

01173  
2  
Zey

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

DIVISION DE ESTUDIOS DE POSGRADO  
FACULTAD DE INGENIERIA.



DISTORSION DIMENSIONAL DEBIDA A  
NITRURACION IONICA

T E S I S

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE  
MAESTRO EN INGENIERIA  
(MECANICA)

P R E S E N T A  
GABRIEL ASCANIO GASCA

DIRECTOR: DR. JORGE RICKARDS CAMPBELL  
CO-DIRECTOR: M. EN C. REBECA TREJO LUNA

MEXICO, D. F.

1995

FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional  
Autónoma de México



## **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 está 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.

***DISTORSION DIMENSIONAL DEBIDA A  
NITRURACION IONICA***

**GABRIEL ASCANIO GASCA**

**TESIS**

**Presentada a la División de Estudios de Posgrado de la**

**FACULTAD DE INGENIERIA**

**de la**

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**

**como requisito para obtener  
el grado de**

**MAESTRO EN INGENIERIA  
(MECANICA)**

**Director: Dr. Jorge Rickards Campbell  
Co-director: M en C. Rebeca Trejo Luna**

**Ciudad Universitaria (1995)**

A mi esposa Patricia  
con todo cariño por todo el  
apoyo y comprensión que  
me ha brindado

A mi madre Guadalupe  
y a la memoria de mi padre Fernando  
por el apoyo y cariño que siempre  
me han brindado

A mis hermanos Cecilia, Francisco y Fernando

## AGRADECIMIENTOS

---

En primer término quisiera expresar un profundo agradecimiento al Dr. Jorge Rickards por la dirección de esta tesis, la cual fue posible gracias a sus valiosos consejos y asesoría.

Agradezco también de manera muy especial a la M en C. Rebeca Trejo Luna por todo el apoyo brindado en la experimentación, interpretación y discusión de los resultados de esta tesis.

A la Dra. Dora M. K. de Grinberg por sus valiosos consejos en la evaluación de esta tesis.

Al Ing. Rigoberto Nava por su apoyo incondicional en la elaboración del programa de medición.

A la M en C. Jaqueline Cañetas por el apoyo brindado en la parte de microscopía electrónica.

Al Sr. Melitón Galindo por la buena operación del equipo de nitruración iónica y por la preparación de las probetas.

A la Srta. Leticia Castillo por el apoyo secretarial brindado en la elaboración de esta tesis.

Al Sr. José Juan Corona por el apoyo incondicional en la elaboración de gráficas y esquemas.

## INDICE GENERAL

---

	página
INDICE DE FIGURAS	i
INDICE DE TABLAS	iv
INTRODUCCION	1
CAPITULO 1 NITRURACION	4
Nitruración gaseosa	5
Nitruración líquida	28
Nitruración iónica	28
CAPITULO 2 DESARROLLO EXPERIMENTAL	38
Aceros empleados	38
Análisis metalográfico	40
Probetas y condiciones de operación	40
Equipo empleado	43
Método de medición	48
CAPITULO 3 RESULTADOS	55
a) Método de medición	55
b) Distorsión dimensional	58
c) Metalografía	59
d) Perfiles de microdureza	71
DISCUSION Y CONCLUSIONES	76
BIBLIOGRAFIA	80

## INDICE DE FIGURAS

Número		página
1.1	Metalografía de las capas desarrolladas en un acero AISI 7140 nitrurado. Atacado con nital al 2%. Amplificación 150X	7
1.2	Profundidad de la capa desarrollada en un acero AISI 4140 durante la nitruración en dos etapas.	8
1.3	Gradiente de dureza para un acero 7140 nitrurado en dos etapas.	9
1.4	Gradiente de dureza obtenido en un acero AMS 6475 nitrurado en dos etapas.	9
1.5	Gradientes de dureza y curvas de profundidad de capa endurecida en función del tiempo de nitruración en una etapa para un acero al aluminio.	17
1.6	Gradientes de dureza para aceros al cromo de baja aleación nitrurados.	18
1.7	Profundidad de capa endurecida como función del tiempo de para aceros al cromo de baja aleación y aceros para herramienta.	19
1.8	Gradientes de dureza para aceros de herramienta al cromo.	19
1.9	Horno vertical de nitruración.	22
1.10	Esquema de un horno tipo campana, mostrando la base estacionaria.	23
1.11	Esquema del dispositivo experimental para nitruración iónica.	31
1.12	Partes del equipo de nitruración iónica.	32
1.13	Descarga luminosa normal: las regiones luminosas son las sombreadas y rayadas.	36
1.14	Distribución del voltaje en el proceso de descarga gaseosa de c.d. según (22).	37
2.1	Dimensiones nominales de las probetas en mm.	42
2.2	Probetas y portamuestras para análisis metalográfico en mm.	42
2.3	Equipo de nitruración iónica	45

2.4	Máquina de Medición por Coordenadas ZEISS MC 850	46
2.5	Microscopio electrónico de barrido JEOL	47
2.6	Microdurómetro MATSUZAWA	48
2.7	Medición de una probeta "C" en la MMC	50
2.8	Diagrama de flujo del método de medición.	54
3.1	Acero AISI 4140, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 1,500 X.	60
3.2	Acero AISI 4140, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 3,500 X.	61
3.3	Acero AISI 4140, austenitizado a 850°C y templado en aceite, revenido a 200°C durante 45 minutos, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 3,500 X.	62
3.4	Acero AISI 4140, austenitizado a 850°C, templado en aceite y revenido a 200°C durante 45 minutos, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 3,500 X.	63
3.5	Acero AISI 8620, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 3,500 X.	64
3.6	Acero AISI 8620, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 3,500 X.	65
3.7	Acero AISI 9840, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 750 X.	66
3.8	Acero AISI 9840, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 3,500 X.	67
3.9	Acero AISI 9840, austenitizado a 850°C, templado en aceite y revenido a 200°C durante 45 minutos, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 150 X.	68



3.10	Acero AISI 9840, austenitizado a 850°C, templado en aceite y revenido a 200°C durante 45 minutos, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 3,500 X.	69
3.11	Perfil de microdureza del acero AISI 4140, nitrurado 5 horas a 300°C.	71
3.12	Perfil de microdureza del acero AISI 4140 austenitizado a 850°C, templado en aceite y revenido a 200°C durante 45 minutos, nitrurado 5 horas a 300°C.	72
3.13	Perfil de microdureza del acero AISI 8620 nitrurado 5 horas a 300°C.	73
3.14	Perfil de microdureza del acero AISI 9840 nitrurado 5 horas a 300°C.	74
3.15	Perfil de microdureza del acero AISI 9840 austenitizado a 850°C, templado en aceite y revenido a 200°C durante 45 minutos, nitrurado 5 horas a 300°C.	75

## INDICE DE TABLAS

Número		página
2.1	Composición de los aceros en porciento en peso.	39
2.2	Propiedades mecánicas en estado recocido.	39
3.1	Lecturas de la probeta testigo antes de practicar el tratamiento de endurecimiento a las probetas tipo "C".	56
3.2	Lecturas de las probetas testigo después de practicar el tratamiento de endurecimiento a las probetas tipo "C".	56
3.3	Diferencias dimensionales de la probeta testigo antes y después del tratamiento de endurecimiento.	56
3.4	Diferencias de las desviaciones estándar.	57
3.5	Cambios dimensionales en las probetas debido a los tratamientos de temple y revenido y nitruración iónica.	58

## INTRODUCCION

En el diseño de partes maquinadas con tolerancias muy estrechas, es muy deseable que los materiales con que son construidas dichas partes tengan buenas propiedades mecánicas, además de ser estables después del maquinado. Aunque esto no siempre es posible, en muchas ocasiones se recurre a los tratamientos térmicos a fin de mejorar algunas propiedades del material como son dureza, resistencia a la tensión, resistencia a la fatiga, etc. Sin embargo, en un tratamiento térmico tal como el temple, el enfriamiento brusco desde la temperatura de austenitización trae consigo cambios dimensionales, que dependiendo del medio de temple, pueden ser tan severos que lleguen a modificar la geometría de la pieza tratada, sobre todo cuando hablamos de maquinado de precisión. En ese sentido es de gran importancia que el proceso de endurecimiento se lleve a cabo a temperaturas tan bajas como sea posible de tal modo que el riesgo de fragilidad y distorsión dimensional sea mínimo. Esto ofrece varias ventajas, por un lado el enfriamiento no es tan brusco, si consideramos una temperatura de calentamiento muy por debajo de la temperatura crítica de transformación ( $A_1$ ), y por otro lado si tomamos en cuenta que sólo la superficie de la pieza a tratar presenta un cambio significativo en su estructura y por tanto, podemos considerar que contamos con un material de alta dureza superficial, pero un núcleo de alta ductilidad.

Una solución a lo anteriormente expuesto es la nitruración iónica, que se lleva cabo a una temperatura máxima de  $300^{\circ}\text{C}$  durante períodos de 5 o más horas. Las piezas a tratar son colocadas como cátodo en una descarga

luminiscente producida por un plasma gaseoso de 80% H<sub>2</sub> y 20%N<sub>2</sub> a una presión de 6.0 x 10<sup>-2</sup> mm de Hg, a un voltaje de cátodo aproximadamente de 2000 volts y con corrientes del orden de 25 mA.

Es muy recomendable que los aceros sean templados y revenidos previamente al tratamiento de nitruración, con el fin de hacer más uniforme la difusión de nitrógeno en el acero. Sin embargo durante el calentamiento, pueden presentarse cambios dimensionales como resultado de una diferencia de temperatura en regiones de pequeña sección transversal. Muchas veces cualquier cambio en forma o tamaño no puede ser corregido mediante un maquinado, cuando diseñamos partes de alta precisión.

Se han realizado estudios de distorsión dimensional con probetas diseñadas para tal fin, construidas con aceros para partes de maquinaria como lo son el AISI 4140, AISI 9840 entre otros Dichos aceros han sido tratados térmicamente por temple y revenido, encontrándose un incremento significativo de la dureza del material. Sin embargo, estas mismas probetas presentan deformaciones dimensionales y geométricas considerables.

En muchas ocasiones es preferible someter únicamente a nitruración a los aceros a tratar, con el fin de evitar trabajar a altas temperaturas. El proceso de nitruración tiene como fin aumentar la cantidad de nitrógeno en la superficie del material, produciendo una alta resistencia a la fatiga, alta resistencia a la corrosión y al ablandamiento debido al revenido.

En este trabajo se presentan los resultados obtenidos de la determinación de los cambios dimensionales en probetas tipo "C" en tres tipos de aceros. El

tratamiento de nitruración iónica fue aplicado tanto a probetas templadas y revenidas como a probetas sin tratamiento térmico previo a la nitruración.

Con el fin de contar con sistema de medición confiable y de alta repetibilidad, se desarrolló un programa en una máquina de medición por coordenadas. Se evalúa también la repetibilidad, confiabilidad y precisión del método desarrollado.

Así mismo se estudia la estructura asociada a los aceros tanto en la zona nitrurada como en la zona no endurecida. Además se establecen los perfiles de microdureza obtenidos en cada una de las probetas.

# CAPITULO 1

## NITRURACION

Los procesos de nitruración tienen como fin aumentar el contenido de nitrógeno en la superficie del acero, lo que produce una gran dureza superficial, mayor resistencia al desgaste, mayor resistencia a la fatiga, mayor resistencia a la corrosión y una mayor resistencia al ablandamiento por revenido.

Como la temperatura de nitruración es baja, entre 500 y 570°C, no existe peligro de distorsión. Además, la capa nitrurada es dura por sí misma y no necesita de un temple para alcanzar alta dureza.

Algunos elementos de aleación, tales como aluminio, cromo, vanadio y molibdeno, son benéficos por ser formadores de nitruros, mientras que el níquel, cobre y silicio y manganeso tienen poco efecto. A pesar de que todos los aceros forman capas nitruradas, los aceros al aluminio entre (0.85 y 1.5% Al) y los aceros al cromo (alrededor de 5% Cr) tales como las series SAE 4100, SAE 4300, SAE 5100, SAE 6100, SAE 8600, SAE 9300 y SAE 9800, son fácilmente nitrurables. Otros aceros que responden bien a la nitruración son los aceros para herramientas de trabajo en caliente con más de 5% Cr, y los aceros inoxidable austeníticos, ferríticos y martensíticos.

Todos los aceros endurecibles son templados y revenidos antes del tratamiento de nitruración. Las temperaturas de revenido deben ser tales que aseguren estabilidad estructural a la temperatura de nitruración.

La nitruración es un tratamiento térmico que entra en la clase de los denominados termoquímicos, dado que hay un cambio en la composición química del material. Existen tres tipos de nitruración: gaseosa, líquida y

iónica. Industrialmente, las de mayor aplicación son la gaseosa y la líquida. Sin embargo la nitruración iónica es la que nos interesa en este trabajo.

## NITRURACION GASEOSA

La nitruración gaseosa es un proceso de endurecimiento superficial en el cual el nitrógeno es introducido a la superficie de una aleación ferrosa sólida manteniendo el metal a una temperatura adecuada (por debajo de  $A_c1$ ) en contacto con una mezcla gaseosa de nitrógeno, usualmente amoníaco. No se requiere de un temple para producir una superficie dura. La temperatura de nitruración para todos los aceros es de 495 a 565°C.

### FACTORES DE APLICACION

Las razones principales para nitrurar son:

1. Obtener una superficie de gran dureza.
2. Aumentar la resistencia al desgaste.
3. Incrementar la vida de fatiga.
4. Aumentar la resistencia a la corrosión (excepto para aceros inoxidable).
5. Obtener una superficie resistente al efecto de ablandamiento al calentar a temperaturas por encima de la de nitruración.

Dado que el proceso se lleva a cabo a temperaturas comparativamente bajas, la nitruración produce una menor distorsión y deformación que un proceso de carburización o de endurecimiento convencional. Puede

presentarse un pequeño crecimiento como resultado de la nitruración; pero los cambios volumétricos son relativamente pequeños.

#### TRATAMIENTOS TERMICOS PREVIOS

Todos los aceros endurecibles deben ser templados y revenidos antes de ser nitrurados. La temperatura de revenido debe ser lo suficientemente alta para garantizar estabilidad estructural a las temperaturas de nitruración; la temperatura de revenido más baja aplicable es usualmente 10°C más alta que la máxima temperatura de nitruración.

