

00362

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

División de Estudios de Posgrado

Jey



PROCESO DIFUSIVO DEL NITROGENO
EN ACEROS NITRURADOS IONICAMENTE
USANDO REACCIONES NUCLEARES

T E S I S

Que para obtener el Grado Academico de:
MAESTRO EN CIENCIAS (FISICA)

P r e s e n t a :

JENARO ROMERO OLMOS

Director de Tesis: Dr. Jorge Rickards Campbell

México, 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.

DEDICATORIA

A mi mamá Margarita, por su comprensión, que me ha permitido llegar a esta etapa.

A mis adorables y bellas compañeritas del Colegio Salesiano generación 1993-1996: Erika, Ismene, Joycelyn, Leticia, Mariana V., Thalía, Karla, Paz, Mariana T., y en forma muy especial a Marcela López Ruiz. Que han tenido la bondad de soportarme tanto durante este tiempo; mi alegría ha sido conocer a tan lindas jovencitas y de que hayamos coincidido en tiempo y espacio. Ya no estaremos más tiempo juntos, puesto que ahora afrontarán su destino, nunca olvidaré su estímulo y las lecciones donde me han enseñado a valorar: la amistad, la alegría por la vida, tener siempre una ilusión y la fe en Dios. Estos años han significado los mejores de mi vida, gracias y mucha suerte niñas.

Invierno de 1995.

AGRADECIMIENTOS.

En estas sencillas líneas deseo expresar el más profundo agradecimiento a las personas que han tenido que ver con la elaboración de esta tesis:

Al Dr. Jorge Rickards Campbell, por haber aceptado ser mi asesor durante cinco años, en el cual tuve la fortuna de tenerlo como: director de tesis de licenciatura, asesor de estudios de posgrado y en esta etapa director de tesis de maestría. Periodo durante el cual me ha ayudado a desarrollarme no solo en el terreno académico, con la generosidad con que comparte sus conocimientos; sino también con el ejemplo de la persona bondadosa e integral. Gracias Dr. Rickards por el tiempo que tuvo la amabilidad de dedicarme para corregir mis errores, siempre es un placer escucharlo hablar sobre Física para explicar la forma en que funciona la naturaleza y porque bajo su percepción del mundo inspira confianza y esperanza, por siempre mi respeto y admiración.

A los miembros del jurado: Dra. Alicia Oliver Gutiérrez, Dr. Juan Manuel Méndez Acevedo, Dr. Horacio Flores Zúñiga, Dr. José Guadalupe Pérez Ramírez, Dr. Stephen Mulh Saunders y M. en C. Jesús Armando Lara; a cada uno de ellos por haber aceptado ser miembros del jurado para la revisión de la tesis y por sus valiosas sugerencias para el mejoramiento de la misma. En forma muy especial a Dr. Flores y Dr. Mulh por su gran ayuda en la interpretación de los resultados.

A M. en C. Rebeca Trejo-Luna, por su ayuda en el manejo del equipo para la nitruración iónica. Al Dr. Eduardo Andrade Ibarra y J.C. Pineda, por el eficiente manejo del Acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV, para la obtención de los espectros.

PROCESO DIFUSIVO DEL NITROGENO EN ACEROS NITRURADOS IONICAMENTE USANDO REACCIONES NUCLEARES.

CONTENIDO

	PAG.
RESUMEN	1
1. INTRODUCCION	3
2. FUNDAMENTOS	7
2.1 Difusión	8
2.2 Leyes de Fick	8
2.3 Dependencia del coeficiente de difusión con la temperatura	13
2.4 Mecanismos de difusión	17
2.5 Tratamiento térmico del acero	23
2.6 Nitruración Iónica	35
2.7 Interacción de los iones con el cátodo	40
2.8 Fases en el sistema Fe-N	42
2.9 Técnicas para el análisis de materiales	44
2.10 Cinemática de las reacciones nucleares	45
2.11 Relación entre pérdida de energía y profundidad	57
2.12 Sección diferencial	63
3. METODO EXPERIMENTAL	68
3.1 Preparación de muestras	69
3.2 Equipo empleado para el proceso de nitruración iónica	74
3.3 Microdureza Vickers	76
3.4 El acelerador de partículas Van de Graaff	77
4. RESULTADOS Y DISCUSION	90
5. CONCLUSIONES	127
6. BIBLIOGRAFIA	130

RESUMEN

Se escogieron cuatro aceros comerciales fabricados en México: D2, M2, W2 y 304 (AISI) para estudiar la penetración de nitrógeno en procesos de nitruración iónica. De estos aceros se cortaron muestras que se sometieron a un tratamiento térmico, y posteriormente a un pulido.

La nitruración se realizó sobre series separadas a una temperatura de 300°C, con tiempos de exposición a la descarga gaseosa de 10 hrs y 3 hrs respectivamente. Al cubrir la mitad de cada muestra se impidió el bombardeo iónico directo; así en una misma muestra se tienen dos zonas: una región expuesta directamente a la descarga gaseosa y otra no.

Las reacciones nucleares resultan ser una técnica eficaz para identificar la presencia de elementos ligeros en el acero. Se bombardeó con un haz de deuterio de energía 1.6 MeV, proveniente de un acelerador de iones positivos, a los aceros nitrurados para generar las reacciones nucleares. En los espectros resultantes aparecen "picos" que se identificaron de acuerdo a la cinemática de cada reacción nuclear. En los picos identificados: $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$, $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d, p)^{13}\text{N}$ para los estados $p_{1,2}$, p_4 , p_5 y p_6 , se efectúa un análisis de difusión y se evaluó el contenido de nitrógeno en las muestras de acero, considerando en esto las variaciones de la sección diferencial.

Se realizaron pruebas de microdureza Vickers superficial en las muestras en tres diferentes etapas del proceso: al inicio, después del tratamiento térmico y posterior a la nitruración iónica.

La erosión sufrida por la superficie de las muestras, es lo suficiente como para revelar su estructura granular de algunas de éstas. Una serie de microfotografías de la superficie de los aceros nitrurados muestran éstos hechos. Adicionalmente se incluye una serie de microfotografías de los aceros mostrando su estructura granular, revelada por un ataque químico.

Es posible establecer una correlación entre el contenido de nitrógeno, la microdureza superficial del acero y el tamaño del grano.

1. INTRODUCCION

1. INTRODUCCION

El propósito de efectuar un proceso de nitruración iónica sobre piezas metálicas es mejorar sus propiedades, sobre todo su dureza superficial. Esto es de gran utilidad en diversas industrias [1-3], algunos ejemplos son:

- a) la industria de los automotores, donde se requiere mejorar propiedades de piezas como: válvulas, cigüeñales, engranes;
- b) la industria del papel, sobre todo en la cuchilla de corte;
- c) la industria bélica, en el cañón interior de una arma, los rieles de lanzamiento de un cohete.

Se inició en el Instituto de Física, U.N.A.M. un programa para estudiar el endurecimiento de aceros de herramienta por nitruración iónica. A la fecha ya se han obtenido algunas medidas de transporte del nitrógeno hacia su interior [4-5]. Dentro de este programa se ubica esta tesis.

En términos generales los objetivos del trabajo PROCESO DIFUSIVO DEL NITROGENO EN ACEROS NITRURADOS IONICAMENTE USANDO REACCIONES NUCLEARES es contribuir a esclarecer como se da el proceso difusivo del nitrógeno hacia el interior de los aceros y el papel que desempeña éste en el endurecimiento de los mismos. Para ello es necesario determinar el contenido de nitrógeno absorbido, para lo cual se aplicaron técnicas de origen nuclear.

El aplicar técnicas de origen nuclear para investigar el contenido de nitrógeno en el acero [6-7] resulta de gran utilidad para estudiar el proceso difusivo del nitrógeno hacia el interior de los aceros. La ventajas de utilizar las técnicas nucleares son: tener información a nivel atómico, la sensibilidad para la identificación de elementos ligeros, y además solo se requieren algunos minutos para la obtención de un espectro sin necesidad de destruir la muestra.

Otras de las ventajas de la nitruración iónica sobre otros tipos de nitruración [8] son los bajos costos de operación, de consumo de gas y mantenimiento, elimina problemas ambientales (no hay producción de sales o gases tóxicos), la capacidad de nitrurar piezas con una geometría compleja, la distorsión en la pieza es mínima, y sobre todo la posibilidad de incrementar la dureza del material.

Otros aspectos que se tratan en esta tesis son los siguientes:

En el capítulo 2 se exponen algunos aspectos teóricos de la difusión, las leyes de Fick y su solución en términos de la función de error complementaria; la dependencia del coeficiente de difusión con la temperatura (ley de Arrhenius); los diagramas de fases hierro-carbón y nitrógeno-hierro; la nitruración iónica. Se mencionan algunas de las técnicas de origen nuclear para el estudio de materiales. En este trabajo se emplea la técnica de análisis de la reacción nuclear, para investigar el contenido de nitrógeno incorporado al acero en un proceso de nitruración iónica. Se exponen los conceptos básicos de la cinemática de las reacciones nucleares y la expresión que relaciona los cambios de energía de la partícula incidente sobre el blanco con medidas directas de la profundidad en el material. La probabilidad de que una reacción nuclear ocurra está descrita por la sección diferencial, que es de importancia para estimar la concentración de un elemento, en este caso la del nitrógeno en el acero.

En el capítulo 3 se expone el método experimental, que comprende la preparación de las muestras (pulido y tratamiento térmico) previo a su nitruración iónica. También se muestra un diagrama esquemático del equipo empleado para la nitruración iónica y el método Vicker para determinar la microdureza superficial en un material. Se proporciona una breve descripción del acelerador de iones positivos Van de Graaff de 5.5 MeV y la geometría empleada para el bombardeo de las piezas de acero.

En el capítulo 4 en los resultados: Se muestran algunos espectros completos obtenidos por el bombardeo con un haz de deuterio con una energía de 1.6 MeV sobre los piezas nitruradas. En estos espectros la aparición de picos se asocia a las reacciones $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$, $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d, p_{1,2})^{13}\text{N}$ y se efectuó la gráfica por separado de cada uno de estos picos en escala lineal, exhibiendo el perfil de nitrógeno; asimismo gráficas de concentración relativa, y se evalúa el contenido de nitrógeno absorbido en cada uno de los aceros y la microdureza superficial alcanzada por éstos en cada etapa del proceso. Se incluye una serie de fotografías que muestran la microestructura granular de los aceros, revelada por el bombardeo iónico directo; otra serie de fotografías muestran su estructura granular revelada por un ataque químico. Se proporciona una discusión de los resultados obtenidos.

En el capítulo 5 se da la conclusión y en el capítulo 6 se proporciona la bibliografía.

2. FUNDAMENTOS

2. FUNDAMENTOS

2.1 Difusión

Difusión: La difusión es un mecanismo de transporte de materia en los sólidos, líquidos y gases. Esta, desde un punto de vista termodinámico tiende a eliminar los gradientes de concentración; en escala atómica es el efecto resultante del desplazamiento de los átomos. La difusión sigue la leyes de Fick

2.2 Leyes de Fick

La formulación matemática de la forma en que cambia la diferencia de concentración (C) en un sistema puede ser expresada por las leyes de Fick (1855).

En la Figura (1) se ilustra al sistema de difusión más sencillo posible. En esta gráfica el flujo (J) de especies que se difunden, se considera positivo de izquierda a derecha porque se desplazan de una concentración elevada C_a a otra menor C_x , en una distancia x bajo condiciones de estado estacionario. El flujo está definido como la cantidad de masa que pasa por unidad de área y por unidad de tiempo.

Considérese un plano, de área unitaria, perpendicular a la dirección x del flujo. El flujo es entonces proporcional al gradiente de concentración en esa dirección:

$$J_x = -D \left(\frac{\partial C}{\partial x} \right)_t \quad (1)$$

donde J_x es el flujo en la dirección x , D es el coeficiente de

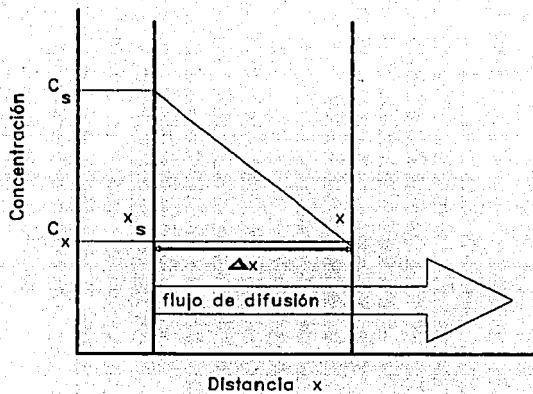


Figura 1.- Difusión en condiciones de estado estacionario.

difusión, el subíndice t indica que el gradiente varía con el tiempo. Es un hecho empírico que el coeficiente tiende a cero cuando el sistema llega a ser homogéneo. El signo menos indica significa que el flujo está dirigido desde la región con mayor concentración hacia la de menor concentración. Las dimensiones de la ecuación para el flujo son:

$$J\left[\frac{\text{masa}}{L^2 t}\right] = -D\left[\frac{L^2}{t}\right] \frac{\partial C}{\partial x} \left[\frac{\text{masa}/L^3}{L}\right]$$

La ecuación (1) es la primera ley de Fick, para condiciones estacionarias y difusión unidimensional; para el caso tridimensional $J = -D \nabla C$. El gradiente de concentración es la causa principal del flujo.

Si no existe un estado estable, esto es la concentración cambia con el tiempo, se emplea la segunda ley de Fick. Esta ecuación se deduce directamente del balance de masa durante la difusión y de la expresión del flujo.

$$\frac{\partial C(x, t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (2)$$

La ecuación (2) es la expresión matemática de la segunda ley de Fick, que refleja la variación de la concentración por unidad de tiempo en un punto determinado. Si se supone que la constante de difusión, depende en un grado insignificante de la concentración, entonces D se puede considerar como una constante, y la ecuación toma el siguiente aspecto

$$\frac{\partial C(x, t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (3)$$

La segunda ley de Fick es una ecuación con derivadas parciales. Para la determinación de una solución unívoca hay que fijar las condiciones iniciales y de frontera que debe satisfacer la concentración del elemento difundido.

Para el caso tridimensional, cuando la concentración es función de las coordenadas espaciales, la segunda ecuación de Fick, toma la forma

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \nabla^2 C$$

Las condiciones de frontera para un elemento que se ha depositado en la superficie de un metal son:

$$C = 0 \text{ para } x < 0, \text{ en } t = 0,$$

$$C = C_0 \text{ para } x = 0, \text{ en } t = 0,$$

La cantidad de sustancia que se difunde en el material para $x > 0$, tiene la solución siguiente

$$C(x, t) = C(0, t) [1 - \operatorname{erf}(z)] = C(0, t) \operatorname{erfc}(z)$$

donde

$$z = \frac{x}{2\sqrt{Dt}}$$

$C(x, t)$ es la concentración a profundidad x en un tiempo t ;
 $C(0, t)$ es la concentración del elemento en la superficie; y
 $\operatorname{erfc}(z) = 1 - \operatorname{erf}(z)$ es la función de error complementaria,
 estando $\operatorname{erf}(z)$ definida como

$$\operatorname{erf}(z) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z \exp(-\xi^2) d\xi$$

Ajustando una solución de esta forma a los resultados experimentales, se puede obtener el valor del coeficiente de difusión D . Como esta solución es una función integral, no es fácil su manipulación, por lo que se propone una función de la forma

$$f(z) = 1 - 1.111z + 0.268z^{2.4}$$

para sustituir a la función de error complementaria: esta función es manejable por el método de mínimos cuadrados y se resuelve numéricamente. Con el valor de la raíz se efectúa el cálculo del coeficiente de difusión; el método está desarrollado en la referencia [9].

2.3 Dependencia del coeficiente de difusión con la temperatura.

La influencia de la temperatura sobre el coeficiente de difusión fue establecida primeramente sobre una base experimental, y después argumentada teóricamente sobre la base de modelos atómicos de la difusión. La ecuación que exhibe esta influencia de la temperatura sobre el proceso difusivo es la siguiente;

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \quad (4)$$

donde D es el coeficiente de difusión; D_0 es el factor preexponencial en cm^2/seg ; E es la energía de activación en joules/mol; T es la temperatura absoluta en K; R es la constante universal de los gases cuyo valor es 8.31 joules/mol K. Los valores de D_0 y E dependen de las características físico-químicas del material y del elemento que se difunde.

La dependencia gráfica entre el coeficiente de difusión y la temperatura está representada por la Figura 2 (a). Pero con más frecuencia se hace uso de las coordenadas semilogarítmicas trazando en el eje de las abscisas $1/T$ y en el eje de las ordenadas $\ln D$, como se ilustra en la Figura 2 (b).

Al tomar logaritmos naturales de ambos lados de la ecuación (4) se obtiene la siguiente relación

$$\ln D = \ln D_0 - \frac{E}{RT}$$

que muestra una relación lineal $\ln D = F(1/T)$, la energía de activación se determinará gráficamente por la pendiente de la

línea recta, y el factor preexponencial se obtendrá extrapolando a $1/T$ a cero.

El coeficiente de difusión D se determina experimentalmente por una curva de distribución de la concentración de una sustancia que se difunde en un material a distintas temperaturas.

En la figura 3 se muestra un ejemplo de una curva experimental de $\ln D$ vs $1/T$ para el sistema Fe-N [10].

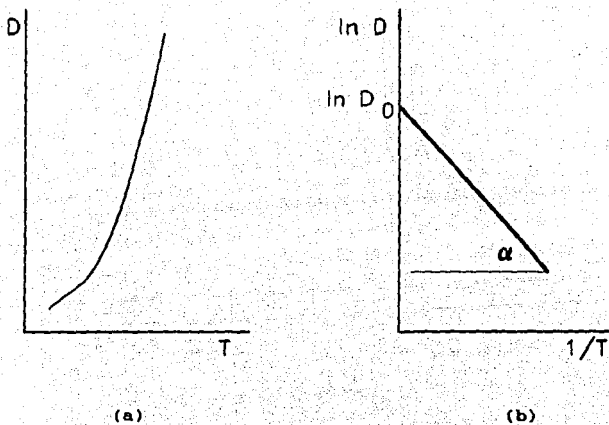


Figura 2.- (a) Relación gráfica del coeficiente de difusión con la temperatura. (b) Curva de Arrhenius, donde α es la pendiente de la línea recta y determina la energía de activación.

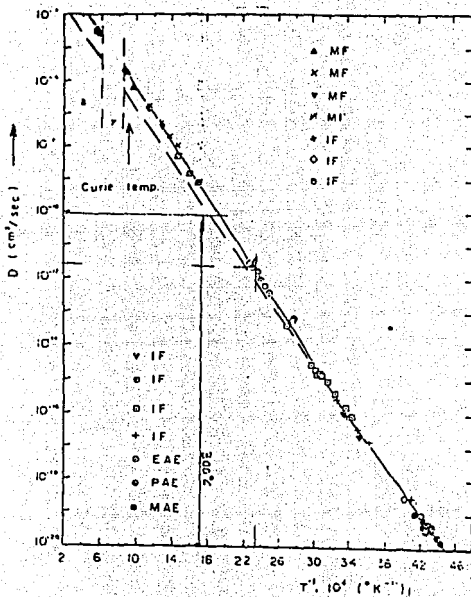


Figura 3.- Gráfica de $\ln D$ vs $1/T$ para la difusión de nitrógeno en hierro B.C.C. donde los diversos símbolos indican valores del coeficiente de difusión obtenidos por diversos investigadores empleando diversos métodos (MF= flujo de masa, IF= fricción interna, EAE= efecto elástico, PAE= efecto posterior a permeabilidad, MAE= efecto posterior magnético).

2.4 Mecanismos de difusión

En los sólidos el movimiento de un átomo a un lugar adyacente dentro de una red cristalina, o su transferencia a otra parte dentro de la red, no ha sido, en la mayoría de los casos, explicado sin ambigüedad. Desde un punto de vista atómico, para llevar a cabo un fenómeno de transferencia el átomo ha de vencer una barrera de energía. Existen varias propuestas para explicar el proceso de transferencia. Estas propuestas se conocen como los tipos de difusión y que son: volumétrica, por límite de grano y difusión superficial. Dentro de la difusión por volumen los mecanismos más importantes son los siguientes: por vacancias, intersticial, cíclico y el de hilera. Se proporciona a continuación una breve descripción de ellos.

Mecanismo de vacancias (difusión por huecos).- En toda red cristalina, sobre todo a temperaturas elevadas, hay vacancias. Las vacancias brindan la posibilidad de que la difusión se produzca por el intercambio entre un átomo y una vacancia (Figura 4). El paso de los átomos a los sitios vacantes equivale a la traslación de vacancias en dirección contraria a la del movimiento de los átomos. El mecanismo de vacancias domina en casos de autodifusión.

