

48
Z.E.J



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

MEDICION DE LA PENETRACION DE NITROGENO
APLICANDO LA TECNICA AUGER EN UN ACERO
H12 NITRURADO IONICAMENTE

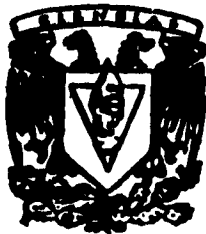
T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

F I S I C O

P R E T A I

JOSE ANSBERTO CARLOS VAZQUEZ TEPETLA



FACULTAD DE CIENCIAS
MEXICO, D. F. SECCION ESCOLAR

1996

FALLA DE ORIGEN

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

M. en C. Virginia Abrín Batule
Jefe de la División de Estudios Profesionales de la
Facultad de Ciencias
Presente

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo de Tesis: " MEDICION DE LA PENETRACION
DE NITROGENO, APLICANDO LA TECNICA AUGER EN UN ACERO H-12 NITRURADO IONICAMENTE "

realizado por JOSE ANSBERTO CARLOS VAZQUEZ TEPETLA

con número de cuenta 8153348-2 , pasante de la carrera de FISICA

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

Atentamente

Director de Tesis

Propietario OR. LORENZO MARTINEZ GOMEZ

Propietario OR. JUAN LUIS PEÑA CHAPA

Propietario OR. JULIO JUAREZ ISLAS

Suplente OR. VICTOR MANUEL CASTAÑO MENESES

Suplente M. EN C. JOSE LUIS ALBARRAN GOMEZ

Consejo Departamental de Física
OR. ALEJANORO RUELAS MAYORGA



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

M. en C. Virginia Abrín Batule
Jefe de la División de Estudios Profesionales de la
Facultad de Ciencias
Presente

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo de Tesis: " MEDICION DE LA PENETRACION
DE NITROGENO, APLICANDO LA TECNICA AUGER EN UN ACERO H-12 NITRURADO IONICAMENTE "

realizado por JOSE ANSBERTO CARLOS VAZQUEZ TEPETLA

con número de cuenta 8153348-2 , pasante de la carrera de FISICA

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

Atentamente

Director de Tesis

Propietario OR. LORENZO MARTINEZ GOMEZ

Propietario OR. JUAN LUIS PEÑA CHAPA

Propietario OR. JULIO JUAREZ ISLAS

Suplente OR. VICTOR MANUEL CASTAÑO MENESES

Suplente M. EN C. JOSE LUIS ALBARRAN GOMEZ

Consejo Departamental de Física
OR. ALEJANORO RUELAS MAYORGA

Sitio donde se desarrolló el tema:

**INSTITUTO DE FISICA, UNAM.
Laboratorio de Cuernavaca, Mor.**

**En colaboración con el
Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN
(CINVESTAV IPN-Unidad Mérida)**

DIRECTOR DE TESIS

SUSTENTANTE

DR. LORENZO MARTINEZ GOMEZ JOSE ANSBERTO CARLOS VAZQUEZ TEPETLA

AGRADECIMIENTOS

El logro del presente trabajo, alcanza mi más profunda gratitud a grandes mujeres y hombres, que han hecho posible la concreción del mismo.

Al Lic. Saul Feder Schwarz, quien siendo Director de Información Tecnológica, me dió su confianza total y decidido apoyo.

Asimismo a los Sres. Lic. Rafael Pando Cerón, actual Director de Información tecnológica, así como al Dr. Eduardo Andere Martínez, Director Adjunto de Modernización Tecnológica del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología.

Al Dr. Juan Luis Peña Chapa, Director del Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN. Unidad Mérida, quien sin escatimar esfuerzo en infraestructura física y humana, depositó toda su confianza y total apoyo durante mi estancia en ese centro de investigación (gracias Juan Luis).

Al Dr. Lorenzo Martínez Gómez, quien me dió orientación, seguridad y confianza para llevar a cabo dicha investigación, por todo su apoyo en las instalaciones del laboratorio de Cuernavaca.

Un especial agradecimiento a quienes como investigadores de los laboratorios de ambos centros de investigación, que sin escatimar tiempos, me orientaron y colaboraron en la preparación experimental, manejo de equipo y consulta teórica, a los Sres. M. en C. Pascual Bartolo Pérez, y al M. en C. José Luis Albarrán Gómez (Gracias Pascual, Gracias José Luis).

Asimismo, agradezco a los señores M. en C. Osvaldo Flores Cedillo, por todo el apoyo técnico brindado, así como al Señor Anselmo González Trujillo, y al Ing. Rene Guardián Tapia, del Instituto de Física.

A los señores miembros del jurado por sus valiosos comentarios.

Al Dr. Franklin Rendón González, por su gran apoyo y guía al inicio de mi carrera.

A la familia Sandoval León, por su gran apoyo.

DEDICO EL PRESENTE TRABAJO:

A mi Padre el

Sr. Luis Vázquez Muñoz

A mis hermanos Miguel, Reyna, Rogelio, Guadalupe, Manuel y Emiliano.

y con profundo agradecimiento a mi Madrecita

Sra. Teresa Tepetla Itza
Q.E.P.D.

A Mireya

Itzel

Nallely y

Carlos Gibrán

INDICE

Prólogo	
Resumen	1
Introducción	3
CAPITULO I	
I.1 El acero H-12	4
I.2 El acero	5
I.3 Clasificación de los aceros:	5
I.3.1 Aceros al carbono (no llevan cr.)	7
I.3.2 Aceros grado maquinaria	7
I.3.3 Aceros herramienta	8
I.3.4 Aceros Inoxidables	9
I.4 Particularidades del acero H-12.	10
I.4.1 Uso	11
I.4.2 Temple	12
I.4.3 Papel del tungsteno	16
CAPITULO II	
*NITRURACION	
II.1 La nitruración iónica	17
II.2 La nitruración iónica en general	18
II.2.1 El papel del nitrógeno	21
II.3 Principios	22
II.4 Equipo	23

CAPITULO III

III.1 ESPECTROSCOPIA DE ELECTRONES AUGER	24
III.1.1 Características de la técnica Auger	25
III.1.1.1 Información que proporciona Auger	26
III.1.1.2 Emisiones Auger y sensibilidad del elemento ligero	28
III.1.1.3 Probabilidad de emisión Auger y análisis cualitativo	28
III.1.1.4 Modo de excitación primaria	29
III.1.1.5 Distribución de la energía de los electrones secundarios	29
III.1.1.6 Profundidad de escape del electrón	30
III.2 Análisis cuantitativo	31

CAPITULO IV

PROPIEDADES MECANICAS	33
IV.1 Medidas de las propiedades mecánicas realizadas	33
IV.1 Pruebas de dureza	33
IV.1.1 Pruebas de microdureza	34
IV.2 Detalle de la microdureza Vickers	35

CAPITULO V

MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO (SEM)	37
V.1 Usos generales	37
V.2 Ejemplos de aplicaciones	38
V.3 La microscopía Electrónica de Barrido en general	38
V.3.1 Instrumentación del microscopio Electrónico de Barrido	39
V.3.1.1 Sistema de imagen e iluminación	39

V.3.1.2 Sistema de información	41
V.3.1.2.1 Imágenes de ondas térmicas	43
V.3.1.3 Sistema de exhibición (monitor)	43
V.3.1.4 Sistema de vacío	44
V.3.1.4.1 Preparación de muestras	45
V.4 Mantenimiento	
CAPITULO VI	
DESARROLLO EXPERIMENTAL	
VI.1 Preparación de muestras para nitruración	46
VI.2 Nitruración	47
VI.3 Análisis fractográfico	48
VI.4 Preparación para análisis por Microscopía Electrónica de Barrido	
VI.5 Preparación para medir microdureza	49
VI.6 Preparación para estudios de Auger	49
CAPITULO VII	
RESULTADOS	
VII.1 Auger	51
VII.2 Microdureza	56
VII.3 SEM (Microscopía Electrónica de Barrido) Fractografía	58
VII.4 SEM (Microscopía Electrónica de Barrido) Nitruros	59
VII.5 Discusión	60
VII.6 Conclusiones y recomendaciones	63
VII.6 Referencias	66

PROLOGO

Ha habido siempre desde la formación del universo, la existencia de cosas fuertes y débiles, animadas e inanimadas, y cada una de ellas enmarcadas en esta clasificación, funcionando dentro del mismo por la cantidad y características de los elementos contenidos en ellas. Elementos que determinan la energía y por ende el estado líquido, sólido gaseoso o de plasma.

El hombre asimismo dentro de esta misma clasificación como la existencia de un ser animado, dotado de energía y de características especiales tales como la racionalidad, no deja de ser al fin y al cabo fuerte o débil. Las anteriores características relativas, lo ubican en el universo bajo el concepto de su raciocinio que lo llevan a buscar satisfactores que le permitan vivir, sobrevivir o supervivir. Para ello, ha buscado cosas que lo hagan fuerte en su medio.

Es sin lugar a dudas que dentro de cualquier medio que el hombre habite, ha utilizado como mínimo algo que le sirva de herramienta. Estas, las ha escogido por su dureza, tenacidad, ductilidad y maleabilidad, ya sea rústica o compleja.

Las herramientas que se han utilizado desde el nómada hasta el sedentario para dominar al medio han sido diversas, tales como hachas, cuchillos, escudos, etc. El sedentario ha sido el que más ha desarrollado. Además de las anteriores y paralelas al avance tecnológico, entre otras son: ruedas, rieles, piezas y carrocerías automotrices, piezas para armamento, corazas de los barcos, varillas, tornillos, viguetas, etc.

Dentro de los materiales que data la historia que han sido utilizados para hacer estas herramientas se tienen los siguientes: madera, piedra, obsidiana, hierro, el acero y el

diamante entre otros. De éstos, el acero es el que ha tenido mayor uso por su versatilidad en cuanto a tenacidad, dureza, ductilidad y maleabilidad, además, por su costo que lo hace comercialmente accesible.

La investigación no ha dicho la última palabra mientras haya necesidades de aceros con nuevas o mejores características.

Las bondades de la ciencia se conjuntan, analizan y experimentan con nuevos procesos. La optimización de éstos, así como también con sus aleantes y porcentajes de los mismos, son necesarios para poder lograr un acero con las propiedades requeridas y sobre todo que sea comercialmente competitivo. Esto lo hace ser un satisfactor que es la clave del desarrollo tecnológico.

Por ello en cuanto a investigación se refiere, al acero que aquí se estudia, es sometido a un proceso que lo haga mas duro conservando su ductilidad y tenacidad del interior. Este proceso es la nitruración iónica, en la cual, sus efectos en el acero se presentan dependiendo de la profundidad de penetración del nitrógeno, de su composición, así como de los tiempos de nitruración.

RESUMEN

El presente trabajo consiste en el estudio de los cambios microestructurales y las propiedades mecánicas del acero de herramienta H-12 sometido a endurecimiento superficial por nitruración iónica. El acero H-12 ha tenido poca presencia en la literatura especializada a pesar de que el acero contiene tungsteno, el cual, ayuda a estabilizar la resistencia del material durante la exposición a las temperaturas del tratamiento de nitruración iónica. Las muestras de acero H-12, se cortaron y caracterizaron por microscopía óptica y electrónica de barrido en sus condiciones de llegada, tratadas térmicamente y nitruradas iónicamente. Asimismo se realizaron estudios de dureza y microdureza. La penetración de nitrógeno se analizó con un equipo de microscopía electrónica de barrido Auger.

El campo de originalidad de este estudio consiste en la escasa presencia de estudios de esta especie en aceros H-12 en comparación con los que existen sobre otros aceros que no contienen tungsteno. La ausencia de tungsteno en el H-13 hace que la nitruración iónica provoque un ablandamiento del núcleo, mientras que la superficie se endurece (39).

Se analizaron muestras de acero herramienta H-12, nitruradas iónicamente durante 2.5, 5.0 y 7.5 horas a una temperatura de $500 \pm 10^\circ\text{C}$. Asimismo, estas muestras fueron templadas y revenidas a 550°C antes de ser nitruradas. Estas, se estudiaron para determinar la influencia del tiempo de nitruración iónica y la temperatura de revenido sobre la profundidad de penetración de nitrógeno. Así como, sobre los nitruros formados y el endurecimiento del acero H-12.

Se utilizaron técnicas de caracterización tales como: fractografía, microdureza, metalografía, microscopía óptica y electrónica de barrido. Se encontró sobre la superficie perpendicular a la cara nitrurada que la profundidad de penetración, la

concentración de nitrógeno y el espesor de la capa endurecida, presentan una correlación con las mediciones (25) de microdureza y el tiempo de tratamiento.

Se observa en el espectro de la figura 7.12 que la penetración de nitrógeno, muestra dos partes en profundidad: la primera de 0 a $\approx 60 \mu\text{m}$ que es como una meseta (en cuanto a concentración), y la segunda parte muestra un decaimiento suave del espectro, desde las 60 hasta las 240 μm analizados sin llegar a cero. Asimismo (25) la microdureza analizada ($\approx 15 \mu\text{m}$) cercana a la superficie nitrurada presenta un comportamiento lineal con respecto al tiempo hasta alcanzar un máximo a 7.5 horas de nitruración iónica.

Se encontró en el análisis Auger sobre la superficie nitrurada, que las concentraciones de nitrógeno son ligeramente mayores en el punto central de una muestra (respecto a los extremos de la misma) así como también las concentraciones de cromo.

El incremento de dureza(25) se debe fundamentalmente a dos fenómenos: precipitación de nitruros de hierro y de elementos de aleación, además de un endurecimiento secundario producido por la precipitación de carburos de tungsteno.

Los resultados Auger se compararon y confirmaron con las concentraciones y perfiles reportados (25) con los estudios de microscopía de transmisión en los que se mostraron, además de la transformación del Fe_{16}N_2 en Fe_4N y carburos de tungsteno, la presencia de nitruros de cromo, detectados también en el estudio por difracción de rayos-x (25). En microscopía de transmisión se observó (25) que el carbono es principalmente segregado en las fronteras de placas martensíticas y de grano. Estas dos últimas técnicas (25) revelaron la importancia que tiene el tungsteno en el endurecimiento del acero H-12.

INTRODUCCION

El objetivo que se persigue en el presente trabajo es la caracterización del acero H-12 nitrurado iónicamente, para lo cual se mide la profundidad de penetración de nitrógeno, se observan los nitruros formados aplicando las técnicas Auger Electron Spectroscopy (AES) y Scanning Electron Microscope (SEM). Además, se analizan la microdureza y fractografía.

La técnica Auger tiene la ventaja de ser limpia y segura debido a que se tiene un control óptimo en su aplicación. Asimismo, esta técnica es una de las más eficientes en la evaluación de nitruros formados por nitruración (6), así como la técnica de SEM. Auger se utilizó para determinar la penetración de nitrógeno usando un equipo Perkin-Elmer ESCA SAM modelo 560 y una Microsonda modelo 6400 para observar los nitruros. Cabe mencionar que existen otras técnicas de medición, que utilizan métodos radiactivos pero tienen el inconveniente de dejar contaminadas las muestras y hay riesgos en el manejo de estas.

Está reportado(2), que la profundidad que alcanza la nitruración iónica en el acero es de 200 a 700 micras aproximadamente, para tiempos de nitruración entre 20 y 80 horas.

CAPITULO I

I.1.- El acero H-12.

El acero H-12 está clasificado dentro de los tipo AISI como grado herramienta, pertenece al grupo H de aceros para trabajos en caliente; y se les denomina también aceros al cromo. En este mismo tipo de aceros se encuentra el H-11 y el H-13.

Cabe mencionar que de los aceros herramienta se conocen tres clases de aceros para trabajos en caliente que son: aceros al cromo con 3.0 a 5.50% de cromo, aceros con tungsteno con 3.0 a 12,75% de cromo, aceros con molibdeno con 3.75 a 4.50% de cromo.

En realidad, finalmente lo que hace diferente al H-12 de los otros aceros del mismo grupo, son las variaciones microestructurales que en definitiva, son las que regulan o determinan las propiedades mecánicas resultantes.

La composición química porcentual del acero H-12 está contenida en la tabla 1.1 (25). Asimismo se muestran los límites de dicha composición en la tabla 1.2 (51).

Este tipo de acero (24) es fabricado por la mayoría de productores de aceros herramienta.

Estos aceros pertenecen a los que se consideran altos en cromo con molibdeno y vanadio. Aunque con estos aceros solo se consiguen durezas superficiales comprendidas entre 800 y 850 vickers, esas durezas son todavía extraordinarias y las capas nitruradas son mucho mas tenaces que la de los aceros con aluminio .

1.2.- El acero.

El acero en su estructura básica es una aleación formada por hierro y carbono, donde el contenido de este último es relativamente bajo, y el hierro es la base de dicha aleación. Se considera que del 98% de los aceros que se emplean son aleaciones de hierro, carbono, manganeso, silicio, fósforo y azufre, aunque asimismo, se considera que el fósforo y el azufre son indeseables, pues son los únicos elementos que están contenidos sin ser agregados (50)

La mayoría de los aceros tienen menos de 9 átomos de carbono por cada 100 de hierro en el acero(1). El acero casi siempre contiene menos del 2% (1) en masa de carbono debido a que este es más ligero que el hierro. La forma convencional de expresar el contenido de los elementos en las aleaciones es por el porcentaje de la masa total con que cada uno contribuye.

También se puede decir en general que el acero es toda aleación de hierro-carbono forjable con un 0.03% de carbono como mínimo aproximadamente. Su distribución por el comportamiento ante diferentes temperaturas se presenta en la fig 1.1.

Tan solo para ubicar a partir de cuando se empezó a fabricar el acero en la historia de la humanidad, se tiene registrado que esto ocurrió en el año 1000 antes de Jesucristo, en Hiderland, India, y el proceso que utilizaron fue por cementación (2).

1.3.-Clasificación de los aceros.

Existen diferentes clasificaciones que están hechas en base a características que los pueden englobar perfectamente, estas son:

por su porcentaje de carbono, por la cantidad y porcentaje de aleantes, por el proceso de fabricación, por sus propiedades mecánicas, y esto determina finalmente su uso en la industria.

Retomando de la clasificación las que se refieren a los elementos que contienen, así como a la de sus porcentajes de aleantes y la de proceso de fabricación, se observa que:

Esto trae como consecuencia cualidades específicas de las propiedades mecánicas así como propiedades de cualidad para diferentes medios de uso. Por ello, para cada tipo de acero, también existe una clasificación por la utilización a la que a estos se les somete.

Ahora partiendo de una innovación en cualquiera de las características antes mencionadas, si surgiera un acero con mejores propiedades mecánicas, quizá podría surgir una nueva clasificación que se sumara a las ya existentes, por ejemplo, un acero que tuviera la propiedad de sonar en la zona del silencio, y que su utilidad, no fuera como los aceros actuales sino como conductor de sonido en esa zona (este ejemplo es tan solo una ocurrencia). Otro ejemplo, y este ya está siendo investigado por varios grupos en México, además de el extranjero, son las llamadas aleaciones con memoria de forma (5). Sin embargo, para ser congruente con el estudio que a este trabajo concierne se toma como base la clasificación general como sigue:

Los aceros globalmente se dividen en dos grandes grupos que son; aceros ordinarios o al carbón y aceros especiales: aceros maquinaria (aleaciones media y baja), aceros herramienta (aleación media)(37) y aceros inoxidable.

I.3.1.-Aceros al carbón.

Estos, llevan C, Mn, Si, P, y S, dependen principalmente del carbono que contienen y su composición suele oscilar entre :

C	Mn	Si	P	S
0.03 - 0.70%	0.20 - 0.90%	0.0 - 0.50%	<0.10%	< 0.10%

Mientras que los aceros especiales deben sus propiedades mas importantes a uno o varios elementos aleados. Suelen contener de 0.03 - 2.5% de C y uno o varios de los siguientes elementos :Cr, Ni, V, W, Co, etcetera o Mn y Si, en cantidades mayores que la señalada para los aceros al carbono (7).

De éstos, los aceros grado maquinaria se caracterizan por ser de ambas clasificaciones, tanto de los aceros ordinarios, como de los aceros especiales. Estos aceros se utilizan para hacer bielas, cigueñales y piezas forjadas (7). Por lo tanto, estos aceros no necesariamente contienen cromo. Mientras los aceros herramienta tienen como máximo el 13.5 % de cromo(51) y su mayor utilización es para buriles, brocas, dados, etcetera.

I.3.2.-Aceros grado maquinaria.

Los aceros que más se usan para este propósito son los aceros al carbono, estos los hay desde los que pertenecen al grupo de aceros ordinarios hasta los que se tienen como aceros de ultraalto carbono. Estos se consideran como parte de los aceros

especiales dentro del grupo de aceros herramienta y contiene de 0.50 a 1.40 % de carbono.

Se tiene que además son aceros semiduros los utilizados en bruto de forja o laminación, para la construcción de piezas de maquinaria en general (7) y su empleo se explica a continuación.

Los que tienen entre 0.25 y 0.70% de carbono son los que se emplean en estado de suministro, estos se utilizan cuando, las resistencias de los hierros o aceros de bajo contenido en carbono no son suficientes para el uso a que van a ser destinados.

La resistencia de estos varía de 52 a 89 kg/mm² y sus alargamientos de 24 a 13%.

Acero de 0.40 % de carbono se usa para elementos de máquinas y motores, alambre para cables, ejes para locomotoras, etc. (R = 57 kg/mm²), (A = 19%).

Acero de 0.50% de carbono, se emplea para bandajes, alambres, flejes, etc, y su (R = 74 kg/mm²), (A = 17%).

Acero de 0.60% de carbono, se emplea para fleje duro, alambre herramientas para agricultura, etc. (R = 82 kg/mm²), (A = 15%).

1.3.3.-Aceros Herramienta.

Los aceros herramienta son los que fundamentalmente se utilizan para fabricar herramientas destinadas a transformar, modificar o dar forma adecuada a los materiales. Estos trabajos se verifican por arranque, por corte o por deformación

plástica del material.

Los principales tipos de aceros que se consideran dentro de este grupo son los siguientes (24,51):

- (w)Templables al agua.
- (S)Resistentes al golpe.
- (O)Para trabajos en frío templables en aceite.
- (A)Para trabajos en frío de aleación media templables al aire.
- (D)Para trabajos en frío, con alto carbono y altos en cromo.
- (H)Aceros herramienta, al cromo para trabajos en caliente.
- (H)Aceros herramienta, con tungsteno para trabajos en caliente.
- (H)Aceros herramienta, con molibdeno para trabajos en caliente.
- (T)Aceros herramienta, con tungsteno rápidos (alta velocidad).
- (M)Aceros herramienta, con molibdeno rápidos (alta velocidad).
- (L)Aceros herramienta, de baja aleación para propósitos especiales
- (P)Aceros para molde de bajo carbono.