En ciertas aleaciones, tales como los aceros de las series 4100 y 4300 la dureza de la superficie nitrurada se modifica apreciablemente con la dureza del núcleo; esto es, una reducción en la dureza del núcleo se traduce en una reducción en la dureza de la superficie. Consecuentemente, a fin de obtener la máxima dureza superficial estos aceros deben ser endurecidos y revenidos a las temperaturas más bajas y aceptables para el revenido.

#### NITRURACION EN UNA Y DOS ETAPAS

La nitruración gaseosa con anhídrido de amoníaco puede llevarse a cabo en una y dos etapas. En el proceso de una sola etapa se emplean temperaturas comprendidas entre 495 y 525°C con un intervalo de disociación del 15 al 30%. Este proceso produce una capa rica en nitrógeno frágil conocida con el nombre de "capa blanca" en la superficie nitrurada.



El proceso de doble etapa, conocido también como el proceso Floe, tiene la ventaja de reducir el espesor de la capa blanca nitrurada. Sin embargo su aplicación está limitada a aceros al aluminio. El primer paso de este proceso es prácticamente lo mismo que en el proceso de una etapa, con la diferencia en tiempo. La segunda etapa puede ser una continuación de la primera etapa a una temperatura comprendida entre 550 y 565°C, con una tasa de disociación del 65 al 85% (preferentemente, del 80 al 85%).

El principal objetivo de la nitruración de dos etapas es reducir la profundidad de la capa blanca producida en la superficie endurecida.

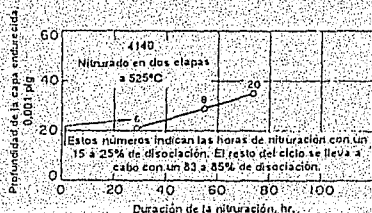
Este proceso ofrece la ventaja de reducir la cantidad de amoníaco consumido por hora. Sin embargo la nitruración de dos etapas sólo puede emplearse cuando no pueda controlarse la cantidad de capa blanca producida en el proceso de una etapa o, a menos que no se requiera un gran acabado después de la nitruración.

En la figura 1.1 se compara la cantidad de capa blanca producida durante un tratamiento de nitruración de dos etapas durante 60 h con la producida mediante un tratamiento de una etapa, también durante 60 h en el mismo material.



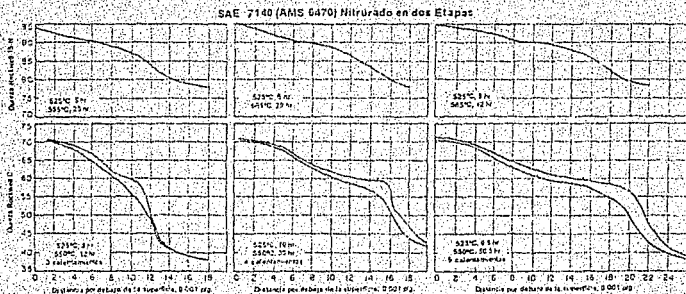
Figura 1.1 Metalografía de las capas blancas desarrolladas en un acero AISI 7140 nitrurado. Atacado con nital al 2%. Amplificación 150X

La figura 1.2 muestra el efecto que tiene el tiempo de nitruración en la profundidad de la capa endurecida desarrollada en un acero AISI 4140 durante un proceso de dos etapas a 525°C cada una. El empleo de una temperatura mayor en la segunda etapa produciría una capa de mayor profundidad pero ligeramente menos dura.

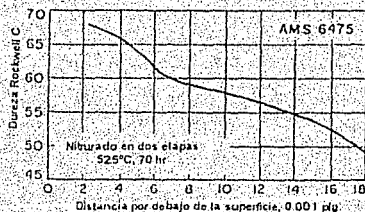


*Figura 1.2 Profundidad de la capa desarrollada en un acero AISI 4140 durante la nitruración en dos etapas*

La figura 1.3 presenta los gradientes de dureza obtenidos en un acero AISI 7140 nitrurado en dos etapas. Los perfiles de dureza mostrados en las gráficas de la hilera superior fueron obtenidos con rectificado progresivo, de tal forma que pudiesen efectuarse las lecturas en la escala 15-N. El resto de las gráficas se obtuvieron realizando mediciones de microdureza y convirtiendo los valores a la escala Rockwell. También se presenta el perfil de dureza de un acero AMS 6475 nitrurado en dos etapas.



*Figura 1.3 Gradientes de dureza para un acero AISI 7140 nitrurado en dos etapas*



*Figura 1.4 Gradiente de dureza obtenido en un acero AMS 6475 nitrurado en dos etapas*

## ACEROS NITRURABLES

Algunos elementos de aleación tales como el aluminio, cromo, vanadio y molibdeno son benefactores en la nitruración, porque forman nitruros que son estables a la temperatura de nitruración. La adición de molibdeno contribuye a la formación de nitruros, además reduce el riesgo de fragilidad a las temperaturas de nitruración. Otros elementos de aleación tales como el níquel, silicio y manganeso tienen un efecto muy pequeño en la nitruración.

Aunque, a temperaturas adecuadas, todos los aceros son capaces de formar nitruros en presencia de nitrógeno, la nitruración se ve favorecida en aquellos aceros que contienen elementos de aleación formadores de nitruros. Dado que el aluminio es el elemento de aleación más fuerte en la formación de nitruros, los aceros con un alto contenido de aluminio (0.85 a 1.50% Al) responden mejor al proceso de endurecimiento por nitruración. Los aceros que contienen cromo tienen resultados similares si el contenido de este último es lo suficientemente elevado. Los aceros al carbono no son adecuados para ser tratados por nitruración gaseosa, dado que producen una superficie extremadamente frágil.

Los aceros que se listan a continuación han sido endurecidos por nitruración gaseosa para determinadas aplicaciones.

1. Aceros de baja aleación al aluminio.
2. Aceros de medio carbono baja aleación al cromo de las series 4100, 4300, 5100, 6100, 8600, 8700, 9300 y 9800.
3. Aceros para trabajo en caliente con un contenido de cromo del 5%, tales como el H11, H12 y H13.
4. Aceros inoxidables ferríticos y martensíticos de la serie 300.

5. Aceros inoxidable austeníticos de la serie 300.
6. Aceros Inoxidables endurecidos por precipitación, tales como el 17-4 PH, 17-7 PH y el A-286.

Los aceros al aluminio producen una superficie nitrurada de muy alta dureza y resistencia al desgaste. Sin embargo, la superficie nitrurada puede tener poca utilidad, y esta limitación deberá ser considerada en la selección de aceros que tengan aluminio. En contraste, los aceros de baja aleación al cromo tienen una superficie nitrurada considerablemente más dúctil pero con poca dureza. Sin embargo, esos aceros proveen una buena resistencia al desgaste y buenas propiedades de resistencia rayado. Los aceros de herramienta, tales como el H11 y el D2, proveen una superficie de gran dureza con un núcleo extremadamente resistente.

#### PROCEDIMIENTOS DE OPERACION

Después de endurecer y revenir, y antes de nitrurar, las partes deben ser totalmente limpiadas. Muchas partes pueden ser exitosamente endurecidas si son nitruradas inmediatamente después de desengrasar con vapor. Sin embargo, muchos maquinados de acabado superficial tales como el rectificado y el lapeado pueden producir superficies que retardan la nitruración resultando en superficies endurecidas de poca profundidad y distorsionadas. Hay dos métodos mediante los cuales la superficies de las partes con este tipo de acabados pueden ser acondicionadas para nitrurar exitosamente:

Un método consiste en desengrasar con vapor y realizar una limpieza superficial abrasiva con óxido de aluminio antes de ser nitrurado y éste deberá ser retirado antes de que las partes sean introducidas en la cámara de nitruración. Asimismo se recomienda que las partes sean manejadas con guantes.

El segundo método consiste en aplicar una pequeña capa de fosfato. El proceso consiste en:

1. Desengrasar.
2. Enjuagar en agua fría durante un minuto.
3. Sumergir en un baño de óxido de aluminio de 10 a 30 segundos.
4. Enjuagar con agua fría durante un minuto.
5. Enjuagar en agua templada durante un minuto (el baño deberá ser mantenido entre 65 y 80°C procurando circular el agua para evitar que ésta se contamine).
6. Aplicar el tratamiento de solución de fosfato a 80°C durante cuatro minutos.
7. Enjuagar con agua fría por un minuto.
8. Enjuagar en agua templada durante un minuto (las condiciones del baño deben ser las mismas que las del paso 5).
9. Secar con aire.
10. Almacenar en un recipiente limpio hasta que sea introducido en el horno de nitruración.

## PREPARACION DEL HORNO

Después del que el horno ha sido cargado y sellado antes de iniciar el ciclo de nitruración, es necesario purgar el aire de la campana antes de iniciar el calentamiento a 150°C. Esto previene la oxidación de las partes y componentes del horno y, cuando se emplea amoníaco como purgante atmosférico, se previene la formación de una mezcla explosiva. El nitrógeno puede ser empleado en lugar del amoníaco para purgar, pero deben tomarse precauciones a fin de evitar oxidación de las partes.

Un ciclo típico de purga usando anhídrido de amoníaco, se realiza de la siguiente manera:

1. Cerrar el horno e iniciar el flujo de anhídrido de amoníaco tan rápido como sea posible.
2. Simultáneamente seleccionar la temperatura del horno a 150°C.
3. Cuando el horno ha sido purgado al grado de tener el 10% o menos de aire y el 90% o más de amoníaco en la campana, el horno debe ser calentado a la temperatura de nitruración.

La purga se emplea también al término del ciclo de nitruración cuando el horno es enfriado desde la temperatura ambiente. Es común diluir el amoníaco remanente en la campana con aire, a fin de reducir la cantidad de amoníaco que se encuentra en el horno al retirar las partes nitruradas. De esta manera se reducen algunos inconvenientes para el personal que labora en las plantas de nitruración al finalizar el proceso de endurecimiento. El aire deberá ser introducido a la cámara hasta que las partes hayan sido

enfriadas por debajo de 150°C. Es posible que se forme una mezcla explosiva de hidrógeno y oxígeno si el aire es introducido a la cámara antes de que el hidrógeno contenido haya sido reducido hasta un nivel seguro.

#### ENFRIAMIENTO DEL HORNO

Muchos hornos de nitruración están equipados con intercambiadores de calor que aceleran el enfriamiento y la carga de trabajo al final del ciclo. Cuando se emplea un intercambiador de calor externo enfriado con agua los elementos de calefacción del horno deben ser apagados cuando el ciclo de nitruración ha sido completado y la temperatura del horno se ha reducido hasta 120°C. En este punto el flujo de amoníaco es aproximadamente el doble y se hace circular el agua de enfriamiento a través del intercambiador de calor. El ventilador del intercambiador de calor se enciende, y la válvula de compuerta se abre a fin de permitir la circulación de la atmósfera del horno a través del intercambiador de calor. Cuando el flujo de gas que fluye a través del horno ha sido estabilizado, el flujo debe reducirse al mínimo necesario para tener una presión positiva. Después de que el horno ha sido enfriado hasta 150°C ó menos, la campana puede ser abierta.

A continuación se enlistan los pasos necesarios para realizar el enfriamiento de un horno de nitruración con amoníaco ó amoníaco diluido:

1. Colocar la campana de enfriamiento en la base del horno.
2. Enchufar el conector de la campana de enfriamiento dentro del recipiente.
3. Encender el ventilador de la campana de enfriamiento.
4. Enfriar el horno y la carga a una temperatura de 315°C. Cerrar el flujo



de amoníaco diluido y aumentar el flujo de amoníaco puro hasta 50 pies<sup>3</sup>/h.

5. Cuando el amoníaco diluido tenga una concentración del 5% o menos y la temperatura sea menor o igual a 120°C, cerrar la válvula del flujo de amoníaco y abrir la válvula de aire al horno.
6. Retirar la campana de enfriamiento.
7. Abrir la válvula de aire hasta 150 pies<sup>3</sup>/h y abrir la válvula de escape totalmente.
8. Apagar el ventilador cuando la mezcla contenga 65% de aire. (Una mezcla del 16 al 25% de amoníaco en aire es explosiva. Por eso, el ventilador debe de ser apagado cuando el amoníaco alcance una concentración del 35% o el aire llegue al 65%). Esto previene la posibilidad de explosión que se puede generar por el movimiento del ventilador.
9. Continuar la purga del horno hasta llegar al 95% de aire.
10. Cerrar la válvula de aire.
11. Drenar el sello de aceite.
12. Retirar todo el aceite y secar completamente antes de retirar la carga del horno.
13. Retirar la carga del horno.

#### CONTROL DE LA PROFUNDIDAD DE LA CAPA ENDURECIDA

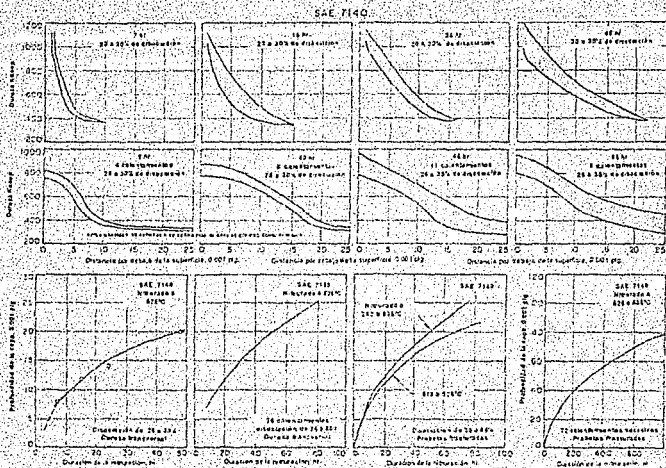
La profundidad de la capa endurecida y la dureza de la misma, son dos criterios comúnmente empleados cuando se habla de control de las propiedades de la superficie nitrurada, que no solamente se ven reflejados en la duración y en las condiciones de nitruración, sino en la composición del acero, estructura previa y dureza del núcleo.

### Aceros al Aluminio

De los aceros nitrurables con aluminio, el más ampliamente empleado es el AISI 7140. La figura 1.5 muestra los gradientes de dureza y los espesores de la capa endurecida, como una función del tiempo y condiciones de nitruración. Los resultados fueron obtenidos nitrurando en una sola etapa con varios intervalos de tiempo hasta de 800 hr con temperaturas de 510 a 535°C. Se presentan diferentes tasas de disociación. Las probetas fueron nitruradas en 11 períodos consecutivos de 72 horas cada uno. Se observa una disminución de la dureza cuando se incrementa el tiempo de nitruración. La profundidad obtenida después de 800 hr es sólo tres veces que la obtenida en 100 hr.