Mecanismo intersticial.- Cuando un átomo se encuentra en posición intersticial se puede desplazar dentro del cristal saltando de un espacio intersticial a otro (Figura 4). La migración por espacios intersticiales sucede cuando existen impurezas en la red cristalina.

Mecanismo cíclico (de intercambio).- Al realizarse este mecanismo, unos cuantos átomos (tres o más) situados más o menos en círculo se mueven coordinadamente de modo que todo el aro de átomos da vuelta en una distancia interatómica. Un caso particular del mecanismo cíclico es el de intercambio, en el que se produce el intercambio directo de sitio entre dos átomos vecinos (Figura 4).

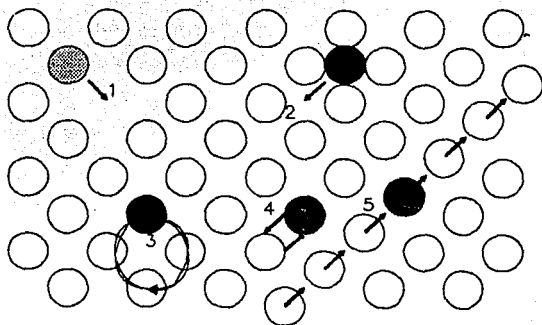


Figura 4.- Esquema donde se ilustra los mecanismos más importantes para la difusión en los metales: 1, de vacancias; 2, intersticial; 3, cíclico; 4, de intercambio; 5, de aglomeración.

Mecanismo de aglomeración.- En un grupo de átomos, comprimido como consecuencia de que en la fila hay un átomo de sobra. La difusión transcurre gracias a pequeños desplazamientos de cada átomo de la fila en esa dirección. Por consiguiente, el traslado en el mecanismo de aglomeración es similar a la propagación de una onda: cada átomo se desplaza poco, mientras que la perturbación total se propaga rápidamente.

Es importante señalar, que independientemente del mecanismo, los átomos realizan saltos prácticamente sólo a distancias próximas. Los saltos a distancias grandes son poco probables y los defectos de la red juegan un papel decisivo.

La influencia de las fronteras intergranulares es considerable a bajas temperaturas de difusión, porque origina desviaciones en la curva de Arrhenius.

En principio, pueden señalarse dos modelos de la difusión por frontera de grano. La primera, es la comparación de los flujos de difusión en un material con diferente tamaño de grano. Se encontró que hay una dependencia entre el coeficiente de difusión y el tamaño del grano, esto es, cuanto menor es el tamaño del grano, mayor es la velocidad de difusión. Sin embargo, resultó muy difícil distinguir el flujo de frontera del flujo volumétrico. El segundo modelo está relacionado con la observación separada de los flujos de difusión. Es imprescindible la descripción matemática, que expresa correctamente el contenido físico del proceso: la difusión que avanza por la frontera y la transferencia de la frontera al volumen. Esta descripción fue hecha por Fisher en 1951.

En este modelo se propone que la frontera sea una zona homogénea de ancho δ , situada perpendicularmente a la superficie entre dos granos semilimitados. Figura 5.

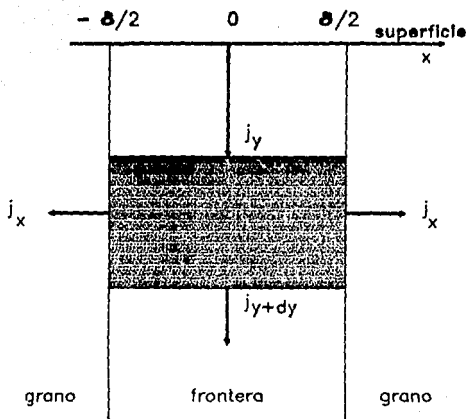


Figura 3.- Modelo de Fisher, para explicación de la difusión por frontera intergranular

Las condiciones de frontera son:

$$C = C_0 \quad \text{para } y=0 \quad \text{y} \quad t \geq 0$$

$$C = 0 \quad \text{para } y > 0 \quad \text{en} \quad t = 0$$

No hay un gradiente de concentración a través de la frontera intergranular y la concentración varía continuamente en ir de la frontera hacia el volumen del grano.

La ecuación diferencial para el sistema tiene el siguiente aspecto [11]

$$\frac{\partial C(y, t)}{\partial t} = D_x \frac{\partial^2 C(y, t)}{\partial y^2} + \frac{2}{\delta} D \frac{\partial C(x, y, t)}{\partial x} \Big|_{x=0} \quad (5)$$

Donde D_x es el coeficiente de difusión en la frontera intergranular. En el segundo término del miembro derecho de la ecuación (5) describe el paso desde la frontera hacia el volumen de grano.

Para el volumen, Fisher usó la ecuación de difusión

$$\frac{\partial C(x, y, z)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C(x, y, z)}{\partial x^2} \quad (6)$$

La integración numérica de las ecuaciones (5) y (6) permitió obtener una expresión para la concentración $C(x, y, t)$

$$C = C_0 \exp\left(\frac{-4D}{\pi t}\right)^{\frac{1}{2}} \frac{y}{(D_x \delta)^{\frac{1}{2}}} \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right)$$

y

$$C = C_s(y) \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right)$$

donde $C_z(y)$ es la concentración en la frontera a profundidad "y".

La Difusión Superficial.

La difusión a lo largo de la superficie exterior de los metales está directamente relacionada con la estructura de la superficie. La superficie del cristal real es heterogénea y se caracteriza por un complejo microrelieve.

Desde la perspectiva de energía de activación, en los tipos de difusión, la cantidad de energía para cada uno de estos tres tipos expresada relativamente de uno a otro es

$$E_{\text{volumen}} > E_{\text{limitadegrano}} > E_{\text{superficie}}$$

simultáneamente lo valores de D_0 son

$$D_{0\text{volumen}} > D_{0\text{limitadegrano}} > D_{0\text{superficie}}$$

2.5 Tratamiento térmico del acero

Uno de los métodos para cambiar o modificar las propiedades físicas de metales (en este caso, acero) es por medio de su calentamiento seguido de su enfriamiento. Al procedimiento de calentamiento y enfriamiento de un metal se le llama tratamiento térmico. Los factores que influyen en el tratamiento térmico son la temperatura y el tiempo, parámetros que se fijan con anterioridad de acuerdo con la composición y tamaño de las piezas de acero.

En los diagramas de equilibrio o de fases, se muestran las transformaciones que tienen lugar durante este calentamiento y después el enfriamiento; una fase se considera como un sistema con estructura dada. Para comprender las transformaciones que tienen lugar en el acero durante su tratamiento térmico es necesario analizar el diagrama de fases para el sistema hierro-carbón.

En los diagramas de fase las coordenadas son la temperatura y la composición. El diagrama de fases para el sistema hierro-carbón [12-13], se muestra en la Figura 6. No es un diagrama completo, ya que sólo está trazado para concentraciones menores de 5% de C. Las aleaciones dentro del intervalo 0-2.00% de C son clasificados como aceros, y de 2.1% de C hasta 6.67% son hierro colados.

La mayoría de los aceros contienen menos del 1% de C, y se clasifican como

Aceros al

- | | | | | | |
|--------------------|----|-------|-------|-------|-------|
| a) bajo carbono | de | 0.00% | hasta | 0.25% | de C. |
| b) mediano carbono | de | 0.25% | hasta | 0.55% | de C. |
| c) alto carbono | de | 0.55% | hasta | 2.00% | de C. |

Comúnmente a los aceros cuyo contenido de carbón es de 0 hasta 0.77% de C se le llama aceros hipoeutectoides, los aceros cuyo contenido de carbón va desde 0.77% a 2.00% se les denomina aceros hipereutectoides.

Los aceros D2, M2 y W2 que de acuerdo a su contenido de carbón, que se indica en la Tabla VI, se sitúan dentro de los aceros al alto carbono ó también hipereutectoides. El acero inoxidable 304 por su contenido de carbón (Tabla I y Tabla VI) se sitúa dentro de los aceros al bajo carbono ó acero hipoeutectoide.

En relación al diagrama de fases, el lado izquierdo del diagrama es hierro puro. El lado derecho del diagrama es carbón en combinación con varias formas de hierro, las cuales son hierro alfa (α), o ferrita; hierro gamma (γ), o austenita; y hierro delta (δ).

Se caracteriza este sistema hierro-carbón por tres puntos invariantes: un punto peritectico en 0.16% de C y a una temperatura de 1492°C (punto A en la Figura 6), un punto eutectoide en 0.8% de C y temperatura de 723°C (punto B en la Figura 6), y un punto eutéctico en 4.3% de C y a temperatura de 1130°C (punto C en la Figura 6).

En general para determinar las estructuras que se forman en un acero particular, es necesario ubicar la posición donde se sitúa el acero en el diagrama, esto de acuerdo a su contenido de carbón y temperatura, después ir analizando las transformaciones que tienen lugar durante su enfriamiento. Sin embargo hay algunos aspectos generales de este diagrama que son los siguientes:

Entre las temperatura 1539°C y 1400 °C existe el hierro delta. A la temperatura de 1492°C coexiste en equilibrio con la austenita a 0.16% de C y como una sola fase a 0.10% de C. El hierro delta tiene una estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC).

La austenita es una solución sólida de carbón en hierro gamma, su estructura es cúbica centrada en las caras (FCC). Bajó condiciones normales la austenita se transforma en



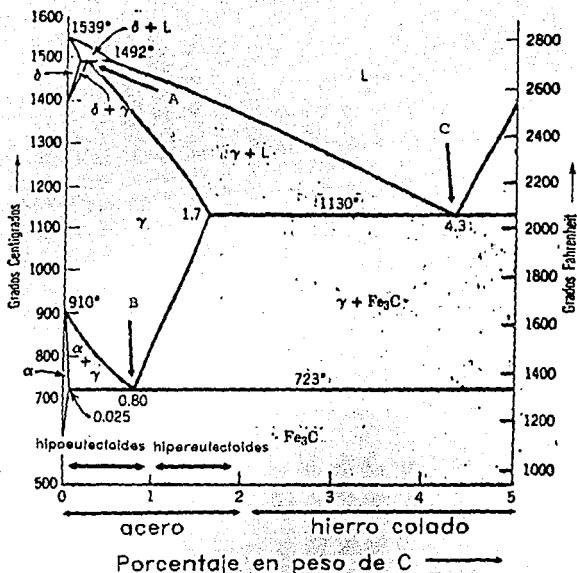


Figura 6.- Diagrama de fases para el sistema hierro-carbón

reacción que sucede a 723°C . La estructura está constituida por capas alternadas de ferrita y cementita. La austenita es blanda y dúctil.

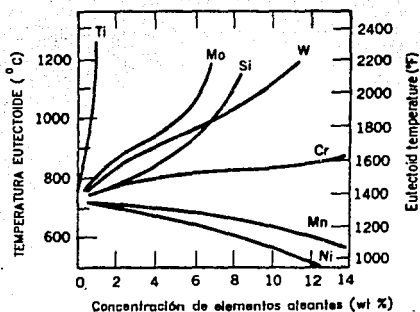
El hierro alfa existe a temperaturas menores a 910°C (Figura 6) y su estructura es BCC. La ferrita es una solución sólida de carbón en hierro alfa. Es el componente más blando del acero y es muy dúctil.

En el tratamiento térmico aplicados a los aceros D2, M2 y W2 (ver Tabla VII), la reacción importante a considerar es la reacción eutectoide. Hay que tener presente el hecho de que la adición de elementos aleantes (Cr, Ni, Ti, Mo, Si, etc.) trae cambios en el diagrama de fases hierro-carbón. La dimensión de alteraciones de posición del límite de fase y la forma de la fase depende del elemento aleante y de su concentración. Uno de los más importantes cambios es el de la posición de la reacción eutectoide con respecto a la temperatura y la concentración de carbón. Estos efectos están ilustrados en la Figura 7 [14], en la Figura 7(a) se muestra la dependencia de la temperatura eutectoide y en la Figura 7(b) la composición (en wt%C), ambas como función de la concentración de varios elementos aleantes.

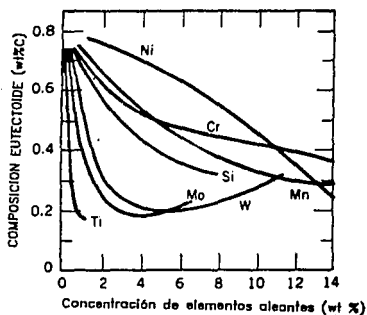
Por otra parte también ocurre que durante los procesos de calentamiento y enfriamiento de los aceros, suceden ciertas transformaciones que dan origen a nuevas estructuras, esto dependiendo de la temperatura y del tiempo en que se realiza la transformación. Para los aceros hay diagramas denominados TTT (tiempo-temperatura-transformación), en donde se grafican las velocidades medias de transformación isotérmica. En estos diagramas se toman los tiempos en que comienza y finaliza la formación de la fase y se gráfica como una función de la temperatura.

En las Figuras 8-11 se muestran los diagramas TTT [15] de los aceros D2, M2, W2 y 304.

En estos diagramas TTT se exhibe que si el hierro-FCC, δ , austenita, se transforma por enfriamiento por debajo de



(a)



(b)

Figura 7.- Dependencia de la temperatura eutectoide (a) y (b) composición (wt% C) con respecto a la concentración de elementos aleantes en aceros.

700°C se da origen a una estructura denominada perlita. La perlita está constituida por capas alternadas de ferrita y cementita.

Si la austenita se transforma por enfriamiento entre los 400°C y 220°C, la cementita y la ferrita crecen en forma de agujas extremadamente finas, en lugar de hacerlo en capas; la estructura que se forma de esta manera se llama bainita. Ordinariamente la fase ferrítica de la bainita se encuentra muy deformada; estas deformaciones son originadas por el cambio en el volumen en la transformación y el exceso de carbón atrapado en forma intersticial en la ferrita.

Si la transformación de austenita se hace a menos de 220°C las mezclas de cementita y austenita, suceden a velocidades muy bajas, y se produce una transformación nueva, en la que la austenita origina una fase muy distorsionada denominada martensita. La aparición de la fase martensítica es prácticamente instantánea. La estructura cristalina de la martensita es tetragonal centrada en el cuerpo (BCT) aunque también se puede considerar como una red ferrítica (BCC) que ha sido distorsionada por los átomos de carbón atrapados. La martensita es extremadamente dura y por lo tanto, muy deseable para los aceros destinados a herramienta y maquinaria.

Si se desea obtener martensita en lugar de la bainita ó perlita, la austenita debe transformarse a temperaturas bajas, esto se logra por un enfriamiento rápido de la austenita (temple).

Una región importante de los diagramas TTT es la región llamada nariz de la perlita. Es en esta zona donde ocurre la máxima velocidad de transformación.

A veces cuando el propósito es producir martensita a velocidades de enfriamiento menores, se precisa mover la nariz de la perlita hacia la derecha en este diagrama y lo que se consigue con este hecho es reducir la formación de perlita y bainita. Una forma de lograr este corrimiento es agregar

ACERO D2

Composición: 1.50% C - 11.50% Cr - 0.80% Mo - 0.20% V

Austenitized at 980°C (1800°F)

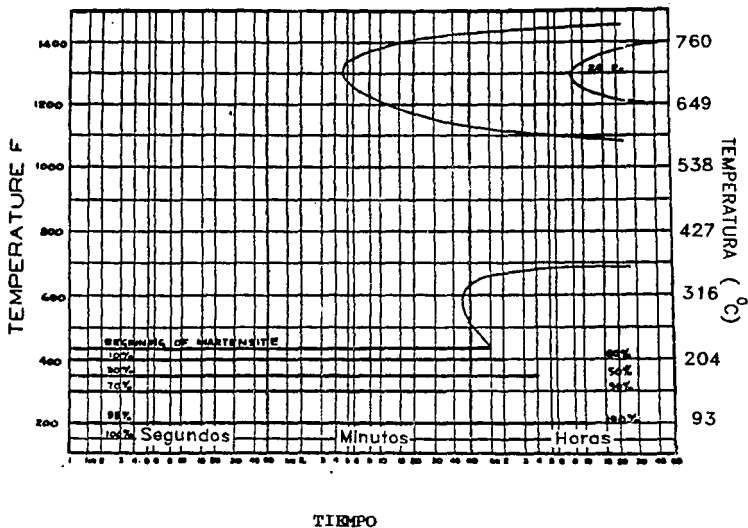


Figura 8.- Diagrama TTT (temperatura-tiempo-transformación) para el acero D2.

ACERO M2

Composición: 0.81% C - 0.24% Mn - 0.26% Si - 0.016% P -
0.007% S - 4.10% Cr - 4.69% Mo - 1.64% V - 5.95% W

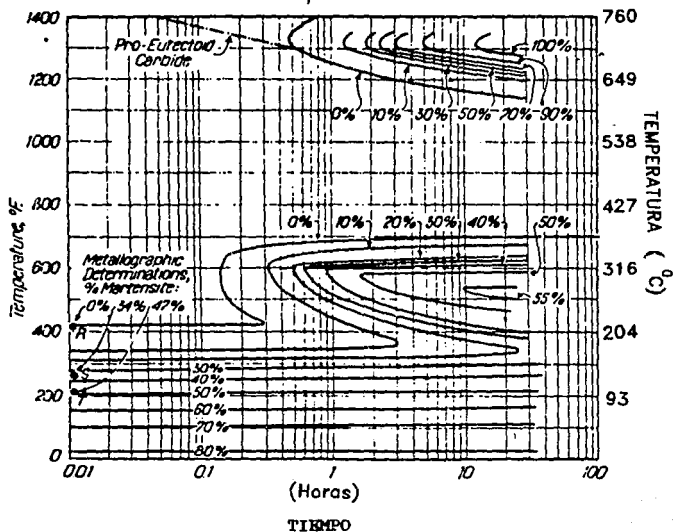


Figura 9.- Diagrama TTT (temperatura-tiempo-transformación) para el acero M2.

ACERO W2

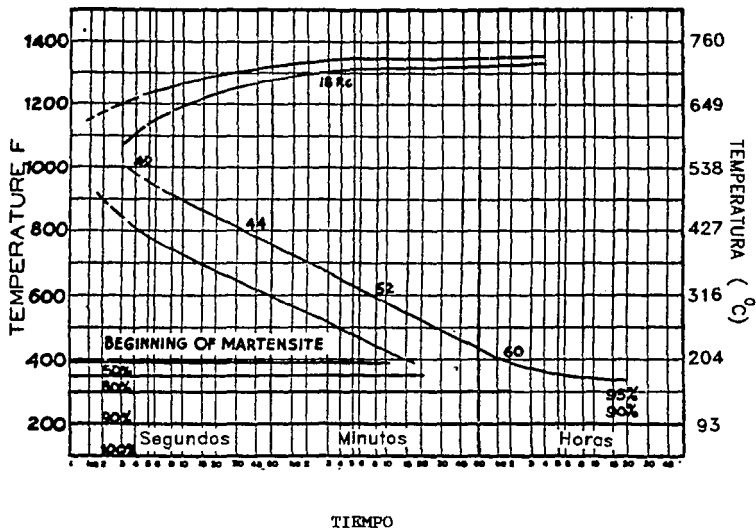
Composición: 0.95% C - 0.20% V Grain size: 9-1/2 Austenitized
at 795°C (1460°F)

Figura 10.- Diagrama TTT (temperatura-tiempo-transformación) para el acero W2.

ACERO 304

Composición: 0.05% C - 9.0% Ni - 18.0% Cr Grain size: 1
 Quenched from 1250°C (2280°F)

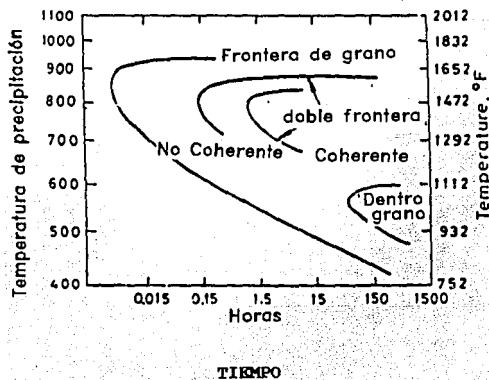


Figura 11.- Diagrama TTT (temperatura-tiempo-transformación) para el acero 304.

diferentes elementos de aleación. Un ejemplo de esto lo constituye la fabricación de los aceros grado de herramienta. La facilidad con que la martensita puede formarse (en función de la rapidez de enfriamiento) se denomina capacidad de endurecimiento. El manganeso, cromo, níquel, vanadio y molibdeno, entre otros, incrementan esta capacidad de endurecimiento cuando se adicionan en pequeñas cantidades.