Cabe aclarar que para cada uno de los grupos de aceros mencionados, tienen un número asociado a la letra símbolo, que significa que tienen diferente cantidad de elementos aleantes, según el propósito para el que se hayan hecho.

1.3.4.-Aceros Inoxidables.

Estos son los que por necesidades de uso en medios donde hay atmósferas húmedas, agentes corrosivos, ácidos, etcétera, y los que son capaces de resistir durante largo

tiempo elevadas temperaturas sin deformación ni destrucción apreciable. Por esto mismo puede haber necesidades de que un acero de construcción se use para fabricar herramientas o a la inversa.

1.4.-Particularidades del acero H-12.

Las características especiales de este acero es que pertenece al grupo de aceros al cromo, para trabajos en caliente, especialmente para dados de forja y herramientas para prensas de extrusión tienen 5.5% de cromo y 0.30% a 0.45% de carbono (51), diferenciándose unos tipos de otros por los porcentajes de tungsteno y molibdeno que contienen. En general estos aceros se emplean para fabricar herramientas de gran tamaño, por ello conviene que tengan gran templabilidad, por lo que casi siempre suelen contener de 0.30% a 3.0% de molibdeno.

Cuando se requiere mejorar sus propiedades a alta temperatura y en esas condiciones deben tener gran resistencia al desgaste y alta resistencia mecánica y dureza, se les añade tungsteno en cantidades variables de 1 al 5% (7).

El dato anterior aclara por qué el porcentaje de tungsteno del acero estudiado rebasa el porcentaje de los límites especificados para el H-12 tabla 1.1. Al respecto, en tabla 1.2 (51) no aparecen reportados los límites porcentuales de S y P. También se observa que el Si en el acero H-12 del presente trabajo, está porcentualmente fuera del límite. Esto, lleva a considerar que al Si dado su bajo porcentaje quizá lo consideran (tabla 1.1) como impureza (cabe señalar que el Si tiene como propiedades ser un elemento desoxidante, mejora la templabilidad en los aceros con elementos no grafitizantes y aumenta la resistencia de los aceros bajos en carbono (7)), y por otro lado se señala que el acero estudiado es un acero de importación. En cuanto a los

elementos S y P, no aparecen porque se consideran elementos indeseables (50).

I.4.1.- Uso.

Dadas las características (propiedades mecánicas) de este tipo de acero, los usos que normalmente tiene son para trabajos en caliente especialmente dados de forja y herramientas para prensas de extrusión (matriz, molde, troquel, cubo), figuras de bloques o vasijas (o piezas) inserciones, molde, troqueles, encabezados en frío y en general piezas para maquinarias como ejes y engranes.

Un dado de forja está formado por la figura y corte requeridos a través de trabajo y maquinado de impresiones, en preparaciones especiales. La figura tiene un pico y una cima.

Un dado de forja (29) forma en una única impresión desde la mas simple hasta la mas complicada figura. Estos se pueden insertar para tener un número de impresiones para el trabajo progresivo o formas complicadas. Los dados de forja son usualmente en pares, con parte de su impresión en uno de los blocks y el resto de la impresión en el otro block.

Los materiales usados para forjado en caliente incluye aceros de herramienta para trabajos en caliente. Estos aceros son las series AISI H, algunos aceros aleados semejantes a la clasificación AISI 4300 o 4100 y un número pequeño de propiedades, materiales de baja aleación.

Los materiales para dados de forjado en caliente, se seleccionan conforme a los siguientes factores (29):

- .-Habilidad para endurecerse uniformemente.
- .-Resistencia al uso (habilidad para resistir la acción del calentamiento del metal durante el forjado).
- .-Resistencia a la deformación plástica (habilidad para resistir la presión y resistir la deformación bajo carga).
- .-Dureza
- .-Resistencia a la fatiga de calentamiento y al frenado de calor.
- .-Resistencia a la fatiga mecánica.

Los aceros herramienta pueden ser divididos en tres clases (27):

Aceros al cromo

Aceros con tungsteno o molibdeno

Aceros con tungsteno y cromo combinados aproximadamente en proporciones iguales.

Muchos dados hechos de aceros de baja aleación son usados para forja en caliente. En general los aceros para trabajos en caliente son de alta y media aleación.

El acero H-12 cumple con estas características y es de los aceros al cromo.

1.4.2 Temple.

Es el procedimiento al que se someten las piezas o muestras de hierro o acero para que formen su estructura interna a la fase que se requiere según las necesidades posteriores. Lo que ocurre en el temple es el acomodamiento del carbono en la

estructura interna, es lo que determina la fase en función de la estructura de grano. Los tiempos de y la variación de la temperatura en el temple definida, se habla en términos de procesos termodinámicos, por lo mismo se puede determinar un proceso termodinámico para determinar mejores ensayos o pruebas de fases para templear en un futuro con miras de automatización. Obviamente, esto, significa que tendrían que hacer pruebas de dureza a la fase anterior a la nitruración hasta lograr una norma. Para determinar el tiempo, velocidad de enfriamiento y fases que se pueden obtener se usan los diagramas TTT.

Para obtener en el temple(7) los mejores resultados, es conveniente utilizar el medio de enfriamiento menos enérgico que sea capaz de comunicar al acero una velocidad de enfriamiento superior a la crítica. De esta forma, se consigue una estructura totalmente martensítica, la máxima dureza compatible con su composición evitando en lo posible las grietas y deformaciones. En los enfriamientos rápidos siempre existe el peligro (independientemente de la composición del acero), de que se creen tensiones debido al desigual enfriamiento de las piezas, ya que la periferia se enfría rápidamente, mientras el corazón del acero está a elevada temperatura. Los enfriamientos lentos, en cambio, la temperatura es mas uniforme en toda la masa de las piezas, y son menos frecuentes las grietas y deformaciones(7).

Los procesos de temple han sido varios. Los primeros basados en ciertas creencias (1) y luego por experimentación. Después de someter al acero a las temperaturas de temple deseadas lo enfriaban en sangre atravezando un cuerpo humano de esclavo para el caso de las espadas (1). Esto era para efectuar el enfriamiento rápido. Para este mismo método, por experimentación, lo sumergían en agua, aunque esto solo se

1 Especificamente enfriándose al aire del medio ambiente (que es con el temple que mejor queda este acero) de laboratorio que temperatura de laboratorio es la adecuada, qué diferencia hay entre temperatura de primavera e invierno. En el lab. de Merida el oxígeno y el azufre penetraron la muestra hasta aprox. 20 micras.

aplicaba a los aceros al carbono, con el inconveniente en piezas complicadas es la frecuente aparición de deformaciones y grietas. Asimismo, este método resultaba incompatible para aplicar en perfiles delgados e irregulares porque además sufría agrietamiento. Así se empezó a usar el método por enfriamiento en aceite entre otros sin lograrse la dureza deseada. El método que dió mejores resultados fue el enfriamiento lento al aire.

Este método consiste (7) en sacar el acero al rojo vivo de la temperatura a la que está sometido para temple, se deja enfriar al aire y da una microestructura con hierro, carbono y manganeso que son elementos base del sistema mencionado y además tungsteno. Este hecho fue utilizado para ensayar con nuevos aleantes en el sistema hierro-carbono, fincando así los aceros especiales(1), en los que debido a la presencia de ciertos elementos, como el cromo, níquel, tungsteno, etcetera las velocidades críticas del temple son muy bajas y se puede obtener con ellos altas durezas, aunque el enfriamiento no se haga rápidamente.

El temple influye directamente en la resistencia y elasticidad. Durante el temple además se lleva a cabo una importante transformación de la estructura atómica del acero, formando una red cristalina tetragonal centrada en el cuerpo (martensita) en lugar de la estructura de equilibrio BCC. Estos aceros especiales se templean generalmente al aire para obtener mayores durezas, aunque también se hace en aceite o en baño de sales (2).

Como la gran diversidad de aceros que existe en la actualidad, crea con frecuencia dudas, sobre el medio de enfriamiento más conveniente, hay que guiarse siempre por las recomendaciones de las acerías o por el análisis y dimensiones de las piezas.

Las velocidades críticas de temple varían de unos aceros a otros. Los aceros al carbono exigen las mayores velocidades, que son, aproximadamente, para 0.50% de C, 350° por segundo; para 0.80 de C, 200° por segundo. En cambio, los aceros especiales tienen velocidades de temple mas pequeñas. Así, por ejemplo, la de un acero para brocas de bajo contenido en tungsteno es, aproximadamente de 35° por segundo (2).

En general, se templan en agua todos los aceros al carbono en piezas de mas de 10mm. de espesor y también los aceros de poca aleación en espesores superiores a 25 mm. Debe utilizarse agua de 15 a 20°C, no debiendo sobrepasar la temperatura de 30 grados. En aceite se pueden templan perfiles inferiores a 5 ó 10mm., aproximadamente de los aceros antes citados y todos los de alta aleación. Con aceite caliente entre 30 y 60 grados se obtienen los mejores resultados. Al aire, se templan los aceros de muy alta aleación tal es el caso del acero H-12.

Para este estudio las muestras fueron templadas utilizando un horno tipo mufla, marca Lindberg, con capacidad máxima de 1100°C, utilizando un controlador automático digital con una precisión termométrica de $\pm 10^\circ\text{C}$.

En el proceso de templado las muestras fueron austenizadas a una temperatura de $1050^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$, con tiempo de permanencia de 0.5 horas y posteriormente se templaron en aceite.

En cuanto al revenido, estas muestras fueron tratadas a $550^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ enfríandose al aire.

1.4.3 Papel de Tungsteno (Wolframio o Tungsteno).

El tungsteno es un elemento muy utilizado para la fabricación de aceros herramienta, empleándose en especial en aceros rápidos, aceros para herramientas de corte y aceros para trabajos en caliente. Sirve para mantener la dureza de los aceros a elevada temperatura y evitan que se desafilan o ablanden las herramientas, aunque lleguen a calentarse a 500°C o 600°C. También se usa para la fabricación de aceros para imanes.

El tungsteno se disuelve ligeramente en la ferrita y tiene una gran tendencia a formar carburos. Los carburos de tungsteno tienen gran estabilidad. Aunque algunos no lo consideran importante como formador de nitruros (13). Sin embargo una de las características de mayor importancia es la de proporcionar estabilidad al acero a temperaturas elevadas (27).

Los aceros de tungsteno mas utilizados son :

- 1) Los aceros rápidos con 18% de tungsteno y cantidades variables de cromo, vanadio y molibdeno y 0.70% aproximadamente de carbono.
- 2) Los aceros para trabajos en caliente con 9 a 15% de tungsteno y 0.30 a 0.40% de carbono. Para algunos usos de menor responsabilidad se emplean aceros de menor aleación con 1 a 5% de tungsteno.
- 3) Aceros para la fabricación de herramientas varias con 1 a 14% de tungsteno y otros elementos: cromo, manganeso, vanadio, etcetera, que se emplean para trabajos de corte. A este grupo pertenece el H-12 del presente trabajo.
- 4) Aceros para imanes con 6% de tungsteno y
- 5) Aceros inoxidable cromo-níqueles con tungsteno de gran resistencia mecánica a elevada temperatura.

CAPITULO II

II.1 La nitruración iónica.

La nitruración iónica fue descubierta en la segunda mitad del siglo XIX por Fremy, y esta fue reafirmada en 1905 por el francés Hjalmar Braune, quien en sus trabajos reportó un eutectoide formado por nitruro de hierro Fe_4N en las capas frágiles de los aceros nitrurados (2).

Posteriormente En 1923 el Dr. Fry descubrió que la fragilidad de la capa exterior se podía eliminar nitrurando a temperaturas mas bajas de las que se nitrura, aplicando a $500^{\circ}C$ y a aceros aleados con aluminio, cromo y molibdeno en lugar de aceros ordinarios al carbono.

La nitruración iónica deja dos capas de aspecto diferente (2), una exterior blanca muy delgada y muy frágil, con un espesor que varía entre 0.05 a 0.005mm. y otra inferior de mayor espesor que es la mas importante, pues ésta, es la formada por nitruros de elementos aleados y nitruros de hierro. Respecto a estas capas, se tiene que para la capa blanca hay dos recomendaciones (2), la primera es que debe evitarse por ser perjudicial, y que esta pueda eliminada si se le aplica a las piezas un ligero rectificado, y la segunda es, que no se rectifique para aprovechar la máxima resistencia a la corrosión. Esto, aunque la capa inferior es la de mayor importancia.

La nitruración iónica no es el único proceso de nitruración, así como tampoco es el único proceso para crear una capa superficial mas dura en el acero, pero si el que se considera mas barato (un equipo comercial de nitruración iónica cuesta doscientos mil US mientras que un horno de atmósfera de gases para nitruración gaseosa cuesta del

orden de cien mil nuevos pesos).

II.2 La nitruración iónica en general.

Este es un procedimiento de la física de plasmas para endurecer superficialmente a los aceros, que como un término innovador se podría decir que es un proceso termoquímico. Este endurecimiento es porque el proceso ocurre a temperaturas elevadas y porque se emplean agentes (reacciones) químicas como endurecedores (1).

La nitruración iónica también es conocida como nitruración en plasma o en descarga gaseosa, ésta, es generada por un plasma de nitrógeno ionizado por un campo eléctrico controlado, por medio del cual se aceleran los iones, y su penetración es por impacto sobre la superficie de la pieza, así forma una capa dura de nitruros de hierro y de los elementos aleantes.

Las muestras o piezas, antes de nitrurar se someten siempre a templado y revenido, de esta forma el núcleo central queda con una resistencia elevada capaz de resistir, durante su uso, los fuertes impactos que recibirá la capa dura. Toda vez que las piezas han sido templadas revenidas y preparadas metalográficamente, se introducen a la cámara de nitruración. Transcurrido un tiempo de estar con corriente eléctrica aumenta su temperatura hasta 500°C y se mantiene en ese valor, después se inyecta la mezcla de gases y a esa temperatura se disocian y producen el nitrógeno atómico, este último se combina con los aleantes formando los nitruros en su capa periférica, ver Figura 2.1

Para generar el plasma se utilizan dos gases el N_2 y el H_2 . Se usa (25) una cámara de vacío que funciona como ánodo, en tanto que la pieza a tratar funciona como cátodo. El plasma se genera aplicando una diferencia de potencial en la zona de una curva voltaje-corriente, conocida como anormal (fig 2.2) (30,31,32,33). Durante el proceso

el choque de los iones del plasma sobre la superficie de la pieza, produce la disipación de la energía, en forma de calor, por lo que para este proceso no necesariamente se requiere de un sistema de calentamiento exterior (25).

Los parámetros que sirven para controlar el proceso de nitruración iónica son: voltaje, densidad de corriente, relación de la mezcla de gases N_2-H_2 , presión, temperatura y tiempo de tratamiento (30,31,32,33,34). El control sobre estas variables permite que la descarga sea estable y la formación de una capa endurecida de características reproducibles (25).

El intervalo de voltaje necesario para generar el plasma es una función lineal de la presión de trabajo. Sin embargo, cuando el voltaje es muy alto se da lugar a la formación de arcos los cuales desestabilizan la descarga. La temperatura de la pieza es una función tanto de la diferencia de potencial aplicada como de la presión, ya que estas son las que controlan la frecuencia y la energía con que las partículas chocan sobre la superficie catódica (35,36).

Los gases reactivos que se usan como fuente de nitrógeno para este tratamiento son el amoníaco y el nitrógeno. Aunque ambos se pueden utilizar solos, comúnmente se recomienda que sean diluidos con hidrógeno, para controlar la formación y el espesor de la capa de compuestos (capa blanca). Además de asegurar una atmósfera reductora que inhibe la acción perjudicial del oxígeno, el amoníaco diluido con hidrógeno es la fuente tradicional de nitrógeno en la nitruración gaseosa. Sin embargo, en la nitruración iónica su uso es limitado porque se requieren depósitos especiales para el gas y un horno de alta temperatura $900-950^\circ C$ para su disociación, así como sistemas de limpieza y secado, lo cual representa una mayor inversión, además de un mayor número de operarios (2). Por esto es que el nitrógeno es la mejor fuente y se usa en mezclas con una mayor proporción de hidrógeno. Este medio nitrurante tiene la ventaja

de no requerir sistemas especiales de almacenamiento, pudiéndose adquirir las mezclas de gases preparadas comercialmente, o bien los gases por separado y mezclarlos de acuerdo a las necesidades. Esto permite tener control sobre los resultados del proceso.

El contenido de nitrógeno determina el tipo de especies de nitruros que se forman, de tal manera que un bajo contenido de nitrógeno es recomendable para evitar la formación de la capa de compuestos (31). En la figura 2.3 se muestra como está constituida una planta para nitruración iónica.

La nitruración tiene en general las siguientes ventajas(2):

1) Gran dureza que no se obtiene con otros procedimientos de endurecimiento superficial. Las durezas que se logran van desde 1100 a 650 vickers, según la composición del acero. Si se requiere una capa dura de gran tenacidad entonces conviene utilizar aceros que después de la nitruración queden con durezas relativamente bajas 650 a 850 Vickers porque las capas nitruradas de máxima dureza tienen menor tenacidad.

2) Gran resistencia a la corrosión de agentes tales como: agua dulce, agua salada, vapor o atmósferas húmedas que los aceros ordinarios no pueden resistir. Asimismo es mucho mayor su resistencia al ataque por metales o aleaciones fundidas de aluminio, cobre, etcetera, que las de los aceros ordinarios.

3) Ausencia de deformaciones. La nitruración permite que las piezas se enfrien al aire, con esto se evita que se originen deformaciones importantes.

4) Endurecimiento exclusivo de determinadas superficies. Se pueden proteger las superficies que no se deseen endurecer.

5).-Retención de las durezas a temperaturas elevadas. Esto es conservan su dureza aun hasta los 500°C cuando la duración del calentamiento no es muy prolongada.

Otra característica fundamental es que la nitruración no modifica las características o microestructuras obtenidas en el núcleo por el temple y revenido, si y solo si este último se hizo a más de 500°C. Además como la temperatura del proceso es relativamente baja, el tamaño de grano no se modifica. En cuanto a la dureza, esta, es mayor que la que se logra en la cementación.

II.2.1 El Papel del Nitrógeno.

El nitrógeno, elemento fundamental en la nitruración, ocasiona mediante este proceso y su propia difusión un endurecimiento superficial en el acero.

La acción endurecedora que el nitrógeno ejerce sobre el hierro y los aceros fue descubierta en 1861. A nivel industrial el nitrógeno entra en función cuando a la temperatura del proceso de nitruración (500°C aproximadamente) se convierte en nitrógeno atómico, este se pone en contacto con la superficie hacia el interior de las piezas de acero formando precipitados de nitruros. El nitrógeno atómico que se combina con los elementos aleantes, tales como, cromo, molibdeno, tungsteno entre otros y hierro de los aceros forman los nitruros en su capa periférica.

II.3 Principios.

En la nitruración iónica el elemento fundamental es el nitrógeno combinado en una

quinta proporción (20%N, 80%H) con el H y en estado de plasma.

La nitruración iónica ocurre a una presión de 10 Torr, a esta presión los gases se hacen conductores y durante la descarga se presenta un fenómeno luminescente, causado por los choques de las moléculas gaseosas que ionizan el gas. Para mantener este fenómeno se emplean tensiones de 100 a 1500 V, en otras ocasiones se utilizan hasta 3500 V (38); aunque, la usual es de 500 a 1000 V (34) de tal manera que las densidad de corriente son de 0.3×10^{-3} a 3.0×10^{-3} A/cm², que son aproximadamente a un centésimo de las que se requieren para un arco eléctrico.

Con el voltaje aplicado las moléculas de gas se disocian en sus átomos formándose iones positivos (los átomos se convierten en iones cuando liberan uno o más electrones desequilibrando así su carga). Estos se mueven a consecuencia de la tensión eléctrica en dirección al cátodo, y son altamente acelerados en el campo eléctrico del espacio oscuro (espacio oscuro de Hirtof (9)) y chocan a alta velocidad con la superficie catódica (superficie de la pieza).

Con el impacto además de calentar la pieza y desprender átomos de hierro, éstos, son acelerados por el campo eléctrico en sentido inverso a ellos, al llegar al espacio luminoso e impactarse con las moléculas de gas, éstas, se disocian nuevamente con la excitación del impacto produciendo una zona luminosa alrededor de la pieza (ver figura 2.4)(38), de esta forma el gas es continuamente disociado y ionizado. La difusión se fomenta por la producción de defectos en la red del hierro. A diferencia de la nitruración en gas que se produce a través de los bordes de grano, en la nitruración iónica se produce a través de los propios granos.

Uno de los mecanismos de como ocurre (2) es que al chocar los N⁺ y los H⁺ sobre la superficie desprenden átomos de Fe o elementos aleantes Cr, Mo, que se comportan como un metal vaporizado y se combinan en el plasma cercano a la superficie con el

nitrógeno formando los nitruros FeN los cuales se condensan o depositan en la superficie de la pieza, y como son inestables forman sucesivamente nitruros menores (Fe_2N , Fe_3N , Fe_4N) (38) ver figura 2.1 . Así, se nitrura la superficie regresando parte del nitrógeno al plasma, mientras que el resto penetra por difusión (intercristalinamente) a la pieza, además del que penetra por impacto (transcristalinamente) (30).

II.4 Equipo.

La campana y la base son de acero inoxidable 304. La fuente de poder tiene capacidad de 3 KVA en corriente directa (1000 volts y 3 amperes) con control manual. La bomba de vacío es Leybold-Heraeus con una capacidad de bombeo de 6 dm^3 por segundo. El medidor de vacío es de termopar Granville-Phillips, con un rango de 10^{-3} , a 10^3 torr. Las variables eléctricas fueron medidas con multímetros digitales Soar, con rangos de 0 a 1200 V. y 0-10 A., respectivamente. La temperatura fue medida utilizando un termopar tipo K (Cromel-alumel), y un multímetro Soar. La presión es controlada mediante un rotámetro Matheson, con válvula de aguja (25). Las figuras 2.5 A y 2.5B muestran el equipo utilizado.

CAPITULO III

III.1 Espectroscopía de Electrones Auger (AES).

En la técnica AES, se hace incidir un haz de electrones con energía del orden de 3 keV, sobre una muestra sólida, estos electrones hacen que se emitan electrones secundarios con diferentes energías, correspondientes a cada uno de los elementos presentes en el material excepto hidrógeno y helio.

AES es una técnica (12), entre otras, que se utiliza para hacer análisis de superficies sólidas de materiales orgánicos e inorgánicos.

La técnica usa electrones como fuente de excitación, y la información química de superficies sólidas es derivada del análisis de la energía de los electrones secundarios emitidos de la superficie del material.