### Aceros de baja aleación al cromo

Las figuras 1.6 y 1.7 presentan datos que relacionan el tiempo de nitruración y las condiciones de nitruración para aceros de baja aleación al cromo (principalmente, 4140, 4337, 4340 y 8640). De los aceros mostrados, el 4140 exhibe la respuesta a la nitruración por su alto contenido de cromo y por estar libre de níquel. Aunque el 4340 desarrolla una capa más gruesa que el 8640 en las primeras 24 hr, esta diferencia decrece al término del ciclo de 48 hr.



*Figura 1.5 Gradientes de dureza y curvas de profundidad de capa endurecida en función del tiempo de nitruración en una etapa para un acero al aluminio.*

#### Aceros de Herramienta al Cromo.

Este tipo de aceros tales como el H11, H12 y D2 tienen un núcleo de alta resistencia y una capa de gran dureza, lo cual los hace adecuados para aplicaciones donde se requiere resistencia al impacto o a soportar elevadas cargas. El empleo de estos aceros está limitado, primeramente por el alto costo y la dificultad que representa su fabricación. En la figura 1.7 se presentan los resultados de las profundidades de capa endurecida en este tipo de aceros, nitrurados en una sola etapa de 525 a 535°C. La capa nitrurada presenta poca profundidad, pues el incremento de cromo afecta la difusión del nitrógeno. Los gradientes de dureza para los mismos aceros se muestran en la figura 1.8.

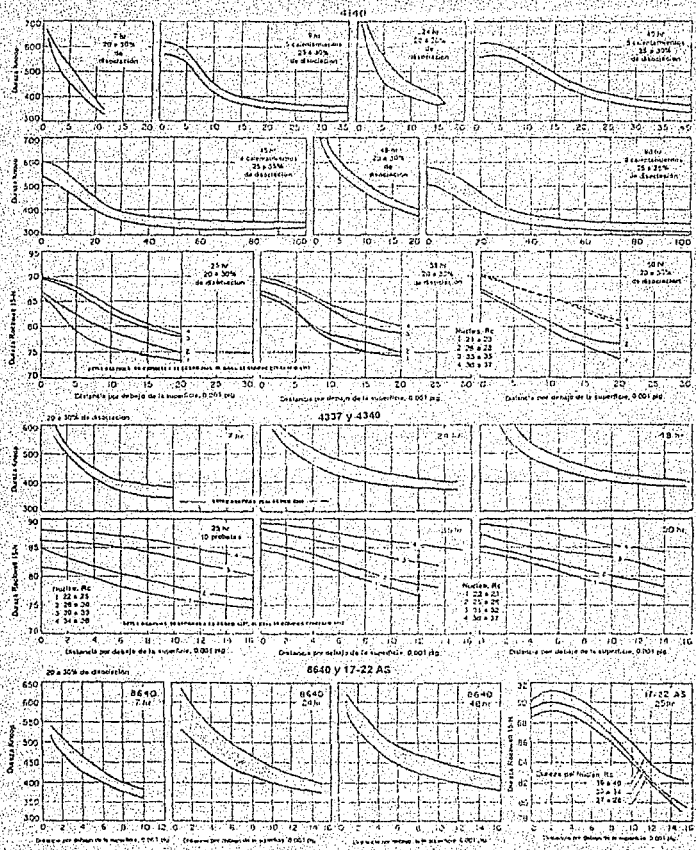


Figura 1.6 Gradientes de dureza para acero al cromo de baja aleación nitrurados

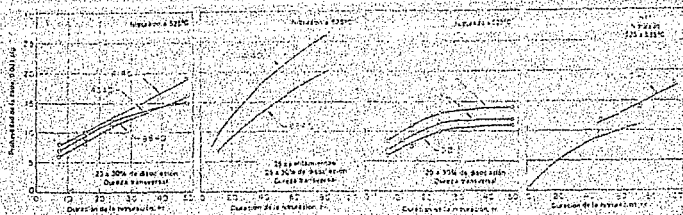


Figura 1.7 Profundidad de capa endurecida como una función del tiempo de nitruración para aceros al cromo de baja aleación y aceros para herramienta

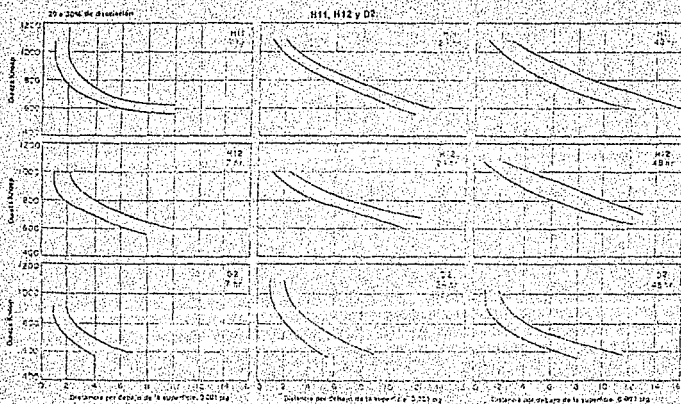


Figura 1.8 Gradientes de dureza para aceros de herramienta al cromo

## CAMBIOS DIMENSIONALES

Durante la nitruración se presentan ligeros cambios en las dimensiones de las partes tratadas dado que se incrementa el volumen de la capa endurecida nitrurada. Dichos cambios producen que el núcleo se estire, lo cual se traduce en esfuerzos tensiles que son balanceados por esfuerzos de compresión en la capa endurecida después de que las partes han sido enfriadas hasta la temperatura ambiente. La magnitud de la deformación permanente del núcleo y la superficie es función del esfuerzo de cedencia y la naturaleza de los nitruros formados. Por tanto, el crecimiento y distorsión de las partes nitruradas está gobernada en gran parte por la composición, la temperatura de revenido, el tiempo y temperatura de nitruración, el espesor relativo de la capa endurecida y el núcleo, así como la geometría de la parte tratada. Cuando se cubre alguna porción de las partes nitruradas, se puede afectar el crecimiento. La cantidad de crecimiento es usualmente constante cuando se nitruran idénticas bajo las mismas condiciones. Así, después de determinar experimentalmente la cantidad de crecimiento para una parte en particular, es posible considerar una tolerancia durante el maquinado final previo a la nitruración. Antes de realizar los experimentos para determinar el crecimiento, las partes a tratar deberán ser relevadas de esfuerzos.

En algunas partes, los cambios dimensionales producidos por la nitruración pueden presentarse en superficies externas e internas. Por ejemplo, para un engrane de 12 pulgadas de diámetro, el crecimiento del engrane puede ser mayor a 0.004 plg.

Todas aquellas partes que sean nitruradas no deberán tener filos ni esquinas pronunciadas, pues el nitrógeno en grandes cantidades puede concentrarse en tales zonas produciendo que estas se despostillen. En piezas donde sea

inevitable el uso de filos, la fragilidad se puede reducir nitrurando únicamente un lado, siempre y cuando el otro no este sometido a desgaste frecuente. Es posible eliminar los problemas de crecimiento nitrurando sólo aquellas superficies que estén expuestas a desgaste en servicio.

#### TRATAMIENTO DE ESTABILIZACION

En las partes nitruradas se presenta un balance entre los esfuerzos de compresión en la capa endurecida y los esfuerzos de tensión en el núcleo. Si este balance es modificado por el rectificado de una parte de la capa nitrurada, se pueden presentar pequeños cambios dimensionales, los cuales en muchos casos, se generan como resultado de la redistribución de esfuerzos por el rectificado.

A fin de prevenir estos cambios, las piezas deben ser rectificadas casi hasta sus dimensiones finales, después calentadas a 565°C por 1 hora y finalmente rectificadas o lapeadas. Las partes nitruradas mediante el proceso de doble etapa y no rectificadas después de la nitruración observan una excelente estabilidad dimensional.

#### EQUIPO

En las plantas de nitruración gaseosa se emplean hornos de uso común de una gran variedad de diseños. Muchos de estos hornos tienen características entre las cuales se encuentran:

1. Un medio para sellar la carga, para retirar aire y otros contaminantes mientras esté presente la atmósfera controlada.
2. Una línea de entrada para el gas de la atmósfera y una línea de

extracción de gas.

3. Un medio de calentamiento y un control de temperatura apropiado.
4. Un medio para uniformizar la atmósfera, como puede ser el empleo de ventiladores.

### HORNOS VERTICALES (fig. 1.9)

Son del tipo estacionario. Las partes a nitrurar son cargadas en una canasta, la cual se coloca en la cámara de calentamiento. La tapa descansa sobre un sello de asbesto sumergido en aceite. La entrada de gas se encuentra en la parte superior del horno. El enfriamiento se lleva a cabo al encender el ventilador y abrir la válvula de la camisa de enfriamiento permitiendo la circulación de agua.

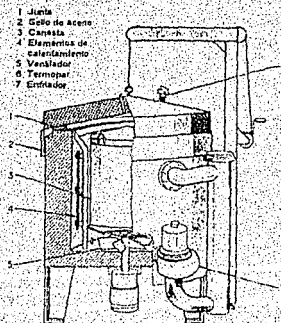


Figura 1.9 Horno vertical de nitruración



## HORNOS PORTATILES TIPO CAMPANA (fig. 1-10)

Este tipo de hornos tienen una base estacionaria y están equipados con una entrada y salida de gas, un termopar de control, un ventilador, y salidas para conexiones eléctricas y de control. Las partes a ser nitruradas deberán ser cargadas en canastas y éstas a su vez colocadas en un soporte en la base del horno. Se coloca un recipiente sobre la canasta y a su vez todo el conjunto sobre un sello sumergido en aceite. El calentamiento se lleva a cabo en la campana de calefacción.

El calor fluye a través de las paredes del recipiente y es transferido a la carga por radiación y convección por medio del gas circulante. El enfriamiento se lleva a cabo reemplazando la campana de calefacción por la campana de enfriamiento y, mediante un ventilador se hace circular aire alrededor de las paredes y tapa del recipiente.

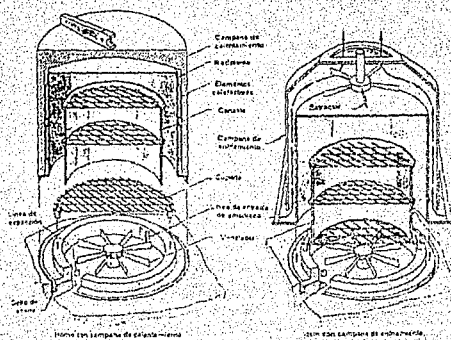


Figura 1.10 Esquema de un horno tipo campana, mostrando la base estacionaria

## HORNOS DE CAJA

En nitruración han sido empleados también hornos móviles con dos bases estacionarias para las canastas de carga. Cada base está equipada con una línea de entrada y salida de gas, un termopar de control, un ventilador y controles. Las partes a ser nitruradas deberán ser cargadas en una canasta que será colocada sobre una placa pesada en cada base. Se coloca entonces una cubierta encima de la carga y es colocada sobre una ranura rellena con mineral de cromo muy fino, sellando así perfectamente.

Posteriormente el horno se desliza sobre la carga por medios de rieles y se cierran las puertas. El calor pasa a través de las paredes y cubierta y se transferido a la carga de radiación y convección circulando el gas. Usualmente el enfriamiento en este tipo de hornos es lo suficientemente rápido circulando aire, con lo cual es posible recargar rápidamente el horno para iniciar un proceso nuevo.

## PROBLEMAS COMUNES EN NITRURACION Y SUS CAUSAS

Algunos de los problemas que, comúnmente se presentan en nitruración gaseosa son:

- a) Capa de baja dureza o poca profundidad.
- b) Piezas descoloridas.
- c) Cambios dimensionales excesivos.
- d) Superficie nitrurada fracturada.
- e) Variaciones en el porcentaje de amoníaco disociado.
- f) Capa blanca más profunda que la recomendada.
- g) Líneas de extracción tapadas.

El conocimiento de las causas de tales problemas puede ayudar a prevenir.

evitar o corregirlas. A continuación se presentan las posibles causas de los problemas antes mencionados.

Una capa de baja dureza o poca profundidad puede ser causada por:

1. Características del acero:

- Composición inadecuada de los aceros a nitrurar.
- Microestructura inapropiada.
- Baja dureza del núcleo.
- Pasivación superficial del maquinado o limpieza inadecuada.

2. Fallas en el proceso:

- Temperaturas de nitruración excesivamente bajas o altas.
- Flujo insuficiente de amoníaco.
- Circulación o temperatura no uniforme en el horno.
- Sobreexposición de las partes del horno y la canasta para disociar el amoníaco.
- Tiempo insuficiente.

La decoloración de las piezas de trabajo puede ser causada por:

1. Tratamiento superficial previo inadecuado o impropio, incluyendo ataque, lavado, desengrase o recubrimiento de fosfato.

2. Aceite en el recipiente, debido a:

- Limpieza inadecuada de las partes, especialmente aquellas que tengan barrenos profundos o cavidades.
- Pérdida de presión en el sello, o sobrecalentamiento del sello.
- Fugas en la base u otras partes del horno.

3. Humedad en el recipiente, debido a:

- Fugas en la cámara de enfriamiento.

- Enfriamiento rápido con agua con un flujo inadecuado de gas.
4. Aire en el recipiente, debido a:
- Sello inadecuado.
  - Fugas debido a un sellado inadecuado alrededor de los tubos o el termopar.
  - Inyección de aire para purgar el amoníaco cuando la carga se encuentra por debajo de 175°C.

Los cambios dimensionales excesivos pueden ser causados por:

1. Tratamiento inadecuado para relevar esfuerzos previo a la nitruración.
2. Apoyo inadecuado de las partes durante la nitruración.
3. Diseño inadecuado de las partes a nitrurar, incluyendo asimetría de las mismas.
4. Espesores diferentes en la capa endurecida como resultado de:
  - Condiciones no uniformes creadas por el diseño del horno o por la manera en la que se dispone la carga.
  - Variaciones en el poder de absorción de las superficies.

La fractura y despostillado de las superficies nitruradas puede ser causada por un exceso de disociación (85%) y (especialmente para aceros al aluminio) por:

1. Diseño (particularmente por esquinas con filo).
2. Capa blanda.
3. Descarburización de la superficie antes del tratamiento térmico.
4. Tratamiento térmico impropio.

