

**EVALUACIÓN DEL ENDURECIMIENTO SUPERFICIAL DEL ACERO AISI 420
EMPLEADO PARA FABRICAR HERRAMIENTAS DE CORTE QUIRÚRGICO
PARA LA EMPRESA QUIRÚRGICOS ESPECIALIZADOS S.A.**

**DIANA ISABEL NARANJO ZULUAGA
EDWIN GIOVANY LOZANO INFANTE**



**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO – QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
GRUPO DE INVESTIGACIONES EN CORROSIÓN
BUCARAMANGA**

2011

**EVALUACIÓN DEL ENDURECIMIENTO SUPERFICIAL DEL ACERO AISI 420
EMPLEADO PARA FABRICAR HERRAMIENTAS DE CORTE QUIRÚRGICO
PARA LA EMPRESA QUIRÚRGICOS ESPECIALIZADOS S.A.**

**DIANA ISABEL NARANJO ZULUAGA
EDWIN GIOVANY LOZANO INFANTE**

**Trabajo de Grado presentado como requisito para optar al título de Ingeniero
Metalúrgico**

Director

M.Sc. CUSTODIO VÁSQUEZ QUINTERO

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO – QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
GRUPO DE INVESTIGACIONES EN CORROSIÓN
BUCARAMANGA**

2011

A Dios, por permitirme llegar satisfactoriamente hasta este punto de mi vida, por darme día a día fuerzas, alegrías, tristezas, una hermosa familia, grandes amigos y la oportunidad de estudiar en la Universidad Industrial de Santander al lado de excelentes compañeros y profesores, A mis padres Beatriz Zuluaga y Hernán Naranjo porque a lo largo de mi vida se han esforzado por darme siempre lo mejor, corrigiendo ó elogiando mis decisiones me encaminaron a ser lo que hoy orgullosamente soy, A mi abuelita María por enseñarme a ser ordenada, responsable y justa, A mis hermanas Beatriz y Claudia por ser mis ejemplos de superación profesional, A mis sobrinas Pau y María Lu por inspirarme a actuar bien para ser un ejemplo a seguir, A mi novio y mejor amigo Giova por ser mi apoyo en los momentos difíciles, mi profesor particular y el mejor compañero de estudio y trabajo que he tenido, A mis amigos y en especial Juli y Fred, por estar a mi lado en esta etapa que hoy culmina, mi pregrado, su apoyo incondicional hizo mucho más fácil mi paso por la universidad.

Sé que se me escapan muchos nombres, por eso dedico este logro a cada persona que con su apoyo físico ó emocional contribuyó a que hoy pueda celebrar al lado de las personas que quiero, mi grado como Ingeniera Metalúrgica.

Diana Isabel Naranjo Zuluaga

*D*ios tu que siempre me has guiado en el camino de la vida y me has dado luz donde solo percibía oscuridad permíteme dedicarte este logro que alcanzo hoy y agradecerte por las cosas que me permites contar en especial mis Padres y mis hermanos. A ustedes padres María Beatriz Infante Quevedo y Fabio Alberto Lozano Zambrano por apoyarme y ayudarme a cumplir mis metas, a mis hermanos Andrés, Jeison, Fabián y Samuel por permitirme contar con ellos en todo momento y en especial a Andrés por las experiencias vividas junto a él que me permiten hoy ser una mejor persona. A mis amigos y compañeros de la Universidad Industrial de Santander en especial a Juli-Juliana y al viejo Freddy por todos los granitos de arena que aportaron en este logro. Por último a ti, Diana, negra hermosa motor de muchos proyectos en mi vida que gracias a tu compañía, apoyo y cariño incondicional permitiste que a pesar de la distancia no me sintiera tan lejos de casa y que alcanzáramos juntos esta meta que sé es una de las primeras que juntos vamos a lograr.

A todos los que de una u otra forma aportaron para que hoy obtenga el título como Ingeniero Metalúrgico mil y mil gracias que aunque sé que me faltan muchos nombres por citar sepan que estarán siempre presentes.

Edwin Giovany Lozano Infante

AGRADECIMIENTOS

Al director del proyecto el profesor Custodio Vásquez Quintero, quién con su orientación y apoyo en todo momento nos condujo hacia los resultados esperados.

Al profesor Darío Yesid Peña Ballesteros por abrirnos las puertas del Laboratorio de Investigaciones en Corrosión y colaborarnos siempre que fue necesario.

Al profesor Alejandro Toro Betancur y en general al grupo de Tribología y Superficies de la Universidad Nacional de Medellín, quién puso las instalaciones de su laboratorio a la orden de este proyecto y solucionó muchas dudas durante la investigación.

A la empresa Transejes de Colombia, en especial a la ingeniera Diana Caserta, por su colaboración con las pruebas de dureza y microdureza.

Al grupo de Óptica y Tratamiento de Señales (GOTS) de la Universidad Industrial de Santander, por las pruebas de microscopía Confocal.

En general a todos los profesores de la escuela de Ingeniería Metalúrgica por la formación impartida a lo largo de nuestro pregrado. A los técnicos de la escuela de Ingeniería Metalúrgica Ambrosio, Javier, Mario, Fermín, Domingo y Orlando quienes acompañaron nuestra formación y siempre tuvieron tendida una mano amiga y una solución a cada problema que surgía.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	20
1. OBJETIVOS.....	21
1.1 OBJETIVO GENERAL	21
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	21
2. MARCO DE REFERENCIA.....	22
2.1 ESTADO DEL ARTE.....	22
2.2 ACEROS INÓXIDABLES MARTENSÍTICOS	26
2.2.1 Acero AISI 420.....	27
2.3 ELECTROPULIDO.....	28
2.4 RESISTENCIA AL DESGASTE	29
2.4.1 Mecanismos de desgaste	30
3. METODOLOGÍA	32
3.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	33
3.2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS.....	33
3.3 CARACTERIZACIÓN INICIAL DEL MATERIAL	35
3.3.1 Composición química.....	36
3.3.2 Análisis Metalográfico.	36
3.3.3 Dureza.	38
3.4 ADECUACIÓN Y PUESTA A PUNTO DEL HORNO	39

3.4.1	Atmósfera del horno.....	40
3.5	PREPARACIÓN DEL MATERIAL.....	40
3.5.1	Dimensionamiento y corte de probetas.....	40
3.5.2	Pulido y limpieza.....	41
3.6	NITRURACIÓN GASEOSA EN ALTA TEMPERATURA.....	45
3.6.1	Procedimiento de purga.....	45
3.6.2	Temple.....	47
3.6.3	Revenido.....	47
3.7	EVALUACIÓN DE LA NITRURACIÓN GASEOSA.....	48
3.7.1	Metalografía y dureza de probetas nitruradas.....	48
3.7.2	Prueba de corrosión.....	48
3.7.3	Prueba de desgaste.....	49
3.7.4	Microscopía electrónica de barrido.....	50
3.7.5	Perfil de microdureza de la capa nitrurada.....	51
4.	DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	52
4.1	RUGOSIDAD.....	52
4.2	TRATAMIENTO TERMOQUÍMICO.....	54
4.3	RESISTENCIA A LA CORROSIÓN.....	57
4.4	RESISTENCIA AL DESGASTE.....	66
4.5	MICRODUREZA.....	72
5.	CONCLUSIONES.....	75
6.	RECOMENDACIONES.....	77
	REFERENCIAS.....	79

ANEXOS 82

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Mecanismo del electropulido	28
Figura 2. Esquema general de la metodología experimental	32
Figura 3. Micrografía a 4x revelada con acético gliceregía [10].....	37
Figura 4. Micrografía a 40x revelada con acético gliceregía [10].....	38
Figura 5. Probetas de acero AISI 420 utilizadas para la nitruración gaseosa en alta temperatura.....	41
Figura 6. Fotografía del cambio en la condición superficial de las probetas de acero AISI 420 luego de electropulidas con una solución de ácido acético y ácido perclórico.....	44
Figura 7. Representación del parámetro de rugosidad Ra	45
Figura 8. Esquema del procedimiento de purga usado en el horno de nitruración...	47
Figura 9. Montaje utilizado para las pruebas electroquímicas del acero AISI 420 nitrurado gaseosamente en alta temperatura.....	49
Figura 10. Montaje empleado para la prueba Pin-On-Disk (izquierda) y multiplex del servomotor (derecha) que permite controlar el ensayo.	50
Figura 11. Imagen 3D y rugosidad calculada de la superficie (1 mm ²) de la muestra de acero AISI 420 pulida hasta papel abrasivo N°1200.	53
Figura 12. Imagen 3D y rugosidad de la superficie (1 mm ²) de la muestra de acero AISI 420 obtenida mediante pulido fino (acabado a espejo)	53
Figura 13. Imagen 3D y rugosidad de la superficie (1 mm ²) de la muestra de acero AISI 420 obtenida mediante electropulido.....	54
Figura 14. Micrografía del acero AISI 420 después de la NGAT, temple y revenido, revelada con reactivo Kalling's N°1	56
Figura 15. Espectro y composición de la sección transversal, asociados a la lectura del detector WDS acoplado al SEM, en las zonas enriquecidas en nitrógeno de la probeta de acero AISI 420 electropulida y nitrurada por 3 horas.	56

Figura 16. Curvas de Polarización Potenciodinámica Cíclica para las probetas de acero AISI 420 antes de la NGAT.	58
Figura 17. Curvas de Polarización Potenciodinámica Cíclica para las probetas de acero AISI 420 con NGAT durante 3 horas.	59
Figura 18. Curvas de Polarización Potenciodinámica Cíclica para las probetas de acero AISI 420 con NGAT durante 6 horas.	59
Figura 19. Distribución Fe (rojo), Cr (Verde) y O (Violeta) desde la superficie hacia el interior del acero, obtenido mediante un mapa de distribución de composición sobre la probeta de AISI 420 electropulida con NGAT por 3 horas.	62
Figura 20. Espectro obtenido mediante SEM-WDS en la interface metal-óxido, mostrando la composición química de la muestra de acero AISI 420 electropulida y nitrurada por 3 horas.	62
Figura 21. Estado y cambio superficial de las muestras de acero AISI 420 sin y con nitruración a 1,5X luego de las pruebas electroquímicas (de arriba hacia abajo, 1200, espejo y electropulido). a) Blanco, b) Nitrurada por 3h, c) Nitrurada por 6h.	64
Figura 22. Sección transversal de una muestra de acero AISI 420 con NGAT donde se aprecia la capa de oxido formada y las zonas huecas y grietas presentes en dicha capa, vista a 10X.	65
Figura 23. Masa perdida por las probetas de acero AISI 420 con NGAT por 3 y 6 horas, en función del tiempo de desgaste en SBF con las respectivas ecuaciones lineales que simulan los datos.	68
Figura 24. Masa perdida por las probetas con NGAT por 3 y 6 horas, en función del tiempo de desgaste en seco con las respectivas ecuaciones lineales que simulan los datos.	69
Figura 25. Proceso del mecanismo de corrosión-desgaste, adaptado de Engineering Tribology [16].	70
Figura 26. Pérdida relativa de material en las muestras con NGAT de acero AISI 420 respecto al desgaste de la probeta sin proceso de NGAT.	71
Figura 27. Perfiles de Microdureza de las tres probetas de AISI 420 que presentaron menores tasas de pérdida relativa de masa.	73

Figura 28. Micrografía óptica a 10X de la sección transversal de la probeta de acero AISI 420 electropulida con NGAT por tres horas y atacada con kalling's N°1, que muestra austenita retenida en la superficie.....74

Figura 29. Vista en perspectiva (izquierda) y superior (derecha) del horno de nitruración sugerido.....78

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Composición química del acero AISI 420 [5].	27
Tabla 2. Propiedades mecánicas del acero AISI 420 [5].	27
Tabla 3. Factores y dominio experimental.	35
Tabla 4. Diseño factorial completo 2^2 con un punto intermedio y plan de experimentación.	35
Tabla 5. Composición química del acero obtenida por SEM-EDS e información suministrada por Quirúrgicos Especializados S.A.	36
Tabla 6. Dureza del material antes del tratamiento termoquímico	39
Tabla 7. Resultados cualitativos obtenidos del electropulido con las soluciones preseleccionadas	43
Tabla 8. Condiciones utilizadas en la nitruración gaseosa en alta temperatura del acero AISI 420.....	46
Tabla 9. Dureza del núcleo templado y revenido	57
Tabla 10. Potenciales de corrosión y de protección obtenidos mediante curvas PPC, para el acero AISI 420 medidos en una solución 3,5 % en peso de NaCl.	60
Tabla 11. Velocidad de desgaste aproximada calculada del ensayo en la maquina Pin On Disc.	70

LISTA DE ANEXOS

	pág.
Anexo 1. Lente óptica, OPTIKA SZMA1	83
Anexo 2. Microscopio confocal	83
Anexo 3. Microscopio óptico OLIMPUS BX41	84
Anexo 4. Microscopio electrónico de barrido, JEOL JSM-5910 LV, con detectores tipo EDS (Energy-dispersive X-ray spectroscopy) Y WDS (Wavelength-Dispersive X-Ray Spectroscopy).....	84
Anexo 5. Irradiador de oro para metalizar muestras para SEM.....	85
Anexo 6. Composición del fluido fisiológico simulado denominado c-SBF2.....	85
Anexo 7. Microcortadora BUEHLER ISOMETT 1000.....	86
Anexo 8. Horno tubular de resistencia eléctrica empleado para nitrurar y revenir....	86

RESUMEN

TÍTULO: EVALUACIÓN DEL ENDURECIMIENTO SUPERFICIAL DEL ACERO AISI 420 EMPLEADO PARA FABRICAR HERRAMIENTAS DE CORTE QUIRÚRGICO PARA LA EMPRESA QUIRÚRGICOS ESPECIALIZADOS S.A.*

AUTORES: NARANJO ZULUAGA, Diana Isabel
LOZANO INFANTE, Edwin Giovany****

PALABRAS CLAVES: Nitruración gaseosa en alta temperatura, Acero inoxidable AISI 420, Pin-On-Disk, polarización potenciodinámica cíclica

DESCRIPCIÓN:

Las herramientas de corte quirúrgico para cumplir con las especificaciones económicas y clínicas adscritas a ellas, deben conservar durante su vida útil la capacidad de corte, estrechamente relacionada con la resistencia al desgaste. El acero AISI 420 empleado normalmente para fabricar instrumental quirúrgico, fue sometido a un endurecimiento superficial mediante nitruración gaseosa en alta temperatura para evaluar la resistencia a la corrosión y al desgaste del material antes y después de realizar el tratamiento termoquímico.

Las variables estudiadas en esta investigación fueron la rugosidad del material y el tiempo de nitruración, y parámetros como la temperatura de nitruración, microestructura del material antes del tratamiento termoquímico y presión de gas nitrurante dentro del horno se mantuvieron constantes. Se trabajó sobre probetas de 12.27 mm de diámetro y 21 mm de espesor y se emplearon 3 rugosidades: la primera, proporcionada por papel abrasivo de grano N° 1200, la segunda dada por el pulido fino con suspensiones abrasivas de alúmina y la tercera obtenida mediante electropulido, cada una con Ra de 0.027, 0.011 y 0.017 μm respectivamente. Como tiempos de nitruración se seleccionaron 3 y 6 horas, se empleó nitrógeno analítico como gas nitrurante a una presión de 0.2 MPa y las probetas fueron templadas en aceite directamente desde la temperatura de nitruración.

Mediante la prueba Pin-On-Disk se determinó una mejor resistencia al desgaste luego del tratamiento y como mecanismo de deterioro se estableció el de corrosión-desgaste. Empleando curvas potenciodinámicas cíclicas se estableció la pérdida del carácter de inoxidable del acero, como consecuencia de una inhomogénea capa de óxido de cromo formada sobre la superficie nitrurada.

* Proyecto de Grado

** Facultad de Ingenierías Físico-químicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Grupo de Investigaciones en Corrosión. Director: M.S.c Custodio Vásquez Quintero.

ABSTRACT

TITLE: EVALUATION OF SURFACE HARDENING OF AISI 420 STAINLESS STEEL USED TO MAKE SURGICAL CUTTING TOOLS FOR THE QUIRÚRGICOS ESPECIALIZADOS S.A. COMPANY*

AUTHORS: NARANJO ZULUAGA, Diana Isabel
LOZANO INFANTE, Edwin Giovany****

KEY WORDS: High temperature gas nitriding, AISI 420 stainless steel, Pin-On-Disk, cyclic potentiodynamic polarization

DESCRIPTION:

In order to ensure economic and clinical specifications, surgical cutting tools must preserve the capacity to cut during its useful life, closely related to wear resistance. To evaluate corrosion and wear resistance of the material, an AISI 420 stainless steel, normally used for manufacturing surgical instruments, was submitted to a surface-hardening process by high temperature gas nitriding.

The variables studied in this research were the roughness of the material and the nitriding time. Parameters inside the furnace such as nitriding temperature, microstructure of the material before the thermochemical treatment and nitriding gas pressure kept constant. Test tubes of 12.27 mm outer diameter and 21 mm thickness were used. Three types of ridges were tested: the first one provided by sandpaper grain 1200, the second one given by fine grinding with abrasive suspensions of alumina and the third one obtained by electropolishing, each with 0.027, 0.011 and 0.017 μm (Ra) respectively. The nitridings were performed for 3 and 6 hours. Analytical nitrogen at a pressure of 0.2 MPa was used like gas nitriding and the test tubes were quenched in oil directly from the nitriding temperature.

The Pin-On-Disk test showed a better wear resistance after treatment and the corrosion wear as a damage mechanism. With the use of cyclic potentiodynamic curves it was possible to establish the loss of character of stainless steel, as a result of an inhomogeneous chromium oxide layer formed on the nitrided surface.

* Research Work

** Physical Chemistry Engineer School. Metallurgical Engineer and Materials Science College. Corrosion Research Group. Director: Custodio Vásquez Quintero.

INTRODUCCIÓN

Los instrumentos quirúrgicos al ser constantemente expuestos a fluidos y tejidos corporales, métodos de limpieza y esterilización y en muchos casos a inadecuada manipulación, presentan alta vulnerabilidad a la corrosión, al desgaste y a la pérdida de filo aquéllos cuya función es el corte. De allí que los materiales empleados para la fabricación de estas piezas además de biocompatibles deban ser estrictamente resistentes a la corrosión y al desgaste.

