



UNIVERSIDAD CENTRAL "MARTA ABREU" DE LAS VILLAS
VERITATE SOLA NOVIS INPONETUR VIRILISTOGA. 1948

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA.
CENTRO DE INVESTIGACIONES DE SOLDADURA.

TRABAJO DE DIPLOMA.

Título: “Una instalación de nitruración gaseosa, para elevar la resistencia al desgaste de elementos de máquina.”

Autor: Gilberto Sosa Velazco

Tutor: Dr. Alejandro Duffus Scott

Curso 2005 - 2006

“Año de la Revolución Energética en Cuba”.

CON SU ENTRAÑABLE TRANSPARENCIA



Resumen.

En el presente trabajo se explican los fundamentos del proceso de nitruración gaseosa a partir de una revisión bibliográfica y se describe cada una de las partes y componentes que intervienen directamente en la instalación. Las probetas de estudio se sometieron a nitruración gaseosa con el objetivo de incrementar la resistencia al desgaste por abrasión, la cual se elevó al doble con respecto al patrón sin nitrurar. La microdureza superficial alcanzó valores superiores a 1000 H_v. Mediante la difracción de R-X, se comprobó la presencia de nitruros ϵ + γ' en la superficie de las probetas nitruradas, lo que justifica la elevada dureza superficial y la resistencia al desgaste.

Abstract.

In the present work the foundations of the gaseous nitriding process are explained from a bibliographical revision and it describes each one of the parts and components that take part directly in the installation. The test tubes of study were put under gaseous nitriding with the objective to increase the resistance to the wearing down by abrasion, which rose to the double with respect to the pattern without nitriding. The superficial micro-hardness reached values superior to 1000 Hv. By means of the R-X diffraction, the nitride presence was verified $\epsilon + \gamma'$ in the surface of the nitridated test tubes, which justifies the high superficial hardness and the resistance to the wearing down.

Índice.

Introducción.....	1
Capítulo I: Estado del Arte.....	3
1.1- Antecedentes del proceso de nitruración.....	3
1.2- Diagrama Fe-N.....	6
1.3- Diagrama Fe-C-N.....	8
1.4- Mecanismo de formación de la capa nitrurada.....	9
1.5- La actividad del nitrógeno.....	14
Conclusiones Parciales.....	15
Capítulo II: Descripción de una Instalación de Nitruración.....	16
2.1- Descripción de la instalación de nitruración gaseosa.....	16
2.2- Aspectos que hay que tener en cuenta a la hora de seleccionar el material de la instalación.....	21
Conclusiones Parciales.....	22
Capítulo III. Resultados experimentales obtenidos con la instalación propuesta.....	23
3.1- Selección y fundamentación del régimen de nitruración.....	23
3.2- Análisis metalográfico de muestras nitruradas.....	26
3.3- Análisis del perfil de microdureza de las probetas nitruradas.....	32
3.4- Análisis de los resultados del ensayo de desgaste.....	34
3.5- Análisis de los difractogramas de las probetas nitruradas.....	36
Conclusiones Parciales.....	37
Conclusiones generales.....	38
Recomendaciones.....	39
Bibliografía.....	40

Introducción.

La competencia entre la dureza de los aceros y su tenacidad es casi tan vieja como el acero mismo. Es fácil hacer que un acero sea duro aunque frágil, o que un acero sea dúctil y tenaz, pero blando. Que sea duro, dúctil y tenaz ya no es tan fácil. Siempre se tiene que llegar a un compromiso porque, de lo contrario, una propiedad puede ser contradictoria con otras. Durante cientos de años los metalurgistas han sabido que las herramientas de corte solamente necesitan enfrentar el problema del desgaste en la superficie y no en su interior. Visto así, el problema se simplifica un poco, porque se puede endurecer considerablemente una capa de una a dos décimas de milímetro en el exterior de una herramienta mientras se mantiene su interior menos duro pero sumamente tenaz. Hay técnicas de endurecimiento superficial de los aceros que se han practicado desde tiempo inmemorial. Aquí y allá, en el espacio y en el tiempo, se han localizado vestigios que indican los esfuerzos de los antiguos por lograr superficies duras para sus herramientas y armas. Los herreros antiguos empleaban el carbono y el nitrógeno para endurecer la superficie de sus aceros, el carbono lo tomaban de la leña y lo metían al acero al rojo vivo por contacto, también por contacto con la orina de las cabras, o la sangre de los esclavos, se lograba la penetración de nitrógeno en el acero candente [9]. Por lo antes expuesto podemos asegurar que dominar el proceso de nitruración y el funcionamiento de una instalación de nitruración gaseosa es de gran utilidad ya que haciendo un correcto uso de este proceso podemos elevar las propiedades mecánicas de algunos elementos de maquinas y de esta forma alargar su vida útil. Podemos agregar que dicho equipamiento no se vende en el mercado cubano, solo se puede adquirir en el mercado internacional en moneda libremente convertible y a elevados precios.

Planteamiento del problema

No conocer los fundamentos del proceso de nitruración gaseosa, así como el funcionamiento de una instalación para este fin, puede traer como consecuencia fundamental, no alcanzar los resultados esperados del proceso, aspecto este que dificulta la posibilidad de prolongar la vida útil de algunos elementos de máquina.

Objetivos principales

- Caracterizar el proceso de nitruración gaseosa.
- Descripción de la instalación utilizada para la ejecución de dicho proceso.

Hipótesis

Si se conocen los principios de la nitruración gaseosa y el funcionamiento de una instalación para este fin, la realización adecuada del proceso, podría prolongar la vida útil de algunos elementos de máquinas después de un tratamiento superficial.

Tareas

- Revisión bibliográfica.
- Selección de materiales.
- Descripción de la instalación.
- Resultados experimentales.

Capítulo I: Estado del Arte.

La nitruración es el tratamiento termoquímico (TQT) que consiste en la saturación difusiva de la capa superficial del acero con nitrógeno (con nitrógeno y carbono) durante el calentamiento en un medio adecuado. La nitruración se suele realizar a 500. . . 600 °C (nitruración a baja temperatura). A la nitruración se pueden someter cualesquier de los aceros perlíticos, ferríticos y austeníticos, así como las fundiciones. En los últimos años se utilizan cada vez más ampliamente la nitruración a alta temperatura (600...1200 °C) de los aceros ferríticos y austeníticos y de los metales refractarios (Ti, Mo, Nb, V, etc.). Como resultado de la nitruración el acero adquiere alta dureza de la capa superficial que no se altera durante el calentamiento hasta (400... 450 °C), resistencia elevada al desgaste y baja tendencia a la formación de ralladuras, alto límite de fatiga, alta resistencia a la cavitación, buena resistencia a la corrosión en la atmósfera, agua dulce y vapor.

En el proceso de nitruración las piezas que se están tratando, sufren ciertas deformaciones. La capa nitrurada se rectifica y se pule bien. El proceso de nitruración con gas a baja temperatura se lleva a cabo en amoníaco parcialmente dissociado, en una mezcla de amoníaco y nitrógeno y de amoníaco ordinario con amoníaco previamente dissociado. Para activar el proceso en la mezcla de amoníaco e hidrógeno se introduce oxígeno o aire. Encuentran una amplia aplicación las atmósferas a base de amoníaco parcialmente dissociado y de componentes carboníferos: gas natural, gas de alumbrado, gas endotérmico, gas exotérmico, productos de la pirólisis del keroseno, alcohol, etc. Para la nitruración se utilizan también las masas fundidas de cianuros y cianatos (nitruración líquida).

Durante la nitruración a baja temperatura (a una temperatura inferior a la de la transformación eutectoide en el sistema dado), independientemente del medio en el que se produce el tratamiento, el acero se satura preferentemente con nitrógeno y en la capa difusiva se forman únicamente las fases nitrogenadas. El carbono (oxígeno) influye solo en la formación en la superficie de la fase nitrurada, la cual puede ser carbonitrurada o carboxinitrurada [6,13].

1.1- Antecedentes del proceso de nitruración. [8]

La acción endurecedora que el nitrógeno ejerce sobre el hierro y los aceros, fue descubierta por Fremy hacia el año 1861, cuando experimentaba la acción del amoníaco sobre las piezas de acero calentadas a elevadas temperaturas. A pesar del gran interés que

parecía tener el proceso, pasaron muchos años sin que este método se pudiera aplicar industrialmente con éxito; debido a la fragilidad con que quedaba la capa superficial dura de los aceros nitrurados. En 1905 el francés Hjalmar Braune anunció que en sus trabajos había descubierto la existencia de un eutectoide formado por hierro y nitruro de hierro Fe_4N , en las capas frágiles de los aceros nitrurados, que era parecido a la perlita. A este eutectoide se le llamó Braunita en recuerdo de su descubridor. Después de terminada la primera guerra Europea, en el año 1923, el doctor Fry, de la casa Krupp, descubrió que el problema de fragilidad de la capa exterior de las piezas nitruradas podía ser resuelto con el empleo de una temperatura de nitruración relativamente baja (unos 500°C aproximadamente) y con el uso de aceros aleados con aluminio, cromo y molibdeno en lugar de aceros ordinarios al carbono. Si se realiza el proceso a temperaturas muy próximas a 500°C no aparece braunita en la capa superficial, como ocurre cuando el tratamiento se realiza a temperaturas elevadas y como normalmente se venía haciendo hasta que Fry realizó sus investigaciones. Estudiando con ayuda del microscopio la capa periférica de las piezas nitruradas, se ve que, en general, está formada por dos capas de aspecto diferente: una exterior blanca, muy delgada y muy frágil, cuyo espesor suele variar de 0.005 mm, y otra interior de mayor espesor, oscura, que es verdaderamente importante. Se ha comprobado que esta última capa está formada por nitruros de elementos aleados, y en cambio en la exterior blanca, además de los nitruros aleados, aparece también el nitruro de hierro. La capa exterior blanca, generalmente de muy poco espesor, es muy perjudicial y su aparición debe evitarse en cuanto sea posible, siendo en cambio la capa interna de mayor espesor formada por los nitruros de aluminio, cromo y molibdeno la de mayor interés en el proceso y la verdaderamente fundamental.

Generalmente, la capa exterior blanca queda eliminada, cuando a las piezas se les da un ligero rectificado. En los procesos industriales esas capas periféricas duras se forman cuando a la temperatura de nitruración (que como hemos dicho antes es de unos 500° aproximadamente), se pone el nitrógeno atómico en contacto con la superficie del acero. Entonces el nitrógeno se difunde desde la superficie hacia el interior de las piezas de acero y se forman nitruros submicroscópicos en su zona periférica que, veremos más adelante, son los causantes del aumento de dureza.

El nitrógeno que se emplea en el proceso proviene del amoníaco que, al ponerse a elevada temperatura en contacto con el acero caliente que actúa como un verdadero agente

catalizador, se disocia en nitrógeno e hidrógeno atómico produciéndose las siguientes reacciones:



Siendo el nitrógeno atómico el agente fundamental en la nitruración.

Únicamente una pequeña proporción del nitrógeno reacciona con el acero, transformándose rápidamente el resto en nitrógeno molecular inerte. El hidrógeno también se encuentra en los primeros momentos en estado atómico, pero pasa luego rápidamente al estado molecular. (14)

Anthony Dinunzi y Robert E. Duffy de la Corporación Proceadyne (New Brunswick, NJ USA), presentaron un artículo en la revista **Industrial Heating** en julio de 1990, acerca del proceso económico de nitruración en Lecho Fluidizado para obtener una profundidad de capa con un mínimo de capa blanca, el objetivo era desarrollar una capa total de 0.070 "en 3 de los aceros nitrurables mas usados 4140, 4340 y nitroaleación 135 M. Todos los trabajos de nitruración fueron hechos con el sistema ahorrador de gases a bajo flujo (LFGS), la base endurecida para cada uno de los tres materiales fueron 4140,(29-31 Rc); 4340,(29-30 Rc); 135M (28-30 Rc), todas las nitruraciones fueron realizadas a 526°C , se realizaron 2 pruebas , la técnica fue usar 20 horas de nitruración seguidas por 4 horas de difusión, para la primera prueba, la segunda fue realizar la misma técnica pero por 6 días.

Los resultados de las pruebas del largo ciclo de nitruración de lecho Fluidizado muestran que esto fue posible para obtener el primer objetivo de formación a 0.070" de capa total. Sin embargo estos resultados fueron mezclados para el segundo objetivo que era controlar la formación de la capa blanca.

