

# ESTUDIO DE LOS EFECTOS DE LA APLICACIÓN DE PLASMA ELECTROLITICO EN LAS PROPIEDADES DE UN ACERO INOXIDABLE AISI 302

A. Gallegos, C. Camurri

Departamento de Ingeniería de Materiales, Universidad de Concepción

## RESUMEN:

*Se realizaron ensayos de aplicación de plasma electrolítico (PE) sobre alambres delgados de acero inoxidable AISI 302 en una solución inerte. Las probetas se sometieron a ensayos de tracción, de modo de medir cambios en su resistencia a la tracción; adicionalmente fueron evaluadas en su microdureza, cambios morfológicos y metalográficos. Se encontró que después de 10 segundos de tratamiento, las probetas habían sido recubiertas por una capa con espesor aproximado de 15 micras, la que presenta un incremento de la resistencia a la tracción de al menos un 62% respecto del acero base.*

Tópico 2: Materiales metálicos

Palabras Clave: Plasma electrolítico, recubrimientos

## INTRODUCCIÓN

El plasma electrolítico (PE) es una técnica que en años recientes ha tenido gran desarrollo [1], utilizándose como base para nuevos procesos de modificación superficial [2], recubrimientos [3, 4, 7], síntesis [5] y aplicaciones ambientales [6].

Por la naturaleza del proceso, sus superficies son puntualmente fundidas y enfriadas, muchas veces, generándose superficies con una alta densidad de “cráteres” asociados a las burbujas de plasma. Se ha evolucionado la técnica hasta lograr morfologías como la mostrada en la figura adjunta (SEM), en menos de un minuto de tratamiento. Esta superficie muestra esferoides en toda la superficie, con proyecciones y cráteres de tamaño inferior a 5  $\mu\text{m}$  (Figura 1)

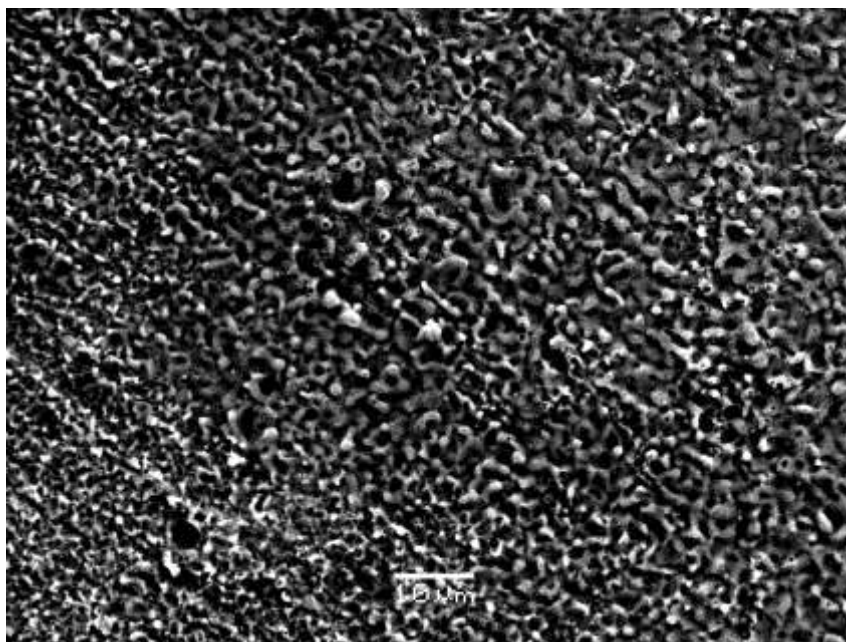


Figura 1: superficie de acero inoxidable 302 tratado por PE durante 10 segundos

En esta condición morfológica superficial, que no posee bordes angulares ni (eventualmente) límites de grano, los mecanismos de fluencia y fractura son completamente diferentes a los clásicos asociados a materiales policristalinos. En razón de lo anterior se estudió los cambios en la resistencia mecánica asociados a la existencia de una zona con plasma.