Los aceros inoxidable son empleados generalmente como materiales de ingeniería debido a su resistencia a la corrosión, no obstante en las aplicaciones para instrumental quirúrgico presentan problemas por su limitado comportamiento tribológico. Por lo cual, existe interés en mejorar las propiedades de superficie de estos materiales mediante tratamientos termoquímicos [22]. La variable respuesta de los tratamientos aplicados se controla a partir de las variables del proceso; de allí que en la presente investigación se hayan seleccionado el tiempo de nitruración y la rugosidad del material como variables a controlar.

Mediante un endurecimiento superficial por nitruración gaseosa en alta temperatura del acero AISI 420 usado para fabricar instrumental quirúrgico, en esta investigación se logró minimizar el desgaste (corrosión-desgaste) del material obteniéndose también un detrimento en la resistencia a la corrosión. Estos resultados encaminan futuras investigaciones a consolidar el proceso de nitruración gaseosa en alta temperatura como una solución a la pérdida de la capacidad de corte del instrumental quirúrgico fabricado en acero AISI 420.

1. OBJETIVOS

1.1 OBJETIVO GENERAL

Evaluar el comportamiento frente a la corrosión y al desgaste del acero AISI 420 empleado para fabricar herramientas de corte quirúrgico endurecido superficialmente mediante nitruración gaseosa para la empresa Quirúrgicos Especializados S.A.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ✓ Diseñar e implementar, sobre un acero AISI 420, un tratamiento de endurecimiento superficial mediante nitruración gaseosa para aumentar su vida útil como herramienta de corte quirúrgico.

- ✓ Evaluar la resistencia al desgaste del acero AISI 420 endurecido superficialmente por nitruración gaseosa empleando la prueba de desgaste *pin-on-disk*.

- ✓ Evaluar la resistencia al deterioro electroquímico del acero AISI 420 endurecido superficialmente por nitruración gaseosa, mediante pruebas electroquímicas en fluidos corporales simulados.

2. MARCO DE REFERENCIA

2.1 ESTADO DEL ARTE

La nitruración es un procedimiento de endurecimiento superficial que brinda durezas extraordinarias en la periferia de las piezas de acero, gracias a las distorsiones generadas en la red cristalina por la absorción de nitrógeno atómico, y la formación de nitruros de hierro, aluminio, cromo y molibdeno principalmente [1].

La acción endurecedora que el nitrógeno ejerce sobre el hierro y los aceros fue descubierta por Fremmy hacía el año 1861, cuando experimentaba la acción del amoníaco sobre piezas de acero calentadas a elevadas temperaturas [1]. Sin embargo, pasaron muchos años antes que se pudiera aplicar industrialmente el proceso con éxito, debido a la fragilidad que presentaba la capa nitrurada.

En 1905, el francés Hjalmar Braune anunció el descubrimiento de un eutectoide formado por hierro y nitruro de hierro Fe_4N denominado braunita, en las capas frágiles de los aceros nitrurados, que presentaba similitudes con la perlita [1].

Después de la primera guerra europea, en el año 1923, el Doctor Fry, de la casa Krupp, descubrió que el problema de fragilidad de la capa exterior de las piezas nitruradas se resolvía empleando temperaturas cercanas a los $500^{\circ}C$, y con el uso de aceros aleados con aluminio, cromo y molibdeno en lugar de aceros al carbono ya que estos dos factores minimizan la aparición de braunita [1].

A partir de entonces se ha incrementado la gama de posibilidades en cuanto a tipos de materiales sobre los cuales se podría aplicar la nitruración gaseosa. En la actualidad uno de los campos en el cual tiene gran auge es en el de los biomateriales; tanto para incrementar la biocompatibilidad de materiales mediante la modificación superficial con nitrógeno, como lo muestra la investigación de Díaz A. *et al* de 2009 sobre nitruración gaseosa en la aleación TiNbZr para aplicaciones biomédicas [23], como para mejorar las propiedades químicas y mecánicas de algunos materiales empleados en la fabricación de instrumental quirúrgico. En esta última aplicación se centra la presente investigación.

En 2003 Córdova S. [21], analizó la correlación existente entre las propiedades de la capa nitrurada con las fases cristalográficas que aparecían en esta zona. Encontró que, dependiendo de la temperatura a la que se llevará a cabo el tratamiento de nitruración gaseosa, se presentaban fases específicas compuestas por diferentes nitruros de hierro, lo que influía directamente en las propiedades mecánicas finalmente obtenidas.

Muchos otros autores han contribuido al desarrollo de los procesos de nitruración gaseosa. A partir del siglo XX los estudios sobre nitruración gaseosa se han encaminado a desarrollar una nueva técnica de endurecimiento superficial sobre los aceros base cromo, que consiste en suprimir la precipitación de algunos nitruros de cromo que tiene lugar en la nitruración a baja temperatura (500 y 650°C) para mantener intacto el comportamiento de los aceros inoxidable frente a la corrosión, basados únicamente en llevar a cabo el proceso a elevadas temperaturas, alrededor de los 1100°C [29].

Berns H. en 2007 [17], anunció que con la nitruración gaseosa en alta temperatura, NGAT, de los aceros inoxidable se mejora la resistencia al picado, al desgaste y a la cavitación erosión.

De acuerdo con Sung J. [34] en 2008, se tiene que la NGAT involucra un proceso de difusión que permite impregnar la superficie de un acero inoxidable a través de un tratamiento térmico en una atmósfera de nitrógeno a alta temperatura. Este procedimiento generalmente proporciona buenos resultados en aceros inoxidables base cromo austeníticos, martensíticos y dúplex.

Por otra parte, Lee H.*et ál* en 2008 [29] pudieron establecer que con la nitruración en alta temperatura se presenta una acumulación superficial del cromo que es un elemento sustitucional como el niobio y el titanio, y exhibe gran afinidad con el nitrógeno, formando nitruros precipitados del tipo Cr_2N , algunos carburos y óxidos si el sistema no está totalmente libre de oxígeno.

Una gran ventaja de la nitruración gaseosa en alta temperatura fue mencionada por Peng D.*et ál* en 2010 [32], tras desarrollar este proceso sobre un acero inoxidable austenítico empleando amoniaco anhídrido. Su estudio permitió comprobar que la nitruración de ese acero a las temperaturas convencionales (500 – 650°C) conlleva a la precipitación de algunos nitruros de cromo que deterioran la resistencia a la corrosión aunque mejoran significativamente la resistencia al desgaste, mientras que en alta temperatura no se presenta este problema.

Cabe mencionar además que con la nitruración gaseosa en alta temperatura es viable emplear como gas nitrurante nitrógeno N_2 , lo cual suprime el gran inconveniente de trabajar con la explosiva y tóxica mezcla de $\text{NH}_3\text{-H}_2$ según Santos F.*et ál* en 2004 [33].

En la nitruración gaseosa se han manejado parámetros sobre el endurecimiento superficial de las aleaciones, tales como: la temperatura del proceso, tiempo de residencia de la pieza en el horno, flujo de gas nitrurante, entre otros. Pero poca atención se le ha brindado a la condición superficial del material antes de realizar el endurecimiento. Sin embargo Akhtar S. *et ál* [2] resaltan la importancia que tiene el acabado superficial del material en cuanto al espesor y uniformidad de la capa determinaron que a mayor rugosidad de la superficie siempre y cuando sea tratada, se obtiene luego de la nitruración una capa de nitruros uniforme de mayor profundidad. Igualmente que esta condición superficial brinda al material mayor vida útil al presentar una alta dureza a profundidades significativas, lo cual es de vital importancia para el uso de estos materiales en aplicaciones sujetas a desgaste como es el caso de las herramientas de corte quirúrgico.

El limitado número de trabajos reportados sobre el endurecimiento superficial mediante nitruración gaseosa en alta temperatura de los aceros inoxidable martensíticos en especial del AISI 420, le da a esta investigación un toque de innovación, fundamentada en el hecho que los pocos investigadores relacionados con el tema, han estado de acuerdo que al nitrurar estos aceros se debe tener muy en cuenta la temperatura del proceso, por ser un factor crítico para determinar los valores más adecuados de dureza y resistencia contra la corrosión [19].

Lamentablemente, debido a los avances tecnológicos que se han venido desarrollando en las últimas décadas en la ingeniería de materiales, las investigaciones sobre nitruración gaseosa se han detenido, dando lugar a nuevos mecanismos para nitrurar aceros, como lo son la nitruración micropulsada de plasma y la nitruración e inserción de nitrógeno vía plasma [20]. Olvidando, el carácter sencillo, eficaz y económico de la nitruración gaseosa que hace de este un proceso viable para las industrias de hoy día [21].

2.2 ACEROS INÓXIDABLES MARTENSÍTICOS

Los aceros inoxidable son aleaciones base hierro que contienen cromo entre 10,5 y 30% en peso, y mínimo 50% de hierro. Su condición de resistencia a la corrosión se debe a la formación de una invisible capa altamente adherente de óxido de cromo, formada instantáneamente en presencia de oxígeno [5]. Otros elementos de aleación que se agregan a estos aceros para proporcionar características específicas son el níquel, molibdeno, cobre, titanio, silicio, niobio, nitrógeno, azufre y selenio [5].

Los aceros inoxidable son comúnmente divididos en 5 grupos: martensíticos, ferríticos, austeníticos, dúplex (ferríticos-austeníticos) y endurecibles por precipitación [5].

Los normalmente empleados para fabricar instrumental quirúrgico expuesto a condiciones de desgaste y, por lo tanto, de esencial interés en esta investigación, son los aceros inoxidable martensíticos. Estos poseen una estructura cristalina tetragonal centrada en las caras, en el estado endurecido (martensita) [5]. Son ferríticos en estado recocido y endurecidos por tratamientos térmicos para obtener la microestructura martensítica por la que son conocidos, responden ante un campo magnético y son generalmente resistentes a la corrosión en ambientes levemente oxidantes. Poseen contenidos de cromo entre 10,5 y 18% en peso, comúnmente sin sobrepasar el 14%, el contenido de carbono es suficiente (puede exceder el 1,2% en peso) para proporcionar la templabilidad característica y ninguno de los elementos de aleación a excepción del cromo excede el 3% [5].

2.2.1 Acero AISI 420. El acero AISI 420 pertenece a la familia de los aceros inoxidables martensíticos; Su composición química y propiedades mecánicas se muestran en las tablas 1 y 2.

Tabla 1. Composición química del acero AISI 420 [5].

Elemento aleante	C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S	otros
% en peso	0,15 min	1,0	1,0	12,0-14,0	-	0,04	0,03	-

Tabla 2. Propiedades mecánicas del acero AISI 420 [5].

Condición	Resistencia a la tracción, MPa	Resistencia a la fluencia 0,2%, MPa	Elongación, %	Reducción de área, %	Dureza, RHC
Revenido a 204°C	1720	1480	8	25	52

El acero inoxidable martensítico tipo 420, es resistente a la corrosión en atmósferas ligeramente oxidantes y en agua dulce [5]. Su temperatura de servicio no debe superar los 735°C para uso intermitente y 620°C para uso continuo. Requiere tratamiento de pre y post soldadura para evitar agrietamientos en la zona afectada térmicamente ya que los aceros inoxidables martensíticos son los más difíciles de soldar [5]. La temperatura de forja oscila entre 900° y 1200°C según la composición química y su maquinabilidad disminuye con el incremento del contenido de carbono debido a la aparición de abrasivos carburos de cromo [5]. Este acero inoxidable es usado como material de moldes en la industria del plástico, y como materia prima para fabricar herramientas de corte empleadas en las plantas de celulosa y papel [5].

En general, se emplea para elaborar herramientas cortantes en diversas industrias, debido a su resistencia a la corrosión y al desgaste.

2.3 ELECTROPULIDO

El electropulido es utilizado para pulir superficies de metales y en la metalografía de aceros inoxidable, aleaciones de cobre, aleaciones de aluminio y otros metales que son difíciles de pulir por métodos mecánicos convencionales. Es considerado por algunos autores como la extensión de la limpieza electrolítica [6]. El electropulido puede remover completamente trazas de metal remanente, producto de las operaciones de desbaste y pulido mecánico [4]. El mecanismo que rige el pulido electrolítico aún no está bien definido, sin embargo se sabe que tiene lugar en dos etapas: una de estabilización o suavizado y otra de brillo. La relación corriente – voltaje influye en el resultado del proceso y varía de acuerdo al electrolito y el metal [4].

Figura 1. Mecanismo del electropulido



Tomando como referencia la figura 1, en la etapa de suavizado tiene lugar la solubilización preferente de las colinas o bordes de una superficie rugosa, comúnmente originadas en la preparación mecánica. Cuando este tipo de superficie

rugosa se toma de ánodo en una celda electrolítica adecuada, se produce una capa de líquido viscoso inmediatamente adyacente a la superficie, como producto de la reacción entre el metal y el electrolito. Esta capa de solución, se conoce como película de pulido (ver figura 1) y tiene una resistencia eléctrica mayor que el resto de la solución, controlando la acción suavizante y proporcionando una superficie suavemente ondulada por la remoción de asperezas mayores a $0,1 \mu\text{m}$ [4].

La etapa de brillo, está relacionada con la eliminación de irregularidades tan pequeñas como $0,01 \mu\text{m}$ y la supresión de zonas atacadas sobre la superficie. Este comportamiento se atribuye generalmente a la formación de una capa delgada, parcialmente pasivada sobre la superficie del metal y posteriormente en sus contornos [4].

2.4 RESISTENCIA AL DESGASTE

El término desgaste puede definirse como el daño de una superficie sólida, generalmente involucrando la pérdida progresiva de material, debido al movimiento relativo entre dos superficies y una sustancia en contacto [13]. Existen tres situaciones comunes de desgaste. La primera ocurre cuando dos cuerpos están en contacto y hay movimiento relativo del uno al otro. La segunda situación llamada comúnmente erosión o erosión desgaste, ocurre cuando el desgaste es causado por el movimiento relativo de un líquido respecto a una superficie sólida. Y la tercera situación, generalmente denominada desgaste abrasivo, ocurre cuando el desgaste es causado por partículas duras.

2.4.1 Mecanismos de desgaste. Hay cinco formas generales mediante las cuales un material se puede desgastar en las situaciones mencionadas en el numeral anterior: procesos adhesivos, procesos abrasivos o de deformación, procesos de fatiga y procesos oxidativos o corrosivos [3].

Desgaste adhesivo: Con los procesos adhesivos, el desgaste ocurre como resultado de la unión que se produce entre dos superficies en contacto. Con la posterior separación de éstas, se puede retirar material de cualquiera de las superficies, generando así el desgaste.

Desgaste abrasivo: Estos procesos son la fractura, el corte y la deformación plástica que pueden ocurrir cuando una superficie dura se enfrenta a una más blanda. Estos mecanismos tienden a producir residuos similares a los del proceso de mecanizado.

Desgaste fatiga: Estos procesos se asocian con la iniciación de grietas y la propagación ó progresiva deformación como resultado del repetido contacto.

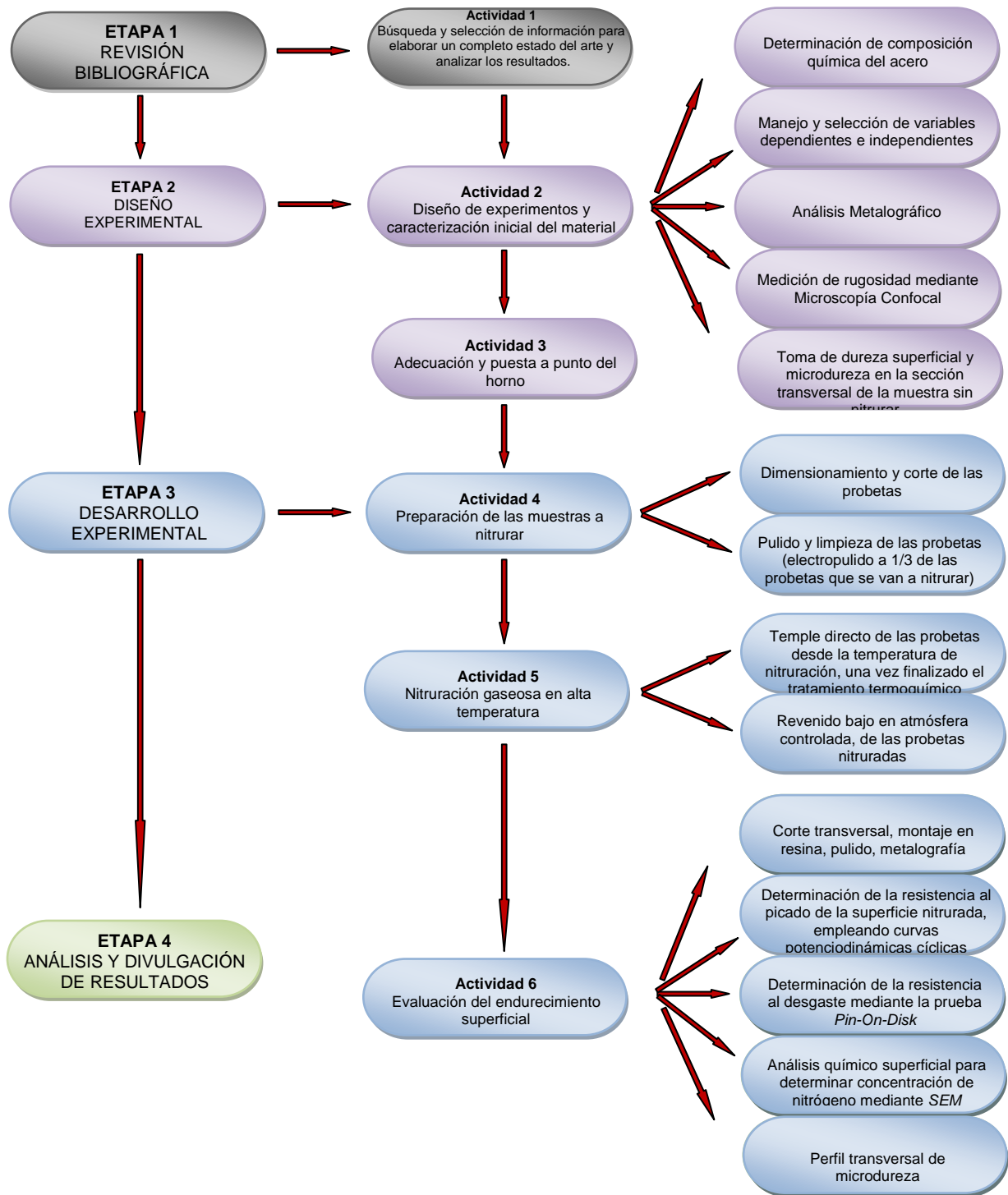
Desgaste oxidativo: Éste se presenta cuando el oxígeno puede acceder a una zona de desgaste en caliente dando lugar a la generación de películas de óxidos que son desprendidas del material debido al movimiento relativo entre las superficies en contacto. Este tipo de desgaste conlleva a una disminución en la pérdida de material, siendo ésto una gran diferencia con el desgaste corrosivo [16].

