

Comparación del comportamiento al desgaste de recubrimientos de AlCrN y TiAlN depositados por PVD sobre acero AISI 4140

Comparison of wear behavior of PVD deposited AlCrN and TiAlN coatings on AISI 4140 steel

Presentación: 22/10/2023

Stéfano A. Pesce

Universidad Tecnológica Nacional – Facultad Regional Concepción del Uruguay – Grupo de Ingeniería de Superficies
stefanoandres54@gmail.com

A. Justina Maskavizan

Universidad Tecnológica Nacional – Facultad Regional Concepción del Uruguay – Grupo de Ingeniería de Superficies
maskavizana@frcu.utn.edu.ar

Resumen

Los recubrimientos cerámicos depositados mediante PVD (Physical Vapor Deposition) presentan múltiples aplicaciones en herramientas para el corte y conformado de metales, entre otras industrias, ya que permiten extender su vida útil. La incorporación de aluminio en los recubrimientos de TiN y CrN mejora su estabilidad térmica y sus propiedades tribológicas. En este trabajo se estudia la adhesión y resistencia al desgaste por deslizamiento y por abrasión de recubrimientos de AlCrN y TiAlN depositados sobre acero AISI 4140 templado y revenido. El recubrimiento de AlCrN presentó mejor adhesión, menor coeficiente de fricción y mayor resistencia al desgaste abrasivo y por deslizamiento que el TiAlN, siendo el primero una buena opción para proteger piezas de acero en condiciones severas de trabajo.

Palabras clave: recubrimientos cerámicos, desgaste abrasivo, tribología.

Abstract

Physical Vapor Deposited ceramic coatings have several applications in metal cutting and forming industries, among others, since they extend the useful life of the tools. The addition of aluminum to TiN and CrN coatings improves their thermal stability and tribological properties. In this work, the adhesion and resistance to sliding and abrasive wear of AlCrN and TiAlN coatings deposited on hardened and tempered AISI 4140 steel are studied. The AlCrN coating exhibited better adhesion, lower friction coefficient and higher abrasive and sliding wear resistance than TiAlN, the first being a good option to protect steel parts in severe working conditions.

Keywords: ceramic coatings, abrasive wear, tribology.

Introducción

Los recubrimientos cerámicos han sido ampliamente utilizados en la industria del mecanizado desde los años 70 debido a que confieren a las superficies alta resistencia al desgaste, alta dureza, estabilidad química y bajo coeficiente de fricción (Łępicka et al., 2019). Una de las principales aplicaciones de los recubrimientos como los nitruros y carburos es en las herramientas de corte y conformado de materiales ya que permiten extender su vida útil, aumentar

la velocidad de corte y disminuir o evitar el uso de lubricantes y refrigerantes (Mitterer, 2014). El nitruro de titanio (TiN) fue uno de los primeros recubrimientos utilizados para este tipo de aplicaciones, lo que permitió aumentar hasta 10 veces el tiempo de uso de los insertos. Sin embargo, el avance tecnológico en los métodos de fabricación y el aumento en la demanda de producción exigen incrementar la velocidad de corte y las tasas de remoción de material, esto implica que los filos de corte alcanzan temperaturas más altas, lo cual degrada los recubrimientos convencionales como el TiN o el TiCN, no cumpliendo con los requerimientos actuales. Uno de los métodos para mejorar las propiedades térmicas, mecánicas y tribológicas es formando compuestos ternarios como el TiAlN, la incorporación de aluminio a la matriz de nitruro de titanio aumenta la temperatura a la cual puede llegar el filo de las herramientas durante las operaciones de mecanizado, mejorando las propiedades del TiN (Yang et al., 2009). Otro recubrimiento ampliamente difundido es el nitruro de cromo (CrN), que presenta buenas prestaciones en situaciones en las que se necesita alta resistencia al desgaste y a la corrosión. Este recubrimiento es aplicado en herramientas de inyección, extrusión y conformado de materiales como el aluminio debido a sus excelentes propiedades anticorrosivas, bajo coeficiente de fricción, alta dureza y buena resistencia al desgaste (Lotfi-Khojasteh et al., 2022; Vite et al., 2011). La incorporación de aluminio a los nitruros de metales de transición como el TiN y el CrN mejora su resistencia a la oxidación, posiblemente a causa de la formación de alúmina (Al_2O_3), que es más estable que los óxidos de titanio y de cromo y permite incrementar la temperatura de trabajo además de aumentar la dureza y las propiedades tribológicas de los recubrimientos (Ma et al., 2006).

La aplicación de este tipo de recubrimientos no se limita únicamente a las herramientas para el mecanizado de metales, sino que también se han estudiado en otros ámbitos como, por ejemplo, protección de partes de acero de baja y media aleación utilizadas en la compactación de biocombustibles sólidos, en la industria aeronáutica, implementos agrícolas y hasta prótesis e implantes en la industria biomédica (Miryalakar et al., 2021; Wang et al., 2015; Guan et al., 2021). Para garantizar la resistencia al desgaste, erosión, abrasión, el bajo coeficiente de fricción y la inercia química (Yang et al., 2019; Vite et al., 2011; Miryalakar et al., 2021) que brindan estos materiales es indispensable que los mismos presenten buena adhesión al sustrato, ya que en caso de desprenderse el recubrimiento este actúa como una partícula abrasiva dañando las superficies que se pretenden proteger (Kovačić et al., 2016; Krella, 2020).

