

Boración del acero inoxidable AISI 316

David Coureaux-Mustelier
Roberto Sagaró-Zamora
Jorge Calzadilla-Rosabal
Carlos M. Tabernero-Maceira

Resumen

En este trabajo se presentan los resultados obtenidos en la caracterización de capas boradas en el acero inoxidable AISI 316. Para ello se realizó un borado superficial mediante el método de boración por polvos sólidos. La caracterización microestructural consistió en la observación de la capa borada y medición de espesores para lo cual se emplearon técnicas de microscopía óptica y de barrido, EDX y XRD, así como la determinación de la microdureza superficial con arreglo a los parámetros operacionales del proceso. Los resultados permitieron evaluar la influencia de las variables tecnológicas en la microestructura de la zona tratada, así como en sus propiedades superficiales en términos de microdureza. El análisis de los resultados de los ensayos muestra una mejora de las propiedades mecánicas del material modificado superficialmente.

Palabras clave

AISI 316; borado superficial; capas boradas; desgaste adhesivo.

Boronizing of stainless steel AISI 316

Abstract

This paper deals with the characterization of boride layers formed on the 316 stainless steel AISI type. A superficial treatment was applied through the method of boronizing with solid powder. The characterization of the microstructure was achieved by observing the boride layer and measuring thicknesses using optical microscopy, scanning, EDX and XRD techniques and calculating the superficial micro-hardness based on process parameters. With the results it was possible to evaluate the influence of technological variables on the microstructure of the treated area as well as on the superficial properties in terms of micro-hardness. The analysis of the test results indicates an improvement in the mechanical properties of the superficially modified material.

Keywords

AISI 316; boronizing; boride layer; adhesive wear.

1. INTRODUCCIÓN

El acero inoxidable AISI 316 pertenece a la familia de los aceros inoxidables austeníticos, tiene un bajo contenido de carbono para evitar la corrosión intercrystalina y posee un alto contenido de níquel y cromo que favorecen la formación de la estructura austenítica y la resistencia a la corrosión en diferentes medios agresivos, siendo, en este último aspecto, uno de los más importantes de su tipo.

Por lo general es un acero que no se somete a tratamiento térmico y solo se practica en aquellos casos en que se desea disminuir la formación de carburos de cromo, causantes de una disminución de la resistencia a la corrosión. Sigue siendo una alternativa económica en aplicaciones médicas y en las industrias minera y alimenticia. Sin embargo, en numerosas investigaciones se ha reportado su baja resistencia al desgaste, y en particular, al desgaste adhesivo. Por estas razones es necesario aumentar, mediante tratamientos termoquímicos, su dureza superficial y su resistencia al desgaste con el objetivo de incrementar su durabilidad.

El borado es un tratamiento termoquímico en el cual los átomos de boro penetran a través de la difusión en el material tratado. De esta manera en el acero se forma una capa superficial con alta concentración de boro. El acero borado presenta en sus capas superficiales mayor microdureza, lo que ayuda a disminuir el desgaste de tipo abrasivo y adhesivo (Bindal 1999). La ventaja de este tratamiento es que el boro es un átomo muy pequeño comparado con otros, por lo que se difunde con mayor facilidad. En la capa borada se forman compuestos tales como FeB y Fe_2B , cuya formación depende de la composición de las mezclas empleadas y de la temperatura.

Es conocido que las mejores propiedades de los aceros borados se obtienen con la formación del compuesto Fe_2B , el cual se forma como único compuesto de boro cuando se emplea la boración líquida con el empleo de bórax como elemento donante del ión boro. Además, es conocido su bajo precio en el mercado internacional y su fácil adquisición por ser un compuesto empleado frecuentemente en la industria química y de manufactura. El objetivo de esta investigación fue estudiar los aspectos tecnológicos de la boración para elevar las propiedades superficiales del acero AISI 316.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

La Tabla 1 refleja la composición química del material empleado en los ensayos.

Tabla 1. Composición química del acero AISI 316 empleado

Acero	Elementos (%)							
	C	Si	Mn	Cr	Ni	P	S	Nb
AISI 316	0,04	0,43	1,37	17,21	10,43	0,04	0,01	0,02

La Figura 1 representa la estructura metalográfica de partida del mencionado material y en la misma se observa una estructura austenítica monofásica, característica de este tipo de aceros inoxidable. Su dureza es de aproximadamente 200 HV ($HV_{0,1}$).



Figura.1. Micrografía del acero AISI 316. Reactivo ácido oxálico al 10 %.