## METODOLOGÍA E INSUMOS

Se utilizó alambre comercial de acero inoxidable 302 de diámetro 0.5 mm, el que fue sometido a PE por 10 segundos; las superficies fueron fotografiadas en SEM (MEB JSM 6380 LV). Posteriormente, se efectuaron ensayos de tracción (Instron 4467, sensibilidad 1 gramo)) con una velocidad de 1 y 0.1 mm/min para muestras sin y con plasma respectivamente, registrándose como parámetro de control las respectivas cargas máximas en las dos situaciones, con y sin plasma. Para cada condición se realizó cuatro ensayos de tracción. Luego, se registraron (SEM) las copas de ruptura en muestras con y sin tratamiento, se midió variación de la microdureza superficial (Struers Duramin) y se tomaron metalografías de la muestra tratada.

## RESULTADOS

Morfología superficial:

Luego del ensayo de tracción, la superficie de las muestras sin tratamiento quedó de acuerdo a lo mostrado en la Figura 2 adjunta; la fotografía fue tomada en la zona inmediata a la fractura; en ella se observan estrías asociadas a deformaciones sobre planos compactos

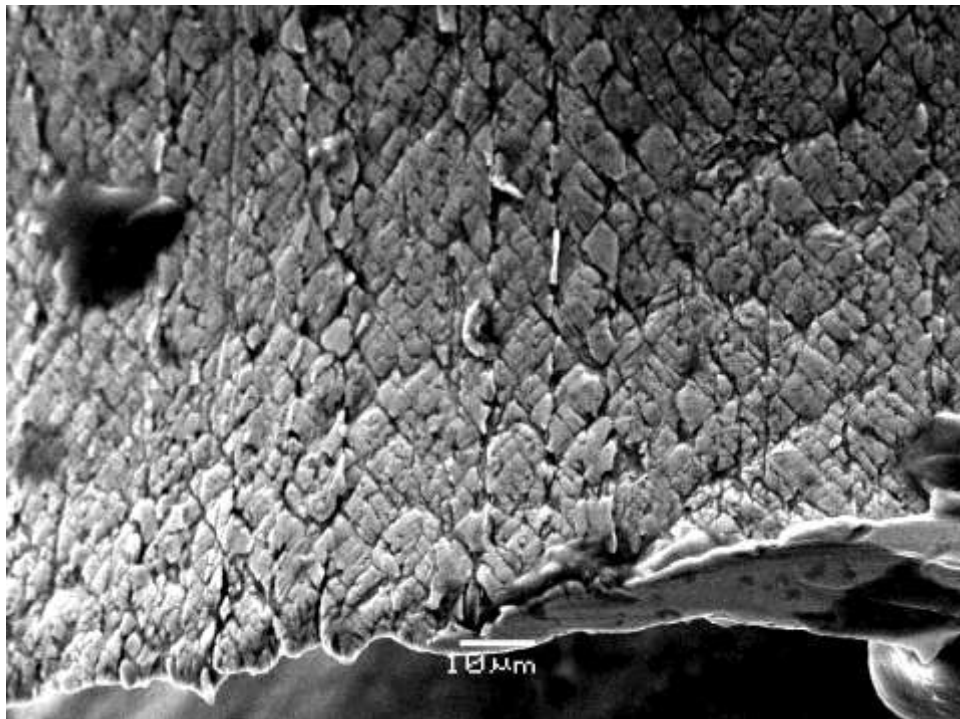


Figura 2: superficie de las muestras no tratadas con PE en las inmediaciones de la ruptura

En el caso de las muestras tratadas con PE, la superficie presenta los nódulos y cráteres mostrados en la Figura 1, alineados en el sentido de la tracción, pero sin fracturas ni separaciones, que corresponden a los defectos típicos de iniciación de la ruptura. Se puede observar que la magnificación es superior al doble de la Figura 2. Esta condición indica que la superficie tratada se deformó de acuerdo al requerimiento del ensayo, manteniendo la coherencia estructural (Figura 3).