Los resultados de estas pruebas muestran que el lecho Fluidizado es capaz de formar rápidamente capas nitruradas y para una mayor profundidad en comparación con otros tipos de hornos.

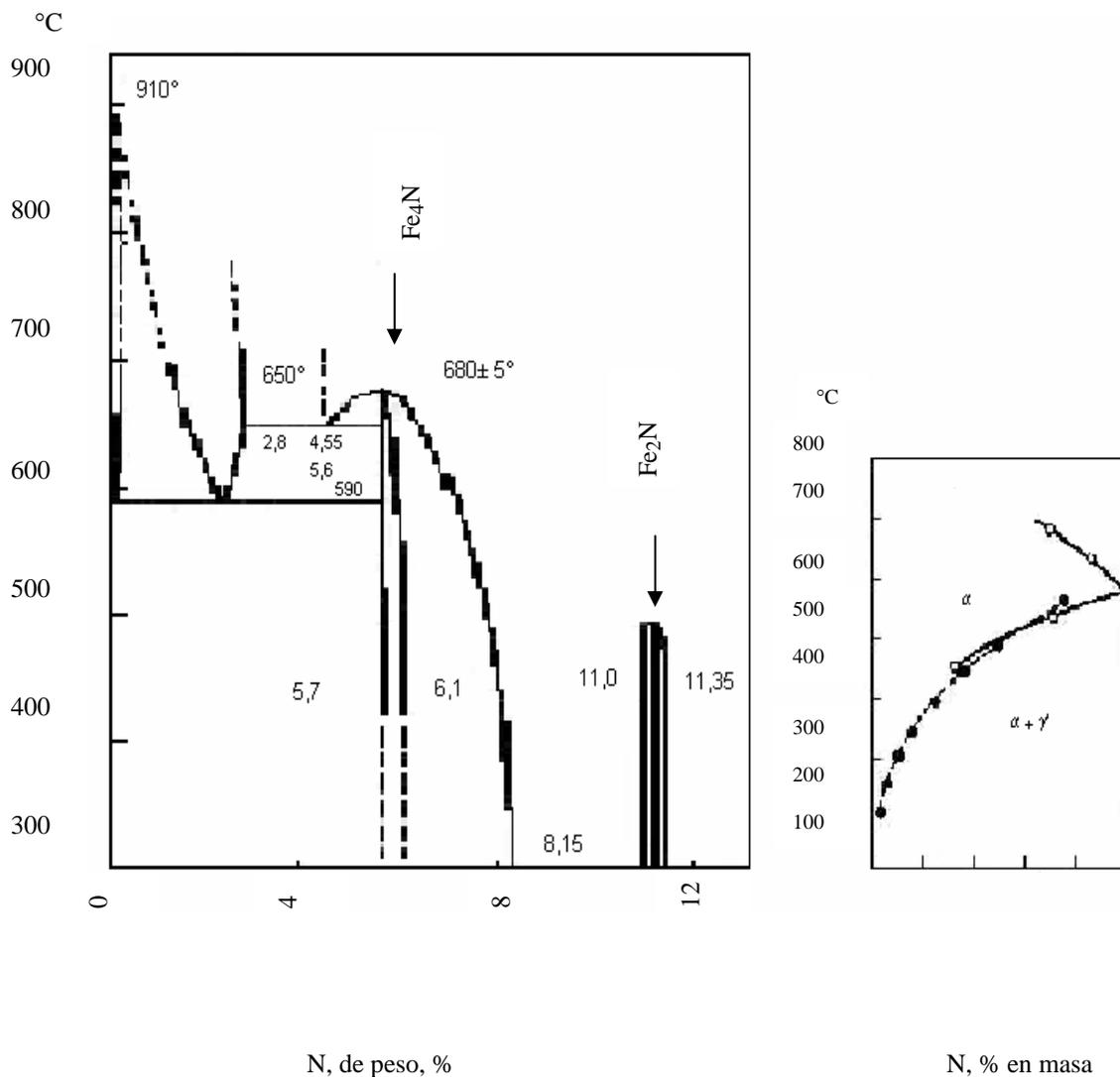
Ciertas técnicas han sido establecidas para controlar la formación de la capa blanca en la fase inicial de un largo ciclo de nitrurado, pero esto no tiene efecto para profundidades de capa después de 0.035"-0.040" (40 Hr de nitrurado, 8 Hr de difusión) y con capas hondas (0.050" y otras), estas capas presentan un serio problema de agrietamiento.

Los dos grandes costos de operación asociados con la nitruración son la energía y la atmósfera del gas. En general los lechos fluidizado consumen más atmósfera de gas por hora

que la Nitruración con gas convencional. Estos costos son más que compensados por la energía economizada que resulta de ciclos cortos y de altas densidades de carga. (8)

1.2- Diagrama Fe-N [6, 13, 14, 15,12]

El diagrama de estado Fe-N permite predecir todas las fases que aparecen en el sistema Fe-N a presión normal. En el mismo aparecen todos los compuestos estables que se pueden formar en este sistema.



La fig. 1.1. Muestra las fases que se forman en el diagrama de estado hierro- nitrógeno.

El hierro con el nitrógeno forma las siguientes fases:

La fase α_N – se le llama ferrita nitrogenada, la cual posee una red cúbica centrada en el cuerpo y con períodos, según el contenido de nitrógeno, de 0,28664... 0,2877 nm. La solubilidad del nitrógeno en el hierro a la temperatura eutectoide no supera el 0,10 %, descendiendo a la temperatura ambiente hasta el 0,004 %.

La fase γ_N - es la austenita nitrogenada, tiene la red cúbica centrada en las caras ($a = 0,3613$ para el 1,45 % de N y $a = 0,3648$ nm para el 2,79 % de N), la solubilidad máxima de nitrógeno en la fase γ_N es de 2,8 %. Ver figura 1.1 A 590 °C la fase γ_N sufre descomposición eutectoide $\gamma_N \rightarrow \alpha + \gamma'$

En condiciones de un fuerte subenfriamiento la fase experimenta la transformación martensítica formando la fase α' (martensita nitrogenada) con la red tetragonal centrada en el cuerpo; durante el calentamiento (revenido) la martensita nitrogenada (fase α') se descompone formando primeramente la fase α'' (Fe_{16}N_2) y al aumentar la temperatura de revenido, la fase γ' : $\alpha' \rightarrow \alpha' + \alpha'' \rightarrow \alpha + \gamma'$.

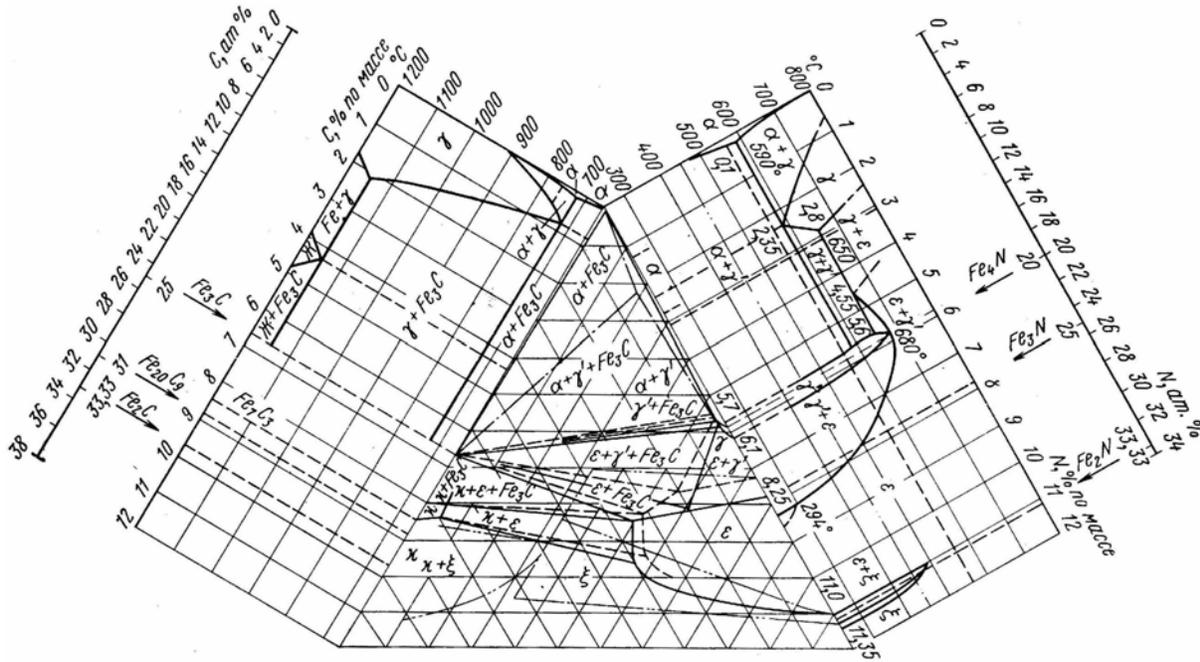
La fase γ' - es la solución sólida a base del nitruro Fe_4N con la red cúbica centrada en las caras ($a=0,3791$. . . 0,3801 nm) con una zona estrecha de homogeneidad de un 5,3... 5,75% de N (según otros datos, un 5,77... 5,88 % de N); la fase γ' es estable sólo hasta 680 °C. A una temperatura más alta se forma la fase ε (figura1.1).

La fase ε - es la solución sólida a base del nitruro $\text{Fe}_2 \cdot 3\text{N}$ (4,55...11,0% de N), la red cristalina es hexagonal ($a=0,2702$...0,2764 nm, $c = 0,433$... 0,441 nm, dependiendo del contenido de nitrógeno).

A 650 °C y con una concentración de nitrógeno de 4,5 % la fase ε sufre la descomposición eutectoide en las fases γ y γ' . La fase ξ (Fe_2N) tiene una red rómbica con átomos de nitrógeno distribuidos ordenadamente. La fase ξ es estable en una atmósfera de amoníaco hasta 450 °C. [9]

1.3– Diagrama Fe-C-N [6,12]

Durante el proceso de saturación superficial de un acero con nitrógeno y carbono simultáneamente, la fase ϵ posee un carácter de carbonitruro.



La fig. 1.2 Muestra el diagrama de estado Fe-C-N

Una gran significación en este diagrama la tiene la red hexagonal del carbonitruro ϵ , Fe₂-3(N,C).

La sustitución de una parte de átomos de nitrógeno ($\gamma_N = 0,71\text{\AA}$) por átomos de grandes dimensiones de carbono ($\gamma_C = 0,77\text{\AA}$) conduce a un incremento en los parámetros de la red de la fase ϵ . A pesar que los periodos de la red **a** y **c**, cambian no de la misma forma:

- El parámetro **a** cambia más activamente que **c**, razón por la cual la relación **c/a** disminuye para la fase de carbonitruro ϵ .

Esto se puede demostrar por análisis roentgenográfico al determinar los períodos(**a** y **c**) de la red ϵ .

El científico Polaco Prenocil, demostró que la relación C/N en la fase ϵ alcanza valores de 1,2-1,25. El carbono amplía la zona de homogeneidad de la fase ϵ .

El carbonitruro ϵ , obtenido como producto de la difusión simultanea de nitrógeno y carbono

(nitro-cementación) en el acero, es menos frágil, que el obtenido por nitruración y posee una alta dureza (400-450Hv) y una alta resistencia al desgaste.

La fase ξ (Fe_2N) disuelve más carbono, que la fase ε , y puede cambiar su composición en los límites de $\text{Fe}_3\text{C}_3\text{N}$ hasta Fe_2N .

La solubilidad del carbono en la fase γ' (Fe_4N) es pequeña. Esta fase posee un carácter de nitruro puro. La fase γ normalmente está constituida por dos soluciones sólidas de inserción de nitrógeno y carbono. El carbono ejerce influencia en la solubilidad del nitrógeno en la fase α .

Probablemente, cierta cantidad de nitrógeno se disuelva en el carbono de hierro $\text{Fe}_3(\text{CN})$ y $\text{Fe}_2(\text{CN})$.

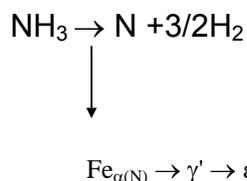
Por los datos de **Prenocil**, la introducción de nitrógeno en la red de cementita incrementa la frontera superficial de la zona de homogeneidad, facilitando la formación de su capa de difusión. Los carbonitruros con red de cementita, con frecuencia aparecen después de la nitrocementación a temperaturas de 650-850°C.