2.2. Proceso de borado

Para el tratamiento termoquímico de borado se emplearon probetas prismáticas de acero AISI 316, de sección rectangular y dimensiones de 10 mm x 10 mm x 10mm, las cuales fueron previamente desbastadas y pulidas siguiendo el protocolo propuesto por Sailer *et al.* (2001) hasta un acabado de 3 μm .

El tratamiento fue realizado mediante el método de borado en paquete de polvos sólidos incorporados a un crisol de hierro fundido gris. Se concibió un diseño experimental de tipo factorial 2^k , donde N es el número de niveles y k es el número de factores o variables a controlar; en este caso la temperatura en el horno y el tiempo de

permanencia y réplicas centrales. En calidad de variable dependiente se seleccionó el espesor de la capa borada.

Los resultados experimentales fueron procesados con el paquete profesional STATGRAPHICS CENTURION XV.II. El proceso de borado se llevó a cabo en un horno de muflas a temperaturas sostenidas de 850, 900 y 1 000 °C durante 4, 5 y 7 horas. Una vez boradas, las muestras se sacaron del baño líquido y se enfriaron dentro del horno para evitar el posible agrietamiento de la capa superficial (Sen 2005).

La limpieza de las piezas consistió en la disolución de los restos de mezcla boronizante por disolución en agua hirviendo durante 15 minutos. Esta temperatura no afecta ni la estructura del carburo cementado ni la capa superficial borada.

2.3. Caracterización microestructural y mecánica de la superficie borada

La evaluación microestructural y medición de la superficie borada, así como la naturaleza y tipo de los boruros formados, se llevó a cabo a través de las técnicas de microscopía óptica, electrónica de barrido (SEM), espectroscopia de energía dispersiva (EDX) y difracción de rayos X (XRD).

La determinación del perfil de microdureza de la superficie borada se determinó en un microdurómetro SHIMADZU M. La escala utilizada fue la HV_{0.2} con 10 s de aplicación de carga. En todas las muestras la microdureza se calculó como la media de los valores obtenidos en diez indentaciones, y en cada una de estas, a partir de la media del valor de las dos diagonales de la huella.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Caracterización microestructural y mecánica de la superficie borada

El análisis de la microestructura permitió observar en la zona superficial un cambio microestructural que revela una zona borada seguida del sustrato original, según se muestra en las Figuras 2 y 3.

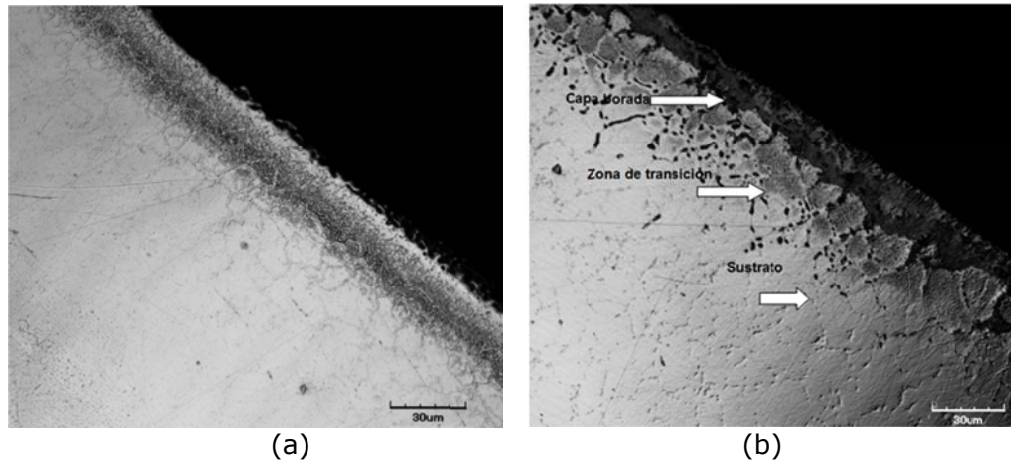


Figura 2. (a) Microscopía óptica del borado del acero AISI 316 ($T= 850\text{ }^{\circ}\text{C}$, 4 horas). (b) Microscopía óptica del borado del acero AISI 316, 1000X, con las zonas claramente definidas, capa borada, zona de transición y matriz metálica.

Como se puede observar en las imágenes, la capa borada aparece como una zona brillante conteniendo boruros de diferente naturaleza.

Aparecen tres zonas bien definidas: la capa propiamente borada, una capa de transición y finalmente la matriz austenítica del material base. Los espesores de las capas varían en dependencia de los parámetros operacionales, o sea, temperatura y tiempo de permanencia.