Los electrones Auger, son característicos de la emisión Auger específica de cada elemento químico y son utilizados en análisis cualitativo y cuantitativo. Los electrones Auger fueron descubiertos en 1925 (16) y la utilidad de la técnica del análisis de superficies fue demostrada en 1968 (17), a partir de este año, se han hecho numerosos avances en los métodos experimentales, interpretación espectral, y técnicas de manipulación-datos logrando que AES sea una técnica de análisis de superficies efectiva.

III.1.1 Características de la Técnica Auger

Dentro de los usos generales de esta técnica están los siguientes:

-El análisis composicional para todos los elementos excepto el Helio y el Hidrógeno, abarca la región de aproximadamente 30 nm, cercanos a la superficie del sólido.

-El análisis químico tiene alta resolución lateral aún en superficies no homogéneas y para determinar las variaciones composicionales en áreas ≥ 100 nm.

-Análisis de superficies de contacto (Interfaces), fronteras de grano y otras producidas por fractura.

-Identificación de fases en secciones cruzadas.

-La perfilación de la composición interior y análisis de película delgada.

Esta técnica permite analizar partículas individuales de polvo tan pequeñas como una micra de diámetro. Las medidas máximas de la muestra dependen del instrumento de medición, para valores de 1.5 cm. (0.6 in) en diámetro por 0.5 cm. (0.2 in) de altura, son comunes.

El análisis puede hacerse desde un micrómetro hasta 5mm. de diámetro.

Para someter las muestras a este análisis, solo se requiere que estén libres de impresiones, aceites y otros materiales de altas presiones de vapor.

III.1.1 Características de la Técnica Auger

Dentro de los usos generales de esta técnica están los siguientes:

- El análisis composicional para todos los elementos excepto el Helio y el Hidrógeno, abarca la región de aproximadamente 30 nm. cercanos a la superficie del sólido.
- El análisis químico tiene alta resolución lateral aún en superficies no homogéneas y para determinar las variaciones composicionales en áreas ≥ 100 nm.
- Análisis de superficies de contacto (interfaces), fronteras de grano y otras producidas por fractura.
- Identificación de fases en secciones cruzadas.
- La perfilación de la composición interior y análisis de película delgada.

Esta técnica permite analizar partículas individuales de polvo tan pequeñas como una micra de diámetro. Las medidas máximas de la muestra dependen del instrumento de medición, para valores de 1.5 cm. (0.6 in) en diámetro por 0.5 cm. (0.2 in) de altura, son comunes.

El análisis puede hacerse desde un micrómetro hasta 5mm. de diámetro.

Para someter las muestras a este análisis, solo se requiere que estén libres de impresiones, aceites y otros materiales de altas presiones de vapor.

La precisión del análisis cuantitativo es limitado a $\pm 20\%$ de los elementos presentes.

La mejor cuantificación ($\pm 5\%$) es posible para casos de comparación de mediciones bajo las mismas condiciones instrumentales y el uso de patrones específicos.

El daño del rayo del electrón puede limitar severamente los análisis en materiales orgánicos y biológicos y ocasionalmente de cerámica.

La susceptibilidad de detección cuantitativa para más elementos es desde 0.1 a 1.0 at%.

El tiempo promedio del análisis es de 5 minutos para una revisión completa de 0 a 2000 eV. El análisis de picos seleccionados para estudio de defectos químicos, las imágenes elementales de Auger, y generalmente los perfiles de profundidad toman mucho mas tiempo.

III.1.1.1 Información que proporciona Auger (53).

-Información de profundidad de- 2 a 10 monocapas

-PPM- 1000

-Límite de detección en (g/cm²)- 10^{-10}

-Diferencias de sensibilidad para el rango de elementos- 10

-Rango de elementos- $Z > 2$

-Detección de isótopos- no

- Bandas de energía- para casos especiales
- Perfiles de profundidad- si se hace sputtering

- Composición química de una monocapa: de unos pocos nm en profundidad.
- Búsqueda - en línea
- Distribución elemental de imágenes - (mapas)

Fundamentos de Auger

Los electrones Auger son producidos cada vez que inciden sobre un átomo radiaciones de fotones, electrones, iones o átomos neutrales; durante la interacción radiación-átomo hay un excedente de energía suficiente para remover un electrón de las capas interiores (K,L,M,...) dejando al átomo en un estado excitado con un hueco interno, esto es un electrón que falta en los niveles internos.

Estos átomos son inestables y su desexcitación ocurre rápidamente (menos de 10^{-8} seg.), resultando en la emisión un rayo-x o un electrón Auger figura 3.1. Cuando el rayo-x es absorbido por un electrón, este último es emitido desde el átomo y es expulsado en forma de un fotoelectrón. El átomo resultante con un electrón faltante en la capa K extraviado es inestable y la excitación ocurre inmediatamente, resultando en la emisión un rayo-x o un electrón Auger.

El proceso es demostrado en la figura 3.1b. La energía cinética E_{k_e} de este electrón Auger emitido de la superficie de la muestra es:

$$E_{k_e} = E_k - E_{L_{2,3}} - \phi$$

Donde O es la función trabajo de la muestra.

En la práctica cuando las mediciones se realizan en un espectrómetro metálico de electrones, la función trabajo del analizador es menos importante que aquella de la muestra (23). La función de trabajo típica de un analizador es de 3 a 5 eV, y es una constante. De este modo la $E_{k\alpha}$ de un electrón Auger es característica del átomo desde el cual es originado. La generación de un electrón Auger requiere de una participación de al menos 3 electrones del átomo, es por esto que los átomos de helio e hidrógeno no pueden ser detectados por Auger.

III.1.1.2 Emisiones Auger y Sensitividad de Elemento Ligero.

Un átomo excitado por la emisión de un electrón puede decaer a un estado de energía más baja por diferentes procesos de los cuales los de emisión de rayos-x y Auger son los más probables. La excitación Auger es el modo común de ligar orbitales de baja energía, la emisión de rayos-x es igual o más dominante probablemente para orbitales ligados más fuertemente. Por eso la emisión de rayos-x es igual o mayor desde los orbitales internos de elementos pesados. Todos los elementos, excepto el helio e hidrógeno producen alto rendimiento Auger, haciendo altamente sensible al AES para la detección del elemento ligero.

III.1.1.3 Probabilidad de Emisión Auger y Análisis Cualitativo.

El ejemplo mostrado en la figura 3.1b describe la emisión de un electrón Auger específica por la transición $K, L_{2,3}$.

Las series de transiciones de varios niveles representadas para las series KLL, LMM, MNN y así sucesivamente son mostradas en la gráfica de la energías principales de los electrones Auger (figura 3.2) . La gráfica muestra las energías en las cuales aparece el electrón Auger principal y su intensidad relativa para cada elemento. Un círculo cerrado representa el mas alto rendimiento Auger de transición relativa a otros o los mismos elementos. Esto y gráficas similares son usadas como referencias para identificar un espectro Auger.

III.1.1.4 Modo de Excitación Primaria.

La excitación primaria puede realizarse por varias partículas energéticas, resultando como estado final la emisión de electrones Auger. La facilidad de la generación de electrones usando corrientes en el rango de 0.05 a 5 microamperes por cm^2 , la facilidad de enfocar y deflectar electrones son las principales ventajas para usar rayos electrónicos como la excitación primaria. A este respecto las imágenes de electrones secundarios son frecuentemente usadas para localizar con precisión la posición de interés en la superficie de una muestra. También para generar imágenes de los elementos químicos presentes en la superficie con la emisión Auger.

III.1.1.5 Distribución de la energía de los electrones secundarios.

La figura 3.3 muestra las tres formas típicas de presentación de los espectros de electrones Auger generados por bombardeo de una muestra de plata por un haz de electrones primario con energía de 1Kev, estas son:

a) La distribución de la energía de los electrones $N(E)$ versus el número de electrones. El pico alrededor de 1Kev representa la dispersión elástica de los electrones primarios. Los picos con energía un poco más baja que la del pico elástico (1Kev) corresponden a aquellos electrones que interactúan con un plasmón, por lo tanto con pérdida de energía no discreta. Los picos en la región más baja de energía entre 0 y 50 ev corresponden a los llamados verdaderos electrones secundarios, y que han pasado por múltiples ----. Los picos Auger son muy pequeños, estando alrededor de 350 ev .se obtiene por excitación con un haz de electrones primarios de 1 KeV.

b) Este espectro ---de aplicar por 10 el $dN(E)$, así el espectro Auger se distingue claramente, ya que estas señales representan el 0.1% del total de la corriente.

c) Una señal pequeña mostrada sobre un fondo grande y con constante se resuelve mucho mejor obteniendo la derivada

$$\frac{dN(E)}{d(E)}, \text{ ver figura 3.3.}$$

La altura pico a pico medida de la trayectoria más positiva a la más negativa en la dN/dE del espectro y las áreas bajo la curva $N(E)$ demostraron ser proporcionales al número de átomos que originan a los electrones Auger. Estas medidas hechas sobre el espectro son comunmente usadas para cuantificar la composición química de la muestra analizada.

III. 1.1.6 Profundidad de Escape del Electrón.

El rango de energía cinética común de los electrones Auger es de 20 a 2500 eV. Estos pueden sufrir eventos de dispersión y por lo mismo pérdida de energía. Solo aquellos

electrones de regiones cercanas a la superficie pueden escapar sin perder energía y así pueden identificarse como electrones Auger.

En el rango de energía de interés la profundidad de escape varía entre 2 y 10 monocapas de la superficie del sólido. La información contenida en los espectros Auger es así representativa de la composición química superficial del sólido.

La profundidad de escape de los electrones Auger es independiente de la energía usada para los electrones primarios.

III.2 Análisis Cuantitativo.

El análisis cuantitativo básicamente se concreta en tres pasos :

a) Para definir el elemento relacionado a la energía detectada se consulta los datos de la figura 3.2. Como normalmente se encuentra más de un elemento para las energías que se busca, se deben analizar los espectros Auger de los elementos, luego observando las energías del pico principal del elemento que uno esperaría que fuera (por ser un aleante de la muestra en cuestión), se compara y se escoge al elemento que tenga su pico principal en la energía mas cercana a la energía medida.

Para determinar la concentración química de cada elemento, se aplica la fórmula:

$$C_x = \frac{I_x / S_x}{\sum_i I_i / S_i}$$

Donde C_x es la concentración del elemento que se desea, I_x es la diferencia de amplitudes pico a pico del elemento en cuestión, S_x es el factor de sensibilidad relativa obtenido de la Figura 3.4 respectivamente, I_i es la diferencia de amplitudes de cada uno de los elementos detectados en el espectro, empezando por el elemento del cual se desea obtener la concentración, S_i es la sensibilidad relativa de cada uno de los elementos correspondientes a su respectivo I_i .

CAPITULO IV

Propiedades Mecánicas

Medidas de las propiedades mecánicas:.

IV.1 Pruebas de dureza.

Las pruebas que se emplean para obtener esta característica son por medio de los siguientes métodos: Brinell, Rockwei, Vickers y Shore. La dureza puede clasificarse, según su procedimiento de medición en tres grupos (2).

1) Los que miden dureza mineralógica, esta es la que oponen los cuerpos a ser rayados.

2) Los que miden la resistencia que oponen los cuerpos a la penetración. Esta es la que mas frecuentemente se mide, y puede ser determinada estáticamente o dinámicamente, es decir, se puede ejercer la presión progresivamente o por medio de un golpe.

3) Los que miden la dureza elástica o al rebote.

El interés que se tiene por conocer la dureza de un material, es por diferentes causas, que van desde la necesidad de comparar la resistencia hasta la de conocer la penetración y el desgaste. La mecanización de los materiales es otra característica por la que intereza conocer la dureza, pues sirve de guía para que un material pueda ser trabajado.

IV.1.1 Pruebas de microdureza.

La dureza de un material (15) está determinado por la fuerza de una indentación en la superficie de un material, bajo una descarga bollante. Usualmente las indentaciones en las pruebas de microdureza son mas pequeñas que en las pruebas anterlores pero pueden ser medidas con un microscopio. Con las pruebas de microdureza se puede determinar la dureza de diferentes microconstituyentes que forman una estructura, o debida a una medida de dureza excesiva, así como aquellas encontradas en el caso de endurecimiento.

Una prueba de dureza de microindentación usa una máquina callbrada (microdurómetro) para producir una indentación con una punta de diamante de geometría específica bajo una carga de prueba de 1 a 1000 gr/fza., en la superficie del material de prueba y midiendo ópticamente las diagonales (15).

Para determinar la microdureza se emplea la fórmula

$$D = K \frac{P}{L}$$

Donde P es la carga aplicada sobre la punta de diamante medidas en unidades de gr/fza., L es la diagonal medida en micras y K es una constante propia del equipo de medición (1).

La Figura 4.1 muestra el concepto físico de los datos empleados.

IV.2 Detalle de la microdureza Vickers.

Esta microdureza se mide con el método de ensayo ideado por el inglés Vickers. La medición de la microdureza Vickers, es similar a la medición que se hace por el método Brinell, su principio se basa en la resistencia que oponen los cuerpos a ser penetrados y también se halla la dureza, dividiendo la carga por la superficie de la huella.

Para determinar la microdureza, el equipo cuenta con un penetrador, de diamante tallado en forma de pirámide cuadrangular de 136° entre caras, de esta forma la microdureza es

$$H = \frac{P}{E^2} \cdot 1.854$$

siendo H la dureza Vickers, P la carga aplicada en kg. y E_1 y E_2 las diagonales de la huella, y

$$E = \frac{E_1 + E_2}{2}$$

cabe señalar que el ángulo de 136° fue elegido para que las cifras Vickers coincidan² con la Brinell. Esto ocurre hasta 250 unidades, pero a partir de esta cifra la dureza Vickers es siempre algo superior a la Brinell. La diferencia al principio es pequeña, pero es bastante grande para durezas elevadas.

² La microdureza Vickers queda mejor definida y constantemente precisa por el diamante, que se utiliza como cuerpo penetrador. No así para la dureza Brinell que es muy incierta, porque se utiliza una bola de acero. La microdureza Vickers podría decirse que se debe elegir como única para medir, cuando la dureza del metal a ensayar, por antecedentes se sepa que es superior a 500 Brinell, porque a partir de esta cifra la deformación de la bola es de bastante importancia.

Otras de las características definidas, es que los resultados que se obtienen son siempre comparables debido al cuerpo penetrador. Las cargas que normalmente se utilizan en su definición varían entre 1 y 120 kgs., siendo la carga normal de 30 kgs.

El carácter que le da la capacidad de medirse como microdureza, es que un microscopio puede ser usado durante la medición; por lo que se ha podido determinar la dureza de los constituyentes de estructura utilizando dos cargas muy pequeñas de 1 a 500 grs.

Por tanto es posible medir microdureza en toda clase de materiales blandos y duros así como también chapas muy delgadas. Por ello la microdureza Vickers juega un papel muy importante, podría decirse único en estudios e investigaciones científicas.

La forma de hacer la medición es aplicando una carga por medio de un juego de palancas que mueven una leva. Después de mantener la carga durante un cierto tiempo, relativamente corto, -se coloca automáticamente un microscopio sobre la huella, automáticamente al paso anterior se levanta la punta del diamante. La huella formada es muy pequeña (Figura 4.1) y sus bordes forman en la superficie ensayada un cuadrado cuyas diagonales se miden en la retícula graduada y luego en una tabla se determina la dureza, o se aplica la fórmula antes mencionada.

CAPITULO V

Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Es una técnica analítica en la cual la imagen es formada por el barrido de un haz de electrones, éste, está sincronizado con el rastreo de una radiación de electrones puntual sobre el área explorada de la superficie de la muestra.

V.1 Usos Generales.

-Imágenes de superficies las cuales pueden ser amplificadas por sectores en un rango de 10 a 100,000x. Resolución de características en el rango de 3 a 100 nm, dependiendo de la muestra.

-Cuando está equipado con un detector de retrodispersión, estos microscopios permiten: (1) observaciones de fronteras de grano en algunas muestras, (2) observación de dominios en materiales ferromagnéticos, (3) Evaluaciones de las orientaciones cristalográficas de granos con diámetros entre 2 y 10 μm , y (4) imágenes de una segunda fase en algunas superficies cuando la segunda fase tiene un promedio diferente al número atómico.

V.2 Ejemplos de aplicaciones.

- Investigación de muestras preparadas metalográficamente bajo las condiciones antes mencionadas, del microscopio óptico.
- Investigación de superficies fracturadas y la penetración requerida de algunas superficies de la profundidad de campo que van más allá de lo posible con el microscopio óptico.
- Evaluación de orientación cristalográfica en una superficie preparada metalográficamente, por ejemplo, granos individuales, fases precipitadas y dendritas.
- Identificación de las características químicas por cortes micrométricos de la superficie de muestras gruesas, por ejemplo, inclusiones, fases precipitadas y partículas.
- Evaluación del gradiente de la composición química sobre la superficie de muestras gruesas sobre distancias aproximadas de 1 μm .
- Investigación del dispositivo semiconductor por características de análisis de falla, control de función, y verificación de la designación

Los límites de medidas de las muestras en el SEM son generalmente de 15 a 20 cm, pero hay algunas regiones que no pueden ser examinadas más allá de 4 a 8 cm (28).

V.3 La Microscopía Electrónica de Barrido en General.

Es una técnica muy eficaz para analizar la estructura y composición de muestras conductoras, pues atravesando en ella electrones como fuente excitadora en lugar de fotones, se facilita la correlación de imágenes macro y microscópicas.

También tiene gran capacidad analítica, pues al combinar la información estructural y los rayos-x emitidos genera una buena descripción de la muestra.

Estos y otras facetas como son detector de sub-superficies, y estudios de fractura "in situ" hacen del SEM una herramienta ideal para el estudio de superficies fracturadas

V.3.1 Instrumentación del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).

El SEM se divide en 4 sistemas para su operación Figura 5.1 :

Sistema de Imagen e Iluminación.- Abarca la fuente de electrones y serie de lentes que generan el uso de electrones enfocándolo hacia la muestra.

Sistema de exhibición (Monitor).- Es la obtención de datos y análisis a través de la muestra y las señales de datos obtenidas durante la irradiación.

Sistema de Muestreo.- Es un tubo de rayos catódicos sincronizados con la detección de electrones para que la imagen pueda ser observada y grabada en cinta.

Sistema de vacío.- Se encarga de remover los gases que interfieren con la operación del SEM.

El modo de operación de estos sistemas es como sigue:

V.3.1.1 Sistema de Imagen e Iluminación.

Este sistema cuenta con un cañón de electrones y una serie de lentes magnéticos convergentes que reducen el diámetro del haz electrónico y enfocan la radiación a la superficie de la muestra.

Este cañón consiste en un filamento de tungsteno incandescente que emite electrones, También tiene una rendija protectora centrada sobre la inclinación del filamento y el ánodo el cual es sostenido por un potencial altamente positivo proveniente del filamento.

Estos tres componentes actúan como lentes electrostáticos emitiendo los electrones que son acelerados por una diferencia de potencial entre el filamento y el ánodo en el sistema de imágenes.

En este sistema el diámetro de radiación es reducido de 4000 a 10 nm de los niveles de la muestra, cada pérdida de electrones es interceptada por aberturas tal que esta radiación golpea la muestra produciéndose una exploración y deflexión de la radiación en un patrón x,y esta actividad es reproducida en una observación protegida con un patrón de rastreo. Dentro de este sistema, existen algunos factores que pueden obstaculizar la información de alta calidad de la muestra; ellos son voltaje acelerado, diámetro de radiación, nivel de aberraciones esféricas y astigmatismo pero también incluye instrumentos específicos para resolverlos.

a) Voltaje Acelerado: Es la diferencia de potencial entre el filamento y el ánodo y se obtiene acelerando el voltaje V_0 (vacío por el número atómico Z y la profundidad de la perforación radiactiva incidente y se da por la fórmula (28)

$$d_p \alpha \frac{W_a V_0^2}{Zr}$$

W_a = peso atómico

r = densidad

Un efecto secundario es la formación de un volumen excitado más largo que el diámetro de radiación. La localización del volumen excitado depende del ángulo de incidencia de la excitación electrónica y debe conocerse para una correcta interpretación de los datos de rayos-x.

b) Diámetro de radiación.- Es el ancho de la radiación incidente en la superficie de la muestra. Una medida pequeña de mancha siempre produce imágenes de mas alta calidad.

c) Aberraciones esféricas.- Son originadas porque el campo electromagnético es más fuerte a lo largo del centro del eje óptico y debilita progresivamente la periferia. Como expectativa pueden centrarse los ejes ópticos y reemplazarse regularmente.

d) Astigmatismo.- Son aberraciones ópticas causadas por errores en lentes magnéticos y se manifiestan como asimétricos en formas circulares o elípticas, pueden compensarse incorporando lentes débiles llamados estigmatadores.

V.3.1.2 Sistema de Información.

El sistema de información consta de cinco características importantes de operación (Figura 5.2), estas son: señales de electrón, efectos de la geometría del instrumento y de la muestra, señales de rayos-x, imagen de onda térmica y por último estudios "in situ".

En el caso de las señales de electrón, se presentan como colisiones elásticas e inelásticas. Las primeras producen electrones llevando datos de topografía y composición (ejemplo una micrografía). Las colisiones inelásticas depositan energía dentro de las muestras, la cual regresa al estado base por liberación de electrones secundarios, rayos-x y fotones incandescentes.

La imagen convencional del SEM consiste de más electrones secundarios que de electrones retrodispersados.

La ventaja y la distinción entre los electrones retrodispersados y los electrones secundarios, es que los primeros pueden ser usados para reflejar número atómico; aumentando el número de electrones retrodispersados reflejados por un incremento en el peso atómico de la muestra. Esta es una técnica poderosa cuando es usada en conjunción con análisis de rayos-x.

Respecto a los efectos de la geometría del instrumento y la muestra. La geometría de la muestra, eje óptico, y las influencias del detector en la colección de información. La muestra es manipulada con inclinaciones x, y, z y controles rotacionales. El eje z controla el peso de la muestra. Para el análisis de rayos-x, la muestra debe estar al nivel del detector porque los rayos-x, siguen una trayectoria lineal.

La nitidez de la imagen es solamente afectada por muestras inclinadas. Los electrones secundarios y la colección de rayos-x puede ser maximizada por inclinaciones de las muestras hacia el detector. El ángulo óptimo depende de la topografía de la muestra. La no atención de este ángulo puede originar datos que no correspondan a la exacta imagen.

En cuanto a las señales de rayos-x, las características de rayos-x son distintas en cuanto a la energía liberada de la excitación de átomos. La composición de la muestra es analizada por medio de longitud de onda o energía de rayos-x.

