

# Determinación de las condiciones experimentales óptimas de un acero AISI 4140 nitrurado por plasma postdescarga micro-ondas

A. Medina-Flores\*, L. Béjar-Gómez\*\* y C. Maldonado-Zepeda\*

## Resumen

Piezas de acero AISI 4140 fueron nitruradas en un reactor experimental fabricado en el laboratorio. Para determinar los valores de los parámetros ideales de nitruración con los cuáles se obtuvo un mayor espesor, homogeneidad y dureza de la capa nitrurada, se llevaron a cabo una serie de experimentos, a temperaturas por debajo del punto de transformación eutectoide (590 °C). Para determinar el cambio microestructural de las muestras nitruradas, se analizaron, mediante diferentes técnicas de caracterización tales como microscopía óptica (MO), microdureza Vickers y difracción de rayos X (DRX). Los resultados mostraron la formación de una capa compacta y homogénea de 12 µm de espesor formada por los nitruros  $\epsilon\text{-Fe}_{2,3}\text{N}$  y  $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$  sobre la superficie del material. Los resultados de microdureza vickers mostraron un valor máximo de 1.100 Hv sobre la capa nitrurada observándose un perfil de microdureza de la superficie hacia el interior del material.

**Palabras clave** Nitruración. Caracterización. Post-descarga. Eutectoide. Reactor.

## Determination of the experimental optimal conditions of an AISI 4140 steel nitrided by postdischarge micro-waves

## Abstract

AISI 4140 steel pieces were nitrided by an experimental reactor made in laboratory. A series of runs were to carry out to find the correct parameters below the point of transformation eutectoide (590 °C), which a compact, homogeneous and harder nitrided layer was formed on the top of the surface. Several characterizations techniques were used to analyze the microstructural change, such as, optical microscopy (OM), microhardness Vickers, X-Ray diffraction (DRX). The results showed the formation of a compact and homogeneous layer formed by a mixture of  $\epsilon\text{-Fe}_{2,3}\text{N}$  y  $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$  iron nitrides whit an average of 12 µm of thickness. The Vickers results showed a value of 1100 Hv on the top of the surface a concentration profile of microhardness is observed from the top of the surface to the core of the material.

**Keywords** Nitridation. Characterization. Post-discharge. Eutectoide. Reactor.

## 1. INTRODUCCIÓN

Debido a las presiones existentes en los mercados, motivadas por demandas de materiales con mejoras en productividad, rentabilidad, durabilidad, resistencia al desgaste, corrosión, de sistemas mecánicos, se requiere que los materiales que posean estas características sean de bajo costo y de fácil adquisición. Para incrementar las propiedades en la superficie de los materiales, se efectúan diferentes tratamientos superficiales<sup>[1]</sup>. Por lo tanto es neces-

rio que todos los componentes ingenieriles usados en aplicaciones tribológicas tengan una buena resistencia al desgaste, fatiga y corrosión<sup>[2]</sup>. Además, es necesario que posean gran estabilidad dimensional en aplicaciones a altas temperaturas. Por estas razones, las propiedades de los componentes deben ser mejoradas. Los tratamientos de nitruración se han introducido como procesos de mejoramiento de propiedades en hierro y sus aleaciones. La nitruración es un proceso termoquímico que genera un gradiente de concentración de nitrógeno desde la superficie,

(\*) Instituto de Investigaciones Metalúrgicas (IIM). Edificio "U". Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo (UMSNH). Ciudad Universitaria (CU) C.P. 58000. Tel-Fax- (+55)-443-3040747. Morelia, Michoacán. México. [ariosto@jupiter.umich.mx](mailto:ariosto@jupiter.umich.mx), [cmzepeda@zeus.umich.mx](mailto:cmzepeda@zeus.umich.mx)

(\*\*) Facultad de Ingeniería Mecánica. Edificio "W". Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo (UMSNH). Ciudad Universitaria (CU) C.P. 58000. Morelia, Michoacán. México. Ciudad Universitaria. C.P. 58000 [lbgoomez@zeus.umich.mx](mailto:lbgoomez@zeus.umich.mx)

en muestras metálicas. Este gradiente de concentración da como resultado la formación de capas de nitruros, además de una zona de difusión de nitrógeno disuelto intersticialmente en la ferrita<sup>[3]</sup>. Esta configuración produce un mejoramiento notable en las propiedades tribológicas y de fatiga del material.

