

2015

*E.T.S. INGENIERÍA INDUSTRIAL Y
TELECOMUNICACIÓN*

***COMPARACIÓN Y
CARACTERIZACIÓN DE
PROCESOS INDUSTRIALES
DE NITRURACIÓN EN
DIFERENTES ACEROS Y
ESTUDIO DE
DEFORMACIONES EN
PIEZAS CON GEOMETRÍAS
CRÍTICAS***

**MÁSTER EN INGENIERÍA DE MATERIALES Y
FABRICACIÓN**

TRABAJO FIN DE MÁSTER



Autor: DANIEL CANAL QUESADA
Directores: Dr. JOSÉ ANTONIO GARCÍA LORENTE,
Dr. RAFAEL RODRÍGUEZ TRÍAS, D. MIGUEL AYALA MARTÍNEZ
Pamplona, 24/06/2015



AGRADECIMIENTOS

Deseo transmitir mi más sincero agradecimiento al promotor de este Trabajo Fin de Máster, la empresa Vacío Termoquímica de Navarra, S.L., y en especial al director técnico de la misma, Miguel Ayala, por haberme brindado la oportunidad de realizar este estudio, que plasma en una aplicación práctica los conocimientos adquiridos durante la realización del Máster en Ingeniería de Materiales y Fabricación. Su total disposición y colaboración, así como su consejo y experiencia, han sido el elemento motor fundamental para el desarrollo de este trabajo. Sin ellos, y sin su aportación de recursos, hubiese sido imposible la realización de una investigación como la que este documento refleja. Hago extensivo el agradecimiento al resto del personal de la empresa.

Por supuesto, es mi deber señalar mi gratitud al director y al codirector de este TFM, Dr. José Antonio García Lorente y Dr. Rafael Rodríguez Trías, que han sido mis guías y referentes para la consecución del trabajo reflejado en este escrito. Pueden estar seguros que su predisposición, y su pasión por la ingeniería de materiales, han dejado huella.

He de reconocer ampliamente también la colaboración del Dr. Carlos García Berlanga que me abrió las puertas del Laboratorio de Ingeniería de Materiales de la E.T.S.I.I.T. y del Dr. Iñaki Puertas Arbizu. Los consejos y conocimientos de ambos han sido parte clave en la elaboración del trabajo.

Hacer extensivo este agradecimiento a todo el profesorado del Máster de Ingeniería de Materiales y de Fabricación y a la Fundación Universidad-Sociedad de la Universidad Pública de Navarra.

Finalmente, dedicar este trabajo en memoria de mi padre, y a Cristina Miquel, a mi madre y a mis hermanas, cuyo abnegado apoyo es mi seguro de vida.

RESUMEN

Los tratamientos de nitruración se consideran preceptivos para aceros de alta aleación. Sin embargo, es práctica común la aplicación en aceros de baja aleación. Por otro lado, existen discrepancias en cuanto a las deformaciones producidas en piezas por dichos procesos.

Atendiendo a lo anterior, el trabajo constó de dos partes experimentales diferenciadas.

La primera parte del estudio consistió en una comparación de los efectos de tres procesos de nitruración industriales (baño de sales, gaseosa y por plasma) en las características de cuatro aceros: un acero al carbono; un acero de temple y revenido; un acero de herramientas; y un acero inoxidable.

En todos los casos se realizó perfil de microdurezas y estudio metalográfico, con el fin de caracterizar las capas nitruradas.

Las fases y durezas máximas obtenidas fueron las esperables para cada tipo de acero. En la estimación de la capa efectiva, se halló un cambio muy significativo de un proceso a otro.

La segunda parte consistió en la estimación de las deformaciones producidas en tres tipos de piezas de geometrías críticas tras someterlas a los dos procesos de nitruración clásicos. Piezas fabricadas en dos tipos de acero, en tres estados estructurales diferentes.

Se realizaron medidas de las dimensiones críticas, antes y después del tratamiento.

Los resultados obtenidos mostraron que los procesos de nitruración provocan deformaciones de gran variabilidad en función del tipo de pieza, material, estado inicial y, sobre todo, proceso de nitruración. Las distorsiones alcanzaron hasta los 0,1 mm. La nitruración gaseosa provocó las más significativas.

PALABRAS CLAVE: nitrocarburation, nitruración gaseosa, nitruración plasma, aceros diferente aleación, microdureza, microestructura, deformaciones piezas.

ABSTRACT

Nitriding treatments are considered mandatory for high alloy steels. However, their application is a common industrial practice in lower alloyed steels.

On the other hand, there are arguments about the rate of distortion that is generated in parts treated by such processes.

The first part of the study is a comparison among three industrial nitriding processes (salt bath, gas and plasma) through their effects on the features of four types of steel: a carbon steel (C45E); a tempering steel (42CrMo4); a tool steel (X40CrMoV5-1); and a stainless steel (X20Cr13).

In all cases, a microhardness profile and a metallographic study were performed in order to identify characteristic phases and estimate values of the effective layer. The maximum values of hardness obtained were as expected for each type of steel. During estimation of the effective layer, a significant difference among processes was found out.

The second part of the study was made to estimate distortion within three types of parts after suffering two sorts of nitriding processes. Those were made of two kinds of steel (C45E and 42CrMo4), which were initially in three different structural states.

Critical dimension measuring was made before and after treatment. Common measuring instruments, which are available in an industrial plant, were used.

The results showed that nitriding processes cause highly variable deformation depending on the type of workpiece, material, initial state and, especially, the nitriding process. Distortion reached up to 0.1 mm. Gas nitriding caused the most significant strain.

KEYWORDS: nitrocarburizing, gas nitriding, plasma nitriding, different steels, microhardness, microstructure, distortion of parts.