La deposición física en fase vapor (PVD por sus siglas en inglés, Physical Vapor Deposition) consiste en la vaporización de un material sólido, denominado blanco, que se ioniza y se transporta en forma de vapor en una cámara a baja presión hasta el sustrato, sobre el cual se condensa formando un recubrimiento. Si se introduce un gas reactivo en la cámara este puede combinarse con los iones para formar materiales compuestos (Biava et al., 2022). Esta técnica presenta numerosas ventajas frente a otras técnicas de aplicación de recubrimientos, ya que permite obtener altas densidades, mayor uniformidad, mejorar su adhesión y lograr gradientes de composiciones o configuraciones multicapa (Vettivel et al., 2017; Sprute et al., 2014).

En este trabajo se utiliza como sustrato el acero AISI 4140. Esto se debe a que es un acero que presenta alta resistencia mecánica, es endurecible mediante tratamientos térmicos y es de fácil mecanizado. Estas propiedades lo transforman en el material ideal para fabricar piezas de geometrías complejas, como engranajes, ejes de transmisión, cigüeñales, impulsores, piezas de turbinas eólicas, entre otras. Debido a esto, es frecuente encontrar este acero en las industrias automotriz, de generación de energía, de explotación de petróleo y gas, en la minería, entre otras (Krelling et al., 2018). Sin embargo, sus propiedades tribológicas son deficientes, ya que presenta un alto coeficiente de fricción y baja resistencia al desgaste, por lo que debe ser tratado superficialmente en aplicaciones que involucran contacto directo entre superficies bajo cargas estáticas y dinámicas (Ballesteros-Arguello et al., 2021; Ulutan et al., 2010). Una de las posibles técnicas a aplicar para mitigar estos efectos es la aplicación de recubrimientos cerámicos depositados por PVD.

El objetivo de este trabajo es estudiar la adhesión, coeficiente de fricción y resistencia al desgaste por deslizamiento y al desgaste abrasivo de recubrimientos de AlCrN y TiAlN depositados por PVD por arco catódico sobre acero AISI 4140 templado y revenido.

Desarrollo

Metodología

Las muestras estudiadas se obtuvieron de una barra de AISI 4140 de 25,4 mm de diámetro. Se cortaron discos de 5 mm de espesor, los cuales fueron lijados con papel de SiC con granulometrías #80, #120, #220, #320, #600 y #1000. La rugosidad de la superficie posterior al lijado fue de $0,026 \pm 0,005 \mu m$. Las muestras se limpiaron con alcohol y se recubrieron con AlCrN y TiAlN mediante PVD por arco catódico en un equipo comercial de la empresa Oerlikon Balzers.

Los nombres comerciales de estos recubrimientos corresponden a Balinit Alcrona Pro y Balinit Futura Nano, respectivamente.

Los procesos de deposición de recubrimientos mediante PVD por arco catódico consisten en la evaporación del cátodo que contiene el o los metales que componen el recubrimiento por descargas eléctricas tipo arco, para ello se necesitan altas corrientes. Las altas potencias utilizadas provocan la generación de iones metálicos lo que permite que se combinen fácilmente con un gas reactivo, como por ejemplo nitrógeno, el cual es ionizado al ingresar a la cámara, formando los cerámicos que luego condensan y se depositan sobre la superficie a recubrir.

El espesor de los recubrimientos se determinó mediante la observación con microscopía óptica de la sección transversal. Para ello las muestras se cortaron y se incluyeron en resina fenólica, luego se lijaron y pulieron con pasta de diamante y se midió el espesor en distintas zonas obteniéndose el valor promedio y la desviación estándar.

La adhesión de los recubrimientos frente a cargas estáticas se estudió mediante el ensayo de indentación Rockwell detallado en la norma VDI 3198. Se aplicó una carga de 50 kg a un indentador cónico durante 10 segundos. Se realizaron 5 indentaciones separadas entre sí una distancia mayor a 10 veces su diámetro y se observaron con microscopía óptica. Las huellas se compararon con la tabla dada en la norma (figura 1) para determinar el nivel de daño y clasificar el tipo de adhesión de los recubrimientos.