El propósito de templar los aceros D2, M2 y W2 rápidamente en el medio apropiado (Tabla VII) es para evitar la transformación en perlita o bainita, de modo que se produzca martensita. El revenido es un tratamiento que se da a las muestras posterior al temple. Consiste en un calentamiento lo suficiente para hacer que la estructura tetragonal de un cuerpo centrado se transforme en una estructura BCC y permitir que los átomos de carbón emigren y formen unos cristales muy finos de carburo de hierro, eliminando así en las tensiones creadas por el temple. Se reconoce que la dureza de la muestra puede disminuir un poco, pero la ductibilidad debe mejorar.

Por otra parte, en los aceros inoxidables tenemos la aleación austenítica fierro-cromo-níquel y que se conoce como el grupo de los 300 (en la nomenclatura AISI). Estos aceros inoxidables austeníticos, por su alto contenido de Cr y Ni son los más resistentes a la corrosión de entre todos los grupos de acero. La composición típica del grupo de los 300 se muestra en la Tabla I.

Las aleaciones que se presentan en el grupo de los 300 tienen la característica de no sufrir ninguna transformación durante un tratamiento térmico, esto es, no pueden ser endurecidas por el tratamiento térmico.

Tabla I Composición de los aceros inoxidables

AISI	CUBICO CENTRADA EN LA CARA. NO MAGNETICO			
	COMPOSICION NOMINAL. % en peso			
	C	Mn	Cr	Ni
301	0.15máx	2.0	16-18	6.0-8.0
302	0.15máx	2.0	17-19	8.0-10
304	0.08máx	2.0	18-20	8.0-12
304L	0.03máx	2.0	18-20	8.0-12
309	0.20máx	2.0	22-24	12-15
310	0.25máx	2.0	24-26	19-22
316	0.08máx	2.0	16-18	10-14
316L	0.03máx	2.0	16-18	10-14
321	0.08máx	2.0	17-19	9-12
347	0.08máx	2.0	17-19	9-13

2.6 Nitruración Iónica

La nitruración iónica es un tratamiento térmico en el que además de considerar el tiempo y la temperatura, se considera la atmósfera que envuelve al metal. Esta atmósfera es una mezcla de gas nitrógeno con algún otro gas, que por lo general es el hidrógeno; la mezcla de gases se encuentra sometida a una diferencia de potencial.

La nitruración iónica produce cambios en el endurecimiento superficial del acero mediante el bombardeo iónico. Aunque el mecanismo del proceso por el cual se crea este endurecimiento aun no ha sido bien establecido, sin embargo, la explicación comúnmente aceptada es que el nitrógeno se incorpora al acero, donde precipita en forma de nitruros de hierro y de los elementos aleantes, que causan el incremento en la dureza, pero que aún se desconoce la proporción en que se mezclan; la conforme transcurre el tiempo de nitruración la concentración de nitrógeno en la superficie va aumentando y la difusión de éste hacia el interior del acero es a través de los nitruros de hierro. Hay que señalar que la presencia del hidrógeno en el proceso está en estudio, pero se ha encontrado que no hay una correlación con los perfiles de nitrógeno o perfiles de microdureza [16-17].

Para llevar a cabo el proceso de nitruración iónica, se requiere de una cámara de vacío (para remover posibles gases contaminantes, tales como el aire), una fuente de alto voltaje D.C. (capaz de proveer al menos 0-2500 volts, los cuales son necesarios para mantener la descarga), un sistema de distribución de gas (para proporcionar la mezcla y el flujo), y un sistema de control para la presión del gas.

En este sistema, el potencial D.C. es aplicado entre un disco de acero (portamuestras), en el cual se encuentran las muestras a nitrurar, y la cámara misma. El portamuestras es el cátodo y la cámara es el ánodo. En el capítulo concerniente a la parte experimental se muestra un esquema de la instalación empleada en el proceso de nitruración iónica.

Para provocar la descarga gaseosa es necesario aplicar un alto voltaje a través de la mezcla de gas (nitrógeno 20% e hidrógeno 80%) para ionizar sus moléculas. Si la presión es adecuada se establece una descarga eléctrica sostenida en el gas. En la descarga los electrones son acelerados hacia el ánodo: los iones positivos producidos por los electrones en movimiento son atraídos hacia el cátodo. Estos iones bombardean el material del cátodo con energías que dependen del voltaje aplicado, produciéndose efectos en la superficie que se describen en la sección 2.7.

De todas las moléculas del gas, solo una parte están ionizadas, pero esta ionización es la suficiente para encender el plasma. Electrones, iones y moléculas neutras sufren gran cantidad de colisiones atómicas que afectan las propiedades del plasma. Los electrones pueden sufrir choque elásticos, pueden ionizar o excitar a las moléculas, las pueden disociar, o pueden recombinarse y hasta formar iones negativos. Los iones y las moléculas neutras además de chocar elásticamente, pueden transferirse carga entre sí, pueden ionizarse al chocar, y pueden formar nuevos compuestos químicos.

El plasma es eléctricamente neutro, pero el voltaje aplicado se traduce en una caída de potencial brusca en las vecindades de los electrodos, principalmente del cátodo. Los iones se aceleran en esa zona para alcanzar energías altas que permiten modificar la superficie del cátodo. Es importante hacer notar que como la pieza es conductora, se ve envuelta por el campo eléctrico, y por el plasma, desde todas direcciones, dando lugar a un tratamiento uniforme sin importar mucho la topografía de la pieza.

También el golpeteo iónico produce en el cátodo un calentamiento considerable resultado del depósito de energía. A la temperatura de $T=300^{\circ}\text{C}$ en estos experimentos permite que se sumen fenómenos como la difusión.

En la gráfica de la Figura 12. muestra la relación que hay entre el voltaje y corriente para un proceso típico de descarga gaseosa en una mezcla de gases. en este caso nitrógeno con hidrógeno. En esta gráfica se observa que para que un proceso de nitruración iónica se efectúe con uniformidad sobre el cátodo, es deseable que se lleve a cabo en la zona anormal. Porqué es en este intervalo donde cualquier incremento en la corriente no afecta la uniformidad de la descarga alrededor de la superficie del cátodo.

Por otra parte la descarga gaseosa está caracterizada por la no uniformidad en la emisión de la luz. Una descarga gaseosa típica en su parte visible entre el ánodo y cátodo se muestra en la Figura 13.

En la Figura 13 las zonas importantes son las siguientes: (1) y (8) donde la energía impartida a estas regiones es debida a la pérdida de la energía cinética por impactos de las partículas sobre la superficie de los electrodos o a través de colisiones entre partículas. Estos procesos suministran energía en forma de calor; (4) es la zona oscura del cátodo, es una región con gran cantidad de cargas positivas; (6) es la columna positiva donde la concentración de electrones y iones positivos es aproximadamente igual.

Es importante señalar que puede ocurrir sobre la superficie del acero el llamado "sputtering" o erosión iónica, causado por el bombardeo iónico. El mecanismo de erosión es simplemente por choques binarios, que cuando suceden en cascada permiten que algunos átomos del material sean expulsados. La posibilidad de que se produzca esta expulsión depende de la energía del ion incidente, del tipo de ion y de la superficie. La erosión puede ser en ocasiones de una magnitud considerable; en la Tabla VIII se da la magnitud de la erosión causada a los aceros D2, M2, W2 y 304 por el bombardeo iónico.

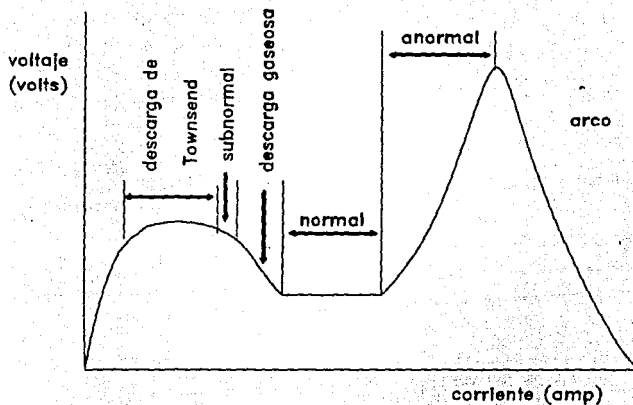


Figura 12.- Relación de voltaje vs corriente, para un proceso de descarga gaseosa en una mezcla de gas nitrógeno e hidrógeno.

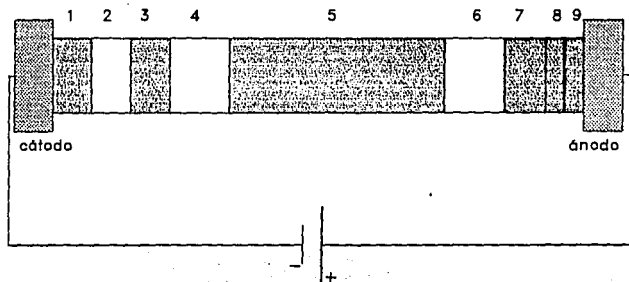


Figura 13.- Distribución típica de la emisión de la luz para una descarga gaseosa entre el ánodo y cátodo.

- | | |
|-----------------------------|-----------------------------|
| 1.- Zona oscura de Aston. | 5.- Zona oscura de Faraday. |
| 2.- Descarga del cátodo. | 6.- Columna positiva. |
| 3.- Zona oscura del cátodo. | 7.- Descarga del ánodo. |
| 4.- Descarga negativa. | 8.- Zona oscura del ánodo. |

2.7 Interacción de los iones con el cátodo

Los iones que alcanzan el cátodo llevan energías que varían con el voltaje aplicado. Experimentan alguno de los siguiente fenómenos.

Algunos iones al interactuar con la superficie del acero puede experimentar una dispersión elástica regresando un ion. En el choque transfieren momento a los átomos del sólido, y si es suficiente éstos pueden ser desplazados de la red, creándose un daño estructural en las primeras capas atómicas.

Otros de estos iones pueden penetrar en el acero a una cierta profundidad (implantación) o quedar adsorbido en la superficie del acero, como se ilustra en la Figura 14. La penetración y el número de desplazamientos que ocurren por cada partícula incidente dependen desde luego de su energía y en última instancia del voltaje. Los iones que se introduce al acero pierden poco a poco su energía a causa de los numerosos impactos que sufren, y la energía perdida se cede a los átomos del blanco.

Por otra parte de los átomos que son adsorbidos, algunos se difunden hacia el interior del acero y parte queda en la superficie del acero formando una capa superficial de átomos. A causa del intenso bombardeo al cual está sometido el cátodo, los átomos de éste están sometidos a una expulsión (sputtering) en forma de iones. Una vez que en la superficie del acero han quedado átomos adsorbidos estos también están expuestos a una expulsión análoga debido a los iones incidentes. Los átomos expulsados pasan a formar parte del plasma, sufriendo la misma ionización y excitación que las moléculas del gas. También ocurre la emisión de electrones secundarios procedentes tanto de los iones que bombardean, como de los átomos blanco y átomos adsorbidos. Estos electrones secundarios son necesarios para mantener la ionización del gas.

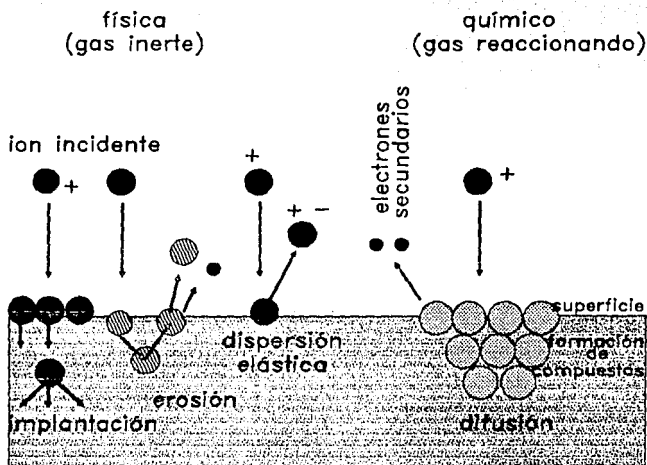


Figura 14.- Diferentes formas en el que los iones pueden interactuar con la superficie del acero.

2.8 Fases en el sistema Fe-N

El hierro con el nitrógeno forma las siguientes fases [8] (Figura 15): La fase α es la ferrita nitrogenada con una red cúbica centrada en el cuerpo. La solubilidad del nitrógeno en el hierro α a la temperatura 590°C no supera el 0.10% descendiendo a la temperatura ambiente hasta el 0.004% de N.

La fase γ es la austenita nitrogenada, tiene la red cúbica centrada en las caras, la solubilidad máxima de nitrógeno en la fase γ es de 2.8%. A 590°C la fase γ sufre la descomposición



La fase γ' es la solución sólida a base del nitruro Fe_4N con la red cúbica centrada en las caras con una zona estrecha de homogeneidad de un 5.3% a 5.75% de N; la fase γ' es estable sólo hasta 680°C. A una temperatura más alta se forma la fase ϵ .

La fase ϵ es la solución sólida a base del nitruro $\text{Fe}_2\text{-}3\text{N}$, la red cristalina es hexagonal. A 650°C y a 4.5% de N la fase ϵ sufre una descomposición en las fases γ y γ' .

La fase ξ (Fe_2N) tiene una red rómbica con átomos de nitrógeno distribuidos ordenadamente.

En los aceros nitrurados a baja temperatura (300°C) no se alcanzan a formarse fases. También hay que señalar que a esta temperatura de nitruración el mecanismo que predomina en el transporte del nitrógeno hacia el interior de acero es por frontera de grano.

2.9 Técnicas para el análisis de materiales

En el estudio de los materiales se emplean técnicas de origen nuclear, que proveen información analítica a nivel atómico. El desarrollo de estas técnicas se puede dividir en tres fases, de acuerdo con la energía que se ha conseguido suministrar a un haz de partículas. Cabe hacer mención que este desarrollo ha sido paralelo al de los aceleradores de partículas, que son el medio para suministrar estas energías.

Las técnicas para análisis son:

- (1) Energías del orden de (KeV)
 - a) Espectrometría de masas de iones secundarios (SIMS)
 - (2) Energías del orden de Mev para iones ligeros
 - a) Retrodispersión de Rutherford (RBS)
 - b) Emisión de rayos X inducida por protones (PIXE)
 - c) Análisis de reacción nuclear (NRA)
 - d) Análisis de las reacciones nucleares resonantes (NRRA)
 - e) Análisis por activación por partículas cargadas (CPAA)
 - (3) Energías del orden de Mev para iones pesados
 - a) Detección elástica de partículas retrodispersadas (ERDA).

Cada una de estas técnicas tiene ventajas y limitantes, pero se podrían complementar una con otra para un análisis completo.

En este trabajo se utilizó la técnica de análisis de reacción nuclear (NRA) para estudiar el contenido de nitrógeno depositado o absorbido en la superficie de un acero cuando éste ha sido sometido a una nitruración iónica. El conocer en alguna proporción su concentración nos encaminará a entender más de cerca del mecanismo de difusión por el cual penetra hacia el interior del acero el nitrógeno, ya que la presencia del nitrógeno en el material modifica sus características, tales como: la corrosión, la oxidación, el desgaste, etc, fenómenos de gran importancia para la industria. En la siguiente sección se describe la física de la reacción nuclear.

2.10 Cinemática de las reacciones nucleares

Por una reacción nuclear entendemos cualquier interacción entre nucleones o agregados de nucleones.

Experimentalmente se ha encontrado que hay ciertas cantidades físicas que se conservan en toda reacción nuclear, como son: la carga, el número de masa, el momento angular, el momento lineal, y la relación masa-energía, entre otras cantidades.

En términos generales una reacción nuclear, la podemos representar de la siguiente manera $X(a,b)Y$, o bien



donde a es el proyectil que incide sobre los núcleos del blanco denotado por X ; se forma un núcleo compuesto A^* que dará origen a una partícula ligera b y/o rayos gamma y un núcleo residual Y .

Las reacciones nucleares pueden ser descritas en dos pasos. Primero la partícula que incide debe tener la energía necesaria para superar la barrera coulombiana por parte de los núcleos del blanco para formar un núcleo compuesto en niveles excitados, y segundo, este núcleo compuesto se disocia en los que serán los productos de la reacción.

En una reacción nuclear se tiene el valor Q que es la energía liberada (o absorbida) en la reacción. Se define simplemente como una diferencia entre la masa en reposo del sistema antes de la reacción y la masa del sistema después de que la reacción ha ocurrido, transformada esta diferencia a unidades de energía. Esto es

$$Q = (M_x + M_a) c^2 - (M_b + M_y) c^2 \quad (7)$$

donde las M_i son las masas de las partículas involucradas y c es la velocidad de la luz Q corresponde al excedente de masa transformada en energía de acuerdo con la relación de Einstein $E=mc^2$.

Por ejemplo, en la reacción $^{14}\text{N}(d, \alpha)^{12}\text{C}$ con las masas atómicas siguientes [18-19]:

$$^{14}\text{N} = 14.003074 \text{ u.m.a.} \quad ^{12}\text{C} = 12.000000 \text{ u.m.a.}$$

$$d = 2.014102 \text{ u.m.a.} \quad \alpha = 4.002603 \text{ u.m.a.}$$

$$16.017176 \text{ u.m.a.} \quad 16.002603 \text{ u.m.a.}$$

se encuentra que su valor Q calculado por medio de la ec. (7) es:

$$Q = (16.017176 \text{ u.m.a} - 16.002603 \text{ u.m.a.}) (3 \times 10^8 \text{ m/s}^2)^2$$

y recordando que

$$1 \text{ u.m.a.} = 1.661 \times 10^{-27} \text{ kg y/o}$$

$$1 \text{ u.m.a.} = 931.49 \text{ MeV}/c^2$$

$$1 \text{ eV} = 1.60 \times 10^{-19} \text{ Joules.}$$

$$Q = 13.579 \text{ Mev.}$$

Para poder deducir una ecuación para la energía cinética con que sale la partícula ligera, producto de la reacción nuclear, consideremos el caso no relativista, en el cual, la energía cinética K_1 de cada partícula involucrada en este proceso de reacción nuclear es pequeña comparada con su energía en reposo M_1c^2 , de manera que podemos utilizar las relaciones clásicas.

Consideremos una partícula con energía cinética K_1 , que incide sobre los núcleos de un blanco estacionario ($K_2=0$), como se muestra en la Figura 16.

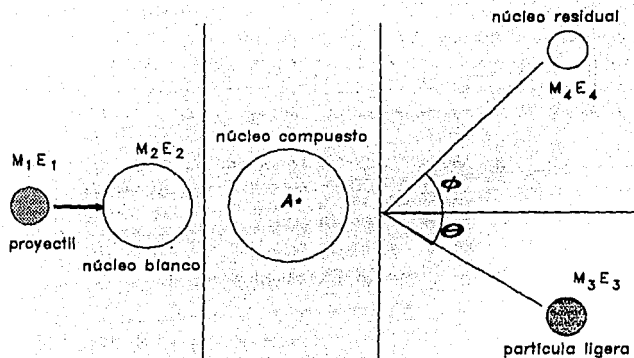


Figura 16.- Cinemática de una reacción nuclear, en el sistema de coordenadas del laboratorio. Un proyectil de masa M_1 y energía cinética E_1 incide sobre un núcleo blanco de masa M_2 cuya energía es $E_2=0$ por estar en reposo. Se forma un núcleo compuesto A^* que al desintegrarse da origen a un núcleo residual de masa M_4 cuya energía es E_4 y una partícula ligera de masa M_3 con energía cinética E_3 .

Al interaccionar la partícula con el núcleo blanco se origina un núcleo compuesto en niveles excitados, cuya vida media es muy corta. Este núcleo compuesto se desintegra para engendrar dos partículas.

El considerar la conservación del momento y la energía, entre los estados inicial y final de la reacción nuclear, nos conducirá a un sistema ecuaciones, de las cuales se puede calcular la energía cinética de las partículas ligeras después de que ocurre la reacción.

De considerar la conservación de la cantidad de movimiento en la dirección de la partícula incidente se obtiene la siguiente ecuación:

$$\sqrt{2M_1E_1} = \sqrt{2M_2E_2}\cos\theta + \sqrt{2M_4E_4}\cos\phi \quad (8)$$

La cantidad de movimiento en la dirección normal a la incidente, sobre el plano formado por θ y ϕ es el siguiente

$$0 = \sqrt{2M_2E_2}\sin\theta - \sqrt{2M_4E_4}\sin\phi \quad (9)$$

donde:

M_1 = masa de la partícula incidente.

M_2 = masa de blanco.

M_3 = masa de la partícula ligera.

M_4 = masa del núcleo residual.

E_1 = energía cinética de la partícula incidente.

E_3 = energía cinética de la partícula ligera.