Índice

0. ORIGEN DEL TRABAJO FIN DE MÁSTER. VACÍO TERMOQUÍMICA DE NAVARRA, S.L.	10
1. INTRODUCCIÓN	14
1.1. EXPOSICIÓN DE MOTIVOS	14
1.2. OBJETIVOS	15
1.3. DESCRIPCIÓN DEL TRABAJO	15
2. TRATAMIENTO TERMOQUÍMICO DE NITRURACIÓN. ANTECEDENTES Y ESTADO DEL ARTE	18
2.1. BREVE INTRODUCCIÓN HISTÓRICA	18
2.2. LA NITRURACIÓN	19
2.2.1. PRINCIPIOS BÁSICOS	19
2.2.2. PROPIEDADES DE LAS PIEZAS NITRURADAS	24
2.2.3. OTROS ASPECTOS GENERALES DEL PROCESO	26
2.2.4. ACEROS PARA NITRURACIÓN	27
2.3. TIPOS DE NITRURACIÓN. TECNOLOGÍAS	28
2.3.1. NITRURACIÓN GASEOSA	28
2.3.2. NITRURACIÓN Y NITROCARBURACIÓN EN BAÑO DE SALES	33
2.3.3. NITRURACIÓN POR PLASMA	38
2.4. NITRURACIÓN ACEROS ESTUDIADOS. ESTADO DEL ARTE	44
2.4.1. ACERO AL CARBONO C45E	44
2.4.2. ACERO BAJA ALEACIÓN 42CrMo4	57
2.4.3. ACERO ALEADO X40CrMoV5-1	77
2.4.4. ACERO INOXIDABLE MARTENSÍTICO X20Cr13	90
2.5. DISTORSIONES POR NITRURACIÓN. ESTADO DEL ARTE	96
2.5.1. DEFINICIÓN. INFLUENCIA DEL PROCESO DE FABRICACIÓN	96
2.5.2. ESTADO DEL ARTE	97
2.5.3. CONCLUSIONES	100
3. DESARROLLO TRABAJO DE INVESTIGACIÓN ESPECÍFICO	102
3.1. PLANIFICACIÓN DEL PROCESO DE INVESTIGACIÓN	102
3.2. INSTALACIONES INDUSTRIALES EMPLEADAS	102
4. FASE 1 ESTUDIO EXPERIMENTAL	108
4.1. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL. FASE 1	108
4.1.1. CONSIDERACIONES PREVIAS	108
4.1.2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	108
4.2. CONDICIONES ESPECÍFICAS. FASE 1	117
4.2.1. MATERIALES Y MUESTRAS	117
4.2.2. CONDICIONES DE LOS TRATAMIENTOS	120
4.3. RESULTADOS PROCESO EXPERIMENTAL FASE 1. DISCUSIÓN	123
4.3.1. ACERO AL CARBONO C45E	123
4.3.2. ACERO BAJA ALEACIÓN 42CrMo4	129
4.3.3. ACERO ALEADO X40CrMoV5-1	134
4.3.4. ACERO INOXIDABLE MARTENSÍTICO X20Cr13	139
4.3.5. COMPARATIVA GLOBAL ACEROS/PROCESOS	144
4.3.6. ECUACIONES EMPÍRICAS DESCRIPCIÓN DE PROCESOS	146
4.4. CONCLUSIONES FASE 1	150

5.	FASE 2 ESTUDIO EXPERIMENTAL.....	154
5.1.	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL. FASE 2.	154
5.1.1.	CONSIDERACIONES PREVIAS.	154
5.1.2.	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.	155
5.2.	CONDICIONES ESPECÍFICAS. FASE 2.	165
5.2.1.	TIPO DE PIEZAS Y MATERIALES ESTUDIADOS.....	165
5.2.2.	CONDICIONES PROCESO FABRICACIÓN Y NITRURACIÓN.	171
5.3.	RESULTADOS PROCESO EXPERIMENTAL FASE 2. DISCUSIÓN.....	173
5.3.1.	RESULTADOS DE PROCESO DE MEDICIÓN.....	173
5.3.2.	ESTIMACIÓN DE DISTORSIONES. DISCUSIÓN INICIAL.....	173
5.3.3.	ESTIMACIÓN DE FACTORES SIGNIFICATIVOS EN LA DISTORSIÓN. DISEÑO DE EXPERIMENTOS	188
5.4.	CONCLUSIONES FASE 2.	196
6.	CONCLUSIONES GENERALES.	198
7.	TRABAJOS FUTUROS.	200
8.	BIBLIOGRAFÍA Y REFERENCIAS.	201
9.	LISTADOS DE FIGURAS Y TABLAS.	204
A.	APÉNDICES PRINCIPALES.	213
A.1.	ESTUDIO SISTEMÁTICO PROCESOS NITRURACIÓN FASE 1.	214
A.2.	PROCESO DE FABRICACIÓN Y NITRURACIÓN PIEZAS FASE 2.	282
A.3.	RESUMEN RESULTADOS PROCESO DE MEDICIÓN FASE 2.	289
A.4.	RESUMEN CÁLCULOS DISTORSIONES FASE 2.	293
A.5.	COMPARATIVA DOE ESTADO ESTRUCTURAL FASE 2.	298
B.	APÉNDICES COMPLEMENTARIOS.	302

0. ORIGEN DEL TRABAJO FIN DE MÁSTER. VACÍO TERMOQUÍMICA DE NAVARRA, S.L.

Este trabajo fin de máster fue promovido por la empresa de referencia en Navarra del sector del tratamiento térmico y tratamientos termoquímicos, Vacío Termoquímica de Navarra, S.L. Dicha empresa tuvo parte fundamental en la concepción y planificación del mismo, así como puso a disposición del autor los recursos materiales e intelectuales necesarios para su ejecución.

La colaboración entre empresa y autor fue articulada mediante un convenio de prácticas establecido a través de la Fundación Universidad-Sociedad de la Universidad Pública de Navarra.

0.1. VACÍO TERMOQUÍMICA DE NAVARRA, S.L.(VTN)



Con más de 35 años de experiencia, Vacío y Termoquímica de Navarra es una empresa líder en los distintos tratamientos térmicos del acero. Su ventaja competitiva radica en la calidad, flexibilidad y rapidez de sus servicios de tratamientos térmicos y termoquímicos, con una orientación total a los requerimientos del cliente.

Desde 2004 pertenece al Grupo Riza, sólido grupo industrial guipuzcoano dedicado a la forja, calderería industrial y tratamiento térmico proporcionando a VTN estabilidad societaria, y relevantes medios técnicos de apoyo.

La empresa tiene sus instalaciones sitas en el Polígono Industrial El Soto en Berrioplano, Navarra.

Procesos/Productos, y tecnologías de VTN

La actividad de VTN comprende la realización de un amplio rango de tratamientos térmicos y tratamientos termoquímicos de toda clase de piezas fabricadas en acero.