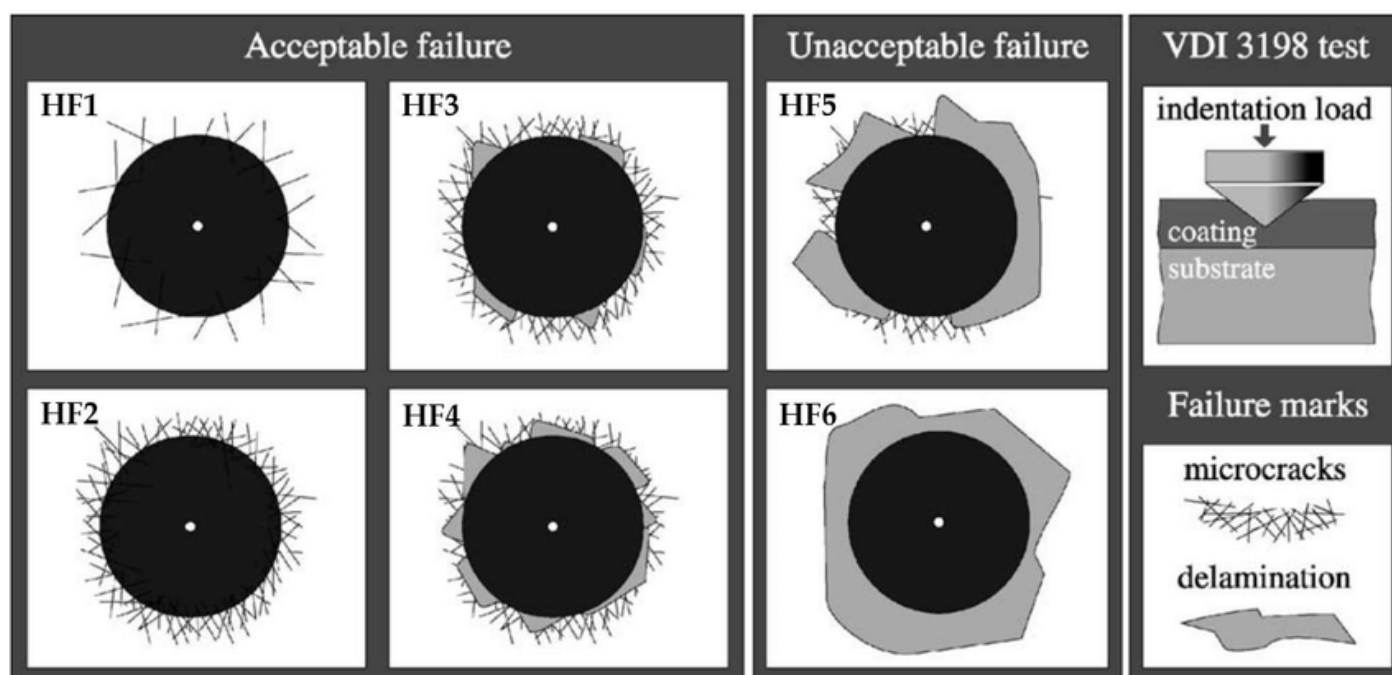


Figura 1. Clasificación de las fallas y adhesión según la norma VDI 3198. (Clavería et al., 2019)

La adhesión y modos de falla mecánica en el caso de cargas en movimiento se evaluó según el ensayo de *scratch* dado por la norma ASTM C1624. En este ensayo se raya la superficie con un indentador cónico de diamante con una punta de 200 μm de radio a lo largo de una distancia conocida con velocidad y, en este caso, carga constante. Se aplicaron cargas de 15, 20, 25, 30, 35, 40 y 50 N. Las huellas se observaron con microscopía óptica y se compararon con las microgrietas de referencia publicadas en la norma para determinar el tipo de daño y la carga crítica del recubrimiento.

La resistencia al desgaste y el coeficiente de fricción de los recubrimientos y el acero sin tratar se evaluaron mediante ensayos de *pin-on-disk* detallados en la norma ASTM G99. Estos se llevaron a cabo a temperatura y humedad ambiente, se empleó como contraparte una bolilla de alúmina de 6 mm de diámetro con una velocidad lineal de 0,1 ms^{-1} , se analizaron dos condiciones: recorrido lineal de 500 m con 5 N de carga normal y recorrido de 1000 m y 10 N de carga normal. El coeficiente de fricción se midió en tiempo real durante todo el ensayo, el volumen desgastado se calculó a partir de la medición de los perfiles de la huella con un perfilómetro mecánico y las superficies desgastadas se analizaron con microscopía óptica.

La resistencia al desgaste abrasivo se analizó a través de ensayos de arena seca/rueda de goma utilizando un equipo construido según las especificaciones dadas por la norma ASTM G65. Como abrasivo se empleó arena seca de granulometría AFS 70 y se aplicó una carga normal de 70 N. La duración de los ensayos fue de 1000, 6000 y 9000 vueltas. Para determinar la resistencia a la abrasión se analizó la pérdida de masa, la cual se calculó mediante la

diferencia de peso antes y después de los ensayos. Las muestras se pesaron en una balanza analítica de 0,1 mg de resolución. Se fotografiaron las huellas de desgaste para estudiar el daño.

Resultados

El espesor de los recubrimientos fue de $3,09 \pm 0,43 \mu\text{m}$ para el caso del recubrimiento de AlCrN y de $2,94 \pm 0,46 \mu\text{m}$ para el TiAlN (figura 2).

