la pérdida de masa fue indetectable o se encontraba dentro del error de la balanza de precisión. Sin embargo, observando la figura 8, puede apreciarse un mayor daño en el recubrimiento TiAlN, donde el arado característico de este mecanismo de desgaste es bien notable. Este superior desempeño del recubrimiento AlCrN con respecto a TiAlN en condiciones de desgaste abrasivo se condice con lo reportado por Kals et al. (2006) y Kara et al. (2018), siendo además consistente con la mayor relación H^3/E^2 obtenida en AlCrN, ya que este parámetro indica la resistencia a la deformación plástica y comúnmente es proporcional a la resistencia al desgaste abrasivo de los recubrimientos (Cai et al.,2012).

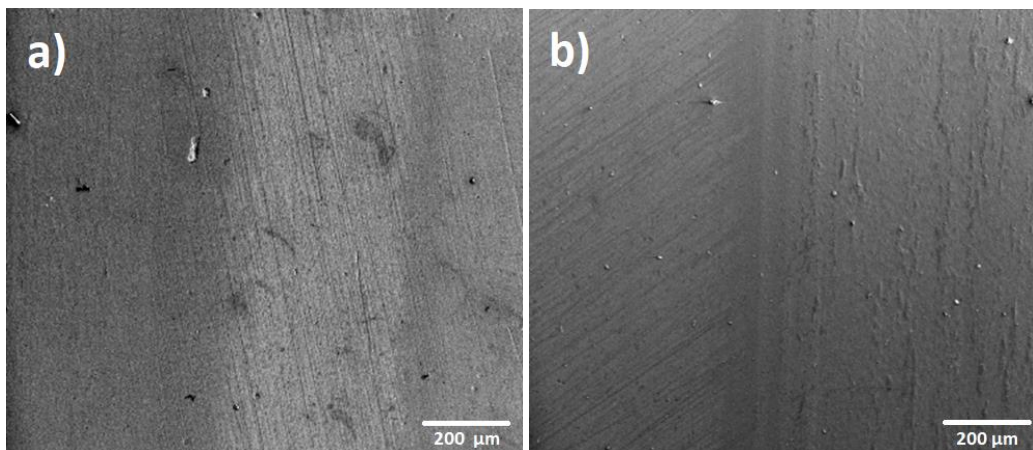


Figura 7: micrografías electrónicas de las huellas de desgaste abrasivo en AlCrN (a) y TiAlN (b).

Conclusiones

Los resultados muestran que los espesores promedio de los recubrimientos AlCrN y TiAlN depositados mediante el proceso PVD por arco catódico en vacío fueron similares. En términos de adhesión, el recubrimiento AlCrN presentó un mejor desempeño frente a los ensayos dinámicos y estáticos. Por otra parte, ambos recubrimientos mejoran significativamente la resistencia al desgaste por deslizamiento del sustrato, pero AlCrN obtuvo una pérdida de volumen hasta 8 veces menor con respecto TiAlN. En los ensayos de desgaste abrasivo ambos recubrimientos mostraron excelentes respuestas, pero pudo notarse un mayor daño en TiAlN.

Referencias

- A. Leyland, A. Matthews. Significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimize tribological behavior. *Wear*, 246, 1-11. doi:10.1016/S0043-1648(00)00488-9.
- ASTM C1624 2011 Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing.
- Baijun Xiao, Haixu Li, Haijuan Mei, Wei Dai, Fei Zuo, Zhengtao Wu, Qimin Wang. A study of oxidation behavior of AlTiN and AlCrN based multilayer coatings. *Surface & Coatings Technology*, 333, 229-237. doi: 10.1016/j.surfcoat.2017.10.078
- E. Spain, J.C. Avelar-Batista, M. Letch, J. Housden, B. Lerga (2005). Characterisation and application of Cr-Al-N coatings. *Surface & Coatings Technology* 200, 1507 – 1513. doi:10.1016/j.surfcoat.2005.08.086
- Eugenia L. Dalibón, Germán Prieto, Walter R Tuckart, Sonia P Brühl (2022). Tribological behavior of a hyperlox coating deposited over nitrided martensitic stainless steel. *Surf. Topogr.: Metrol. Prop.* 10 034003. doi:10.1088/2051-672X/ac8946



- Feng Cai, Xiao Huang, Qi Yang, Doug Nagy (2012). Tribological behavior of titanium Nitride and chromium nitride based Physical Vapor Deposition coating systems. ASME. J. Eng. Gas Turbines Power, 134(11):112504. doi: 10.1115/1.4007168.
- H. Bückle (1959). Progress in micro-indentation hardness testing. Metallurgical Reviews 4:1, 49-100, doi: 10.1179/095066059790421746
- J.L. Mo, M.H. Zhu, B. Lei, Y.X. Leng, N. Huang (2007). Comparison of tribological behaviours of AlCrN and TiAlN – Deposited by physical vapor deposition. Wear, 263, 1423 – 1429. doi:10.1016/j.wear.2007.01.051
- Levent Kara, Hojjat Gahramanzade Asl, Ozcan Karadayi (2018). The Effect of TiN, TiAlN, CrAlN, and TiAlN/TiSiN Coatings on the Wear Properties of AISI H13 Steel at Room Temperature. Surface Review and Letters. doi:10.1142/S0218625X1950063X
- Maskavizan, A., Brühl, S., Márquez, A., & Dalibón, E. (2022). Efecto de la nitruración previa en la adhesión y la resistencia al desgaste de recubrimientos PVD de Cr/CrN depositados sobre acero AISI 4140. AJEA (Actas De Jornadas Y Eventos Académicos De UTN), (15). doi: 10.33414/ajea.1109.2022
- N. Vidakis, A. Antoniadis, N Bilalis (2003). The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. Journal of Materials Processing Technology, 143-144, 481-485. doi: 10.1016/S0924-0136(03)00300-5.
- T. Sampath Kumar, S. Balasivanandha Prabu, Geetha Manivasagam, K.A. Padmanabhan (2014). Comparison of TiAlN, AlCrN and AlCrN/TiAlN coatings for cutting-tool applications. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials 21, 769.
- W. Kalss, A. Reiter, V. Derflinger, C. Grey, J. L. Endrino (2006). Modern coatings in high performance cutting applications. International Journal of Refractory Metals & Hard Materials 24, 399 – 404. doi:10.1016/j.ijrmhm.2005.11.005
- Wolfgang Tillmann, Diego Grisales, Dominic Stangier, Timo Butzke (2019). Tribomechanical Behaviour of TiAlN and CrAlN coatings deposited onto AISI H11 with different Pre-Treatments. Coatings 2019 9(8), 519. doi: 10.3390/coatings9080519.