Las variaciones en el porcentaje de disociación de amoníaco puede ser causado por:

1. Poca carga para la superficie del horno
2. Partes del horno reactivadas
3. Flujo variable de gas, causado por un aumento de la presión en el horno.

La profundidad de la capa blanca puede ser mayor que la permitida, lo cual puede ser causado por:

1. Temperatura de nitruración demasiado baja.
2. Porcentaje de disociación por debajo del mínimo recomendado (15%).
3. Purga de amoníaco rápida durante el enfriamiento lento cuando la temperatura del horno se encuentra por encima de 480°C.

El taponamiento de las líneas de evacuación es causada por los precipitados que se forman en la reacción del amoníaco con algunos elementos químicos comúnmente presentes en agua común y corriente. Estos precipitados pueden tapar las líneas, causando que la presión en el horno se incremente.

Por lo anteriormente expuesto es recomendable que las líneas sean agrandadas o limpiadas periódicamente con una solución ácida. (El uso de agua destilada o agua con una pureza similar puede también eliminar tales problemas).

En algunas instalaciones, se pueden presentar fugas en las líneas de agua de enfriamiento hacia las líneas de evacuación de amoníaco, para lo cual es recomendable el empleo de trampas.

## NITRURACION LIQUIDA

La nitruración líquida, o también conocida como nitruración en baño de sales fundidas, emplea el mismo intervalo de temperaturas que la nitruración gaseosa, es decir de 510 a 565°C. Al igual que en un proceso de carburización líquida y la cianuración, el cianuro líquido es el medio para la capa endurecida. La nitruración líquida es ampliamente aplicada a una gran variedad de aceros al carbono, aceros de baja aleación y aceros de herramienta.

En términos generales tanto la nitruración líquida como la gaseosa tienen los mismos usos. Sin embargo la nitruración gaseosa es preferida en aquellas aplicaciones en las cuales se requiere una capa endurecida de mayor espesor. La única ventaja de emplear nitruración líquida radica en que puede ser aplicada en aceros al carbono. Sin embargo, ambos procesos tienen las mismas ventajas: aumentan la resistencia al desgaste y a la fatiga y presentan menor distorsión que otros procesos de endurecimiento superficial con calentamiento a altas temperaturas.

A pesar de estas ventajas, el proceso de nitruración líquida tiende a desaparecer por el daño que puede causar las sales de cianuro al personal que labora en las plantas de nitruración líquida.

## NITRURACION IONICA

El proceso de nitruración iónica consiste en producir una descarga gaseosa o plasma; si la presión del gas es adecuada se puede establecer una

descarga eléctrica sostenida en el gas (11). Entederemos por plasma un gas enrarecido, al que se le aplica un alto voltaje (12). En la descarga los electrones son acelerados hacia el ánodo y los iones positivos producidos por los electrones en movimiento son atraídos por el cátodo. Estos iones bombardean el material que se encuentra en el cátodo con energías que dependen del voltaje aplicado (12).

Para que este proceso se realice es necesario un recipiente o cámara donde se introduce el gas. La cámara actúa como ánodo y está a potencial de tierra, mientras que el portamuestras que contiene las muestras a nitrurar actúa como cátodo al aplicarle un voltaje negativo.

Como en todo tratamiento térmico, la nitruración trata de mejorar las propiedades del acero. En particular se trata de mejorar la resistencia al desgaste, endureciendo únicamente la superficie del material y logrando al mismo tiempo que se evite la oxidación del material y disminuir la corrosión. Para lograr esto es necesario un conjunto de condiciones experimentales.

Antes de introducir el gas a la cámara, es necesario que ésta se encuentre limpia y en ausencia de cualquier otro tipo de gas ajeno al nitrógeno. El gas empleado en este proceso es una mezcla de 78% de  $H_2$  y 22% de  $N_2$ . Si no hay hidrógeno presente, se observa la formación de películas de óxido superficial.

Después de limpiar cuidadosamente el sistema, se introduce el portamuestras y se inicia el vacío mecánico con una bomba de paletas en aceite, logrando una presión de  $1 \times 10^{-3}$  mm de Hg. Una vez logrado este vacío, se introduce la mezcla de gases usando una válvula de control fino hasta alcanzar una presión de  $6 \times 10^{-2}$  mm de Hg. Se deja semiabierto el sistema de bombeo de vacío, hasta lograr establecer una relación de flujo estable entre el gas que entra y el bombeo. Con el objeto de que no exista

peligro de operación para el sistema y sus operarios, la descarga de la bomba mecánica debe ser hacia el exterior del edificio.

Una vez establecida esta condición, se enciende el plasma aplicando paulatinamente la diferencia de potencial. A partir de 300 a 500 volts se observa la luminiscencia del plasma, haciéndose cada vez más intenso conforme aumenta el voltaje aplicado. A los 1200 volts es muy intenso, produciéndose arcos de corriente eléctrica alrededor del portamuestras. Se continúa así hasta tener una diferencia de potencial de 2000 volts, que es el voltaje requerido para nuestro experimento. El sistema se deja así durante 20 minutos con el fin de que se estabilice. A partir de este momento se cuenta el tiempo que se desea que dure el proceso, que en este caso fue de 5 horas. Deben medirse y controlarse las variables de temperatura y densidad de corriente en el portamuestras, así como la presión. Al terminar el proceso se retira el voltaje y pasada una hora se apaga la bomba mecánica y se deja enfriar el sistema lentamente, para que posteriormente se puedan sacar las muestras nitruradas y estudiar los efectos de este proceso.

El equipo empleado para este proceso se presenta en las figuras 1.11 y 1.12. Dicho equipo consta de una cámara de acero inoxidable, equipada con un sistema de vacío mecánico. El vacío mecánico se realiza con una bomba de paletas deslizantes marca Leybold. Para aplicar la diferencia de potencial se dispone de una fuente de poder de corriente directa que proporciona de 0 a 3 KV y de 0 a 0,2 A. Las conexiones se hacen de la siguiente manera: la terminal catódica se conecta al portamuestras mediante un atravesador de alto voltaje y la terminal anódica a la cámara que a su vez se encuentra a potencial a tierra. La cámara cuenta con una ventana por la cual se puede observar el desarrollo del experimento. También tiene



entradas para el suministro de gas y el medidor de vacío, así como para admitir aire a la cámara.

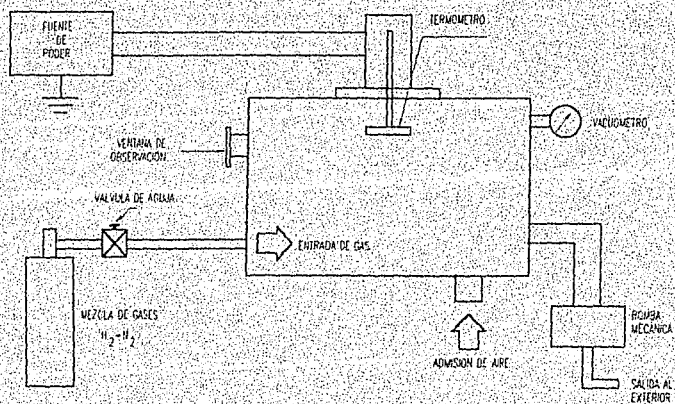
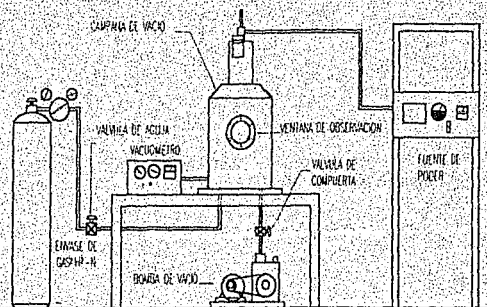


Figura 1.11. Esquema del dispositivo experimental para nitración iónica



*Figura 1.12 Partes del equipo de nitración iónica.*

A fin de medir la temperatura de la cámara se cuenta con un termopar cromel-alumel y un multímetro SOAR modelo ME-530, conectado al portamuestras. Las lecturas de la presión de vacío se realiza con un medidor analógico que cubre el intervalo de presión de trabajo. El gas utilizado en el experimento es marca Infra del Centro, con una composición química de 78%  $H_2$  - 22%  $N_2$ . Para regular el flujo de gas se usó una válvula de aguja, la cual es muy útil en la regulación de pequeños flujos.

## PARAMETROS EN LA DESCARGA GASEOSA

Los términos plasma y descarga gaseosa pueden considerarse como sinónimos, aunque las descargas gaseosas son plasmas no ideales (11). Se puede obtener una descarga gaseosa al aplicar un voltaje entre dos electrodos en un gas, dando lugar a una densidad de corriente  $J$  que fluye debido al voltaje aplicado, produciendo una luminosidad brillante conocida como luminosidad negativa. Junto al cátodo se forma una región oscura conocida como espacio oscuro que también se puede observar en el ánodo pero es más delgada. La columna positiva, que es la región de la descarga, es la más parecida a un plasma. El espacio oscuro del cátodo y la luminosidad negativa no se ven afectadas por la distancia entre los electrodos, pero la columna positiva cambia su longitud. Una serie de luminosidades y espacios oscuros que se observan en las descargas de corriente directa se presentan en la figura 1.13.

Las descargas luminosas de corriente directa pueden ser de dos tipos, normales y anormales. Las normales se caracterizan porque al aumentar la corriente el voltaje permanece constante y las superficies de los electrodos no se cubren de la luminosidad de la descarga, así que la densidad de corriente es constante. En las descargas anormales al aumentar el voltaje aumenta la corriente, el espacio oscuro catódico se reduce y aumenta la luminosidad negativa envolviendo a los electrodos. Dependiendo de la presión del gas que se esté empleando, al aumentar la corriente, la luminosidad cercana al cátodo también aumenta y aparecen manchas brillantes que producen una contracción de la luminosidad catódica y mayor calentamiento del cátodo, así como una disminución del voltaje aplicado al formarse un arco. A este proceso se le conoce como transición luminosidad-arco, que depende de la pureza del gas, de la presión, de la

geometría y del tipo de cátodo que se use (23).

Para mantener un estado estacionario en la descarga es necesario que la rapidez de generación de los pares ión-electrón sea numéricamente igual al grado de ionización. De una manera simple se puede decir que el campo eléctrico aplicado acelera los electrones; así que los electrones absorben energía del campo. Estos electrones acelerados adquieren suficiente energía para ionizar los átomos del gas (12).

Las descargas de corriente directa tienen tres regiones importantes: la región del cátodo, la luminosidad negativa y del ánodo. La región del cátodo está considerada desde el espacio cátodico hasta la región de luminosidad negativa; se encuentra cargada negativamente respecto al plasma y está sujeta a un intenso bombardeo de iones y moléculas neutras con energías que van desde cero hasta el voltaje aplicado (12). El cátodo es una fuente de emisión de electrones secundarios, los cuales tienen un papel importante en el mantenimiento de la descarga misma; el bombardeo iónico hace que el cátodo se caliente y también que exista erosión del mismo.

La región del plasma o luminosidad negativa es la que está comprendida entre los dos espacios oscuros, tanto catódico como anódico. De todas las moléculas que contiene el gas solamente una fracción de  $10^{-4}$  están ionizadas, o sea que la mayoría son partículas neutras (24), pero esta cantidad es suficiente para mantener la descarga. Los electrones, iones y moléculas neutras en esta región, sufren gran cantidad de colisiones. Los mecanismos esenciales en un plasma de este tipo son: la excitación, relajación, ionización y recombinación. Para mantener un estado estacionario en el plasma, la densidad de electrones, la densidad de iones y el proceso de recombinación deben ser balanceados con el proceso de ionización lo que requiere de una fuente de energía externa.

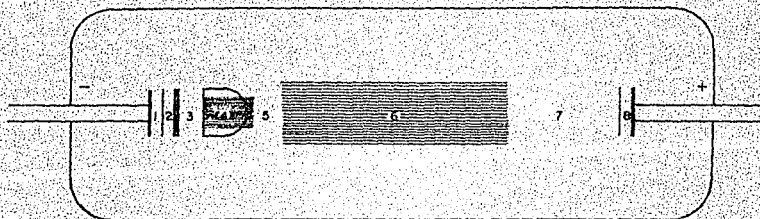
La descarga gaseosa es eléctricamente neutra, pero el voltaje aplicado produce una caída de potencial brusca alrededor de los electrodos, principalmente en el cátodo. Los iones se aceleran en esta zona alcanzando energías altas que les permite incluso modificar la superficie del cátodo, como se observa en la figura 1.14 (11,12).

La composición del gas en un plasma se puede analizar mediante espectroscopía óptica y espectrometría de masas.

La región del ánodo está comprendida en el intervalo que va desde la luminosidad negativa hasta el espacio oscuro del ánodo. El plasma es ligeramente más positivo que el ánodo, de manera que acelera electrones secundarios del ánodo hacia el plasma y también acelera iones del plasma hacia el ánodo, aunque estos procesos son mucho más débiles que en el cátodo. Así tenemos que los parámetros en una descarga-gaseosa que se pueden considerar son: el voltaje aplicado, la presión del gas, la temperatura y la densidad de corriente.

Para el proceso de nitruración iónica a emplear, se consideraran los siguientes parámetros:

- 1) Voltaje aplicado;
- 2) Presión del gas;
- 3) Temperatura de la muestra;
- 4) Densidad de corriente y
- 5) Tiempo de duración del proceso.



- |   |   |   |                           |
|---|---|---|---------------------------|
| 1 | ESPACIO OSCURO DE ASTON                     | 5 | ESPACIO OSCURO DE FARADAY |
| 2 | LUMINOSIDAD CÁTODICA                        | 6 | COLUMNA POSITIVA          |
| 3 | ESPACIO OSCURO CÁTODICO DE CROOKE - HITTARF | 7 | ESPACIO OSCURO ANÓDICO    |
| 4 | LUMINOSIDAD NEGATIVA                        | 8 | LUMINOSIDAD ANÓDICA       |

*Figura 1.13 Descarga luminosa normal: las regiones luminosas son las sombreadas y rayadas.*

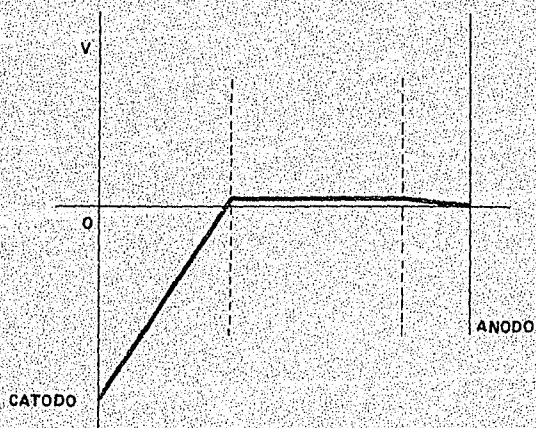


Figura 1.14 Distribución del voltaje en el proceso de descarga gaseosa de c.d. según (22).