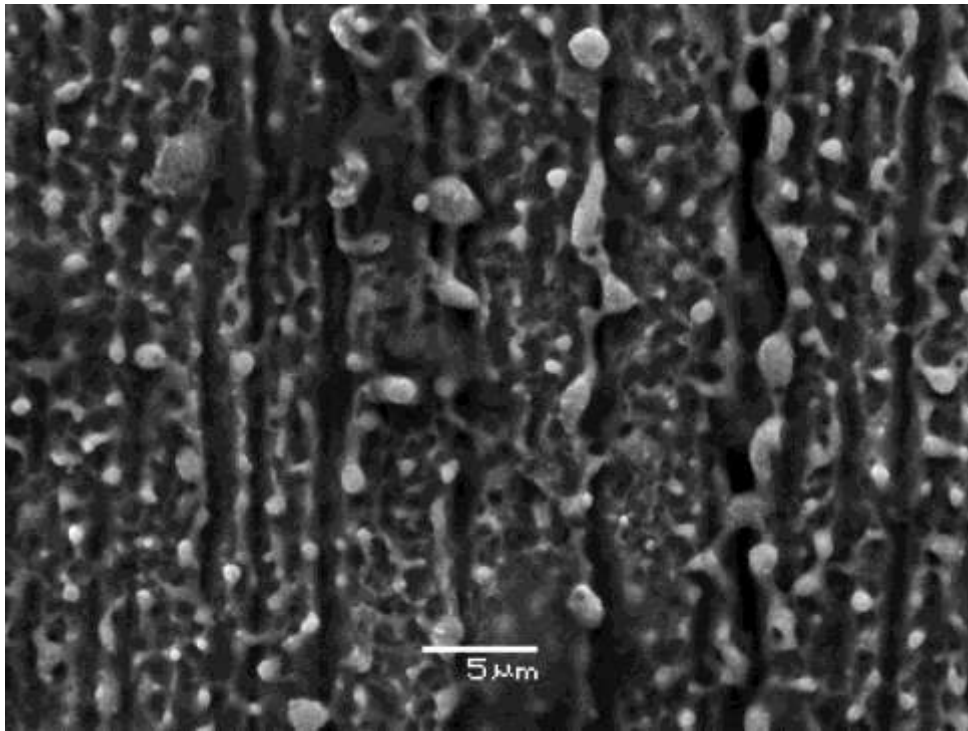


Figura 3: superficie de las muestras tratadas con PE en las inmediaciones de la ruptura

#### Ensayos de tracción

Todos los ensayos de tracción presentaron una cierta estricción del alambre. Los valores de carga máxima que soportaron las probetas sometidas a PE mostraron un aumento promedio de 5.6 %, de acuerdo a la tabla adjunta:

Ensayo	Condición	Velocidad	Carga máxima	resistencia tracción
1	Comercial	1 mm/min	41,72	212,48
2			39,22	199,75
3			40,19	204,69
4			40,99	208,76
Resistencia tracción (kg/mm <sup>2</sup> )				<b>206,42</b>
5	PE 10 s	0,1 mm/min	41,72	212,48
6			44,21	225,16
7			43,81	223,12
8			41,43	211,00
Resistencia tracción (kg/mm <sup>2</sup> )				<b>217,94</b>

Sin embargo si se compara la resistencia a la tracción de la capa con plasma con su equivalente sin tratamiento los resultados de la primera son notablemente superiores, tal como se muestra a continuación.

Si se considera que existen sólo dos zonas en las probetas tratadas, la perimetral y el bulk, siendo este último un material que mantiene sus características originales, entonces la expresión para la fuerza máxima queda como sigue:

$$F_r = \sigma_{\text{bulk}} * A_{\text{bulk}} + \sigma_{\text{pe}} * A_{\text{pe}}$$

Con:

$F_r$  : la fuerza máxima registrada en el ensayo de tracción (kg)

$\sigma_{bulk}$  : Resistencia a la tracción registrado en las probetas sin tratamiento (kg/mm<sup>2</sup>)

$\sigma_{pe}$  : Resistencia a la tracción de la zona perimetral con plasma (kg/mm<sup>2</sup>)

$A_{bulk}$  : El área de la sección que no presenta formación de plasma (mm<sup>2</sup>)

$A_{pe}$  : El área de la sección perimetral afectada (mm<sup>2</sup>)

Los resultados obtenidos, considerando espesores de capa tratada entre 12 y 20  $\mu\text{m}$ , se muestran en la Tabla adjunta; en ella se puede apreciar que la zona tratada aumenta su resistencia a la tracción en al menos un 62% respecto del material original. Cabe destacar que no se consideró en los cálculos la zona afectada por el tratamiento de PE, es decir, la comprendida entre los 20 y 50  $\mu\text{m}$ , lo que permite suponer que los valores presentados son por defecto.