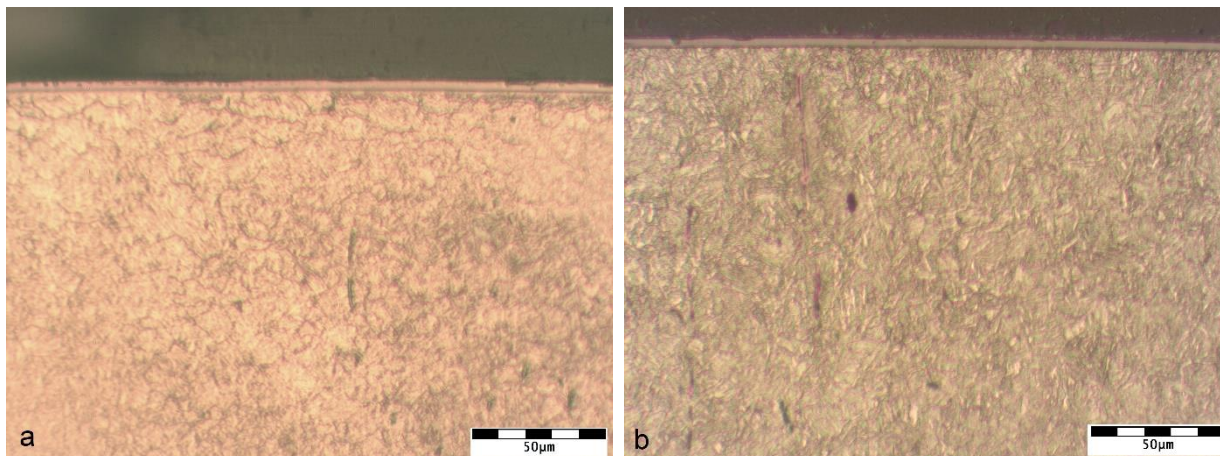


Figura 2. Micrográficas ópticas de la sección transversal de las muestras recubiertas con (a) AlCrN y (b) TiAlN.

En la figura 3 se presentan las micrográficas ópticas de las indentaciones Rockwell sobre los recubrimientos de AlCrN y TiAlN. El nivel de adhesión del recubrimiento de AlCrN según lo mostrado en la figura 1 corresponde a HF1 ya que no se observan grandes fisuras. Para el caso del TiAlN el nivel de adhesión se clasifica como HF2 ya que se observa un mayor número de fisuras y deformación en el borde de la huella. Según la norma, ambos niveles se consideran aceptables.

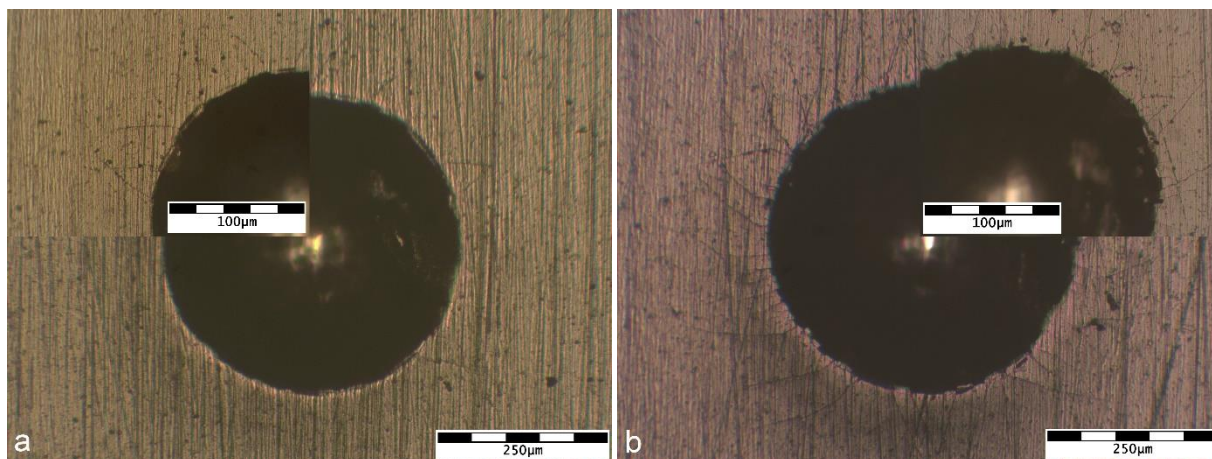


Figura 3. Micrográficas ópticas de las indentaciones Rockwell sobre las muestras recubiertas con (a) AlCrN y (b) TiAlN

En la figura 4 se muestran las huellas de los ensayos de rayado para las cargas críticas correspondientes a los dos recubrimientos. La carga crítica, según la norma, se define como aquella carga normal para la cual se puede observar un tipo de falla identificable y bien definida. En este trabajo se consideró como carga crítica aquella carga normal para la cual se observan pequeñas delaminaciones, lo cual en la norma se denomina *Buckling Spallation* o *Recovery Spallation*. Para el recubrimiento de AlCrN la carga crítica fue de 50 N, mientras que para el TiAlN fue de 30 N. Ibrahim y Ghib (2011) obtuvieron similares resultados para el AlCrN depositado sobre el mismo acero, pero en configuración multicapa y Podgornik et al. (2001) registraron una carga crítica semejante para recubrimiento de TiAlN.