## CAPITULO 2

### DESARROLLO EXPERIMENTAL

#### ACEROS EMPLEADOS

Los materiales empleados en el desarrollo experimental de este trabajo son aceros aleados de bajo y medio carbono. Tales aceros, suministrados por ACEROS FORTUNA, son el SAE 4140, SAE 8620 y SAE 9840, los cuales, por su contenido de aleantes tales como el cromo, vanadio y molibdeno, entre otros, se consideran apropiados para ser tratados por nitruración iónica.

A fin de determinar los cambios dimensionales producidos en los aceros debido al tratamiento de endurecimiento aplicado, se emplearon probetas sensibles a distorsión dimensional tipo "C" modificadas, las cuales fueron construidas a partir de barra redonda de 76.2 mm (3") de diámetro, con el fin de asegurar homogeneidad en el material, pues como se sabe, cuando el acero sale del tren de laminación se generan esfuerzos que en muchas ocasiones hacen que la resistencia mecánica no sea uniforme en la superficie del material sobre todo.

Considerando la capacidad volumétrica del equipo de nitruración iónica, las probetas empleadas en este trabajo se construyeron a escala 1:2 con respecto a las probetas tipo "C" estándar, con un barrenado ciego para sujetarlas a la Máquina de Medición. La composición y propiedades de los aceros empleados se presentan en las tablas 2.1 y 2.2 respectivamente.



*Tabla 2.1 Composición de los aceros en por ciento en peso<sup>(1)</sup>*

Elemento	SAE 4140	SAE 8620	SAE 9840
C	0.38-0.43	0.18-0.23	0.38-0.43
Si	0.20-0.35	0.20-0.35	0.20-0.35
Mn	0.75-1.00	0.70-0.90	0.70-0.90
Cr	0.80-1.00	0.40-0.60	0.70-0.90
Ni	---	0.40-0.70	0.85-1.15
Mo	0.15-0.25	0.15-0.25	0.20-0.30

*Tabla 2.2 Propiedades mecánicas en estado recocido<sup>(2)</sup>*

PROPIEDAD	SAE 4140	SAE 8620	SAE 9840
Límite de cedencia, kg/mm <sup>2</sup>	70	65	70
Resistencia a la tracción kg/mm <sup>2</sup>	90 - 105	90 - 120	90 - 105
Alargamiento (L = 5d), %	12	9	12
Contracción %	50	40	55

(1) Metals Handbook, ASM, vol. 1, 8a. edición, p.p. 61.

(2) Datos proporcionados por ACEROS FORTUNA

## ANALISIS METALOGRAFICO

La metalografía se llevó a cabo en los aceros después del proceso de nitruración iónica empleando como muestra cilindros de  $\phi 6.35$  mm ( $\frac{1}{4}$ " ) de diámetro por 6.35 mm ( $\frac{1}{4}$ " ) de longitud de los materiales anteriormente descritos. Se observó la estructura metalográfica en la zona nitrurada y al centro de las probetas donde no se formaron nitruros. La caracterización fue realizada mediante un microscopio electrónico de barrido, para lo cual las muestras fueron cortadas transversalmente y pulidas a espejo con pasta de diamante. La microestructura asociada se reveló empleando como reactivo Nital 5.

## PROBETAS Y CONDICIONES DE OPERACION

Con el fin de determinar los cambios dimensionales que se producen por el proceso de endurecimiento de los distintos aceros, se emplearon probetas sensibles a distorsión aprobadas por la American Society for Metals (ASM). A fin de soportar las probetas en el atravesador de la cámara de nitruración y en la mesa de la máquina de medición por coordenadas, se maquinó un barrenado roscado de 9.5 mm de diámetro. La figura 2.1 muestra un esquema con las dimensiones de las probetas empleadas para tal fin.

Se emplearon dos probetas de acero AISI 4140, una de 8620 y dos de 9840 de cada uno de los tipos de probetas mencionados anteriormente. Una de las probetas de acero 4140 y 9840 fueron templadas y revenidas previamente a la nitruración iónica y el resto de las probetas sólo fueron nitruradas.

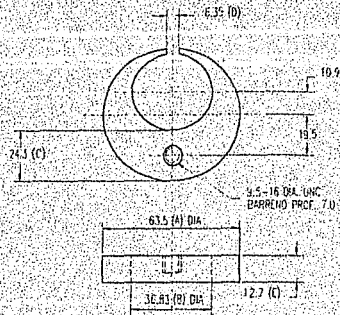
Las probetas empleadas para el análisis metalográfico así como aquellas para el análisis de distorsión dimensional, fueron tratadas bajo las siguientes condiciones:

#### **Temple y revenido**

Calentamiento:	Horno eléctrico
Temperatura y tiempo de austenitización:	850°C durante 30 minutos
Medio de temple:	aceite rápido a temperatura ambiente
Revenido:	a 200°C durante 45 minutos
Enfriamiento:	Por convección natural en aire

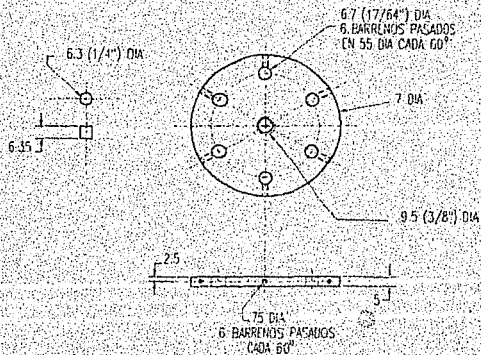
#### **Nitruración iónica**

Atmósfera:	gas 80% H <sub>2</sub> - 20% N <sub>2</sub>
Presión:	6 x 10 <sup>-2</sup> mm de mercurio
Temperatura:	300°C
Tiempo:	5 horas, a partir de la temperatura estabilizada a 300°C
Enfriamiento:	En la cámara de nitruración, en vacío.



*Figura 2.1 Dimensiones nominales de las probetas en mm.*

Como se mencionó anteriormente para el análisis metalográfico se emplearon probetas cilíndricas soportadas en un portamuestras, cuyo esquema se presenta en la siguiente figura.



*Figura 2.2 Probetas y portamuestras para análisis metalográfico en mm*

## EQUIPO EMPLEADO

El equipo de nitruración iónica fue desarrollado por el Departamento de Física Experimental del Instituto de Física de la UNAM y consta básicamente de una cámara cilíndrica de acero inoxidable de 0.36 m de diámetro, 0.4 m de altura de la base al atravesador y 0.03 m de este último a la parte superior de la cámara, teniendo así un volumen de  $44.2 \times 10^{-3} \text{ m}^3$ . Con el fin de observar el plasma que se produce durante el proceso de nitruración el equipo cuenta con una ventana de vidrio.

El equipo cuenta con una bomba mecánica de vacío marca Leybold, con una capacidad de 500 l/min y con la cual se alcanza un vacío de  $10^{-3} \text{ mm de Hg}$  en una hora.

El suministro de voltaje se lleva a cabo mediante una fuente de poder de corriente directa que proporciona de 0 a 3 KV conectada a voltmetro para registrar la tensión suministrada al cátodo y un multímetro digital acoplado a un termopar de cromel-alumel que permite registrar la temperatura de la pieza a tratar.

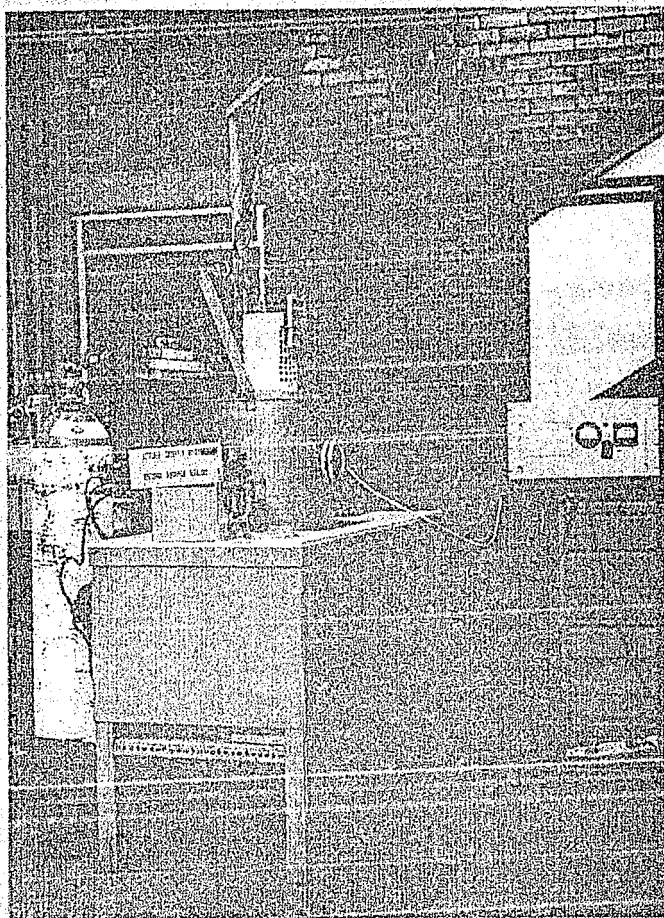
Las probetas empleadas en el análisis de distorsión dimensional fueron colocadas directamente en el atravesador (cátodo), el cual tiene un diámetro de 9.5 mm (3/8") rosca estándar al igual que las probetas. Por otro lado las probetas empleadas para el análisis metalográfico se sujetaron en el portamuestras y este a su vez en el atravesador.

La cantidad de gas suministrado a la cámara de nitruración fue regulada por una válvula de aguja colocada en la parte posterior del equipo.

La medición de las probetas se realizó en una Máquina de Medición por Coordenadas (MMC) marca ZEISS, modelo MC 850 con las siguientes características:

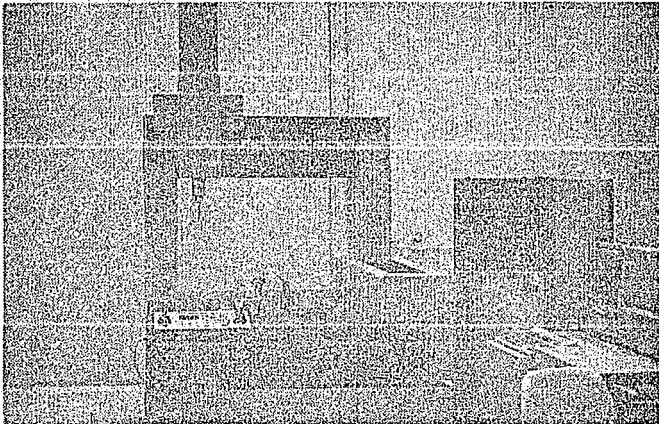
Intervalo de medición:	0.85 m x 0.24 m x 0.60 m
Precisión:	$0.2 \times 10^{-6}$ m (0.2 $\mu$ m)
Sistema antivibración:	a base de rodamientos de aire, estructura rígida.
Presión de aire:	686 kPa (7 kg/cm <sup>2</sup> )
Palpador:	Cinco puntas de $3 \times 10^{-3}$ m de diámetro cada una.

La figura 2.4 muestra la Máquina de Medición por Coordenadas ZEISS MC 850 empleada en este trabajo.



*Figura 2.3 Equipo de nitruración iónica*

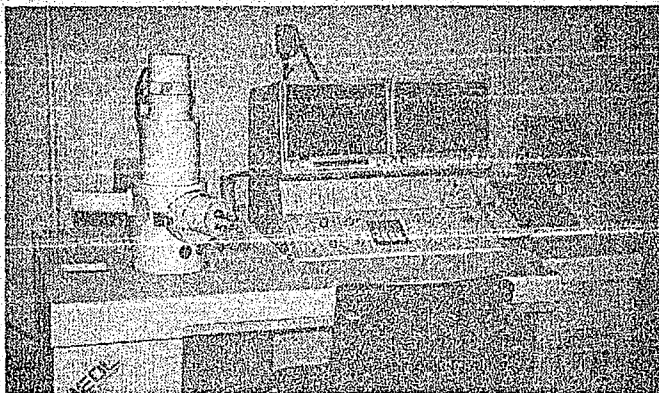
Se obtuvo el promedio de las cinco lecturas registradas antes y cinco después del tratamiento de nitruración iónica, y sólo fueron empleadas aquellas que resultaron útiles aplicando el criterio de Chauvenet (26). La distorsión dimensional en cada uno de los parámetros de la probeta se obtiene de la sustracción del promedio de las lecturas antes y después del tratamiento.



*Figura 2.4 Máquina de Medición por Coordenadas ZEISS MC 850*

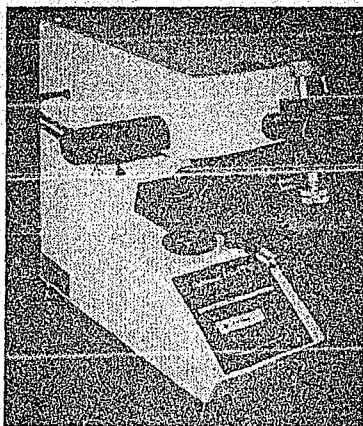


La estructura metalográfica obtenida en cada una de las probetas se llevó a cabo en un microscopio electrónico de barrido JEOL modelo JSM-5200, el cual se presenta en la figura 2.5



*Figura 2.5 Microscopio electrónico de barrido JEOL*

Las perfiles de microdureza de cada uno de los aceros tratados se obtuvieron mediante el microdurómetro MATSUZAWA modelo MHT2. Los valores de microdureza graficados en los perfiles representan el promedio de cinco improntas realizadas en las probetas con una carga de 0.050 kg. El equipo empleado para tal fin se presenta en la siguiente figura.



*Figura 2.6 Microdurimetro MATSUZAWA*

## DESCRIPCION DEL METODO DE DETERMINACION DE CAMBIOS DIMENSIONALES

A grandes rasgos, el método consiste en medir las probetas antes y después de someterlas al tratamiento de nitruración iónica, comparar ambas mediciones y evaluar los cambios. Las mediciones se realizaron, como se mencionó anteriormente, en una máquina de medición por coordenadas ZEISS MC 850, mediante un programa de cómputo de control numérico.