Desgaste corrosivo: Estos procesos son asociados con la remoción frecuente de una capa de óxido sobre la superficie de contacto, como es el caso de la capa

pasiva en los aceros inoxidable. Esta forma de desgaste consiste en una relación sinérgica entre el desgaste abrasivo ó adhesivo y la corrosión, en la cual cada proceso es afectado por la acción simultánea del otro, normalmente reflejado en la aceleración del proceso de desgaste [13].

3. METODOLOGÍA

Figura 2. Esquema general de la metodología experimental



El presente proyecto se desarrolló en diferentes etapas, con el propósito de cumplir a cabalidad los objetivos planteados sin pasar por alto ninguna actividad importante. Las etapas y actividades en las que fue basada esta investigación son descritas de forma general en la figura 2.

3.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

La revisión bibliográfica se llevó a cabo de forma permanente durante la realización del proyecto; para eso se usaron diferentes fuentes tales como: bases de datos, revistas (impresas y electrónicas), patentes, tesis y normas. La información consultada fue básicamente fundamentos teóricos de la termonitruración gaseosa en alta temperatura, la influencia de las variables del proceso, y los métodos de evaluación de la resistencia a la corrosión y al desgaste de la capa nitrurada; con el fin de construir un completo y claro estado del arte del tema trabajado.

3.2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS

De acuerdo con la bibliografía, las características de la capa nitrurada obtenida, están determinadas por las siguientes variables:

- ✓ Microestructura metalúrgica del material antes del tratamiento termoquímico.
- ✓ Condición superficial del material antes del tratamiento termoquímico.
- ✓ Temperatura de nitruración.
- ✓ Tiempo de nitruración.
- ✓ Flujo de gas nitrurante.

- ✓ Composición del gas nitrurante.

Teniendo en cuenta la dimensión de la presente investigación, para establecer un número manejable de ensayos a realizar, se tomaron las variables que a juicio propio según bibliografía consultada, eran las más interesantes, en este caso, la condición superficial del material antes del tratamiento termoquímico (ó rugosidad del material), y el tiempo de nitruración. Parámetros como la microestructura metalúrgica, temperatura de nitruración, flujo y composición del gas nitrurante se mantuvieron constantes en todos los ensayos y se resumen en la tabla 8.

Se desarrolló un diseño de experimentos de 2^2 con un punto intermedio, tomando como factores el tiempo de nitruración y la rugosidad del material, asignando 2 niveles al primer factor y 3 al segundo (por las repeticiones al centro) respectivamente. En las tablas 3 y 4 se describe el diseño de experimentos.

Se establecieron 2 tiempos de nitruración, 3 y 6 horas; y se varió la rugosidad del material entre 0.027 μm , 0.017 μm y 0.011 μm Ra, obtenidos respectivamente de mayor a menor, por desbaste con papel abrasivo de grano N°1200, electropulido en electrolito de ácido acético y ácido perclórico y pulido fino con suspensiones de alúmina de 0,5 μm a 0,05 μm .

Las repeticiones del plan de experimentación fueron distribuidas de la siguiente forma: dos (2) para pruebas electroquímicas, dos (2) para pruebas de desgaste y una (1) para microscopía y microdureza.

Tabla 3. Factores y dominio experimental.

Factores	Dominio experimental		
	Nivel inferior (0)	Nivel intermedio (1)	Nivel superior (2)
X₁: Tiempo [Horas]	3	-	6
X₂: Rugosidad	Ra ₁₂₀₀ 0,027µm	Ra _{electropulido} 0,016 µm	Ra _{espejo} 0,011µm

Tabla 4. Diseño factorial completo 2² con un punto intermedio y plan de experimentación.

	Matriz de experimentos		Plan de experimentación		Repeticiones
	X ₁	X ₂	Tiempo [Horas]	Rugosidad	
1	0	0	3	0,027 µm	5
2	0	1	3	0,016 µm	5
3	0	2	3	0,011 µm	5
4	2	0	5	0,027 µm	5
5	2	1	5	0,016 µm	5
6	2	2	5	0,011 µm	5
	Total Probetas				30

3.3 CARACTERIZACIÓN INICIAL DEL MATERIAL

Con el propósito de clasificar el acero según la norma técnica ASTM F899 [12] para instrumental quirúrgico, y conocer el estado del material antes del endurecimiento superficial, se determinó la composición química, la microestructura metalúrgica y la dureza del acero en estado de entrega.

3.3.1 Composición química. La composición química mostrada en la tabla 5 del acero empleado para la nitruración gaseosa en alta temperatura, se determinó mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido aclopada con espectroscopía (*SEM-EDS*), realizada en el laboratorio de Microscopía Avanzada de la Universidad Nacional de Medellín y datos suministrados por el proveedor del acero. El resultado obtenido permite clasificar el acero según la norma ASTM F899 [12] como un acero inoxidable 420 B, hecho que concuerda con la clasificación manejada por la empresa Quirúrgicos Especializados S.A quien aportó el material.

Tabla 5. Composición química del acero obtenida por SEM-EDS e información suministrada por Quirúrgicos Especializados S.A.

Elemento aleante	C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S	otros
% en peso	0,3	0,5	1,0	13,56	-	0,04	0,03	-

3.3.2 Análisis Metalográfico. Al ser la microestructura metalúrgica uno de los parámetros más influyentes sobre el comportamiento químico, físico y mecánico de los materiales, fue realizado al acero antes de desarrollar el endurecimiento superficial un análisis metalográfico, con el propósito de diseñar un adecuado tratamiento termoquímico de acuerdo con los resultados que se deseaban obtener, es decir, para determinar tiempos y temperaturas adecuadas para la nitruración y el posterior revenido.

El análisis metalográfico se llevó a cabo según norma ASTM E3 [7] y consistió en el desbaste húmedo con papel abrasivo de SiC de grano decreciente desde 80 hasta 1200, posteriormente pulido fino con alúmina de 0,5 y 0,05 μ m seguido de una

limpieza en baño ultrasónico con 2-propanol durante 10 minutos, y finalmente el ataque para revelar la microestructura que consistió en la inmersión durante 30 segundos en acético gliceregía (10 mL HNO₃, 10 mL ácido acético, 15 mL HCl, 3gotas glicerol) de la norma ASTM E407 [10]. Las micrografías de las figuras 2 y 3 muestran la microestructura típica de un acero inoxidable martensítico en estado recocido. Se observan granos de ferrita y pequeñas colonias de perlita.

Figura 3. Micrografía a 4x revelada con acético gliceregía [10].

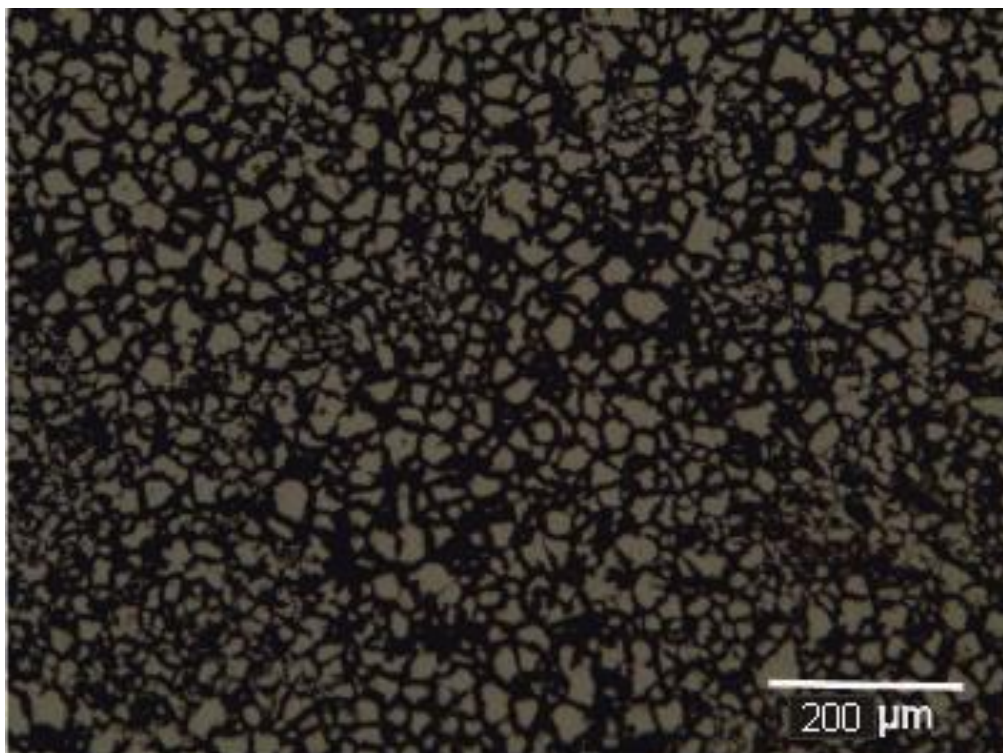
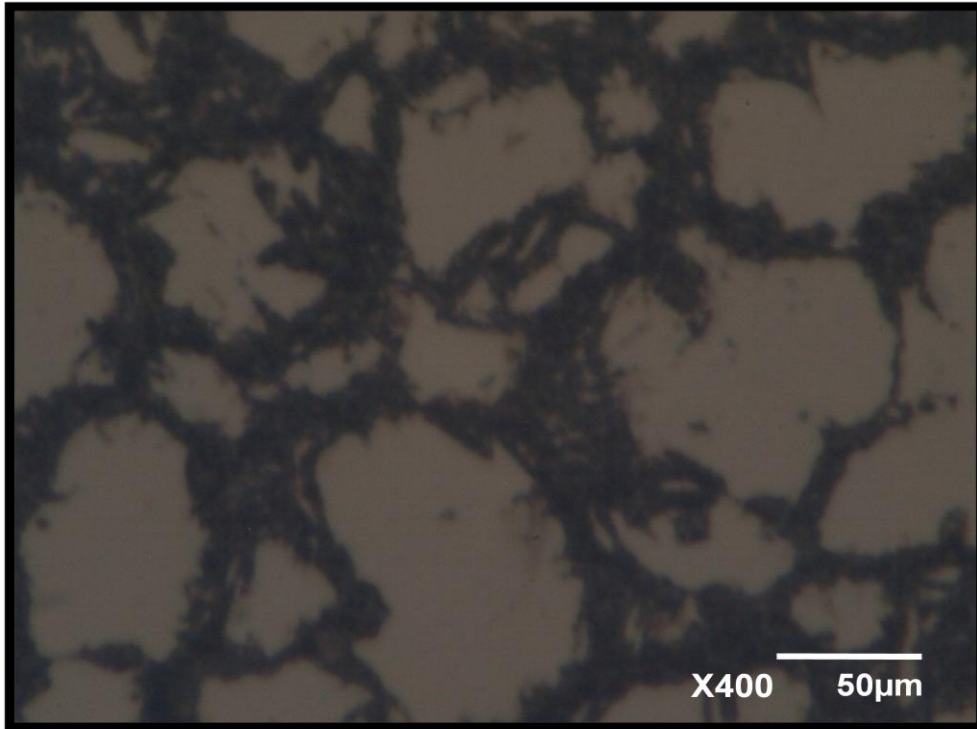


Figura 4. Micrografía a 40x revelada con acético gliceregía [10].



3.3.3 Dureza. La dureza, en estado de entrega, fue determinada en el durómetro INDENTEC VG 108T de la empresa Transejes de Colombia bajo el estándar de la ASTM E18 [14], para corroborar el análisis metalográfico. Los valores mostrados en la tabla 6 corresponden coherentemente con el estado metalúrgico del material, pues era de esperarse una baja dureza para una microestructura recocida. Los valores obtenidos fueron equivalentes a los recomendados para este acero en estado recocido según la norma de especificaciones para instrumental quirúrgico, ASTM F899 [12].

Tabla 6. Dureza del material antes del tratamiento termoquímico

Medición N°	Dureza Brinell	Dureza HRC*
1	193	11,1
2	215	16,6
3	210	15,8
4	204	14,7
5	207	15,2
Promedio	204	14,7

*Valores estimados a partir de la norma ASTM E140 [8]

3.4 ADECUACIÓN Y PUESTA A PUNTO DEL HORNO

Con el propósito de obtener los resultados esperados, se llevó a cabo la puesta a punto del equipo (Anexo 8) en el que se realizó el tratamiento termoquímico. Se utilizó un horno tubular (5 cm de diámetro) de resistencia eléctrica con atmósfera controlada. Para ello se contó con la previa calibración de éste por parte de la empresa encargada; además, se ensayaron diferentes sistemas para la entrada y salida de los gases, y para la conexión entre la bomba de vacío y el horno, hasta encontrar los más adecuados, pues éstos debían resistir 1030°C y 0.2 MPa de presión entre 3 y 6 horas. Durante el proceso de adecuación fue posible establecer que el diseño de un sistema de tubería en paralelo para el nitrógeno y el argón (gases empleados en la nitruración y revenido respectivamente) permitía el ingreso de trazas de oxígeno que se reflejaban en la formación de una capa de óxido en la superficie de las probetas. Por tal motivo fue necesario conectar un (1) solo gas al

tiempo, es decir, para la nitruración sólo estaba conectado el nitrógeno y para el revenido sólo lo estaba el argón.

3.4.1 Atmósfera del horno. La atmósfera rica en nitrógeno necesaria para llevar a cabo la nitruración gaseosa a alta temperatura se obtuvo empleando nitrógeno analítico grado 5,0. De igual forma, la atmósfera inerte para realizar el revenido posterior a la nitruración se estableció con argón. Ambos gases fueron adquiridos en la empresa Oxígenos de Colombia Ltda.

3.5 PREPARACIÓN DEL MATERIAL

La preparación del material implicó dimensionamiento y corte de las probetas, además de la preparación superficial para obtener las condiciones de rugosidad buscadas. También fue necesario determinar la rugosidad de las tres condiciones superficiales para tenerla como variable cuantitativa en el diseño de experimentos propuesto.

3.5.1 Dimensionamiento y corte de probetas. Las probetas fueron suministradas por la empresa Quirúrgicos Especializados S.A., en forma de barra cilíndrica de 100 mm de largo por 12,27 mm de diámetro. Se tomaron discos de 2,1 mm de espesor mostrados en la figura 5, cortados en la microcortadora (Anexo 7) ubicada en el laboratorio del Grupo de Investigaciones en Corrosión de la Universidad Industrial de Santander.

3.5.2 Pulido y limpieza. Cada probeta fue preparada superficialmente según la norma de preparación metalográfica ASTM E3, mediante un desbaste húmedo con papel abrasivo de SiC de grano decreciente desde 80 hasta 1200. Si bien no se estaba preparando las probetas para revelarlas metalográficamente, dicha metodología se consideró por el correcto acabado que permite.

Figura 5. Probetas de acero AISI 420 utilizadas para la nitruración gaseosa en alta temperatura.



Debido a que en el diseño de experimentos la rugosidad del material es una de las variables independientes, el pulido de las probetas se dividió en tres grupos de probetas finalizando cada uno en 3 estados diferentes, con el propósito de obtener las rugosidades buscadas teniendo en cuenta los aspectos técnicos y económicos que representan las condiciones superficiales seleccionadas.

Un primer grupo, se dejó con la rugosidad proporcionada por el papel abrasivo de grano N° 1200. El segundo grupo de probetas, fue pulido electrolíticamente partiendo de la rugosidad dejada por el papel abrasivo de grano N° 600, y el tercer grupo fue pasado del papel abrasivo de grano N° 1200 a pulido fino con suspensiones de alúmina de 0,5 y 0.05 μm . Todas las probetas fueron debidamente limpiadas en baño ultrasónico con 2-propanol una vez finalizado el pulido; en el caso del pulido electrolítico la limpieza se realizó también antes de electropulir las probetas.

3.5.2.1 Electropulido. Siendo el pulido electrolítico el mejor mecanismo pasivamente conocido para los aceros inoxidable [35], se realizó a 1/3 de las probetas empleadas, con el fin de evaluar el comportamiento frente a la corrosión respecto a las demás condiciones superficiales. El electropulido se llevó a cabo con la fuente reguladora de voltaje y amperaje MCP M10-SPP3603 del GIC de la Universidad Industrial de Santander. El electrolito empleado fue escogido luego de una preselección en la que se tuvo en cuenta parámetros como brillo, manchas y picaduras.

Para esto se tomaron como referencia las soluciones de electropulido consignadas en el *Metal Handbook Volumen 9 "Metallography and Microestructures"* [4] y en artículos que abordan el tema [24], [36]. Las soluciones preseleccionadas fueron las siguientes:

- **Sln 1:** 80ml de etanol, 14ml de agua destilada y 6 ml de ácido perclórico al 60%.
- **Sln 2:** 80ml de etanol y 20ml de ácido perclórico al 60%.
- **Sln 3:** 94ml de etanol, 0,6ml de agua destilada y 5,4ml de ácido perclórico al 70%.
- **Sln 4:** 90ml de ácido acético y 10ml de ácido perclórico al 60%.

- **Sln 5:** 30ml de agua destilada y 70ml de ácido fosfórico.
- **Sln 6:** 35ml de ácido fosfórico, 55ml de glicerina y 10ml de agua destilada.
- **Sln 7:** 33ml de ácido láctico, 40ml de ácido fosfórico, 13,5ml de ácido sulfúrico y 13,5 de agua destilada.

Como criterios cualitativos de clasificación para seleccionar la solución de electropulido se tomó el brillo, la ausencia de manchas y la ausencia de picaduras; y con base en los resultados obtenidos se realizó la tabla 7.