Tratamientos térmicos:

- Templado y revenido. Dispone de diversas líneas de producción adaptables al tipo de acero, pieza, exigencias del cliente, y que utilizan hornos de pote, transfer y continuos.
- Temple en vacío. Muy enfocada a garantizar la calidad superficial de aceros de herramientas. Instalación con enfriamiento en medio inerte controlado.
- Temple por inducción.
- Normalizado.
- Recocido: de regeneración, globular, subcrítico e isotérmico.
- Estabilizado. Tratamiento térmico de eliminación de tensiones.

Tratamientos termoquímicos:

- Instalación Tenifer+QPQ. Proceso de nitrocarburoación en baño de sales con posibilidad adicional de proceso de postoxidación, que confiere a las piezas tratadas una resistencia a la corrosión superior a la ya de por sí mejorada por el proceso de nitrocarburoación.
- Nitruración Gaseosa.
- Cementación. Dispone de líneas de hornos de cementación automáticos con control preciso de los parámetros de proceso.
- Carbonitruración.



Fig 0.1-1. Ejemplos de piezas nitruradas em VTN

Tratamientos auxiliares:

- Pavonado. Oxidación controlada de la superficie del acero mediante inmersión en baño salino. Su objeto es fundamentalmente estético y proporcionar propiedades antioxidantes a la superficie.
- Aceitado negro. Ennegrecimiento de las piezas de acero con fines estéticos mediante un calentamiento a temperaturas moderadas y enfriamiento en aceites especiales.
- Granallado. Instalaciones de limpieza superficial del acero mediante impacto abrasivo de diferentes materiales en función del tipo de pieza.

Mercado e implantación de VTN.

VTN es una empresa de fuerte implantación regional, con mercado nacional, pero de forma preferente en Navarra, País Vasco, La Rioja y Aragón.

Su actividad proporciona servicio a un amplio rango de actividades y tamaño de empresa, alcanzando los 400 clientes diferentes al año, de los cuales, unos 250, son clientes habituales.

Los clientes más importantes y habituales son empresas cuya actividad cubre un amplio rango de sectores industriales. Conviene recordar que, en esencia, los tratamientos térmicos son la piedra angular en la que se sustenta la industria relacionada con el acero.

Se tratan tanto de empresas principales como auxiliares de los siguientes sectores:

- Máquina-herramienta.
- Automoción
- Ferrocarril.
- Fabricación de maquinaria de elevación.
- Eólico.
- Matricería-estampación.
- Fabricación de herramienta manual.

Motivación de VTN para la promoción del TFM.

Para VTN el tratamiento de Nitruración es el tercer producto en volumen de producción, siendo un 13% de la facturación total y, según la prospección en el mercado, han detectado que sus clientes tienen un gran desconocimiento del mismo. Motivados por dar soluciones a dicha necesidad, deseaban desarrollar un proyecto de investigación para que sirva como elemento de divulgación, formación y concienciación de las diferencias que existen entre los distintos productos dentro de la familia de las nitruraciones; así como de los efectos negativos, en cuanto a deformación final de las piezas, que tienen las tensiones inducidas en las mismas en el proceso de fabricación, previo a la nitruración.

VTN y la I+D.

VTN apuesta de forma decidida por la I+D, la divulgación y la colaboración con la Universidad, no sólo a través de este TFM, si no a través del desarrollo actual de proyectos de investigación con centros tecnológicos relevantes, y con acogimiento de otros estudiantes universitarios para el desarrollo de proyectos fin de Grado y prácticas curriculares.

Es un claro ejemplo de que la I+D es posible en la pequeña y mediana empresa como apuesta de la consecución de ventajas competitivas.

1. INTRODUCCIÓN.

1.1. EXPOSICIÓN DE MOTIVOS.

Los tratamientos termoquímicos de nitruración son ampliamente utilizados en la industria de tratamiento superficial para la mejora de las propiedades mecánicas (dureza, resistencia al desgaste, resistencia a la fatiga) y, en algunos casos, para la mejora de la resistencia a la corrosión, de la capa más exterior de piezas fabricadas en acero (y también en aleaciones de titanio) utilizadas en un amplio rango de aplicaciones.

En la bibliografía de referencia se considera como aceros preceptivos, para someterlos a estos tratamientos, a los aceros aleados cromo-aluminio-molibdeno, cromo-molibdeno-vanadio y cromo-molibdeno, aunque, desde la introducción de la técnica de nitruración por plasma, se ha venido considerando también, limitados como preceptivos para este tipo de nitruración, a los aceros inoxidables austeníticos.

En la práctica industrial, en cambio, es habitual la aplicación de tratamientos de nitruración a aceros diferentes de los ya mencionados, aceros de baja aleación e incluso al carbono, con el objetivo de la mejora de sus propiedades mecánicas superficiales. De hecho, el volumen de producción de la empresa promotora de este TFM, se distribuye fundamentalmente en el tratamiento de estos tipos de acero. En proporción relativa, el volumen de producción se distribuye, aproximadamente, en 60% de C45E (acero al carbono), 30% 42CrMo4 (acero baja aleación), 8% X40CrMoV5-1 (acero herramientas/media aleación) y 2% X20Cr13 (acero inoxidable).

Cabe señalar que las referencias bibliográficas a estudios científicos sobre los mecanismos y efectos de estos tratamientos termoquímicos pueden contarse por centenares. Sin embargo, en su inmensa mayoría se trata de estudios realizados en condiciones de laboratorio y, en muchos casos, limitados a determinados tipos de acero, y en un número bastante reducido para los aceros de baja o nula aleación.

Por otro lado, sobre un aspecto fundamental desde un punto de vista práctico, aparece poca información y un limitado número de referencias de investigación. Se trata de las distorsiones dimensionales macroscópicas producidas, por dichos tratamientos de nitruración, sobre piezas reales. Aunque es relativamente amplio el estudio científico realizado sobre las causas originarias de dichas deformaciones, las tensiones residuales, y su relación con los procesos de nitruración, no se puede decir lo mismo sobre los efectos finales producidos. Teniendo en cuenta que el tratamiento de nitruración es considerado amplia y erróneamente, en la práctica industrial, como un proceso de acabado o cuasiacabado, los cambios dimensionales producidos podrían llegar a tener una importancia práctica relevante en la manufactura de las piezas. Dicho lo anterior en el sentido de no poderse garantizar el cumplimiento de las tolerancias dimensionales al final del proceso de fabricación.