La superficie del AISI 316 se nos revela como un capa compacta con una morfología bien definida, de textura fina y uniforme, en buena medida, por la presencia del níquel, y cuyo espesor oscila entre los 30-80 μm de espesor (considerando la zona de transición) en dependencia de las condiciones en que ocurre en el proceso, aspecto al que se hará referencia con posterioridad.

La capa borada propiamente dicha contiene los boruros formados, Fe_2B , CrB y Ni_3B , fundamentalmente. Esta zona posee gran dureza. Por debajo de esta aparece la denominada zona de transición, de menor dureza que la capa borada pero mayor que la zona donde el boro no afecta el sustrato. En esta zona de transición el boro forma soluciones sólidas con los elementos aleantes de mayor afinidad.

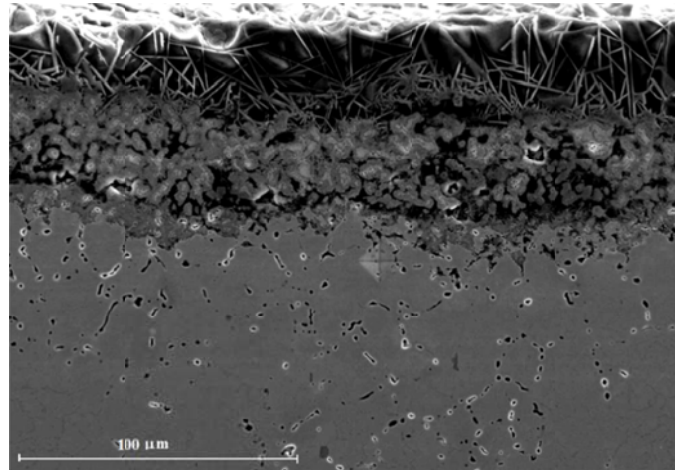


Figura 3. Microscopía SEM del borado del acero AISI 316, 400X (T= 1000°C, 7 horas).

Las Figuras 4 y 5 muestran los resultados de los ensayos de EDX. De estas figuras se puede inferir, en gran medida, la presencia de elementos como el *Cr*, *Fe* y *Ni* en cantidades significativas.

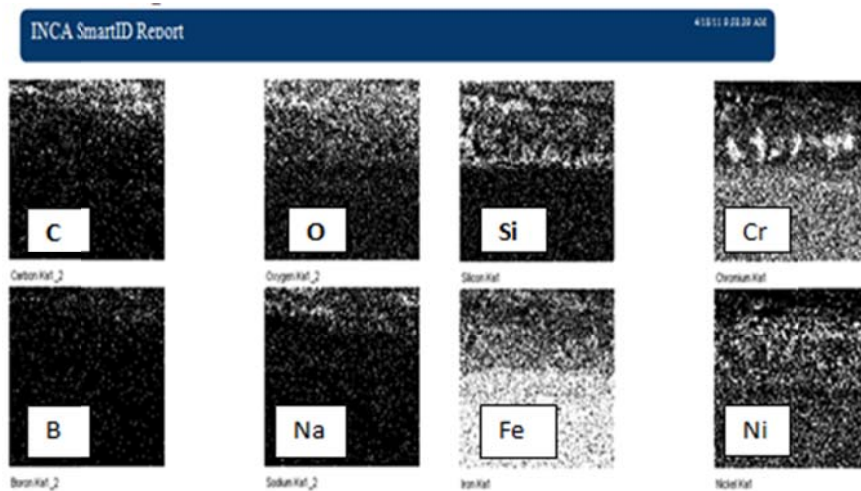


Figura 4. Distribución de los elementos aleantes en las muestras boradas.