En la nitruración por post-descarga micro-ondas, las etapas iniciales de la formación y crecimiento de capas de nitruros son más rápidas que para la nitruración realizada por métodos tradicionales. La formación de una capa de nitruros puede llevarse a cabo en el orden de minutos<sup>[4]</sup>.

Durante el tratamiento, el equilibrio termodinámico entre especies neutras, excitadas o disociadas y el sólido, producen cinéticas elevadas de crecimiento de nitruros, las cuáles son mucho más rápidas comparadas con los procesos convencionales<sup>[5-7]</sup>; estas cinéticas están asociadas a una rápida saturación de nitrógeno en la superficie. El crecimiento es por difusión, sin existir interacción de iones en la superficie normalmente asociada a procesos asistidos por plasma<sup>[8-10]</sup>. La independencia de la temperatura de la muestra de la generación de especies reactivas permite un buen control del proceso de nitruración, sin producir daño por dispersión producido en nitruración iónica.

En este trabajo se presentan los principales resultados obtenidos del estudio experimental realizado mediante un nuevo proceso de tratamiento por plasma, el cual podría ser aplicado en el futuro como una opción para mejorar las propiedades mecánicas, desgaste y corrosión de aceros.

## 2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 2.1. Material

Se utilizó un acero comercial AISI 4140, el cual tiene la composición química mostrada en la tabla I. El acero fue maquinado a cuadrados de 2×2×1 cm. Después del maquinado, las piezas fueron sometidas a un tratamiento de normalizado a 840 °C durante 30 min. Previamente, ambas caras fueron

desbastadas en papel abrasivo, en lijas de SiC de diferente granulometría. Posteriormente, se pulieron a espejo usando alúmina de 0,3 y 0,05 μm y se limpiaron en una tina de ultrasonido con acetona, para eliminar impurezas.

### 2.2. Nitruración por plasma post-descarga micro-ondas

Los experimentos se llevaron a cabo en el reactor mostrado esquemáticamente en la figura 1. La tabla II muestra los principales parámetros que se variaron durante el tratamiento, con el objetivo de obtener los valores ideales para la nitruración del acero en estudio. El procedimiento llevado a cabo fue el mismo para todas las condiciones de experimentación, cambiando solamente los valores de nitruración, en cada caso. La distancia de la muestra a la salida de los microondas fue de 75 cm. Los especímenes se introdujeron dentro del horno en un flujo de Ar-H<sub>2</sub> y calentaron a la temperatura de nitruración, a 850 Pa. Cuando la temperatura de nitruración se alcanzó, la mezcla de gas se cambió al valor utilizado para el experimento en cuestión, utilizándose una presión total de 850 Pa durante el tiempo elegido. Al terminar el tratamiento de nitruración las muestras se enfriaron lentamente dentro del reactor, en una atmósfera de argón. Es importante mencionar que para un valor de flujo

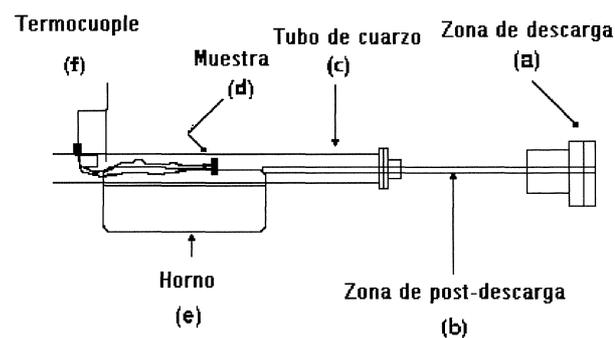


Figura 1. Dibujo esquemático del reactor.

Figure 1. Schematic drawing of the reactor.

Tabla I. Composición química del acero AISI 4140, % en masa

Table I. Chemical composition of the AISI 4140 steel, mass %

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni
Composición	0,412	0,665	0,23	0,015	0,014	1,15	0,15	0,50

**Tabla II.** Parámetros importantes cambiados durante la nitruración con postdescarga micro-ondas

*Table II. Main parameters changed during the postdischarge microwave nitriding*

Flujo de gases (cm <sup>3</sup> )	Tiempo de permanencia (min)	Temperatura de tratamiento (°C)
20-20-100	5	500
40-40-100	15	540
60-60-100	30	580

de gases utilizado, se experimentó con cada uno de los tiempos de permanencia y con cada una de las temperaturas de nitruración, realizándose más de 70 experimentos, contando los de reproducibilidad.