E_4 = energía cinética del núcleo residual

Por la conservación de la energía se tiene que:

$$E_1 + Q = E_3 + E_4 \quad (10)$$

De la solución simultánea de las ecuaciones (8), (9) y (10) se obtiene una ecuación para Q .

$$Q = E_3 \left(1 + \frac{M_2}{M_4}\right) - E_1 \left(1 - \frac{M_2}{M_4}\right) - 2 \frac{\sqrt{M_2 E_1 M_3 E_3}}{M_4} \cos \theta \quad (11)$$

Esta es una forma convencional para la ecuación Q . Aquí la energía cinética de la partícula incidente y de la partícula producto así como el ángulo θ , están medidas en el sistema de coordenadas de laboratorio. El valor Q puede ser una cantidad positiva o negativa, dependiendo de la reacción nuclear en cuestión. Para un valor de Q positivo la reacción será exoenergética y para un valor negativo la reacción será endoenergética.

En esta forma se tiene que para un haz de partículas que inciden sobre un núcleo blanco con una energía cinética E_1 y valor Q determinados, de acuerdo con la ecuación (11) se puede despejar E_3 y encontrar de esta forma la energía cinética de las partículas ligeras. Estas partículas ligeras son las que se registran en un experimento por medio de un detector de barrera superficial.

Así de la ecuación (11) el valor de E_3 puede escribirse en la forma siguiente:

$$\sqrt{E_3} = V_2 \sqrt{V^2 + W} \quad (12)$$

ó bien

$$E_3 = (V + \sqrt{V^2 + W})^2 \quad (13)$$

donde:

$$V = \frac{\sqrt{M_1 M_2 E_1}}{M_2 + M_1} \cos \theta$$

$$W = \frac{M_1 Q + E_1 (M_1 - M_2)}{M_2 + M_1}$$

En la formación de un núcleo compuesto y su disociación en dos partículas, la ligera y el núcleo residual, este último puede quedar en alguno de los niveles excitados o en el estado base. Esto nos conduce a un conjunto de valores diferentes de Q y consecuentemente a una serie de valores en la energía cinética de las partículas ligeras emitidas por la reacción. Cuando el núcleo residual queda en un nivel excitado, se puede esperar después una transición a un nivel inferior con la correspondiente emisión de radiación gamma γ . La energía de esta radiación gamma es la diferencia entre las energías del nivel del estado excitado y el nivel inferior, al que cae.

Con los valores de las energías E_1 se obtiene un espectro energético. En estos espectro el valor más grande de E_1 corresponde a la formación del estado base del núcleo residual; los otros valores de E_1 corresponden a niveles excitados del núcleo residual.

Los conceptos expuestos hasta este momento, ligados a las ecuaciones (12) y (13), se aplican al caso de interés de este trabajo, que es el de cuantificar el contenido de nitrógeno en aceros nitrurados iónicamente. Para ello se bombardea con un haz de deuterio de energía 1.6 MeV blancos de aceros nitrurados iónicamente. La razón de emplear energía de 1.6 MeV se explica en la sección 2.12.

Para esta energía de 1.6 MeV del haz, cabe señalar que los únicos elementos que dan origen a una reacción nuclear son el nitrógeno ($Z=7$) y el carbono ($Z=6$); en el caso del fierro ($Z=26$)

la repulsión coulombiana sobre el haz de deuterio ($Z=2$), es grande, y por lo tanto, no es suficiente esta energía para ocasionar la reacción nuclear. En lo que sigue consideraremos solo reacciones nucleares de C y N.

En la Figura 17 se muestra un diagrama de niveles de energía para la reacción $^{14}\text{N}(d,\alpha)^{12}\text{C}$.

Para la reacción $^{14}\text{N}(d,\alpha)^{12}\text{C}$ se han calculado los valores de las energías cinéticas de las partículas alfa emitidas, cuando caen en los diferentes niveles [20-21]. Estos valores se han obtenido empleando la ecuación (13) con una energía del haz de deuterio de 1.6 MeV, ángulo de detección $\theta=165^\circ$ en el sistema de coordenadas de laboratorio y con los valores Q de la Tabla II.

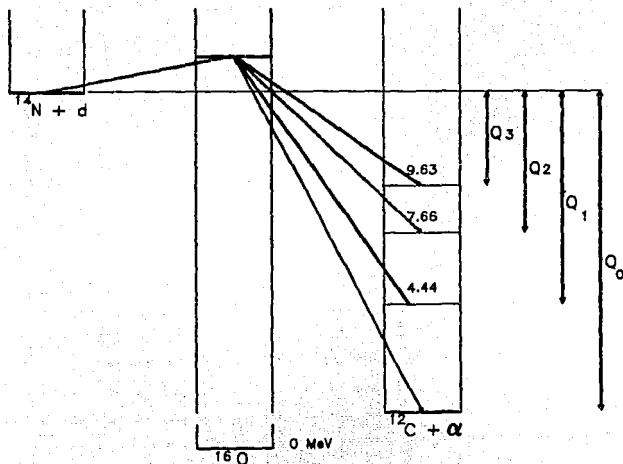


Figura 17.- Diagrama niveles de energía para la reacción nuclear $^{14}\text{N}(d, \alpha)^{12}\text{C}$

Tabla II. Estados excitados de la reacción $^{14}\text{N}(d, \alpha)^{12}\text{C}$

Reacción	$\theta = 165^\circ$	$E_1 = 1.8 \text{ MeV}$
$^{14}\text{N}(d, \alpha)^{12}\text{C}$	Valor Q (MeV)	E_2 (MeV)
Estado base	$Q_0 = 13.573$	(α_0) 9.8186
Primer estado excitado	$Q_1 = 9.131$	(α_1) 6.7485
Segundo estado excitado	$Q_2 = 5.909$	(α_2) 4.5504
Tercer estado excitado	$Q_3 = 3.943$	(α_3) 3.2024

El diagrama de niveles de energía para la reacción nuclear $^{14}\text{N}(d,p)^{15}\text{N}$ se muestra en la Figura 18.

Se han calculado los valores de las energías cinéticas de los protones emitidos en los diferentes niveles por la reacción nuclear $^{14}\text{N}(d,p)^{15}\text{N}$ con los mismos parámetros de energía del haz y ángulo de detección, pero con el valor Q que se indica en el diagrama de niveles de energía, ver Tabla III.

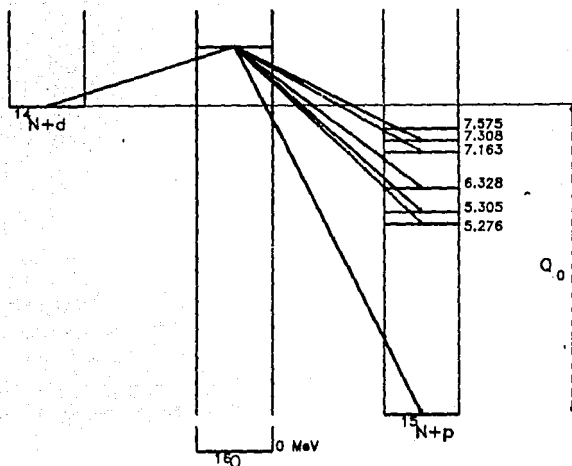


Figura 18.- Diagrama niveles de energia para la reacción nuclear $^{14}\text{N}(d,p)^{15}\text{N}$

Tabla III. Estados excitados de la reacción $^{14}\text{N}(d,p)^{15}\text{N}$

Reacción	$\theta = 185^\circ$	$E_1 = 1.6 \text{ MeV}$
$^{14}\text{N}(d,p)^{15}\text{N}$	Valor Q (MeV)	E_2 (MeV)
Estado base	$Q_0 = 8.61$	(p_0) 8.728
Primer estado excitado	$Q_1 = 3.33$	(p_1) 3.985
Segundo estado excitado	$Q_2 = 3.30$	(p_2) 3.957
Tercer estado excitado	$Q_3 = 2.27$	(p_3) 3.054
Cuarto estado excitado	$Q_4 = 1.44$	(p_4) 2.319
Quinto estado excitado	$Q_5 = 1.29$	(p_5) 2.193
Sexto estado excitado	$Q_6 = 1.04$	(p_6) 1.967

Para la reacción $^{12}\text{C}(\text{d},\text{p})^{13}\text{C}$ el diagrama de niveles de energía se muestra en la Figura 19.

Los valores de las energías cinéticas de los protones emitidos por la reacción $^{12}\text{C}(\text{d},\text{p})^{13}\text{C}$ se muestran en la Tabla IV.

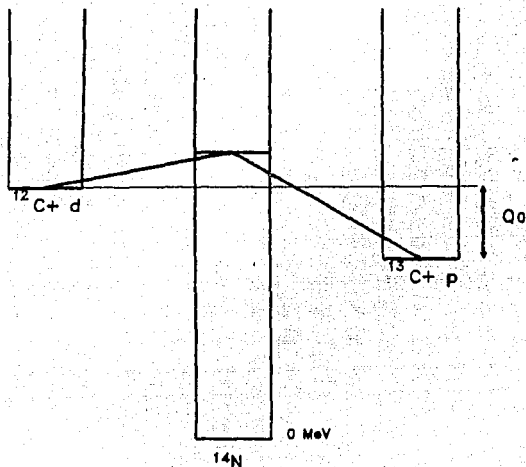


Figura 19.- Diagrama niveles de energía para la reacción nuclear $^{12}\text{C}(d,p)^{13}\text{C}$

Tabla IV. Estado base de la reacción $^{12}\text{C}(d,p_0)^{13}\text{C}$

Reacción	$\theta=165^\circ$	$E_2 = 1.6 \text{ MeV}$
$^{12}\text{C}(d,p_0)^{13}\text{C}$	Valor Q(Mev)	E_2 (Mev)
Estado base	$Q_0 = 2.7219$	(po) 3.327

2.11 Relación entre la pérdida de energía y profundidad

Cuando un haz de partículas de deuterio, con una energía cinética de 1.6 MeV, inciden normalmente sobre la superficie de un acero nitrurado, puede suceder que algunas de estas partículas al interactuar con los núcleos superficiales del acero, experimenten una dispersión elástica.

Otras de estas partículas del haz darán origen a la reacción nuclear (d,p) o (d, α) en la superficie del blanco y que salen en todas direcciones con energías cinéticas E_1 . Solamente una pequeña cantidad de ellas son registradas por un detector, que se encuentra colocado a un ángulo $\theta = 15^\circ$ con respecto a la normal del blanco, ver la Figura 20. La probabilidad de que se dé una reacción nuclear en la superficie de la muestra está representada por la sección diferencial, que se describe en la sección 2.12.

También ocurre que otras partículas del haz de deuterio penetren hacia el interior del acero, dándose la reacción nuclear en el interior del acero a una energía menor y por supuesto las partículas generadas en el interior del acero emergen con menor energía. El hecho de que se dé la reacción nuclear en el interior de la muestra a una energía menor, se debe a las pérdidas de energía que sufre el haz por colisiones que se presentan con los núcleos blanco del acero en las diferentes capas atómicas que van penetrando; así también las partículas generadas en el interior del acero, cuando emergen sufren pérdidas en su energía.

La energía cinética perdida por el proyectil por unidad de longitud depende de la energía del haz y la naturaleza del blanco sobre el cual incide. La pérdida de la energía por unidad de longitud recorrida se conoce con el nombre de poder de frenado, y se denota por $-dE/dx$. Las unidades que frecuentemente se emplean para expresar el valor del poder de frenado, $-dE/dx$ son: eV/A, keV/A, MeV/ μ m o Mev/(mg/cm²).

Se considera que el frenado de los iones ocurre por dos procesos: el frenado electrónico y el frenado nuclear. El electrónico se debe a la interacción del proyectil con los electrones del material; el nuclear con los átomos completos. El poder de frenado total es la suma de los dos

$$-\frac{dE}{dx} = \left(-\frac{dE}{dx}\right)_e + \left(-\frac{dE}{dx}\right)_n$$

Los subíndices indican el origen electrónico o nuclear. En la gráfica de la Figura 21, se muestran algunos valores de $-dE/dx$ para diferentes partículas incidentes sobre un blanco de hierro [22-23] y obsérvese la variación del valor de $-dE/dx$ con la energía del haz incidente.

En todos estos procesos se provocan cambios en la energía cinética de las partículas. Estos cambios de energía nos permitirá relacionar con la profundidad de penetración de las partículas en el acero. Describiremos el proceso en detalle, con el propósito de formular las ecuaciones fundamentales para este fenómeno y después aplicarlas al hecho de evaluar el contenido de nitrógeno en el acero.

Con el propósito de absorber y con ello eliminar a las partículas de deuterio dispersadas elásticamente, se colocó una película de Mylar de 22 μm de espesor enfrente del detector, como se ilustra en forma esquemática en la Figura 20.

Las ecuaciones esenciales para estos proceso son las siguientes: tenemos que la energía de las partículas de deuterio que penetran hacia el interior del acero a una cierta profundidad t , antes que se dé la reacción nuclear es E_1 y que esta relacionado con la energía incidente E_0 por la siguiente ecuación

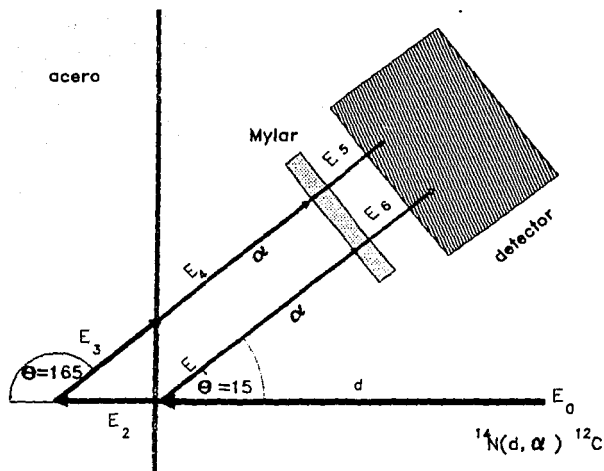


Figura 20.- Diagrama esquemático de la geometría para un haz de deuterio con energía cinética $E_0 = 1.6$ MeV, que incide normalmente sobre la superficie del acero $\theta_1 = 0$. En la figura se muestran los valores de energía cinética de las partículas en cada paso de este proceso, así como la disposición de una película de Mylar enfrente del detector con el propósito de eliminar las partículas elásticas. El detector se encuentra colocado a un ángulo de laboratorio de 165° con respecto a la dirección del haz incidente.

$$E_2 = E_0 - \int_0^t \frac{dE}{dx} \Big|_{\text{ino}} dx \quad (14)$$

donde dE/dx ino es el poder de frenado evaluado para la partícula incidente.

Una vez que se da la reacción nuclear a una profundidad t , la energía cinética de las partículas generadas será E_3 , con un valor que se puede calcular usando la ecuación (13) y en dirección hacia el exterior del acero. En su recorrido a hacia el exterior se tienen pérdidas en su energía y cuando éstas emergen del acero poseen una energía diferente E_4 . La energía E_4 es

$$E_4 = E_3 - \int_0^{\frac{t}{\cos \theta_2}} \frac{dE}{dx} \Big|_{\text{sal}} dx \quad (15)$$

donde dE/dx sal es el poder de frenado evaluado para la partícula que sale.

La diferencia de energía, ΔE , entre las partículas cuya energía cinética es E_4 , proveniente de los núcleos superficiales de la muestra de acero y las partículas cuya energía cinética es E_2 , provenientes de los núcleos blanco del acero a una profundidad t , después de atravesar ambos una película de Mylar de 22 μm es

$$\Delta E = E_4 - E_2 \quad (16)$$

Esta ecuación (16) pone de manifiesto que, por medio de medidas precisas de ΔE , se pueden obtener medidas directas de

la profundidad del nitrógeno absorbido por el acero.

En el caso presente en el que se tienen reacciones (d,p) y (d, α), los valores de poder de frenado en el acero y el Mylar se obtuvieron mediante la elaboración de un programa para computadora [5,7].

2.12 Sección diferencial.

La sección diferencial es la probabilidad de que una reacción nuclear ocurra. Enseguida se da una descripción más exacta de este concepto.

Un haz colimado de partículas incide sobre la superficie de un blanco N_{100} , como se muestra ilustra en la Figura 22. En este blanco, de espesor t , se encuentran N núcleos blanco por unidad de volumen. Entonces el número de núcleos blanco por unidad de área expuesto al haz es Nt , que denotaremos por n .

Después de que se da la reacción nuclear, las partículas generadas tendrán una distribución anisotrópica y también tendrán diferentes energías a diferentes ángulos. Pero únicamente es de interés, conocer el número de partículas que son recogidas por un detector, que se encuentra colocado a un cierto ángulo θ con respecto a la dirección de incidencia.

Este detector define un pequeño ángulo sólido Ω , con respecto al núcleo blanco. El ángulo sólido Ω se mide numéricamente por el área cubierta por el intervalo angular sobre una esfera de radio unidad con centro en el lugar que ocurre la reacción, esto es:

$$\Omega = \frac{\text{Área}}{(\text{distancia})^2}$$

Como el detector cubre solamente un pequeño ángulo sólido Ω , y por tal motivo no registra todas las partículas generadas, únicamente serán contadas N_{det} las que caen dentro del ángulo sólido Ω , para que posteriormente den origen a una señal analógica.

Es conveniente introducir el concepto de sección diferencial y que se denota por $\sigma(\theta)$. La sección diferencial representa la probabilidad de que cada núcleo blanco produzca la reacción en la dirección θ .

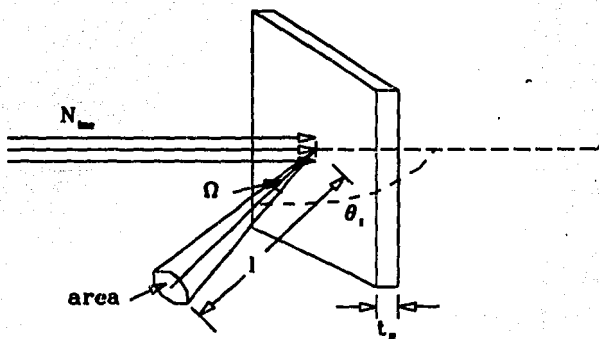


Figura 22.- Un haz de partículas N_{inc} incide sobre un blanco de espesor t donde hay N núcleos/cm³. Las partículas que son generadas en una dirección θ (sistema de laboratorio), son recogidas N_{det} en el detector que cubre un pequeño ángulo sólido Ω .

Todas estas cantidades se relacionan por medio de la siguiente ecuación

$$N_{det} = N_{inc} n_s \sigma \Omega \quad (17)$$

Donde N_{inc} es el número de partículas incidentes, N_{det} será el número de partículas registradas por el detector, n_s es el número de núcleos blancos por unidad de área, Ω es el ángulo sólido y la cantidad $\sigma(\theta)$ es la sección diferencial. En ocasiones se emplea la notación $d\sigma/d\Omega$ para la sección diferencial; las unidades de la sección diferencial son: barn/steradian.

La sección total σ_T de la sección diferencial puede ser establecida por integración de $\sigma(\theta)$ sobre todos los ángulos. El significado de σ_T es obtener el total de partículas generadas por la reacción.

En términos generales, la sección diferencial es función de otros parámetros, como: el tipo y energía del proyectil, las características del blanco y del sistema de referencia empleado para la descripción.

En la ecuación (17) se exhibe que si σ y Ω son cantidades determinadas y el número de partículas incidentes así como el número de partículas detectadas son contada, entonces puede ser establecido el número de átomos por unidad de área de un elemento sobre el blanco.

Para este hecho experimental de bombardear con un haz de deuterio sobre la superficie de los diferentes aceros nitruradas, se escogió la energía de 1.6 MeV para el haz incidente. Esta energía puede considerarse como la más conveniente para el bombardeo [4]. En la Figura 23 (a), se ilustra la forma en que varía la sección diferencial con la energía incidente del deuterio [24-26] para la reacción ${}^1_0\text{N}(d, \alpha){}^{12}_6\text{C}$, para 1.6 MeV el valor de la sección está cerca del máximo; en la Figura 23 (b) se

muestra la sección para la reacción $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$, donde para el valor de 1.6 MeV el correspondiente valor de la sección se encuentra casi dentro de una meseta.

La ecuación (17) será de utilidad para efectuar un perfil de nitrógeno en cada una de las muestras de acero nitruradas. La posibilidad de medir el perfil de nitrógeno se debe a que puede establecerse una relación entre el número de partículas detectadas al número de partículas incidentes, esto es

$$\frac{N_{\text{det}}}{N_{\text{inc}}} = \sigma \Omega n,$$

cantidad que es proporcional a la sección diferencial y a la densidad superficial de átomos. De esta forma, una alteración en el número de cuentas de $N_{\text{det}}/N_{\text{inc}}$ puede ser motivado ya sea por la sección diferencial ó a la concentración del nitrógeno. En la capítulo referente a la discusión, se presenta un análisis de la forma del espectro bajo los picos de las reacciones $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ y la proporción en que cae su número de cuentas, tomando en consideración la caída de la sección diferencial. Pero se puede anticipar que la caída en los espectro se debe a la concentración del nitrógeno.