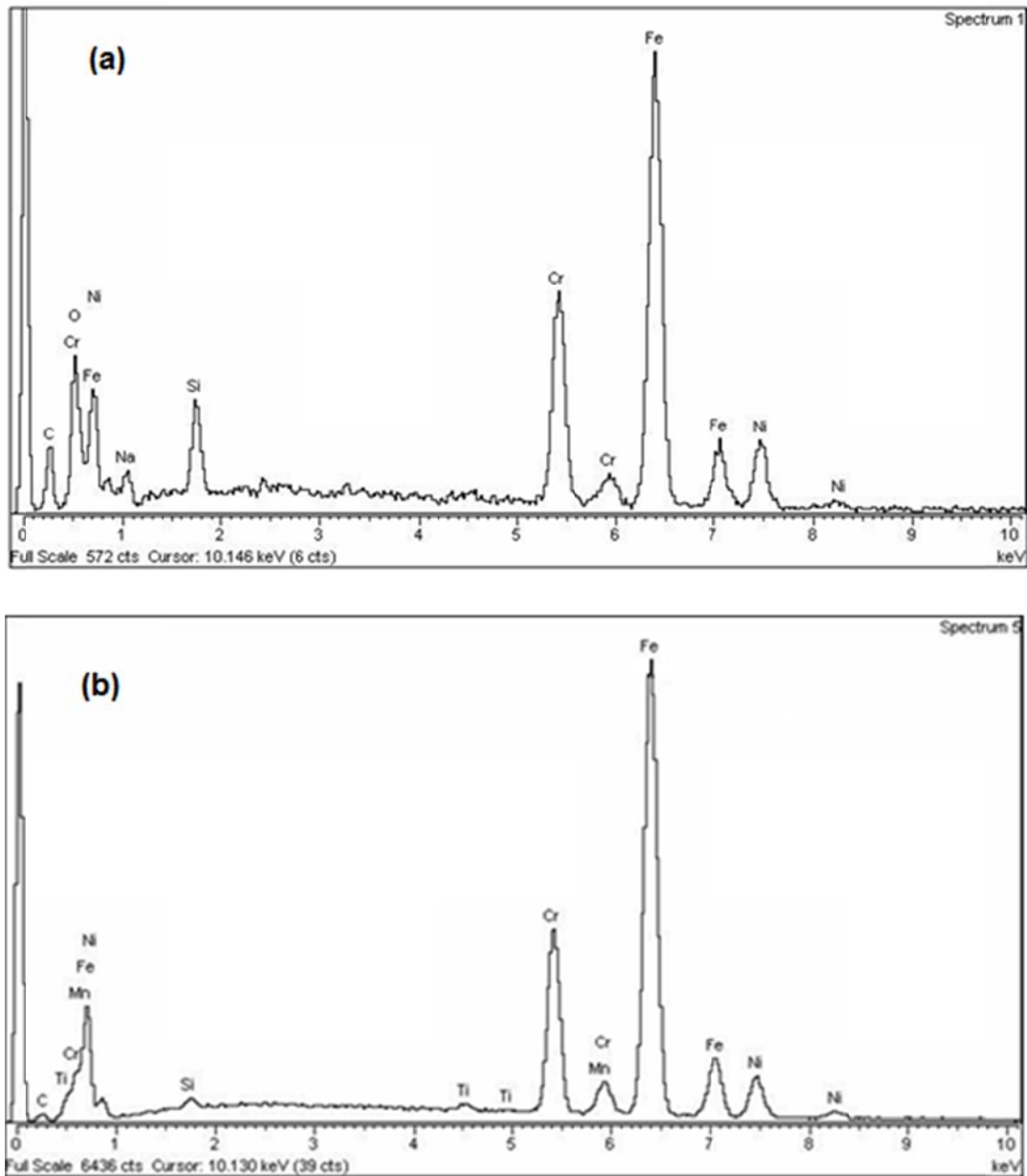


Figura 5. (a) Espectro de energía dispersiva (EDX) que muestra la distribución de los elementos aleantes y su intensidad en la superficie. (b) Sustrato.

El EDX corrobora la distribución del Ni y el Cr como aleantes en la superficie y el interior, más significativa la de este último. El carbono no se disuelve en la capa borada y tampoco se difunde en ella. Durante el proceso se transmite, desde la capa borada hacia la matriz,

formando con el boro y el hierro borocementita $Fe_3(B_{0.67}C_{0.33})$ entre la capa borada y la matriz.

La Figura 5 también indica la presencia de oxígeno, lo que sugiere la formación de algunos óxidos y que puede estar relacionado, según Vipin & Sundararajan (2002), con el oxígeno presente en el crisol, que debido a un insuficiente espesor del paquete de borado es capaz de penetrar en el paquete, reaccionar con el sustrato y formar Fe_2O_3 . Según estos autores es menester el empleo de paquetes que superen los 10 mm de espesor. Se observa que la presencia del silicio, aportado por el activador, al ser insoluble en los boruros de hierro se presenta en concentraciones importantes desde la capa de los boruros hacia el interior de la zona transitoria.

Finalmente, la Figura 6 muestra el patrón de difracción de rayos X e identifica los boruros formados en las capas superficiales.