Es muy probable que los resultados de las mediciones no se deban únicamente al proceso de nitruración, sino a otros factores intangibles como pueden ser las diferentes condiciones ambientales durante las cuales se realizaron las mediciones. Por lo mismo fue necesario emplear una probeta llamada testigo, a la cual no se le aplicó el tratamiento de endurecimiento, con el fin de comprobar que los protocolos de medición ofrecieran los mismos resultados para cada evento.

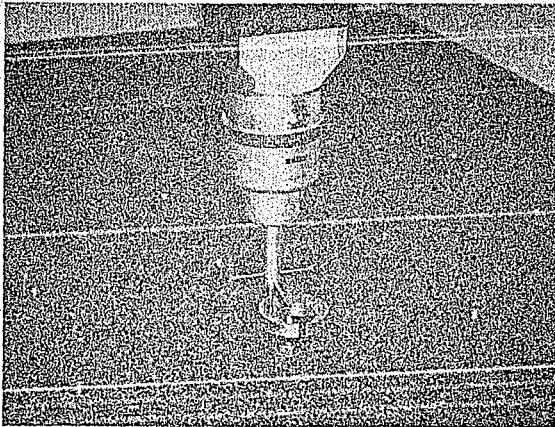
La figura 2.7 presenta la mesa de la Máquina de Medición por Coordenadas (MMC) al momento de realizar las mediciones de las probetas.

## PROGRAMACION EN CODIGO DE CONTROL NUMERICO

Las mediciones de las probetas pueden ser realizadas mediante los controles de la MMC. Las desventajas de realizar la medición manualmente son: por un lado el trabajo laborioso y repetitivo, considerando que deben hacerse 150 mediciones, y por otro lado la posibilidad de cometer errores tales como el palpado de puntos indeseables y una secuencia diferente cada vez que se

realice una medición, lo cual va en detrimento de la exactitud de las mediciones.

La programación en código de control numérico (CNC) permite a la MMC ejecutar secuencias automáticas de palpado con una repetibilidad de  $0,2 \mu\text{m}$  y además el programa puede ser editado para añadir o eliminar segmentos a fin de mejorarlo. Una desventaja hasta ahora es el hecho de que el posicionamiento de las probetas sobre la mesa debe ser más exacto, del orden de  $0,5 \text{ mm}$  en altura, y  $0,1 \text{ mm}$  en la localización de la ranura. Esto se debe a que la MMC puede colisionar contra alguna superficie de la pieza cuando ésta se encuentre fuera de la posición donde fue programada.



*Figura 2.7 Medición de una probeta "C" en la MMC*

## DEFINICION DE LAS SUPERFICIES

Para medir los parámetros de las probetas por medio de la MMC es necesario definir un sistema coordinado de referencia respecto al cual sean determinadas la posición y forma de las superficies que conforman las piezas a medir. De la relación entre tales superficies pueden obtenerse las dimensiones requeridas.

Por ejemplo, habiendo definido dos superficies planas paralelas, la distancia entre ellas sería el espesor de la probeta, o bien, el ancho de la ranura según el caso. En la práctica se presenta el problema de que no existen dos superficies perfectamente planas y además paralelas, por lo que conviene que la medida del espesor de la pieza y el ancho de la ranura sean referidos siempre a un mismo punto.

### a) Definición de la Superficie de Referencia

Una vez montada cualquier probeta en la posición descrita anteriormente, la superficie inferior es localizada mediante la palpación de cinco puntos. En seguida, el plano XY del sistema de coordenadas es orientado mediante una rotación espacial de ejes en la misma dirección de esta superficie y mediante una traslación paralela de éstos ejes, el plano  $z=0$  se hace coincidir con la superficie en cuestión. Esto permite simular un plano perfecto orientado según los ejes de medición sobre el cual se apoya la pieza, siendo además un plano el cual corresponde matemáticamente al más cercano a los cinco puntos palpados.

### b) Definición del Centro Geométrico

Habiendo definido una superficie de referencia, el diámetro exterior de la probeta es medido como un cilindro. Esto permite conocer las coordenadas

## DEFINICION DE LAS SUPERFICIES

Para medir los parámetros de las probetas por medio de la MMC es necesario definir un sistema coordinado de referencia respecto al cual sean determinadas la posición y forma de las superficies que conforman las piezas a medir. De la relación entre tales superficies pueden obtenerse las dimensiones requeridas.

Por ejemplo, habiendo definido dos superficies planas paralelas, la distancia entre ellas sería el espesor de la probeta, o bien, el ancho de la ranura según el caso. En la práctica se presenta el problema de que no existen dos superficies perfectamente planas y además paralelas, por lo que conviene que la medida del espesor de la pieza y el ancho de la ranura sean referidos siempre a un mismo punto.

### a) Definición de la Superficie de Referencia

Una vez montada cualquier probeta en la posición descrita anteriormente, la superficie inferior es localizada mediante la palpación de cinco puntos. En seguida, el plano XY del sistema de coordenadas es orientado mediante una rotación espacial de ejes en la misma dirección de esta superficie y mediante una traslación paralela de éstos ejes, el plano  $z=0$  se hace coincidir con la superficie en cuestión. Esto permite simular un plano perfecto orientado según los ejes de medición sobre el cual se apoya la pieza, siendo además un plano el cual corresponde matemáticamente al más cercano a los cinco puntos palpados.

### b) Definición del Centro Geométrico

Habiendo definido una superficie de referencia, el diámetro exterior de la probeta es medido como un cilindro. Esto permite conocer las coordenadas

de su eje en el plano  $z=0$  definido inicialmente y mediante una traslación paralela de ejes permite redefinir la posición de origen ( $x=0, y=0$ ) en el centro del cilindro.

La medición del diámetro exterior como cilindro es más adecuada que una medición como círculo, puesto que en el primer caso se toma en consideración la orientación del cilindro para emitir una evaluación del error de cilindridad, mientras que en el segundo caso, una circunferencia que pudiera tener un error de circularidad por forma elíptica, éste podría deberse a que el plano de medición no coincide con el plano del círculo verdadero.

#### c) Medición de la excentricidad.

El diámetro interior es medido como el caso anterior. Las coordenadas del centro de éste son el punto donde el eje del cilindro cruza con el plano  $x=0$ . Debido a que el origen del sistema local de referencia ha sido localizado a la altura de la superficie inferior de la probeta y en el centro del diámetro exterior, la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de las coordenada ( $x, y$ ) del centro del diámetro interior son el valor de la excentricidad. Si la línea que une los centros de los dos diámetros está orientada conforme al eje Y, la excentricidad será directamente el valor de la ordenada de origen, puesto que las coordenadas del centro del diámetro interior serán  $(0,y)$ . De cualquier manera, la excentricidad puede ser calculada analíticamente como la distancia entre dos puntos.

#### d) Medición del espesor.

Haciendo la localización del plano superior, la altura "z" de éste es directamente el espesor de la probeta medido sobre el eje Z, es decir en el punto  $(0,0,z)$ . Por supuesto que ésta superficie tiene una inclinación

determinada respecto a la inferior de referencia, sin embargo al ser tomado el espesor siempre en el punto antes indicado, el cambio sufrido por la probeta puede ser cuantificado confiablemente.

e) Ancho de la ranura.

El mayor problema presentado fue la medición del ancho de la ranura debido al reducido espacio en el cual el palpador debió ejecutar sus movimientos. El reducir el diámetro de éste, permite mayor espacio pero la rugosidad de las superficies influye más en la definición de las mismas.

Para realizar la medición fue necesario cambiar el sistema coordenado de referencia localizándolo sobre la cara izquierda de la ranura el plano Y-Z, siendo el eje X la dirección de la medición. El origen del sistema se localizó en una arista de la ranura. El ancho quedó determinado con la posición de la cara derecha de la ranura.

En la siguiente figura se presenta el diagrama de flujo del método de medición empleado en este trabajo.



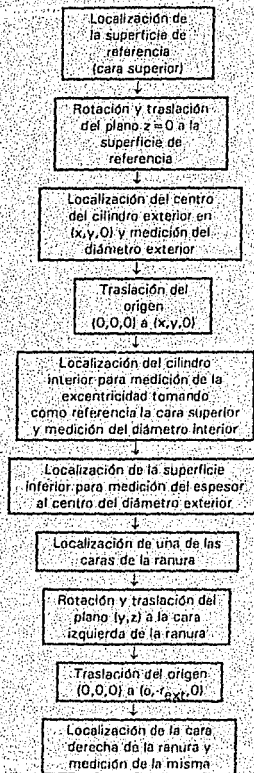


Figura 2.8 Diagrama de flujo del método de medición

## CAPITULO 3

### RESULTADOS

#### a) METODO DE MEDICION

Con el fin de comprobar la repetibilidad del método de medición empleado para determinar los cambios dimensionales debidos al tratamiento aplicado a las probetas, se realizaron dos series de mediciones en tiempos distintos en una probeta llamada *testigo*, cuya geometría y dimensiones son las mismas que tienen las probetas tratadas. La primera y segunda series de mediciones de la probeta testigo se llevaron a cabo antes y después de aplicar el tratamiento a las probetas "C" respectivamente. Es importante mencionar que la probeta testigo sólo fue empleada para comprobar la repetibilidad del método de medición, por lo que no fue tratada por temple, revenido ni por nitruración.

Las tablas 3.1 y 3.2 presentan los resultados de las mediciones de las series 1 y 2 respectivamente en la probeta. En ambas tablas  $\bar{X}$  y  $\sigma$  representan el promedio de las lecturas realizadas y la desviación estándar correspondiente respectivamente.

*Tabla 3.1 Primera serie de lecturas realizadas a la probeta testigo en mm.*

LECTURA	A	B	C	D	E
1	63.3518	36.9087	23.7542	6.6235	12.6444
2	63.3508	36.9096	23.7534	6.6256	12.6432
3	63.3490	36.9103	23.7515	6.6251	12.6419
$X_1$	63.3505	36.9095	23.7530	6.6247	12.6432
$\sigma_1$	0.0022	0.0007	0.0012	0.0011	0.0013

*Tabla 3.2 Segunda serie de lecturas realizadas a la probeta testigo en mm.*

LECTURA	A	B	C	D	E
1	63.3488	36.9099	23.7514	6.6251	12.6414
2	63.3485	36.9101	23.7512	6.6248	12.6420
3	63.3487	36.9100	23.7516	6.6247	12.6419
$X_2$	63.3487	36.9100	23.7514	6.6249	12.6418
$\sigma_2$	0.0002	0.0001	0.0002	0.0002	0.0003

Las tablas 3.3 y 3.4 muestran las diferencias de los promedios de las lecturas y las diferencias de las desviaciones estándar respectivamente.

*Tabla 3.3 Diferencias dimensionales de la probeta testigo de la primera y segunda series, en mm.*

	A	B	C	D	E
$X_1$	63.3505	36.9095	23.7530	6.6247	12.6432
$X_2$	63.3487	36.9100	23.7514	6.6249	12.6418
diferencia	0.0018	0.0005	0.0016	0.0002	0.0014

*Tabla 3.4 Diferencias de las desviaciones estándar de la primera y segunda series de mediciones, en mm.*

	A	B	C	D	E
$\sigma_1$	0.0022	0.0007	0.0012	0.0011	0.0013
$\sigma_2$	0.0002	0.0001	0.0002	0.0002	0.0003
diferencia $\sigma_1 - \sigma_2$	0.0020	0.0006	0.0010	0.0009	0.0010

De las tablas 3.3 y 3.4 puede concluirse que la incertidumbre global del método es de  $\pm 2.7 \mu\text{m}$  (27).

De los datos presentados anteriormente en las tablas, puede observarse que el método de medición desarrollado es bastante confiable, pues en términos generales, la incertidumbre global es pequeña, si consideramos que en el diseño de partes con maquinados de precisión, las tolerancias pudiesen ser del orden de  $3 \mu\text{m}$  o mayores en el caso de partes automotrices.

Cabe mencionar que las diferencias de las lecturas del método, presentadas en las tablas al medir la probeta testigo en la primera y segunda series, se puede atribuir prácticamente a los cambios de temperatura en el laboratorio donde se encuentra la Máquina de Medición por Coordenadas. Aún cuando en este trabajo no se mencionan las condiciones ambientales en que fueron llevadas a cabo las pruebas de evaluación del método, es importante hacer notar que un cambio de temperatura de  $2^\circ\text{C}$  puede originar diferencias dimensionales considerables que no deben ser atribuidas al programa de medición.

## b) *DISTORSION DIMENSIONAL*

Los cambios dimensionales generados tanto por el tratamiento térmico aplicado como por el tratamiento termoquímico se obtienen de la diferencia de cada uno de los parámetros de las probetas antes y después del proceso de endurecimiento. Los resultados obtenidos se presentan en la siguiente tabla.

*Tabla 3.5 Cambios dimensionales en las probetas debido a los tratamientos de temple y revenido y nitruración iónica, en  $\mu\text{m}$ .*

ACERO	A	B	C	D	E
4140	3.7	4.6	3.4	2.2	1.3
4140T+R.	-70.8	-243.7	53.8	-532.5	62.3
8620	3.5	7.0	7.5	-2.0	0.7
9840	-1.6	-6.6	2.8	-0.8	0.7
9840T+R.	4.0	-96.5	38.9	-261.2	4.4

T+R indica templado y revenido antes de nitrurar.

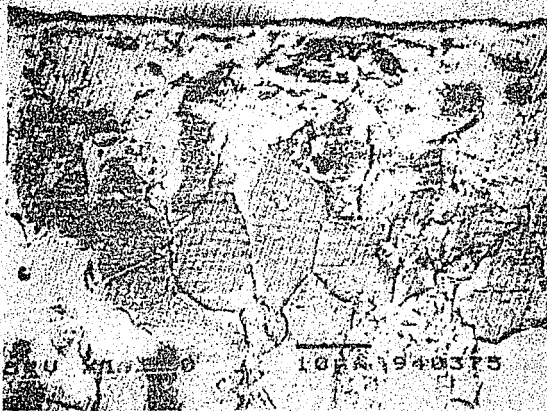
Como se mencionó con anterioridad, es muy deseable que los aceros sean templados y revenidos antes de ser tratados por nitruración iónica, con el fin de favorecer una difusión uniforme de nitrógeno. Sin embargo debido al enfriamiento brusco desde la temperatura de austenitización, que en el caso de los aceros empleados en este trabajo es del orden de  $850^{\circ}\text{C}$ , pueden presentarse deformaciones dimensionales y geométricas, que deben tomarse en cuenta en el diseño de partes que requieren que los materiales con que son construidas éstas, tengan buenas propiedades mecánicas con el fin de alargar la vida útil de las mismas. Es importante considerar que un enfriamiento brusco provoca que se generen esfuerzos en el acero que,

posteriormente se pueden traducir en fallas por fractura, debido a la fragilidad que presentan los materiales después del temple.