Los rayos-x se originan de los electrones de transición en la órbita de un átomo (Figura 5.3). Aunque hay algunas superposiciones entre las energías de los rayos-x. Todos los átomos generalmente poseen al menos un rayo-x, el espectro de rayos-x que es el

único de ese elemento.

Estas señales pueden ser captadas por dos métodos, el de espectroscopía de la energía dispersada (EDS) o el de espectroscopía de dispersión de la longitud de onda (WDS). El primero es el método más comúnmente usado en SEM para análisis de rayos-x, el segundo es más bien usado para pruebas de microanálisis de rayos-x con SEM (46-48).

V.3.1.2.1 Imágenes de ondas térmicas.-

Es una técnica de alta resolución que se aplica cercana a la superficie que produce resultados de imágenes para localizar cambios en parámetros térmicos (49). Así que, esta técnica es mucho más usada para analizar mecanismos microelectrónicos, tiene aplicación en la metalurgia para la detección de defectos de subsuperficies (5 a 10 μm) e imágenes de características metalográficas de muestras unipolares.

Por último los estudios "in situ" son posibles con la llegada de amplias cámaras de muestras del SEM que ha permitido diseños de mecanismos de análisis in situ de comportamientos mecánicos.

V.2.1.3 Sistema de Muestreo o Exhibición (MONITOR).

Las imágenes del SEM son proyectadas en un CRT sincronizadas con el sistema de imágenes. Las micrografías son registradas por un CRT de alta resolución, usualmente en cintas polaroid. Con muy bajo índice de exploración de (30 a 120 s) son usados

para mejorar las señales de proporción de ruido. El contraste y brillo son modulados por el operador del SEM.

Los parámetros de operación que influyen la calidad de la correcta micrografía incluyen aceleración de voltaje, clasificación de la medida de la radiación pequeña, óptima geometría de la muestra, y alineamiento de la columna.

Muchos microscopios electrónicos de barrido tienen varios dispositivos de proceso de señales que modulan la imagen. La gama de modulación domina niveles muy oscuros o claros. De esta forma es usado para muestras de superficies muy rugosas. Otros aparatos incluyen protección para grietas para aumentar el doble o imágenes de diferentes modos, ejemplo, la exhibición lado por lado de electrones secundarios e imágenes de electrones retrodispersados de la misma área.

El aspecto más importante es el de imágenes registradas por fractografía, este consiste en mantener la perspectiva y la orientación. En general, solo áreas seleccionadas de una superficie fracturada son examinadas en profundidad.

V.3.1.4 Sistema de Vacío.

La forma como opera éste, es que la columna óptica del SEM y la muestra trabajada son operados bajo condiciones de alto vacío ($\geq 10^{-4}$ torr) para mejorar la calidad de imágenes.

Este sirve para minimizar la contaminación y en general para extender la vida de servicio de todos los componentes.

V.3.1.4.1 Preparación de Muestras.

El método menos agresivo de preparación puede seleccionarse por algunas muestras fracturadas. Los mejores criterios para preparar muestras para el SEM, son las muestras conductoras, limpias y lo bastante pequeñas para entrar en la cámara de análisis. Algunas muestras no conductoras, se preparan con recubrimientos de película delgada conductora.

El manejo y limpieza de las superficies fracturadas son los aspectos mas importantes en la preparación de muestras fracturadas.

V.3 Mantenimiento.

El mantenimiento de los sistemas; de iluminación e imágenes requiere reemplazamiento de filamentos cada 40 horas (vida promedio de servicio), vacío, y la cubierta de la columna, así como el alineamiento de la columna (45)

CAPITULO VI

DESARROLLO EXPERIMENTAL

VI.1 Preparación de muestras para nitruración

Toda vez que se escogió al acero H-12 para esta experimentación por los motivos explicados en el resumen, se procedió a realizar cortes de muestras con medidas de 1.0 cm x 1.0 cm x 0.5 cm. (Figura 6.1 b) (por ser esta la medida del portamuestras del equipo de análisis para aplicar la técnica Auger). Posteriormente, estas mismas, se sometieron al proceso de templado y revenido, a temperaturas de 1050°C y 550°C respectivamente, con tiempos de sesenta minutos aproximadamente.

Con el templado se logra un cambio de fase en la microestructura del acero, obteniéndose una matriz martensítica ya que se considera esta fase es susceptible de mejorar sus propiedades mecánicas por nitruración.

Al término del revenido, se dejaron enfriar las muestras dentro del mismo horno hasta que alcanzaron la temperatura del medio ambiente. En este proceso la fase del acero cambia de martensita a la fase hierro alfa sobresaturado con carburo de hierro (7). Aunque lo mas normal es que se obtenga martensita revenida. Durante este enfriamiento se presentó un descascaramiento, que es el carbono oxidado generado después de haber sometido las muestras a templado (2).

Inmediatamente después del revenido se procedió a debastar y pulir a espejo una cara de cada una de las muestras, para lo cual se utiliza una pulidora con lijas que van de mayor a menor tamaño de granulado, por último se pule con alúmina hasta 0.5 μm . Hasta aquí se consideran preparadas las muestras para el proceso de nitruración

iónica. Se procede a guardar las muestras en un desecador portamuestras para que no se contaminen.

VI.2 Nitruración.

Antes de someter las muestras a este proceso, se les sometió a un lavado por un tiempo de 15 minutos en una cámara de ultrasonido, conteniendo alcohol etílico para descontaminarlas, de cualquier elemento posible, inclusive de oxidación. Asimismo se revisó el funcionamiento de la cámara de nitruración en cuanto a calibración del paso de los gases, de la fuente de potencia, de los amperímetros, de las conexiones del ánodo y cátodo, y de la bomba de vacío.

Se colocaron las muestras y se aplicó un vacío de 0.13 Pa., durante 15 minutos para descontaminar el interior, posteriormente se dió paso a los gases aplicando un voltaje de 300 V, donde se empieza a generar el plasma, es decir con la composición del gas para que se ionice. Cuando alcanza la temperatura de 450°C se presenta la óptima penetración de nitrógeno por ionización, debido al intercambio de iones de la muestra de acero a dicha temperatura con los iones generados por el plasma. La penetración del nitrógeno en el acero, depende también del tiempo que dure el tratamiento de nitruración.

En la tabla 6.1 se presentan las condiciones de operación establecidas.

Al término de los tiempos designados de nitruración se cerró el paso de los gases y de la fuente de potencia, las muestras se dejan en el interior hasta enfriarse.

VI.3 Análisis fractográfico.

La técnica de la fractografía (25) se emplea para conocer el endurecimiento y la profundidad de la capa nitrurada. Se utilizaron muestras de 1x1x 0.5 cm, ranuradas a una profundidad de 0.8 cm (Figura 6.1 b) en la mitad de la cara de 1x1 cm con una cortadora de baja velocidad LECO VC-50, utilizando un disco de 0.38 mm de espesor de filo de diamante. Las muestras fueron enfriadas hasta la temperatura del nitrógeno líquido (aproximadamente 77°k), como se muestra en la Figura 6.2 (25) y después fracturadas, inmediatamente se lavaron en acetona y se secaron con aire caliente. Sobre una de las mitades se hizo el análisis de la fractura a lo largo de la cara perpendicular a la superficie nitrurada, utilizando un microscopio electrónico de barrido Jeol T-200.

VI.4 Preparación para análisis por Microscopía Electrónica de Barrido.

Para este estudio se utilizó una de las muestras fracturadas. Por ello fueron desbastadas y pulidas con alúmina hasta 0.05 micrómetros. Para revelar la microestructura es necesario usar muestras limpias por lo que se atacaron con nital (2% de ácido nítrico en alcohol etílico). Las superficies nitruradas fueron analizadas en un microscopio electrónico de barrido Jeol T-200. El microscopio electrónico tiene mayor resolución y profundidad de foco que el microscopio óptico (25).

En general, en los casos de algunas muestras que no son conductoras, éstas, son cubiertas con una película delgada conductora para que no interfiera con imágenes su carga neta negativa en el momento de examinarse con el SEM. Cuando hay interferencia se puede examinar con aceleraciones de muy bajo voltaje (aproximadamente 5 kilovolts) cubriendo la muestra con una película conductora

permite usar altos voltajes (15 a 20 kilovolts) con significativos incrementos en la calidad de imágenes (37).

VI.5 Preparación para medir microdureza.

Para la construcción de los perfiles de microdureza (25) se utilizaron las mitades de las muestras resultado del estudio de fractografía.

Las muestras fueron colocadas en un portamuestras (Figura 6.3 a), para poder obtener una superficie totalmente perpendicular a la cara nitrurada, se desbastaron y pulleron hasta alúmina de $0.3 \mu\text{m}$. La distribución de indentaciones mostradas en la figura 6.3 b es la forma esquemática ensayada para obtener los perfiles de microdureza. Se utilizó un microdurómetro Matsuzawua MHT-2 con una carga de 200 g. Se midió la microdureza desde la superficie nitrurada hasta una profundidad de $500 \mu\text{m}$.

VI.6 Preparación para estudios Auger.

Generalmente no es necesario (12), sin embargo se sometió a un proceso de descontaminación en una cámara de ultrasonido durante 15 minutos.

Se procedió a colocar las muestras nitruradas (2.5, 5 y 7.5 horas) en el portamuestras del equipo de análisis de superficies ESCA-SAM MOD 560 con analizador CMA (Cylindrical Mirror Analyser). Como las medidas de las muestras no permitieron la inclinación necesaria para el sputtering de la técnica, se procedió a cortar la muestra

nitruada a 5 horas (fig. 6.1 d) y se le dejó un grosor de 0.25 cm. Para conocer la profundidad de penetración de nitrógeno se hizo el análisis primero en el punto central. El análisis se desarrolló durante 15 horas en intervalos pequeños de sputtering para detectar el inicio de la aparición del nitrógeno.

Con la intención de saber además como se distribuye el nitrógeno hacia los lados del punto central, se hizo análisis a 2 puntos más de la misma, uno lateral y otro en una esquina de la muestra. En cada uno de estos puntos el análisis se desarrolló durante 10 horas.

Para tener el análisis en profundidad real, se cortó esta misma muestra a la mitad de forma ortogonal a la superficie nitruada (figura 6.1 h) y se le hizo sputtering de 5 minutos y análisis en cinco puntos en las profundidades mostradas en la tabla 7.5.

En cuanto a las muestras de 2.5 y 7.5 horas de nitruración se les hizo análisis sólo en el punto central para detectar el inicio de la aparición del nitrógeno.

CAPITULO VII

RESULTADOS

VII.1 AUGER

Estudios realizados a tres muestras de acero H-12, nitruradas a 2.5, 5 y 7.5 horas. Se les hizo análisis en la superficie nitrurada para observar la penetración y concentración de nitrógeno con la intención de llegar a los 200 μm de profundidad.

El esquema de los análisis se desarrolló como sigue:

A la muestra de 2.5 horas de nitruración -se le hizo sputtering en el punto central de frente a la superficie nitrurada, sólo para detectar el tiempo en que se registraba la aparición del nitrógeno penetrado. Este se registró a los 15 minutos de sputtering.

A la muestra de 7.5 horas de nitruración - se le detectó el nitrógeno en el punto central, a los 10 minutos de sputtering.

Estratégicamente se escogió la muestra nitrurada a 5.0 horas, a la cual, se le hicieron análisis en tres puntos (central, lateral y esquina) (ver figura 7.5), así como también, esta misma muestra, se cortó en mitades ortogonalmente a la cara nitrurada (figura 6.1h. A una de éstas, se le hizo análisis en cinco puntos bajando de la superficie nitrurada hacia el centro de la muestra.

Los análisis realizados a las muestras nitruradas a 2.5 y 7.5 horas, se hicieron de frente a la superficie nitrurada en el centro de estas.

A la muestra de 2.5 horas, se le hicieron cuatro únicos tiempos totales de sputtering, en los que el nitrógeno se detectó a los 15 minutos de sputtering, con un 26% de concentración de nitrógeno, luego a los 30 y 75 minutos de tiempo totales de sputtering, las concentraciones bajaron a 17.64% y 17.00% respectivamente. En estos dos últimos tiempos de sputtering, la concentración de cromo fue alta a los 30 minutos, y a los 75 minutos bajó drásticamente de 17.24% a 4.69% ver tabla 7.0.

De los espectros correspondientes que se observaron en el monitor del equipo, se observó mucha inestabilidad en la muestra respecto a la respuesta a la nitruración. En un siguiente sputtering realizado durante 15 minutos más (90 minutos de sputtering total), ya no se detectó nitrógeno, y por otro lado había tormentas eléctricas que interrumpían la energía eléctrica al equipo, lo que hizo que se perdiera la información, así, se suspendieron los análisis de esta muestra hasta donde se tuvo seguridad de lo medido y se prosiguió con el análisis de la siguiente. Cabe señalar que por necesidades de lograr la mayor profundidad de detección de nitrógeno en los análisis, se tenían que hacer diez horas mínimas de sputtering-análisis. Para ello se analizó la situación y se determinó concentrarse en el análisis de la muestra nitrurada a 5 horas por considerarse que se podría tener información intermedia respecto a los tiempos de nitruración de las otras dos muestras. Por ello es que el análisis de ésta se hizo al último.

Por lo anterior explicado se procedió con los análisis de la muestra nitrurada a 7.5 horas.

A esta muestra se le detectó el nitrógeno a los 10 minutos totales de sputtering, con una concentración de nitrógeno de 5.32%, con una concentración de cromo de 39.84% ver tabla 7.0 A. Se observó la diferencia de concentraciones entre estas muestras y se prosiguió con la muestra nitrurada a 5.0 horas.

Los análisis de frente en esta muestra, se desarrollaron a diferentes tiempos. Al punto central de la muestra de acero (el cuadro de la tabla 7.4 representa la superficie nitrurada de la muestra, donde A, B y C son los puntos analizados; central, lateral y esquina respectivamente), se le hizo sputtering-análisis durante 15 horas. Al principio se hicieron cuatro tiempos cortos sputtering-análisis para detectar el tiempo en que iniciaba la capa de nitrógeno penetrado, las siguientes profundidades se hicieron con tiempos de sputtering de media hora. Al término de este análisis se quemó una resistencia del potenciómetro del equipo, lo anterior llevó a evaluar la profundidad analizada y se determinó que en este tiempo 15 horas de análisis se logró penetrar unos 15 μm aproximadamente (28) por lo que se decidió suspender los análisis en ese punto de la muestra y pasar al siguiente programado. Los resultados son los que se muestran en la tabla 7.1 y su gráfica respectiva es la figura 7.2.

De los espectros obtenidos para el punto central y el porcentaje obtenido de nitrógeno hasta el último minuto de análisis, se observa que dicho elemento está aproximadamente constante. Cabe señalar que la observación se suspendió porque se sobrecalentó el potenciómetro del equipo, lo que ocasionó que la resistencia se quemara. Normalmente los análisis de superficies que se realizan en este equipo se hacen a lo más con 3.0 horas de sputtering. Así fué como se estimó necesario tomar este criterio como límite, tomando en cuenta también las características del material de que está constituida la muestra (en cuanto a dureza).

Lo anterior significó que más allá de este tiempo de análisis y esta profundidad penetrada, aún hay nitrógeno. Se observó que el porcentaje de nitrógeno continuaba constante. Lo anterior llevó a determinar, que se tenía una buena penetración de nitrógeno y un buen grosor de capa dura, tomando en cuenta que se detectó dicho elemento a los 16 minutos de haber iniciado el sputtering con un 11% de concentración y se estabilizó porcentualmente a los 60 minutos, (una de quince horas)

de haber iniciado el proceso (sputtering-análisis), en seguida se procedió con el análisis de los siguientes puntos programados.

En la figura 7.1 se muestra el cráter que dejó el sputtering en el punto central.

Respecto a los puntos B y C de la parte lateral y de la esquina de la muestra (cuadro de la tabla 7.4 representa la superficie nitrurada a 5 horas), se detectó el nitrógeno a los 20 minutos de sputtering pero al inicio con una concentración de nitrógeno de 3.70%. Asimismo, los datos de espectros obtenidos muestran valores aproximadamente igual para la concentración de nitrógeno respecto al punto central A.

Los datos de las tablas 7.2 y 7.3 siguientes, muestran la aproximada igualdad porcentual un contenido de nitrógeno aproximadamente igual, diferente a los datos de la tabla 7.1. La distribución porcentual también se puede ver en las gráficas de las figuras 7.2, 7.3 y 7.4.

En los datos comparativos de la media obtenida de concentración de nitrógeno respecto a las tablas 7.1 a 7.3 las concentraciones son: punto A 16.97%, punto B 11.73% y punto C 11.71%, tabla 7.4 y figura 7.5 .

Se observa en base a las concentraciones de nitrógeno que el punto central presentó una mayor concentración. Asimismo se observa una concentración ligeramente mayor de cromo (aproximadamente 2% más) en el punto central respecto a los otros dos puntos extremos de la muestra nitrurada a 5 horas, esto muestra una correlación mayor con la concentración de nitrógeno en ese mismo punto.

En cuanto a profundidad de penetración, se observa que es independiente del

porcentaje de concentración³ superficial entre el punto central y los puntos de las orillas de la muestra. A pesar de que dicha independencia, es clara, se observa también que la concentración de nitrógeno conserva diferentes sus porcentajes en las orillas respecto al centro de la muestra, lo que permite decir que la profundidad de penetración del nitrógeno es uniforme horizontalmente e independiente de la concentración (bajo las condiciones en que se nitruró la muestra).

Por otro lado se observa en las tablas 7.1 a 7.3 comparando el nitrógeno con cromo, que la concentración de nitrógeno tiende a incrementarse en donde hay mayor concentración de cromo.

Posterior al análisis ortogonal de la superficie nitrurada, en el punto central de la muestra cortada, se obtuvo:

El análisis de cinco puntos en diferentes profundidades (pero sobre la misma línea ortogonal a la superficie nitrurada), se observa que las concentraciones desde el borde (superficie de la muestra) hasta los 240 μm (ver tabla 7.5 y figuras 7.7 a 7.11) tiene, a groso modo, dos partes (ver la curva representativa de estos espectros figura 7.12) una entre 0 y 60 μm en la que las concentraciones de nitrógeno oscilan alrededor de 14% aproximadamente y la segunda en un suave decaimiento hasta las 240 μm con una concentración a esta profundidad de 7.9%. Asimismo se obtuvo un espectro con análisis de barrido desde la superficie hasta 200 μm (ver espectro figura 7.13), que corrobora la figura 7.12 .

Respecto a la relación de la tabla 7.6 obtenida de las figuras 7.7 a 7.11, que se

³Esto es, el N se detectó en los tres puntos analizados y la diferencia de concentración es debida a características fisicoquímicas.

expone en la figura 7.14 (38) de picos N/Fe en la que se insertan datos del acero H-12 nitrurado a 5 horas (con la misma mezcla de plasma), sobre los aceros que allí aparecen, que son también aceros herramienta nitrurados todos a 24 horas incluido el H-13 (del que se hace referencia y que no contiene tungsteno), se observa que el H-12 tiene mejor consistencia en la penetración de nitrógeno en ese tiempo de nitruración, así como mayor profundidad en la misma.

A pesar de que el acero D-2, que lo sobrepasa en la correlación de concentración de nitrógeno, la profundidad de penetración de éste, decae abruptamente de 0 a 60 μm aproximadamente, lo que hace suponer que no le da una consistencia en la dureza. Asimismo el H-13 que comparte puntos de partida en cuanto a N/Fe con el H-12, comienza a decaer aproximadamente a los 2 μm en cuanto a esta relación, terminando la curva en 100 μm , mostrando con esto una mas baja concentración de nitrógeno, así como una menor penetración de este. Así, podría considerarse con mejor consistencia en sus propiedades bajo estas condiciones al acero H-12.

VII.2 Microdureza.

Se comprueba a través de los perfiles de microdureza (25) que el efecto del proceso de nitruración iónica produce un incremento en la dureza superficial del acero. La dureza Vickers obtenida después del temple y revenido a 550 °C es de 541 kg/mm², mientras que los perfiles de la dureza obtenida con la nitruración, figura 7.15 a 7.17 inicia con 1200 kg/mm² y se homogeniza entre aproximadamente 600 y 650 kg/mm².

Esto es, en los perfiles de microdureza de 2.5 horas se presenta un comportamiento difusional simple, pero a medida que el tiempo de tratamiento aumenta se desarrolla una dureza superficial aproximada de 1200 kg/mm² en los primeros 60 μm , y en

promedio aproximado mas general hasta los $100 \mu\text{m}$ con una dureza de 1000 kg/mm^2 .

Este comportamiento de dureza que forma planicies en aceros aleados con cromo ya ha sido reportada (40), asimismo se relaciona con la existencia de un cierto nivel de saturación de nitrógeno en el acero y la formación de una capa rica en carbono la cual es empujada por el frente difusional de nitrógeno (25).

Una evidencia muy interesante se observa en las figuras 7.18 a 7.20 (25). En la figura 7.18 se observa que conforme aumenta el tiempo de tratamiento la dureza de la matriz disminuye como resultado de la temperatura de tratamiento (esto es entre 2.5 y 5 horas de nitruración) el cual puede atribuirse al tercer⁴ estado del revenido. Sin embargo presenta un endurecimiento secundario en la muestra nitrurada a 7.5 horas, producidos por la precipitación de finos carburos de aleación. Solo tres carburos de aleación son capaces de producir este efecto: W_2C , Mo_2C y VC (44), cabe señalar que el revenido de estas muestras fue de 550°C y que para los revenidos a 580°C (25) es contrario el comportamiento.

En la figura 7.19 los espesores de la capa endurecida basado en una dureza de 850 kg/mm^2 que representa el doble de la dureza de la matriz, muestran un crecimiento en función del tiempo y más pronunciado en el espesor de 2.5 a 5 horas.

Comparando las gráficas de las figuras 7.19 y 7.20 se observa una capa endurecida mayor. Esta capa endurecida tiene una fuerte relación no solo respecto al tiempo de nitruración, sino también en la concentración de nitrógeno como lo muestran las figuras 7.13 y 7.14 del análisis Auger que muestran bastante relación de dicha concentración con las planicies de dureza.

⁴ El tercer estado del revenido se define como el crecimiento y nucleación de cementita que disminuye el contenido de carbono en la matriz transformándola en una ferrita BCC, que se asocia a la pérdida de dureza (27).

VII.3 SEM (Microscopía Electrónica de Barrido), Fractografía.

La fractura en aleaciones metálicas y otros materiales (25) puede ocurrir de manera transgranular (a través de los granos) o intergranular (a lo largo de las fronteras de grano). De cualquier forma a pesar de los patrones de fractura, existen esencialmente cuatro modos principales: fractura por cavidades, clivaje, fatiga y por decohesión. Cada uno de estos modos tiene una apariencia característica de la superficie de fractura y uno o más mecanismos por medio de los cuales la fractura se propaga (43).