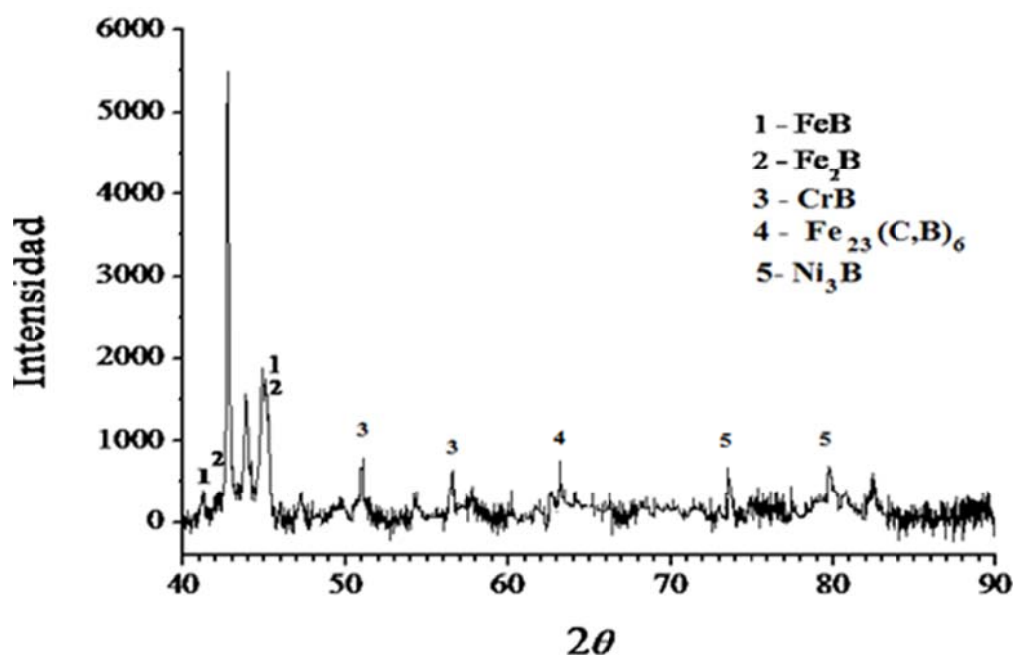


Figura 6. Patrón de difracción de rayos x (XRD) para las muestras boradas.

La influencia de las variables temperatura de borado y tiempo de permanencia en el horno, así como su interacción, pueden ser analizadas según la ecuación de regresión ajustada (ecuación 1).

$$E_c = -61.187 + 0.0362963 * T * t + 0.0881481 * T - 28.0741 * t \dots (1)$$

Donde:

E_c - Espesor capa modificada (μm).

T - Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)

t - Tiempo de permanencia en el horno (horas)

La Figura 7 muestra, según el diagrama de Pareto, una influencia muy significativa de las dos variables analizadas y en menor grado su interacción. A partir de la ecuación ajustada se puede obtener la superficie de respuesta que se muestra en la Figura 8.

Gráfico de Pareto estandarizado para Espesor capa

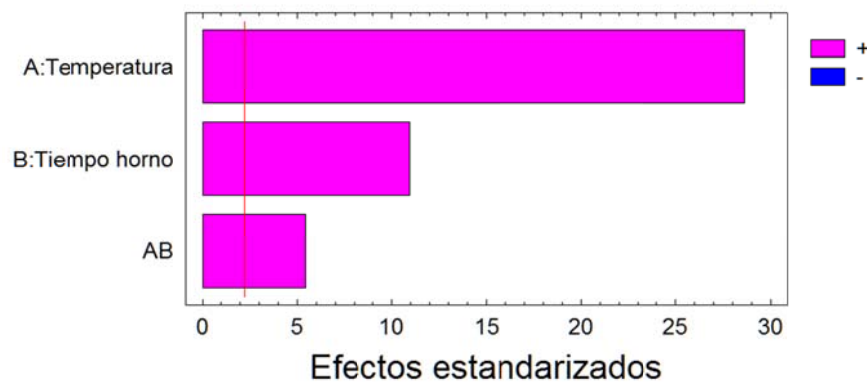


Figura 7. Diagrama de Pareto de efectos de las variables.