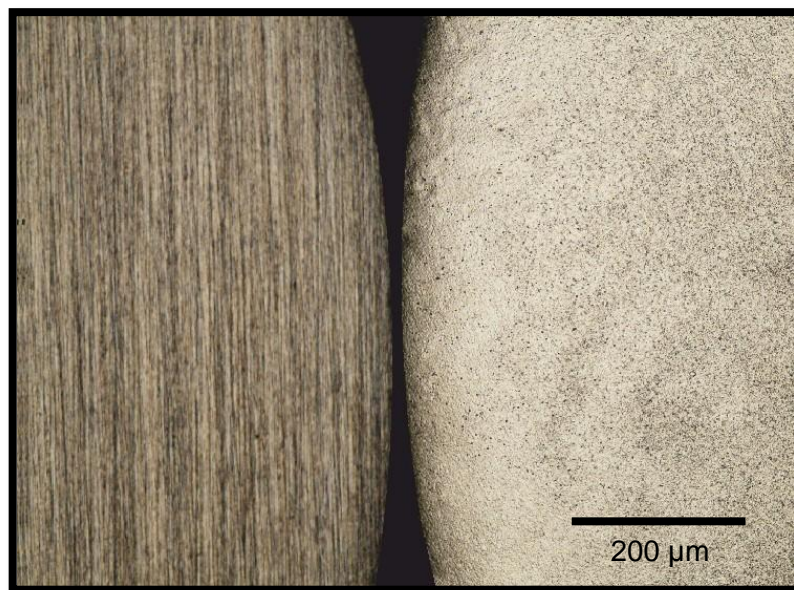
Tabla 7. Resultados cualitativos obtenidos del electropulido con las soluciones preseleccionadas

Solución empleada	Brillo	Ausencia de manchas	Ausencia de picaduras
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			

Cumple el criterio; No cumple el criterio; Cumple parcialmente el criterio.

Teniendo en cuenta los criterios cualitativos planteados, se escogió la solución N° 4, al ser la única en cumplir simultáneamente los 3 criterios, asociado esto con la ejecución satisfactoria y consecutiva de las 2 etapas involucradas intrínsecamente en el proceso de electropulido, mencionadas anteriormente en el numeral 2.3. En la figura 6, fotografía tomada con el microscopio OLIMPUS BX51 a 1000 aumentos, es posible apreciar el cambio de la condición superficial de la probeta luego de electropulirla, siendo la condición lijada la que aparece a la izquierda de la fotografía y la electropulida la de la derecha.

Figura 6. Fotografía del cambio en la condición superficial de las probetas de acero AISI 420 luego de electropulidas con una solución de ácido acético y ácido perclórico.

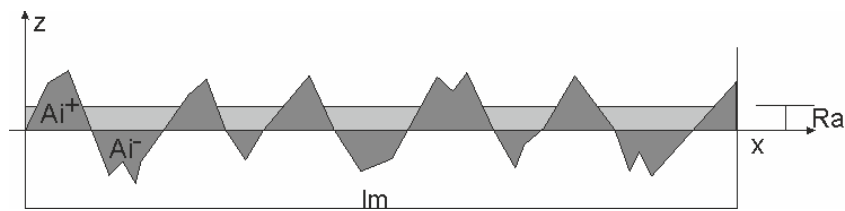


3.5.2.2 Determinación de Rugosidad. La cuantificación de la rugosidad para las 3 condiciones superficiales, se realizó con ayuda del microscopio confocal del anexo 1, ubicado en el Laboratorio de Óptica y Tratamiento de Señales de la Universidad Industrial de Santander. Este microscopio permitió capturar una secuencia de

imágenes en el eje Z y mediante el software de licencia libre ImageJ, se construyó la vista en 3D de la superficie y se determinó la rugosidad Ra (ISO 4287/1) de cada superficie según la figura 7 y la siguiente expresión:

$$Ra = \frac{1}{lm} \int_0^{lm} y \cdot dx = \frac{1}{lm} \left(\sum Ai^+ + \sum Ai^- \right)$$

Figura 7. Representación del parámetro de rugosidad Ra



3.6 NITRURACIÓN GASEOSA EN ALTA TEMPERATURA

Para la realización de la nitruración gaseosa del acero AISI 420, fueron necesarias diferentes etapas con el fin de obtener los mejores resultados. En orden de realización las etapas fueron: purga, nitruración, temple y revenido. La tabla 8 resume todos los parámetros bajo los cuales se llevó a cabo la nitruración gaseosa en alta temperatura.

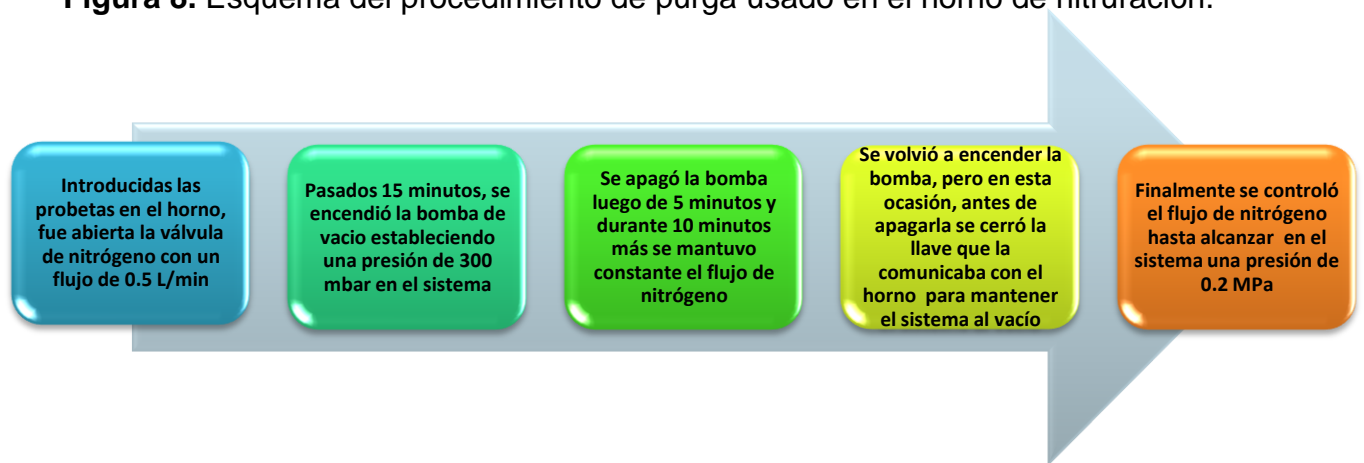
3.6.1 Procedimiento de purga. Con el objetivo de minimizar cualquier posibilidad de oxidación de las probetas dentro del horno, se diseñó un procedimiento de purga [23], de modo que a la hora de iniciar el calentamiento del horno para alcanzar la temperatura de nitruración, no estuvieran presentes trazas de oxígeno. Básicamente, la purga del horno esquematizada en la figura 8, se realizó con flujo de nitrógeno y con la creación de un bajo vacío de aproximadamente 300 mbar, hasta

equilibrar la presión de nitrógeno a la requerida. Adicionalmente, fue necesario lavar el horno antes de realizar cada tratamiento, ya que por no ser éste de material refractario, se generaba una capa de óxido que de no ser retirada, se depositaba sobre las probetas durante la siguiente nitruración.

Tabla 8. Condiciones utilizadas en la nitruración gaseosa en alta temperatura del acero AISI 420

Variable	Tipo de Variable	Valor de Variable
Temperatura	Fija	1030°C
Tiempo	Controlada	3 y 6 horas
Presión	Fija	0.2 Mpa
Rugosidad	Controlada	Lija 1200, pulido a espejo y electropulido
Horno	Fija	Tubular, de resistencia eléctrica y de atmósfera controlada. Máxima temperatura de calentamiento 1200°C
Medio de enfriamiento	Fija	Aceite sintético
Condición metalúrgica del material antes del tratamiento	Fija	Recocido
Composición química del gas nitrurante	Fija	N ₂ analítico, grado 5.0

Figura 8. Esquema del procedimiento de purga usado en el horno de nitruración.



3.6.2 Temple. Dado que la nitruración gaseosa se realizó a la temperatura de austenización, esta modificaba cualquier tratamiento térmico anterior a la nitruración. Como se requería además de una superficie endurecida, un núcleo tenaz, fue necesario templar las probetas una vez cumplido el tiempo de nitruración.

El temple se realizó en aceite sintético proporcionado por la empresa Quirúrgicos Especializados S.A. Para mejorar la conductividad del medio de temple [12], fue calentado a 60°C y agitado durante el enfriamiento de las probetas nitruradas, para garantizar su capacidad de temple.

3.6.3 Revenido. Para garantizar la tenacidad del núcleo, fue necesario revenir las probetas nitruradas a 204°C durante 1 hora según la norma ASTM F899 [12] de instrumentales quirúrgicos. Esta temperatura de revenido fue establecida teniendo en cuenta que a mayor temperatura de revenido se presenta un decaimiento de la resistencia del acero frente a la corrosión [12]. El tratamiento de alivio de tensiones se realizó en el mismo horno empleado para la nitruración y se utilizó argón como gas protector. Para obtener los resultados esperados se siguió el procedimiento de purga descrito en la figura 8.

3.7 EVALUACIÓN DE LA NITRURACIÓN GASEOSA

En esta etapa se buscó caracterizar el espesor y morfología de la capa nitrurada mediante microscopía, incremento de dureza superficial y del núcleo, resistencia al desgaste y a la corrosión, mediante medidas de dureza y microdureza según normas ASTM E18 y E384 respectivamente, resistencia al desgaste en máquina *Pin-On-Disk* según norma ASTM G99, y curvas potenciodinámicas cíclicas según norma ASTM G61.

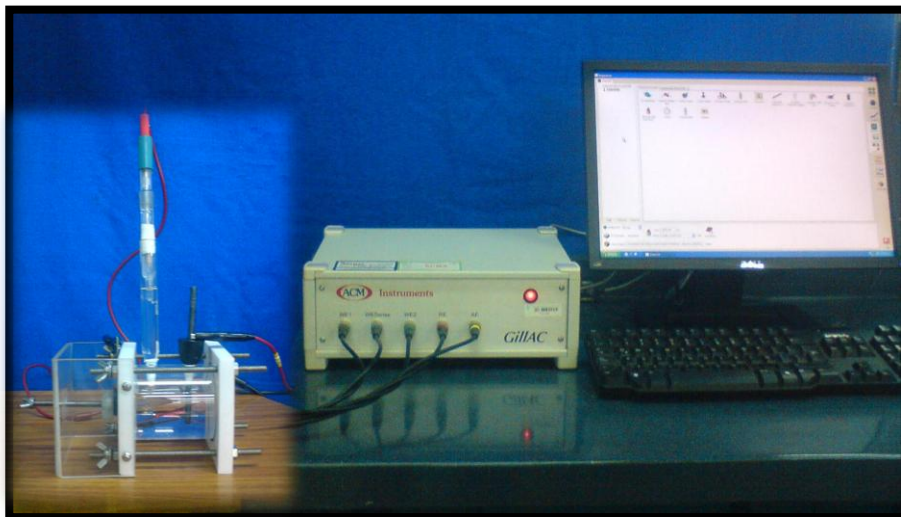
3.7.1 Metalografía y dureza de probetas nitruradas. Mediante análisis metalográfico se corroboró la microestructura templada del acero AISI 420 obtenida por el enfriamiento rápido desde la temperatura de nitruración y se respaldó además con la medición de dureza en el núcleo. Además, se apreció la aparición de una capa superficial compuesta por una zona enriquecida en nitrógeno y otra en óxidos principalmente de cromo. El análisis metalográfico se llevó a cabo sobre un corte transversal de las probetas tratadas y se siguió el procedimiento de la norma ASTM E3 [7], utilizando reactivo Kalling's N°1 de la norma ASTM E407 [10] como revelador de microestructura en el microscopio electrónico de barrido (SEM) del laboratorio de Microscopía Avanzada de la Universidad Nacional de Medellín. La dureza fue medida bajo la norma ASTM E18 [14] en la empresa Transejes de Colombia.

3.7.2 Prueba de corrosión. El acero AISI 420 es resistente a la corrosión en ambientes ligeramente oxidantes y en agua dulce [5]. Sin embargo, como todos los aceros inoxidables en presencia de cloruros es susceptible a la corrosión por picadura. Teniendo en cuenta que los fluidos corporales del cuerpo humano son básicamente sales y con el objeto de relacionar resultados obtenidos con los de otras investigaciones, se evaluó mediante curvas potenciodinámicas cíclicas la resistencia a la corrosión por picado del acero antes y después de la nitruración en una solución de cloruro de sodio (NaCl) 3,5% en peso, usando como referencia un

electrodo de Ag/AgCl saturado. Las pruebas se desarrollaron bajo la norma ASTM G61 en el potencióstato ACM *Instruments* mostrado en la figura 9 del Grupo de Investigaciones en Corrosión de la Universidad Industrial de Santander.

Para extraer de las curvas potenciodinámicas cíclicas la información buscada, fue necesario hacer un barrido en potencial desde -600 hasta 2000 mV respecto al potencial de corrosión en circuito abierto, emplear una velocidad de barrido de 30 mV/min y establecer la densidad de corriente límite en 700 mA/cm². Cada prueba tuvo una duración total de 1 hora con 45 minutos, de los cuales 40 minutos eran utilizados para la estabilización del potencial en circuito abierto.

Figura 9. Montaje utilizado para las pruebas electroquímicas del acero AISI 420 nitrurado gaseosamente en alta temperatura.



3.7.3 Prueba de desgaste. La resistencia al desgaste de las probetas endurecidas se evaluó con la prueba de *Pin-On-Disk* bajo la norma ASTM G99. Los

parámetros establecidos para el desarrollo de la prueba fueron 25°C, disco de acero AISI 1020, carga de 15 Newton, velocidad lineal de 6 cm/s, recorrido total de 376,99 m y ensayos en seco y en fluido fisiológico simulado (Anexo 6, SBF Kokubo). Los ensayos se realizaron en el equipo de la figura 10, dispuesto en el laboratorio del Grupo de Investigaciones en Corrosión de la Universidad Industrial de Santander.

Figura 10. Montaje empleado para la prueba Pin-On-Disk (izquierda) y multiplex del servomotor (derecha) que permite controlar el ensayo.



3.7.4 Microscopía electrónica de barrido. El análisis químico de la capa nitrurada se realizó con el fin de cuantificar el enriquecimiento en nitrógeno superficial del material. Para realizar las lecturas de composición, se hizo un corte transversal en las probetas con el propósito de caracterizar la capa nitrurada también en espesor y morfología. Las pruebas de microscopía electrónica de barrido se realizaron en el microscopio JEOL JSM-5910LV del laboratorio de Microscopía Avanzada de la Universidad Nacional de Medellín mostrado en los anexo 4 y 5.

Las mediciones con *SEM-EDS* se hicieron empleando una energía de 20 kV y 15.000 aumentos, mientras que para el *SEM-WDS* se emplearon 10 kV, una corriente de 79 nA sin ninguna variación en 20 minutos de calibración, 15.000 aumentos y una distancia de trabajo de 10 mm.

3.7.5 Perfil de microdureza de la capa nitrurada. Teniendo en cuenta que la dureza de los materiales se encuentra íntimamente relacionada con su resistencia al desgaste, se construyeron perfiles de microdureza de la capa nitrurada para determinar la profundidad del endurecimiento proporcionado por la nitruración gaseosa. Los perfiles de microdureza se tomaron sobre la cara del corte transversal de las probetas, empleando un microdurómetro INDENTEC ZWICK/ROELL ZHV VG-109T de la empresa Transejes de Colombia. La escala de microdureza empleada fue Vickers (1 kgf) y se tomaron 8 mediciones a las siguientes probetas: pulida a espejo con NGAT por 3 horas, electropulida con NGAT por 3 horas y electropulida con NGAT por 6 horas.

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1 RUGOSIDAD

Luego de obtener las condiciones superficiales deseadas se procedió a determinar el perfil de rugosidad y la rugosidad Ra de cada una. Para esto, se empleó el microscopio Confocal mostrado en el anexo 2, ubicado en el Laboratorio de Óptica y Tratamiento de Señales de la Universidad Industrial de Santander.

Es importante resaltar que la rugosidad no puede ser considerada como una propiedad de superficie, ya que dicha medición se encuentra influenciada por la longitud de muestreo, tal como lo mencionan Hinojosa M. y Reyes M. [25]. Sin embargo es posible comparar este tipo de parámetros entre diferentes superficies manteniendo la misma distancia de muestreo. Por tal razón, para esta investigación se planteó como longitud de evaluación, *lm*, 50 micrómetros. Teniendo en cuenta lo anterior se calculó el parámetro de rugosidad Ra para cada una de las condiciones superficiales siguiendo las consideraciones de la norma ISO 4287/1 con base en los valores arrojados por el perfil obtenido mediante la microscopía confocal. Los valores de Ra y las respectivas vistas en 3D de cada condición superficial estudiada se muestran en las figuras 11, 12 y 13, siendo las vistas 3D obtenidas mediante el software de licencia libre ImageJ usando el plugin Interactive 3D Surface Plot.

Comparando las imágenes en 3D de las figura 11 y 13, es posible apreciar el efecto suavizante en la morfología de la superficie electropulida pasando de un parámetro de rugosidad Ra de 0,027 μm a un Ra de 0,016 μm . Lo cual a su vez podría aumentar la resistencia a la corrosión debido a la acción pasivante del pulido

electrolítico, brindando un mejor desempeño frente a los problemas de corrosión por rendijas, que afecta considerablemente al acero AISI 420.

Figura 11. Imagen 3D y rugosidad calculada de la superficie (1 mm^2) de la muestra de acero AISI 420 pulida hasta papel abrasivo N°1200.