Relacionado con esto último, se presenta el segundo motivo de realización de este TFM: el deseo de acotar las potenciales distorsiones producidas en el propio proceso de nitruración ante posibles reclamaciones de clientes. Hay que tener en cuenta que, VTN, recibe las piezas sin conocimiento alguno del proceso de fabricación previo, cuya influencia en las deformaciones finales es capital.

1.2. OBJETIVOS.

Este trabajo tuvo dos objetivos, que se tradujeron en dos fases de estudio que se describen someramente en el apartado siguiente.

El primer objetivo fue el estudio de los efectos de tres procesos industriales de nitruración reales sobre cuatro aceros de aleación significativamente diferente, con el fin de cualificar dichos procesos, compararlos entre sí, y compararlos con los resultados obtenidos en las investigaciones y/o bibliografía utilizadas como referencia. Se deseaba realizar una comparativa que cubriese un rango amplio de composiciones de acero que permitiesen visualizar el comportamiento de los distintos procesos de nitruración y servir como estimación, al menos cualitativa, del comportamiento de otros tipos de acero.

El segundo objetivo fue el estudio y estimación de las distorsiones producidas en tres tipos piezas de geometrías sencillas, pero consideradas críticas, presentes en infinidad de aplicaciones prácticas reales, sometidas a dos procesos de nitruración. El fin era valorar cuantitativamente las mismas, cualificar si pueden suponer un problema significativo en el proceso de fabricación, e intentar obtener conclusiones sobre la influencia de las condiciones de diseño y proceso en el valor de dichas deformaciones.

1.3. DESCRIPCIÓN DEL TRABAJO.

El desarrollo de los dos objetivos descritos se traduce en la realización de un trabajo experimental desarrollado en dos fases.

Fase 1

En esta fase se propuso someter a probetas de iguales características geométricas (cilíndricas ϕ 30 mmx50 mm) de cuatro diferentes tipos de acero de uso común industrial (un acero al carbono, un acero de baja aleación, un acero aleado y un acero inoxidable martensítico) a tres procesos de nitruración reales diferentes (nitrocarburo en baño de sales, nitruración gaseosa, nitruración por plasma) en condiciones nominales de funcionamiento; y, para el caso de dos aceros (acero al carbono y acero aleado), a ciclos de nitruración prolongados. El estado microestructural con el que se fabricaron las probetas, y en el cual se encontraban los diferentes aceros al someterlos a los procesos de nitruración, fue el habitual en el cual se mecaniza cada tipo de acero.

Los aceros a estudiar fueron los siguientes:

Acero	Norma	Equivalencias principales	Estructura inicial
C45E 1.1191 Carbono	EN 10083-1	F-114 /F-1140 (UNE) CK 45 (DIN) 1045 (AISI/SAE)	Ferrítico/perlítica
42CrMo4 1.7225 Baja aleación	EN 10083-1	F-125 /F-1252 (UNE) 4140 (AISI/SAE)	Martensita revenida (Rm=1000 MPa)
X40CrMoV5-1 1.2344 Aleado	UNE EN ISO 4957 (1999) Tool steels (ISO 4957:1999)	F-5318 (UNE) X40CrMoV5-1 (DIN) H13 (AISI/SAE)	Martensita revenida (45 HRC)
X20Cr13 INOX Martensítico	EN 10088-3	420 (AISI/SAE) 1.4021 (W.nr) X20Cr13 (DIN)	Martensítica revenida

Tabla 1.3-1. Resumen aceros sometidos a estudio (resaltado y en negrita la denominación común en España)

El proceso experimental, al cual se sometieron todas las probetas para el análisis comparativo, consistió en:

- Estudio metalográfico clásico con microscopía óptica de todas las probetas, para la observación de las diferentes fases resultantes en la capa externa de las mismas y confirmación de la microestructura del núcleo. Estimación del tipo de capas de nitruración obtenidas.
- Realización de ensayos de microdureza Vickers, para la determinación de perfiles de la misma en su capa superficial y obtención de la dureza del núcleo.
- En función de los anteriores, identificación de la capa de compuestos (blanca), capa efectiva de nitruración.

El total de probetas estudiadas fueron veintidós, incluyendo probetas de cada acero, no sometidas a ningún proceso de nitruración, a modo de probetas de control.

Fase 2

En esta fase se evaluaron las deformaciones dimensionales producidas por este tipo de tratamientos en piezas, o elementos geométricos de las mismas, con formas consideradas críticas por la experiencia de VTN (a saber: anillo, piezas con defectos de masa importantes respecto de su geometría y taladros) con el fin de comparar con las deformaciones propuestas por la bibliografía.

Se fabricaron por mecanizado tres tipos de piezas; en dos tipos de acero diferentes (al carbono y acero de baja aleación); con tres tipos de microestructura diferentes (ferrítica/perlítica; martensítica; y ambas estabilizadas térmicamente); sometiendo a cada tipo de configuración a dos procesos de nitruración distintos (nitrocarburo en baño de sales y gaseosa). Dado que el interés del estudio radicaba en determinar las deformaciones en procesos de fabricación estándar, las piezas se fabricaron con los métodos y parámetros de mecanizado que se utilizarían en un proceso común.

El proceso experimental consistió en la verificación de las dimensiones críticas de cada elemento geométrico, antes y después de los tratamientos termoquímicos. Los datos obtenidos se analizaron estadísticamente para determinar, con un nivel de confianza especificado, si se había producido o no un cambio dimensional. Asimismo, los datos se estudiaron con el fin de determinar los factores significativos de diseño/proceso en la distorsión dimensional producida.

El total de piezas mecanizadas fue de treinta y seis, resultado de todas las combinaciones posibles: tipo de pieza/tipo de acero/microestructura antes de nitruración/tipo de nitruración.

2. TRATAMIENTO TERMOQUÍMICO DE NITRURACIÓN. ANTECEDENTES Y ESTADO DEL ARTE.

2.1. BREVE INTRODUCCIÓN HISTÓRICA.

La acción endurecedora del nitrógeno en aceros fue descubierta por Freymy a mediados del siglo XIX. Sin embargo, en un principio las aplicaciones industriales fueron nulas dada la fragilidad de la capa endurecida que se obtenía para los aceros y técnicas estudiadas en la época. La causa de la gran fragilidad de las capas obtenidas fue descubierta por Hjalmar Braune hacia 1905 al indicar en sus estudios la formación de un eutectoide entre ferrita y nitruro de hierro Fe_4N en los aceros nitrurados. En su honor, a dicho eutectoide se le conoce como braunita[1].