La composición del nitrógeno en el carbonitruro con red de cementita, que se forman durante la nitrocementación, alcanza valores de 0,65-0,8%.

Durante la nitruración del acero, la cementita de la superficie, se transforma en el carbonitruro ε de red hexagonal. [9]

1.4- Mecanismo de formación de la capa nitrurada [9,6]

El proceso de nitruración del hierro y del acero se realiza en una atmósfera de amoníaco parcialmente disociado:



1.1

La disociación térmica del amoníaco es un proceso que va acompañado de la formación de nitrógeno e hidrógeno en su estado atómico y molecular en el espacio útil del horno.

La constante de equilibrio de esta reacción es la siguiente:

1.2

$$K = (a_N p_{H_2}^{3/2}) / p_{NH_3}$$

Donde a_N es la actividad del nitrógeno en el metal; p_{NH_3} y p_{H_2} , son las presiones parciales del NH_3 y H_2 , respectivamente, en la mezcla gaseosa.

La actividad del nitrógeno en el metal determina la actividad de la atmósfera saturante:

$$a_N^\circ = K \frac{p_{NH_3}}{p_{H_2}^{3/2}} \quad 1.3$$

Ya que con el equilibrio estas actividades son iguales.

Para una temperatura dada la actividad se determina por la relación entre las presiones parciales del amoníaco y el hidrógeno, la cual se denomina potencial de nitrógeno o capacidad saturante de la atmósfera:

$$a_{N|T}^\circ = p_{NH_3} / p_{H_2}^{3/2} = \pi_N \quad 1.4$$

El potencial de nitrógeno puede relacionarse con la composición de la atmósfera saturante y la presión mediante la correlación:

$$\pi_N = \frac{A(1-\alpha)(100 + \alpha(A))^{1/2}}{(B + 1.5\alpha(A))^{3/2}} p^{-1/2} \quad 1.5$$

Donde A es el contenido de NH_3 en la mezcla gaseosa; B , el contenido de H_2 en la mezcla gaseosa; α , el grado de disociación del NH_3 ; P , la presión general de la mezcla.

De esta forma, se puede hallar la dependencia de la actividad de la atmósfera saturante respecto a la temperatura, presión y composición de la mezcla gaseosa, es decir, determinar la concentración de nitrógeno que la atmósfera dada puede asegurar en la pieza. Para la mezcla de CH_4 con NH_3 el potencial de carbono π_C , según el grado de disociación del amoníaco (α) y de su dilución (λ), se determina de la ecuación:

$$\pi_C = [(1-\alpha)(1 + \alpha(\lambda)) / (1.5\alpha(\lambda))]^2 \quad 1.6$$

Análogamente se describen las atmósferas de amoníaco con otros gases diluentes (propano, gas endotérmico, gas endo-exotérmico, etc.).

La actividad real de la atmósfera A_K , considerando la cinética de descomposición en las condiciones reales del proceso, puede ser descrita por la siguiente ecuación, propuesta por Mezhonov A. E.:

1.7

$$A_K = (\pi_N - a_N \exp \frac{\Delta G_T^0}{RT} \int_{P_{NH_3}^{FIN}}^{P_{NH_3}^{COM}} P_{H_2}^{3/2} / P_{NH_3} . dp_{NH_3}$$

Donde ΔG_T^0 es la variación de la energía de Gibbs de la reacción $xMe + NH_3 = Me_x + N + 3/2H_2$; a_N , la actividad termodinámica del nitrógeno en el metal.

La magnitud A_k es igual a cero, siendo $p_{NH_3}^{fin} = p_{NH_3}^{com}$ (NH_3 no esta dissociado), y con la igualdad de los potenciales $\pi_N = a_N x \exp \frac{\Delta G_T^0}{RT}$. Dado que el primer factor es una función uniformemente decreciente y el segundo, una función uniformemente creciente del grado de disociación, entonces la magnitud Ah posee el extremo (máximo). De la ecuación citada se deduce que la actividad, siendo pequeños los grados de disociación, está limitada por el factor cinético $\left(\int \frac{P_{H_2}^{3/2}}{p_{NH_3}} \right)$ a pesar de que el potencial π_N es alto, mientras que cuando los grados de

disociación son grandes, está limitada por el factor termodinámico $(\pi_N - a_N \exp \frac{\Delta G_T^0}{RT})$ a pesar de la gran cantidad de nitrógeno activo.

El mecanismo de formación de la capa nitrurada en el hierro, se somete a la regla general de acuerdo con la cual en la capa difusiva se forman zonas monofásicas en concordancia con las regiones monofásicas del diagrama de estado Fe-N, que se intersecan por la isoterma a la temperatura de saturación dada. Las capas difusivas se forman en la misma secuencia que las zonas monofásicas en el diagrama de estado para la temperatura dada (tabla 1.1 y fig.1.1).

Tabla 1.1. Estructura de la capa nitrurada obtenida en el hierro a diferentes temperaturas

Temperatura de nitruración	Estructura de la capa a la temperatura de saturación	Estructura de la capa después del enfriamiento	
		Lento	Rápido
Inferior a la eutectoide (menor 590°C) (Fig. 1.1)	$\varepsilon \rightarrow \gamma'$ $\rightarrow \alpha$	$\varepsilon \rightarrow \gamma'_{exc} \rightarrow \gamma'$ $\rightarrow \alpha \rightarrow \gamma_{exc} \rightarrow \alpha$	$\varepsilon \rightarrow \gamma' \rightarrow \alpha$
Superior a la eutectoide de (fig.1.1)	$\varepsilon \rightarrow \gamma' \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$	$\varepsilon \rightarrow \gamma'_{exc} \rightarrow \gamma'$ $\rightarrow \alpha \rightarrow \alpha + \gamma' \rightarrow \gamma'_{exc} \rightarrow \alpha$	$\varepsilon \rightarrow \gamma' \rightarrow \alpha^1 + \gamma_{res} \rightarrow \alpha$
Superior a 910°C (por encima de A ₃)	γ	$\alpha + \gamma'$	$\alpha^1 + \gamma_{res}$

Observación. La disposición de las fases se da desde la superficie hacia las profundidades

Como se ve en la tabla, la capa nitrurada obtenida a temperaturas inferiores a la eutectoide, consta de la zona de nitruros ($\varepsilon + \gamma'$, γ') y de la subcapa de solución sólida α_N , de la cual, al enfriarse, se desprende la fase γ'' (o la fase α''). Esta parte de la capa nitrurada se denomina frecuentemente **zona de nitruración interna**. Durante la nitruración a una temperatura superior a la eutectoide entre la capa de nitruros ($\varepsilon + \gamma'$) y la zona de nitruración interna ($\alpha + \gamma'$) se forma la zona de austenita nitrogenada (γ_N). La fase γ_N , al enfriarse lentamente, sufre una descomposición eutectoide y, cuando el enfriamiento es muy rápido,

una transformación martensítica, formando la fase α' y conservando cierta cantidad de la fase γ_N residual. De las fases ε y α_N , cuando se enfrían lentamente, se desprende la fase γ' (o la fase α'').

La velocidad de crecimiento de cada fase se determina por la intensidad de los procesos difusivos que transcurren en las fases situadas más arriba y más abajo.

La difusión del nitrógeno en la fase α_N es mucho más rápida que en la fase γ_N y en la fase ε . Los coeficientes de difusión para las diferentes fases de la capa nitrurada son los siguientes:

$$D_N^\alpha = 4,67 \cdot 10^{-4} \exp\left[\frac{-17950}{RT}\right], R = 1,987 \quad 1.8$$

$$D_N^\gamma = 3,35 \cdot 10^{-3} \exp\left[\frac{-34600}{RT}\right]; \quad 1.9$$

$$D_N^{\gamma'} = 8,404 \cdot 10^{-6} \exp\left[\frac{-23036}{RT}\right] \frac{c_N^{\gamma'}}{5,9002 - c_N^{\gamma'}} \quad 1.10$$

$$D_N^\varepsilon = 0,277 \exp\left[\frac{-35250}{RT}\right] \quad 1.11$$

Al nitrurar el hierro en una atmósfera con alto potencial de nitrógeno π_N el contenido de nitrógeno en la fase ε alcanza un 9... 10%, teniendo esta una fragilidad elevada.

Cuando el contenido de nitrógeno en la superficie es de un 11... 11,35 %, durante el enfriamiento puede formarse la fase ξ (**Fe₂N**). En la fase ξ se pueden observar con frecuencia poros que disminuyen la dureza y el límite de fatiga del acero nitrurado. La formación de poros se explica por el carácter metaestable de las fases nitruradas, cuyo nitrógeno tiende a desprenderse en estado libre, lo que conlleva a la aparición en las dislocaciones, fronteras intergranulares y en los bloques del nitrógeno gaseiforme que se encuentra bajo alta presión, primeramente en estado elemental y después, en el molecular. Bajo el efecto de esta presión en las dislocaciones y fronteras intergranulares surgen poros, cuyas paredes suelen estar oxidadas.

Reduciendo el potencial de nitrógeno de la atmósfera π_N , se puede disminuir el contenido de nitrógeno en la fase ε o, incluso suprimir la formación de las fases ε y γ' . El potencial de

nitrógeno de la atmósfera se puede regular, diluyendo el amoníaco con hidrógeno, con los productos de disociación del amoníaco ($N_2 + H_2$), nitrógeno, argón, etc.

Como han mostrado los cálculos termodinámicos, al diluir amoníaco con nitrógeno y argón la estabilidad de las fases de alto nitrógeno ϵ y γ' se incrementa y se ensancha la región de su existencia en los diagramas de equilibrio temperatura - composición de la atmósfera. La dilución del amoníaco con hidrógeno ejerce una acción opuesta, ensanchando la región de la fase α_N y estrechando la región de las fases ϵ y γ_N . Por consiguiente, para obtener la capa nitrurada sin fase ϵ conviene diluir el amoníaco con hidrógeno o con productos de su disociación ($N_2 + H_2$).

1.5- La actividad del nitrógeno. [8]

Es otro de los factores controlados durante la nitruración de acuerdo con las leyes que gobiernan la difusión, el grado de penetración es gobernado por la temperatura y el contenido de nitrógeno que puede ser compuesto en el extremo de la capa de acero.

Durante la nitruración con gas la actividad del nitrógeno es controlada por el grado de disociación y el tipo de flujo del gas.

La actividad del nitrógeno es una función del número de moléculas de amoníaco disociado en la superficie del acero por unidad de tiempo.

En la práctica el contenido de nitrógeno puede ser verificado por medio del grado de disociación y controlado por el tipo de flujo. (6)

Una alta actividad del nitrógeno es obtenido con alta proporción de flujo el cual tiene un bajo grado de disociación. Una baja actividad del nitrógeno es obtenido con bajos flujos los cuales tienen un alto grado de disociación.

El grado de disociación incrementado con la temperatura para que por el efecto de la temperatura una constante de grado de disociación pueda ser asegurado con un alto flujo de gas. El grado de disociación atómica depende de la temperatura del horno, de la velocidad a que se hace circular el amoníaco y de la presión observada dentro de las cajas, es preciso controlar el grado de disociación del amoníaco manteniéndolo entre los límites establecidos.

Durante la nitruración en una atmósfera de amoníaco el grado de disociación del amoníaco a 500...560°C constituye el 20...40%; a 540...560°C, el 40...60% y a 600...650°C, el 50...70%.

El grado de disociación del amoníaco es el equivalente de la actividad saturante de la atmósfera y representa la relación entre el volumen de amoníaco disociado y el volumen total

de gas. Por lo común, la atmósfera se controla por la composición de la mezcla de amoníaco, nitrógeno e hidrógeno que sale del horno, mediante disociómetros manuales o automáticos. Al desviarse el grado de disociación de los valores prefijados en la tecnología, el consumo de amoníaco se regula con las válvulas de aguja en la tubería o el balón de amoníaco.

El control automático y la regulación del grado de disociación del amoníaco se basan en la aplicación del método de volumen viscosimétrico con gas (disociómetros tipo S3PI-2, S3PI-3, S3PI-4) o del termoconductimétrico con gas (gasoanalizador soviético TKG-4).