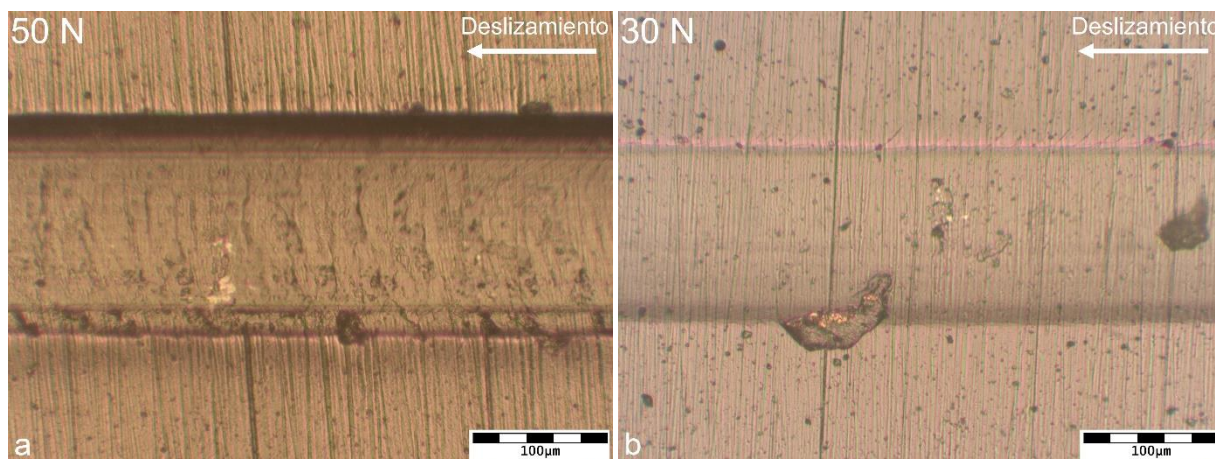


Figura 4. Micrograffías ópticas de las huellas de los ensayos de rayado con cargas de (a) 50 N para AlCrN y (b) 30 N para TiAlN

En la figura 5 se muestran los resultados de los ensayos de desgaste tipo *pin-on-disk*. En el caso de la figura 5a se observa el coeficiente de fricción de los ensayos realizados con 5 N de carga normal a lo largo de una trayectoria de 500 m. En el caso del recubrimiento de AlCrN, no se observan fallas en el recubrimiento, lo cual se determina a partir de la micrografía de la huella (figura 6a). El coeficiente de fricción del AlCrN es similar al del sustrato, siendo este aproximadamente 0,55. El coeficiente de fricción del recubrimiento de TiAlN es más alto, aproximadamente 0,7, y presenta mayores irregularidades que el coeficiente de fricción del recubrimiento de AlCrN y el acero sin recubrir. Esto puede deberse a que se produce desprendimiento del recubrimiento durante el ensayo, como se puede observar en la figura 6b, en la que se muestra una micrografía óptica de la huella. La tasa de desgaste (figura 5b) en el caso del recubrimiento de AlCrN es aproximadamente el 0,6 % de la tasa de desgaste del acero sin recubrir, mientras que para el TiAlN corresponde al 36 % aproximadamente. Ahmad et al. (2020) obtuvieron un coeficiente de fricción similar para el AlCrN mientras que la tasa de desgaste que registraron es menor, esto puede deberse a que el sustrato que estudiaron es acero H13 nitrurado. Hagarová, Savková y Jakubčzyová (2017) obtuvieron resultados similares para el recubrimiento de TiAlN.

En el caso de los ensayos realizados con una carga normal de 10 N y una trayectoria de 1000 m (resultados no mostrados) se observaron tendencias similares para el coeficiente de fricción y la tasa de desgaste de ambos recubrimientos.