### 2.3. Descripción del reactor

El reactor utilizado en la nitruración se muestra esquemáticamente en la figura 1. Una descripción detallada del equipo experimental se presentó en un trabajo anterior<sup>[8]</sup>.

La figura 1 muestra el dibujo esquemático del reactor, el cual puede ser dividido, principalmente, en 3 secciones:

- La primera, permite la generación de las especies activas (es la estructura del microondas), inciso (a) de la figura 1.
- La segunda parte permite el transporte de las especies hacia el reactor que contiene las piezas a nitrurar (zona de circulación), incisos (b) y (c) de la figura 1.
- La tercera parte, es el sistema de calentamiento, que es independiente de la generación de las especies activas, inciso (e) de la figura 1.

## 3. ANÁLISIS DE LA MICROESTRUCTURA Y SUPERFICIE DE LAS MUESTRAS NITRURADAS

### 3.1. Difracción de rayos-X (DRX)

Después del tratamiento de nitruración, las muestras fueron sometidas a un análisis mediante difracción de rayos X en un Difractómetro 5100 marca Siemens con un ánodo de  $K\alpha\text{Cu}^+$  1,54 Å. con la finalidad de identificar las fases cristalinas formadas. Para el análisis por DRX, las muestras no sufrieron ninguna preparación especial, no se pulió, ni se lijó ninguna cara o superficie de mate-

rial nitrurado, las muestras se analizaron tal y como salieron del tratamiento de nitruración.

### 3.2. Microscopia óptica (MO)

Para el análisis mediante microscopia óptica se realizaron cortes transversales de las muestras nitruradas, con una cortadora de disco de diamante; posteriormente, se lijaron en papel abrasivo de SiC de diferente granulometría y finalmente se pulieron a espejo con alúmina de 0,03  $\mu\text{m}$ . Para revelar la microestructura las muestras fueron atacadas con nital al 2 %.

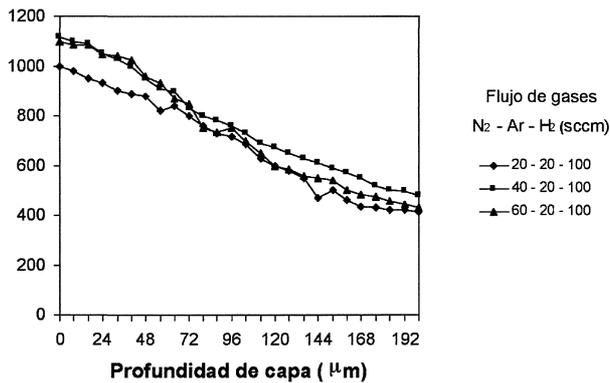
Las muestras nitruradas, se analizaron mediante un microscopio óptico marca Versamet, en campo claro, con la finalidad de identificar visualmente los cambios sufridos en la microestructura por el tratamiento de nitruración y correlacionar la información obtenida mediante difracción de rayos-X.

### 3.3. Microdureza Vickers (Hv)

Los análisis se realizaron mediante un microdurómetro Shimadzu tipo M con penetrador Vickers, las cargas empleadas fueron de 100 g, con un tiempo de aplicación de 15 s, de acuerdo a lo especificado por la norma ASTM E-384<sup>[11]</sup>. Los análisis se realizaron desde la superficie hasta una profundidad de 200  $\mu\text{m}$ , para todos los experimentos realizados.