Poco conocido es el hecho de que el desarrollo de aplicaciones industriales de nitruración fue realizado de forma casi simultánea en el tiempo (primeros años 1900) en Europa y en Estados Unidos, con dispar suerte en el éxito y reconocimiento posterior[2].

Poco referido, puesto que no se le dio importancia industrial en su momento, es el trabajo de Adolph Machlet en Estados Unidos para la American Gas Company en los primeros años 1900. Con el objetivo de obtener un tratamiento que redujese las distorsiones producidas por la cementación, investigó los efectos de la introducción de nitrógeno en los aceros, encontrando una mejora significativa de las propiedades, en un proceso a menor temperatura, y que reducía notablemente las distorsiones de la cementación. Utilizando como fuente de nitrógeno amoníaco gas craqueado por calor, se dio cuenta que el control de las características de la capa nitrurada dependía en gran medida de un control preciso de la concentración de nitrógeno naciente, esto es, de la tasa de descomposición del amoníaco. El proceso que luego patentó, incluía la adición de hidrógeno como gas de dilución y control de lo referido [2].

Diferente suerte corrió el Dr. Adolph Fry en Alemania, reconocido históricamente como el padre de la nitruración, desarrollando para Krupp Steel Works el estudio sistemático de la influencia de la temperatura de tratamiento en las fases y potencia de la capa nitrurada en aceros. Utilizó también gas amoníaco como fuente de nitrógeno. La rama fundamental de su trabajo, no obstante, fue el estudio de la influencia de los elementos aleantes en el desarrollo de aquélla. Encontró, como elementos más activos en el desarrollo de la dureza superficial, al aluminio, cromo, molibdeno, vanadio y wolframio, capaces de formar nitruros muy estables. Sus patentes fueron reconocidas a mediados de los 1920. Como consecuencia de lo anterior, desarrolló para Krupp un grupo de aceros específicos conocidos como "Nitalloy", cuyo reconocimiento internacional aun continúa [2].

En base a los trabajos de Fry se fueron desarrollando investigaciones posteriores tanto en Europa como en Estados Unidos, estudiando la influencia de los parámetros de proceso, mejorando el conocimiento de la influencia de los elementos aleantes y desarrollando la tecnología de hornos y, fundamentalmente, de control del proceso.

Poco tiempo después del establecimiento industrial de la nitruración gaseosa, se inició el desarrollo tecnológico de otras técnicas, surgiendo el proceso en baño de sales, donde se utilizaba, como fuente de nitrógeno naciente, sales de cianuro fundidas y su reacción de descomposición a cianato.

En los años 1930, los físicos Dr Wehneldt y Dr Bernhard Berghaus desarrollaron la técnica de nitruración por descarga luminiscente [2], la cual, basándose en la química de la nitruración gaseosa, utilizaba una de descarga de plasma de gases reactivos como fuente de calentamiento de la superficie del metal y como origen del nitrógeno naciente. Este desarrollo tecnológico es el origen de todas las técnicas de nitruración por plasma actuales. Sin embargo, no tuvo aceptación industrial en su momento, debido a la complejidad de su control y a la falta de repetitividad en los resultados obtenidos. No fue tomada en cuenta de nuevo hasta los años 60 en Estados Unidos y los años 70 en Europa, cuando las tecnologías de control electrónico comenzaron a desarrollarse.

Desde entonces a la actualidad, se han desarrollado variantes de las tres técnicas anteriores (oxonitruración, nitrocarburoación, sulfinitización) en pos de una mejora de las propiedades mecánicas y frente a la corrosión de la capa nitrurada, o de la extensión de dichas técnicas a un mayor rango de aceros (e incluso otros metales). También, ha evolucionado la tecnología de las mismas (p. ej. automatización del control, plasma pulsado, etc.). Asimismo, conciencias y legislaciones medioambientales cada vez más exigentes, han impulsado el desarrollo de variantes más eficientes y ambientalmente respetuosas.

Todo ello ha resultado en que la nitruración, vista globalmente, es un proceso plenamente vigente y ampliamente extendido en la industria actual.

2.2. LA NITRURACIÓN.

2.2.1. PRINCIPIOS BÁSICOS.

La nitruración es un proceso termoquímico de endurecimiento superficial de los aceros, en el que, por absorción y difusión de nitrógeno atómico naciente en la capa externa, se consiguen durezas significativas en la periferia de las piezas tratadas [1].

El proceso de difusión está basado en la solubilidad del nitrógeno en el hierro, como se muestra en el diagrama de equilibrio Fe-N desarrollado por Adolph Fry y corregido por Eisenhut, Kaupp y Cohrer.

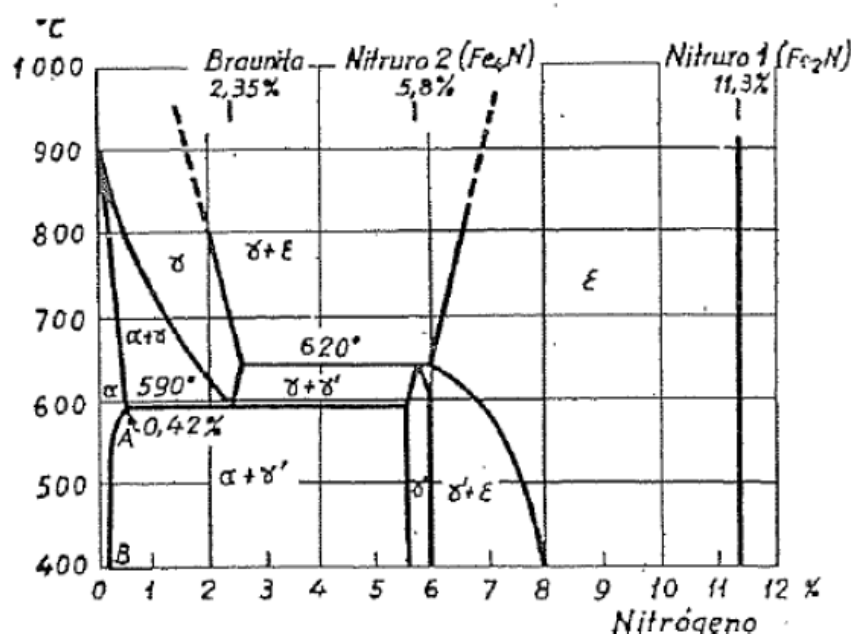


Fig 2.2-1. Diagrama de equilibrio Fe-N[1]