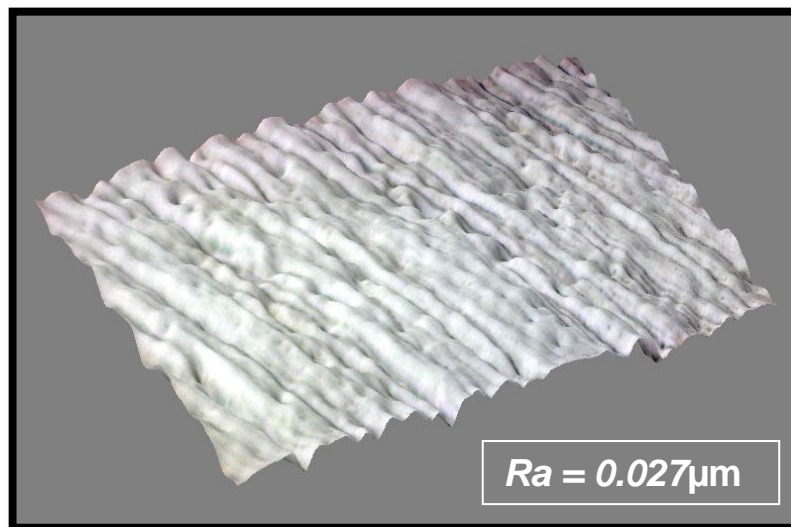


Figura 12. Imagen 3D y rugosidad de la superficie (1 mm^2) de la muestra de acero AISI 420 obtenida mediante pulido fino (acabado a espejo)

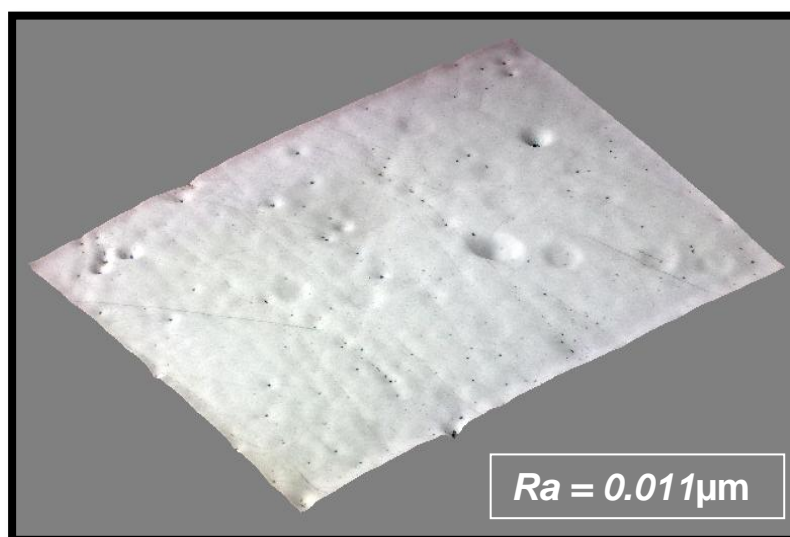
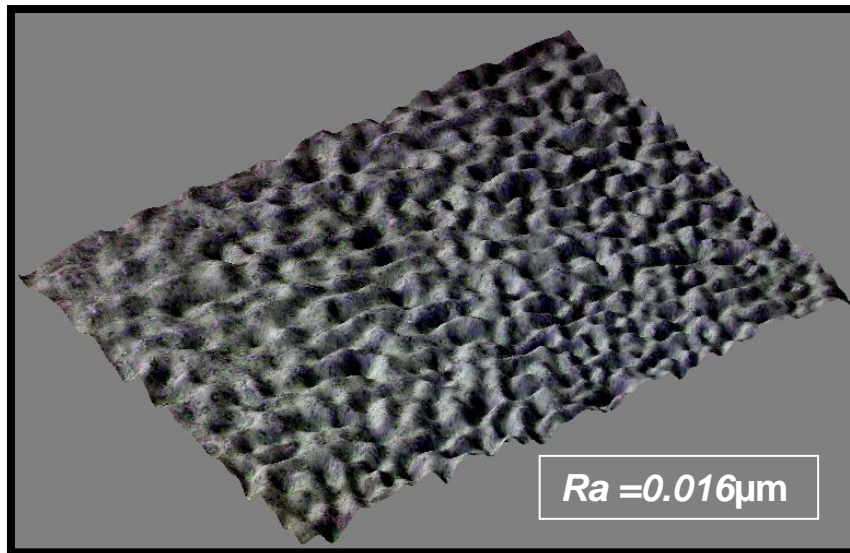


Figura 13. Imagen 3D y rugosidad de la superficie (1 mm^2) de la muestra de acero AISI 420 obtenida mediante electropulido.



4.2 TRATAMIENTO TERMOQUÍMICO

La nitruración gaseosa en alta temperatura con temple directo desde la temperatura de nitruración y posterior revenido a 204°C , es el tratamiento termoquímico más adecuado para el acero AISI 420 cuando es usado en herramientas de corte, pues suprime 2 grandes inconvenientes de la nitruración gaseosa convencional. El primero de ellos hace referencia a la eliminación de nitruros de cromo normalmente precipitados en la nitruración convencional [29]. Con la NGAT se mantiene el cromo en solución sólida, y por lo tanto, el porcentaje en peso de este elemento en la matriz, de tal forma que, el acero no pierde el carácter inoxidable (a menos que haya presencia de oxígeno en el horno). Por otro lado, la secuencia de la nitruración convencional para este acero sería temple, revenido y nitruración alrededor de los 550°C , o en su defecto, la nitruración antes del revenido. Sin embargo, en cualquiera de los casos, el último paso modifica el paso anterior ya que la temperatura de

revenido no debe sobrepasar los 300°C para evitar la fragilización por revenido que tiene lugar entre los 300 y 400°C [9] o la disminución de la resistencia a la corrosión cuando el revenido se realiza por encima de los 427°C [12]. El inconveniente técnico en este caso tiene que ver con el hecho de que si el revenido bajo se realiza antes de la nitruración, durante ésta (a 550°C aproximadamente) todo el material va a sufrir un revenido en la zona de susceptibilidad a la corrosión. Si por el contrario primero se realiza la nitruración convencional y luego se hace el revenido, los nitruros formados y en general el nitrógeno en solución, tienen la posibilidad de reacomodarse a mayores profundidades, suavizándose el efecto de endurecimiento superficial generado por las distorsiones de la red cristalina.

En términos generales, la implementación de la nitruración gaseosa en alta temperatura con temple directo desde la temperatura de nitruración en aceite sintético permitió obtener una microestructura martensítica muy uniforme en todo el material como se puede observar en la figura 14. Además, mediante *SEM-WDS* fue posible detectar 0,1% de nitrógeno en solución sólida en la zona libre de óxidos de hierro y cromo (ver figura 15), hecho que sustenta el primer inconveniente de la nitruración gaseosa convencional mencionado en el ítem anterior, ya que mediante las técnicas EDS y WDS no fue posible detectar ningún compuesto de nitrógeno y en las regiones adyacentes a la que contenía nitrógeno, el porcentaje en peso del cromo en solución permaneció intacto.

El porcentaje en peso de nitrógeno obtenido superficialmente, fue menor al esperado. Esto puede ser atribuido a la heterogénea capa de óxido de cromo que se formó durante el tratamiento termoquímico, ya que muy posiblemente dificultó una mayor difusión de nitrógeno hacia el material e interfirió en la lectura del mismo elemento durante los ensayos de composición química superficial con *SEM-EDS* y *SEM-WDS*.

Figura 14. Micrografía del acero AISI 420 después de la NGAT, temple y revenido, revelada con reactivo Kalling's N°1

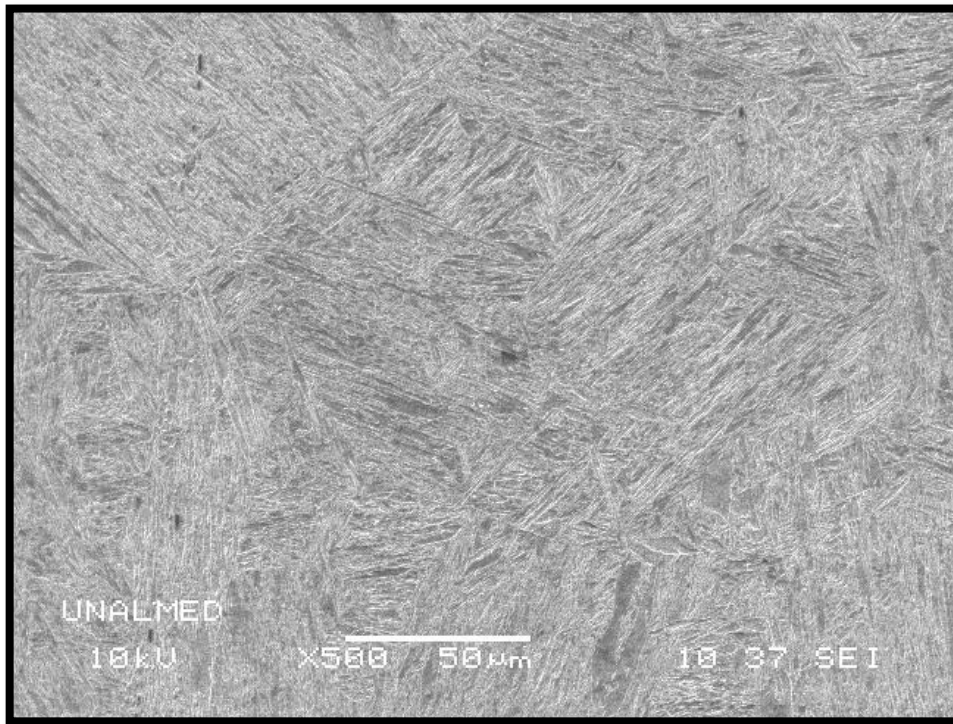
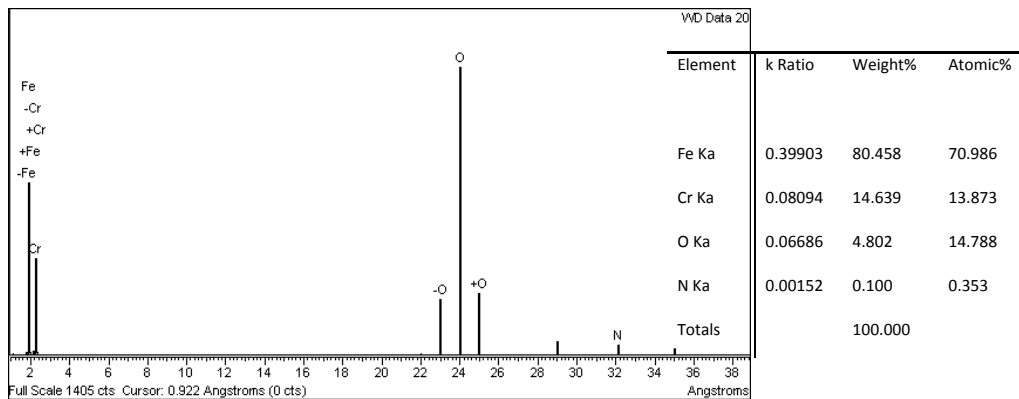


Figura 15. Espectro y composición de la sección transversal, asociados a la lectura del detector WDS acoplado al SEM, en las zonas enriquecidas en nitrógeno de la probeta de acero AISI 420 electropulida y nitrurada por 3 horas.



La etapa de temple y revenido que tuvo lugar al finalizar el proceso de NGAT, produjo en el acero AISI 420 una microestructura de martensita revenida cuya dureza se muestra en la tabla 9.

Tabla 9. Dureza del núcleo templado y revenido

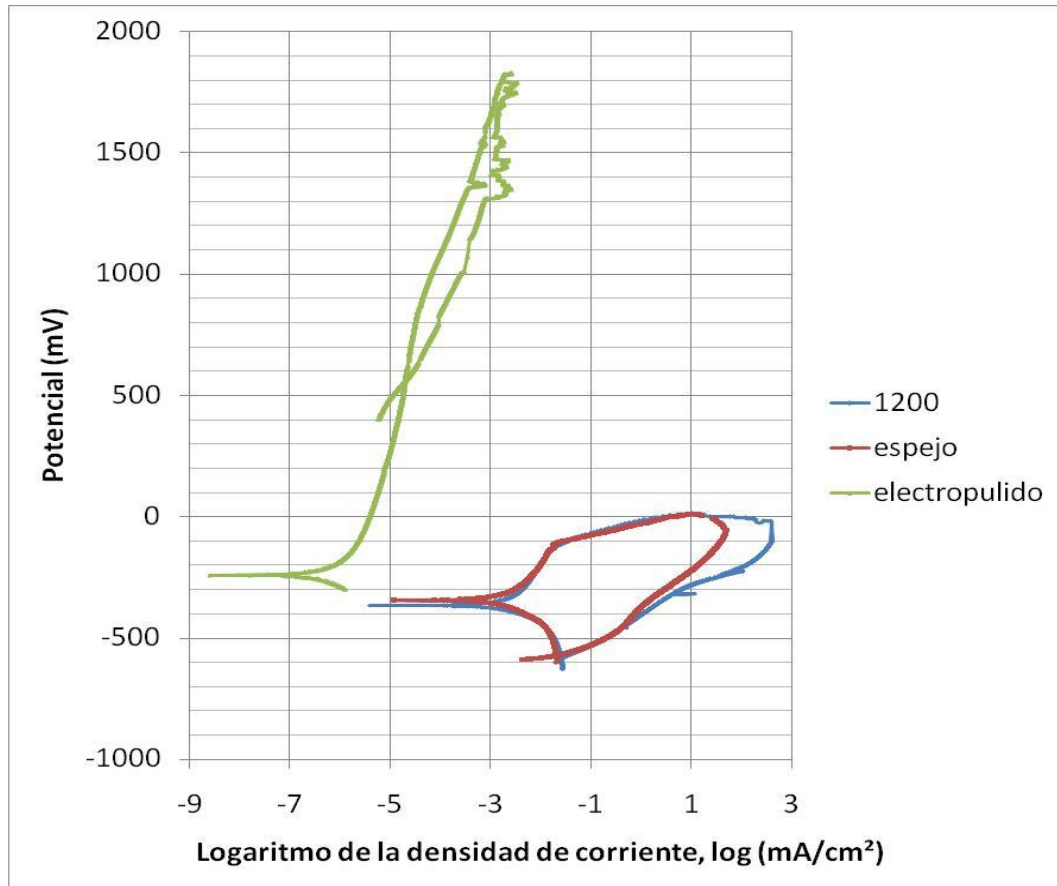
Medición	Nº	Dureza Brinell*	Dureza HRC
1		409	44
2		450	48
3		500	52
4		475	50
5		487	51
Promedio		464,2	49

*Valores estimados a partir de la norma ASTM E140 [8]

4.3 RESISTENCIA A LA CORROSIÓN

Las muestras de acero AISI 420, con y sin tratamiento termoquímico, fueron expuestas a una solución 3,5% en peso de NaCl. En esta se evaluó la resistencia a la corrosión localizada mediante curvas de polarización potenciodinámica cíclica (PPC), mostradas en las figuras 16, 17 y 18.

Figura 16. Curvas de Polarización Potenciodinámica Cíclica para las probetas de acero AISI 420 antes de la NGAT.



A partir de las curvas de polarización potenciodinámica de las figuras 16, 17 y 18 es posible determinar el efecto de la rugosidad sobre la susceptibilidad a la corrosión localizada del acero AISI 420 con y sin tratamiento termoquímico. Fue posible determinar que el acabado superficial obtenido mediante el electropulido (antes de la nitruración) es el más adecuado para este material, en cuanto a resistencia a la corrosión general y localizada se refiere. El acero se encuentra en una condición más noble al presentar un potencial de corrosión (E_{corr}) de 247,5 mV siendo de 71,91 y 116,8 mV más positivo a densidades de corriente menores, en comparación con los E_{corr} de las superficies obtenidas mediante lija 1200 y pulido a espejo respectivamente antes de la nitruración.

Figura 17. Curvas de Polarización Potenciodinámica Cíclica para las probetas de acero AISI 420 con NGAT durante 3 horas.

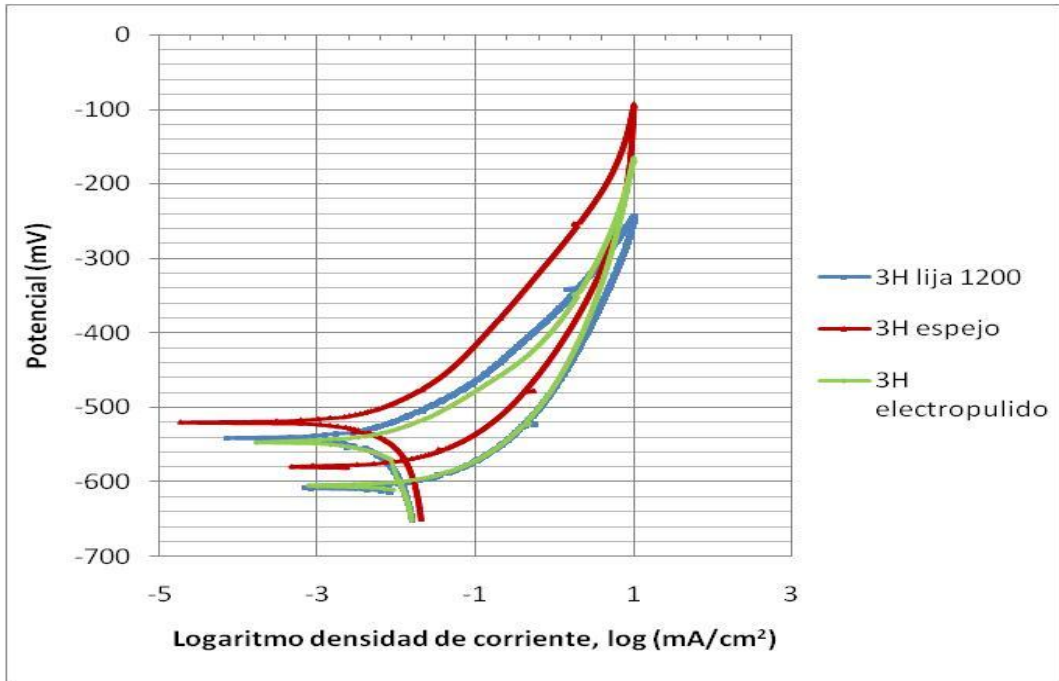


Figura 18. Curvas de Polarización Potenciodinámica Cíclica para las probetas de acero AISI 420 con NGAT durante 6 horas.