En las figuras 7.21 a 7.23 se muestran fracturas de muestras nitruradas de 2.5 a 7.5 horas respectivamente. Se puede observar en cada una de ellas el cambio en el tipo de fractura producido por el frente difusivo de nitrógeno, de tal forma que en el interior de la muestra la fractura observada (fractura por cavidades) tiene una mayor capacidad para absorber deformación y entre mas cerca de la superficie nitrurada el incremento de dureza produce que esta capacidad disminuya (25) (fractura por clivaje). Se observa que a mayor tiempo de nitruración, la capa endurecida tiene un cambio de fractura, ésta, es una mezcla de clivaje y decohesión de las fronteras de grano (fractura intergranular).

En la figura 7.20 (25) muestra los valores promedio del espesor de la capa endurecida medidos de las fractografías. Se observa una desviación que puede ser asociada a variaciones experimentales. Asimismo se pueden considerar otras complejidades tales como la influencia de la precipitación de nitruros, la saturación de nitrógeno y el desplazamiento del carbono (39). Otros autores también han reportado algunas desviaciones en sus resultados para la capa endurecida con nitrógeno en aceros aleados con cromo (40)

VII.4 SEM (Microscopía Electrónica de Barrido), Nitruros.

En la microestructura obtenida en la muestra después de templada y revenida figura 7.24, se puede observar una matriz de martensita revenida (25). Los cambios en la microestructura producidos por la presencia de nitrógeno a lo largo de los diferentes tiempos de tratamiento se pueden observar en las figuras 7.25 a 7.27 .

En la microestructura de la muestra nitrurada a 2.5 horas, se observa que ésta, no presenta diferencias apreciables entre la estructura en el interior y la estructura en el borde nitrurado figura 7.25 (25). Sin embargo a 5 ó más horas se observan diferencias claras entre la microestructura de la matriz y la que se produce en el borde nitrurado (figuras 7.26 y 7.27). Se encontró que las fronteras de grano dentro de la capa endurecida contienen una gran cantidad de precipitados (25). La fina martensita revenida que se observa originalmente en la matriz dentro de la capa endurecida tiende a crecer y las puntas se vuelven mas agudas. también se observa que entre las agujas de martensita revenida al final de la capa endurecida se producen pequeños huecos, los cuales pudieron haber estado ocupados por precipitados de carbono, el cual ha sido desplazado de la matriz por el nitrógeno (41, 39 y 42) emigrando tanto a las fronteras de grano como a los alrededores de las agujas martensíticas, lo cual produce que en la punta del frente de nitrógeno se forme una zona enriquecida de carbono (41). Este fenómeno produce que las fronteras de grano al final de la capa endurecida estén delimitadas por precipitados. Sin embargo en las figuras 7.28 a 7.30 (en partes de la muestra no definidas) se presentan algunos detalles de los bordes nitrurados donde también se observa precipitación en las fronteras de grano (25). En estas micrografías se observa que no hay producción de capa blanca (capa de compuestos) (25), justificando la pérdida de dureza en la superficie a tiempos largos debido a la descarburización de la matriz en la superficie (41, 39).

La diferencia de microestructura, observada entre la muestra nitrurada a 2.5 horas y la de 5 a más horas corrobora el resultado obtenido en la concentración de nitrógeno en Auger para la muestra de 5 horas en la que se encontró una bien distribuida concentración de nitrógeno en el punto central asociada con los porcentajes de cromo.

También se observa en las micrografías que a mayor tiempo de nitruración, las agujas martensíticas por la forma en que aparecen más delineadas se puede decir que obedecen a un campo de electromagnetización y en la microestructura los aleantes dan lugar al comportamiento de campo equipotencial (que podría ser el nitrógeno y el cromo que genera esta respuesta comportándose como soluto) en las fronteras de grano. Por tanto los aleantes buscan su concentración y ubicación según su valencia en este campo. Es obvio que esta respuesta también se puede entender que es debida a que el voltaje aplicado en el ánodo y cátodo a esos tiempos den lugar a esa respuesta o comportamiento microestructural.

Discusión.

En el análisis de la muestra de 2.5 horas, se observa que el valor inicial de la concentración de nitrógeno es de 26.0%, para luego bajar a 17.64% entre los primeros 15 y 30 minutos de sputtering, para volver a bajar la concentración a los 75 minutos, esto se considera como un cambio drástico e inestabilidad debido a pobre respuesta a la nitruración. Esto, al compararlo con las concentraciones obtenidas de cromo (para los mismos tiempos de sputtering) que son de 17.24% en los primeros 30 minutos para bajar a 4.69% en los 75.0 minutos totales de sputtering, se podría esperar que la concentración de nitrógeno también bajara drásticamente en los siguientes minutos de sputtering, comparándolo con los datos obtenidos de la tabla 7.1, en los que se observó que si sube la concentración de cromo, sube la

concentración de nitrógeno).

En el caso del análisis de la muestra a 7.5 horas sólo se puede decir que el valor inicial de la concentración de nitrógeno fue similar con las concentraciones encontradas en los valores inicial medidos en la muestra nitrurada a 5.0 horas.

En el análisis de 10 horas de Espectroscopía Auger a cada uno de los 3 puntos, se observa que la profundidad de penetración de nitrógeno es uniforme para la muestra nitrurada a 5 horas. Sin embargo la concentración es aproximadamente igual para los dos puntos extremos pero mayor en el punto central (ver tablas 7.1, 7.2 y 7.3 de concentraciones) y ver la tabla 7.4 de promedio de porcentajes de concentración.

De la tabla 7.4, se deduce que esta diferencia de porcentajes de concentración de nitrógeno entre el punto central y los puntos extremos, no sólo se ampara por los análisis realizados y datos obtenidos, sino además, porque las orillas laterales no fueron pulidas para recibir la nitruración. Esto hace que la superficie rugosa de estos lados, inhíba la penetración de nitrógeno y parece como si la difusión fuera obedeciendo a una saturación a partir del centro y de una cierta profundidad, y de allí hacia los lados y hacia arriba (cabe aclarar que estas diferencias solo se presentan en cuanto a concentración se refiere por que la penetración es uniforme). Como un dato asociado a esto la distancia entre el punto central y el lateral es de 0.5 cm y del central a la esquina es de 0.70 cm.

Por ello se recomienda que para lograr porcentajes de concentración uniformes, se pulan también los laterales de las muestras.

Con base en las suposiciones (expuestas en los resultados), de este comportamiento de las muestra, se preparó la "Tabla 7.7 "Características de las que depende la difusión".

Con las características determinadas en la tabla 7.7 que en este estudio se pudieron observar, indican que la profundidad de penetración de nitrógeno, depende de la capacidad de difusión y su velocidad a través y entre los granos (cristales), específicamente de esas características definidas en la tabla mencionada. Esto quizá redundará en uno o varios coeficientes de difusión.

Comparando el porcentaje de concentración del análisis en el punto central tabla 7.1 para la muestra nitrurada a 5 horas, que se detectó nitrógeno a los 16 minutos de sputtering, con el porcentaje del análisis realizado sobre la superficie perpendicular (misma muestra pero cortada ortogonalmente) a la cara nitrurada tabla 7.5, en la que se detectó nitrógeno desde el borde (0 a 5 minutos) ver figura 7.7.

Se observa aquí que el haber encontrado nitrógeno en el frente a los 15 minutos y en el análisis lateral se encontró desde el borde, el motivo es precisamente por el efecto de borde porque aquí, los puntos se fueron midiendo en profundidad con el tornillo micrométrico y a esto se le asocia un error de resolución del tornillo de alrededor de $2 \mu\text{m}$ que equivale a 2 horas aproximadas de sputtering (28) en los análisis de frente (sobre la superficie nitrurada).

Esto, justifica el que el espectro de borde del análisis lateral, tenga 15.8 % de concentración de nitrógeno que es el porcentaje contenido en ese tiempo de sputtering para los análisis de frente (ver. tablas 7.1, 7.2 y 7.3).

El análisis lateral nos indica la capacidad del H-12 para difundir al interior el nitrógeno y nos muestra, en base a sus concentraciones, una meseta inicial aproximada de $60 \mu\text{m}$, después de esta profundidad empieza a bajar la concentración suavemente y se observa que esto se debe a sus elementos aleantes, entre ellos (25) el WC y W_2C carburo de tungsteno y nitruros de cromo.

La prueba de microdureza aplicada a esta misma, en base al perfil de la figura 7.16 (25), deja ver también esta meseta como lo muestran las concentraciones de nitrógeno de $60 \mu\text{m}$, misma que en la parte siguiente decae suavemente.

En cuanto a la dureza determinada (25) por las indentaciones y la prueba de fractura de las muestras, las figuras 7.21 a la 7.23 muestran la superficie de fractura, obtenidas en las muestras revenidas a 550°C . En la figura 7.20 se muestran los valores promedio del espesor de la capa endurecida medidos de las fractografías. Los datos presentados son ajustados por medio de líneas rectas buscando alcanzar la relación conocida entre la profundidad y la raíz cuadrada del tiempo, asociada al proceso de difusión simple del nitrógeno en el acero. Se observa ligeramente mayor espesor en la capa endurecida de la muestra nitrurada por 7.5 horas respecto a la nitrurada 5 horas.

Se puede considerar que los mejores tiempos de nitruración para el H-12 son los de 5:00 y 7:30 horas esto se puede afirmar en base a la figura 7.18 b, a medida que el tiempo de tratamiento aumenta, la dureza de la matriz disminuye, resultado de la temperatura de tratamiento (figura 7.18 a y 7.18 b) y que se le puede atribuir al tercer⁵ estado del revenido(25).

Conclusiones y recomendaciones.

-La penetración de nitrógeno es uniforme respecto a profundidad y diferente respecto a concentración.

-La concentración de nitrógeno es menor en las orillas y mayor en el centro de la

⁵ El tercer estado del revenido: se define como el crecimiento nucleación de cementita que disminuye el contenido de carbono en la matriz transformándola en una ferrita BCC, que se asocia a la pérdida de dureza(27).

muestra 17% y 12% respectivamente.

-Se observa que los porcentajes de concentración de nitrógeno generan una curva similar a la curva de dureza y muestran consistencia en una zona aproximada de 60 μm (figura 7.13). En la primera mayor de 14 % de concentración y en la gráfica de microdureza arriba del 1100 kg/mm² figura 7.16.

-Las causas de las diferencias porcentuales de concentración podrían deberse a dos motivos: 1) las caras laterales de la muestra no fueron preparadas metalográficamente para recibir la nitruración. Además tenían un poco de óxido quemado durante la temperatura de revenido, 2) los granos de nitruros de hierro se comportan en las micrografías como si estuvieran influenciados por un campo electromagnético y la mayor influencia la muestran hacia la superficie nitrurada, figuras 7.28 a 7.30 comparadas con la figura 7.24 microestructura antes de ser nitrurada que muestra como si estuviera formada por granos redondos.

-Del punto anterior se deduce que el primer concepto inhibe la penetración lateral, esto hace que la difusión obedezca a una saturación a partir del centro y de una cierta profundidad y de allí hacia los lados y hacia arriba.

-Donde hay mayor concentración de cromo se detectó mayor concentración de nitrógeno (Tabla 7.1 datos del punto central, estas variaciones no se presentaron en los otros puntos).

-Los mejores tiempos de nitruración, se lograron a 7.5 horas. (Comparando solo con la dureza, figuras 7.18-b).

-En las micrografías se observa ligeramente mayor espesor de la capa endurecida en

la muestra nitrurada a 7.5 horas, respecto a la nitruración a 5 horas.

-La forma de la estructura que se observa en la micrografía, tiene una correlación con los porcentajes de concentración de nitrógeno. (la parte superior forma un arco abierto hacia la superficie nitrurada, esto permite decir que los porcentajes están influyendo en la formación de la microestructura) figura 7.26 .

-El acero H-12 comparándolo en la figura 7.14 con los aceros H-13 y H-11, así como con los aceros D-2, M-2 y 4140 reportados con anterioridad (38), muestra una mayor consistencia como respuesta a la nitruración.

-Con las características descritas se concluye que la capacidad de difusión y su velocidad a través y entre los granos son influencia de las características especificadas en la tabla 7.7 .

Recomendaciones

-Se recomienda que para lograr porcentajes de concentración uniformes (en profundidad) se pulan también los laterales de las muestras.

-Para el caso de piezas industriales es recomendable que se tome en cuenta esto, pues es probable que influya en la dureza de los extremos respecto al centro, aunque esto también dependa de la forma de las piezas y de las características de su uso.

-Hacer un estudio de microdureza a tres puntos de las muestras (centro, orilla-esquina y orilla-central).

-Hacer un análisis Auger para medir la concentración de nitrógeno en una dirección ortogonal a la superficie nitrurada, además de un análisis de barrido, en los tres puntos que se haya medido microdureza. Lo anterior para determinar la correlación de dureza Vs concentración de nitrógeno.

Referencias:

- 1) Acero, Serie La Ciencia desde México, Lorenzo Martínez.
- 2) Tratamientos térmicos de los Aceros, José Apraiz Barreiro.
- 3) Source; 1977 Metal Progress Databook, ASM Source Book on Industrial Alloy and Engineering Data ASM ENGINEERING BOOK SHELF.
- 4) Nitride width and microhardness in a H-12 ion nitrated steel.
- 5) El materialista aleaciones con memoria de forma (GACETA UNAM núm. 264 MAR/26/92).
- 6) Evaluation of nitrides in nitrated nitralloy steel by Auger Electron Spectroscopy (Script Met 16 (1982), 667)).
- 7) Aceros especiales. José Apraiz Barreiro.
- 8) Temple del Acero Wanke Schramm (182 Knuppel, H.J. Brotzmann, K., und Eberhard, F.: Nitrieren von stahl in der Glimmentladung. Stahl u., Eisen. 78. Jg. (1958) S.1871.
- 9) B. Edenhofer, Physical and metallurgical aspects of ionitriding, parts I and II. Heat Treatment of Metals, 1974, 1, pp. 23-88 y 1974.2, pp.59-67.
- 10) Memorias del 4º encuentro de Investigación Metalúrgica. Saltillo, Coah. México. Nov. 1984.
- 11) Yu. M. Lakhtin. Prospective developments in nitriding. Metals Science and Heat Treatment, Vol 22, no. 7, July 1980, pp. 501- 509.
- 12) Handbook (a. Joshi, Lockheed Palo Alto Research Laboratory).
- 13) E.C. Bain and H. W. Paxton, Alloying Elements in Steel, pp. 238-247, ASM (1966).
- 14) G.A. Roberts, Tool Steel, 4 th, Ed. ASM (1984).
- 15) Handbook Vol. 8 Mechanical Testing.
- 16) P. Auger, J. Phys. Radium, Vol 6, 1925, p 205.
- 17) L. A. Harris, J. Appl Phys., Vol 39, 1968, p 1419.

- 18) A. Joshi, L. E. Davis, and P. W. Palmberg, in *Methods of Surface Analysis*, A. W., Czanderna, Ed., Elsevier, 1975.
- 19) D. Briggs and M. P. Seah. Ed., *Practical Surface Analysis by Auger and X-Ray Photoelectron Spectroscopy*, John Wiley & Sons, 1983.
- 20) C.C. Chang, *Surf, Sci.*, Vol 25, 1971, p 53.
- 21) D.F. Stein and a. Joshi *Annu. Rev. Mater. Sci.*, Vol 11, 1981, p 485.
- 22) G.E. McGuire and P. H. Holloway, in *Electron Spectroscopy: Theory, Techniques and Applications*, vol 4, C.R. Brundle and A.D. Baker, Ed., Academic Press, 1981.
- 23) R.S. Swingle II and W. M. Riggs. *CRC Crit. Rev. Anal. Chem.*, Vol 5 (no. 3), 1975, p 267.
- 24) **Source Book on Industrial Alloy and Engineering Data ASM ENGINEERING BOOK SHELF**
- 25) "Cinética de precipitación durante nitruración iónica del acero H-12", Tesis de maestría José Luis Albarrán Gómez.
- 26) **ASM Comitee on Gas Carburizing and Carbonitriding**, ASM, ed., pp. 1-215, Ohio (1977).
- 27) G. A. Roberts. *Tool Steel*, 4 th. Ed. ASM (1984).
- 28) *Methodos of Surface Analysis* A.W. Czaderna (Elsevier Scientific Publishing Company (1975)).
- 29) **Dies and die Materials for Hot forging METALS HANDBOOK vol. 14 Forming and Forging.**
- 30) B. Edenhofer, *Heat treatment of Metals* 1974. 1, 1, pp. 23-28.
- 31) A. M. Staines and T. Bell, *Thin Solid Films*, 86, 201 (1981).
- 32) T. Bell *Proceedings of Spring Review Conference*, Institution of Metallurgists, ed., pp. 1-19, London (1979).
- 33) C. K. Jones, S. W. Martin, D. J. Sturges and M. Hudis, *Heat Treatment'73*, The Metals Society, London (1975).
- 34) B. Edenhofer, *Production Ionitriding*. *Metal Progress*, March (1976), pp. 181-185.

**ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA**

- 35) P.D. Townsend, Ion Implantation, Sputtering and their Applications, pp. 111-147, Academic Press, 1976.
- 36) B. Chapman, Glow Discharge Processes, Sputtering and Plasma Etching, John Wiley and Sons, 1980.
- 37) Barbra L. Gabriel, Packer Engineering Associates, Inc (Metals Handbook, Ninth Edition Vol-12 Fractography.
- 38) Memorias del 4° Encuentro de Investigación Metalúrgica. Saltillo, Coah. México. Nov. 1984
- 39) k. Ozbaysal, O. T. Inal And A. D. Roming, Materials Science and Engineering, 78, pp. 179-191 (1986).
- 40) B. J. Lightfoot and D. H. Jack. Heat Treatment '73, Metals Society, pp. 59-65, London (1975).
- 41) S. Mirdha and D. H. Jack, Scripta Metallurgica, 18, 1189-1194 (1984).
- 42) P. Ferguson and K. H. Jack, Scripta Metallurgica, 18, 1189-1194 (1984).
- 43) Metals Handbook, Volumen 12, Fracture, Ninth Edition (1985).
- 44) T. Bell, Heat Treatment of Metals, 2.39 (1975)
- 45) B. L. Gabriel, SEM: A User's Manual for Materials Science, American Society For Metals 1985.
- 46) S. J. B. Reed, Electron Microprobe Analysis, Cambridge University Press 1975.
- 47) J. I. Goldstein et al., Scanning Electron Microscopy and x-ray Microanalysis, plenum Press, 1981.
- 48) D.T. Quinto et. al., Low-Z Element Analysis in Hard Materials, Plenum Press, 1983.
- 49) A. Rosenswaig, Science, Vol 218, 1982, p.223
- 50) L. Martínez, Metales y Aleaciones en la Ciencia de los Materiales, Edit. Guillermo Aguilar, Fondo de Cultura Económica, en prensa.
- 51) Metals Handbook Ninth Edition Vol. 3 Properties and Selection:Stainless Steels, Tool Materials and Special-Purpose Metals. p 422,423

52) J. L. Albarrán, J. T. Cisneros, R. Lovera, E. F. Robles y M. A. Villagrán.

Tesis de Licenciatura. Fac. de Química, UNAM (1985).

53) H. Hantsche, Scanning Vol. 11 (1989), p 257-280

TABLAS 1.1 Y 1.2

C	Si	Mn	Cr	Ni	V	W	Mo	S	P	Fe
0.32	0.22	0.28	5.19	0.14	0.24	2.32	1.24	0.024	0.024	Bal.

TABLA 1.1 COMPOSICION QUIMICA (% EN PESO) DEL ACERO H-12 (REF. 25)

C	Si	Mn	Cr	Ni	V	W	Mo	Fe
0.20-0.40	0.80-1.20	0.20-0.80	4.75-5.50	0.30 max	0.20-0.50	1.00-1.70	1.25-1.75	Bal.