Según este diagrama, se observa la existencia de dos nitruros: uno $\text{Fe}_{2.3}\text{N}$ (nitruro 1) (fase ϵ -sistema hexagonal), que contiene 11,3% de nitrógeno, y otro Fe_4N , que contiene 5,8% (nitruro 2) (fase γ' -sistema cúbico). También se observa la presencia de un eutectoide, con un 2,35% de nitrógeno y a temperatura de 863 K (590 °C), constituida por hierro alfa y fase γ' , que se conoce como braunita. Este eutectoide, parecido a la perlita, por su formación de láminas finas, es el responsable de la fragilidad de la capa nitrurada en aceros nitrurados por encima de dicha temperatura. A temperaturas inferiores a la eutectoide, la solubilidad del nitrógeno en solución sólida en Fe- α es muy limitada, variando desde 0.42% a 863 K a 0.001% a temperatura ambiente.

La solubilidad del nitrógeno en hierro, y el diagrama Fe-N, varía si se consideran las fases metaestables, esto es, fundamentalmente la transformación austenita-martensita. En este caso alcanzando un valor de hasta el 12% [4].

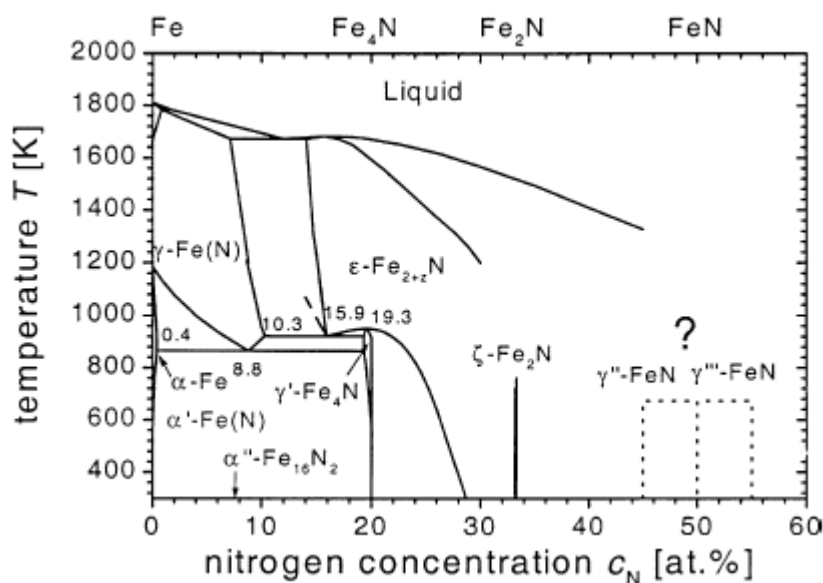


Fig 2.2-2. Diagrama Fe-N equilibrio metaestable [4]

El nitrógeno tiene un diámetro atómico de 0.142 nm y es disuelto en posiciones intersticiales de los huecos octaédricos de la celdilla unidad del Fe, que tienen un máximo diámetro de 0.038 nm en la celda BCC de la ferrita y de 0.104 nm en la celda FCC de la austenita [4]. Teniendo en cuenta lo anterior, es fácil deducir que la red cristalina del acero sufrirá una distorsión, introduciendo tensiones compresivas en la misma, factor que es el que determina el radical cambio de propiedades tales como la dureza superficial en los aceros nitrurados.

La problemática se debe a que cualquier acero, sometido a nitruración por encima de la temperatura eutectoide, presentará, debido al descenso del contenido en nitrógeno con la profundidad, una combinación de las fases señaladas en el diagrama, incluyendo de forma ineludible braunita. Esto es, con la profundidad irán apareciendo todas las fases de equilibrio a temperatura ambiente desde la ϵ hasta la constitutiva del acero (ferrita, ferrita/perlita, martensita,...).

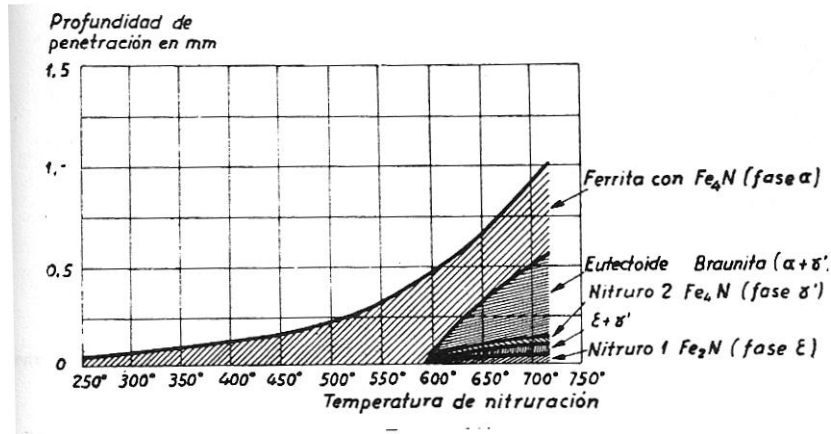


Fig 2.2-3. Composición de las capas nitruradas en función de la temperatura de nitruración[1]

En la figura siguiente, puede verse la microestructura de un hierro nitrurado a 923 K. La capa periférica está constituida principalmente por fase ϵ ; a continuación al interior, se observa otra capa formada por los constituyentes ϵ y γ' ; después otra capa constituida por la fase γ' . Continuando hacia el centro, aparece una capa oscura de braunita $\gamma'+\alpha$ y, finalmente, la zona de ferrita con agujas de fase γ' que se han separado de la solución sólida

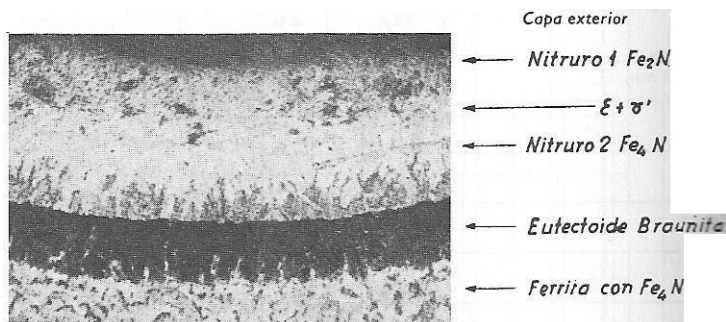


Fig 2.2-4. Microestructura de la capa periférica de un acero electrolítico nitrurado durante ocho horas a 923 K[1]

La nitruración, por tanto, ha de realizarse a temperaturas inferiores a la eutectoide. Aunque el rango de temperaturas de operación se ha ampliado mucho debido a las nuevas técnicas de nitruración por plasma a baja temperatura, los procesos clásicos de nitruración gaseosa y en baño de sales varían entre los 773 y 853 K. Esto es, hasta una temperatura justo por debajo del eutéctico.