Un incremento en el grado de disociación de 30 a 50 % a 510°C implica una reducción en la cantidad de amoníaco por cada 25 %. Si el grado de disociación es incrementado de 50 a 60 % estos incrementos son aceptables en la vida de servicio de los componentes de nitruración con gas.

Conclusiones Parciales.

1- En el proceso de nitruración gaseosa de aceros y fundiciones se puede obtener en la superficie las siguientes fases: α_N , γ_N , α' , γ' , α'' , ε , ξ , las cuales se regulan en dependencia de la temperatura, tiempo, grado de disociación y con mezclas de gases.

2- La nitruración se puede aplicar para las piezas que soportan altas cargas cíclicas, siendo moderadas las tensiones de contacto, y que trabajan en condiciones de rozamiento, de deslizamiento o de desgaste por abrasión.

3- La nitruración aumenta la resistencia del acero y fundiciones a la erosión-cavitación y eleva su dureza superficial, así como su límite de fatiga (σ_{-1}).

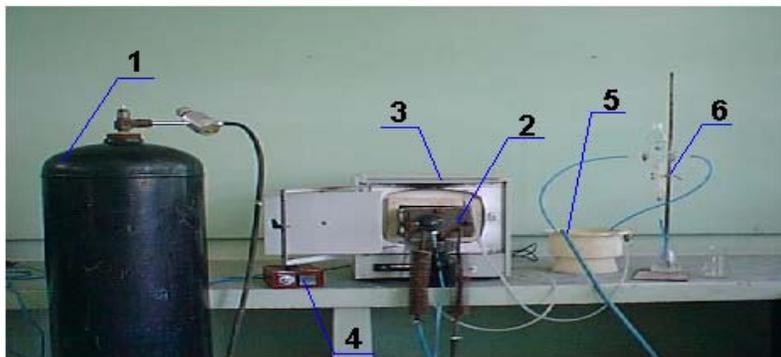
4- La capa nitrurada es resistente a la corrosión atmosférica, al agua de tubería, al vapor sobrecalentado y a otros medios.

5- En las literaturas revisadas existe muy poca información acerca del funcionamiento de las instalaciones de nitruración.

Capítulo II: Descripción de una Instalación de Nitruración.

2.1- Descripción de la instalación de nitruración gaseosa. [17]

En la actualidad existen un sin números de instalaciones industriales para la ejecución del proceso de nitruración gaseosa, estas instalaciones son costosas, a pesar de no ser compleja pero sus productores la cobran como un producto de alto valor agregado. En 1978 en el Departamento de Física de Universidad Central de las Villas(UCLV-Cuba), el Grupo de metales de aquel entonces inició el estudio del proceso de nitruración gaseosa, por calentamiento eléctrico en cámara de alta temperatura y en horno mufla como, en el Instituto Politécnico Kiev, Ucrania. La primera instalación de nitruración gaseosa en horno mufla se realizó en el 1980, sobre la base de utilizar un horno mufla con cámara rectangular y los principios de funcionamiento y medición de cualquier instalación industrial.



La figura 2.1 muestra un esquema de la instalación utilizada

Fig. 2.1. 1- Balón de amoníaco, 2- Cámara de nitruración, 3- Horno, 4- Termopar, 5- Tanque de condensación, 6- Disociómetro.

Los distintos elementos de la instalación fueron diseñados con gran sencillez, garantizando el correcto funcionamiento de cada una de las partes, para de esta manera, lograr una nitruración en los niveles adecuados; además de garantizar un bajo costo de construcción de la instalación; junto al horno se coloca un botellón de amoníaco, el cual se encuentra en estado líquido. El amoníaco suministra a la cámara de nitruración, que se

encuentra en el horno a la temperatura seleccionada. El control de temperatura se realiza tanto en el horno como en el interior de la cámara de nitruración. Los productos de disociación del amoníaco salen del horno al tanque de condensación. El control de la disociación de amoníaco se realizo con intervalos de 30 min con la ayuda del disociómetro.

En la figura 2.2 se puede observar el esquema de la cámara de nitruración, la cual esta construida de acero inoxidable termo resistente, las dimensiones principales de la misma son: 355mm de largo, 125mm de ancho, 80mm de alto (sección que queda en el interior del horno o mufla); el horno presenta las siguientes dimensiones de trabajo 330mm de largo, 205mm de ancho, 150mm alto. En la tapa de la cámara (figura 2.3) está situado el conducto de entrada del amoníaco, el cual se hace llegar hasta el interior de la cámara, el mismo se le perforan agujeros pequeños de modo tal que se logre un precalentamiento del amoníaco en su trayectoria, lográndose así una distribución homogénea del mismo en el interior de la cámara. De esta manera se contrarresta en cierta medida la ausencia de ventiladores, los cuales no fueron concebidos en el diseño por las características del horno que será empleado en esta instalación.

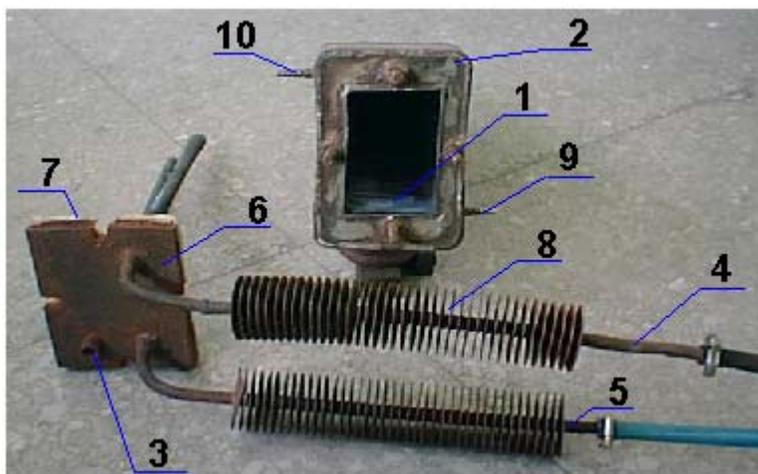


Fig 2.2. 1- Cámara de nitruración, 2- Cámara de enfriamiento por agua, 3- Termopar, 4- Conducto de entrada del amoníaco (NH_3), 5- Conducto de salida del NH_3 , 6- Tapa, 7- Junta de amianto, 8- Disipadores, 9- Entrada de agua, 10- Salida de agua

El control de las temperaturas se realiza en el interior del horno con un termopar platino-platino-Rodio y en el interior de la cámara de nitruración se realiza con un termopar de Cobre constatan (Aleación que contiene 50% de Cu y 45% de Ni). Debe garantizarse un cierre

hermético entre la tapa (elemento 6) y la tapa frontal (elemento 2) de la cámara de nitruración; para esto se emplea una junta de amianto (elemento 7). La cámara de nitruración esta provista de una cámara de enfriamiento a través de la cual circula constantemente agua en todo su volumen, la finalidad de esta es disminuir y mantener constante la pérdida de temperatura que tiene lugar a través de la tapa de la cámara de nitruración ya que por las características del horno empleado la cámara se mantiene en contacto con la atmósfera exterior, esto es para evitar afectación en la temperatura del proceso.

El control de la medida de disociación es un aspecto muy importante en el proceso de nitruración, ya que nos brinda el grado de descomposición de las moléculas de amoníaco.

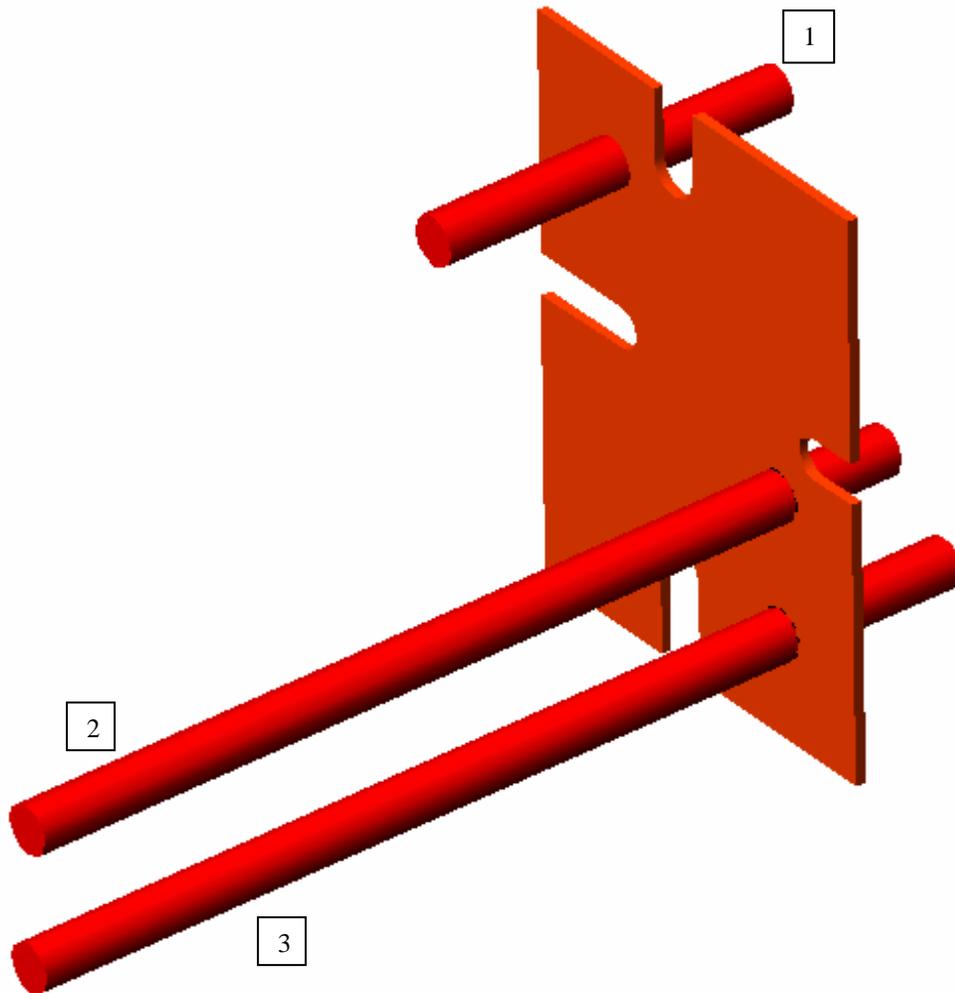


Fig 2.3 Tapa de la cámara de nitruración.

Donde el tubo 1 es por donde sale los gases a la atmósfera, el tubo 2 es utilizado para introducir un termopar y es que esta sellado en la punta, y el tercero y último tubo es la entrada del gas y tiene la característica de que sus últimos 200 mm se le han perforado agujeros pequeños de modo tal que se logre un precalentamiento del amoníaco en su trayectoria, lográndose así una distribución homogénea del mismo en el interior de la cámara.

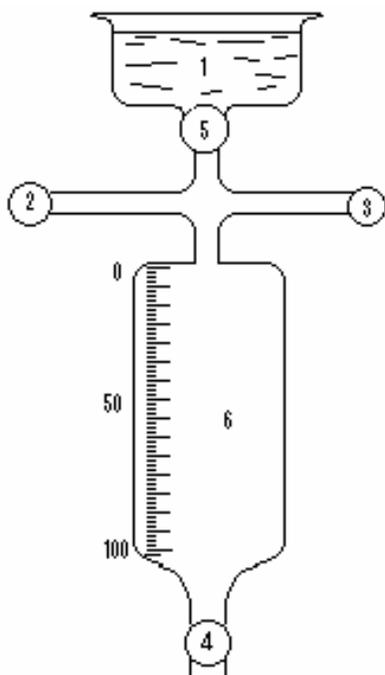


Fig. 2.4 Esquema del disociómetro.

La medida del grado de disociación se realiza con un **disociómetro**, el cual fue construido en el taller de Vidriera del Centro de Bioactivos Químicos de la UCLV (Fig. 2.4).

Funcionamiento del disociómetro:

- a. El volumen de aire en el espacio de trabajo de la bureta del disociómetro (6) es sustituido haciendo circular amoníaco por un tiempo de 10... 20seg, durante esta operación la llave (5) debe permanecer cerrada y las llaves (2,3,4) deben estar abiertas, la llave (2) debe estar abierta para evitar la presencia de una sobrepresión en (6).
- b. La medición de la disociación se realiza de la siguiente manera:
 - Después de haberse purgado la bureta se procede a cerrar las llaves en el siguiente orden:
 - 1- Primero la llave (2) se cierra y se deja circular durante un tiempo de 20... 30seg, la mezcla de gases ($\text{NH}_3 + \text{N}_2 + \text{H}_2$) de la salida de la cámara de nitruración.
 - 2- Las llaves (3,4) se cierran simultáneamente.