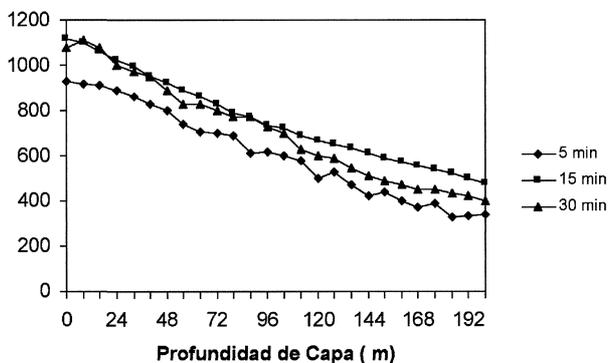
## 4. RESULTADOS

Uno de los objetivos de este trabajo fue determinar los valores experimentales ideales de los parámetros involucrados durante el tratamiento de nitruración. Como resultado de la experimentación llevada a cabo, se obtuvieron gráficas correlacionando la microdureza, vs profundidad de capa, involucrando, el flujo de gases, tiempo de tratamiento y temperatura de nitruración. La figura 2 muestra la relación entre microdureza y profundidad de capa al variar el flujo de gases, obtenido a una temperatura de nitruración de 540 °C. En la figura 3, se obtuvo la misma relación de microdureza y profundidad de capa nitrurada con un valor de flujo de gases de 40-20-100 sccc de  $\text{N}_2\text{-Ar-H}_2$ , respectivamente, variando el tiempo de nitruración y la figura 4 se obtuvo a diferentes temperaturas de nitruración, con un tiempo de tratamiento de 15 min. En las tres gráficas es posible observar un perfil de microdureza desde la superficie hacia



**Figura 2.** Perfil de microdureza vs. profundidad de capa obtenida a 540 °C.

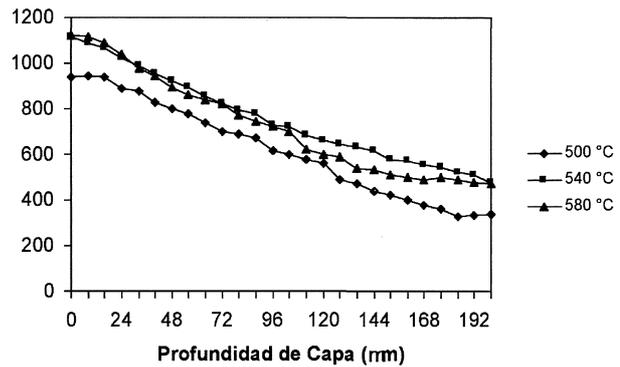
Figure 2. Microhardness vs layer deep profile obtained 540 °C.



**Figura 3.** Microdureza vs profundidad de capa obtenida con un flujo de gases de 40-20-100 cm<sup>3</sup> de N<sub>2</sub>-Ar-H<sub>2</sub>, respectivamente.

Figure 3. Microhardness vs layer deep profile obtained with a flow of gases of 40-20-100 cm<sup>3</sup> of N<sub>2</sub>-Ar-H<sub>2</sub> respectively.

el interior del material, determinándose que con un valor de flujo de gases de 40-20-100 sccc de



**Figura 4.** Microdureza vs profundidad de capa obtenida con un tiempo de tratamiento de 15 min.

Figure 4. Microhardness vs layer deep profile obtained with 15 min of treatment.

N<sub>2</sub>-Ar-H<sub>2</sub> respectivamente, 15 min de tratamiento y una temperatura de 540 °C, se obtuvieron los más altos valores de microdureza y el perfil de la curva es mas atenuado, que para las demás condiciones.

De acuerdo a los resultados mostrados anteriormente en las gráficas 2-4, se determinaron los valores ideales de nitruración, los cuales se muestran en la tabla III.

#### 4.1. Análisis de la microestructura

##### 4.1.1. Difracción de rayos-X

La figura 5 muestra los resultados obtenidos mediante el análisis por difracción de rayos X, nitrurado con los valores ideales de nitruración. En esta imagen se observa claramente la presencia de las fases ε-Fe<sub>3</sub>N y γ'-Fe<sub>4</sub>N, las cuales se formaron

**Tabla III.** Valores ideales de los tratamientos de nitruración por post-descarga micro-ondas

Table III. Optimal values of the post-discharge micro-wave nitriding treatment

Tratamiento de Nitruración (°C)	540
Tratamiento (min)	15
Presión Total (Pa)	850
Mezcla de tratamiento de N <sub>2</sub> -Ar-H <sub>2</sub> (cm <sup>3</sup> )	40-20-100
Mezcla de calentamiento de Ar-H <sub>2</sub> (cm <sup>3</sup> )	20-100
Flujo de la mezcla (cm <sup>3</sup> )	290
Potencia aplicada (W)	125
Potencia reflejada (W)	40
Distancia del área de descarga a la muestra (cm)	73
Posición de la muestra de la salida al tubo de descarga (cm)	10
Enfriamiento de la muestra	Dentro del horno