En estos casos, la capa nitrurada consta de dos zonas claramente diferenciadas [5]:

- Una zona superficial muy fina (5-30 μm), conocida como capa blanca o capa de compuestos, constituida por proporciones variables de Fe- γ' (Fe₄N(FCC)) y ϵ (Fe₂₋₃N (HCP)), más frágil pero de mayor dureza y mejor resistencia al desgaste.
- Una zona consecutiva a la anterior de mayor potencia (50-800 μm), conocida como capa de difusión, que resulta de la solución sólida del nitrógeno en ferrita o martensita. Tendrá presencia de nitruros (y carbonitruros) (AlN, CrN, TiN, VN) en los aceros aleados, en forma de partículas submicroscópicas dispersas en la matriz ferrítica o martensítica.

El proceso por el cual los átomos de nitrógeno difunden a la temperatura de nitruración en la red del acero se conoce como difusión intersticial, cuyo mecanismo se muestra en la figura siguiente.

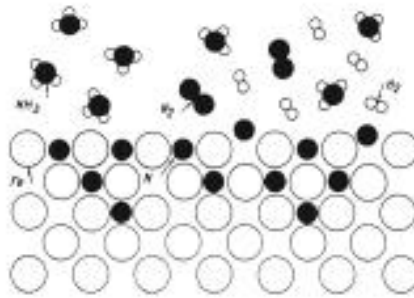


Fig 2.2-5. Figura esquemática de la difusión de N(puntos negros) en la red del acero(puntos blancos) [4]

Aunque con variaciones según el tipo de proceso, la formación de la capa nitrurada es un complicado proceso combinado de transferencia de masa. Estará controlado por la disociación (del NH_3 en la gaseosa, de los cianuros-cianatos en el baño de sales, o del N_2 molecular en la plasmática); adsorción, desorción y difusión de nitrógeno atómico; formación de fases. En el proceso global la temperatura, el tiempo, el ambiente (presión, composición de gases o baño de sales) y el sustrato metal son los parámetros determinantes.

Básicamente, el proceso estará regido por las leyes de Fick de difusión (primera Ley en el caso de difusión pura y segunda Ley en el caso de formación de nitruros tanto de Fe como de los elementos aleantes). En cualquier caso, el proceso estará gobernado por el gradiente de nitrógeno en la capa en nitruración. El contenido de nitrógeno aumentará en dicha capa hasta que sea alcanzado el equilibrio termodinámico relacionado con el potencial máximo del ambiente nitrurante. Sin embargo, la potencia y características finales de la capa nitrurada, en un proceso real que no alcance el equilibrio termodinámico, dependerán fundamentalmente de la cinética de las reacciones de adsorción/desorción y de formación de las fases nitruradas, puesto que la difusividad del nitrógeno en éstas varía respecto del acero y del tipo de fase que se constituya en la capa de compuestos (γ' ó ϵ). En cualquier caso, con las condiciones de contorno adecuadas, teniendo en cuenta la variación de difusividades, y con un modelado adecuado de la cinética de adsorción obtenido empíricamente, se puede modelar satisfactoriamente el proceso de nitruración para aceros de baja aleación, cuya curva de difusión con la profundidad variará de forma importante, pero de forma predecible, de la curva obtenida si se considerase una difusión pura [4].

Ha de señalarse en este momento la drástica diferencia entre los perfiles de dureza, y/o contenido en nitrógeno, obtenidos en un acero no aleado y un acero con elementos aleantes capaces de formar nitruros (Al, Cr, Mo, V), indican un proceso diferente en la difusión de nitrógeno. En este último caso, una vez combinado el nitrógeno con el Fe para formar la capa de compuestos (o blanca), éste difundirá hacia el interior del material, empezando a combinarse inmediatamente con los elementos aleantes, formando nitruros metálicos. Éstos, al ser insolubles en la matriz ferrítica, precipitarán en un estado de gran dispersión en forma de partículas submicroscópicas al provenir de solución sólida [1]. La

continua precipitación de nitruros aleados, llega a saturar al acero, disminuyendo de forma drástica la difusividad del nitrógeno, y por tanto, ralentizando el proceso.

Todo lo anterior está relacionado de forma directa con las características de las capas nitruradas obtenidas en aceros no aleados y aleados.

En aceros al carbono, o de muy baja aleación en elementos formadores de nitruros, el perfil de concentración en nitrógeno (y de aumento de dureza) es relativamente suave, dado que la única barrera a la difusión serán las fases γ' ó ϵ de la capa blanca. La dureza máxima obtenida es limitada, dada la restringida distorsión que en la red del acero produce la difusión intersticial del nitrógeno.

En cambio, en los acero aleados, el perfil de concentración en nitrógeno es muy abrupto, consecuencia de la “barrera de nitruros” formada en la capa de difusión, que dificulta radicalmente la penetración del nitrógeno. Asimismo, el endurecimiento que se puede obtener es significativamente superior, dado que la precipitación de nitruros aleados muy dispersos provoca una intensa distorsión de la red cristalina del acero, introduciendo unas tensiones compresivas elevadísimas que se traducen en una mejora notable de propiedades tan importantes como la resistencia a la fatiga. No obstante, todo lo anterior conduce a que, para condiciones de nitruración similares, la capa nitrurada, será más profunda en un acero al carbono que en un acero aleado.

Mención aparte merece el mecanismo de formación de la capa blanca, que en todos los casos, es la primera fase en el proceso de nitruración. En la nitruración gaseosa, se inicia por nucleación de nitruro γ' en la interfase entre la superficie del material y el ambiente, por reacción directa de éste con el ambiente nitrurante. Este proceso continua hasta el inicio de la nucleación de la fase ϵ . El contenido de C del acero, cuya influencia en el resto del proceso de nitruración es pequeña o fundamentalmente indirecta, controla las proporciones de fase γ' y ϵ que se forman durante la nitruración. A mayor contenido en carbono, mayor proporción de fase ϵ .