- 3- Para determinar el **grado de disociación** es necesario abrir la llave (5).
- 4- Si el agua ocupara todo el volumen de la bureta (6), se dirá que el porcentaje de disociación (α) es cero (Esto indica que el amoníaco (NH_3) no esta disociado), Es decir la salida por el conducto (5) es solo amoníaco, no es posible el proceso de nitruración.
- 5- Si al abrir la llave (5), el agua del recipiente (1) no se desplaza, esto indica que en la bureta (6) lo que hay es una mezcla de $\text{H}_2 + \text{N}_2$, es decir el porcentaje de disociación es 100% ($\alpha=100\%$), esto indica que la salida de gas por el conducto (5) es solo una mezcla de $\text{N}_2 + \text{H}_2$, la posibilidad de que ocurra la nitruración es muy poco probable.
- 6- Si abrir la llave (5), el agua del recipiente (1) se desplaza en cierta cantidad, el volumen no ocupado por el agua constituye la medida del grado de disociación del amoníaco, en este caso la salida de los gases por el conducto (5), constituye una mezcla de $\text{NH}_3 + \text{N}_2 + \text{H}_2$, lo cual es los mas aconsejable para que se desarrolle el proceso de nitruración.

Características técnicas del horno.

Potencia nominal.	1.8 Kw.
Temperatura nominal en espacio operativo	1100° C
Tensión de la red de alimentación.	220 V.
Frecuencia.	50 Hz.
Número de fases	1
Dimensiones del espacio útil.	
Ancho. (no meno de)	160 mm
Largo. (no meno de)	250 mm
Alto. (no meno de)	100 mm
Medio en el espacio útil.	Aire.
Rango de regulación automática de la temperatura en el espacio útil.	$\pm 10^\circ\text{C}$.
Estabilidad de la temperatura en el interior de la cámara nitruración.	$\pm 5^\circ\text{C}$.

2.2- Aspectos que hay que tener en cuenta a la hora de seleccionar el material de la instalación. [20]

1.- Condiciones reales de trabajo

- Presión de trabajo
- Temperatura de trabajo
- Medio en que trabajará la instalación.
- Tipo de carga (dinámica o estática)

2.- Conocer si se necesita dureza y alta resistencia al desgaste.

3.- Resistencia a la oxidación y a la corrosión.

4.- Propiedades tecnológicas a garantizar

- Soldabilidad
- Maquinabilidad
- Conformabilidad
- Otras

5.- Dimensiones de la instalación.

6.-Dilatabilidad y conductividad térmica.

7.- Aspectos económicos

9.- Disponibilidad real

Para alcanzar la meta en la selección de aceros y encontrar los requisitos mínimos de Ingeniería al menor costo. Tenemos que comprometernos con uno o más de estos criterios.

Cuando se trata de un diseño de determinado elemento de máquina, ayuda mucho al diseñador poseer tablas de clasificación, esto permite en muchos casos hacer selección rápida.

En la actualidad en Cuba, se realizan muchos trabajos de reparación, donde solo se conoce las condiciones de trabajo y en esta circunstancia es necesario proceder a seleccionar el material [13].

Atendiendo los parámetros analizados anteriormente se decidió utilizar el acero 15X25T que es un acero que presenta un 25-28 % de cromo (Cr) en su composición y que es utilizado

en la fabricación de piezas de hornos (muflas, fundas de pares termoeléctricos, retortas)

clase	Tipo de acero (% Cr)	Marca del acero	C	Cr	Ti	Mn	Si
Φ	25 – 28	15X25T	≤ 0.15	24 - 27	5C – 0.9	≤ 0.8	≤ 1.0

sometidas a temperaturas de 1050 – 1150 °C. [8]

Composición del acero al cromo 15X25T.

Conclusiones Parciales.

1-El disociometro fabricado en la UCLV y utilizado en la instalación descrita, sus resultados poseen repetibilidad.

2-El control de temperaturas en el interior de la cámara es factible.

3- Los aceros resistente a la corrosión y altas temperaturas más adecuados para la construcción de la cámara interior son del tipo 25-28 % de Cr.

Capítulo III. Resultados experimentales obtenidos con la instalación propuesta.

3.1- Selección y fundamentación del régimen de nitruración[13,12]

Se conoce que el grado de dispersión y tamaño de los nitruros (reguladores de la dureza y la resistencia al desgaste) depende de la temperatura y el tiempo para una aleación dada, siendo la temperatura el parámetro tecnológico que influye más en este proceso, esta es la razón por la cual basándonos en los datos de los trabajos que aparecen en [13,14], se decidió hacer una corrida de 550, 600, 650°C durante cuatro horas respectivamente, con el objetivo de encontrar aproximadamente cual era la temperatura a la cual se obtiene una máxima dureza para estas tres temperaturas.

La tabla 3.1 muestra los resultados obtenidos para la nitruración a cuatro horas a diferentes temperaturas.

Tabla 3.1 Nitruración a 4hrs.

Probetas	Temperatura °C	Dureza máxima en la superficie, Hv
SM	550	634
X	600	955
M	650	493

Con los resultados experimentales obtenidos se confeccionó la figura 3.1, la cual, muestra la influencia de la temperatura en la dureza máxima superficial, para un tiempo de 4hrs.

Esta dependencia funcional de la dureza con la temperatura, nos dice que debe seleccionarse un valor alrededor de 600°C, podría utilizarse temperatura por debajo de esta por ejemplo 580°C, siendo esta una temperatura por debajo de la línea eutectoide del diagrama Fe-N; se seleccionó 600°C durante 2, 4, 6, 8hrs respectivamente con el objetivo de obtener mayores espesores y estudiar la cinética del cambio de dureza con estos regímenes.

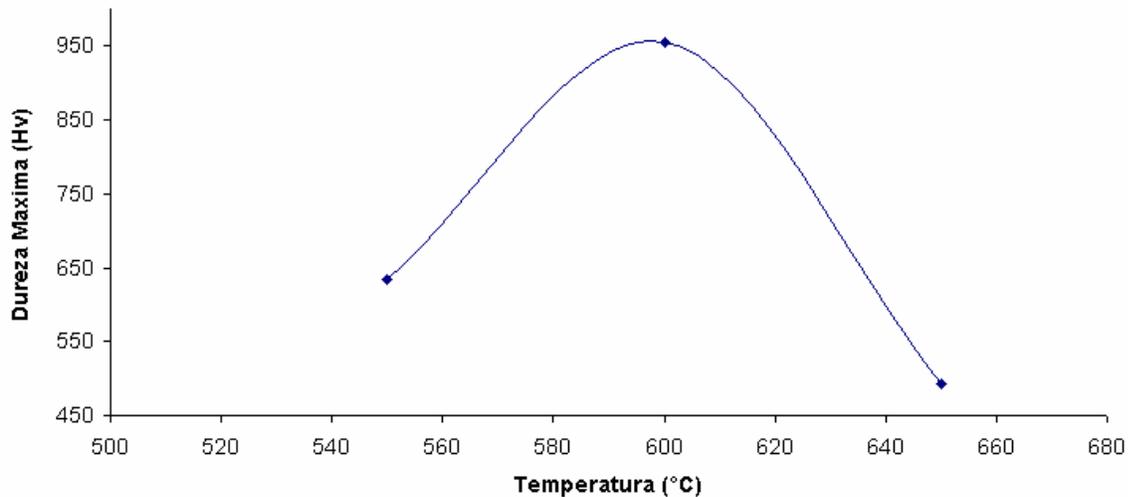


Fig.3.1. Influencia de la temperatura de nitruración en la dureza máxima superficial, para un tiempo de 4hrs

La tabla 3.2 muestra los resultados del proceso de nitruración a 600°C, con diferentes tiempos y una disociación 50%

Tabla 3.2 Nitruración 600°C, con $\alpha=50\%$

Probeta	Tiempo(hrs)	Dureza(Hv)
Y	2	963
X	4	955
I	6	947
D	8	927

Con la ayuda de la tabla 3.2 se confeccionó la gráfica de la figura 3.2 mostrando la influencia del tiempo en la microdureza máxima.

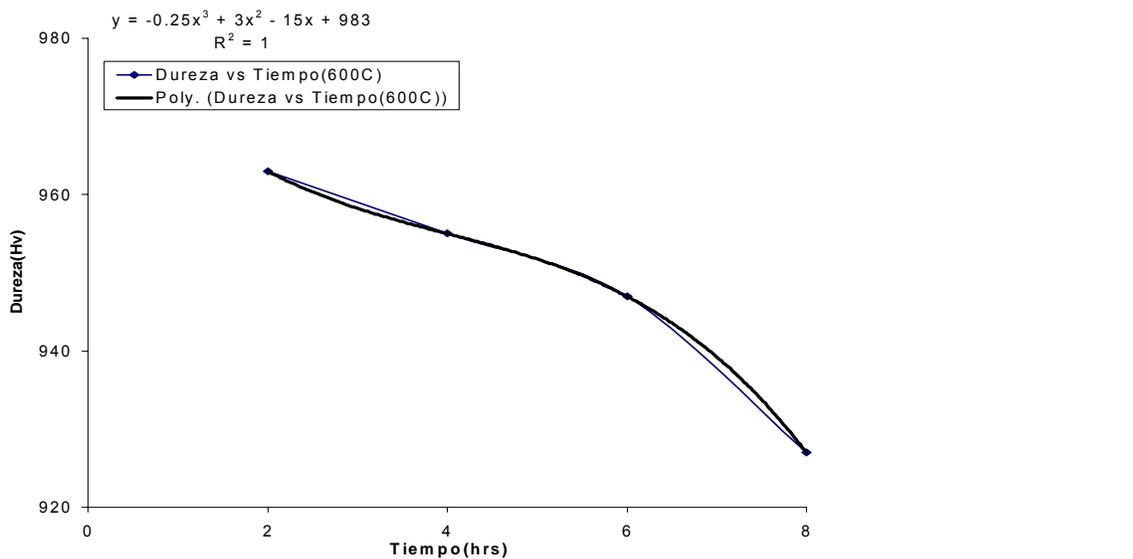


Fig.3.2 Influencia del tiempo en la microdureza máxima. Nitruración a 600°C, 50% de disociación de una fundición con grafito nodular.

En la figura 3.2 se observa una disminución de la microdureza máxima en la superficie de un valor de 963 hasta 927Hv, este decrecimiento no es significativo, correspondiéndose con los datos de algunos autores [13,12]. Desde el punto de vista de los mecanismos de endurecimiento, esta disminución se explica por la ecuación de Orovan:

$$\Delta\sigma_{p,d} = \frac{22470}{\lambda - D} \ln \frac{\lambda - D}{5} \tag{3.1}$$

λ -distancia entre los centros de las partículas.

D-Diámetro de las partículas.

Es decir, el incremento del tiempo de nitruración provoca la coagulación de los nitruros (Coalescencia), y la pérdida de coherencia con la matriz; su diámetro (D) se incrementa y por la ecuación de Orovan, disminuye la microdureza [13,12].

Se conoce que los parámetros $\lambda = D \left(\frac{\pi}{6f_m} \right)^{1/2}$ 3.2

La parte volumétrica de separación de los nitruros f_m se determina por la ecuación:

$$f_m = \frac{\rho_{Fe} \mu_{Me_a N_b}}{\rho_{Me_a N_b} \mu_{Fe}}$$

3.3

Donde:

ρ_{Fe} , $\rho_{Me_a N_b}$, son las densidades del hierro y del nitruro.

μ_{Fe} , $\mu_{Me_a N_b}$, las masas moleculares del hierro y del nitruro

3.2- Análisis metalográfico de las probetas nitruradas [12,4,5,17]

En la figura 3.3 se presenta la microestructura de la probeta I, nitrurada a 600°C durante 6hrs, con una disociación de 50%.

Según [14,7] esta estructura es típica de un acero nitrurado por encima de la temperatura eutectoide, con cierto grado de aleación (Ti, Cr) se observan las agujas finas y dos zonas con unos precipitados esféricos muy pequeños, donde la microdureza es mas elevada que en la zona donde no hay este precipitado.