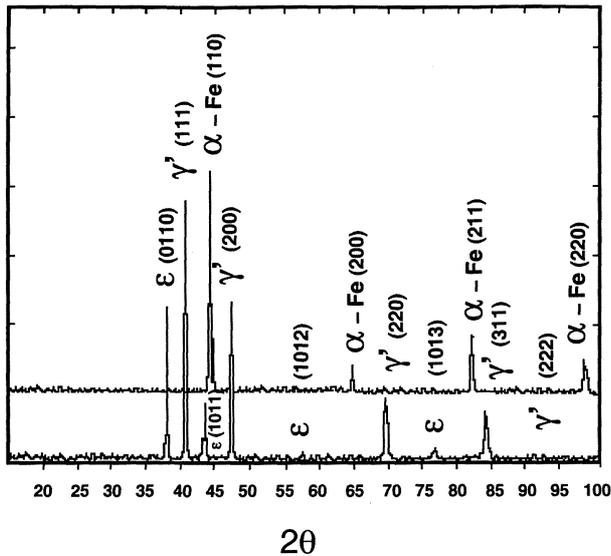


Figura 5. Difractograma de Rayos-X ( $K\alpha$  Cu=1,54Å), de la muestra nitrurada y de llegada.

Figure 5. X-Ray Diffractogram ( $K\alpha$  Cu=1.54Å), of the nitrated and untreated sample.

después del tratamiento de nitruración, mientras que para la muestra original solamente se observan los picos correspondientes al  $\alpha$ -Fe. La intensidad de la emisión difractada correspondientes a los precipitados  $\gamma'$  (111),  $\gamma'$  (200) y  $\epsilon$  (001), es la mayor.

En la figura no se observa la formación de algún nitruro formado con los elementos de aleación tales como CrN o NiN, que pudieron haberse formado durante el enfriamiento de la muestra, lo que pudo ser debido a la baja concentración de estos elementos en el acero.

#### 4.1.2. Microscopía óptica

La figura 6 muestra una imagen de una sección transversal de la muestra nitrurada en condiciones ideales de nitruración y enfriada lentamente dentro del reactor. La capa nitrurada es uniforme y compacta, compuesta por los nitruros  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N y  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N y tiene, en promedio, 12  $\mu$ m de espesor. No se observan regiones con islas de material no nitrurado, donde estas regiones representen puntos débiles sobre la capa nitrurada. En la zona de difusión ocurren diversas reacciones debido a la difusión de nitrógeno: precipitación de nitruros, saturación de la red de hierro, tensiones residuales, redistribución del carbono<sup>[12]</sup>. La capa compacta superficial se formó a través de la nucleación y crecimiento de  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N y  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N y el análisis por difracción de rayos-x confirma la presencia de estas fases.

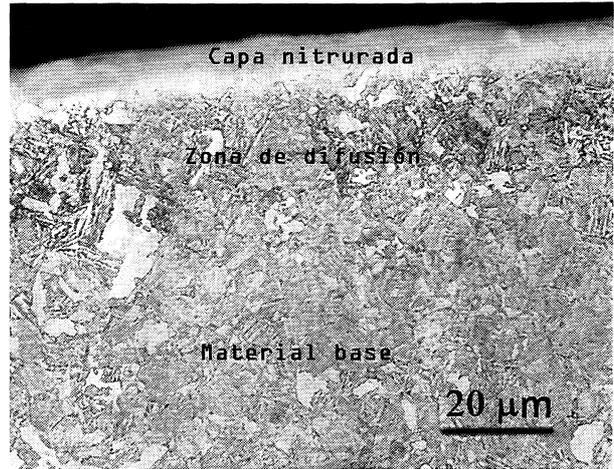


Figura 6. Sección transversal de una muestra nitrurada obtenida mediante microscopía óptica.

Figure 6. Optical micrograph of the cross section of the nitrated sample.