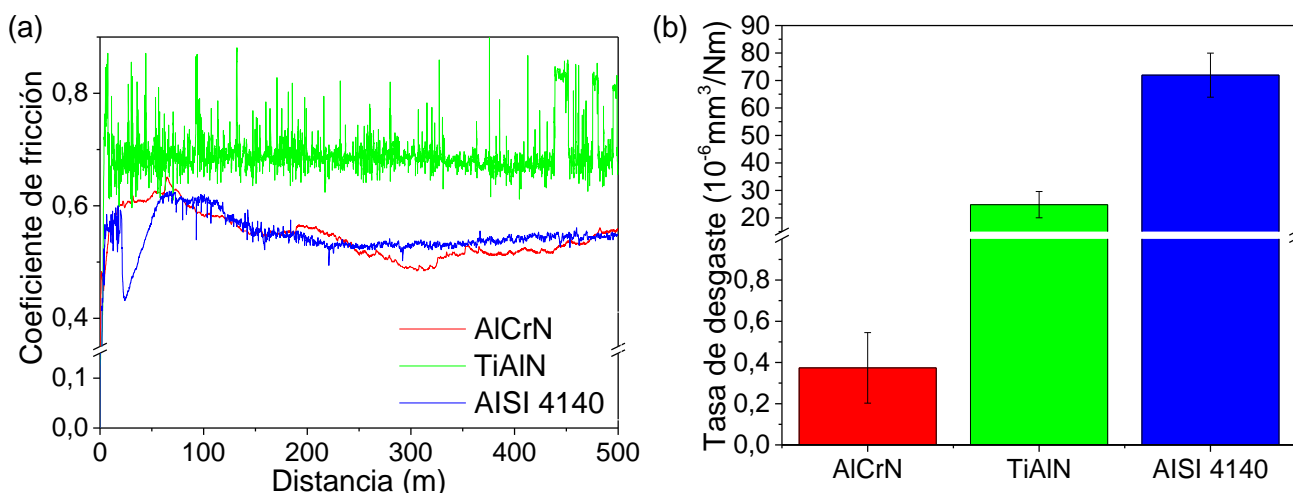


Figura 5. Resultados de los ensayos *pin-on-disk* con 5 N de carga y recorrido de 500 m: (a) coeficiente de fricción y (b) tasa de desgaste.

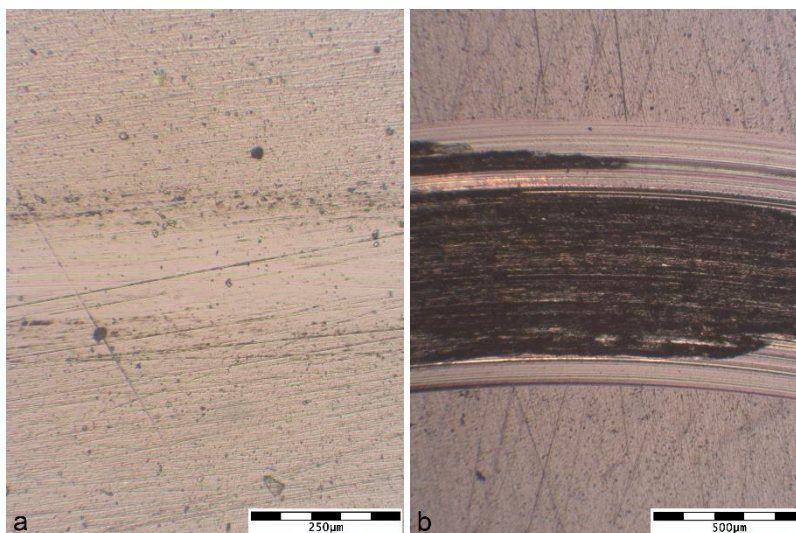


Figura 6. Micrográficas ópticas de las huellas resultantes de los ensayos *pin-on-disk* con 5 N de carga y recorrido de 500 m sobre (a) AlCrN y (b) TiAlN.

En las figuras 7 y 8 se resumen los resultados de los ensayos de desgaste abrasivo. En todas las condiciones ensayadas el recubrimiento de AlCrN perdió menor cantidad de masa que el acero recubierto con TiAlN y el acero AISI 4140 sin tratar. Para 1000 vueltas se registra una pérdida de masa para los dos recubrimientos de aproximadamente un 2 % de la masa que pierde el acero sin recubrir. En las fotografías mostradas (figura 8) no se observan delaminaciones de los recubrimientos estudiados. En el caso de 6000 vueltas se advierte una pequeña falla de adhesión en el recubrimiento de AlCrN, mientras que en el recubrimiento de TiAlN se registra un gran desprendimiento (figura 8). Esto se corresponde con la pérdida de masa (figura 7), no obstante, el recubrimiento de TiAlN retrasa el desgaste ya que la pérdida de masa es, aproximadamente, un 35 % de la registrada para el acero sin recubrir. Para 9000 vueltas se observa la falla del recubrimiento de AlCrN y un desprendimiento aún mayor del recubrimiento de TiAlN, esto puede deberse al bajo espesor de estos recubrimientos. Para ambos tratamientos, la pérdida de masa es menor que la registrada para el acero sin recubrir.

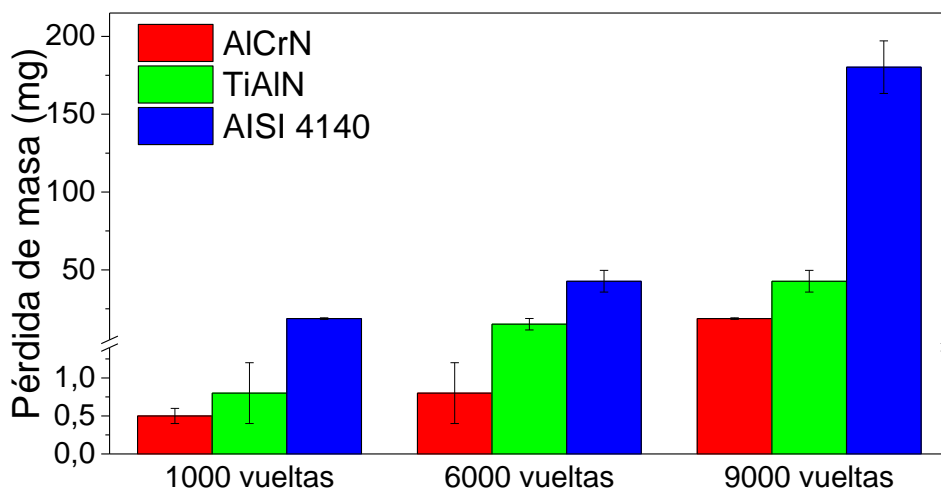


Figura 7. Pérdida de masa registrada en los ensayos de desgaste abrasivo.