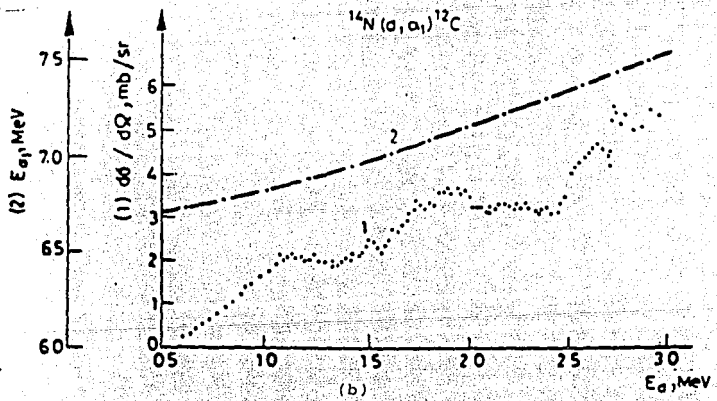
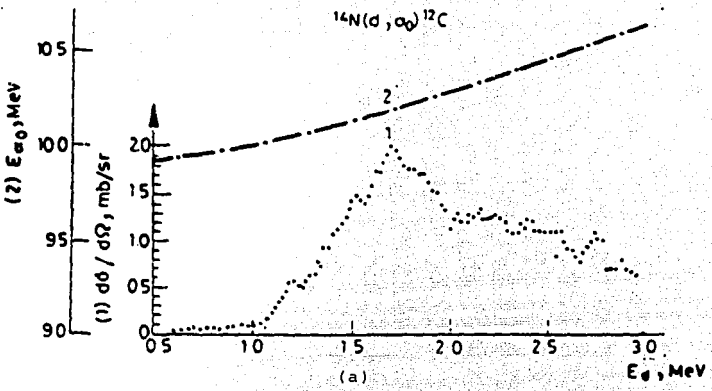


Figura 23.- Sección diferencial vs energía incidente del deuterio a $\theta_{lab}=150^\circ$: (a) para la reacción $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$ (b) para la reacción $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$. Para ambas gráficas la línea de punto y raya da la energía de α_0 y α_1 respectivamente.

3. METODO EXPERIMENTAL

3. METODO EXPERIMENTAL

3.1 Preparación de muestras

Se realizó la nitruración iónica de piezas de aceros grado de herramienta: D2, M2, W2 y acero inoxidable 304.

Para la llevar a cabo nitruración iónica de los aceros fue necesario una previa preparación de las muestras. Para la preparación de las muestras, de los aceros D2, M2, W2 y 304 se cortaron muestras en forma cilíndrica de 13 mm de diámetro y 7 mm de espesor, que se trataron térmicamente, de acuerdo a sus características, Tablas V, VI y VII.

Tabla V. Clasificación de los aceros

GRUPO	SIMBOLO Y TIPO
De temple al agua	W
Alta velocidad	M
Para trabajo en frío	D
Acero Inoxidable	304

Tabla VI. Composición típica por ciento

ACERO	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	W	V
304	0.08	1	2	19	10	0		
D2	1.65	0.3	0.3	12		0.7	0.5	0.9
M2	0.82	0.4	0.4	4.2		5	6.4	1.9
W2	0.6-1.4	0.2	0.2					0.1

Tabla VII. Tratamiento Térmico

ACERO	TRATAMIENTO TERMICO		
	Temple °C	Medio	Revenido °C
D2	990-1010	aceite	260-290
M2	1190-1220	aceite	550-590
W2	775-790	agua	175
304	Sin tratamiento térmico		

Para la realización del tratamiento térmico, se tomaron dos piezas (muestras) de cada uno de los aceros D2, M2 y W2, y se introdujeron en una mufla, por separado, estableciendo previamente la temperatura deseada (Tabla VII). El tiempo de permanencia de las muestra en el horno que fue de 22 min, esto de acuerdo con las dimensiones de las muestras.

Una vez transcurridos los 22 min, las muestras se transfirieron rápidamente del horno al medio apropiado para su temple.

Una vez templadas la muestras, se procedió a efectuar el revenido de las mismas. En el revenido las muestras del acero se introdujeron nuevamente en el horno, a una temperatura menor que la del temple y durante un tiempo de 22 min, y se dejan enfriar al medio ambiente.

Una vez que se completa el tratamiento térmico (temple y revenido) de las muestras, el siguiente paso en la preparación fue el pulido de una de sus caras. Para el pulido se usaron inicialmente lijas y después alúmina (0.1 μ m, 0.3 μ m y 0.05 μ m) con paños, hasta que se logró una superficie lo más uniforme posible.

De esta forman se consiguió tener 2 piezas de cada uno de estos aceros con el mismo tratamiento térmico, y con un procedimiento semejante en el pulido de una de sus caras.

Fue necesario el diseño de un portamuestras para colocar las muestra de los aceros a nitrurar. En éste se colocó una de las muestras preparadas de cada uno de los aceros M2, D2 y W2; la muestra del acero inoxidable 304 sólomente pulida en una de sus caras. En el portamuestras cada uno de estos aceros se les cubrió la mitad, con pedazos de lámina de acero, con la intención de que una parte de sus caras estuviese en contacto con la descarga gaseosa y la otra no. Es en esta forma que en el instante de efectuarse el proceso de nitruración iónica, se obtengan en una misma muestra dos zonas: una nitrurada iónicamente y otra no. Figura 24.

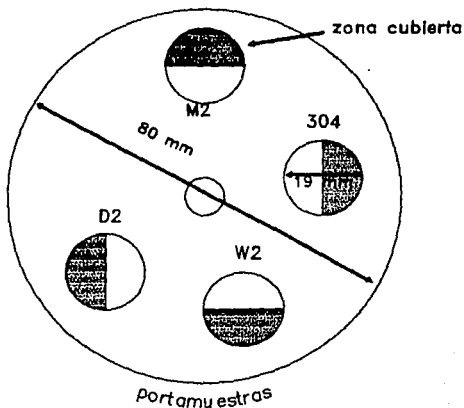


Figura 24.- Portamuestras, las regiones claras representan las zonas expuestas directamente a la descarga gaseosa, las regiones iluminadas las zonas cubiertas a la exposición directa.

Este portamuestras (cátodo) se colocó en una cámara para nitruración y ésta se evacuó, enseguida se permitió la entrada de gas, por medio de válvulas. Aplicando un voltaje se provocó la descarga luminiscente, dando inicio a la nitruración iónica.

La composición del gas empleado fue nitrógeno 20% e hidrógeno 80% a una presión inicial de 6×10^{-2} torr ó 6 Pa.

El proceso de nitruración iónica se efectuó en las dos series previamente preparadas, habiendo realizado éstas a una temperatura de $T=300^{\circ}\text{C}$. Para lograr las condiciones deseadas de temperatura y su establecimiento durante el período de tiempo requerido para la nitruración, se manipulo la cantidad de gas admitido a la cámara y la aplicación gradual de voltaje hasta establecer las condiciones de temperatura. En las gráficas de la Figura 32 se muestra la forma de como se incrementa la temperatura del portamuestras con respecto al voltaje aplicado y asimismo el tiempo empleado para establecer la temperatura deseada.

La lectura de temperatura del portamuestras se obtuvo por medio de un termopar de Cromel-Alumel. Este termopar estuvo en contacto con el portamuestras por el lado opuesto a la descarga. La diferencia de potencial en el termopar, fue medida por un multímetro, que estuvo flotado al alto voltaje. El valor registrado por el multímetro en milivolts se convierte a temperatura en $^{\circ}\text{C}$ mediante una Tabla de conversión. Este termopar fue previamente calibrado con los puntos de fusión y ebullición del agua.

3.2 Equipo empleado para el proceso de nitruración iónica

En la Figura 25 se muestra un diagrama esquemático del equipo empleado para el proceso de nitruración iónica. Los componentes básicos son:

- 1) cámara de nitruración,
- 2) una bomba de vacío mecánica,
- 3) medidor de vacío, de 1×10^{-3} hasta 5×10^{-1} torr,
- 4) fuente de alto voltaje de 0 a 2500 Volts,
- 5) multímetro,
- 6) tanque de gas (mezcla de nitrógeno 20% e hidrógeno 80%),
- 7) sistema que regulan la admisión del gas a la cámara (válvulas finas),
- 8) termopar de Cromel-Alumel.

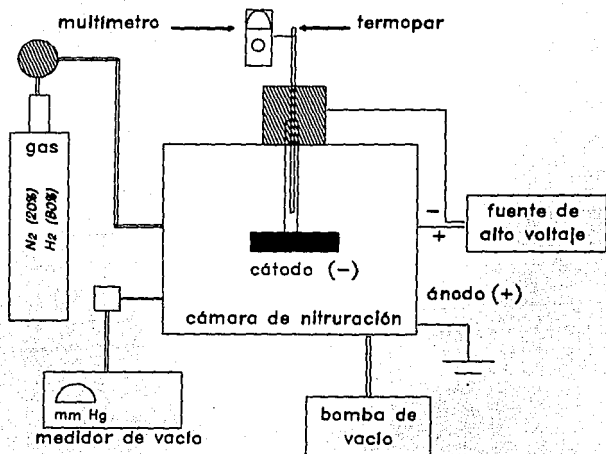


Figura 25.- Equipo empleado en el proceso de nitruración iónica.

3.3 Microdureza Vickers

Hay varios métodos para obtener la microdureza de un material [13]. La prueba más común consiste en medir la resistencia a la penetración del material. El procedimiento, es presionar un indentador sobre la superficie del material y entonces evaluar la penetración. Uno de estos métodos es la microdureza Vickers.

El aparato Vickers cuenta con un indentador de diamante, en forma de pirámide con base cuadrada, siendo el ángulo entre las caras opuestas de 136° con vértice en el indentador. El procedimiento para la obtención de la microdureza Vickers es simple y consiste en presionar el indentador sobre la superficie del acero, para ello se emplean pesos de 50 g y 10 g durante periodos de tiempo de 20 seg. En esta huella (identación) se evalúan las longitudes de las diagonales con la ayuda de oculares y tornillos micrométricos. El valor promedio de estas diagonales es entonces referida a una tabla de conversión para obtener el número de Vickers o también empleando la ecuación siguiente

$$Hv = 0.102 \frac{F}{S} = 0.102 \frac{2F \sin \frac{\theta}{2}}{d^2} = 0.1891 \frac{F}{d^2}$$

donde

Hv= Microdureza Vickers.

F= Carga de prueba (g)

S= Area de la superficie (mm²)

d= Valor medio de las diagonales de la identación (mm)

θ = ángulo entre las caras opuestas con vértice en el indentador.

Un límite de para la validez de valores de microdureza, es de que la profundidad de la identación sea tres veces menor al espesor investigado.

3.4 El acelerador de partículas Van de Graaff

Un esquema del Acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV se muestra en la Figura 26. Son cuatro los aspectos fundamentales a considerar para el funcionamiento del acelerador de iones positivos, que son:

- a) generación de alto voltaje.
- b) la producción y aceleración de iones positivos.
- c) medida y estabilización de la energía del haz.
- d) cámara de blancos

a) Generación de alto voltaje.

El alto voltaje es generado por el transporte mecánico de cargas eléctricas desde el nivel de tierra a un domo metálico en el que se depositan las cargas, y se mantiene así a un alto potencial eléctrico respecto de tierra. En el interior del domo se encuentra la fuente de iones y en su conjunto constituyen la terminal (Figura 27).

El transporte de carga eléctrica se lleva a cabo por medio de una banda aislante, que gira alrededor de dos poleas una de las cuales se sitúa en la base y la otra en la parte inferior a la terminal: está a su vez es un generador eléctrico.

La forma en que se inducen las cargas eléctricas sobre la banda es mediante el fenómeno de "efecto corona", producido por un campo eléctrico intenso generado por una fuente de alto voltaje (0-3000 KVolts) CD, que se conecta a dos electrodos separados por la banda. Uno de estos electrodos es una malla de acero (peine inferior) cuya longitud es la misma que la del ancho de la banda. El extremo de esta malla termina en formas puntiagudas que se encuentran cerca de la banda. Esta malla se conecta al lado positivo de la fuente de CD y el otro electrodo al lado de tierra.

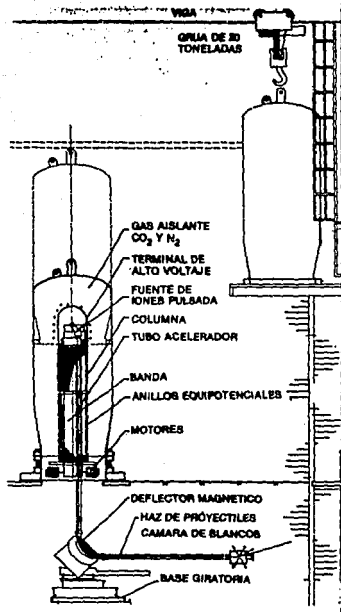


Figura 26.- Diagrama del Acelerador Van de Graaff

Al aplicar voltaje esta malla se carga positivamente: entonces, los electrones de la banda son atraídos por efecto corona hacia el peine, dejando la banda cargada positivamente.

En la terminal de alto voltaje, se localiza otra malla (peine superior) la cual está conectada a la terminal. Por medio de esta malla los electrones del domo metálico neutralizan la carga positiva de la banda, también por efecto corona, dejando al domo metálico cargado positivamente. En la superficie de este domo se distribuye en forma homogénea la carga Q positiva. El voltaje V que se produce por la carga Q en la terminal está dado por la relación

$$V = \frac{Q}{C}$$

donde C es la capacitancia eléctrica. Este voltaje es el que se aplica a las partículas a acelerar.

b) La producción y aceleración de iones positivos

La producción de iones se lleva a cabo en una botella de vidrio que recibe el nombre de fuente de iones (Figura 27). La forma en que se producen los iones es por la aplicación de una energía de radio frecuencia (RF), tal que parte del gas introducido en la botella es ionizado. Como resultado de esta ionización resulta un plasma que es magnéticamente enfocado a un canal de salida de la botella. Para conseguir que los iones se encaminen hacia el canal de salida es necesario aplicar un potencial al ánodo de la fuente. Un esquema por separado, de la fuente de iones se muestra en la Figura 27.

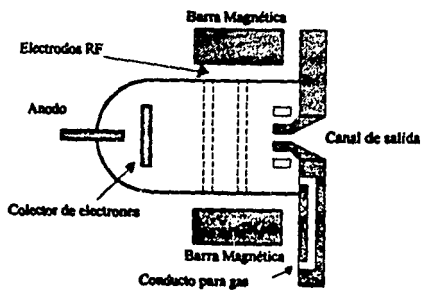


Figura 27.- Diagrama de la fuente de iones producidos por radio frecuencia.

La terminal está aislada y sustentada por una columna; ésta a su vez está construida de una serie de aros de acero inoxidable separados por medio de discos aislantes de vidrio. A los planos de estos aros se les llama platos equipotenciales. En el interior de la columna se encuentra la banda y el tubo acelerador. Los platos equipotenciales están conectados por una serie de resistencias que mantienen el gradiente de voltaje entre la terminal y tierra.

Una vez que los iones positivos son extraídos a través del canal de salida de la fuente de iones son, inyectados al tubo acelerador. La Figura 28 muestra un diagrama esquemático de la conexión que existe entre la fuente de iones y el tubo acelerador.

El tubo acelerador está construido de discos de vidrio intercalados con electrodos metálicos. Hay un número igual de electrodos en el tubo como platos equipotenciales en la columna. Los platos de la columna y los electrodos están eléctricamente conectados con resortes, y cada plato está conectado al siguiente con el mismo valor de la resistencia, de tal manera que el voltaje entre electrodos consecutivos es el mismo.

Experimentalmente se requiere tener un haz finamente enfocado para que incida en el blanco. Esto es logrado en parte por un electrodo focal asociado a la fuente de iones, como se ilustra en la Figura 28. Las diferencias de voltaje entre electrodos vecinos, y la geometría de éstos en el tubo acelerador, producen líneas de campo eléctrico por efecto de borde de los electrodos. En esta forma se logra que las líneas de campo eléctrico tengan un efecto de embudo eléctrico actuando sobre los iones emitidos de la fuente, p. ej. cuando un ion está relativamente lejos del eje central, experimenta una fuerza no solamente axial sino también una fuerza radial hacia el interior, el cual produce el efecto de enfoque.

fuelle de lones

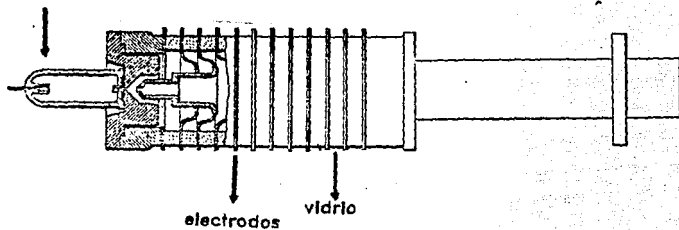


Figura 2B.- Conexión entre la fuente de iones y el tubo acelerador

El tubo acelerador está evacuado para minimizar las colisiones entre la partícula acelerada y las moléculas extrañas de gas en el tubo. Las presiones normales son del orden de 10^{-8} torr. Todo el conjunto está contenido en un tanque, el cual es llenado con una combinación de gases secos que sirven como aislante para evitar descarga de corona y chispas.

c) Medida y estabilización de la energía del haz.

Al final del tubo acelerador se encuentra el electroimán asociado al acelerador. El electroimán tiene dos funciones:

- 1) medir en forma precisa la energía del haz.
- 2) seleccionar el haz que tiene la masa y energía requerida.

Cuando una partícula cargada se mueve a través de un campo magnético pueden suceder uno de tres casos:

- a) que la partícula se mueva paralelamente al campo magnético B en cuyo caso no hay una fuerza resultante;
- b) que la velocidad de la partícula sea perpendicular al campo magnético y la partícula sufre la fuerza $F=qvB$ que es perpendicular al plano formado por B y v , y la partícula se mueve en una trayectoria circular de radio R ;
- c) que la velocidad forme un ángulo θ con el campo magnético y se produce una trayectoria en espiral de la partícula.

En el caso del acelerador, cuando la partícula con carga (q) y un momento (mv) pasa a través del electroimán (B), ésta es deflectada en una trayectoria circular de radio (R).

Al considerar un análisis de las fuerzas que actúan sobre la partícula cargada, y de la formulación relativista de la energía cinética, se tiene la siguiente ecuación

$$BR = \left(\frac{2m_0 E_0}{ze} \right)^{1/2} \sqrt{1 + \frac{E_0}{2m_0 c^2}}$$

donde BR se conoce como la rigidez magnética; m es la masa; ze es la carga de la partícula y E₀ es su energía cinética.

En el caso del haz de deuterio con energía de E₀ = 1.6 MeV y masa en reposo de m₀c² = 1875.12 MeV, entonces el término relativista E₀/m₀c² de ésta ecuación puede ser ignorado. En este caso la ecuación anterior se puede reescribir en una relación más apropiada, que es la siguiente

$$BR = 144 \left(\frac{ME_0}{s^2} \right)^{1/2} \text{ kgauss-cm} \quad (18)$$

donde M está en unidades de masa atómica (amu) y la energía cinética E₀ esta en MeV.

De acuerdo con la ecuación (18), si se conoce R y el campo magnético B, entonces la energía del haz puede ser determinada con una buena precisión. Aunque el valor de R puede estimarse geoméricamente por la desviación del haz, este valor no es suficiente para determinar R con mucha precisión.

La determinación de R se conoce también como la calibración de la energía del acelerador. La calibración se efectúa usando la reacción nuclear resonante ¹⁹F(p,αγ) ¹⁸O, y de aquí puede deducirse la calibración para el deuterio, que tiene aproximadamente el doble de masa de un protón. Otra técnica de calibración es el tiempo de vuelo [27].

En el electroimán también se lleva a cabo la estabilización de la energía, la forma como se efectúa se indica a continuación.

Cuando en la terminal el alto voltaje el potencial decrece, las partículas tendrán una energía E₀ - ΔE₀ y golpearán sobre la

rejilla (1) como se indica en la Figura 29 y, si el potencial aumenta la energía de las partículas será $E_0 + \Delta E_0$, el haz golpea sobre la rejilla (2). De este modo, cuando la energía no es exactamente E_0 , sobre una rejilla hay más haz que en la otra; esta diferencia produce una corriente la cual es amplificada y retroalimentada al acelerador para ajustar el voltaje sobre la terminal, hasta que la diferencia en las rejillas vuelva a ser cero. El haz con energía cinética E_0 pasa centrado.