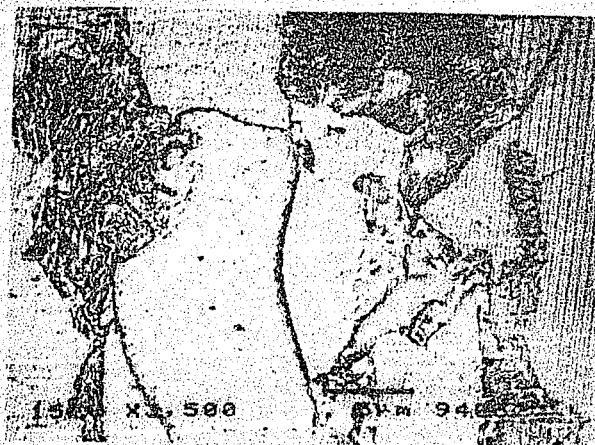
En la tabla 3.5 puede observarse la influencia que tiene el temple y revenido sobre la estabilidad dimensional de los aceros empleados en este trabajo. En términos generales, el acero que observa los cambios dimensionales más grandes es el AISI 4140 templado y revenido, teniendo una deformación del orden de 0.5 mm en la ranura de la probeta. El acero que presenta cambios dimensionales mínimos es el 9840 sin temprar ni revenir, los cuales se pueden atribuir en gran parte al método de medición. Si estrictamente hablamos de distorsión dimensional, podemos decir que el acero 9840, es aquel que responde mejor al tratamiento de nitruración iónica.

### *c) METALOGRAFIA*

Con el fin de determinar la estructura asociada a los aceros empleados, las probetas fueron cortadas transversalmente, pulidas a espejo con pasta de diamante y atacadas con Nital 5. Como se mencionó en el capítulo anterior, las probetas fueron observadas en un microscopio electrónico de barrido JEOL. A continuación se presentan las impresiones en placa de las estructuras de cada uno de los aceros tratados y también los perfiles de microdureza.



*Figura 3.1 Acero AISI 4140, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 1,500 X. Pueden observarse claramente los límites de grano y estos sirven como caminos preferenciales para la difusión de nitrógeno.*



*Figura 3.2 Acero AISI 4140, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 3,500 X. La fotografía presenta la microestructura asociada al acero en la zona central de la probeta, es decir en una zona no nitrurada. Puede reconocerse la ferrita como la fase clara y la perlita (ferrita+cementita) como la zona oscura.*

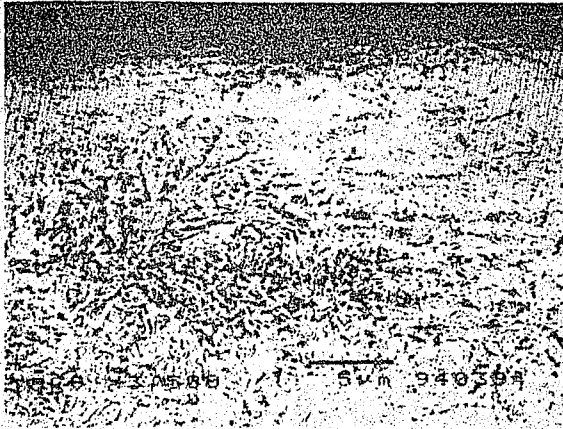




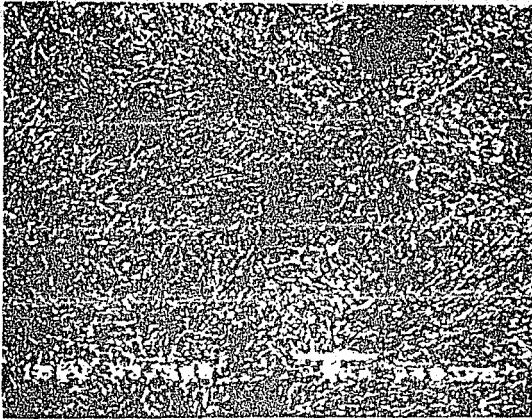
*Figura 3.3 Acero AISI 4140, austenitizado a 850°C y templado en aceite, revenido a 200°C durante 45 minutos, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 3,500 X. En la fotografía puede observarse la microestructura del acero en la zona nitrurada. En la parte superior se presenta una capa blanca que corresponde la zona de formación de nitruros de hierro ( $Fe_2N$ ). El resto de la estructura es martensita revenida.*



*Figura 3.4 Acero AISI 4140, austenitizado a 850°C, templado en aceite y revenido a 200°C durante 45 minutos, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 3,500 X. En la fotografía puede observarse la microestructura asociada al acero en la zona no nitrurada, compuesta básicamente por martensita revenida, ferrita y agregados de cementita.*



*Figura 3.5 Acero AISI 8620, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital5, aumento 3,500 X. En la fotografía se aprecia la microestructura en la zona nitrurada. Se observa una capa blanca, que corresponde a la zona de formación de nitruros de hierro ( $Fe_2N$ ) y nitruros complejos de los elementos de aleación.*



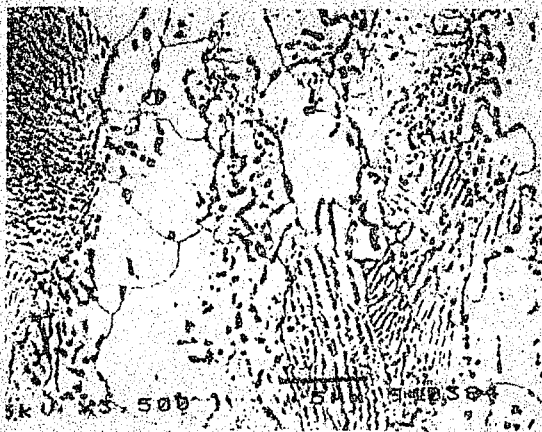
*Figura 3.6 Acero AISI 8620, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 3,500 X. En la fotografía se presenta la microestructura en la zona no nitrurada. En esta imagen están invertidos los tonos y se reconoce la ferrita como la fase oscura y la perlita (ferrita + cementita) como la fase clara.*



100µm X150

100µm 940392

*Figura 3.7 Acero AISI 9840, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nítril 5, aumento 750 X. En la fotografía se observa la zona de formación de nitruros de hierro ( $Fe_2N$  y  $Fe_3N$ ), denotada por la capa blanca en la parte superior.*



*Figura 3.8 Acero AISI 9840, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 3,500 X. La fotografía presenta la microestructura del acero en la zona no nitrurada. La matriz está formada por ferrita, mientras que la fase dispersa corresponde a cementita.*



*Figura 3.9 Acero AISI 9840, austenitizado a 850°C, templado en aceite y revenido a 200°C durante 45 minutos, nitrurado 5 horas a 300°C, ataque químico con nital 5, aumento 150 X. En la fotografía se observa la microestructura del acero en la zona nitrurada. La capa blanca corresponde a la zona de formación de nitruros de hierro ( $Fe_2N$ ,  $Fe_3N$  y carbonitruros), mientras que el resto corresponde a una estructura martensítica revenida.*



*Figura 3.10 Acero AISI 9840, austenitizado a 850°C, templado en aceite y revenido a 200°C durante 45 minutos y nitrurado 5 horas a 300°C. ataque químico con nital 5, aumento 3,500 X. La fotografía presenta la microestructura del acero en la zona no nitrurada, formada básicamente por martensita revenida y probablemente algo de austenita retenida.*



En las figuras 3.11 a 3.15 aparecen graficados los perfiles de microdureza obtenidos en los distintos aceros tratados. Pueden observarse resultados poco significativos en el caso de los aceros que sólo fueron nitrurados. En particular, en el caso de acero AISI 9840 sin templar ni revenir puede notarse claramente el límite de la capa de formación de nitruros de hierro, donde se presenta el cambio de pendiente de la curva, aproximadamente a  $75 \mu\text{m}$  de la superficie, que corresponde a una meseta. En el caso de los aceros templados y revenidos previamente, puede observarse un cambio significativo en el valor de dureza superficial sobre todo en el acero AISI 9840, donde el incremento es prácticamente un 100% con respecto al AISI 9840 que sólo fue nitrurado. No así en el acero AISI 4140T que sólo presenta un incremento del 30% aproximadamente en el valor de la dureza superficial en comparación con el acero AISI 4140.

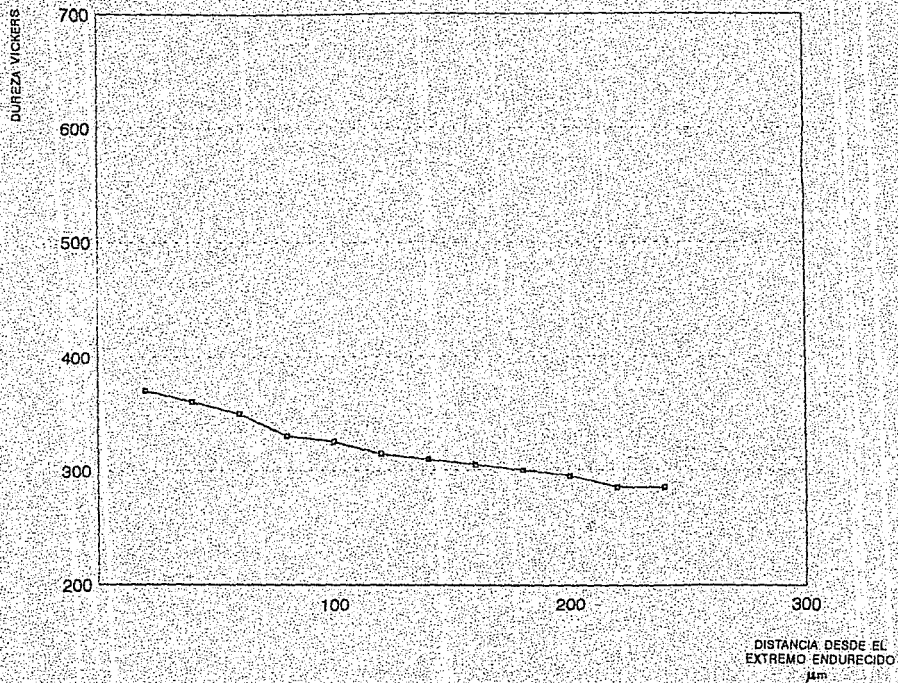


Figura 3.1-1 Perfil de microdureza del acero AISI 4140, nitrado 5 horas a 300°C.

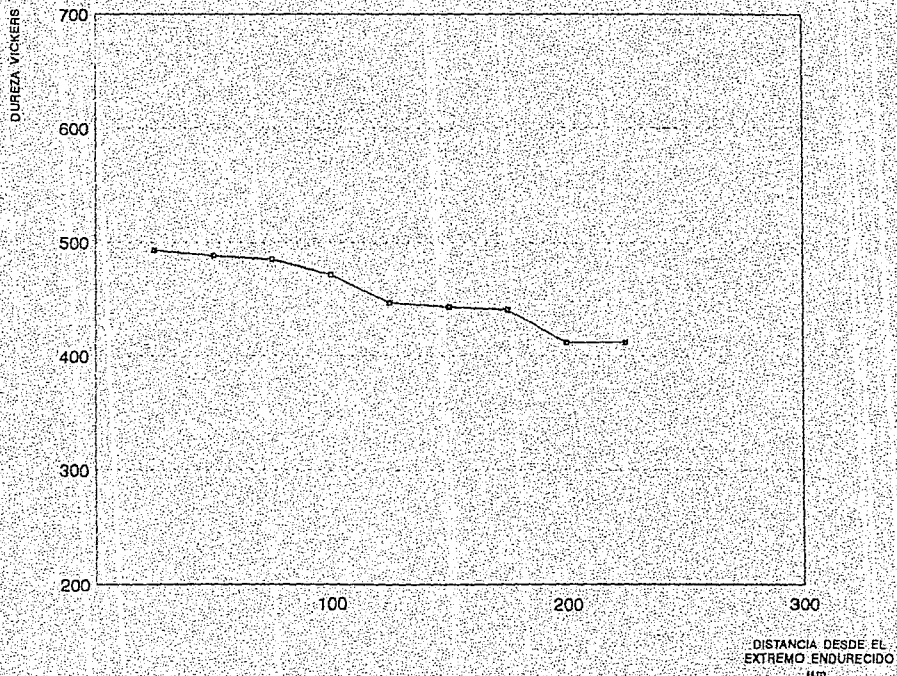


Figura 3-12. Perfil de microdureza del acero AISI 4140 austenizado a 850 C, templado en aceite y revenido a 200 C durante 45 minutos, nitrado 5 horas a 300 C.

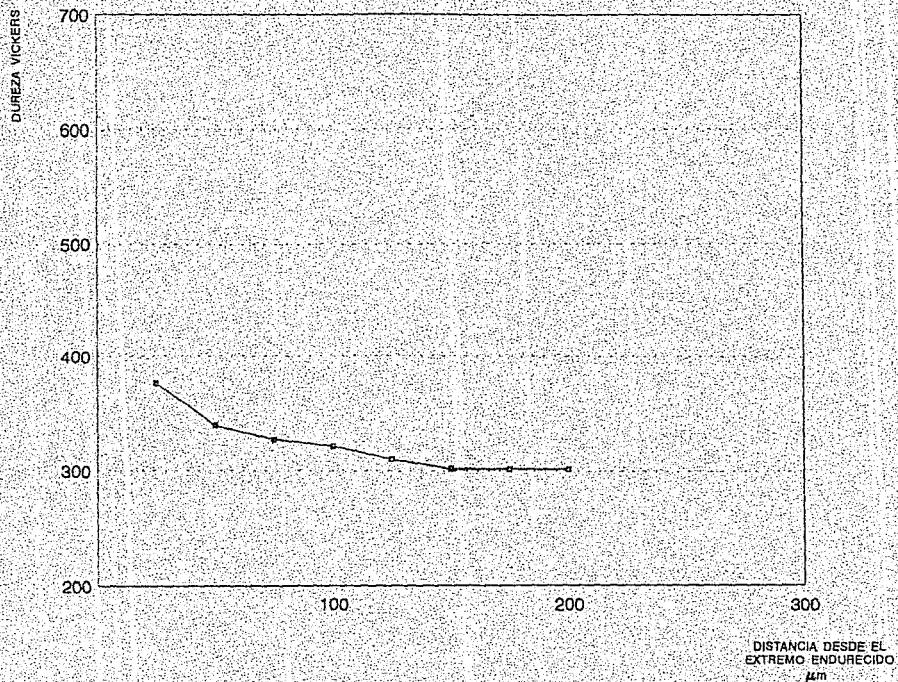


Figura 3.13 Perfil de microdureza del acero AISI 8620 nitrurado 5 horas a 300 C.