Superficie de Respuesta estimada

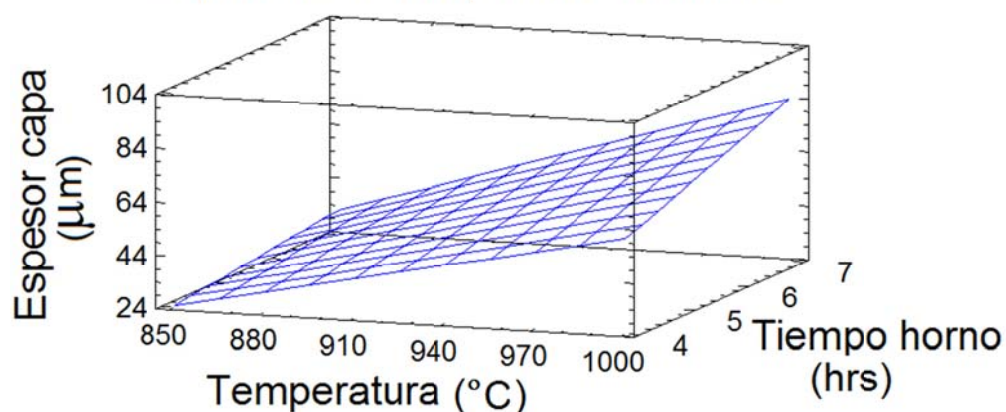


Figura 8. Superficie estimada de respuesta espesor de capa borada vs temperatura y tiempo de permanencia en el horno para el acero AISI 316.

Se observa que ambas variables influyen de manera apreciable en el espesor de la capa modificada, lo que corrobora los resultados alcanzados por otros investigadores (Ozbek *et al.* 2002; Sen *et al.* 2005) siendo el efecto de la temperatura el más significativo para el experimento analizado. Como se puede observar, en la zona de las bajas temperaturas el incremento del tiempo de permanencia no produce incrementos considerables. Con el aumento de la temperatura, sin embargo, es posible obtener espesores de capa por encima de los 50 μm .

Resulta interesante, además, incorporar a los análisis el gráfico de contorno de respuesta estimada del espesor de la capa como resultado de considerar ambas variables independientes (temperatura y tiempo de permanencia en el horno). Este procedimiento permite combinar en el análisis ambos efectos. A través de estas denominadas curvas de isolíneas es posible predecir, en los marcos del experimento, los resultados a obtener. En el ejemplo puede verse cómo para lograr un espesor de capa borada de aproximadamente 32 μm sería necesario un tiempo de permanencia en el horno de alrededor de 5,5 horas a una temperatura de 860 $^{\circ}\text{C}$ (Figura 9).

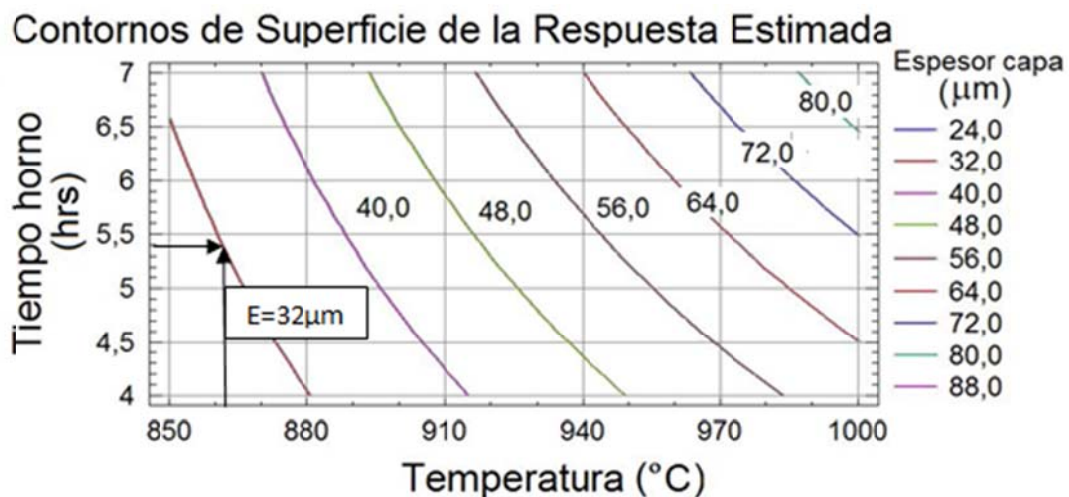


Figura 9. Gráficos de isolíneas para el borado del acero AISI 316.

Las mediciones de microdureza para las muestras boradas se obtuvieron para una carga de 50 gramos ($\text{HV}_{0.5}$). Se practicaron en cada una de las probetas ensayadas varias indentaciones en la zona borada (entre 3-5 mediciones) para garantizar la reproductibilidad de los resultados (Figura 10). Los perfiles de microdureza y la profundidad de la capa endurecida se muestran en la Figura 11.