El voltaje sobre la terminal del Van de Graaff es ajustado por la regulación de la corriente de corona entre la terminal y las puntas de corona. Las puntas de corona se encuentran localizadas en la pared del tanque.

d) Cámara de blancos

La cámara de blancos, es donde tiene lugar la colisión del haz de partículas con el blanco. En la Figura 30 se muestra un diagrama de la cámara de blancos. Esta cámara de blancos está comunicada al electroimán por medio de una línea formando un ángulo de 90° .

Antes de llegar a la cámara de blancos el haz es colimado, mediante un colimador, cuya abertura es de 2.1 mm de diámetro, como se muestran en la Figura 30.

El blanco está sostenido sobre un portablancos de aluminio; este puede rotarse 360° sobre su propio eje y se localiza en el centro de la cámara, está a su vez puede rotarse 360° en forma independiente del portablancos.

Rodeando al plato donde se sitúa al portablancos y el detector se encuentra una jaula de Faraday. Esta tiene por objeto recoger las partículas que no logran alcanzar el ángulo sólido del detector. Al integrar esta corriente se tiene el número de partículas que llegan al blanco.

Un detector de barrera superficial de Au-Si de espesor 300 μm está montado sobre una armadura rotatoria de tal manera que el ángulo con el haz incidente se puede variar hasta 360° . En el experimento de bombardear blancos de acero con haz de deuterio de 1.6 MeV, el detector se colocó a un ángulo de laboratorio de 165° .

En la Figura 31 se muestra el diagrama esquemático de un detector de barrera superficial.

Un voltaje de polarización V_b se aplica a un electrodo y esto produce una región de sensibilidad (indicada en la Figura 31 por w). Esta región de sensibilidad casi no contiene cargas libres y todo el voltaje en esta región es el de V_b .

Cuando una partícula cargada entra a la región de sensibilidad colisiona con los electrones y se produce un par electrón-hueco. En promedio se requieren de 3.5 eV de la energía de la partícula incidente para producir un par electrón-hueco. Los huecos son atraídos por el electrodo negativo y los electrones por el electrodo positivo. Entonces el número de pares electrón-hueco producidos es directamente proporcional a la energía de la partícula incidente: la carga recogida sobre un electrodo puede ser usada para medir la energía de la partícula incidente.

La resolución en energía del detector es la fluctuación estadística en el número n de pares (electrón-huecos) producidos por la partícula incidente. La energía de resolución puede considerarse como proporcional a $1/\sqrt{n}$.

Finalmente es conveniente indicar que la cámara de blancos está evacuada a 10^{-6} torr mediante las bombas difusora y mecánica.

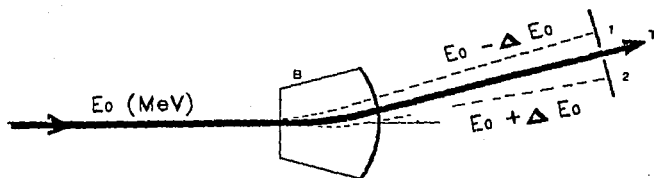


Figura 29.- Rejillas estabilizadoras de la energía. se sitúan a la salida del imán.

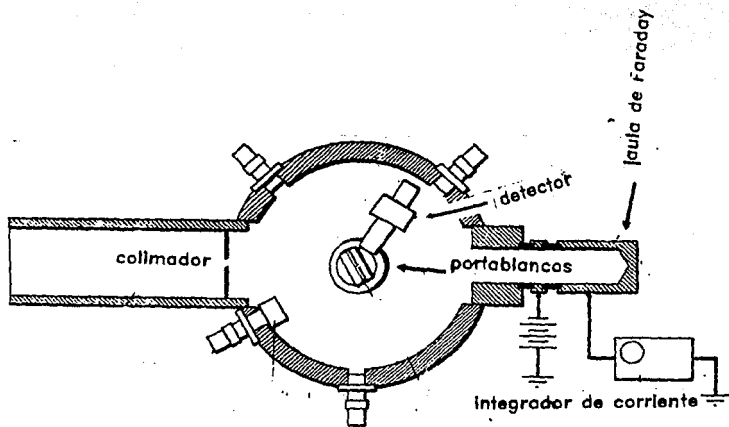


Figura 30.- Vista superior de la cámara de blancos, donde el detector de barrera superficial se encuentra colocado a un ángulo de laboratorio de $\theta=165^\circ$.

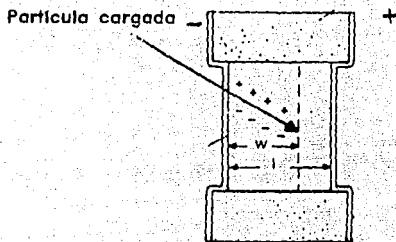


Figura 31.- Diagrama esquemático del detector de barrera superficial

4. RESULTADOS Y DISCUSION

4 RESULTADOS Y DISCUSION

En el proceso de nitruración iónica, la relación que hubo entre el incremento de la temperatura del portamuestra con respecto al voltaje aplicado, se ilustra en la Figura 32. A partir del instante en que se logra establecer la temperatura de $T=300^{\circ}\text{C}$, se marco como el inicio para el tiempo de nitruración.

Una de estas nitruraciones se llevo a cabo durante un tiempo de $t= 3$ hrs; las condiciones de presión, voltaje y corriente que prevalecieron fueron las siguientes:

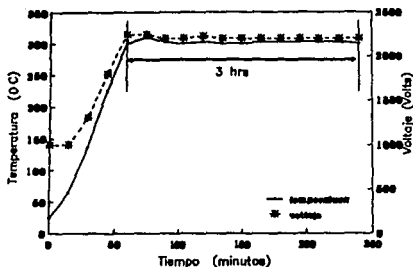
Presión	6×10^{-2} torr
Voltaje	2200 Volts
Corriente	24 μA

Para la nitruración que se efectuó durante el período $t=10$ hrs, las condiciones que prevalecieron fueron:

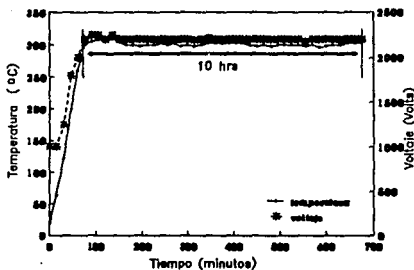
Presión	6×10^{-2} torr - 7×10^{-2} torr
Voltaje	2200 Volts
Corriente	24 μA

Las muestras de acero M2, D2, W2, y 304 nitruradas a una temperatura de $T=300^{\circ}\text{C}$, con tiempos de exposición a esta temperatura de 10 hrs y 3 hrs, se les bombardea con un haz de deuterio de energía 1.6 MeV, para su análisis.

En la Figura 33, se muestra un ejemplo de un espectro completo obtenido por este bombardeo sobre la superficie del acero en la zona expuesta directamente a la descarga gaseosa, el espectro corresponde al acero D2. En este espectro las coordenadas son: en el eje X número de canales, en escala lineal; la coordenada Y



(a)



(b)

Figura 32.- En estas gráfica se ilustra la forma de como se incremento la temperatura del portamuestras hasta alcanzar la temperatura de $T=300^{\circ}\text{C}$ con respecto al voltaje aplicado y tiempo (a) durante $t=3\text{hrs}$; (b) durante 10 hrs.

es el número de cuentas (número de partículas registradas por el detector) en escala logarítmica. En la parte inferior de la figura se indica la carga $Q(\mu\text{Coul})$ depositada por el bombardeo.

En los bombardeos realizados se colocó el detector a un ángulo de laboratorio de $\theta=165^\circ$ y se colocó una película de Mylar de 22 um frente del detector con la intención de eliminar la mayoría de los deuterones elásticos, de tal forma, que en el espectro completo se suprime una gran porción correspondiente a la dispersión elástica.

Los elementos ligeros que se encuentran contenidos en el acero cuando se les bombardea con un haz de deuterio, dan lugar a una reacción nuclear, que es muy específica de cada elemento. En las muestras nitruradas es evidente la incorporación superficial del nitrógeno en los aceros: así lo demuestra la aparición de "picos" en los espectros completos de las zonas expuestas directamente a la descarga gaseosa. Los picos han sido identificados de acuerdo con la cinemática de las reacciones nucleares, descrita ya en las secciones 2.10-2.12, con: $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$, $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$; $^{14}\text{N}(d, p)^{13}\text{N}$ para los estados p_1 , p_2 , p_4 , p_5 y p_6 y $^{12}\text{C}(d, p_0)^{13}\text{C}$; en el espectro completo del acero D2 se ha señalado a los estados p_1 , p_2 con la notación $p_{1,2}$, esto a debido a que la separación entre éstos niveles es de 28 keV, cerca de 3 canales, por lo que no hay una buena resolución en el detector.

En los espectros completos de las diferentes muestras, aparecen básicamente los mismos picos, aunque con ligeras diferencias.

En las zonas cubiertas de éstos aceros, también se efectuó el bombardeo, en similares condiciones de energía del haz incidente y geometría. Los espectros que se obtuvieron no mostraron "picos" que sugieran la presencia de nitrógeno. Para dar un ejemplo, se ilustra en la Figura 34 el espectro obtenido al bombardear el acero M2 en la zona cubierta.

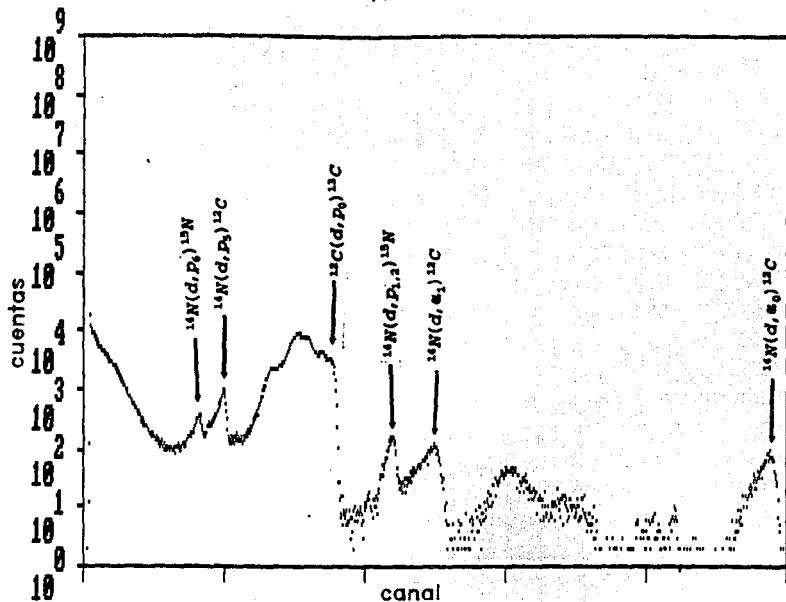
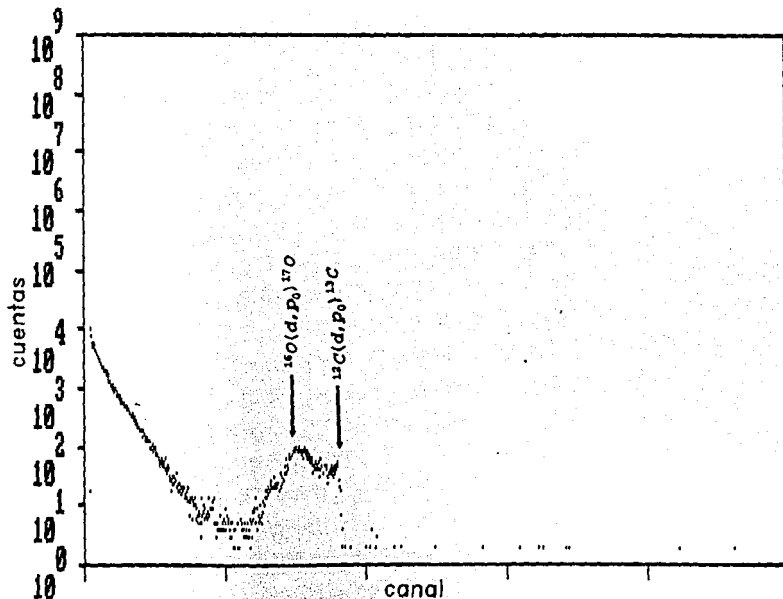


Figura 33.- Espectro completo del acero D2; nitrurado a $T=300^{\circ}\text{C}$ durante $t=10$ hrs. Zona expuesta directamente a la descarga gaseosa. Condiciones de bombardeo:

$E_0=1.6$ MeV; $Q=270$ μC ; $\theta=165^{\circ}$; filtro Mylar de 22 μm

1030



0 Figura 34.- Espectro completo del acero M2; nitrurado a T=300°C 1030
durante t=10 hrs. Zona cubierta a la descarga gaseosa.

Condiciones del bombardeo:

E₀=1.6 MeV; Q=30 μC; θ=165°; filtro Mylar de 22 μm

Los espectros de los aceros D2, M2, W2 y 304. están ilustrados en la Figuras 35-38, donde se exhibe por separado del espectro total el pico de la reacción $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$. Cada uno de los picos corresponden a las zonas expuestas directamente a la descarga gaseosa durante tiempos de permanencia 10 hrs y 3 hrs.

En los espectros las coordenadas son: número de canales y número de cuentas en escala lineal. Se ha trazado, debajo de cada espectro, una escala de profundidad, para exhibir el grado de penetración del nitrógeno y cómo éste se ha difundido hacia el interior de cada acero. Los valores en la escala de profundidad, se consiguen por medio de medidas precisas de ΔE , que involucran pérdidas de energía del haz en el material y que de acuerdo a la ecuación (16) sección 2.11 se establece una relación entre pérdida de energía y profundidad; las unidades que comúnmente se emplean para expresar la profundidad son: mg/cm² o μm . El cero de la escala (donde la energía de la partícula generada corresponde a la que se origina en la superficie de la muestra) se sitúa al 50% de la altura del pico [28]. La extensión del pico en su parte frontal, se debe a los efectos de resolución del haz (5 Kev) como del detector (25 kev).

La principal dificultad en la determinación de un perfil de nitrógeno en esta clase de espectros es la variación de la sección diferencial. Los valores de la sección diferencial para las reacciones $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ se conocen, por lo que se puede efectuar un análisis para mostrar la forma que tendría el espectro observado considerando la variación en la sección.

Para el análisis consideraremos primero el pico de la reacción $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$ para un espectro dado en escala lineal, por ejemplo el espectro del acero D2 nitrurado durante 10 hrs, ilustrado en la Figura 39. A la energía de 1.6 Mev para el haz de deuterio

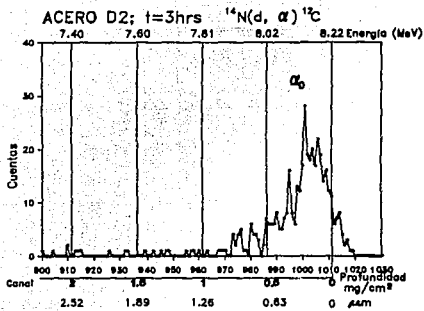
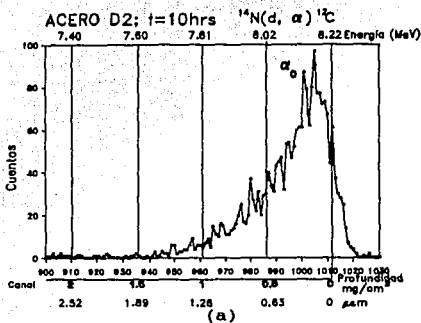


Figura 35.- Pico de la reacción $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$ de las muestras de acero D2 nitruradas a una temperatura de $T=300^\circ\text{C}$, en escala lineal. (a) Muestra nitrurada durante $t=10$ hrs. (b) Muestra nitrurada durante $t=3$ hrs.

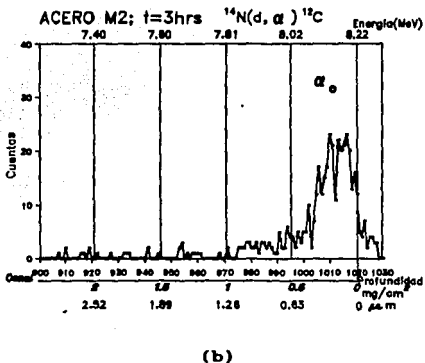
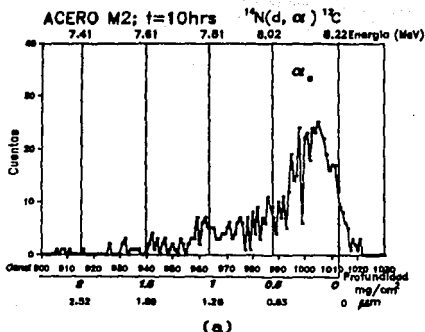
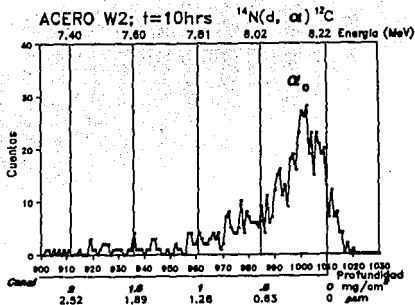
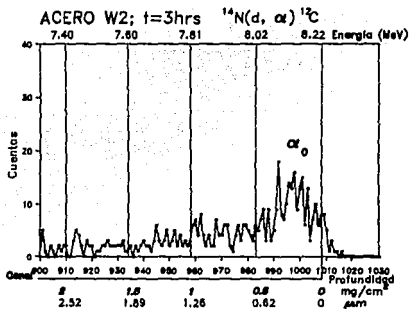


Figura 36.- Pico de la reacción $^{14}\text{N}(d, \alpha)^{12}\text{C}$ de las muestras de acero M2 nitruradas a una temperatura de $T=300^{\circ}\text{C}$, en escala lineal. (a) Muestra nitrurada durante $t=10$ hrs. (b) Muestra nitrurada durante $t=3$ hrs.

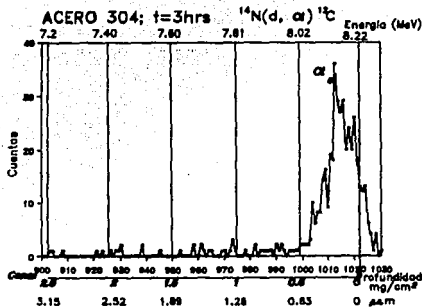


(a)

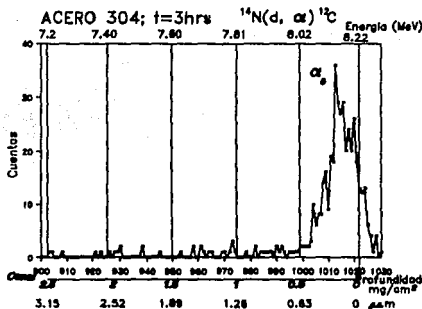


(b)

Figura 37.- Pico de la reacción $^{14}\text{N}(d, \alpha)^{12}\text{C}$ de las muestras de acero W2 nitruradas a una temperatura de $T=300^{\circ}\text{C}$, en escala lineal. (a) Muestra nitrurada durante $t=10$ hrs. (b) Muestra nitrurada durante $t=3$ hrs.



(a)

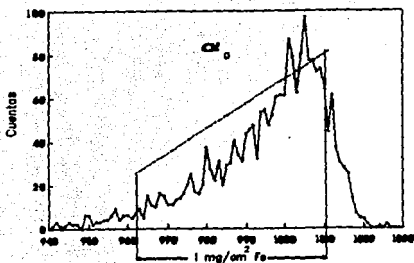


(b)

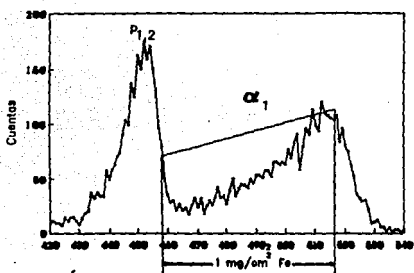
Figura 38.- Pico de la reacción $^{14}\text{N}(d, \alpha)^{12}\text{C}$ de las muestras de acero 304 nitruradas a una temperatura de $T=300^{\circ}\text{C}$. en escala lineal. (a) Muestra nitrurada durante $t=10$ hrs. (b) Muestra nitrurada durante $t=3$ hrs.

el valor de la sección diferencial es del orden de 1.7 mb/sr (de la Figura 23). Por otra parte, la ΔE de las partículas alfas para un espesor de 1 mg/cm² en Fe (correspondiendo a una profundidad de 1.27 μ m si se toma la densidad del hierro como 7.86 g/cm³) es de 0.365 MeV; la energía del deuteron para este espesor es de 1.23 MeV (1.6 MeV-0.365 MeV) y para este valor la sección es del orden de 0.4 mb/sr; al evaluar $\Delta E/\Delta Q$ se deduce que la caída de la sección diferencial es de un 70%, en la Figura 39(a) se muestra esta situación. En la Figura 39(b) se presentan los resultados de un cálculo similar al anterior; pero aplicados al pico α_1 , en este caso se obtiene que la caída es del orden de un 30%. Las líneas punteadas en la figuras representan una estimación aproximada de la forma del espectro debido a la variación en la sección, si la concentración fuera constante.