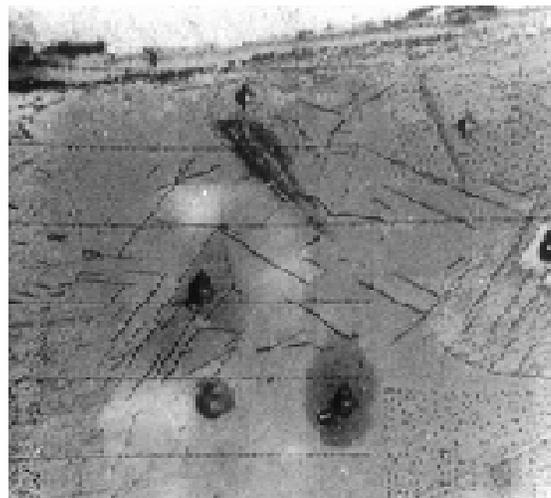


Fig. 3.3 Microestructura de la probeta I. nitrurada a 600°C, 6hrs, 50% de disociación. X480

En la parte superior de la microfotografía se observa una fina capa blanquecina, que por su dureza, morfología y su comparación con otras microfotografías en [14], se trata de la fase $Fe_4N(\gamma')$.

Las figuras 3.4 y 3.5 se corresponde respectivamente a la microestructura y al perfil de microdureza a través de la sección transversal de la probeta I, nitrurada con un régimen de 600°C y una duración de 6hrs, con una disociación de 50%.

En la microfotografía de esta probeta se observan los cambios microestructurales, que provoca la saturación superficial del nitrógeno en la capa nitrurada y en la zona de nitruración interna, por debajo de la capa nitrurada, se aprecia un precipitado que esta alojado en la zona blanca brillante, con algunas agujas finas a su alrededor, su naturaleza debe ser confirmada posteriormente por microscopía electrónica. En el perfil de microdureza de la muestra I, la línea continua es el polinomio de ajuste, el cual permite pronosticar la dureza para una profundidad que esté comprendida entre 5 y 200 μm . En este caso el ajuste es muy bueno ($R^2=0.9963$).

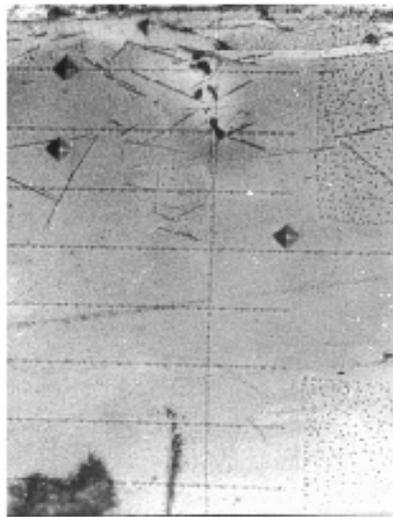


Fig.3.4. Microestructura de la probeta I, nitrurada a 600°C, 6hrs. X480

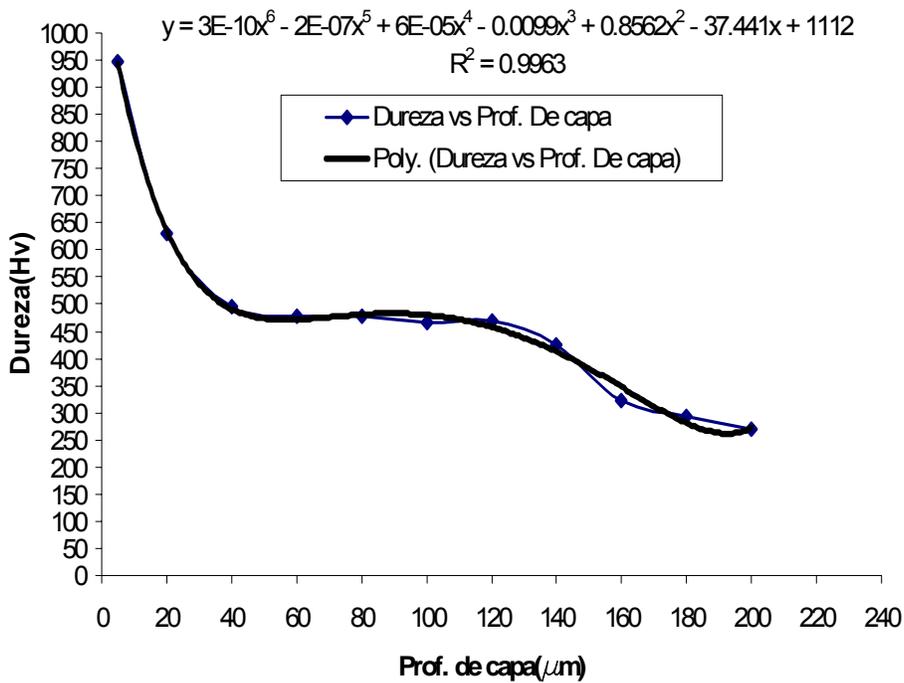


Fig. 3.5 Perfil de microdureza de la probeta I, nitrurada a 600°C, 6hrs

La figura 3.6 ilustra otra zona de la probeta I, donde se aprecia también una capa nitrurada en la parte superior (calor blanquecino), con un alto valor de microdureza.

Las “lagunas” blancas, que aparecen debajo de la capa nitrurada, son zonas ocupadas por steadita(Fe_3P).



Fig. 3.6 Microestructura de una zona de la probeta I, nitrurada a 600°C, 6hrs. X480

La probeta Y, sometida al proceso de nitruración a 600°C, durante 2hrs, se presenta varios cambios estructurales y/o transformaciones de fases, en zonas diferentes, los cuales poseen una gran importancia para explicar y comprender algunos de los mecanismos de endurecimiento por dispersión durante el proceso de nitruración

La figura 3.7 muestra una microestructura con transformaciones de fases muy significativa y no común en la nitruración de hierro fundido gris, si se compara esta microestructura con la que aparece en [14], se observa una gran similitud entre ambas.

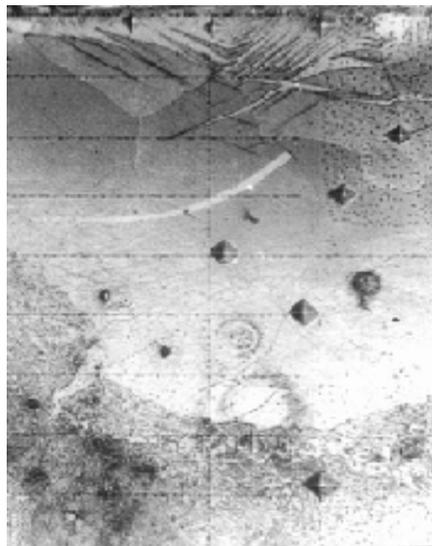


Fig.3.7 Microestructura de una capa nitrurada, obtenida en la probeta Y nitrurada a 600°C, durante 2hrs. X480

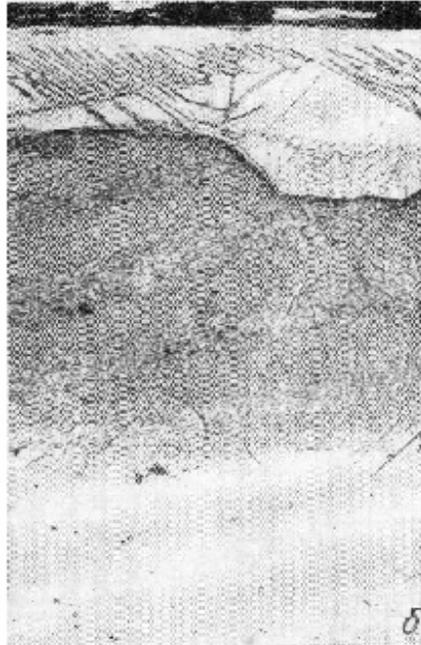


Fig. 3.8 Microestructura de una capa nitrurada obtenida en un acero, con una composición: C= 0,28%; Ti=2,08%; Cr =1,3%. Régimen de nitruración: 600°C, 6hrs.

Las láminas que aparecen en la parte superior de la capa nitrurada de la probeta Y, son muy similares a las investigadas por los científicos G. Hinojosa[7] y Lajtin[14], mediante microscopía electrónica de transmisión. Según ellos se trata de un precipitado fino de la fase γ' que está en exceso. Si comparan las figuras 3.7 y 3.8 se puede apreciar cierta similitud en la morfología de ambas láminas.

La observación por microscopía óptica de la probeta Y, reveló algunos detalles en la microestructura no observado en otras muestras.

En la figura 3.9 se observa una zona de la probeta Y, donde aparece muy bien definida la capa de nitruración, la cual debe ser una mezcla de las fases $\epsilon + \gamma'$, con una alta dureza de 963Hv. Por debajo de esta capa se aprecie un nódulo de grafito y en su alrededor se encuentran algunas láminas, las cuales podrían estar asociada a un determinado tipo de precipitado. La región blanquecina que está asociada a la zona de nitruración interna, donde la microdureza alcanza valores de 500Hv, se corresponde con la ferrita nitrogenada.

En la figura 3.10 se aprecia también una morfología muy definida en la capa nitrurada, y por debajo de la misma una estructura de grano muy similar a la de un acero.

Las microestructuras y espesores de capas obtenidas en cada muestra pueden ser utilizadas en condiciones concretas, teniendo en cuenta el régimen de explotación del elemento de máquina.

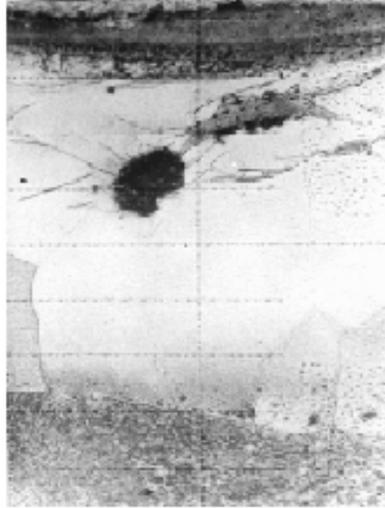


Fig. 3.9 Microestructura de una probeta Y, con detalle de grafito nodular en su zona de nitruración interna. Nitrurada a 600°C, 2hrs. X480

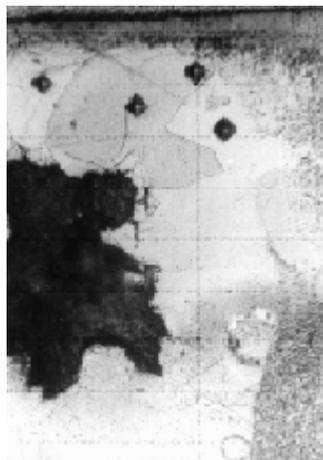


Fig. 3.10 Microestructura de una probeta Y, con estructura de grano en la zona de nitruración interna. Nitrurada a 600°C, 2hrs. X480

3.3- Análisis del perfil de microdureza de las probetas nitruradas.

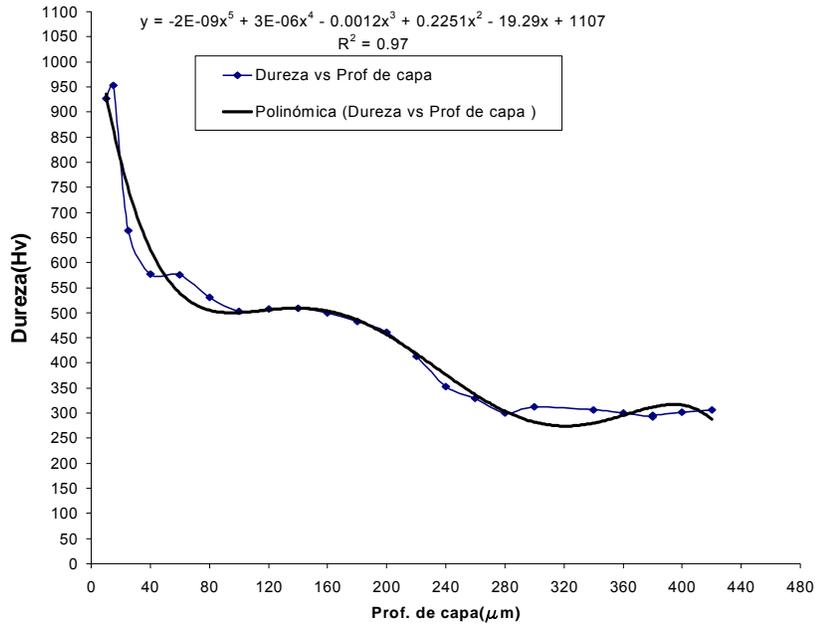


Fig.3.11 Perfil de microdureza muestra(D). Régimen de nitruración 600°C, 8hrs.