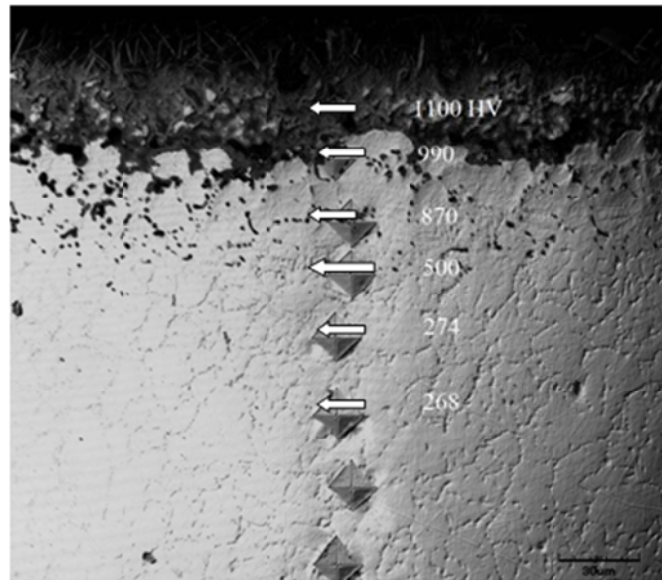


Figura 10. Mediciones de microdureza Vickers de las probetas boradas.

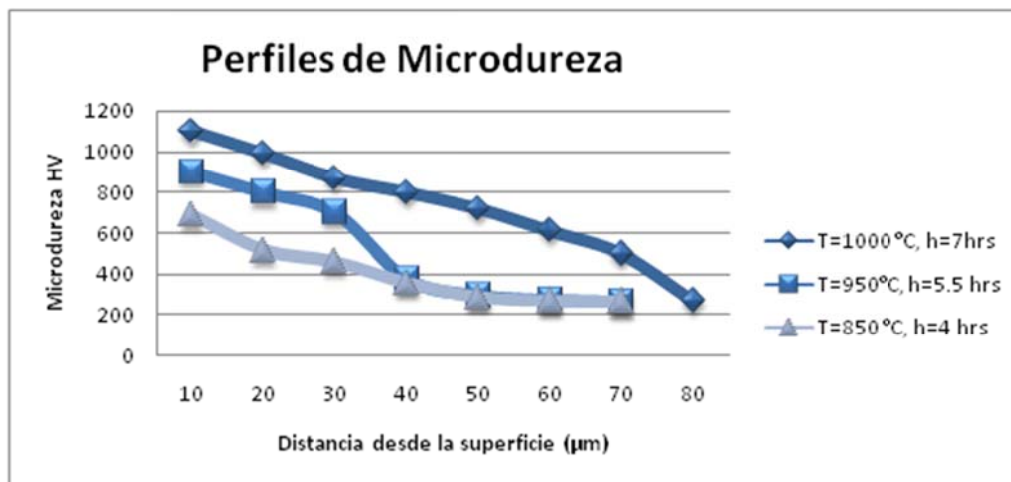


Figura 11. Perfiles de microdureza vs profundidad de penetración de la capa borada.

En todos los casos se obtuvieron superficies boradas con durezas máximas entre los 700-1 000 HV, coincidiendo los valores máximos de microdureza para las condiciones de $T = 1\ 000\ ^\circ\text{C}$ y siete horas de permanencia. Comparativamente, para este acero inoxidable austenítico, respecto a otros aceros de mediano y bajo contenido de

carbono, se alcanzan valores de durezas inferiores y puede estar relacionado, según diversos autores, con el alto contenido de Ni que, entre otros aspectos, inhibe la formación de FeB.

Por otro lado, es conocido que el espesor de la capa borada guarda correspondencia con factores relacionados con la naturaleza del material del sustrato, la composición y espesor del paquete de borado y las relaciones de temperatura y tiempo de permanencia (Ozbek *et al.* 2002; Sen *et al.* 2005). En tal sentido se pudo observar que en las condiciones de los experimentos las capas donde coexisten los boruros formados oscilaron aproximadamente entre los 15-50 μm , en estas zonas se concentran los mayores valores de dureza como consecuencia de la existencia de los boruros de Fe, Ni y Cr, para luego disminuir drásticamente hacia una zona de transición de mayor dureza que el sustrato, pero significativamente menor que la de las capas boradas (Usta 2006; Calik 2009).

Tal caída abrupta puede justificarse con el comportamiento de algunos de los elementos que forman parte del sustrato y otros aportados por el paquete. Tal es el caso del silicio que es arrastrado por debajo de la capa borada provocando una disminución en la dureza de la zona de transición. El cromo, si bien tiene una gran afinidad por el boro e influye notablemente en la dureza de la capa borada, provoca sin embargo una disminución del espesor de la capa borada y también una disminución de la separación entre la capa y la matriz, o sea, la zona de transición.

Finalmente, el efecto del contenido de C, como se conoce el incremento del contenido de carbono (Usta 2006; Calik 2009), disminuye los espesores de la capa borada, lo que hacía suponer un espesor de capa borada mayor que los alcanzados y este comportamiento se justifica por los altos contenidos de Ni y Cr que inhiben en mayor medida la obtención de capas de mayor espesor.