De acuerdo al análisis anterior se deduce que la forma del pico α_1 representa una situación más real de un perfil de concentración. En ambos casos, la caída que se presenta en el número de cuentas de los espectros se encuentra por debajo de una caída ocasionada por la sección diferencial, en consecuencia la caída en los espectros se atribuye a la concentración. Hay sin embargo una limitante para expresar la profundidad de penetración del nitrógeno bajo el pico α_1 y es que se interfiere con el pico de la reacción $^{14}\text{N}(d, p_{1,2})^{15}\text{N}$. En las en las Figuras 40-43 se muestra los perfiles de nitrógeno para los aceros D2, M2, W2 y 304 bajo el pico de las reacciones $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d, p_{1,2})^{15}\text{N}$, para las zonas expuestas directamente a la descarga gaseosa durante tiempos de 10 hrs y 3 hrs, en el eje ordenado se da la concentración del nitrógeno y en el eje de la abscisas la profundidad.



(a)



(b)

Figura 39.- Espectro del acero D2 nitrurado durante 10 hrs
 (a) Región del pico α_0 . (b) Región para el pico α_1 . La profundidad de 1 mg/cm^2 se indica en cada uno. Las líneas punteadas muestran la forma del espectro debida al cambio de la sección, para una concentración constante.

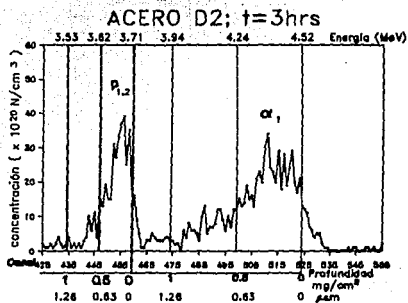
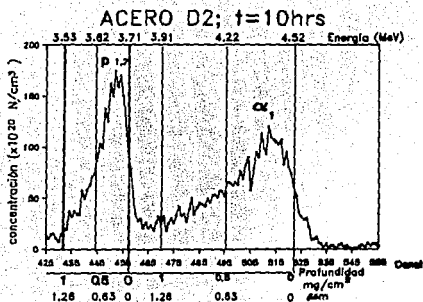


Figura 40.- Picos de las reacciones $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{13}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d, p_{1,2})^{15}\text{N}$ de las muestras de acero D2 nitruradas a una temperatura de $T=300^\circ\text{C}$. (a) Muestra nitrurada durante $t=10$ hrs. (b) Muestra nitrurada durante $t=3$ hrs.

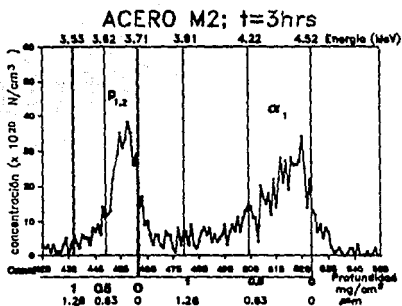
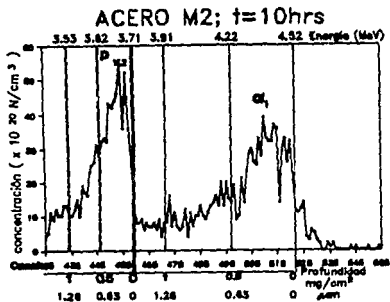


Figura 41.- Picos de la reacciones $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d, P_{1,2})^{15}\text{N}$ de las muestras de acero M2 nitruradas a una temperatura de $T=300^\circ\text{C}$. (a) Muestra nitrurada durante $t=10$ hrs. (b) Muestra nitrurada durante $t=3$ hrs.

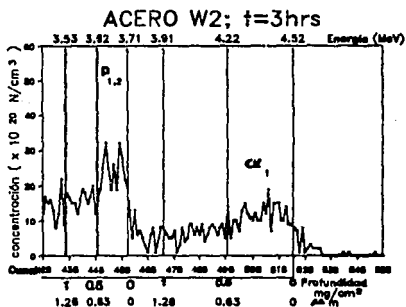
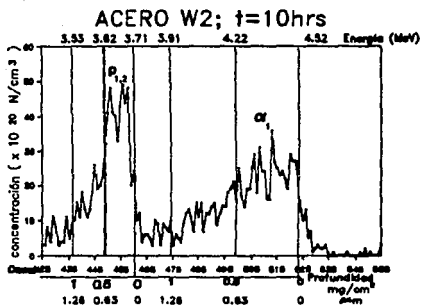


Figura 42.- Picos de la reacciones $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d, P_{1,2})^{16}\text{N}$ de las muestras de acero W2 nitruradas a una temperatura de $T=300^\circ\text{C}$. (a) Muestra nitrurada durante $t=10$ hrs. (b) Muestra nitrurada durante $t=3$ hrs.

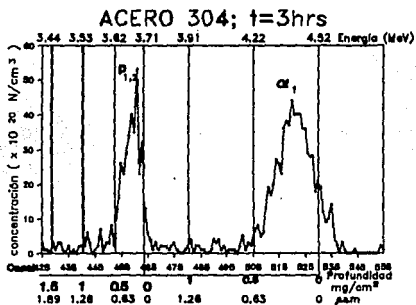
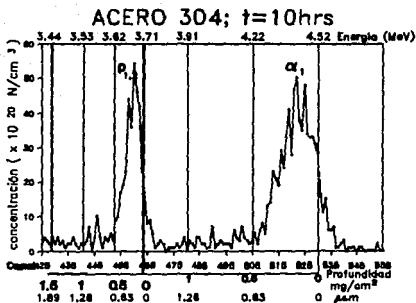


Figura 43.- Picos de la reacciones $^{14}\text{N}(d, n_1)^{12}\text{C}$. y $^{14}\text{N}(d, p_{1,2})^{15}\text{N}$ de las muestras de acero 304 nitruradas a una temperatura de $T=300^\circ\text{C}$. (a) Muestra nitrurada durante $t=10$ hrs. (b) Muestra nitrurada durante $t=3$ hrs.

Las reacciones nucleares resultan apropiadas para la identificar la incorporación del nitrógeno al acero, brinda la posibilidad de establecer una relación entre energía y profundidad, el proporcionar una estimación de la concentración de elementos ligeros, todo esto dentro de ciertos límites. Los espectros de un mismo acero se pueden comparar entre sí. Pero cuando se desea comparar entre sí los diferentes espectros obtenidos experimentalmente, para juzgar el grado de difusión que tiene el nitrógeno hacia el interior del acero y el efecto que éste tiene en la modificación de su microdureza superficial, la comparación no es sencilla, porque representan diferentes situaciones. Esto a causa a varios factores, algunos de los cuales son los siguientes: los aceros contienen diferentes cantidades y proporciones en peso, de elementos aleantes, en consecuencia el tratamiento térmico aplicado a cada acero es diferente y por consiguiente cabe esperar que cada uno responda de distinta manera a la nitruración iónica; otro hecho que debe considerarse es que bajo la nitruración las muestras están sometidas a una erosión; otro aspecto a considerar es durante el bombardeo con haz de deuterio 1.6 MeV, sobre la muestra se deposita cierta cantidad de carga, que aunque en la mayoría de los casos fue de $Q=100 \mu\text{Coul}$, siempre se tiene una incertidumbre en la misma.

Sin embargo, se efectuó el cálculo de la concentración relativa de nitrógeno en los aceros bajo los picos α_0 y α_1 , como se ilustra en las gráficas de las Figuras 44-47. El cálculo se efectuó tomando como base la ecuación (17) y se realizó de la forma siguiente: Para α_0 , a la energía de bombardeo de 1.6 MeV se tiene el valor de la sección diferencial 1.8 mb/er (Figura 23(a)). Se considero otro valor de energía menor, 1.1 MeV al cual le corresponde un valor de sección de 0.1 mb/er. Con la diferencia de energía (1.6 MeV-1.1 MeV) entre estos puntos se efectuó el cálculo del espesor; resultando éste mayor al indicado

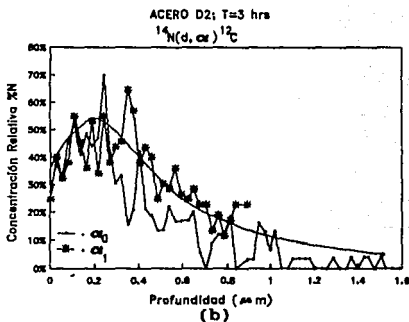
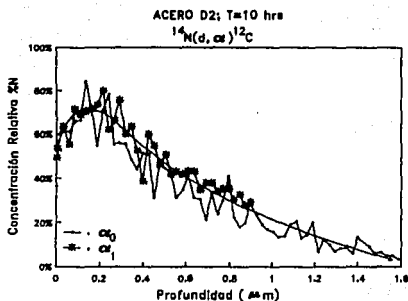
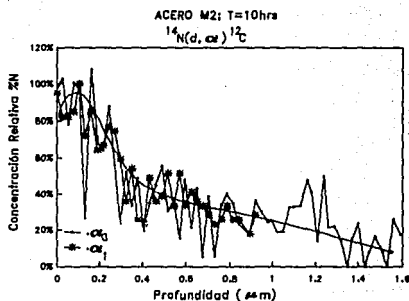
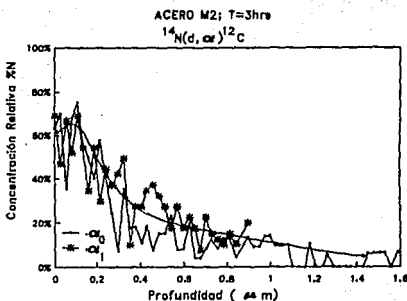


Figura 44.— Concentración relativa de nitrógeno en función de la profundidad (μm) bajo las reacciones $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ del acero D2. (a) Muestra nitrurada durante $t = 10$ hrs. (b) Muestra nitrurada durante $t = 3$ hrs.



(a)



(b)

Figura 45.- Concentración relativa de nitrógeno en función de la profundidad (μm) bajo las reacciones $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ del acero M2. (a) Muestra nitrurada durante $t=10$ hrs. (b) Muestra nitrurada durante $t=3$ hrs.

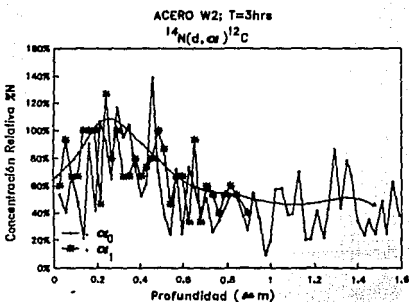
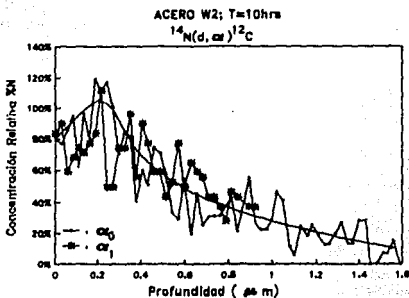


Figura 46.- Concentración relativa de nitrógeno en función de la profundidad (μm) bajo las reacciones $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ del acero W2. (a) Muestra nitrurada durante $t = 10$ hrs. (b) Muestra nitrurada durante $t = 3$ hrs.

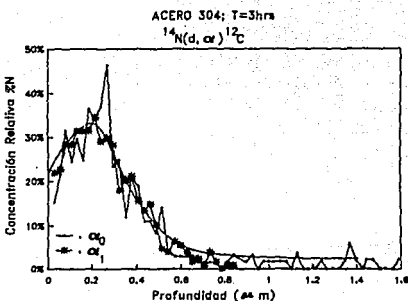
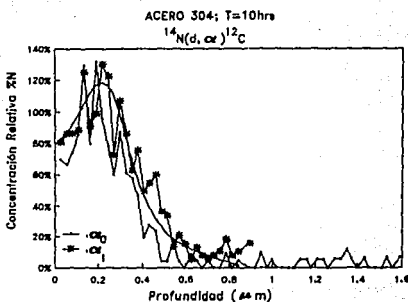


Figura 47.— Concentración relativa de nitrógeno en función de la profundidad (μm) bajo las reacciones $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ del acero 304. (a) Muestra nitrurada durante $t = 10$ hrs. (b) Muestra nitrurada durante $t = 3$ hrs.

en los espectros, por lo que se considero tomar un valor intermedio 1.3 MeV, al que le corresponde un valor de sección 0.9 mb/sr. Teniendo estos puntos por extremos y suponiendo que la forma de la sección es lineal entre éstos, se calcularon valores intermedios, en esta forma se consigue una escala que relaciona energía con sección. Por otra parte en los espectros resultantes, generados por el bombardeo con deuterio de 1.6 MeV, se tiene el número de canales (que pueden ser transformados a una escala de energía, considerando la calibración de 7.76 KeV/canal o a una escala de profundidad por medio de la ecuación 16) y número de cuentas. El $\%N$ se establece de la relación entre el número de cuentas y sección, ambas normalizadas, multiplicadas por el valor de la carga. Un cálculo similar al anterior se llevo a cabo para α_1 , solo que en este caso el valor de la sección se considero constante (Figura 23(b)).

Los espectros se normalizaron a una misma carga, considerando para esto la parte elástica de cada espectro y efectuando las correcciones pertinentes a causa a la presencia de los elementos aleantes (Mo, Cr, Mn, etc.) esto último con la ayuda de un programa de simulación para computadora. En las gráficas de concentración relativa, se ha trazado una línea, a "ojo", que representa la forma en que varia la concentración de nitrógeno.

En las perfiles, como en la gráficas de concentración relativa de nitrógeno se destacan algunos hechos:

- a) Se muestra el grado de penetración del nitrógeno en cada una de las muestras.
- b) La difusión que alcanza el nitrógeno en las muestras nitruradas durante 10 hrs es superior a la que se logra en las muestras nitruradas durante 3 hrs.
- c) En las muestras del acero D2 es donde se presentó la mayor difusión de nitrógeno.
- d) En la muestra de acero W2 nitrurada a $T=300^{\circ}C$ durante un periodo de 3 hrs, se observó ser la más favorable para la difusión del nitrógeno en comparación a la difusión lograda por

el nitrógeno en los otros aceros nitrurados en las mismas condiciones de temperatura y tiempo. La profundidad que alcanza el nitrógeno en esta muestra es superior a los 2.0 mg/cm².

e) Las muestras del acero 304 nitruradas a 10 hrs y 3 hrs, resultan ser poco favorables para la difusión del nitrógeno hacia el interior de las mismas. El nitrógeno en este acero no penetra más allá que la resolución del método: que es de aproximadamente 16 canales (0.24 mg/cm², o 0.3 μm) para α₁ y 8 canales (0.50 mg/cm², o 0.65 μm) para protones.

En cada perfil se efectuó el cálculo del coeficiente de difusión, para esto se empleo un programa para computadora [5,9 y sección 2.2]; pero los valores hallados resultaron ser (10⁻¹⁴cm²/seg) de dos ordenes de magnitud por debajo de los valores reportados por diferentes investigadores, de la difusión del nitrógeno en hierro (Figura 3). Una de las principales causas de este hecho, se debe a que la erosión que se produce en las superficies fue considerable. En la Tabla VIII se dan los valores medidos de la erosión sufrida por los aceros, en el bombardeo iónico, después de 3 hrs y 10 hrs.

De la cantidad de iones de nitrógeno que inciden en la superficie del acero, algunos de estos serán dispersados en forma elástica, parte se deposita en la superficie y después expulsada por erosión y el resto se incorpora al acero.

Se determinó el contenido de nitrógeno incorporado a los aceros. Para ello se suma el área entre un 20% y 80 % bajo el pico de cada una de las reacciones $^{14}\text{N}(d,\alpha_0)^{12}\text{C}$, $^{14}\text{N}(d,\alpha_1)^{12}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d,p_{1,2})^{13}\text{N}$, normalizando estos a la carga total.

El contenido de nitrógeno en los aceros, se indica en la Figura 4B. De esta gráfica se observa que durante las 3 primeras horas de exposición, las muestras toman aproximadamente la misma cantidad de nitrógeno. Después de esto, se muestra un

Tabla VIII Erosión en los aceros.

ACERO	EROSION (μm)	
	3 hrs	10 hrs
D2	.14	1
M2	.22	.75
W2	.45	1.1
304	.25	1.1

cierto grado de saturación cuando el tiempo de exposición se incrementa. La mayor cantidad de nitrógeno incorporado a las muestras, ocurre en el acero D2; la menor cantidad en el acero 304.

Los valores de microdureza Vickers (Hv) de los aceros M2, D2, W2 y 304 se hallan con la ayuda de un microdurímetro digital. Estas pruebas de microdureza se realizaron en zonas superficiales de los aceros y llevó a cabo en tres etapas: al inicio, después del tratamiento térmico y posterior a la nitruración iónica. La microdureza de los aceros nitrurados se realizó tanto en la región expuesta directamente a la descarga gaseosa como en la

región cubierta a la descarga. En la Tabla IX y Figura 48 se presentan los valores de microdureza alcanzada en cada etapa del proceso para estos aceros.

Los valores de microdureza Vickers superficial para todas las muestras al inicio del proceso fueron entre 213 y 259; en la Figura 49 el valor señalado para $t=0$ corresponde a la microdureza alcanzada después del tratamiento térmico, sin nitrurar. Todos los valores de microdureza, corresponden a una serie de 15 indentaciones realizadas en las superficie del acero y en diferentes zonas de una misma región; para cada indentación se obtuvo el número de Vickers y después se efectuó el promedio. Las barras de error en la microdureza son del orden de ± 40 .

Hay que señalar el hecho de que a causa de la penetración que tiene el diamante (valores que se indican más adelante) en las muestras nitruradas, los valores de microdureza son producto de la combinación entre la capa de nitruro que se forma y del sustrato. Por esta razón los valores de microdureza medidos se tienen que tomar con alguna reserva.

En la Figura 49 se observa que:

Las piezas del acero D2 muestran un incremento en su microdureza superficial en cada etapa del proceso respecto a su valor inicial. La nitruración iónica en este acero mejora su microdureza superficial.

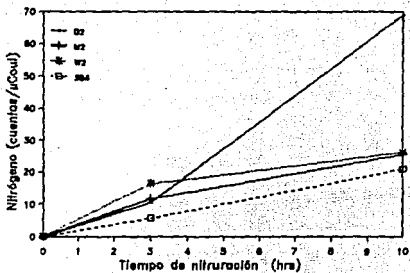
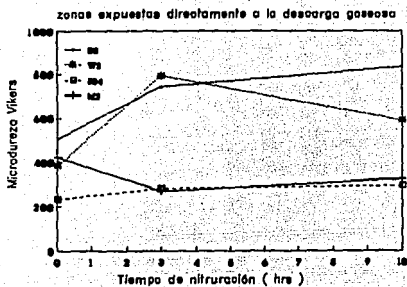


Figura 48.- Contenido de nitrógeno incorporado a los aceros nitrurados.

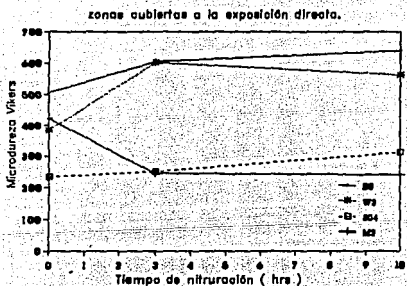
Tabla IX Microdureza superficial de los aceros.

ACERO	INICIO	TERMICO	NITRURADO (T=300°C)		
			3 hrs	10 hrs	
D2	264	506	743	833	
			604	641	z.cubierta
M2	259	422	269	326	
			244	241	z.cubierta
W2	213	384	792	592	
			601	563	z.cubierta
304	234		283	296	
			250	311	z.cubierta

En las muestras del acero M2 se exhibe un incremento de la microdureza superficial después de ser sometidas al tratamiento térmico. Pero una vez que las muestras se nitruraron a la temperatura de T=300°C durante 3 hrs y 10 hrs, se observa que en ambas hay un descenso en la microdureza superficial. Esta disminución de microdureza se atribuye al siguiente hecho: Una vez que las muestras fueron templadas se produce martensita. Cuando se lleva a cabo el proceso de nitruración, las muestras se encuentran sometidas tanto a la nitruración misma como a un tratamiento térmico. Este tratamiento a T=300°C produce, según



(a)



(b)

Figura 49.- Microdureza Vickers superficial de los aceros; las barra de error en la microdureza son del orden de ± 40 . En ambas gráficas el eje horizontal es el tiempo de nitruración. (a) Región expuesta directamente a la descarga. (b) Región cubierta.

el diagrama de fase TTT del acero M2 (Figura 9). una transformación de austenita a bainita. La bainita tienen una dureza menor a la martensita. La aparición de bainita causaría una disminución de la microdureza. En este caso los efectos de producir bainita predominarían sobre los de la nitruración.