TABLA 1.2 LIMITES DE LA COMPOSICION QUIMICA PORCENTUAL DEL ACERO H-12 (REF. 51)

TABLA 6.1

VARIABLE	RANGO DE OPERACION
TEMPERATURA, °C.	490-510
VOLTAJE, VOLTS	410-440
CORRIENTE, Amperes	0.40-0.50
PRESION, Torr	8-10.
MEZCLA DE GASES, % en vol.	80-20-,H2-N2

TABLA 6.1 CONDICIONES ESTABLECIDAS PARA OPERACION

ACERO H-12 NITRURADO A 2.5 HORAS

TABLA 7.0 DE CONCENTRACIONES



PUNTO DE ANALISIS: CENTRAL

TIEMPO DE SPUTTERING (minutos)	TIEMPO TOTAL SPUTTERING (minutos)	% CONCENTR NITROGENO	% CONCENTR CROMO	% CONCENTR OXIGENO
0:10	0:10 -	-	-	-
0:05	0:15	26.02 -		36.99
0:15	0:30	17.64	17.24	31.13
0:45	1:15	17.00	4.69	1.94

ACERO H-12 NITRURADO A 7.5 HORAS

TABLA 7.0 A) DE CONCENTRACIONES

PUNTO DE ANALISIS: CENTRAL

TIEMPO DE SPUTTERING (minutos)	TIEMPO TOTAL SPUTTERING (minutos)	% CONCENTR NITROGENO	% CONCENTR CROMO	% CONCENTR OXIGENO
0:05	0:05 -	-	-	-
0:05	0:10	5.32	39.84 -	

TABLA 7.1

ACERO H-12 NITRURADO A 5 HORAS

TABLA 7.1 DE CONCENTRACIONES



PUNTO DE ANALISIS: CENTRAL

TIEMPO DE SPUTTERING (minutos)	TIEMPO TOTAL SPUTTERING (minutos)	% CONCENTR NITROGENO	% CONCENTR CROMO	% CONCENTR OXIGENO
0:01	0:01 -	-	-	-
0:05	0:06 -	-	-	-
0:10	0:16	11.00 -	-	-
0:15	0:31	11.20	24.20	21.40
0:15	0:46	17.52	11.98	11.81
0:15	1:01	14.71	8.36	6.01
0:30	1:31	14.82	4.13	5.45
0:30	2:01	12.73	5.34	19.43
0:30	2:31	33.06	10.71	37.31
0:30	3:01	49.81	16.56	7.70
0:30	3:31	14.59	4.73	1.87
0:30	4:01	13.09	5.87 -	-
0:30	4:31	13.45	5.67 -	-
0:30	5:01	14.11	5.42 -	-
0:30	5:31	13.33	6.10 -	-
0:30	6:01	14.70	5.64 -	-
0:30	6:31	15.83	5.97 -	-
0:30	7:01	15.86	5.86 -	-
0:30	7:31	16.99	4.70 -	-
0:30	8:01	15.69	4.16 -	-
0:30	8:31	15.23	5.54 -	-
0:30	9:01	15.04	5.96 -	-
0:30	9:30	15.90	5.50 -	-
0:30	10:00	14.83	5.40 -	-
5:00	15:00	14.54	6.27 -	-

TABLA 7.2

ACERO H-12 NITRURADO A 5 HORAS

TABLA 7.2 DE CONCENTRACIONES



PUNTO DE ANALISIS: LATERAL

TIEMPO DE SPUTTERING (minutos)	TIEMPO TOTAL SPUTTERING (minutos)	% CONCENTR NITROGENO	% CONCENTR CROMO	% CONCENTR OXIGENO
0.05	0:05 -	-	-	-
0:05	0:10 -	-	-	-
0:10	0:20	3.80 -	-	46.60
0:10	0:30	6.60 -	-	42.10
0:15	0:45	9.50 -	-	30.20
0:15	1:00	7.70 -	-	40.80
0:30	1:30	13.06	4.10	7.34
0:30	2:00	12.16	3.49	7.03
0:30	2:30	13.12	5.86	3.19
0:30	3:00	12.70	4.60	2.80
0:30	3:30	12.40	3.20 -	-
0:30	4:00	13.60	5.20 -	-
0:31	4:31	13.55	5.16 -	-
0:29	5:00	13.35	6.34 -	-
0:30	5:30	13.47	3.96 -	-
0:30	6:00	12.86	5.45 -	-
0:30	6:30	12.85	5.88 -	-
0:30	7:00	13.52	5.70 -	-
0:30	7:30	13.70	5.27	3.49
0:30	8:00	13.84	5.20	2.14
0:30	8:30	11.70	5.97 -	-
0:30	9:00	12.97	4.12 -	-
0:30	9:30	10.52	6.41 -	-
0:30	10:00	11.12	5.65 -	-

TABLA 7.3

ACERO H-12 NITRURADO A 5 HORAS

TABLA 7.3 DE CONCENTRACIONES



PUNTO DE ANALISIS: ESQUINA

TIEMPO DE SPUTTERING (minutos)	TIEMPO TOTAL SPUTTERING (minutos)	% CONCENTR NITROGENO	% CONCENTR CROMO	% CONCENTR OXIGENO
0:01	0:01 -	-	-	-
0:10	0:11 -	-	-	-
0:05	0:16 -	-	-	-
0:04	0:20	3.65 -		46.10
0:10	0:30	4.35 -		12.50
0:15	0:45	8.05 -		12.60
0:15	1:00	11.86	3.18	14.35
0:30	1:30	13.20	5.30	3.59
0:30	2:00	14.74	4.94	2.42
0:30	2:30	12.96	6.06 -	
0:30	3:00	15.22	5.08 -	
0:30	3:30	12.92	6.38 -	
0:30	4:00	13.26	8.07 -	
0:30	4:30	13.66	5.99	3.40
0:30	5:00	12.33	4.25	2.65
0:30	5:30	12.67	5.78	3.40
0:30	6:00	14.31	6.03 -	
0:30	6:30	12.59	4.26 -	
0:30	7:00	7.70	6.35	2.61
0:30	7:30	14.66	4.76 -	
0:30	8:00	13.92	4.22 -	
0:30	8:30	14.02	4.50 -	
0:30	9:00	13.81	6.35 -	
0:30	9:30	13.21	6.98 -	
0:30	10:00	12.74	8.15 -	

TABLA 7.4

TABLA 7.4 PROMEDIO DE % DE CONCENTRACION

**PROMEDIO DE PORCENTAJES DE CONCENTRACION
DE NITROGENO (TRES PUNTOS DE LA MUESTRA A
MISMOS TIEMPOS DE SPUTTERING (10 HORAS)
CON 22 DATOS CADA UNO. DE LAS TABLAS 7.1
7.2 Y 7.3**

A	B	C
16.97%	11.73%	11.71%

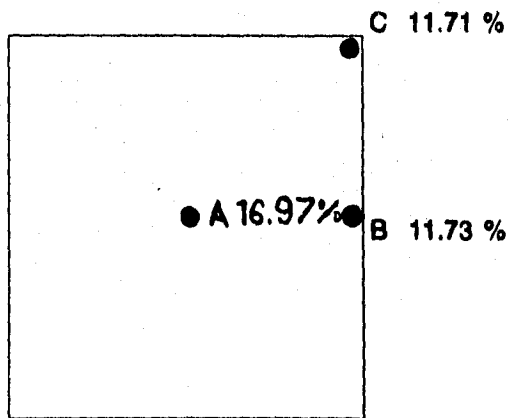


TABLA 7.5

ACERO H-12 NITRURADO A 5 HORAS

TABLA 7.5 DE CONCENTRACIONES

PUNTO DE ANALISIS: CARA LATERAL CENTRAL
DE LA MUESTRA CORTADA A LA MITAD
BAJANDO EN PROFUNDIDAD CON EL TORNILLO
MICROMETRICO.

TIEMPO DE SPUTTERING (minutos)	PROFUNDIDAD DE PUNTOS DE ANALISIS (micras)	% CONCENTR NITROGENO	% CONCENTR CROMO	% CONCENTR OXIGENO
0:05	0	15.80	2.40	13.70
0:05	20	14.50	3.10	11.10
0:05	100	10.20	3.00	14.50
0:05	160	9.70	2.70	16.20
0:05	240	7.90	3.70	9.90
	0	15.8		
	20	14.5		
	100	10.2		
	160	9.7		
	240	7.9		

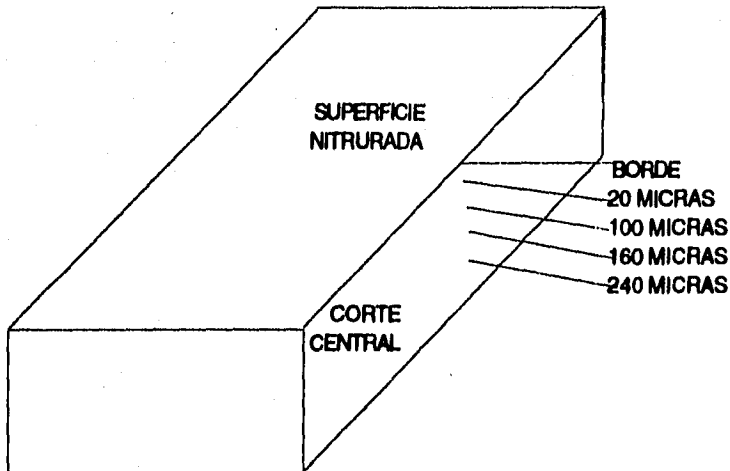


TABLA 7.6

ACERO H-12 NITRURADO A 5 HORAS

**TABLA 7.6 RELACION DE PICOS AUGER N/Fe
(REF. TABLA 8.5) Y COMPARACION CON OTROS ACEROS.
TRATADOS CON LAS MISMAS TECNICAS, A DIFERENTES TIEMPOS**

**PUNTO DE ANALISIS: PUNTO CENTRAL CARA LATERAL BAJANDO
CON TORNILLO MICROMETRICO.**

**PROFUNDIDAD N/Fe
DE ANALISIS**

0.0BORDE	0.345
20 MICRAS	0.313
100 MICRAS	0.223
160 MICRAS	0.211
240 MICRAS	0.154

TABLA 7.7 CARACTERISTICAS DE LAS QUE DEPENDE LA DIFUSION
VELOCIDAD DE DIFUSION

- .-Tiempo de nitruración a que se haya sometido la muestra.

- .-Elementos aleantes (porcentajes en las muestras)

- .-Capacidad de enlace iónico de cada uno de los elementos. (aunque la mayoría de enlaces no sean producidos con el nitrógeno en estado ionizado, pero si por la ionización entre cada uno de ellos debido a la temperatura que transmite el sistema a la muestra durante el tratamiento).

- .-Temperatura del plasma en la que hace reaccionar iónicamente a los elementos de la muestra (tanto de ablandamiento de la muestra, como de la reacción de las cargas positivas y negativas. (Aunque en esto no trato de contradecir que la nitruración iónica no provoca cambios apreciables de fase a las muestras, si estas fueron templadas a una temperatura mayor. Lo anterior debido a que esa temperatura no interactúa directamente con la muestra.

- .-Temperatura de la muestra en la que reacciona cada elemento para hacer el intercambio iónico.

- .-Fase en que se encuentra el acero además de nitrurado.

- .-Tamaño de grano.
 - Tamaño de grano
 - Estructura de grano (cristal).
 - Forma de las fronteras de grano.
 - Componentes aleantes de las fronteras de grano.

- .-Distribución de uniformidad de concentraciones de los elementos aleantes.

- .-Pulido de las superficies de las muestras de nitruración.

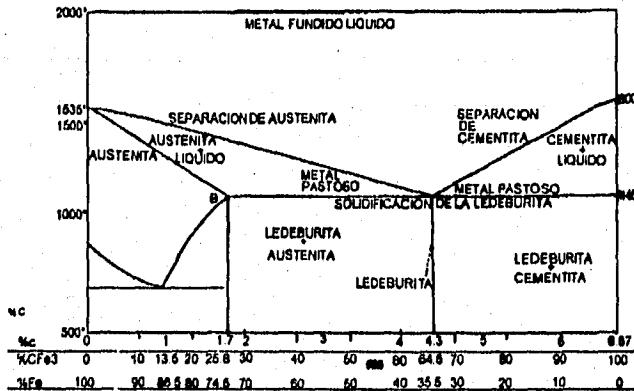


FIGURA 1.1 DIAGRAMA HIERRO-CARBONO

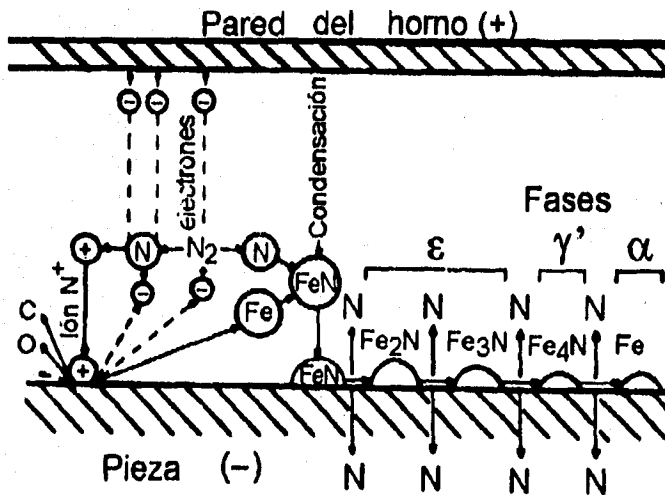


FIGURA 2.1 REPRESENTACION ESQUEMATICA DEL MECANISMO DE FORMACION DE LOS NITRUROS SOBRE LA SUPERFICIE (30)

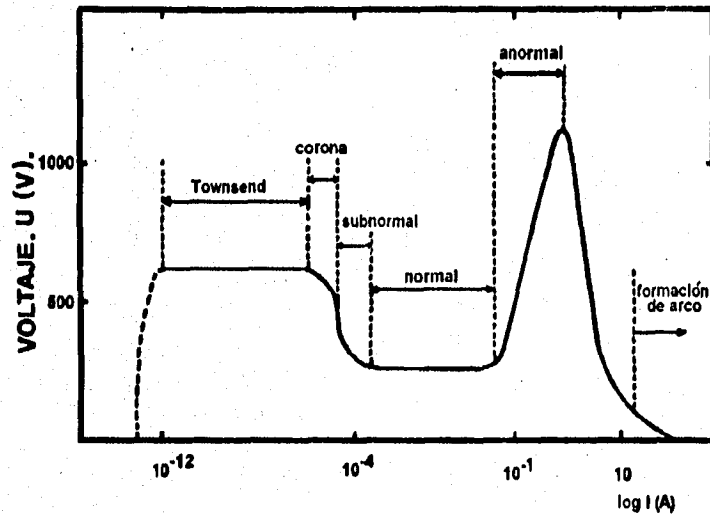


FIGURA 2.2 ZONAS DE LA CURVA VOLTAJE-CORRIENTE PARA UNA DESCARGA LUMINOSA.

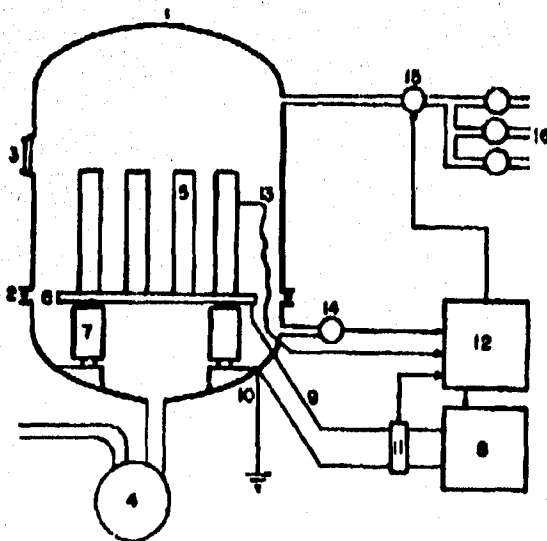


FIGURA 2.3 PLANTA INDUSTRIAL DE NITRURACION IONICA.

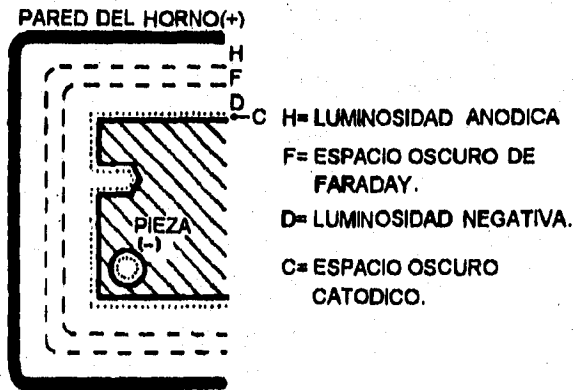


FIGURA 2.4 PARTES DE UNA DESCARGA LUMINOSA.

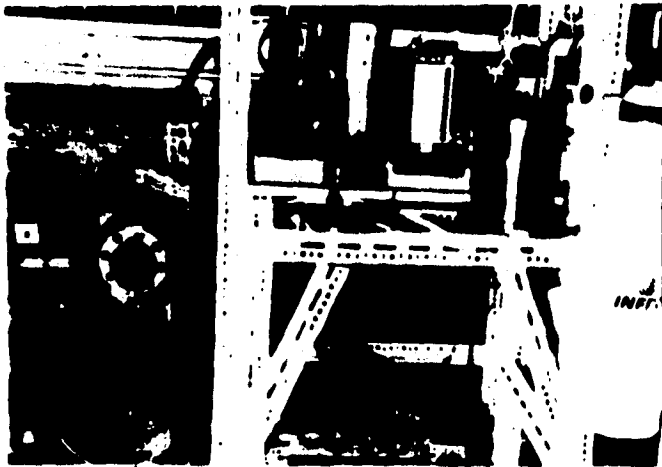


FIGURA 2.5 A) VISTA GENERAL DEL SISTEMA DE NITRURACION IONICA.

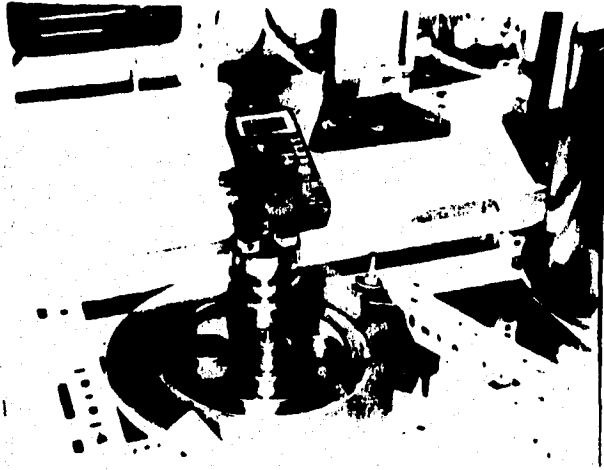


FIGURA 2.5 B) DETALLE DEL INTERIOR DE LA CAMARA DE NITRURACION IONICA.

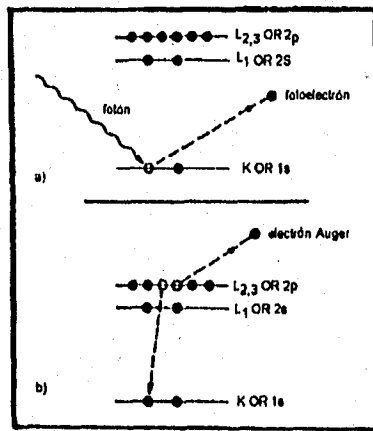


FIGURA 3.1 DIAGRAMAS DE LA EXCITACION Y DEL NIVEL DE ENERGIA DEL FOTOLECTRON (a), Y DEL ELECTRON AUGER (b).

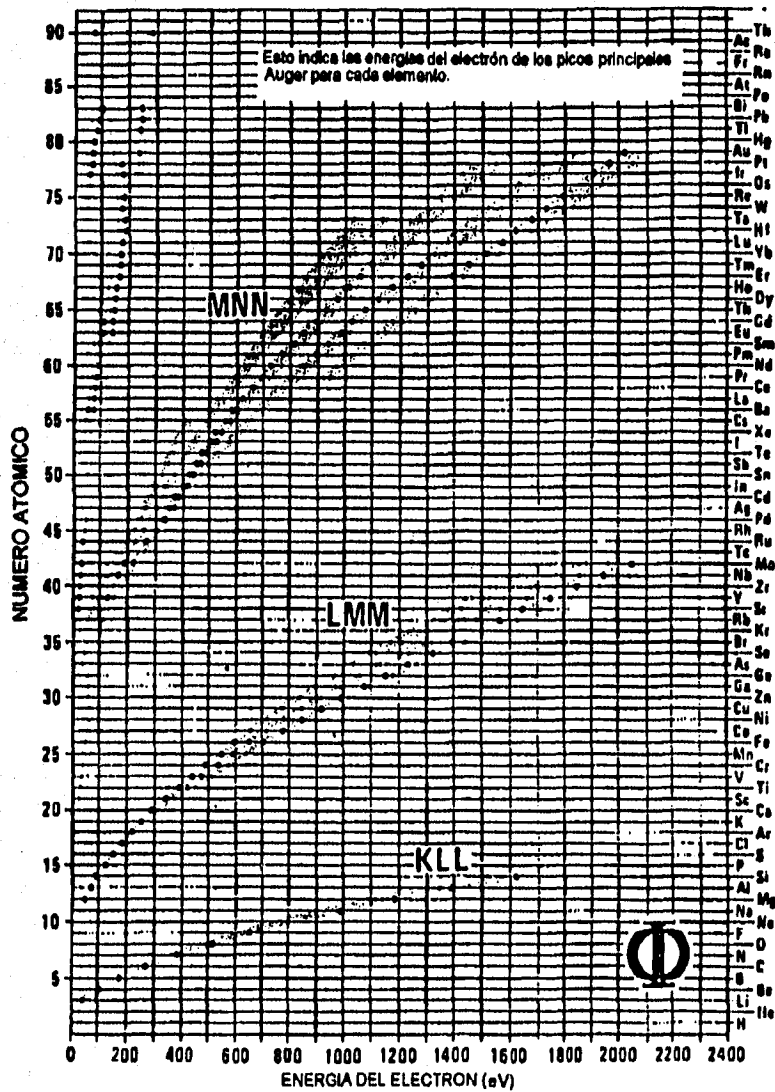


FIGURA 3.2 CARTA DE LAS ENERGIAS PRINCIPALES DE LOS ELECTRONES AUGER

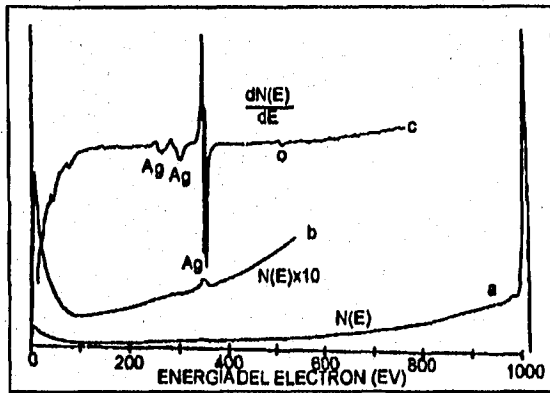


FIGURA 3.3 ESPECTRO AUGER DE PLATA PRESENTADO EN DIFERENTES CONDICIONES (19))

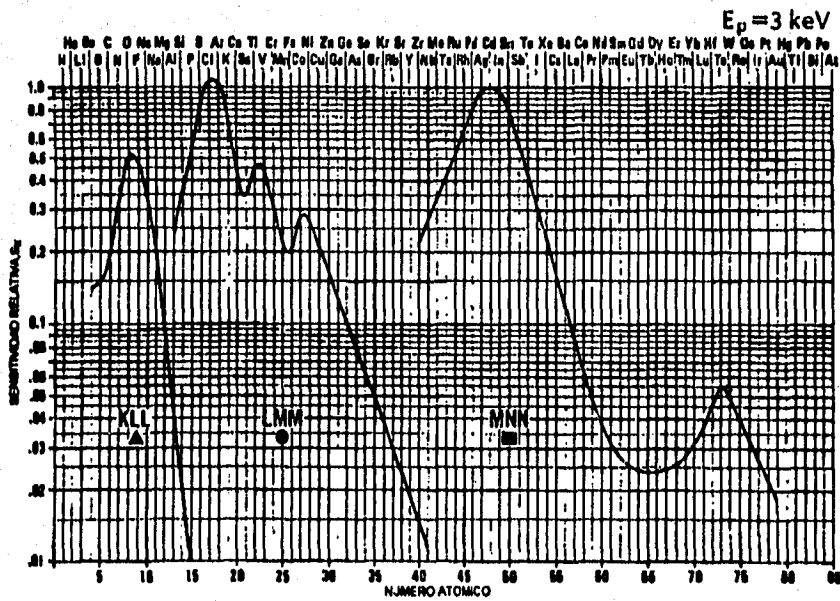


FIGURA 3.4 CARTA DE LAS SENSITIVIDADES RELATIVAS AUGER DE LOS ELEMENTOS.