Por otro lado, el comportamiento explicado anteriormente de los átomos de carbono hace que estos sean dirigidos fuera de la zona borada, por ende mientras mayor sea el contenido de carbono pues mayor será la dureza de la zona de transición; el bajo contenido de carbono de este acero justifica en alguna medida la caída abrupta de la dureza.

4. CONCLUSIONES

1. La capa borada obtenida es de una morfología característica de los aceros aleados e inoxidables austeníticos y presenta tres zonas bien definidas: capa borada, zona de transición y aquella no afectada por la difusión del boro.
2. La capa borada está formada por boruros de Fe, Ni y Cr, con espesores que oscilan entre los 15-50 μm de espesor, en dependencia de las condiciones del tratamiento y $\text{HV}=700-1100$. Los ensayos EDX permiten determinar los elementos aleantes que forman tales boruros, la presencia de óxido de hierro, así como aquellos que forman los compuestos sólidos presentes en la zona de transición.
3. El diseño de experimento permite establecer la dependencia significativa del espesor de la capa modificada de las variables temperatura, tiempo de permanencia en el horno, así como su interacción, siendo la primera de estas la de mayor significación estadística. Es imprescindible conocer estas dependencias al enfrentar el proceso de borado para la aplicación práctica deseada, máxime cuando se conoce que para afrontar soluciones de desgaste adhesivo es necesario disponer de capas boradas de poco espesor; todo lo contrario para aquellas relacionadas con el desgaste erosivo y abrasivo.
4. En los marcos del diseño del experimento y conforme a los niveles de fluctuación de las variables los mayores espesores de capa borada se obtuvieron para la condición de $T=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ y tiempo de permanencia de siete horas.
5. Es necesario significar la influencia, amén de las relacionadas con el proceso tecnológico propiamente dicho, de la composición química del sustrato y, por ende, el papel que desempeñan en la evolución microestructural, el espesor y la dureza de los elementos aleantes Ni y Cr, así como el contenido de carbono y el Si aportado por el activador, los cuales tienen gran importancia en las características de la capa borada y de transición.

5. REFERENCIAS

- BINDAL, C. 1999: Characterization of borides formed on impurity-controlled chromium-based low alloy steels. *Surface and Coatings Technology* 122: 208–213.
- CALIK, A. 2009: Mechanical Properties of Boronized AISI 316, AISI 1040, AISI 1045 and AISI 4140 Steels. *Acta Physica Polonica* 115(3): 694-698.
- OZBEK, I; KONDUK, B. A.; BINDAL, C.; UCISIK, A. H. 2002: Characterization of borided AISI 316L stainless steel implant. *Vacuum* 65: 521–525.
- SAILER, T.; HERR, M.; SOCKEL, H. G.; SCHULTE, R.; FELD, H. & PRAKASH, L. J. 2001: Microstructure and mechanical properties of ultrafine-grained hardmetals, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater* 19: 553-559.
- SEN, U. 2005: Fracture toughness of borides formed on boronized ductile iron. *Materials and Design* 26: 175–179.
- VIPIN, J. & SUNDARARAJAN, G. 2002: Influence of the pack thickness of the boronizing mixture on the boriding of steel. *Surface and Coatings Technology* 149: 21–26.
- SEN, U.; SEN, S.; YILMAZ, F. 2005: Effect of process time on the tribological properties of boronized GGG-80 ductile cast iron. *Industrial Lubrication and Tribology* 57(6): 243–248.
- USTA, M. 2006: A comparative study of borided pure niobium, tungsten and chromium. *Vacuum* 80: 1 321–1 325.

David Coroneaux-Mustelier

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica,
Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona 08028, España.

david.coureaux@upc.edu

Roberto Sagaró-Zamora

Grupo Tribológico, Departamento Mecánica y Diseño, Facultad
Ingeniería Mecánica, Universidad de Oriente,
Santiago de Cuba, Cuba.

sagaro@fim.uo.edu.cu

Jorge Calzadilla-Rosabal

Grupo Tribológico, Departamento Mecánica y Diseño, Facultad
Ingeniería Mecánica, Universidad de Oriente,
Santiago de Cuba, Cuba.

calzadilla@fim.uo.edu.cu

Carlos M. Taberero-Maceira

Grupo Tribológico, Departamento Mecánica y Diseño, Facultad
Ingeniería Mecánica, Universidad de Oriente,
Santiago de Cuba, Cuba.

taberero@fim.uo.edu.cu