En las muestras del acero W2 se observa un incremento de su microdureza después de su tratamiento térmico y aún un incremento mayor cuando la muestra se le nitrura a $T=300^{\circ}\text{C}$ durante un lapso de 3 hrs; pero después una pérdida de microdureza con la muestra nitrurada durante 10 hrs. Inspeccionando el diagrama TTT del acero W2 (Figura 10) a la temperatura de $T=300^{\circ}\text{C}$ durante 3 hrs y 10 hrs. se presentan condiciones apropiadas como para permitir que se de la transformación de austenita a bainita, con la consiguiente pérdida de dureza en el acero. Durante las primeras 3 hrs los efectos de la nitruración predominan sobre los de la bainita; pero, en la muestra que permaneció durante 10 hrs sometida al tratamiento, sucede que la transformación de austenita a bainita será en mayor proporción y los efectos de ésta predominarían sobre los causados por la nitruración. Hay tendencia en este acero que la nitruración iónica incrementa su microdureza superficial; pero no es conveniente nitrurarlo durante mucho tiempo, porque entonces habría la posibilidad de un descenso de su microdureza.

En las muestras del acero 304 se muestra un pequeño incremento en microdureza superficial por lo que prácticamente se puede afirmar que no gana en microdureza con la nitruración iónica.

En todas las muestras la microdureza de las zonas expuestas a la descarga gaseosa es mayor a la de las zonas cubiertas.

La erosión sufrida por las superficie de las muestras, es lo suficiente como para revelar la estructura granular de algunas de ellas, tal que el tamaño promedio del grano puede ser medido

ópticamente, sin ayuda de un ataque químico. En las Figuras 50-57 muestran las microfotografías de la estructura granular de los aceros, revelada por la nitruración iónica. En las Figuras 58-61 se muestran las microfotografías de la estructura granular de los aceros, revelado mediante un ataque químico; aplicado sobre muestras tratadas térmicamente, no nitruradas. En la mayoría de los casos, en las microfotografías no se aprecia que las muestras hayan sufrido un cambio estructural, después de la nitruración iónica. Todas las microfotografías fueron tomadas con la misma amplificación (1050).

Hay algunas correlaciones, que son las siguientes:

Las muestras del acero D2 contienen la mayor cantidad de nitrógeno y también la mayor microdureza; su estructura granular no fue del todo revelada; pero se observa la formación de precipitados. Los valores de microdureza obtenidos fueron medidos fuera de los precipitados, sin embargo la penetración del indentador 1.4 μm excede ligeramente al espesor de nitrógeno.

En el caso del acero M2, el tiempo de tratamiento térmico aplicado fue más de lo normal; esto produjo un crecimiento de grano [4] del orden de 15 μm y pequeños precipitados. El nitrógeno fue incorporado; pero no incremento la microdureza superficial. En este caso el indentador penetró 2.4 μm que es mayor al espesor nitrurado.

Para el acero W2 cambia de estructura a temperaturas por debajo de 300°C, y tiene pocos elementos aleantes; así la microdureza o ablandamiento puede ser atribuido a el cambio de estructura más que a la nitruración. La estructura granular no fue claramente visible.

Para el acero inoxidable 304 el tamaño del grano es de aproximadamente de 20 μm , sin tratamiento térmico previo; la microdureza medida sobre los granos y entre granos, no se vio afectada con la nitruración. En este caso la penetración del indentador 2.3 μm excede al espesor de nitrógeno.

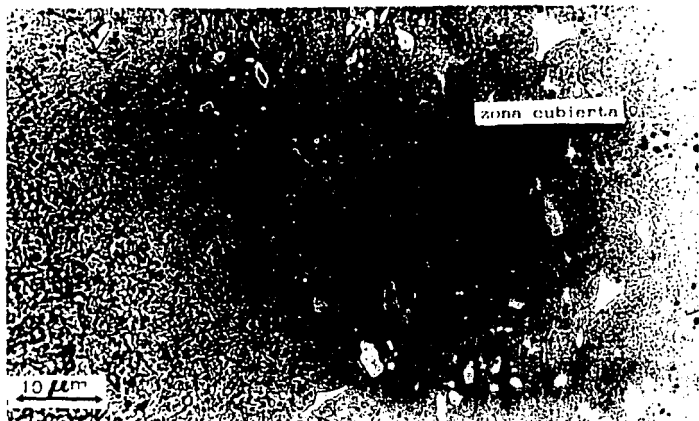


Figura 50.- Microfotografía del acero D1, muestra nitrurada
T=300°C; t= 10 hrs



Figura 51.- Microfotografía del acero D2, muestra nitrurada
T=300°C; t= 3 hrs

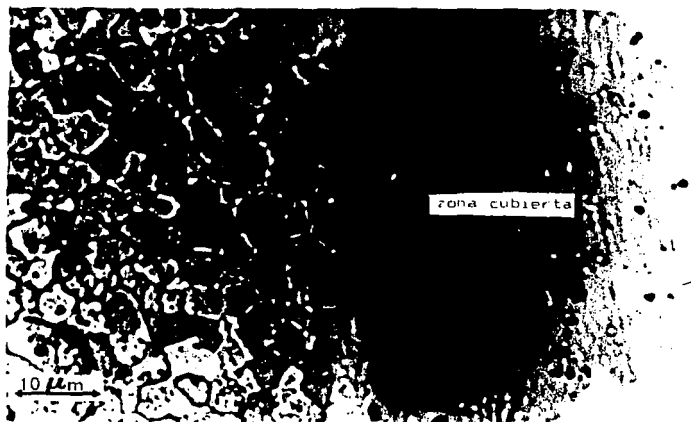


Figura 52.- Microfotografía del acero M2. muestra nitridada
T=300°C: t= 10 hrs

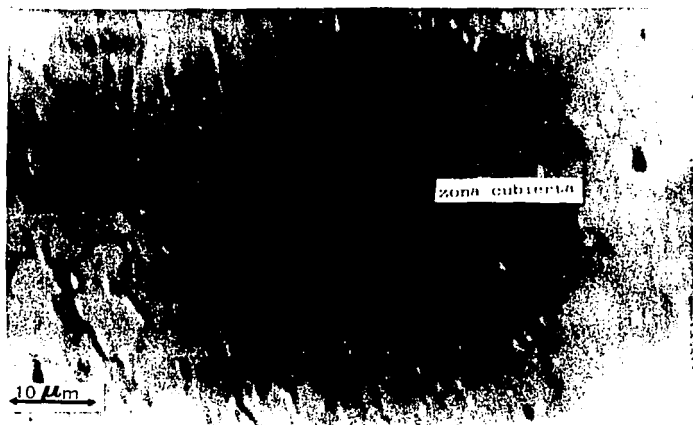


Figura 53.- Microfotografía del acero M2. muestra nitridada
T=300°C: t= 3 hrs

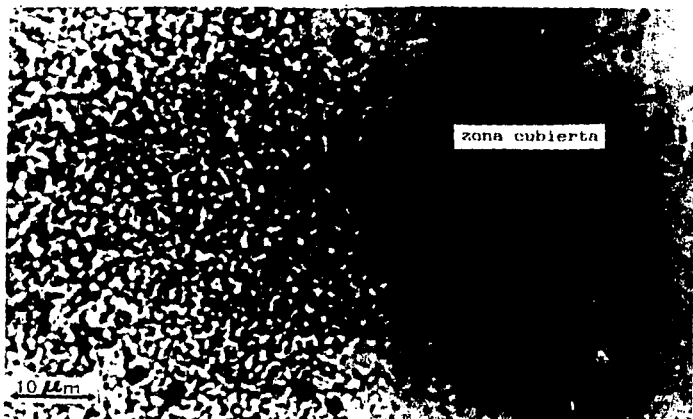


Figura 54.- Microfotografía del acero W2. muestra nitridada
 $T=300^{\circ}\text{C}$; $t= 10$ hrs

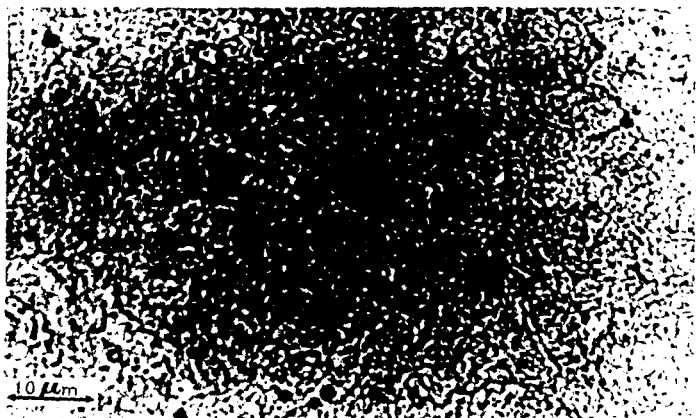


Figura 55.- Microfotografía del acero W2. muestra nitridada
 $T=300^{\circ}\text{C}$; $t= 3$ hrs

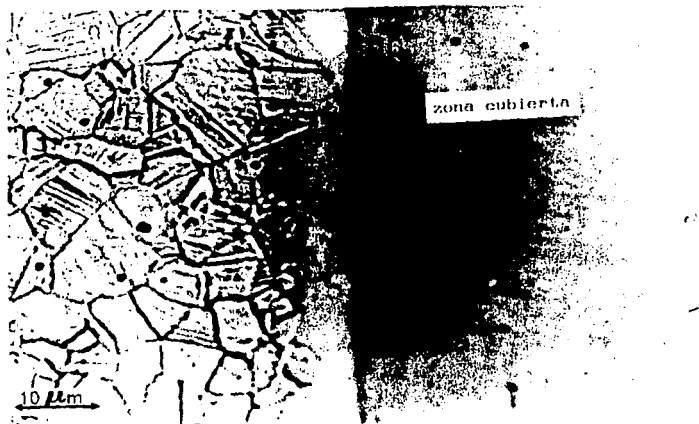


Figura 56.- Microfotografía del acero 304. muestra nitrurada
T=300°C; t= 10 hrs

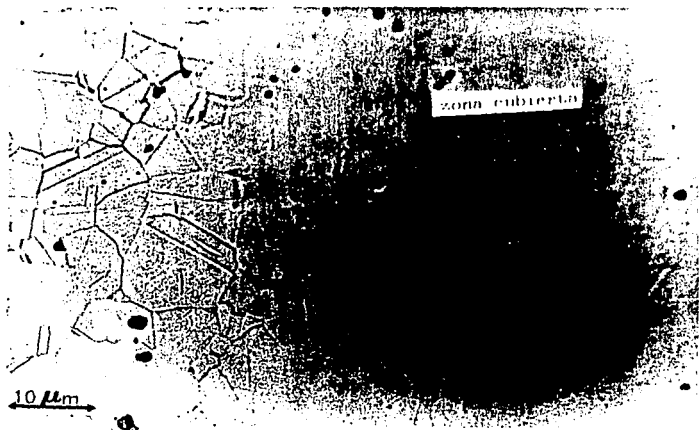


Figura 57.- Microfotografía del acero 304. muestra nitrurada
T=300°C; t= 3 hrs

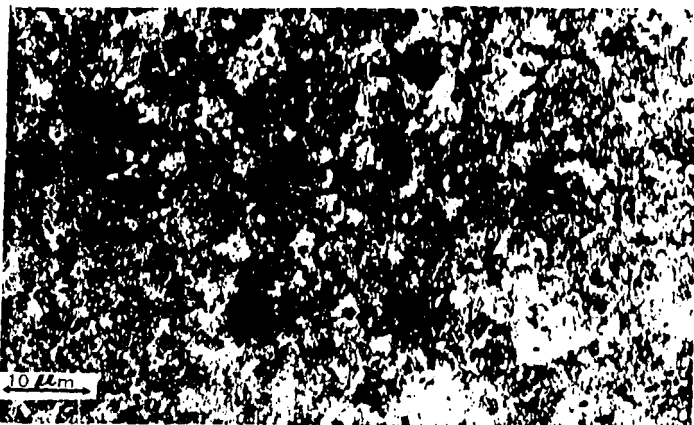


Figura 60.- Microestructura del acero W1. revelada mediante un ataque químico con nital al 5%.



Figura 61.- Microestructura del acero 304. revelada mediante un ataque químico con 75% HCL y 25% HNO₃.



Figura 58.- Microestructura del acero D2, revelada mediante un ataque químico con nital al 5%.

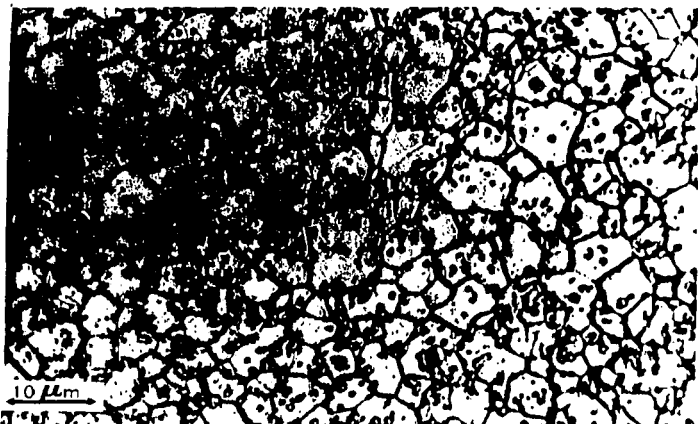


Figura 59.- Microestructura del acero M2, revelada mediante un ataque químico con nital al 5%.

5. CONCLUSIONES

5. CONCLUSIONES

Las reacciones nucleares $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$, $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ y $^{14}\text{N}(d, p_{1,2})^{15}\text{N}$ son apropiadas para el estudio de la penetración del nitrógeno en aceros, que han sido sometidos a una nitruración iónica. La técnica de análisis nuclear para la detección de nitrógeno en estos aceros, esta limitada a 1 mg/cm^2 ($1.27 \text{ }\mu\text{m}$) para la profundidad y del orden de $\times 10^{21} \text{ N/cm}^3$ para el contenido de nitrógeno. Estos límites son debidos a la variación en la sección diferencial. De estas reacciones, el pico correspondiente a la reacción $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ representaría una situación más real de un perfil de nitrógeno; pero, se encuentra limitado a proporcionar información del grado de penetración del nitrógeno en estos aceros porque se interfiere con el pico $^{14}\text{N}(d, p_{1,2})^{15}\text{N}$, y en ese sentido es preferible usar la reacción $^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$.

Un aspecto interesante de investigación en lo futuro es estudiar con más detalle el porqué de las diferencias en la erosión de estos aceros, sobre todo en los nitrurados a $T=300^\circ\text{C}$ durante 3 hrs y que relación hay entre ésta y el contenido de nitrógeno incorporado al acero; que influyen en la medida del coeficiente de difusión.

A la temperatura de $T=300^\circ\text{C}$, en que se efectúa la nitruración iónica, el mecanismo que se supone que predomina en el transporte del nitrógeno (N) hacia el interior del acero es, por frontera de grano. Si la difusión es intergranular es muy probable que el N no se encuentre predominantemente en el bulto. Se necesitaría de un análisis de grano por grano, por microscopía electrónica. La cantidad de nitrógeno incorporado a los aceros depende del tiempo de exposición a la nitruración iónica.

El contenido de nitrógeno incorporado a los aceros es fundamental para determinar la influencia que tiene éste en el mejoramiento de su microdureza superficial.

En los aceros estudiados (D2, M2, W2 y 304), solamente el acero D2 mostró una clara correlación entre el contenido de nitrógeno adquirido y la microdureza. En los otros, la microdureza depende más del tratamiento térmico y la aparición de estructuras, más que la cantidad de nitrógeno recogido.

El proceso difusivo por el cual el nitrógeno se introduce hacia el interior del acero requiere más investigación; es necesario conocer con mayor precisión las cantidades y proporciones en que se encuentra los elementos aleantes de los aceros, y que influyen en la difusión del nitrógeno.

6. BIBLIOGRAFIA

6. BIBLIOGRAFIA

- [1] Friedrich Hombeck, Forward of Ion Nitriding Applications.
- [2] William Kovac, William Russell, An Introduction to Ion Nitriding What is it? Why is it Used? Where is it Used?
- [3] Ion Nitriding, ed T. Spalvins, ASM, International 1987.
- [4] J. Rickards, E. Andrade, E. Zironi y R. Trejo-Luna, Medida del Nitrógeno en Aceros Nitrurados Usando Reacciones Nucleares. Rev. Superficie y Vacío, 3 (1991) 58-62.
- [5] R. Trejo-Luna, J. Rickards, Some Features of Low-Temperature Ion Nitriding of Steels, Scripta Metallurgica, 23 (1989) 1493-1496.
- [6] K. Bethge, Ion Beam Analysis of Nitrogen, Nucl. Instr. and Methods in Phys. Res., B88, (1992) 146-157.
- [7] G. Amsel, J. P. Nadal, E. D'Artemare, D. David y E. Girard, Microanalysis by Direct Observation of Nuclear Reactions Using a 2 Mev Van de Graaff, Nucl. Instr. and Methods 92 (1971) 481-498.
- [8] Yu. Lajtin, B. Arzamánov, Tratamiento Químico-Térmico de los Metales, Mir Moscú, 1987.
- [9] J. Olmos, Tesis de licenciatura, Nitruración Iónica a bajas Temperaturas, 1989.
- [10] J. R. G. Da Silva y Rex B. McLellan, Diffusion of Carbon and Nitrogen in B.C.C. Iron, Mater. Sci. and Eng. 26 (1976) 83-87.
- [11] B. S. Bokshtein, Difusión en los Metales, Mir Moscú, 1980.
- [12] Jere H. Brophy, Robert M. Rose, John Wulff, Propiedades Termodinámicas, Trillas.
- [13] Herman W. Pollack, Materials Science and Metallurgy, Prentice-Hall,

- [14] William D. Callister, Jr. *Materials Science and Engineering*. John Wiley Sons.
- [15] George F. Vander Voort. *Atlas of Time Temperature Diagrams for Iron and Steels*. ASM.
- [16] J. Rickards, R. Trejo-Luna, M.E.Ortiz, E.Andrade, E.Chávez, E.P.Zironi, H.del Castillo y M.Sánchez, Hydrogen pickup in Ion Nitrided Steels. *Materials Science and Tecnology*, 2(1993) 536-537.
- [17] W.A. Lanford. *Analysis for Hydrogen by Nuclear Reaction and Energy Recoil Detection*. *Nucl. Instr. and Methods in Phys. Res.* B66 (1992) 65-82.
- [18] A.H.Wapstra and G.Audi, *Nucl. Phys.*, A432 (1985) 1.
- [19] Kenneth S.Krane. *Introductory Nucl. Phys.*, John Wiley & Sons, 1988.
- [20] F.Ajzenberg-Selove y T.Lauritsen. *Energy Levels of Light Nuclei VI*, *Nucl. Phys.* 11 (1959) 1- 340.
- [21] R.D.Evans. *The Atomic Nucleus*, McGraw-Hill, Nueva York, 1955.
- [22] J.F. Ziegler. *Handbook of Stopping Cross Section for Energetic Ions in All Elements*, Pergamon Press, N.York, 1980.
- [23] W.K.Chu, J.W.Mayer y M.A. Nicolet, *Backscattering Spectrometry*, Academic Press, Nueva York, 1978.
- [24] G.Debras, G.Deconnick. *Light Elements Analysis and Application to Glass Industry*, *Journal of Radionalytical Chemistry*, 38 (1977) 193-204.
- [25] A. Niller y R. Birkmire, The $^{14}\text{N}(d,p)^{15}\text{N}$ Cross Section, 0.32-1.45 Mev. *Nucl. Instr. and Methods* 168 (1980) 105-109.
- [26] Chrs. Lehmann. *Interaction of Radiation with Solid and Elementary Defect Production*, North-Holland, Amsterdam, 1986.

- [27] E. Andrade, Energy Calibration of a 5.5 Mev Van De Graaff Accelerator Using a Time-of-Flight Technique, Nucl. Instr. and Methods in Phys. Res., **A287** (1990) 135-138
- [28] J. Rickards. Quick Determination of Peak Energy and Target Thickness in Backscattering Spectra, Nucl. Instr. and Methods, **152** (1978) 585-587.