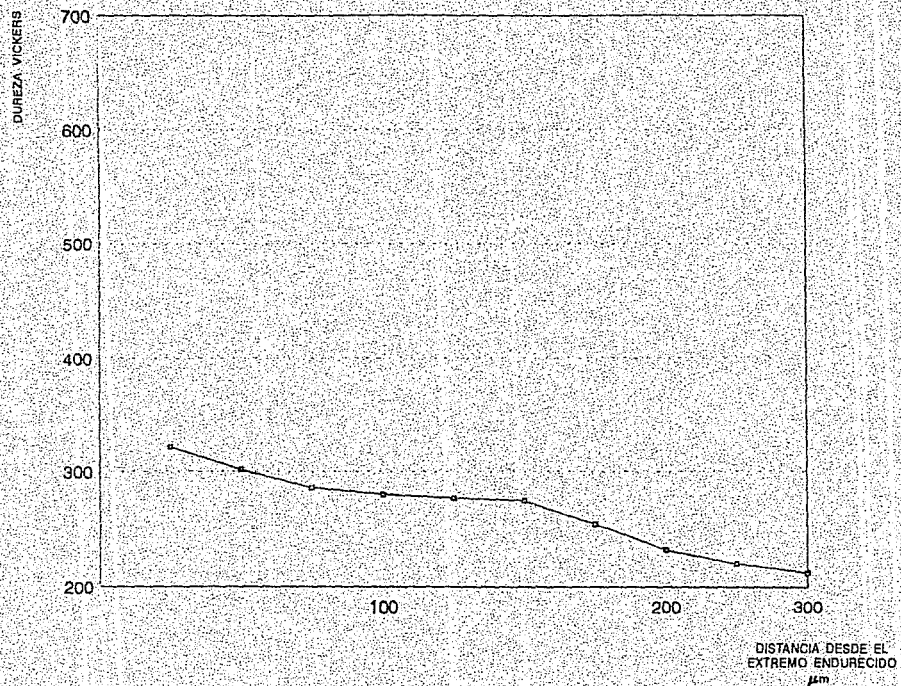
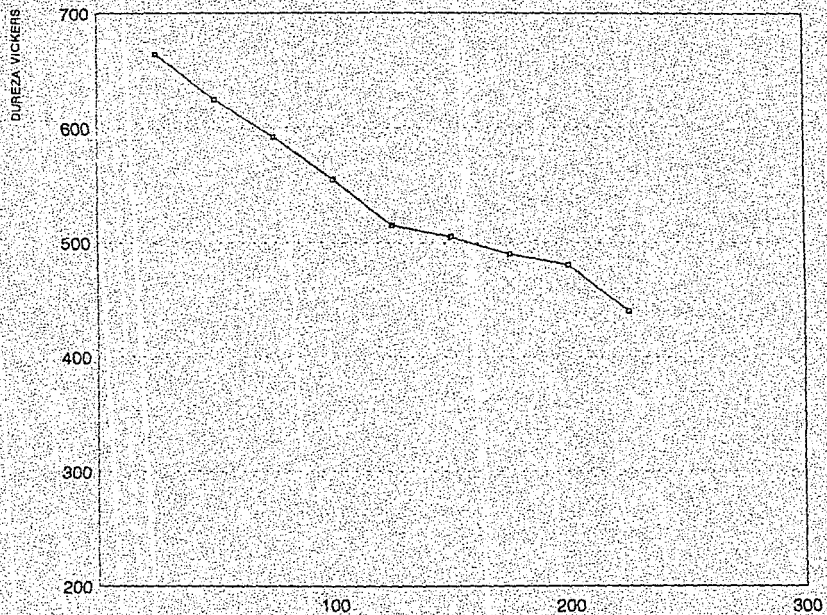


Figura 3.14 Perfil de microdureza del acero AISI 9840 nitrurado 5 horas a 300 C.



DISTANCIA DESDE EL  
EXTREMO ENDURECIDO  
μm

Figura 3.16 Perfil de microdureza del acero AISI 9840 austenitizado a 850°C, templado en aceite y revenido a 200°C durante 45 minutos, nitrado 5 horas a 300°C.

## DISCUSION Y CONCLUSIONES

Al observar las tablas 3.1 a la 3.4, el método de medición empleado en este trabajo puede considerarse confiable, de alta repetibilidad y preciso. En una máquina herramienta se pueden mecanizar piezas con tolerancias tan cerradas como 3 micrómetros, cuando la máquina está en las mejores condiciones de operación, es decir cuando existe mínimo juego entre sus elementos mecánicos. Por otro lado la incertidumbre global del método es de  $\pm 2,7 \mu\text{m}$ , lo cual confirma la confiabilidad del método de medición desarrollado para determinar cambios dimensionales.

Si observamos la tabla 3.5, puede notarse la gran influencia que tiene el tratamiento térmico previo a la nitruración iónica en lo que se refiere a distorsión dimensional. De los aceros templados y revenidos previamente a la nitruración iónica, el acero AISI 4140 presenta los cambios dimensionales más grandes en términos generales. En la ranura de la probeta de este acero la deformación es del orden de 0,5 mm. En el caso del acero AISI 9840 también en la ranura se presenta el mayor cambio en dimensiones, siendo este del orden de 0,25 mm. De los aceros nitrurados sin tratamiento térmico previo, el acero AISI 9840 presenta los cambios dimensionales menores.

Es importante hacer algunas observaciones de los resultados obtenidos de los cambios dimensionales obtenidos en las probetas tipo "C", que se encuentran tabulados en la tabla 3.5. No debe atribuirse en un 100 por ciento que los cambios dimensionales se deben sólo al tratamiento de

endurecimiento, entendiéndolo como el temple, revenido y nitruración o sólo la nitruración iónica, según sea el caso. Por un lado debe tomarse en cuenta la incertidumbre global del método de medición que, como se mencionó anteriormente, es de  $\pm 2,7\mu\text{m}$ . Por otro lado, es de esperarse que no se obtengan los mismos resultados en una misma probeta, si las mediciones se llevan a cabo bajo distintas condiciones ambientales, considerando la sensibilidad que tiene la máquina de medición por coordenadas con respecto a la temperatura ambiental bajo las cuales se realizan las mediciones.

Ya se ha comentado sobre la influencia que tienen los tratamientos térmicos sobre los cambios dimensionales en los aceros. Sin embargo es muy recomendable que los aceros sean templados y revenidos antes de la nitruración iónica, con el fin de asegurar estabilidad estructural del acero y favorecer la difusión de nitrógeno.

La metalografía realizada en los aceros empleados en este trabajo, revela una capa blanca que corresponde a la zona de formación de nitruros ( $\text{Fe}_2\text{N}$  y  $\text{Fe}_3\text{N}$ ). Por otro lado es importante hacer notar que los límites de grano sirven como caminos preferenciales para la difusión de nitrógeno, lo cual se traduce en el mejoramiento de las propiedades superficiales de los aceros tratados, en lo que a dureza se refiere. En el caso de los aceros que sólo fueron nitrurados, puede observarse una microestructura ferrítica y perlítica (ferrita + cementita), mientras que en aquellos que fueron tratados térmicamente antes de la nitruración se observa una microestructura de martensita revenida y probablemente algo de austenita retenida para el caso del acero AISI 9840.



En los perfiles de microdureza obtenidos puede observarse la importancia que tienen los tratamientos térmicos aplicados a los aceros antes de la nitruración iónica. El acero que presenta un cambio significativo en el valor de dureza superficial es el AISI 9840 templado y revenido, donde el incremento es prácticamente el 100% del AISI 9840 sin temprar ni revenir. El acero AISI 4140 tratado térmicamente no presenta la misma respuesta, siendo el incremento en la dureza superficial apenas del 30% con respecto al AISI 4140 sin temprar y revenir.

De lo anteriormente expuesto, se puede concluir lo siguiente:

- 1) La determinación de los cambios dimensionales producidos por el tratamiento de endurecimiento (temple, revenido y nitruración o nitruración simplemente) pueden obtenerse mediante un método de medición confiable, preciso y de alta repetibilidad.
- 2) Se confirma la importancia que tienen los tratamientos térmicos aplicados previamente al tratamiento termoquímico de nitruración iónica, pues estos favorecen la formación de nitruros de hierro y elementos de aleación y por tanto, se aprecia un incremento importante en la dureza superficial del acero.
- 3) Por otro lado, los tratamientos térmicos generan distorsiones dimensionales importantes en secciones pequeñas, que no siempre pueden ser corregidas por un maquinado posterior al tratamiento de endurecimiento aplicado.

4) Los límites de grano sirven como caminos preferenciales para la difusión de nitrógeno en el acero.

5) Se confirma lo expuesto en la literatura en lo referente a la presencia de la capa blanca en los aceros endurecidos superficialmente por nitruración iónica, correspondiente a la zona de formación de nitruros de  $Fe_2N$  y  $Fe_3N$ .

ESTA TESIS NO  
SALIR DE LA BIBLIOTECA

## BIBLIOGRAFIA

1. Grinberg, D.M.K de. TRATAMIENTOS TERMICOS Y SUS PRACTICAS DE LABORATORIO, Ed. Limusa, México, D.F.
2. Unterweiser, P.M., Boyer, H.E., Kubbs, J.J., HEAT TREATER'S GUIDE, Standard Practices and Procedures for Steel, American Society for Metals, Estados Unidos, 1985.
3. Trejo-Luna R., NITRURACION IONICA EN ACEROS, Tesis de Maestría, Facultad de Ciencias, Universidad Nacional Autónoma de México, 1988.
4. Cortés, V.J., NITRURACION IONICA A ACEROS MICROALEADOS, Tesis de Maestría, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México, 1991.
5. Varios autores, METALS HANDBOOK, American Society for Metals, Vol. 1, 8a. edición, Estados Unidos, 1982.
6. Varios autores, METALS HANDBOOK, American Society for Metals, Vol. 2, 8a. edición, Estados Unidos, 1982.
7. Avallone, E.A. Baumelster, T. III, MARK'S STANDARD HANDBOOK FOR MECHANICAL ENGINEERS, Mc Graw Hill, Estados Unidos 1987.
8. Aceros Fortuna, ACEROS FINOS, México, D.F., 1976
9. R. Trejo-Luna, L. Cota, L. Martínez, L. Morales and J. Rickards, AN AUGER ELECTRON STUDY OF NITROGEN IN ION NITRIDED STEELS, Scripta Metallurgica, Vol. 19, pp. 1297-1300. 1985, Pergamon Press, Ltd, Estado Unidos.

10. Varios autores, ASM METALS REFERENCE BOOK, American Society for Metals, 2a. edición; 1984, Estados Unidos.

11. Edenhofer, B., HEAT TREAT OF METALS 1, p.p. 23, 1974, Estados Unidos.

12. B. Chapman, GLOW DISCHARGE PROCESSES, John Wiley, 1980, New York, Estados Unidos.

13. Dieter, G. MECHANICAL METALLURGY, Mc Graw Hill, 1976, New York, Estados Unidos.

14. Trejo-Luna, R., Zironi, E.P. y Rickards, J., LA IMPORTANCIA DE LOS TRATAMIENTOS TERMICOS PREVIOS EN LA NITRURACION IONICA DE ACEROS, Superficies y Vacío 1, 129-132, 1989.

15. Taylor, M.A. and Hulett, D.M., A COMPARISON BETWEEN ION NITRIDING AND ION IMPLANTATION, T. Spalvins, Ion Nitriding, ASM International (1987).

16. Ribet, F., INFLUENCE OF THE METHOD OF HEATING ON ION NITRIDING, T. Spalvins, Ion Nitriding, ASM International (1987).

17. Hombeck, F., FORWARD VIEW OF ION NITRIDING APPLICATIONS, T. Spalvins, Ion Nitriding, ASM International (1987).

18. Stosic, P. and Zlatanovic, PLASMA NITRIDING OF TIMING SPURS GEARS MADE OF NODULAR CAST IRON, T. Spalvins, Ion Nitriding, ASM International (1987).

19. Easterday, J.R., CORROSION PROTECTION THROUGH SALT BATH NITRIDING, SAE Technical Paper Series, Automotive and Prevention Conference and Exposition, Society of Automotive Engineers, 1986, Dearborn, MI, Estados Unidos.

20. Ascanio, G., Trejo-Luna, R., Rickards, J. y Nava, R., DISTORSION DIMENSIONAL EN ACEROS ENDURECIDOS POR NITRURACION IONICA; III Congreso Nacional en Ciencia de Materiales, Academia Nacional en Ciencia de Materiales, 1993, Cancún, Quintana Roo, México.

21. Nava, R., Ascanio, G., Trejo-Luna, R. y Rickards, J., CUANTIFICACION DE LAS DEFORMACIONES CAUSADAS POR LA NITRURACION IONICA DE ACEROS, II Seminario Internacional y XI Nacional de Metrología, 1994, Acapulco, Gro., México.

22. Ascanio, G., Nava, R., Trejo-Luna, R. and Rickards, J., MEASURING METHOD TO DETERMINE DIMENSIONAL CHANGES ON ION NITRIDED STEELS, 1994 ASPE Annual Meeting, American Society for Precision Engineering, 1994, Cincinnati, Ohio, Estados Unidos.

23. Davies, W.D. y Vanderslice, R.A., PHYSICS REVIEW 131, 1963, 219.

24. Rickards, J., VACUUM 34, 1984, p.p 559.

25. Ascanio, G., VARIACION DIMENSIONAL DURANTE TEMPLE Y REVENIDO CONVENCIONALES EN ACERO AISI 4140 Y HIERRO GRIS, Informe técnico, Centro de Instrumentos, UNAM, 1990.

26. Holman, J.P., METODOS EXPERIMENTALES PARA INGENIEROS, McGraw Hill, México, 1976, p.p. 76.

27. DIN 1319, FUNDAMENTALS TERMS OF MEASURING, Practice Errors Arising in Measurement, 1976.