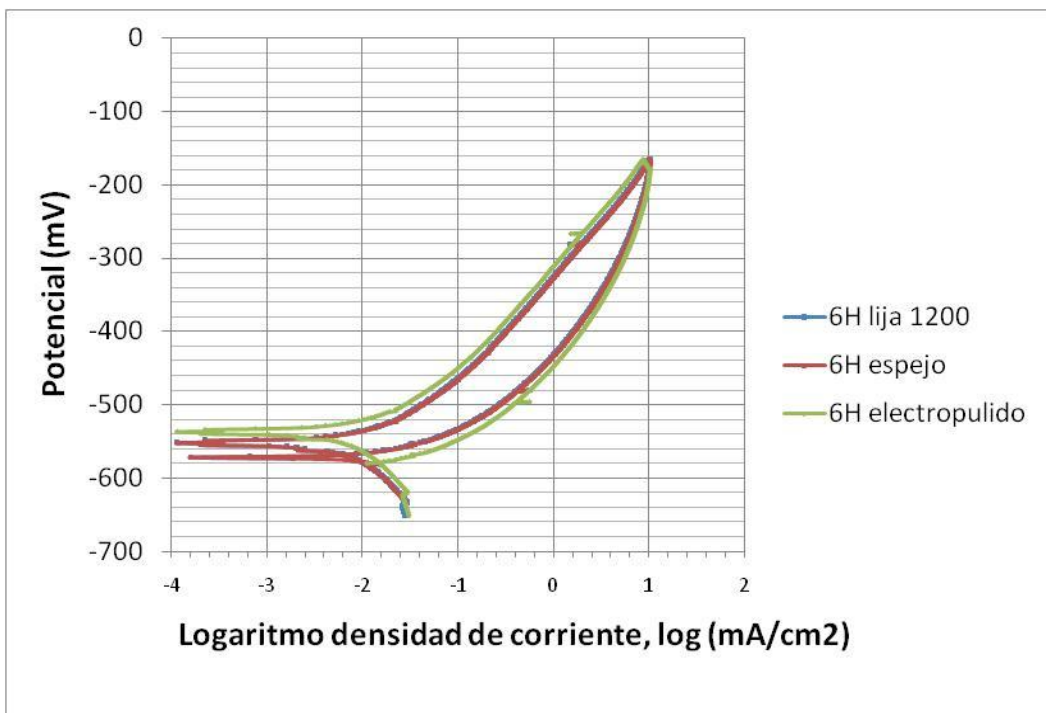


Tabla 10. Potenciales de corrosión y de protección obtenidos mediante curvas PPC, para el acero AISI 420 medidos en una solución 3,5 % en peso de NaCl.

Tratamiento		Blanco	3horas	6horas
E _{corr} [mV]	1200	-319,41	-540	-555
	Espejo	-364,3	-520	-555
	Electropulido	-247,5 E _{repasivación} = 560mV	-550	-540

De igual forma, es en el electropulido donde se obtiene la menor histéresis entre la curva de subida y la de bajada (área entre ambas curvas), lo cual es sinónimo de una baja susceptibilidad a la corrosión localizada, hecho que fue posible evidenciar en la apariencia de la probeta luego de la prueba electroquímica realizada, debido a que no presentó picaduras en la superficie como se muestra en la figura 21. Además el electropulido fue la única condición superficial que brindó al material un potencial de repasivación como lo muestra la tabla 10. El comportamiento de la superficie electropulida concuerda con que además del atractivo acabado superficial, algunos autores cataloguen el electropulido como el mejor mecanismo de pasivación [35], mejor aún que emplear las típicas soluciones pasivantes con ácido nítrico, recomendadas por la norma ASTM A967 [11]. El efecto pasivante del electropulido se encuentra ligado a la disolución preferencial del hierro frente al cromo, lo que permite un empobrecimiento del hierro débilmente aleado en la superficie del material, y un ligero aumento superficial de cromo, incrementando la resistencia del acero frente a la corrosión como lo indican las curvas PPC obtenidas en las pruebas electroquímicas y también Asami K., Hashimoto K. [15] y Crahles C. [28] en sus investigaciones.

Tomando como referencia las rugosidades obtenidas en las muestras del acero AISI 420 mediante papel abrasivo de grano N° 1200 y pulido fino (espejo) se tiene de la

figura 16 que este último presenta una densidad de corriente menor, hecho relacionado con una mayor resistencia al deterioro electroquímico. De igual forma cabe citar que las curvas PPC de la condición superficial espejo sin tratamiento termoquímico y con NGAT por 3 horas presentan potenciales de corrosión E_{corr} , más nobles que la condición 1200 en ambos casos, e incluso mayor E_{corr} que la condición electropulida con NGAT por 3 horas de la figura 17. Lo anterior implica una mayor resistencia a la corrosión general cuando el material es expuesto a medios corrosivos con una rugosidad de $0,011 \mu\text{m}$, respecto a una rugosidad de $0,027 \mu\text{m}$ antes y después de la NGAT. Además que la menor rugosidad con la que se pueda trabajar antes de la NGAT, brinda un E_{corr} más noble posterior al tratamiento termoquímico muy posiblemente atribuido a la morfología de la capa obtenida para esta condición superficial.

En términos generales se observa en las figuras 17 y 18, un decaimiento de la resistencia a la corrosión luego del proceso de NGAT, asociado principalmente a la presencia de una capa delgada y agrietada en las superficies nitruradas, conformada por una mezcla entre óxidos de hierro y cromo, siendo este último, el principal constituyente de la capa, como se aprecia en el mapa de distribución de composición obtenido mediante *SEM-EDS* de la figura 19.

Cabe resaltar que posterior al proceso de NGAT en todas las probetas nitruradas el porcentaje de cromo en las vecindades de la superficie del acero disminuyó, evidenciándose en la figura 19 un gradiente de composición de este elemento a partir de la interface metal-capa de óxidos hacia el interior de las muestras. Mediciones de composición realizadas mediante *SEM-EDS* permitieron registrar en la zona adyacente a la capa de óxidos formada un porcentaje en peso de cromo de aproximadamente 6,44%, valor muy por debajo de lo esperado para un acero inoxidable, sumado esto a la presencia de grietas en dicha capa es posible explicar la reducción en la resistencia a la corrosión de las muestras de acero AISI 420

empleadas como una interacción directa de la zona empobrecida en cromo con el medio. Para mayor detalle del empobrecimiento de cromo en la interface se registró cuantitativamente el mapeo de la figura 19, mediante la información de la figura 20.

Figura 19. Distribución Fe (rojo), Cr (Verde) y O (Violeta) desde la superficie hacia el interior del acero, obtenido mediante un mapa de distribución de composición sobre la probeta de AISI 420 electropulida con NGAT por 3 horas.

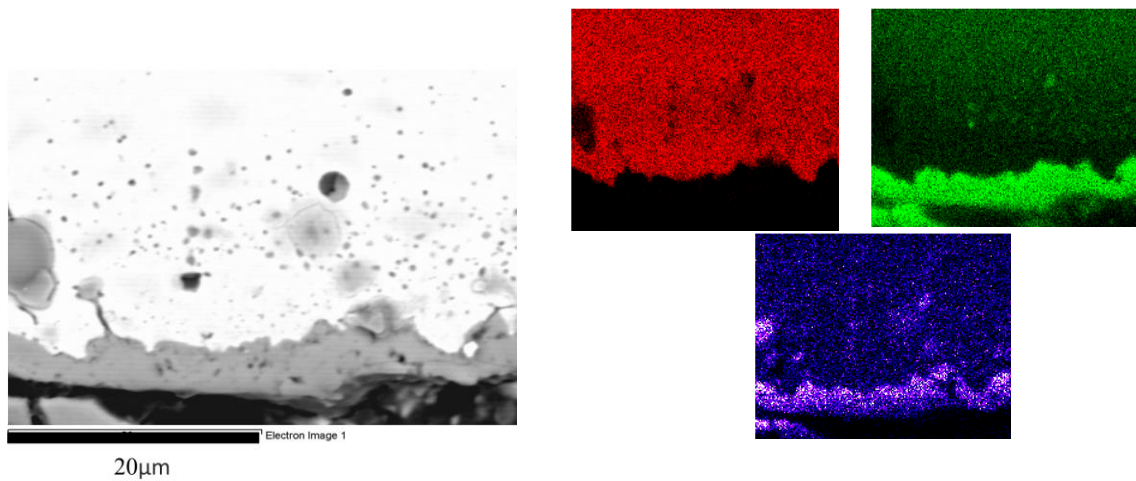
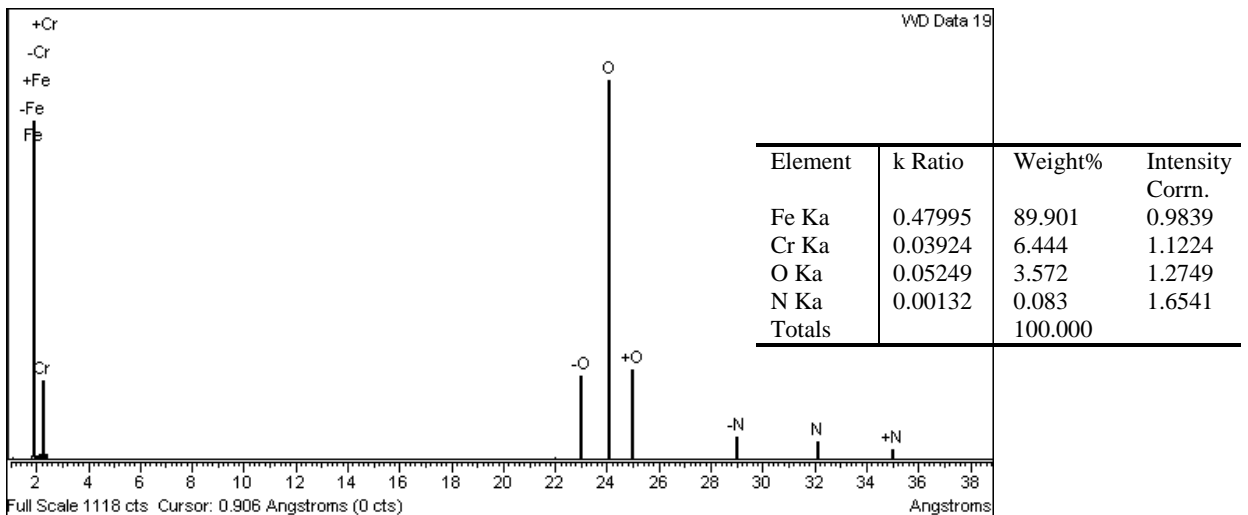


Figura 20. Espectro obtenido mediante SEM-WDS en la interface metal-óxido, mostrando la composición química de la muestra de acero AISI 420 electropulida y nitrurada por 3 horas.



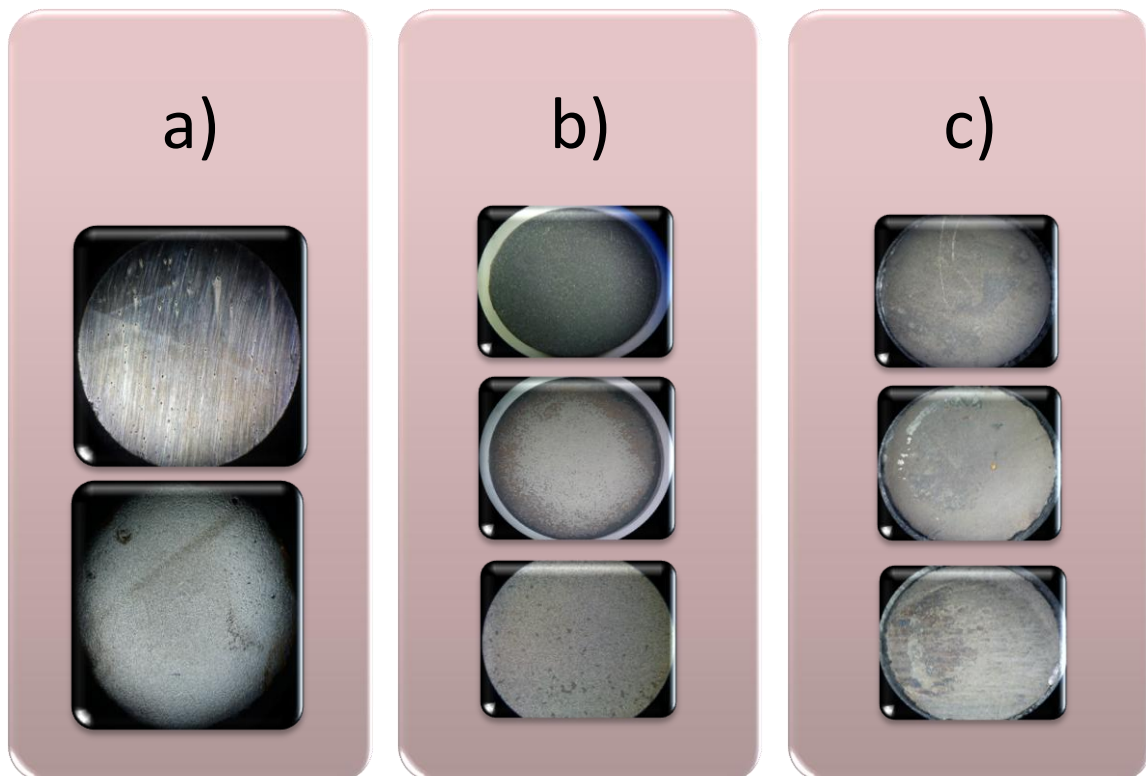
En la figura 17, correspondiente a las curvas PPC para las probetas con NGAT por 3 horas, es posible apreciar una ligera diferencia en el comportamiento frente a la corrosión del acero AISI 420 con los diferentes acabados superficiales, fenómeno que no tuvo lugar en la NGAT de 6 horas de la figura 18; debido a que para este tiempo de nitruración las superficies presentaron una capa muy similar de óxidos, que no permitió diferenciar las propiedades de superficie logradas con las condiciones de rugosidad iniciales.

El impacto de la NGAT sobre la resistencia a la corrosión, se traduce en un cambio de la morfología de daño causado por las pruebas electroquímicas realizadas; debido a que las probetas sin nitrurar en las condiciones de lija 1200 y acabado a espejo presentaron picado sobre la superficie apreciable en la figura 21. En el caso de las probetas electropulidas, se obtuvo una superficie homogénea mostrada en la figura 21, sin presencia de alteraciones superficiales o presencia de productos de corrosión apreciables a 1,5 aumentos en la lente óptica (Anexo 1). Por otro lado, en las probetas nitruradas a 3 y 6 horas si se percibió una superficie con corrosión generalizada como se puede apreciar en la figura 21, siendo ésta semejante a la superficie corroída de los aceros ordinarios al carbono; lo cual se sustenta con la pérdida de cromo en la vecindad de la heterogénea y fracturada capa de óxidos según los resultados del SEM-EDS mostrados en las figuras 19 y 20 [29]. Esto es respaldado por los valores de E_{corr} obtenidos para el acero sometido a NGAT, muy similares a los de un acero al carbono indicando una superficie activa, expuesta a corrosión general y no a corrosión localizada como lo estaba antes del tratamiento, ya que no existe en ningún momento la pasivación del material.

La detección de especies ricas en nitrógeno como nitruros o carbonitruros en la superficie del acero y en sus vecindades, no fue posible mediante el detector EDS acoplado al SEM, debido a la presencia de la capa de óxidos comentada anteriormente. Sin embargo, el logro obtenido mediante el proceso de NGAT del

acero AISI 420 se confirma con el enriquecimiento de nitrógeno en solución sólida, detectado en la medición realizada mediante SEM con el detector WDS, sobre el corte transversal de la probeta electropulida y nitrurada por 3 horas (Figuras15).

Figura 21. Estado y cambio superficial de las muestras de acero AISI 420 sin y con nitruración a 1,5X luego de las pruebas electroquímicas (de arriba hacia abajo, 1200, espejo y electropulido). a) Blanco, b) Nitrurada por 3h, c) Nitrurada por 6h.



Cuantitativamente, el nitrógeno encontrado fue de 0,1% p/p, es decir, 0,353% atómico (figura 15), a profundidades de 5 μm . Sung *et ál.* [29] en su investigación obtuvieron un porcentaje de nitrógeno de 0,3%p/p, luego del proceso de NGAT, a igual profundidad en otro acero inoxidable. El 0,1% hallado en la presente investigación no niega la presencia de un mayor porcentaje de nitrógeno, e incluso que no estuvieran presentes especies ricas en este elemento, si no que debido a la capa de óxido, posiblemente hayan sido ocultadas en las regiones más externas del

material, donde es de esperarse se encuentra la mayor concentración del elemento suministrado en un tratamiento superficial. La capa de óxido apreciable en la figura 22, evidentemente formada en la superficie del acero AISI 420 sometido a NGAT, tiene dos (2) posibles orígenes no mutuamente excluyentes:

- Durante la nitruración. La presencia de trazas de oxígeno dentro del horno durante el proceso de nitruración, conjugado con la alta temperatura del sistema y el tiempo de exposición del material a estas condiciones.
- Durante el temple. El contacto directo con el ambiente y el medio de enfriamiento estando el material a 1030°C, ya que en la etapa de temple fue necesario abrir el horno para retirar las piezas y sumergirlas en el aceite, por lo tanto, durante esta etapa en la cual las probetas se encontraron expuestas por un corto tiempo (aproximadamente 4 segundos) al oxígeno presente en el ambiente y el aceite posiblemente degradado ligeramente debido a la temperatura del acero, permitieron la formación de los óxidos superficiales que presentaron las probetas.

Figura 22. Sección transversal de una muestra de acero AISI 420 con NGAT donde se aprecia la capa de oxido formada y las zonas huecas y grietas presentes en dicha capa, vista a 10X.



Teniendo en cuenta estos 2 aspectos y la experiencia adquirida, se planteó como requisito necesario para obtener una superficie libre de óxidos, luego del proceso de NGAT, un sistema interconectado de horno y cámara de enfriamiento dotado de una bomba de vacío de mayor potencia de tal forma que todo el proceso se lleve a cabo en ausencia de oxígeno, el diseño propuesto para lograr esto se encuentra consignado en el capítulo 6 de esta investigación.

4.4 RESISTENCIA AL DESGASTE

Para evaluar la resistencia al desgaste del acero con y sin tratamiento, se empleó la máquina de desgaste, *Pin On Disc*, regida bajo la norma ASTM G99. Los parámetros de operación del ensayo tales como carga, velocidad lineal y distancia recorrida se determinaron teniendo en cuenta las condiciones reales de operación del instrumental quirúrgico, especialmente brocas quirúrgicas de 4mm de diámetro. El ensayo se realizó en presencia y ausencia (en seco) de un fluido fisiológico simulado (SBF Kokubo), cuya composición aparece en el anexo 6.

La carga empleada en el ensayo fue de 15 N y la velocidad lineal empleada se calculó teniendo en cuenta que las revoluciones por minuto recomendadas para evitar problemas clínicos, como la necrosis del hueso en operaciones quirúrgicas, se encuentra alrededor de 600 RPM [30], [31]. Con base en lo anterior y tomando como referencia brocas de 0,2 cm de radio, se determinó que la velocidad lineal equivale a 12,57 cm/s, calculada así:

$$V = \frac{600 \text{ giros}}{1 \text{ minuto}} \left(\frac{1 \text{ minuto}}{60 \text{ s}} \right) \left(\frac{2\pi(0.2 \text{ cm})}{1 \text{ giro}} \right) = 12,57 \text{ cm/s}$$

Para determinar la distancia recorrida por la probeta sobre el disco de la máquina ó en su defecto el tiempo de ensayo, se precisa como distancia de ensayo la recorrida por una broca quirúrgica de 0,2 cm de diámetro durante su vida útil promedio. La información del proceso de perforación de elementos óseos fue suministrada por la empresa Quirúrgicos Especializados S.A.