Espesor de capa tratada ( $\mu\text{m}$ )	Resistencia tracción (kg/mm <sup>2</sup> )	incremento (%)
20	353,4	62,2
17,5	373,92	71,6
15	401,34	84,2
12	449,33	106,2

Posteriormente se identificó la zona afectada por el tratamiento de PE a través del análisis metalográfico y morfológico de las copas de ruptura

#### Copas de ruptura

La Figura 4 muestra la copa de ruptura obtenida para las probetas sin tratamiento por PE; en ella se observa una ruptura dúctil, asociada a la formación de un profundo plano de desprendimiento a 40-45° respecto de la dirección de la tracción. Por otro lado, las Figuras 5 y 6 muestran las copas de ruptura formadas en las muestras sometidas a PE, en las que se observa un desprendimiento diagonal sólo en un anillo perimetral de ancho aproximado entre 12 y 20  $\mu\text{m}$ , formando un plano de ruptura perpendicular respecto de la dirección de tracción, en general asociado a una fractura más bien de tipo frágil. A ese respecto tal como lo señalan las figuras 4 y 5 la reducción de área a la fractura de la probeta original es claramente mayor que la correspondiente a la probeta con plasma, lo que corrobora los tipos de planos de fractura observados. En particular, la Figura 6 permite cuantificar el ancho de la sección en la que existe un hábito cristalográfico muy fino, formado por el PE, de comportamiento perfectamente diferenciado respecto del bulk