## 5. DISCUSIÓN

La nitruración por plasma post-descarga se realiza en cuestión de minutos (5 –15 min); las especies excitadas reaccionan químicamente con el sustrato, por lo que solo es necesario calentar la muestra a una temperatura adecuada para la nitruración; el calentamiento del sólido es independiente de la generación del plasma. Con este proceso de nitruración se obtienen concentraciones muy altas de nitrógeno atómico (N,  $10^{15}$  cm<sup>3</sup>)<sup>[13]</sup> y una gran población de moléculas de N<sub>2</sub> excitadas ( $10^{14}$  cm<sup>-3</sup>)<sup>[13]</sup> sobre la superficie de la pieza; si la concentración de nitrógeno está dentro del valor para la formación del nitruro Fe<sub>2,3</sub>N, este, inicia su formación con un perfil que va desde la superficie al centro de la pieza, seguido por el gradiente de concentración correspondiente a la formación de la fase Fe<sub>4</sub>N y, después, un gradiente de concentración en la zona de difusión. Los gradientes de concentración originan la formación de capas compactas de los nitruros Fe<sub>2,3</sub>N y Fe<sub>4</sub>N, los cuales son responsables del mejoramiento en propiedades mecánicas y tribológicas del material. Lo cual fue observado en las gráficas de la 2 a la 4.

## 6. CONCLUSIONES

- Una capa nitrurada, bien definida, con un espesor de 12  $\mu$ m, se formó sobre superficie del material, mediante el tratamiento con post-descarga microondas.
- Los resultados de Difracción de Rayos X, mostraron la formación de una capa nitrurada con

- una mezcla de  $\gamma'$ -(Fe<sub>4</sub>N) y  $\epsilon$ -(Fe<sub>3</sub>N) formada sobre la superficie del acero, la cual es responsable de un incremento en la dureza.
- Se observó un incremento de  $\approx 290$  % de la microdureza al nitrurar el acero por postdescarga microondas con respecto al acero original, observándose un perfil de microdureza de la superficie hacia el interior del material.
  - Los parámetros óptimos para la nitruración fueron: 15 min de tratamiento, temperatura de 540 °C y una mezcla de gases de N<sub>2</sub>-Ar-H<sub>2</sub> (40-0,20-100 Ncm<sup>3</sup>/min), respectivamente.

## REFERENCIAS

- [1] B. PODGORNİK, J. VIZINTIN, O. WANSTRAND, M. LARSON. S. HORMARK, H. RONKAINEN Y K. HOLMBERG. *Tribological Properties of Plasma Nitrided and Hard Coated AISI 410 Steel*. Elsevier Wear 249 (2001) 254-259.
- [2] K.H. JACK, *Proc. Roy. Soc. A* 208 (1951) 206 y 216-223.
- [3] S.D. CHYOU Y H.C. SHIH. *Steel Corros. Sci.* 31 (1998).
- [4] M. PALACIOS, O. SALAS Y J. OSEGUERA, *Proc. 2<sup>nd</sup> Int. Conf. Carburizing and Nitriding with Atmospheres*. Heat Treating Society. ASM, (1995), Cleveland Ohio, USA, pp. 345-346.
- [5] J. OSEGUERA, O. SALAS Y U. FIGUEROA, *Surf. Coat. Technol.* 94-95 (1997) 587-591.
- [6] H.C.F. ROZENDAL, E. J. MITTEMEIJER, P. F. COLIJN Y P. J. VAN DER SCHAAF. *Metall. Trans.* 14 A (1983) 395-399.
- [7] A. RICARD, J. E. OEGUERA-PEÑA, L. FALK, H. MICKEL Y GANTOIS. *IEEE Trans. Plasma Sci.* 18 (1990) 6 y 940-944.
- [8] T. BELMONTE, T. CZERWIEC Y H. MICHEL. *Surf. Coat. Technol.* 306 (2001) 142-144.
- [9] O. SALAS, U. FIGUEROA, J. L. BERNAL Y J. OSEGUERA. *Surf. Coat. Technol.* 339 (2003) 163-166.
- [10] A. RICARD, M. GAILLARD, V. MONNA, A. VESEL Y M. MOZETIC. *Surf. Coat. Technol.* 333 (2001) 142-144.
- [11] *ASTM Standard test methods for microhardness of materials*. E-384 (1980) 559-564.
- [12] T. BELL Y Y. SUN. *Surf. Eng.* 6 (1990) 133-139.
- [13] M. GANTOIS. *Int. Seminar Plasma Heat Treatment Science and Technology*, 15 (1987) 490-503.