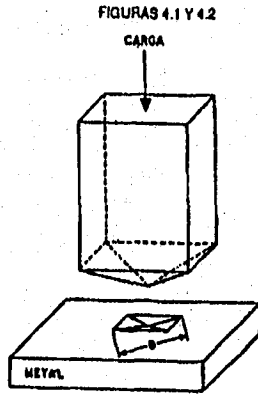


FIGURA 4.1 PUNTAS DE DIAMANTE EN FORMA DE PIRAMIDE Y LA HUELLA QUE DEJA EN UN METAL. CON LA CARGA INVARIABLE LA PUNTA DE DIAMANTE HARA UNA HUELLA GRANDE EN UN METAL BLANDO, Y POR EL CONTRARIO EN UN METAL MAS DURO LA PUNTA PENETRARA MENOS Y LA HUELLA SERA MENOR.

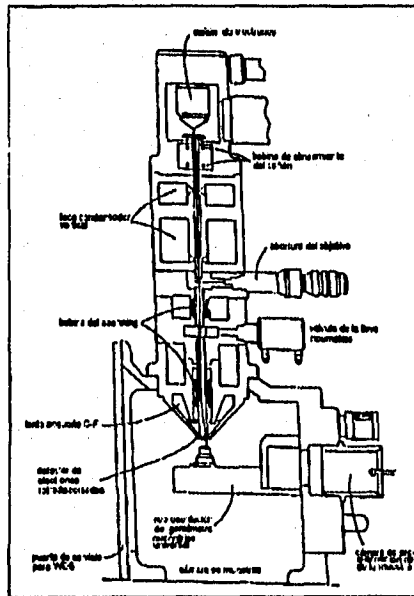


FIGURA 5.1 ESQUEMA DE LA SECCIÓN TRANSVERSAL DE UN MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO.

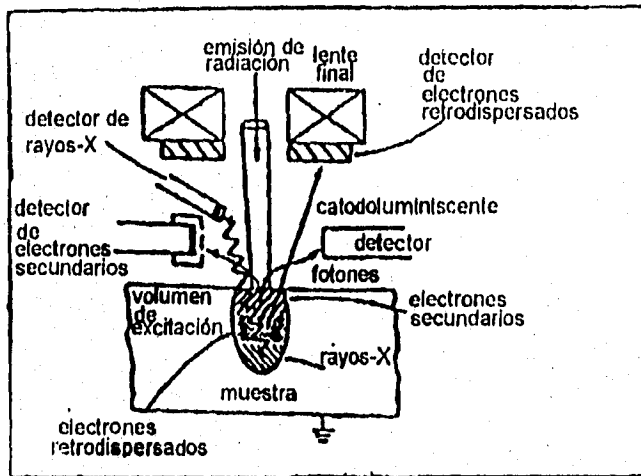


FIGURA 5.2 ORIGEN Y DETECCION DE SEÑALES DE DATOS

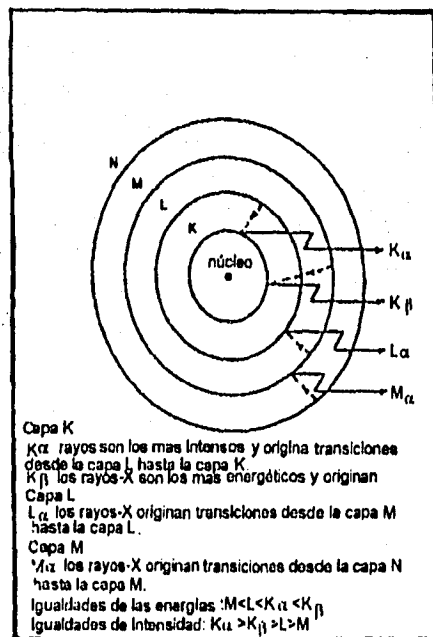
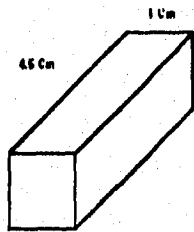
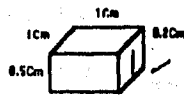


FIGURA 5.3 ORIGEN DE RAYOS-X EXPUESTOS EN EL ATOMO DEL MODELO DE

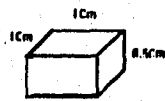
BOHR.



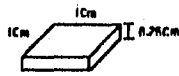
a)



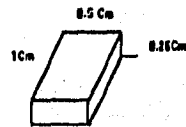
b)



c)



d)



h)

FIGURAS 6.1 CORTE Y TIPOS DE MUESTRAS UTILIZADAS DURANTE EL TRATAMIENTO, a) MUESTRAS PREPARADAS PARA TRATAMIENTO TERMICO, b) MUESTRAS PARA FRACTOGRAFIA, c) MUESTRAS PARA ANALISIS AUGER, d Y h) MUESTRAS CORTADAS DESPUES DE NITRURADAS PARA ANALISIS AUGER.

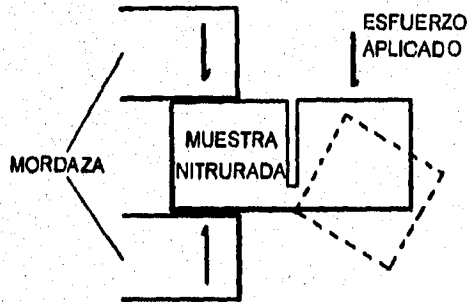


FIGURA 6.2 REPRESENTACION ESQUEMATICA DEL ENSAYO DE FRACTURA

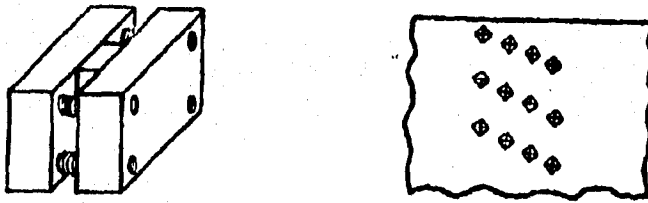


FIGURA 6.3 a) PORTAMUESTRAS UTILIZADO PARA LA PREPARACION METALOGRAFICA Y b) REPRESENTACION ESQUEMATICA DE LOS PERFILES DE MICRODUREZA.

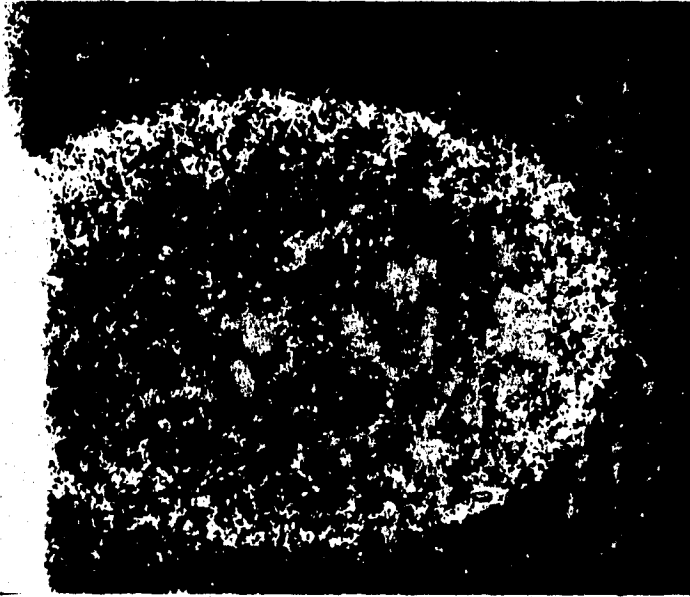


FIGURA 7.1 CRATER DEL PUNTO CENTRAL DE LA MUESTRA, DEJADO POR EL SPUTTERING (BOMBARDEO) CON IONES DE ARGON DURANTE EL ANALISIS AUGER.

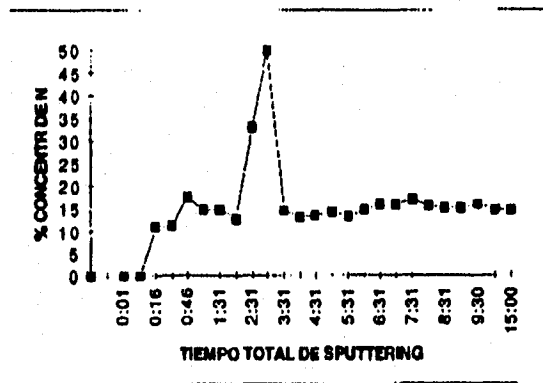


FIGURA 7.2 GRAFICA DE REPRESENTACION DEL PORCENTAJE DE CONCENTRACION DE NITROGENO PENETRADO RESPECTO AL TIEMPO DE SPUTTERING DEL PUNTO CENTRAL.

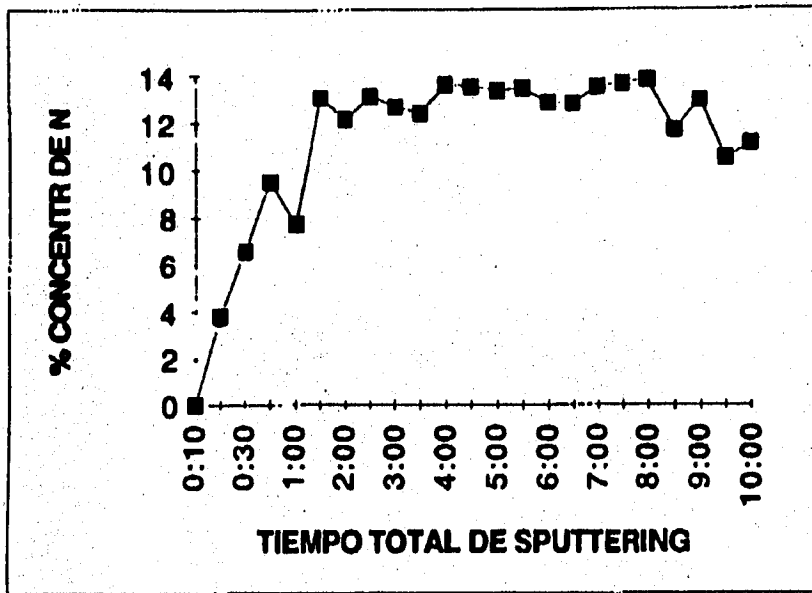


FIGURA 7.3 GRAFICA DE REPRESENTACION DEL PORCENTAJE DE CONCENTRACION DE NITROGENO PENETRADO RESPECTO AL TIEMPO DE SPUTTERING DEL PUNTO LATERAL.

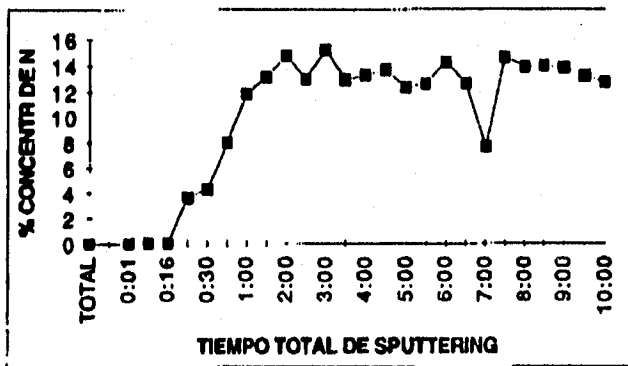
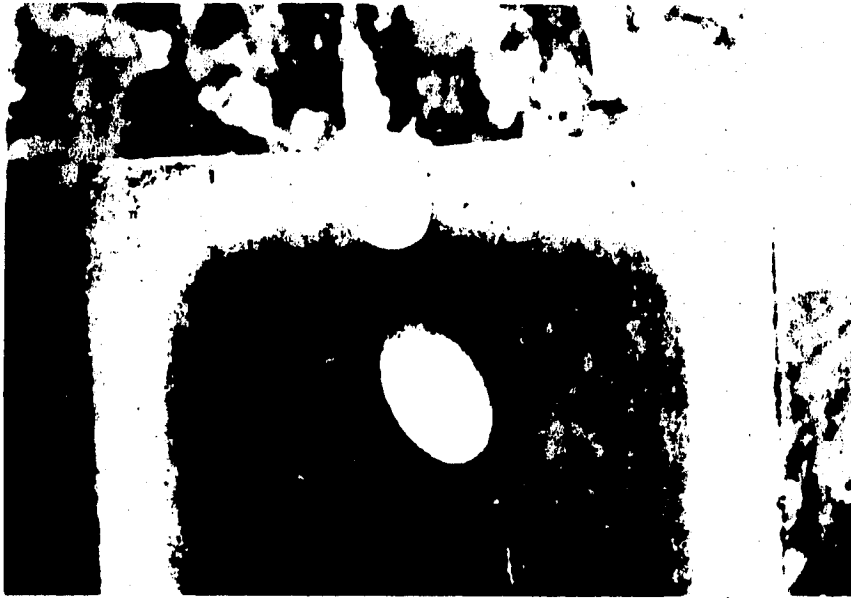
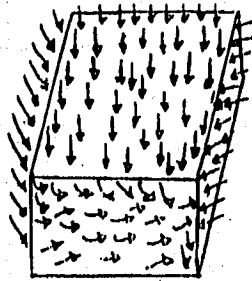


FIGURA 7.4 GRAFICA DE REPRESENTACION DEL PORCENTAJE DE CONCENTRACION DE NITROGENO PENETRADO RESPECTO AL TIEMPO DE SPUTTERING DEL PUNTO EN UNA ESQUINA.

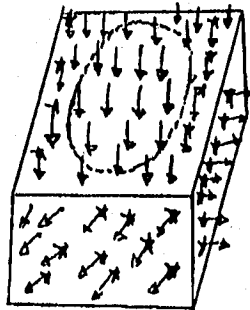
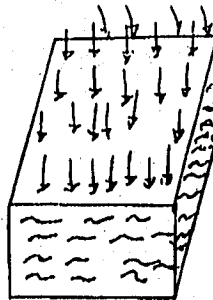


**FIGURA 7.5 CRATERES DE LOS TRES PUNTOS ANALIZADOS
GENERADOS POR EL BOMBARDEO DE IONES DE ARGON DURANTE EL ANALISIS
AUGER.**



a) BOMBARDEO IONICO DEL PLASMA.

b) A LOS LATERALES NO LE PENETRAV LOS IONES NO FUE RON PREPARADOS METALOGRAFICAMENTE.



c) LOS IONES QUE ENTRAN POR LAS ORILLAS SALEN PERDIDOS EN FORMA DE CALOR, MIENTRAS LOS IONES DEL CENTRO SE CONCENTRAN DI FUNDIENDOSE HACIA EL INTERIOR.

FIGURA 7.6 FIGURAS PROPUESTAS DE COMO SE SUPONE QUE SE DESARROLLO LA NITRURACION EN EL PRESENTE ESTUDIO.

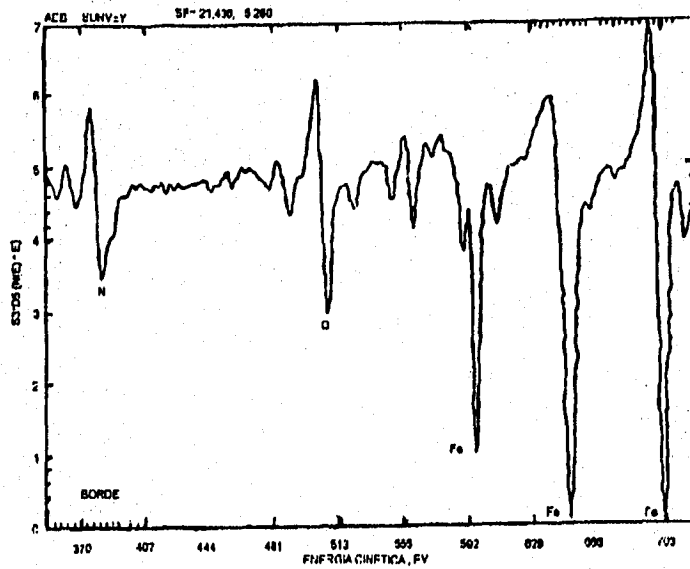


FIGURA 7.7 ESPECTRO DEL ANALISIS AUGER DEL BORDE DE LA CARA LATERAL DE LA MUESTRA, RESPECTO A LA TABLA 7.5.

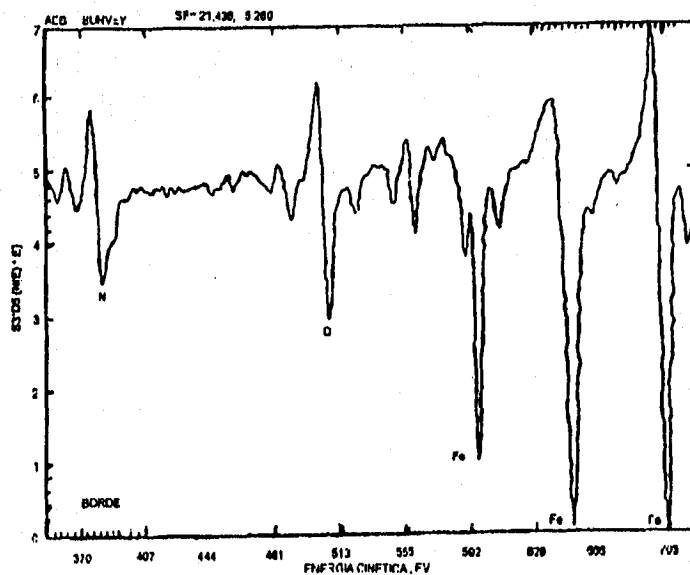


FIGURA 7.8 ESPECTRO DEL ANALISIS AUGER A PROFUNDIDAD DE 20 μ M DE LA CARA LATERAL DE LA MUESTRA, RESPECTO A LA TABLA 7.5.

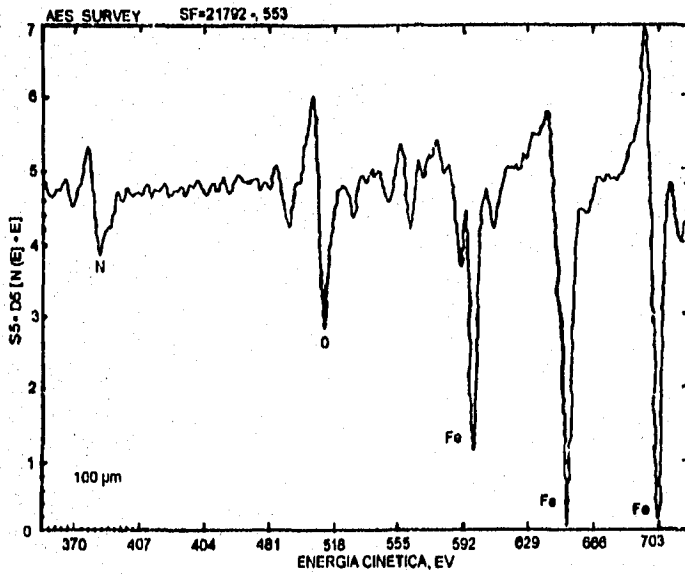


FIGURA 7.9 ESPECTRO DEL ANALISIS AUGER A PROFUNDIDAD DE 100 μM DE LA CARA LATERAL DE LA MUESTRA, RESPECTO A LA TABLA 7.5.

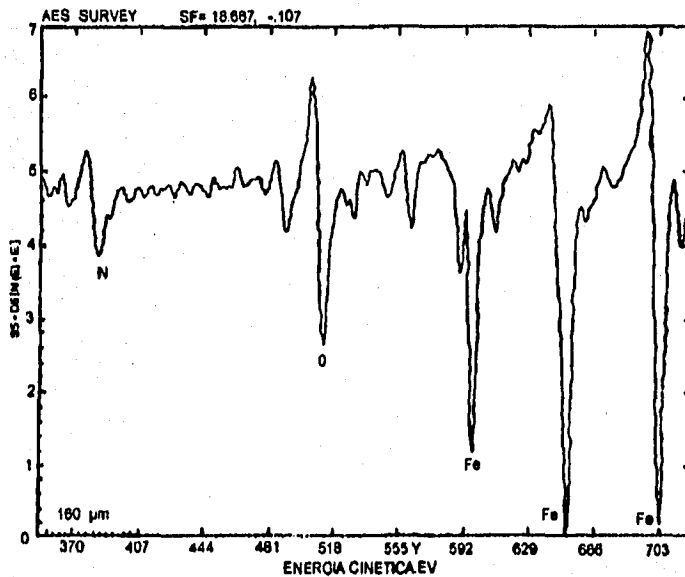


FIGURA 7.10 ESPECTRO DEL ANALISIS AUGER A PROFUNDIDAD DE 160 μM SOBRE LA CARA LATERAL DE LA MUESTRA, RESPECTO A LA TABLA 7.5.

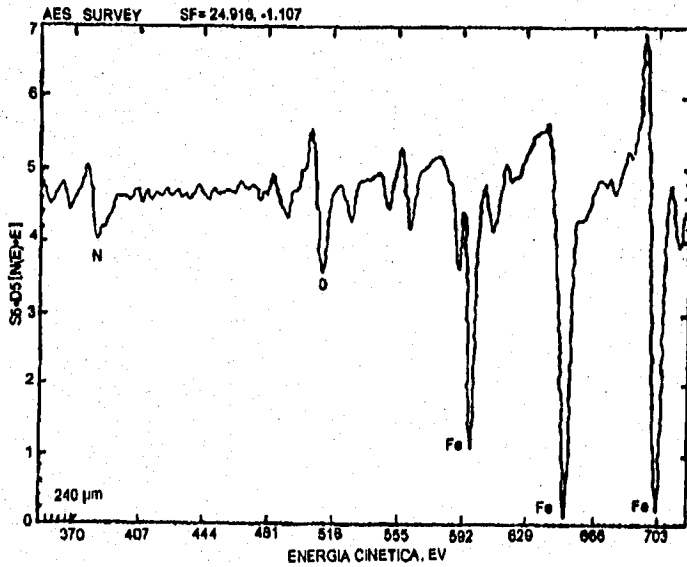


FIGURA 7.11 ESPECTRO DEL ANALISIS AUGER A PROFUNDIDAD DE 240 μM SOBRE LA CARA LATERAL DE LA MUESTRA, RESPECTO A LA TABLA 7.5.

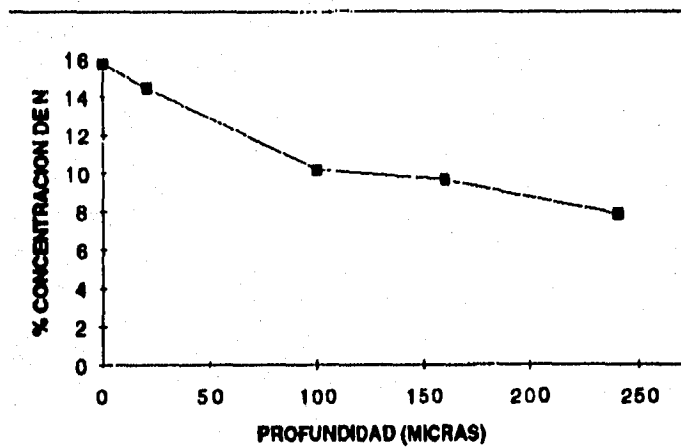


FIGURA 7.12 CURVA REPRESENTATIVA DE LAS CONCENTRACIONES DE NITROGENO DE LOS CINCO PUNTOS ANALIZADOS EN PROFUNDIDAD DE LA CARA LATERAL CENTRAL.