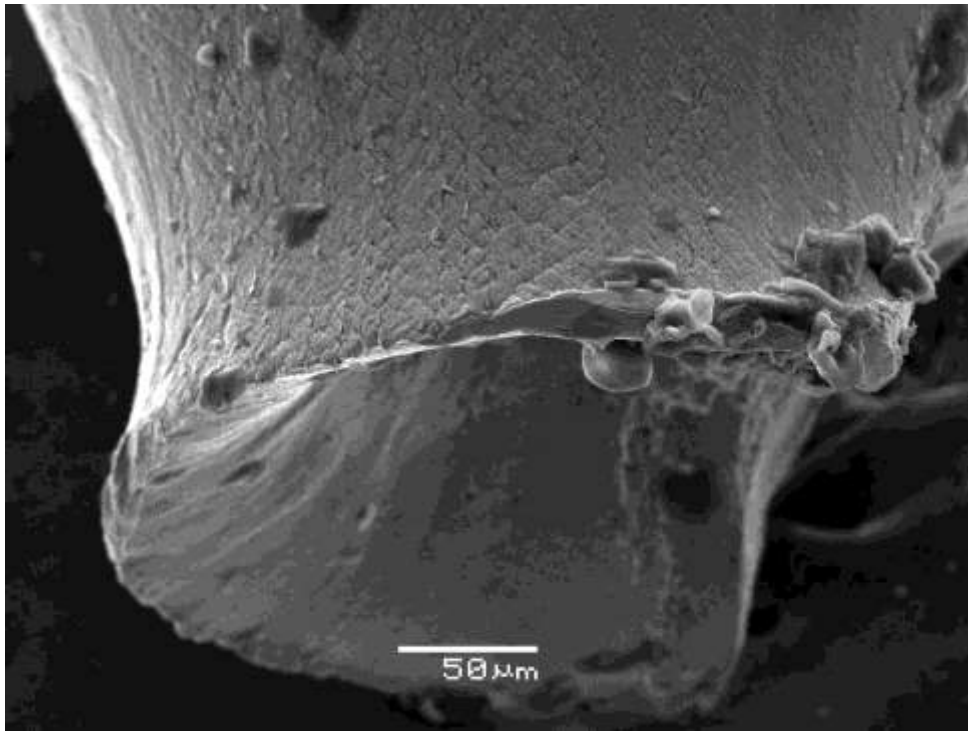


Figura 4: copa de ruptura en probeta comercial, sin tratamiento superficial

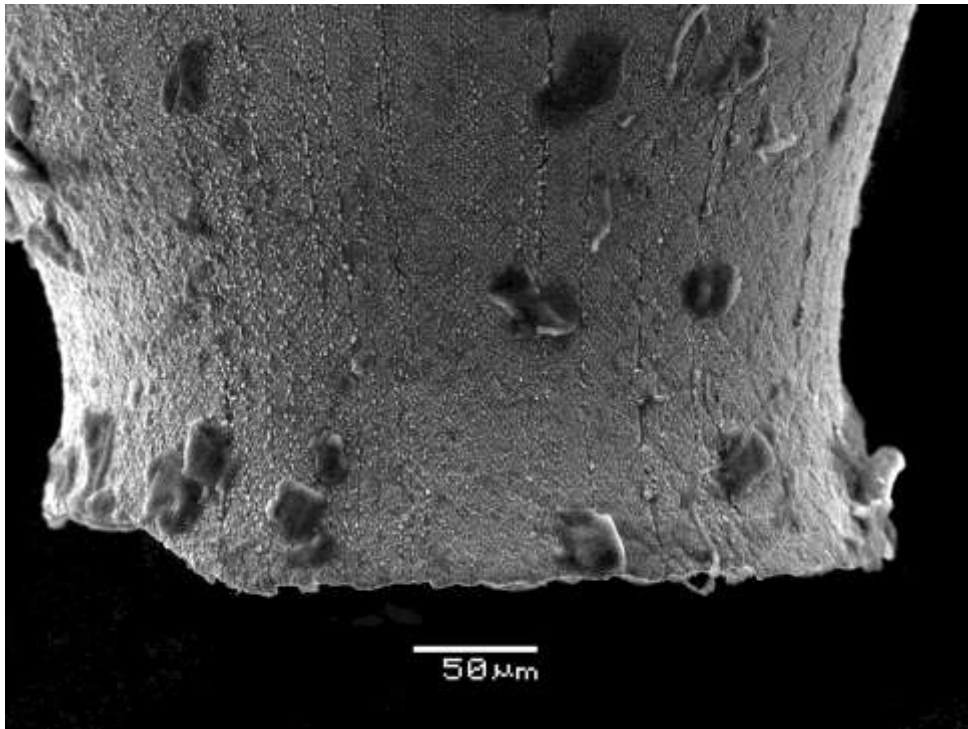


Figura 5: copa de ruptura en probeta con tratamiento superficial por PE

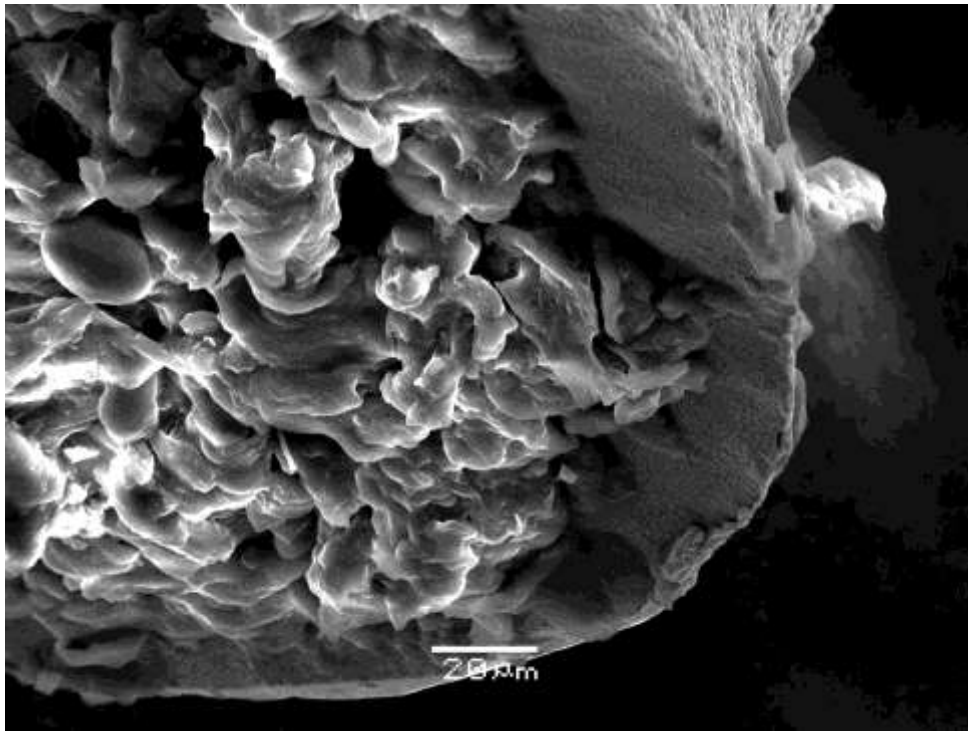


Figura 6: detalle de sección en zona de ruptura de muestra tratada con PE

La figura 6 también permite observar que no existen fallas de adherencia entre el bulk y la zona perimetral, lo que fue confirmado al observar en forma extensa el anillo perimetral durante la sesión en el SEM a aumentos superiores.

Metalografía de muestra sometida a PE:

Como herramienta de identificación de la zona perimetral afectada por el PE, tanto en lo que a calentamiento y eventual recristalización se refiere, se prepararon secciones metalográficas de las muestras tratadas, lo que resultó