- Tiempo de perforación por agujero: aproximadamente 30 segundos
- Numero de perforaciones por cirugía: 5.
- Numero de cirugías máximas permitidas: 20

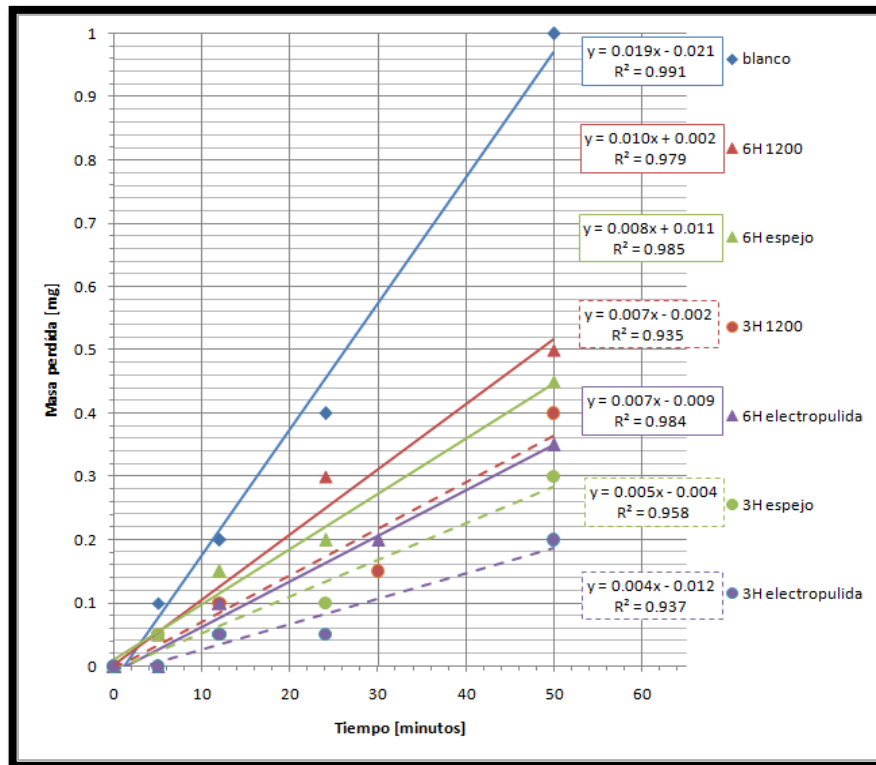
Luego la distancia recorrida (D) en la vida útil promedio de una broca quirúrgica de 4mm de diámetro corresponde a:

$$D = \frac{600 \text{giros}}{1 \text{ minuto}} \left(\frac{2\pi(0.002m)}{1 \text{ giro}} \right) \left(\frac{0.5 \text{ minutos}}{1 \text{ perforación}} \right) \left(\frac{5 \text{ perforaciones}}{1 \text{ cirugía}} \right) (20 \text{ cirugías})$$

$$D = 376.99 \text{ m}$$

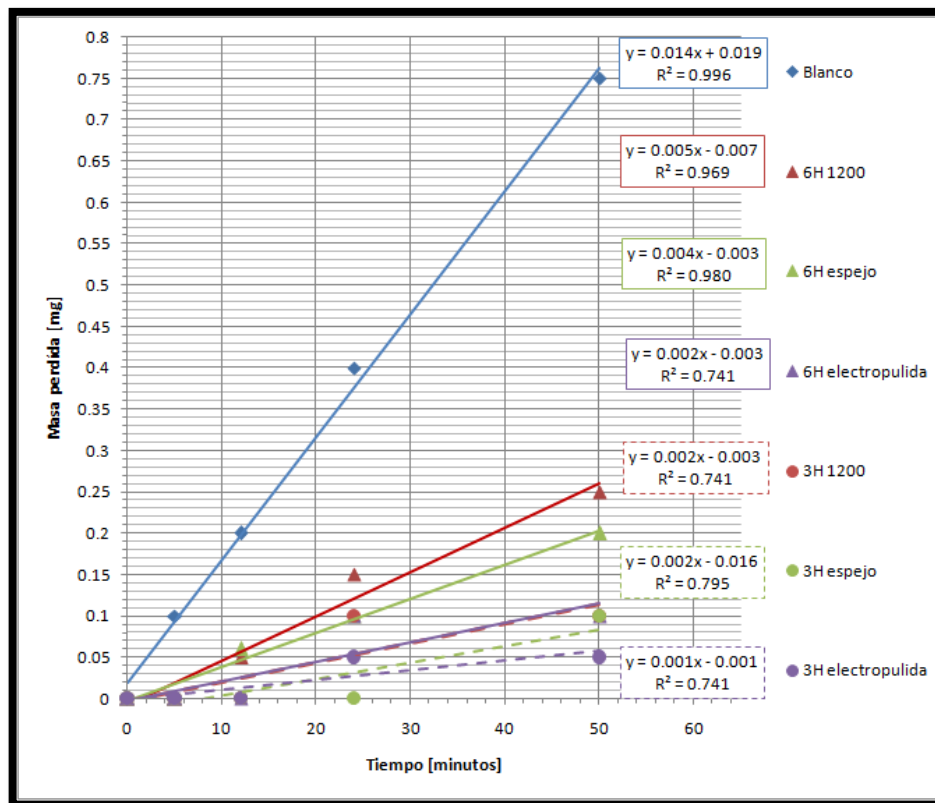
Para lograr recorrer esta distancia teniendo en cuenta que se debe mantener una velocidad lineal de 12,57cm/s fue necesario realizar el ensayo durante 50 minutos. Bajo estas condiciones de tiempo, se decidió monitorear la pérdida de masa de las probetas a los 5, 12, 24 y 50 minutos. Las curvas de desgaste obtenidas relacionan la pérdida de masa de cada una de las probetas en función del tiempo, en el caso de los blancos se tomó como referencia una sola curva, debido a que no hubo variaciones significativas entre las 3 rugosidades. Las curvas obtenidas se muestran a continuación:

Figura 23. Masa perdida por las probetas de acero AISI 420 con NGAT por 3 y 6 horas, en función del tiempo de desgaste en SBF con las respectivas ecuaciones lineales que simulan los datos.



Con base en las curvas de las figuras 23 y 24, se aprecia un aumento de la resistencia al desgaste del material luego del proceso de NGAT, siendo una constante tanto en los ensayos en seco como en presencia de SBF que las probetas nitruradas por 3 horas presentaron una mayor resistencia al desgaste, lo cual se asocia al endurecimiento y menor presencia de óxidos que se obtuvo en éstas. Sin embargo, tomando como referencia las condiciones superficiales estudiadas se obtuvo que en orden de mayor a menor resistencia al desgaste tanto a 3 como 6 horas de nitruración se tiene: superficie electropulida, condición espejo y superficie con lija 1200, lo cual se puede ver en los valores de velocidad de desgaste registrados en la tabla 11.

Figura 24. Masa perdida por las probetas con NGAT por 3 y 6 horas, en función del tiempo de desgaste en seco con las respectivas ecuaciones lineales que simulan los datos.

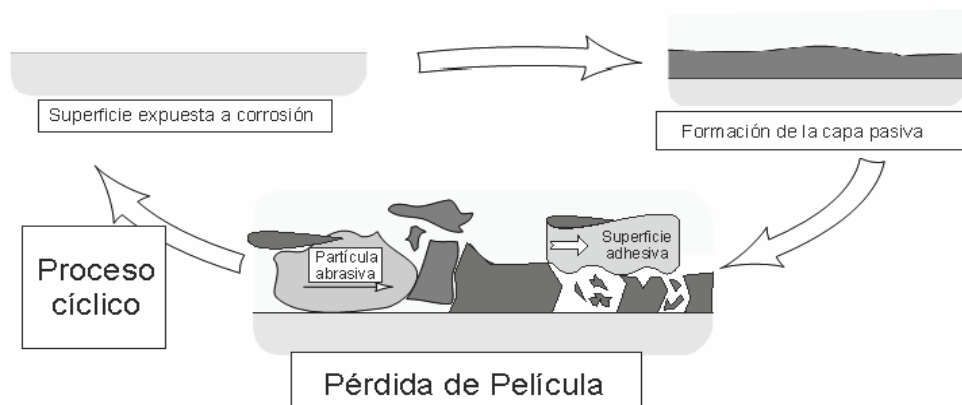


Partiendo de las ecuaciones obtenidas luego de realizar una regresión lineal a los datos graficados, es posible relacionar las pendientes de las rectas con una velocidad de desgaste aproximada, esto teniendo en cuenta que las unidades de dichas pendientes se encuentran expresadas en miligramos perdidos por minuto de ensayo transcurrido. Al relacionar esta información con los valores obtenidos, se determinó que el tipo de desgaste que afecta al acero AISI 420 en condiciones quirúrgicas es del tipo “corrosión desgaste”, ya que fue en el ensayo con SBF donde se presentaron las mayores tasas de desgaste (tabla 11). El proceso asociado al mecanismo de corrosión desgaste está representado en la figura 25.

Tabla 11. Velocidad de desgaste aproximada calculada del ensayo en la maquina Pin On Disc.

CONDICIÓN DEL ACERO AISI 420	Velocidad de desgaste aproximada [mg perdidos/minuto]	
	ENSAYO DE DESGASTE EN SBF	ENSAYO DE DESGASTE EN SECO
Sin nitrurar(blanco)	0,019	0,014
Lija 1200 y nitrurado por 6H	0,010	0.005
Espejo y nitrurado por 6H	0,008	0.004
Lija 1200 y nitrurado por 3H	0,007	0.002
Electropulido y nitrurado por 6H	0,007	0.002
Espejo y nitrurado por 3H	0,005	0.002
Electropulido y nitrurado por 3H	0,004	0.001

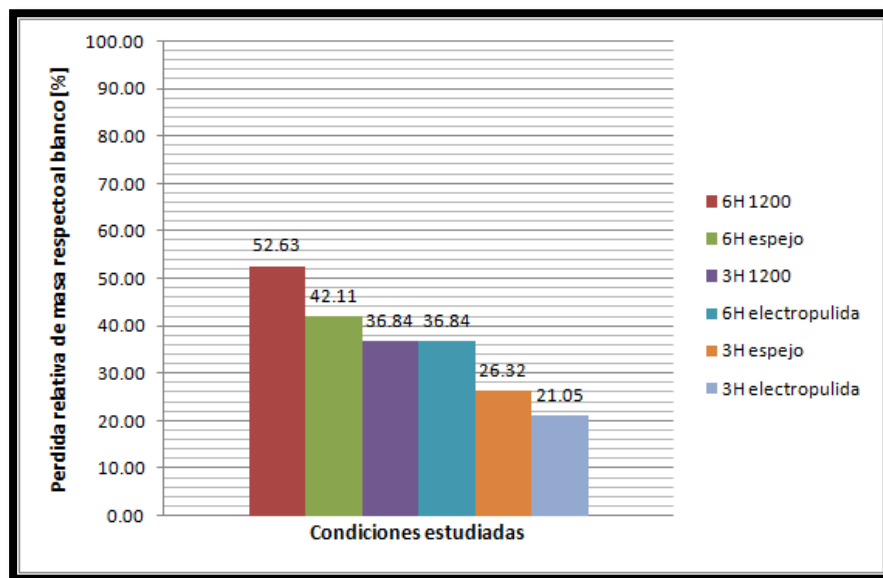
Figura 25. Proceso del mecanismo de corrosión-desgaste, adaptado de Engineering Tribology [16].



Tomando los resultados obtenidos en la prueba de desgaste en presencia de SBF y partiendo de la probeta blanco como referencia, se calculó la pérdida relativa de

material en las diferentes probetas a partir de las velocidades de desgaste aproximadas, como aparece en la figura 26.

Figura 26. Pérdida relativa de material en las muestras con NGAT de acero AISI 420 respecto al desgaste de la probeta sin proceso de NGAT.



En la figura 26 se aprecia que la menor pérdida relativa de masa que se obtuvo fue en las probetas espejo y electropulida por tres horas, siendo los valores asociados a estas de 26,32% y 21,05% respectivamente. Por esto, la superficie electropulida y nitrurada por tres horas representa la condición superficial de mejores resultados en cuanto a resistencia al desgaste se refiere. Dichos valores de pérdida relativa de material son bastante similares a los obtenidos en una investigación anterior sobre nitruración iónica del acero AISI 410 [19], en la cual se registran valores de pérdida relativa de masa entre 18% y 26% para condiciones microestructurales semejantes a las manejadas en este trabajo. Lo anterior permite considerar la nitruración gaseosa en alta temperatura como un procedimiento viable técnicamente para aumentar la resistencia al desgaste de los aceros martensíticos, en este caso particular del AISI 420. A manera general y destacando que la condición electropulida (dentro de los subgrupos de NGAT por 3 y 6 horas) presentó los mejores resultados de resistencia

al desgaste es posible afirmar que el tratamiento termoquímico de NGAT desarrollado y conjugado con un temple y revenido, ofreció al material una mejor resistencia al desgaste en todas las condiciones estudiadas (tiempo de nitruración y condición superficial) de acuerdo con las menores tasas de pérdida relativa de material. Por tal motivo, se espera para el acero AISI 420 con NGAT, una menor pérdida en la capacidad de corte de las herramientas en las que se emplee este tratamiento.

4.5 MICRODUREZA

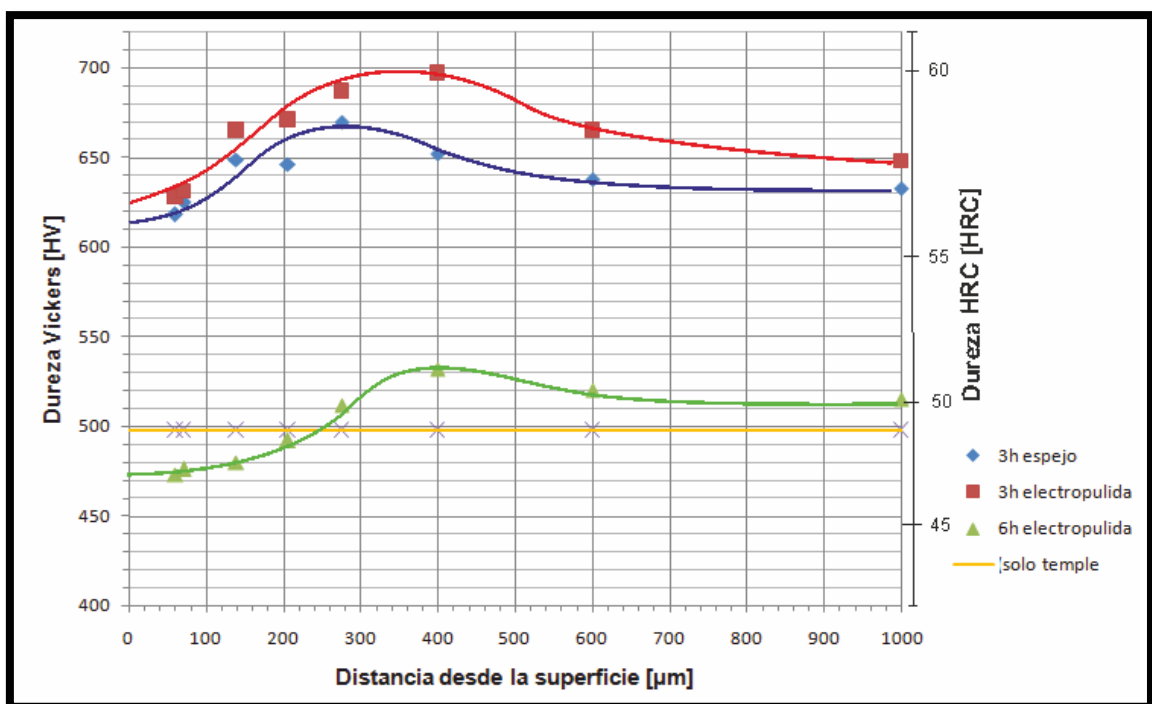
Teniendo en cuenta las tres probetas de acero AISI 420 que presentaron menores tasas de pérdida relativa de masa de acuerdo con el ensayo de desgaste, se realizó el perfil de microdureza a cada una de ellas (figura 27) y se compararon con la dureza obtenida en una probeta templada en aceite desde 1030°C y revenida por una hora a 204°C.

Relacionando los resultados obtenidos en el ensayo de microdureza con los obtenidos en la prueba de desgaste, es posible afirmar que la mejora presentada en la resistencia al desgaste del acero AISI 420 con NGAT se asocia principalmente al endurecimiento del material debido a la NGAT a pesar del empobrecimiento en la resistencia a la corrosión obtenido, teniendo en cuenta que la capa de óxido formada sobre las probetas nitruradas brindó a todas, sin importar las especificaciones del tratamiento termoquímico implementado sobre ellas, el mismo comportamiento electroquímico y por lo tanto relacionar la resistencia a la corrosión con la resistencia al desgaste no fue posible en esta investigación. Desde este punto de vista, son interesantes los resultados que pudieran obtenerse al desarrollar el proceso de NGAT bajo condiciones que no permitan la formación de la capa de óxido en la superficie del material, dónde se esperaría un comportamiento tribológico

considerablemente mejor que el obtenido bajo las condiciones trabajadas, por lo cual se diseñó el sistema de nitruración presente en las recomendaciones de esta investigación.