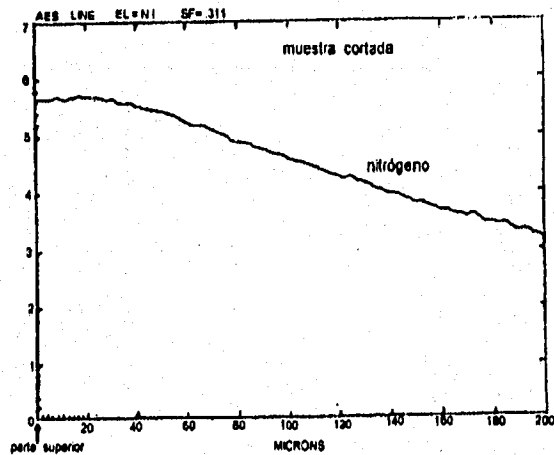


FIGURA 7.13 ESPECTRO DEL ANALISIS AUGER PARA VER LA PENETRACION DEL NITROGENO, EN UN BARRIDO DE 0 A 200 μ M.

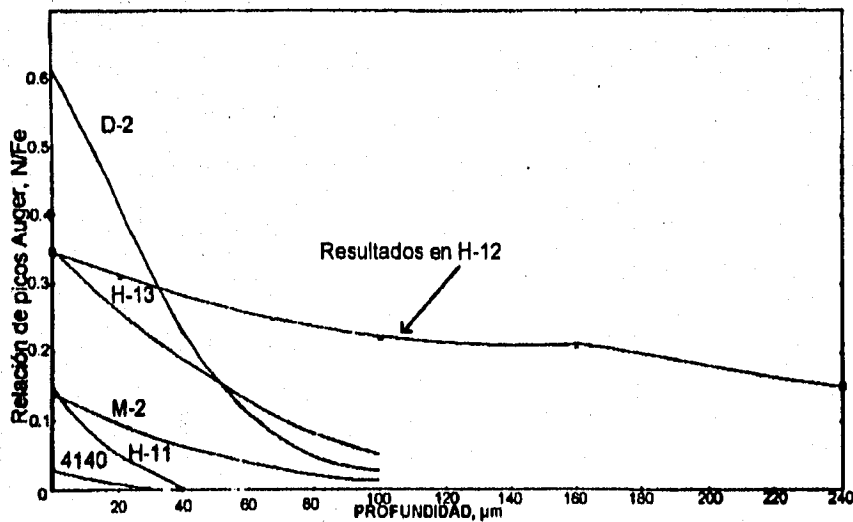


FIGURA 7.14 ESTUDIO DE LA PENETRACION DE NITROGENO, MEDIANTE MICROSCOPIA DE BARRIDO AUGER DESPUES DE LA NITRURACION IONICA DURANTE 24 HRS., CON UNA MEZCLA DE 80% H_2 -20% N_2 (la fig. ya fue reportada (38)). INSERCIÓN DE LA CURVA DEL ACERO H-12 NITRURADO A 5 HORAS PARA COMPARACION.

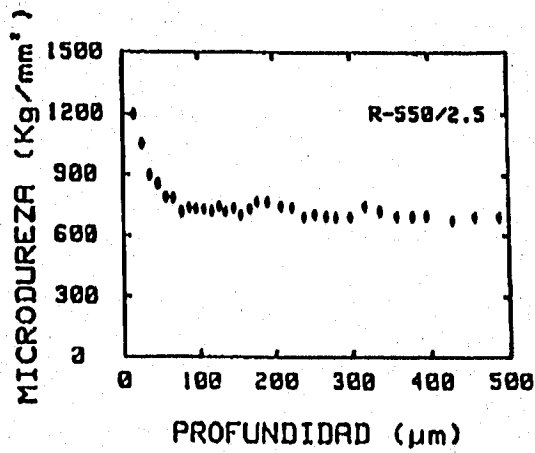


FIGURA 7.15 PERFIL DE MICRODUREZA DE LA MUESTRA REVENIDA A 550°C Y NITRURADA DURANTE 2.5 HORAS (25).

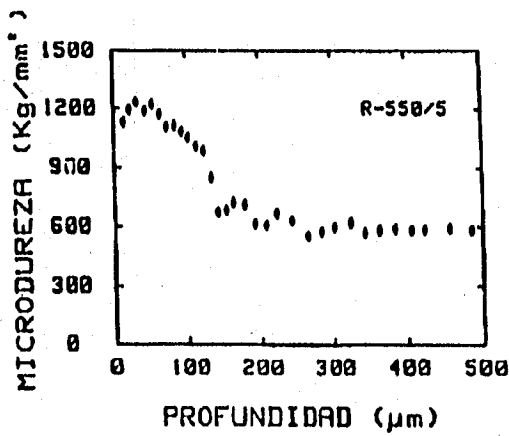


FIGURA 7.16 PERFIL DE MICRODUREZA DE LA MUESTRA REVENIDA A 550°C Y NITRURADA DURANTE 5 HORAS (25)

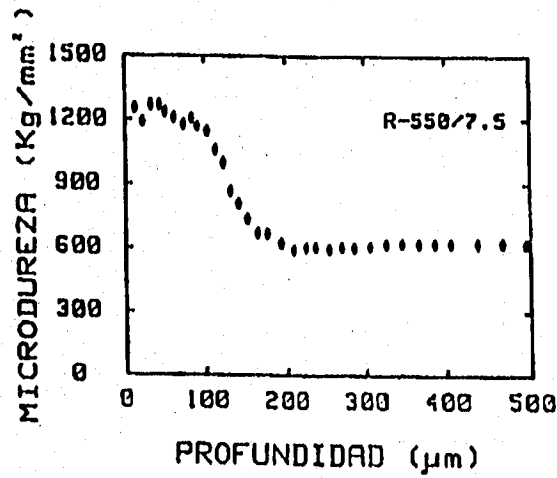


FIGURA 7.17 PERFIL DE MICRODUREZA DE LA MUESTRA REVENIDA A 550°C Y NITRURADA DURANTE 7.5 HORAS (25).

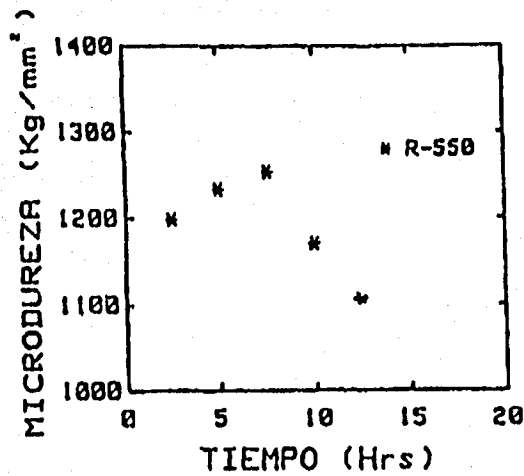


FIGURA 7.18 a) EVOLUCION DE LA MICRODUREZA CERCANA A LA SUPERFICIE (APROXIMADAMENTE 15 µM) DE LAS MUESTRAS, COMO UNA FUNCION DEL TIEMPO DE NITRURACION (25).

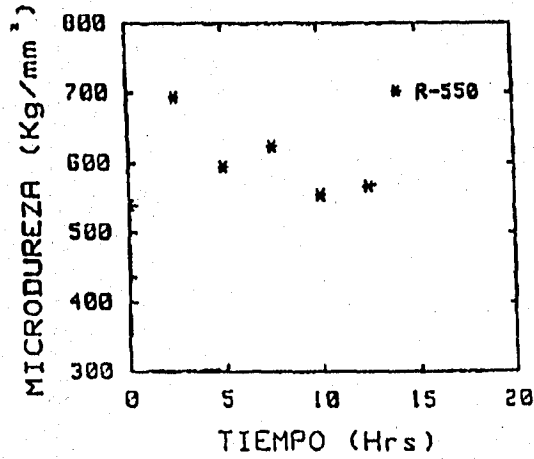


FIGURA 7.18 b) CAMBIO EN LA MICRODUREZA DEL CENTRO DE LAS MUESTRAS EN FUNCION DEL TIEMPO DE TRATAMIENTO (25).

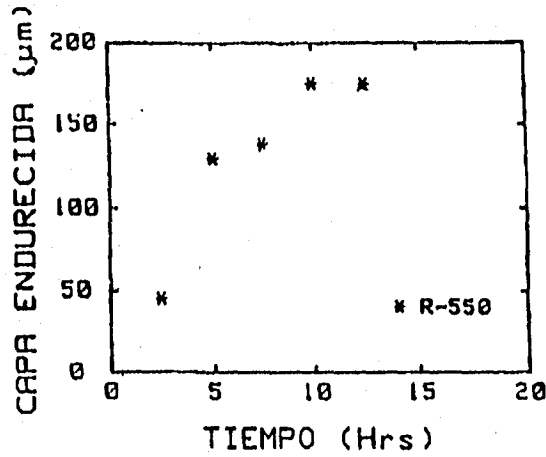


FIGURA 7.19 ESPESOR DE CAPA CON UNA MICRODUREZA MAYOR A 850 Kg/mm² COMO UNA FUNCION DEL TIEMPO DE TRATAMIENTO (25).

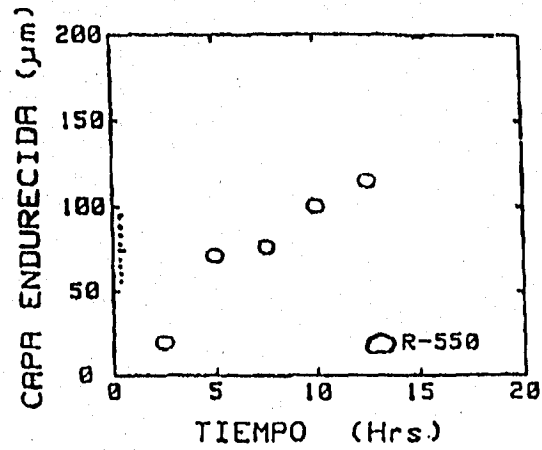


FIGURA 7.20 GRAFICA DEL ESPESOR DE LA CAPA ENDURECIDA COMO FUNCION DEL TIEMPO, PARA CADA UNA DE LAS TEMPERATURAS DE REVENIDO (25).

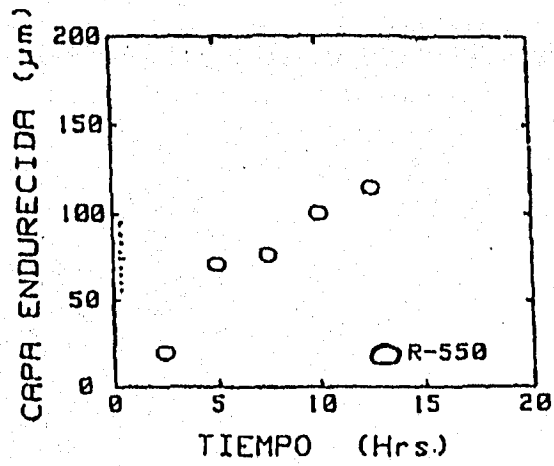


FIGURA 7.20 GRAFICA DEL ESPESOR DE LA CAPA ENDURECIDA COMO FUNCION DEL TIEMPO, PARA CADA UNA DE LAS TEMPERATURAS DE REVENDIDO (25).

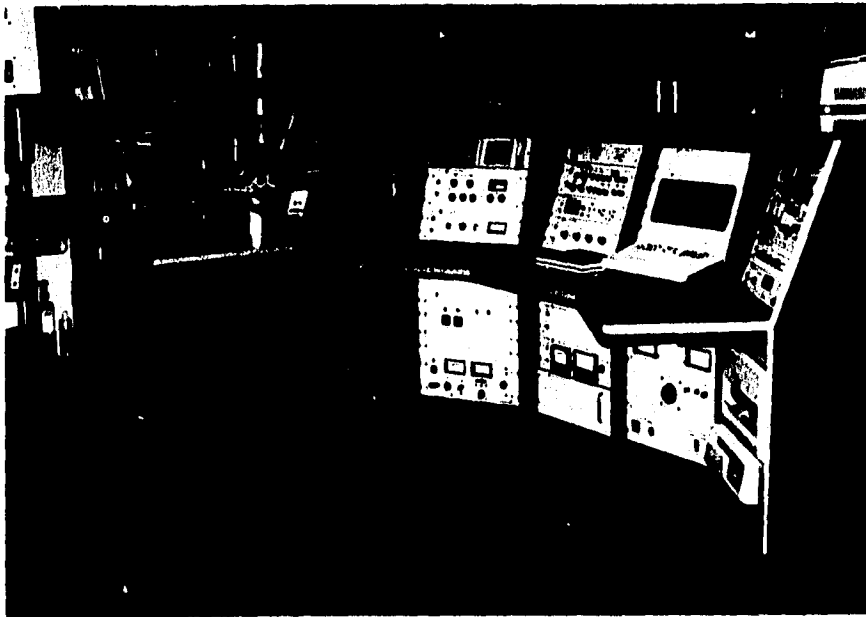


FIGURA 7.20 A) EQUIPO PERKIN ELMER ESCA SAM MODELO 560

FIGURAS 7.21 Y 7.22

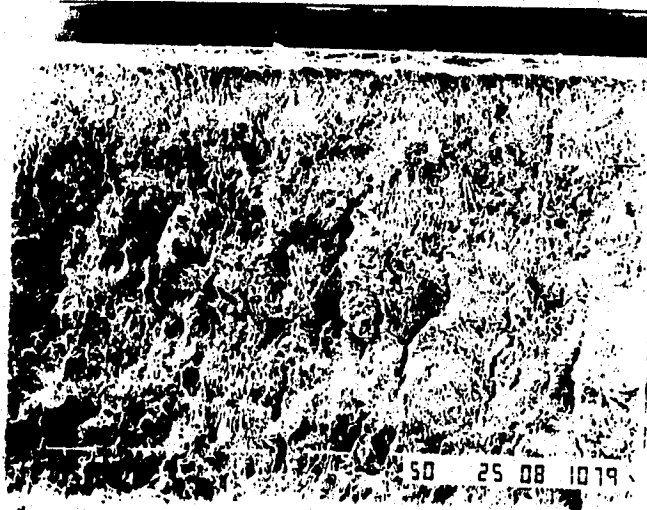


FIGURA 7.21 FRACTOGRAFIA DE LA MUESTRA NITRURADA A 2.5 HORAS, REVENIDA A 550°C.



FIGURA 7.22 FRACTOGRAFIA DE LA MUESTRA NITRURADA A 5 HORAS, REVENIDA A 550°C.

FIGURAS 7.23 Y 7.24

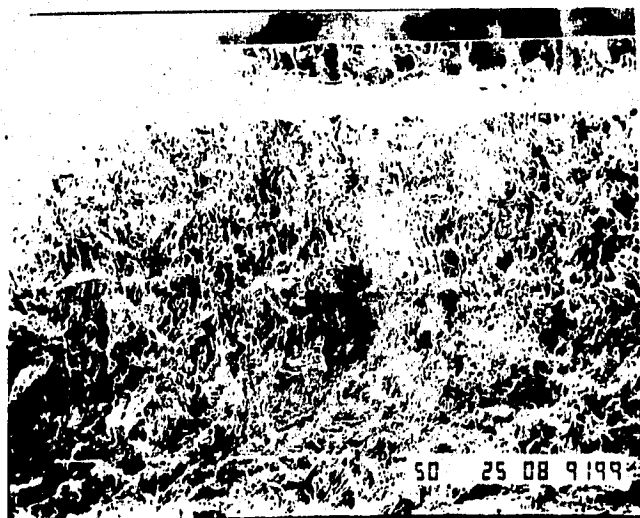


FIGURA 7.23 FRACTOGRAFIA DE LA MUESTRA NITRURADA A 7.5 HRS, REVENIDA A 550°C.

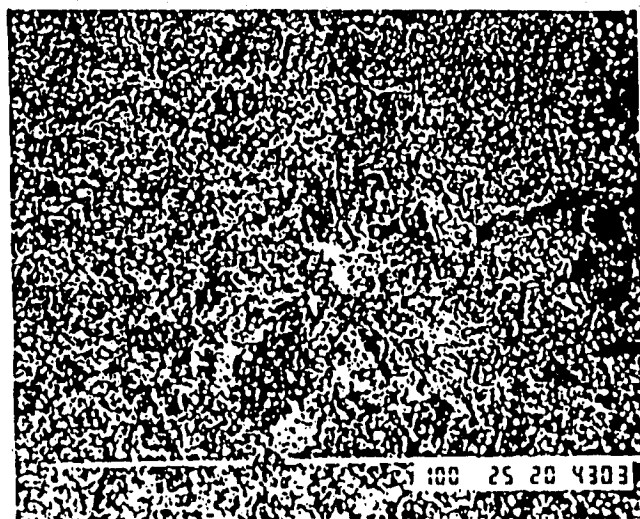


FIGURA 7.24 MICROESTRUCTURA DE LA MUESTRA TEMPLADA Y REVENIDA A 550°C, ANTES DE SER NITRURADA.

FIGURAS 7.25 Y 7.26



FIGURA 7.25 MICROESTRUCTURA DE LA SUPERFICIE PERPENDICULAR A LA CARA EXPUESTA A LA DESCARGA, MUESTRA REVENIDA A 550°C Y NITRURADA A 2.5 HORAS.



FIGURA 7.26 MICROESTRUCTURA DE LA SUPERFICIE PERPENDICULAR A LA CARA EXPUESTA A LA DESCARGA, MUESTRA REVENIDA A 550°C Y NITRURADA A 5 HORAS.

FIGURAS 7.27 Y 7.28

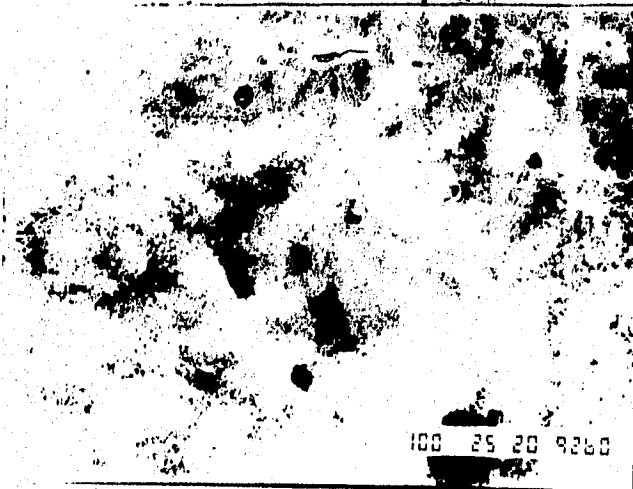


FIGURA 7.27 MICROESTRUCTURA DE LA SUPERFICIE PERPENDICULAR A LA CARA EXPUESTA A LA DESCARGA, MUESTRA REVENIDA A 550°C Y NITRURADA A 7.5 HORAS.

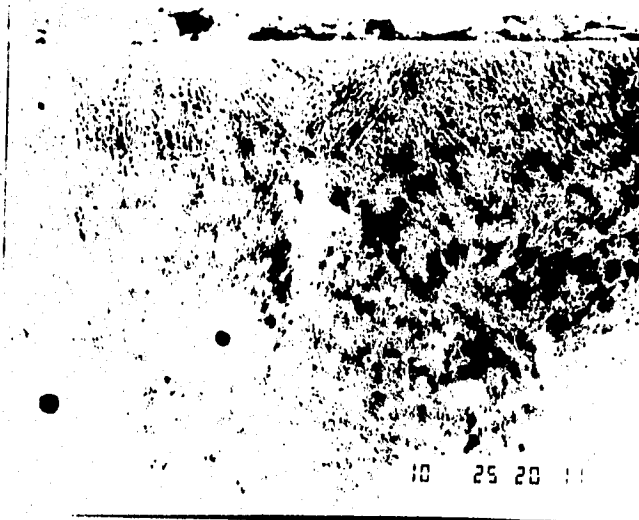


FIGURA 7.28 DETALLE DE LA MICROESTRUCTURA CERCANA AL BORDE NITRURADO DE LA MUESTRA REVENIDA A 550°C Y TRATADA A 2.5 HORAS.

FIGURAS 7.29 Y 7.30

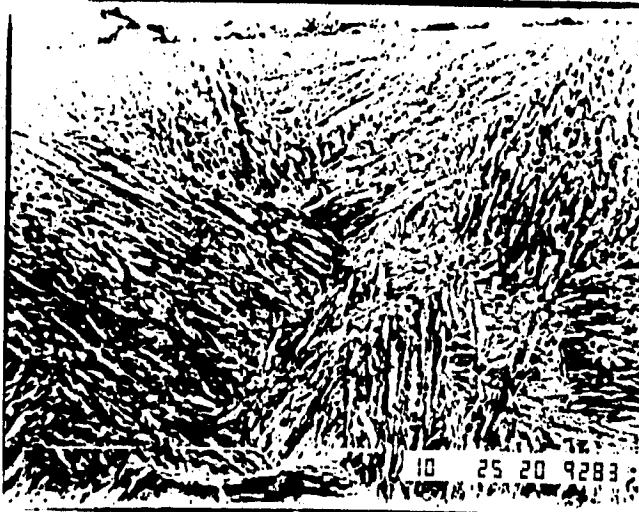
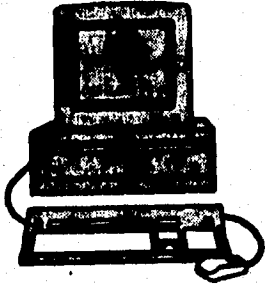


FIGURA 7.29 DETALLE DE LA MICROESTRUCTURA CERCANA AL BORDE NI TRURADO DE LA MUESTRA REVENIDA A 550oC Y TRATADA A 5 HORAS.



FIGURA 7.30 DETALLE DE LA MICROESTRUCTURA CERCANA AL BORDE NI TRURADO DE LA MUESTRA REVENIDA A 550oC Y TRATADA A 7.5 HORAS.



**UNA TIENDA ELABORADA EN SU TOTALIDAD
EN LOS ÁMBITOS DE
COMERCIALIZACIÓN, PROMOCIÓN
ENCUADERNACIÓN Y DISEÑO GRÁFICO DE**

Two New Lines

LAURO AGUIRRE No. 73 - 6
COL. STO. TOMAS C.P. 11360 MEXICO D.F.
Metro Normal
Tel. y Fax 396-1543