particularmente complejo, debido a la elevada resistencia al ataque presentada por la capa externa de las probetas [1]; por ello se optó finalmente por realizar un sobre-ataque que permita distinguir las distintas capas externas. La Figura 7 muestra el resultado obtenido con Marble, con ataque de 60 segundos, con una magnificación de 1000X. En ella se pueden distinguir una zona perimetral de grano muy fino que se desvanece hacia el interior de la muestra, a una distancia de entre 35 y 48  $\mu\text{m}$  (línea roja). Cabe destacar que esta distancia correspondería a la zona de influencia directa del PE mas la zona de normalización, fenómeno esperado por el fuerte impacto térmico que supone la secuencia fusión-temple superficial

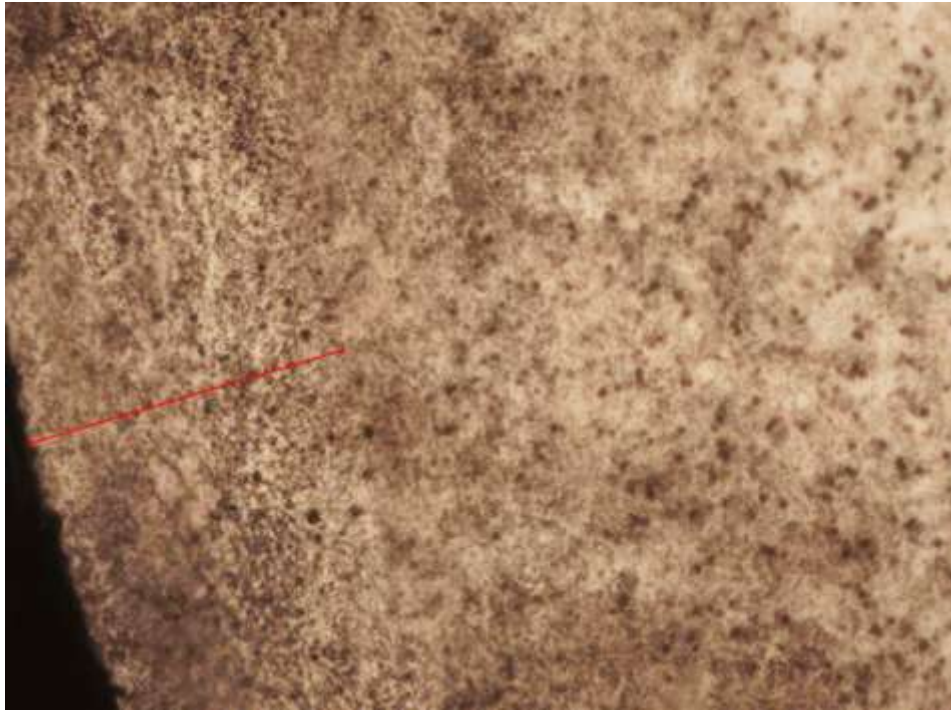


Figura 7: Metalografía de sección externa de probeta tratada con PE.