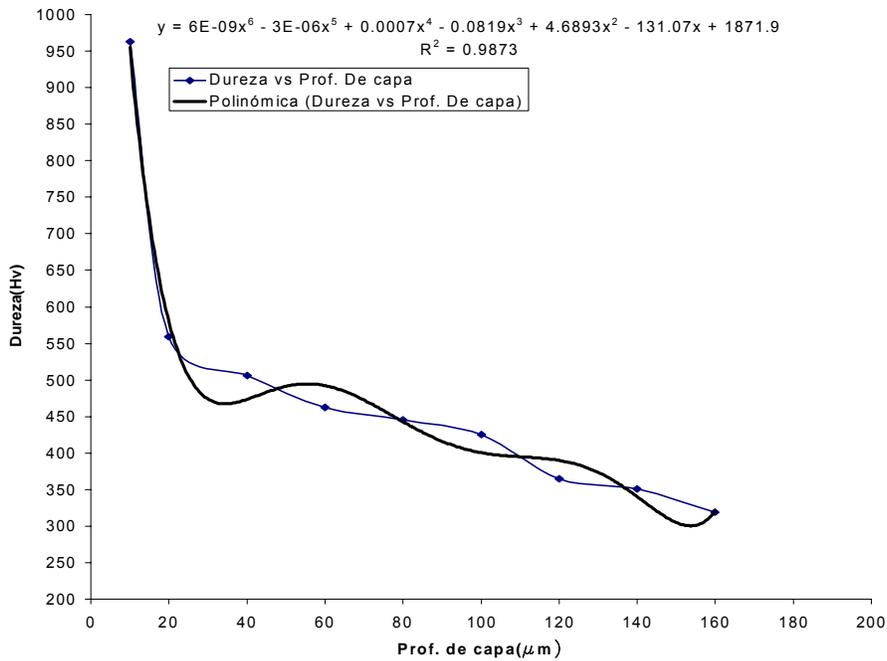
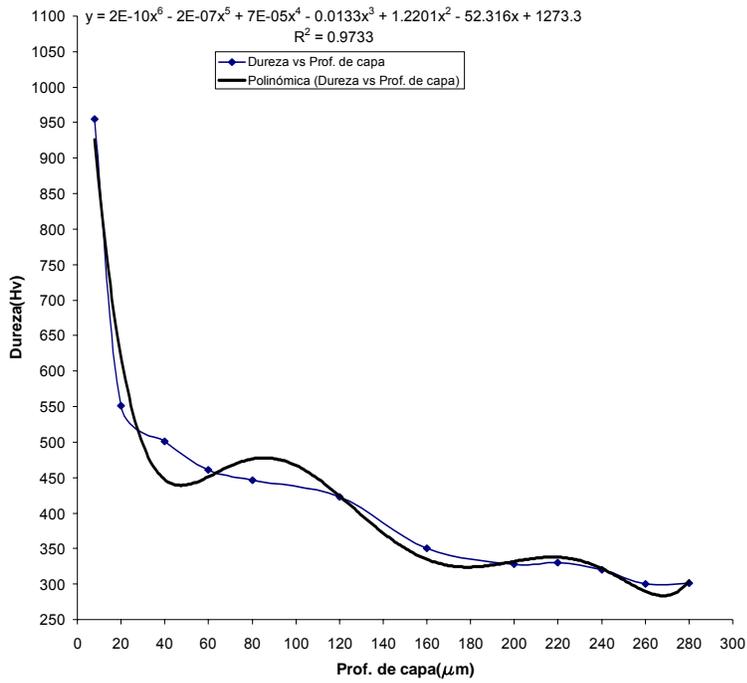
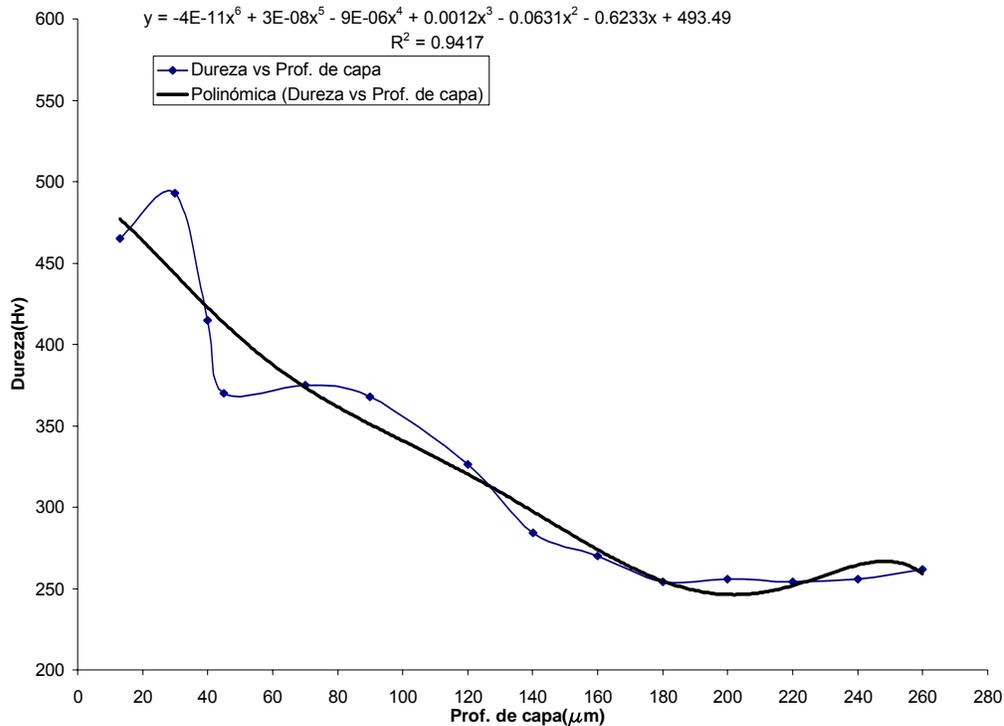


Fig. 3.12. Perfil de microdureza probeta (X). Régimen de nitruración 600°C, 4hrs

Fig. 3.13. Perfil de microdureza probeta (Y). Nitrurada 600°C, 2hrs

Fig.3.14. Perfil de microdureza probeta (A). Nitrurada 540°C, 2hrs

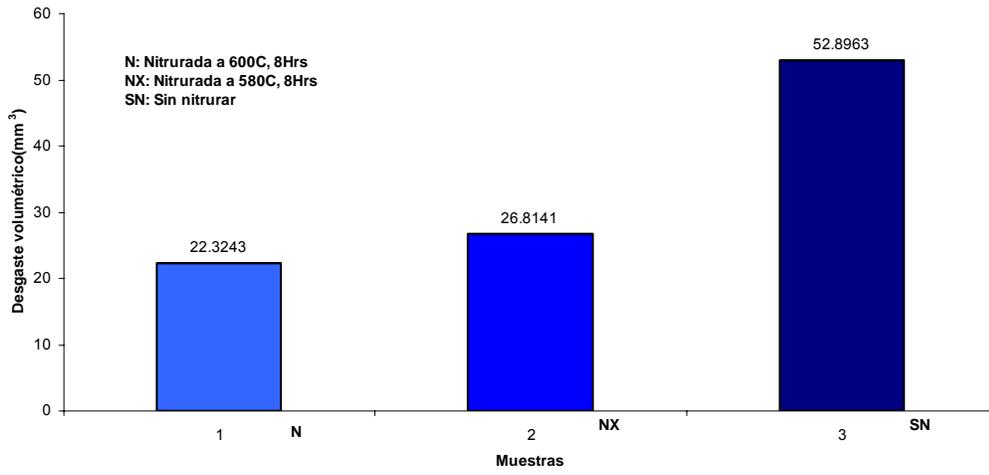


En todas las gráficas de microdureza de la sección transversal de las probetas nitruradas, existe un punto de máxima dureza el cual es representativo de la capa nitrurada. Las curvas en su mayoría poseen un decrecimiento lento el cual es función del contenido de nitrógeno en la zona de nitruración interna, este gradiente de concentración de nitrógeno es muy favorable para la adherencia de la capa nitrurada.

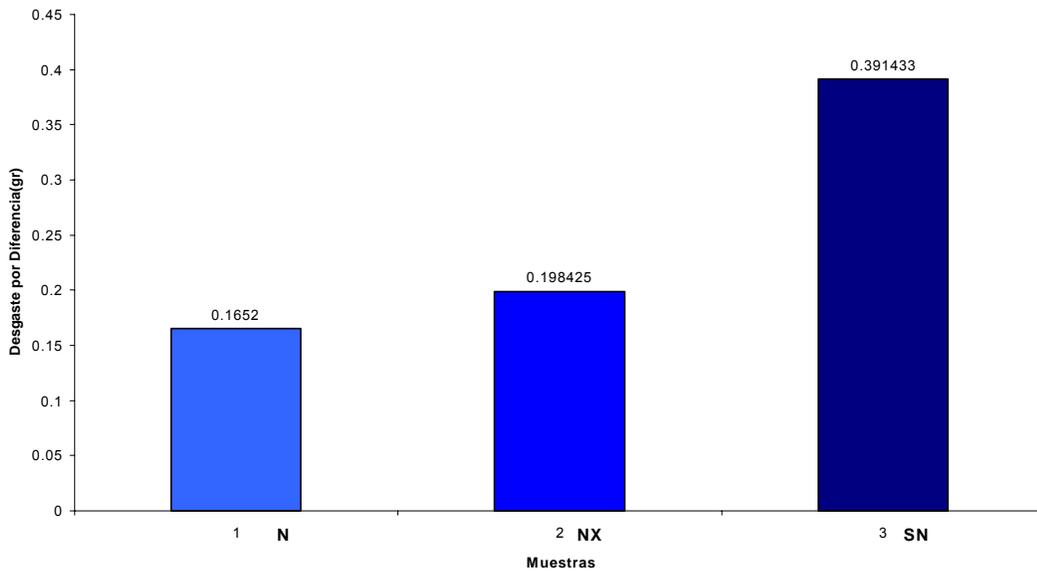
Cada grafica de microdureza ha sido ajustada con un polinomio de diversos grados, con un coeficiente de correlación aceptable ($R^2 > 95$). Los polinomios de ajuste permiten pronosticar los valores de dureza para una profundidad dada.

3.4- Análisis de los resultados del ensayo de desgaste[1,3,2]

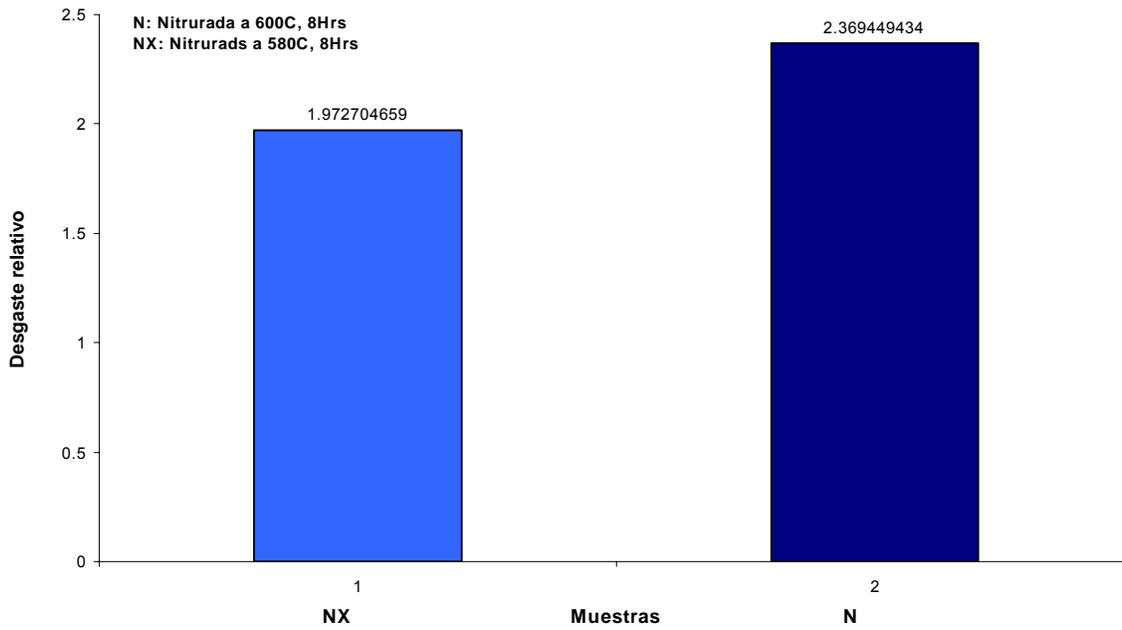
Los histogramas 1, 2 y 3 muestran el desgaste volumétrico, gravimétrico y relativo de las probetas ensayadas. Se evidencia el cambio significativo del valor del desgaste relativo de las probetas nitruradas con respecto a la probeta patrón (Aproximadamente dos veces). En el anexo II se presentan los resultados del ensayo y su valoración estadística.