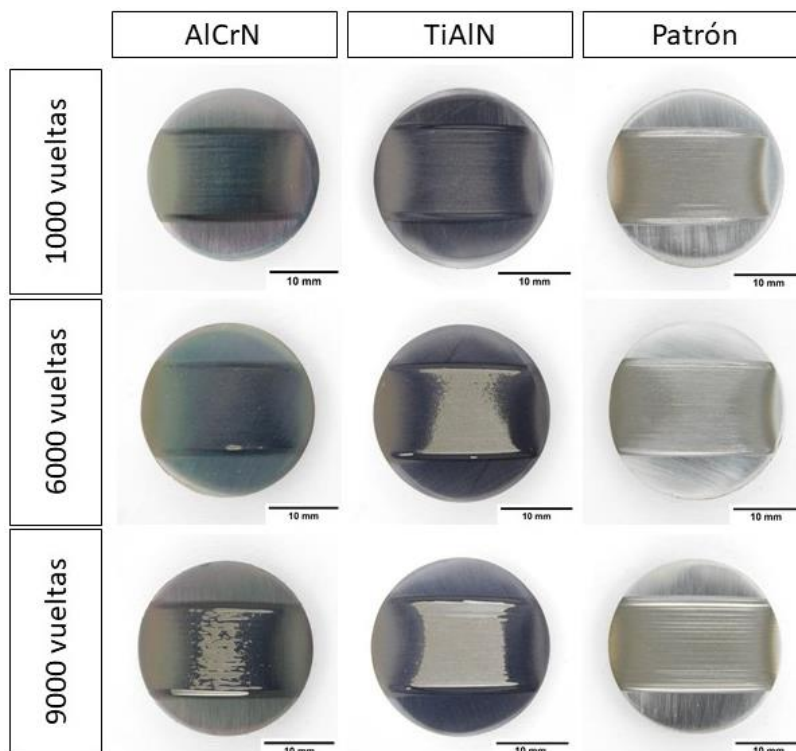


Figura 8. Fotografías de las muestras luego de los ensayos de desgaste abrasivo.

Conclusiones

Según los resultados antes expuestos se concluye que el recubrimiento de AlCrN presenta mejor adhesión tanto en condiciones estáticas como dinámicas, mayor resistencia al desgaste y menor coeficiente de fricción que el recubrimiento de TiAlN depositado sobre AISI 4140 templado y revenido. El recubrimiento de AlCrN representa la mejor opción para proteger piezas sometidas a situaciones en las que se requiere una alta resistencia al desgaste por deslizamiento. No obstante, en condiciones de desgaste abrasivo, ambos recubrimientos presentan mejores resultados frente al sustrato sin recubrir.

Agradecimientos

Se agradece a la empresa Oerlikon Balzers por la deposición de los recubrimientos.

Referencias

Ahmad, F., Zhang, L., Zheng, J., Sidra, I., y Zhang, S. (2020). Characterization of AlCrN and AlCrON coatings deposited on plasma nitrided AISI H13 steels using ion-source-enhanced arc ion plating. *Coatings*, 10(4), 306. doi:10.3390/coatings10040306

Ballesteros-Arguello, A., Ramírez-Reyna, F. O., Rodríguez-Castro, G. A., Meneses-Amador, A., Fernández-Valdés, D., y Reyes-Carcaño, O. (2021). Experimental and numerical evaluation of the contact fatigue resistance of AlCrN, FeN and AlCrN/FeN coatings on AISI 4140 steel. *Surface & Coatings Technology*, 423(127620), 127620. doi: 10.1016/j.surfcoat.2021.127620

Biava, G., de Araujo Fernandes Siqueira, I. B., Vaz, R. F., de Souza, G. B., Jambo, H. C. M., Szogyenyi, A., y Pukasiewicz, A. G. M. (2022). Evaluation of high temperature corrosion resistance of CrN, AlCrN, and TiAlN arc evaporation PVD coatings deposited on Waspaloy. *Surface & Coatings Technology*, 438(128398), 128398. doi: 10.1016/j.surfcoat.2022.128398