#### Microdureza:

Se hicieron mediciones de microdureza en la sección de probetas comerciales y tratadas con PE. Para ello se utilizó un equipo Struers Duramin, con aplicación de 980 mN por 5 segundos. El resultado muestra que en las muestras tratadas con PE se produjo un ablandamiento del material para distancias en el rango de 20 a 50  $\mu\text{m}$  de la superficie, concordante con lo obtenido a partir de las metalografías, anillo que correspondería a la zona normalizada por efecto de los pulsos térmicos (Figura 8). No se pudieron hacer mediciones a distancias menores, debido al tamaño de las indentaciones del microdurómetro

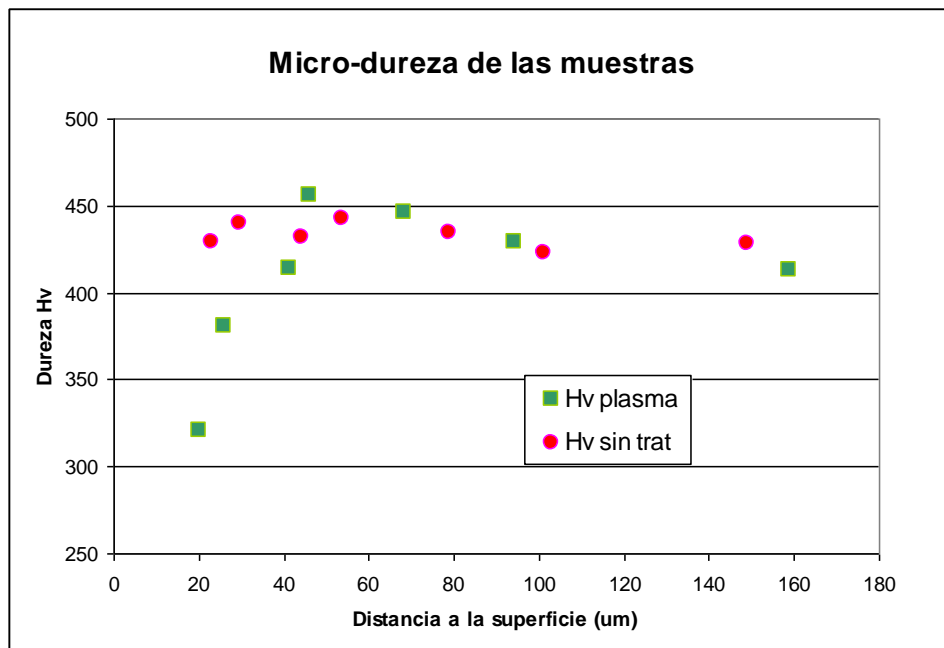


Figura 8: Microdureza de la sección de probetas comerciales y tratadas con PE.

## **CONCLUSIONES:**

La aplicación de PE durante 10 segundos permite formar una capa superficial de espesor variable, del orden de 15  $\mu\text{m}$ , que otorga mejores características de resistencia mecánica a las probetas. La capa formada presenta excelentes propiedades de adherencia y estabilidad estructural, toda vez que no se observan fracturas ni desprendimientos en las zonas inmediatas a las copas de fractura. La capa superficial posee una resistencia a la tracción superior en al menos un 62 % respecto de la condición original.

## **REFERENCIAS**

1. - Surface & Coatings Technology 201 (2007), 8746-8760
2. - Surface & Coatings Technology 199 (2005), 141-149
3. - [www.microplasmic.com](http://www.microplasmic.com)
4. - Thin Solid Films 494 (2006), 296-301
5. - Surface & Coatings Technology 200 (2005), 1587-1594
6. - Journal of Hazardous Material 146 (2007), 249-254
7. - Electrochimica Acta 49 (2004), 2085-2095