Histograma 1. Desgaste volumétrico de las probetas nitruradas y sin nitrurar (patrón)



Histograma 2. Desgaste gravimétrico de las probetas nitruradas y el patrón.



Histograma 3. Desgaste relativo de las probetas nitruradas con respecto al patrón.

3.5- Análisis de los difractogramas de las probetas nitruradas[18,7,12]

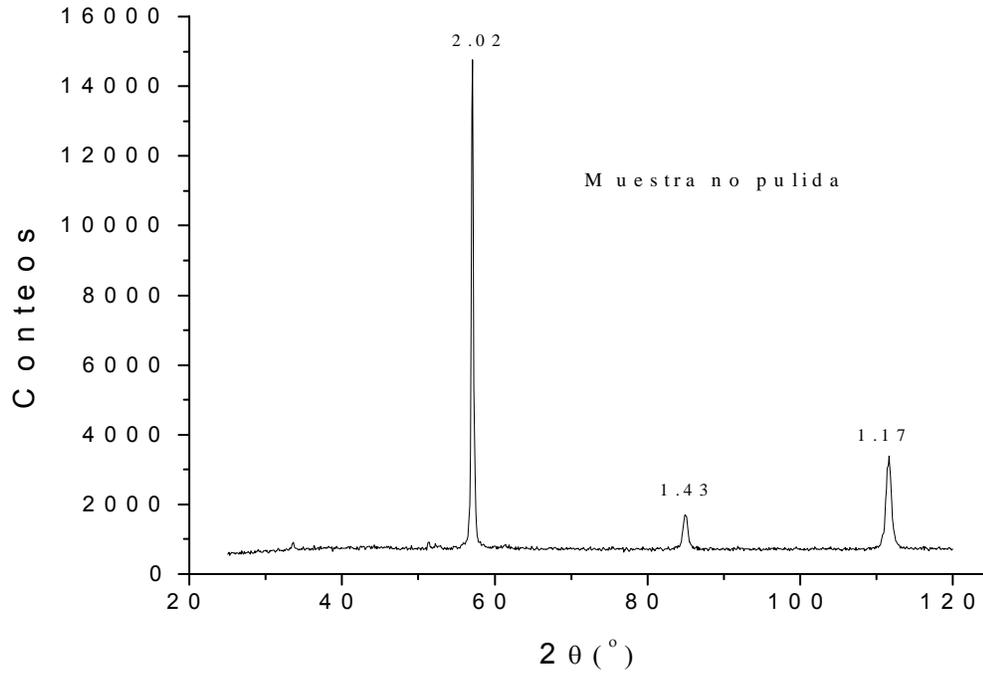
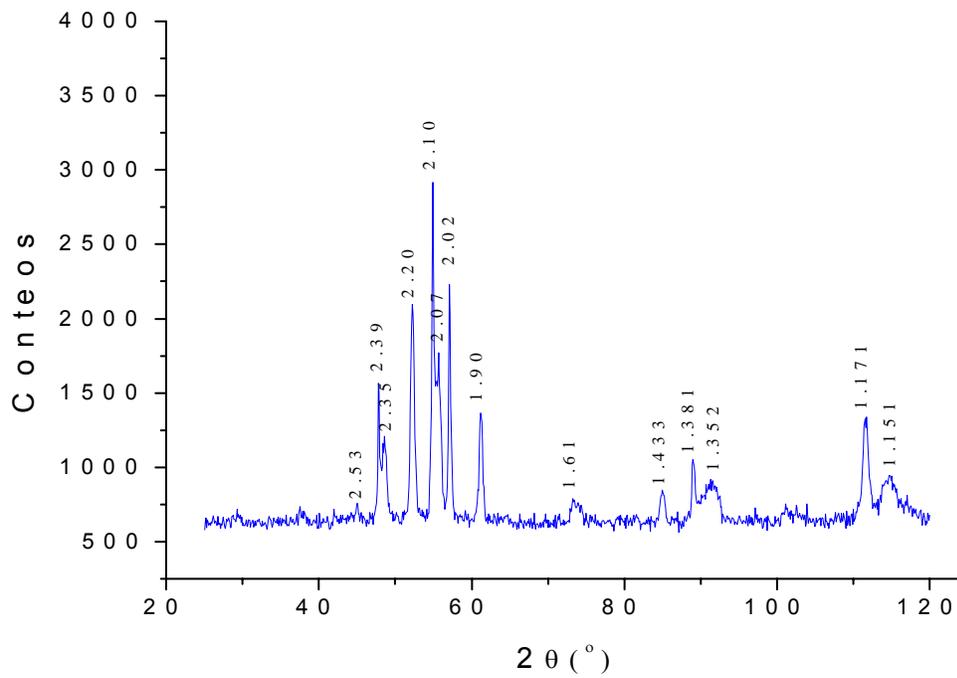


Fig. 3.15. Difractograma de la probeta M. Régimen de nitruración 650°C, 4hrs, disociación



40%.

Fig. 3.16. Difractograma de la probeta A. Régimen de nitruración 540°C, 2hrs, disociación 20%.

Las figuras 3.15 y 3.16 muestran los resultados del análisis de difracción por rayos-x de dos probetas nitruradas con diferentes regímenes, en ambas se observan diferencias muy marcadas en la línea de difracción lo cual indica que estamos en presencia de fases nitruradas diferentes.

Utilizando la ley de Bragg ($2d\sin\theta=n\lambda$) se descifró ambos difractogramas y se determinaron las fases siguientes:

- En el primer difractograma, los picos presentes se identificaron como la fase α del hierro (ferrita nitrogenada).
- En el segundo se encontró, que las mayorías de las líneas están asociadas al nitruro ϵ , y también se evidencia la presencia de la fase γ' (Fe_4N).

Conclusiones Parciales.

1- Las temperaturas de 580 y 600°C, fueron donde se obtuvieron los mejores resultados en:

- Máxima dureza superficial.
- Desgaste relativo.
- Profundidad de capa.

2- Mediante técnicas de microscopia óptica, se caracterizó las capas y zonas de nitruración interna de todas las probetas, encontrándose microestructuras que representan los cambios estructurales y/o las transformaciones de fases provocada por la difusión de nitrógeno.

3- El ensayo de desgaste abrasivo resultó ser muy adecuado para las probetas tratadas, el desgaste relativo se incrementó dos veces con respecto al patrón.

4- El roentgenograma de la probeta (A) nitrurada reflejó fundamentalmente la existencia de la fase ϵ . y γ' .

Conclusiones Generales.

- En el proceso de nitruración gaseosa de aceros y fundiciones se recomienda obtener en la superficie las fases $\epsilon + \gamma'$, las cuales se regulan en dependencia de la temperatura, tiempo, grado de disociación y con mezclas de gases, para obtener elevada dureza y resistencia al desgaste en la superficie.
- La instalación de nitruración descrita anteriormente, permite realizar este proceso según las literaturas consultadas. Esta instalación no presenta ninguna complejidad en su estructura, es muy factible su construcción.
- Las temperaturas de 580 y 600°C, fueron donde se obtuvieron los mejores resultados de Máxima dureza superficial y desgaste relativo.
- Mediante técnicas de microscopia óptica y difracción de R-X, se caracterizó las capas de todas las probetas nitruradas, encontrándose que las fases presentes en la superficie son ϵ . y γ' .
- El desgaste relativo de las probetas nitruradas se incrementó dos veces con respecto al patrón.

Recomendaciones.

- Proponer un diseño de experimento para el desarrollo de futuros experimentos en la instalación descrita anteriormente.
- Buscar nuevos métodos para medir la disociación.
- Introducir este método de endurecimiento en fundiciones.

Bibliografía.

- 1-** Álvarez García, E; “Fricción, Desgaste, Lubricación”, UCLV, Facultad de Ingeniería Mecánica, 1996.
- 2-** Álvarez García. E; “Máquina para el Estudio del Desgaste Abrasivo en Pares Tribológicos.” Suplemento Mayo-Agosto, No. 2, 1995.
- 3-** Duffus Scott, A.; “Análisis de un Método para Determinar Desgastes. Aplicación a Fundiciones Grises”. Suplemento Octubre-Diciembre, No. 4, 1986.
- 4-** Duffus Scott. A; Belosky, A.V. “Cambios de Fases que tienen lugar durante la Nitruración de algunas Aleaciones del Sistema Fe-Mn-Ti.” Suplemento Enero-Abril, No. 1, 1982.
- 5-** Duffus Scott. A; Belozky, A. V.”Estudio de la Difusión del Nitrógeno en Aleación al Manganeso” Suplemento Enero-Abril, No.1, 1982.
- 6-** Guliaev A. P., Metalografía, tomo II, Editorial Mir Moscú, 1983
- 7-** G. Hinojosa, P. S. Schabes-Retchkiman and J. Oseguera. “High Resolution Electron Microscopy Characterization of Nitrides of Iron and Iron Alloys”, Journal of Materials Engineering and Performance, Volume 7, Issue 3, June 1998, Pages 312-316.
- 8-** http://sisbib.unmsm.edu.pe/BibVirtual/tesis/Ingenie/cordova_vs/contenido.htm
- 9-** <http://www.mineranet.com.ar/acero2.asp>
- 10-** J.Baranowska.”Surface quality of grey cast irons in the context of nitriding and oxygen-sulphur nitriding”. Surface and coating technology. Volumes 100-101, Issues 1-3, March 1998, pages 271-275.
- 11-** Jorochoilov, V. “Teoría y Tecnología del Tratamiento Superficial del Acero.” En su: Nitruración del Acero. Ciencia y Tecnología. Instituto Cubano del Libro, La Habana, 1972.
- 12-** Kumal Sinha, Anil. “Ferrous Physical Metallurgy”. Edición Bullesworth. 1989.
- 13-** Latjin, Yu, Arzamasov; B. “Tratamiento Químico Térmico de los Metales”. En su: Nitruración. Editorial Mir, Moscú, 1985.
- 14-** Latjin, Yu, Arzamasov, D. Kogan. “Nitruración de Aceros”. Editorial Construcción de maquinaria, 1976(En Ruso).
- 15-** Lajtin, Yu. “Engineering Metallurgy Physical”. Moscow, 1960.
- 16-** M. Berg, C. V. Budtz-Jørgensen, H. Reitz, K. O. “On plasma nitriding of steels”, Surface and Coatings Technology, Volume 124, Issue 1, 1 February 2000, pages 25-31.

- 17-** Rodríguez M, L. “Diseño y construcción de los dispositivos para una instalación de nitruración gaseosa”. UCLV, 1999.
- 18-** Sánchez Morales. H.; Codorníu Pujols, D.; González Rodríguez, R. “Estudio Roentgenográfico de la Cinética de los Cambios Estructurales de una Aleación Fe-Ni- Ti-Al Nitrurada a Diferentes.
- 19-** Sánchez Morales. H.; Codorníu Pujols, D.; González Rodríguez, R.; León Burgueras, J. “Influencia de la Nitruración en los Parámetros de la Estructura Fina de Aceros Fe-Ni- Ti, Fe-Ni-Al y Fe-Ni-Ti-Al” Suplemento Julio-Septiembre, No. 3, 1986.
- 20-** V. B. John, Ingeniería de los Materiales, Cuadernos de trabajos, Estados Unidos, 1994