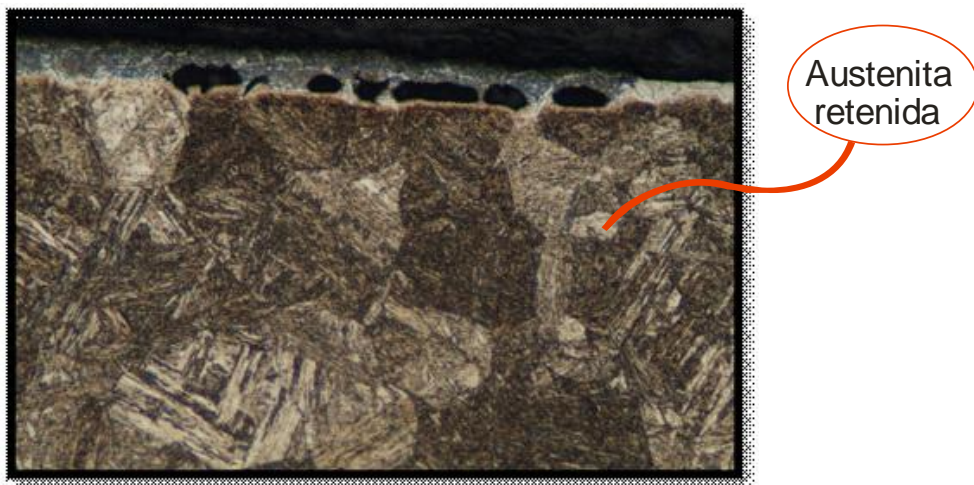
El comportamiento ascendente al inicio de los perfiles de microdureza permite establecer indirectamente la presencia de pequeñas cantidades de austenita retenida en la zona próxima a la superficie debido al proceso de NGAT como se puede apreciar en la figura 28. Esto se ve representado como la disminución de los valores de dureza en la superficie del material a causa de la estabilización de la austenita por el enriquecimiento en nitrógeno (elemento gamágeno) según Sung et ál. en su investigación [29].

Figura 27. Perfiles de Microdureza de las tres probetas de AISI 420 que presentaron menores tasas de pérdida relativa de masa.



Al comparar los valores de microdureza obtenidos en esta investigación con los obtenidos por Tuckart et ál. [37] en la nitruración iónica del acero AISI 420, se tiene que la dureza lograda por estos autores se encuentra alrededor de los 650 HV a una distancia de 50 μm desde la superficie. Sin embargo, sus resultados también permiten resaltar la importancia de obtener una superficie libre de óxidos al lograr durezas superficiales mayores, alrededor de 1000 HV.

Figura 28. Micrografía óptica a 10X de la sección transversal de la probeta de acero AISI 420 electropulida con NGAT por tres horas y atacada con kalling's N°1, que muestra austenita retenida en la superficie.



5. CONCLUSIONES

- ✓ Combinar un adecuado sistema de purga, una presión de 0.2 MPa con nitrógeno de alta pureza (grado 5.0) a una temperatura de 1030°C (temperatura de austenización) por tres horas, seguido de un temple en aceite precalentado y un revenido a 204°C durante una hora, representa condiciones satisfactorias para enriquecer superficialmente con nitrógeno el acero AISI 420 y obtener una matriz martensítica liberada de tensiones.

- ✓ La resistencia a la corrosión del acero AISI 420 luego del proceso de NGAT disminuyó en todas las condiciones superficiales trabajadas, como consecuencia del empobrecimiento en cromo de la zona inmediatamente adyacente a la capa nitrurada por la formación de una capa de óxido de cromo inhomogénea sobre la superficie.

- ✓ El acero AISI 420 endurecido superficialmente mediante NGAT, según las menores tasas de pérdida relativa de material obtenidas, presentó una mejor resistencia al desgaste en todas las condiciones estudiadas respecto al material no tratado, sobresaliendo la probeta electropulida y nitrurada por tres horas como la de mejor desempeño tribológico.

- ✓ La realización de pruebas de desgaste en seco y con fluido corporal simulado, permitió determinar que la capacidad de corte del acero AISI 420 empleado para fabricar instrumental quirúrgico, es deteriorada según los valores obtenidos de pérdida relativa de masa, por el mecanismo corrosión desgaste, el cual involucra los fenómenos desgaste adhesivo, abrasivo y por supuesto corrosivo.

✓ De acuerdo con el mejoramiento de la resistencia al desgaste evidenciado en el acero AISI 420 endurecido superficialmente con NGAT, y empleando un horno como el recomendado en esta investigación para suprimir la formación de la capa de óxido de cromo, se prevé en el instrumental quirúrgico fabricado con este material, una menor pérdida de la capacidad de corte y por ende la minimización de los problemas técnicos y clínicos asociados.

6. RECOMENDACIONES

- ✓ Para determinar la rugosidad de un material, es importante tener en cuenta la sensibilidad de los equipos empleados. Para minimizar este problema, es conveniente emplear la combinación de diferentes equipos, ya que dependiendo del valor de rugosidad que se maneje, puede ser determinado adecuadamente con equipos de poca o alta sensibilidad. Los equipos cuantificadores de rugosidad que pueden combinarse son el microscopio confocal, el microscopio de fuerza atómica y estaciones de rugosidad.

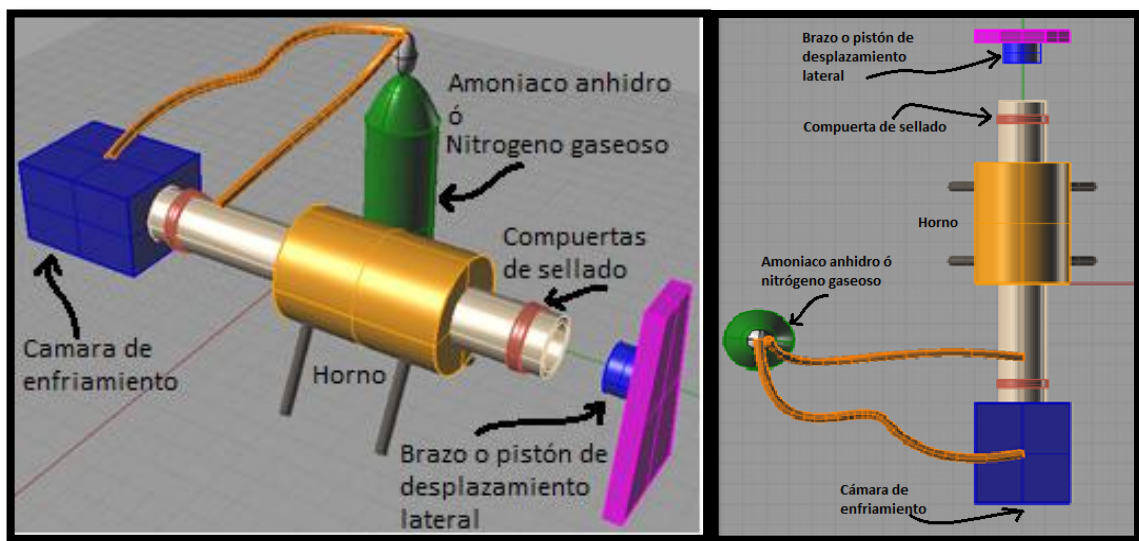
- ✓ Para próximas investigaciones que se encuentren relacionadas con el acabado superficial del acero AISI 420 mediante electropulido, se recomienda estudiar con más detalle las condiciones de potencial, corriente, tiempo, diseño de la celda y temperatura del electrolito, ya que de esto depende lograr resultados satisfactorios siempre y cuando se utilice la solución adecuada.

- ✓ Teniendo en cuenta el desarrollo de nuevas técnicas y su empleo en la promoción de investigaciones, sería interesante que futuros trabajos de grado empleen como acabado superficial el obtenido mediante la innovadora técnica de **magneto-electropulido (ECP)** [36], [37]; con el objetivo de comparar las ventajas sobre la resistencia a la corrosión que ofrece el electropulido convencional con las posiblemente obtenidas mediante dicho proceso.

- ✓ Para lograr una superficie con menor presencia de óxidos luego del proceso de nitruración en alta temperatura y el consecuente temple del acero, es necesario rediseñar el horno de nitruración, u obtener un equipo que conjugue en un mismo

espacio estos 2 procesos de modo que ambos se desarrollen en vacío e interconectadamente para minimizar cualquier posible contacto con oxígeno. Para esto, se diseñó de la figura 29.

Figura 29. Vista en perspectiva (izquierda) y superior (derecha) del horno de nitruración sugerido



Este diseño permite que luego del proceso de nitruración y de abrir las compuertas de sellado, respectivamente, mover las piezas de la zona de alta temperatura (amarilla) a la cámara de enfriamiento (azul), mediante el accionar del brazo o pistón(en azul, situado herméticamente en un extremo del tubo) a través del tubo interior del horno. Al estar las probetas en el interior de la cámara de enfriamiento, se encontrarán bajo un flujo constante de gas a presión que proporcionará su rápido enfriamiento. De esta forma, se evita la contaminación de la superficie con un medio de temple como el aceite, el cual aunque es sintético contiene especies que se deben evitar ó sufre degradación térmica por el contacto con el acero caliente, las cuales (cloro) fueron detectadas mediante el análisis elemental de la capa nitrurada con *SEM-WDS*.

REFERENCIAS

- [1] APRAIZ, J. Tratamientos térmicos de los aceros. Editorial Dossat. Madrid, 1968. 642 p.
- [2] AKHTAR, S; YILBAS, B; SHEIKH. Influence of Surface Preparation on the Kinetics of Controlled Gas-Nitrided AISI H13 Steels Used in Extrusion Dies. Universidad de petróleo y minerales. Arabia Saudita, 2008.
- [3] AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Materials Selection and Desing. 9ªEdición. ASM. Metal Handbook Vol 20.
- [4] AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metallography and Microestructures. 9ª Edición. ASM. Metal Handbook Vol 9.
- [5] AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys. 9ª Edición . ASM. Metal Handbook Vol 1
- [6] AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Surface Engineering. 9ª Edición. ASM. Metal Handbook Vol 5.
- [7] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. ASTM, 2007. ASTM E3-07
- [8] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Hardness Conversion Tables for Metals Relationship Among Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Superficial Hardness, Knoop Hardness, and Scleroscope Hardness. ASTM, 2007. ASTM E140-07
- [9] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Practice for Cleaning, Descaling, and Passivation of Stainless Steel Parts, Equipment, and Systems. ASTM, 2006. ASTM A380-06
- [10] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Practice for Microetching Metals and Alloys. ASTM, 2007 ASTM E407-07
- [11] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Specification for Chemical Passivation Treatments for Stainless Steel Parts. ASTM, 2010. ASTM A967-05e2.
- [12] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Specification for Wrought Stainless Steels for Surgical Instruments. ASTM, 2009 ASTM F899-09

- [13] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Terminology Relating to Wear and Erosion. ASTM, 2010. ASTM G40-10b
- [14] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials. ASTM, 2008. ASTM E18-08b
- [15] ASAMI, K. HASHIMOTO, K. An X-ray photo-electron spectroscopic study of surface treatments of stainless steels, Corrosion Science, Volume 19, Issue 7, 1979, p 1007-1017.
- [16] BATCHELOR, Andrew; STACHOWIAK, Stachowiak. ENGINEERING TRIBOLOGY. Segundaedición. 744 p. Año 2000.
- [17] BERNS, H. Advantages in solution nitriding of stainless steels. Metal Science and Heat Treatment. 2007
- [18] BOHNER, Marc; LEMAITRE, Jacques. Can bioactivity be tested in vitro with SBF solution?. Biomaterials, volume 30, Issue 12, April 2009, p 2175-2179
- [19] BRUHL, S; CHARADIA, R; MINGOLO, N; CIMETTA, J; GUITAR, M; SUÁREZ, S; DUARTE, M; Nitruración de un acero inoxidable AISI 410 partiendo de diferentes tratamientos térmicos. Congresoconamet/sam, 2004.
- [20] CETIN, A; TEK, Z; Öztarhan, A; ARTUNC, N. A comparative study of single and duplex treatment of martensitic AISI 420 stainless steel using plasma nitriding and plasma nitriding-plus-nitrogen ion implantation techniques. Turquía, 2007.
- [21] CÓRDOVA, V. Proceso de nitruración gaseosa en los aceros SAE 4340, SAE 4140, SAE 1045. Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Lima, Perú, 2003.
- [22] CORENGIA, P; EGIDI, D; QUINTEIRO, M; YBARRA, G; MOINA, C; CABO, A. Nitruración iónica de aceros inoxidables martensíticos. Centro de Investigación y Desarrollo en Mecánica (CEMEC), Centro de Investigación y Desarrollo en Electrodeposición y Procesos Superficiales (CIEPS), Ionar S. A, 2002.
- [23] DÍAZ, A; VEGA, E. Nitruración gaseosa de la aleación TiNbZr TIADYNE® para su uso en aplicaciones biomédicas. Universidad Industrial de Santander, 2009.
- [24] HENSEL, Kenneth. SURFACE TREATMENTS, Electropolishing. Electro polish systems Inc, Milwaukee.
- [25] HINOJOSA, Moises; REYES MELO, Martin. La rugosidad de las superficies: Topometría. Ingenierías. Volumen IV, 2001.

- [26] HRYNIEWICZ, T; ROKOSZ, K; ROKICK, K. Magneto-electropolishing process improves characteristics of finished metal surfaces: Intensity of externally applied magnetic field, plus oxygen control, manipulates rate of dissolution in electropolishing. *Metal Finishing*, volumen 104, Issue 12, December 2006, p 26-31, 33.
- [27] HRYNIEWICZ, T; ROKOSZ, K; ROKICK, K. Surface characterization of AISI 316L biomaterials obtained by electropolishing in a magnetic field. *Surface & Coatings Technology* 202 (2008) 1668 – 1673.
- [28] IRVING, Charles. Electropolishing stainless steel implants. *Surface technology*, Inc. Memphis.
- [29] LEE, H; KONG, J; LEE, D; ON, H; SUNG, J. A study on high temperature gas nitriding and tempering heat treatment in 17Cr–1Ni–0.5C. *Materials and Design*. 2008
- [30] NUÑEZ, Carlos. Influencia de las diferentes variables de perforación del hueso sobre la velocidad de reparación ósea. Universidad de Buenos Aires, Argentina.
- [31] PARK, Hyo-Sang. *Orthodontic Miniscrew Implants: Clinical Applications*. 1a edición Mosby ELSEVIER, año 2009, 276 p.
- [32] PENG, D; KIM, T; CHUNG, J; PARK, J. Development of nitride-layer of AISI 304 austenitic stainless steel during high-temperature ammonia gas-nitriding. *Applied Surface Science*. 2010
- [33] SANTOS, F; GARZÓN, C; TSCHIPTSCHIN, A. Improvement of the cavitation erosion resistance of an AISI 304L austenitic stainless steel by high temperature gas nitriding. *Materials Science and Engineering*. 2004
- [34] SUNG, J. Phase changes of the AISI 430 ferritic stainless steels after high temperature gas nitriding and tempering heat treatment. *Materials Science and Engineering*. 2008
- [35] TED, Moneey. Heard on the Hotline. *Metal finishing*. Febrero de 1997.
- [36] TORO, Alejandro; MISIOLEK, Wojciech; TSCHIPTSCHIN, Andre ´ Paulo. Correlations between microstructure and surface properties in a high nitrogen martensitic stainless steel. 2003.
- [37] TUCKART, W; INSAUSTI, J; LAMAS, D; MAS, G; BENGOCHEA, L; LURMAN, L; LORDA, E. Caracterización de capa nitrurada en aceros AISI 420 y SAE 1040 con distintos tratamientos térmicos. Congreso CONAMET/SAM 2004.

ANEXOS

Anexo 1. Lente óptica, OPTIKA SZMA1 ubicada en el laboratorio del Grupo de Investigaciones en Corrosión.



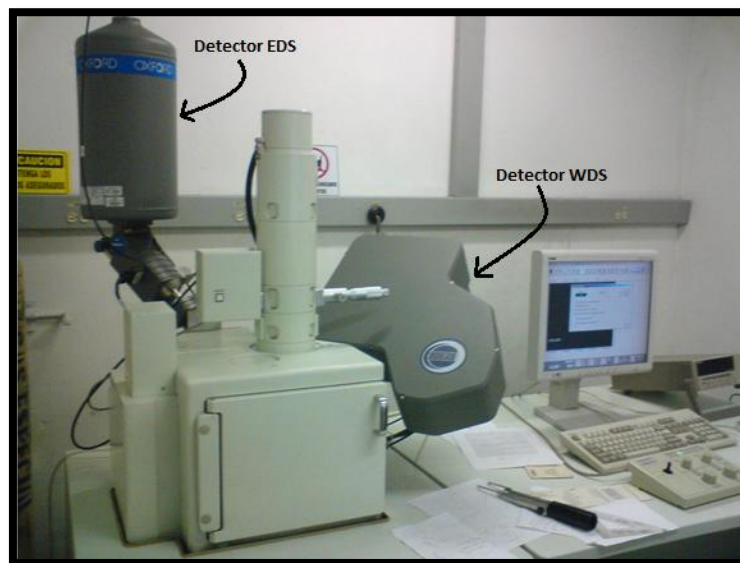
Anexo 2. Microscopio confocal perteneciente al grupo de óptica y tratamiento de señales.



Anexo 3. Microscopio óptico OLIMPUS BX41 instalado en el Grupo de Investigaciones en Corrosión.



Anexo 4. Microscopio electrónico de barrido, JEOL JSM-5910 LV, con detectores tipo EDS (Energy-dispersive X-rayspectroscopy) Y WDS (Wavelength-Dispersive X-RaySpectroscopy) perteneciente al laboratorio de microscopia avanzada de la Universidad nacional de Colombia, sede Medellín.



Anexo 5. Irradiador de oro para metalizar muestras para SEM, perteneciente al laboratorio de microscopia avanzada de la Universidad nacional de Colombia, sede Medellín.



Anexo 6. Composición del fluido fisiológico simulado empleado en la prueba de desgaste, denominado c-SBF2 (Kokubo)[18].

COMPUESTO (Nombre)	COMPUESTO (Formula química)	CONCENTRACIÓN EN EL SBF
Cloruro de Sodio	NaCl	7.996 gpl
Bicarbonato de sodio	NaHCO ₃	0.350 gpl
Cloruro de potasio	KCl	0.224 gpl
Fosfato de potasio dibásico	K ₂ HPO ₄ ·3H ₂ O	0.228 gpl
Cloruro de magnesio hexahidratado	MgCl ₂ ·6H ₂ O	0.305 gpl
Cloruro de calcio	CaCl ₂	0.278 gpl
Sulfato de sodio	Na ₂ SO ₄	0.071 gpl
Tris-(Hidroximetil)- aminometano	(CH ₂ OH) ₃ CNH ₂ ,	6.057 gpl
Acido clorhídrico	HCl	1 M

Anexo 7. Microcortadora BUEHLER ISOMETT 1000 adscrita al grupo de Investigaciones en Corrosión de la Universidad Industrial de Santander.



Anexo 8. Horno tubular de resistencia eléctrica empleado para la nitruración y el revenido, adscrito al grupo de Investigaciones en Corrosión de la Universidad Industrial de Santander