- Clavería, I., Lostalé, A., Fernández, Á., Castell, P., Elduque, D., Mendoza, G., y Zubizarreta, C. (2019). Enhancement of tribological behavior of rolling bearings by applying a multilayer ZrN/ZrCN coating. *Coatings*, 9(7), 434. doi: 10.3390/coatings9070434
- Guan, C., Fu, J., Cui, Z., Wang, S., Gao, Q., y Yang, Y. (2021). Evaluation of the tribological and anti-adhesive properties of different materials coated rotary tillage blades. *Soil and Tillage Research*, 209, 104933. doi: 10.1016/j.still.2021.104933
- Hagarová, M., Savková, J., y Jakubéczyová, D. (2017). Structure and tribological properties of thin TiAlN coating. *Journal of Metals, Materials and Minerals*, 18(2).
- Ibrahim, T., y Ghrib, T. (2011). Study of CrAlN multilayered thin films. *En New Tribological Ways*. InTech.
- Kovačić, S., Cajner, F., y Landek, D. (2016). Wear resistance of TiN/TiCN and TiN/TiBN multilayer coatings applied on Hot Work Tool Steel. *Key Engineering Materials*, 674, 257–262. doi: 10.4028/www.scientific.net/kem.674.257
- Krella, A. (2020). Resistance of PVD coatings to erosive and wear processes: A review. *Coatings*, 10(10), 921. doi: 10.3390/coatings10100921
- Krelling, A. P., Souza, M. M. de, Costa, C. E. da, y Milan, J. C. G. (2018). HVOF-sprayed coating over AISI 4140 steel for hard chromium replacement. *Materials research*, 21(4). doi: 10.1590/1980-5373-mr-2018-0138
- Łępicka, M., Grądzka-Dahlke, M., Pieniak, D., Pasierbiewicz, K., Kryńska, K., y Niewczas, A. (2019). Tribological performance of titanium nitride coatings: A comparative study on tin-coated stainless steel and titanium alloy. *Wear*, 422–423, 68–80. doi: 10.1016/j.wear.2019.01.029
- Lotfi-Khojasteh, E., Elmkhah, H., Nouri, M., Imantalab, O. y Fattah-Alhosseini, A. (2022) The Study of the Electrochemical and Tribological Behaviors of CrN/AlCrN Coating Deposited by the Arc-PVD Technique, *IJMSE*, 19(4). doi: 10.22068/IJMSE.2581
- Ma, L. W., Cairney, J. M., Hoffman, M. J., y Munroe, P. R. (2006). Deformation and fracture of TiN and TiAlN coatings on a steel substrate during nanoindentation. *Surface and Coatings Technology*, 200(11), 3518–3526. doi: 10.1016/j.surfcoat.2004.09.034
- Miryalkar, P., Chavitlo, S., Tandekar, N., y Valleti, K. (2021). Improving the abrasive wear resistance of biomass briquetting machine components using cathodic arc physical vapor deposition coatings: A comparative study. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 39(6). doi: 10.1116/6.0001228
- Mitterer, C. (2014). PVD and CVD Hard Coatings. *Comprehensive Hard Materials*, 449–467. doi: 10.1016/b978-0-08-096527-7.00035-0
- Podgornik, B., Vižintin, J., Wänstrand, O., Larsson, M., Hogmark, S., Ronkainen, H., y Holmberg, K. (2001). Tribological properties of plasma nitrided and hard coated AISI 4140 steel. *Wear: An International Journal on the Science and Technology of Friction Lubrication and Wear*, 249(3–4), 254–259. doi:10.1016/s0043-1648(01)00564-6
- Sprute, T., Tillmann, W., Grisales, D., Selvadurai, U., y Fischer, G. (2014). Influence of substrate pre-treatments on residual stresses and tribo-mechanical properties of TiAlN-based PVD coatings. *Surface & Coatings Technology*, 260, 369–379. doi: 10.1016/j.surfcoat.2014.08.075
- Ulutun, M., Celik, O. N., Gasan, H., y Er, U. (2010). Effect of different surface treatment methods on the friction and wear behavior of AISI 4140 steel. *Journal of Materials Science & Technology*, 26(3), 251–257. doi: 10.1016/s1005-0302(10)60042-4
- Vettivel, S. C., Jegan, R., Vignesh, J., y Suresh, S. (2017). Surface characteristics and wear depth profile of the TiN, TiAlN and AlCrN coated stainless steel in dry sliding wear condition. *Surfaces and Interfaces*, 6, 1–10. doi: 10.1016/j.surfin.2016.10.008
- Vite, M., Moreno-Ríos, M., Hernández, E. A. G., y Laguna-Camacho, J. R. (2011). A study of the abrasive resistance of sputtered CrN coatings deposited on AISI 316 and AISI H13 steel substrates using steel particles. *Wear*, 271(9–10), 1273–1279. doi: 10.1016/j.wear.2011.01.072

Wang, Q., Zhou, F., Wang, C., Yuen, M. F., Wang, M., Qian, T., Matsumoto, M. y Yan, J. (2015). Comparison of tribological and electrochemical properties of tin, CrN, TiAlN and A-C:H coatings in simulated body fluid. *Materials Chemistry and Physics*, 158, 74–81. doi: 10.1016/j.matchemphys.2015.03.039

Yang, S., Cooke, K., Li, X., McIntosh, F. y Teer, D. G. (2009). CrN-based wear resistant hard coatings for machining and forming tools. *Journal of Physics D*, 42(10), 104001–104001. doi: 10.1088/0022-3727/42/10/104001