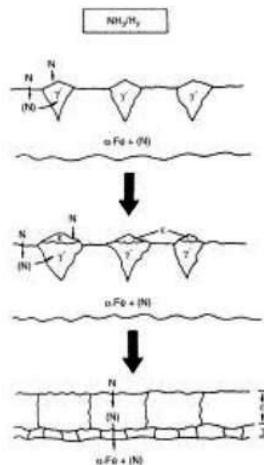


Fig 2.2-6. Figura esquemática de la nucleación fases γ' y ϵ [2]

Uno de los aspectos que mayor debate, e investigación, ha suscitado ha sido precisamente el control de formación de la capa blanca, puesto que su existencia, espesor y composición puede ser beneficioso o perjudicial en función de la aplicación de trabajo de la pieza nitrurada. Al tratarse de un recubrimiento intermetálico su presencia mejorará la resistencia al desgaste y a la corrosión. Sin embargo, reducirá la resistencia a la fatiga de

la pieza al ser mucho más frágil. Por ello se han desarrollado técnicas de nitruración y procedimientos de trabajo con el fin del control de la misma.

2.2.2. PROPIEDADES DE LAS PIEZAS NITRURADAS.

Las propiedades más notables de las piezas nitruradas, y, por tanto, del proceso, son las siguientes [1] y [2]:

- Las durezas obtenidas por nitruración son superiores a cualquier proceso de endurecimiento superficial tradicional. Las piezas nitruradas alcanzan durezas variables entre los 650 a 1100 Vickers, en función de la composición del acero. Cuando interese que la capa tratada tenga la máxima tenacidad, se considera conveniente la utilización de aceros cuya dureza máxima obtenida esté entre 650 y 850 Vickers.
- La capa nitrurada aumenta la resistencia a la corrosión de los aceros de forma notable. Y se trata de una mejora frente a un rango de ambientes amplio y muy habitual en la industria: corrosión del agua dulce, agua salada, vapor, atmósferas húmedas, metales y aleaciones fundidas.
- Aumento considerable de la resistencia al desgaste de las superficies nitruradas. La formación de la capa de compuestos, y la propia capa de difusión por su intensa deformación de la red cristalina, tienen el efecto de un espectacular aumento de la resistencia al desgaste.
- Aumento considerable de la resistencia a fatiga. Fundamentalmente hablando para el caso de aceros aleados con elementos formadores de nitruros y con reducción o eliminación de la capa de compuestos. Las tensiones compresivas provocadas en la red cristalina por la precipitación de nitruros aleados y la consecuente deformación de aquélla, resultan una barrera eficaz al avance del frente de grieta en piezas sometidas a cargas cíclicas. De esta manera, la nitruración aumenta la vida útil de piezas sometidas a dichas sollicitaciones de forma notable.
- Para el caso de aceros aleados (cromo, aluminio, vanadio, molibdeno), los cuales forman nitruros relativamente estables a medias-altas temperaturas, la retención de la dureza de la capa exterior es muy superior a aceros endurecidos superficialmente por otros métodos (cementación, temple superficial...), marcando la diferencia en el rango entre 473 a 773 K. Esta característica es muy importante en componentes de maquinaria que puedan sobrecalentarse por falta de lubricación.

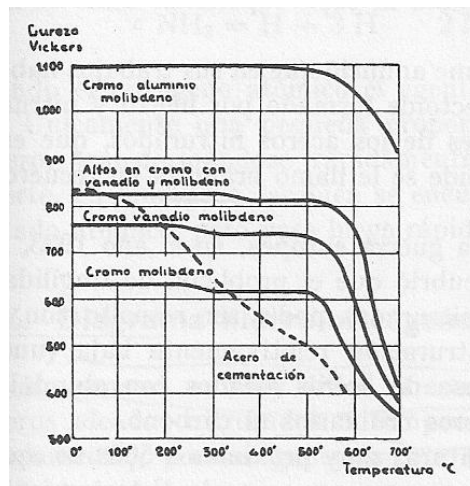


Fig 2.2-7. Dureza de los aceros nitrurados después de permanecer una hora a diversas temperaturas. [1]

- Baja temperatura de proceso. Como se ha señalado, el rango de operación de los procesos de nitruración está situado entre los 773 y los 853 K, muy por debajo de las temperaturas necesarias para la cementación (por encima de la temperatura A_{c3} de cada acero, generalmente por encima de 1243 K) o la carbonitruración (alrededor de los 1143 K), con la consecuente menor demanda energética. Ha de tenerse en cuenta que la temperatura de nitruración ha de ser igual o inferior a la temperatura de revenido del acero tratado, con el fin de no provocar un revenido adicional del núcleo de la pieza, con la consecuente pérdida de resistencia mecánica, que podría llegar a incumplir los requerimientos de servicio de la pieza. A lo que hay que añadir el fallo mismo de la capa nitrurada por efecto colchón capa dura sobre capa blanda.
- No es necesario temple tras la nitruración. Por ello, el enfriamiento puede ser lo suficientemente lento que garantice la ausencia de gradientes de temperatura entre la superficie y el núcleo de la pieza.
- Mínimas distorsiones geométricas y dimensionales de las piezas tratadas. Debido a que la nitruración no requiere de transformación austenítica para el endurecimiento, ni es necesario temple, no se producirán las grandes distorsiones típicas de los procesos de temple y revenido o cementación. No obstante, dicha distorsión no puede eliminarse completamente. Por un lado, se produce una tendencia al crecimiento en volumen de las piezas por el proceso propio de absorción del nitrógeno. Este efecto sólo puede ser limitado mediante el control de las condiciones del proceso de nitruración. Por otro lado, puesto que es un proceso térmico, se producirá una relajación de las tensiones residuales introducidas previamente en el proceso de fabricación (trabajo en caliente, en frío, mecanizado...). Asimismo, en función del tipo de acero, podría producirse una transformación de la austenita retenida en martensita no revenida, con la consecuente gran distorsión dimensional, por no mencionar el perjuicio en las propiedades mecánicas. Estos dos efectos pueden ser minimizados e incluso eliminados con un procedimiento de fabricación global adecuado de las piezas.

- Reducción de costes de acabado de las piezas. Dado que la distorsión producida en el proceso de nitruración es mínima, los costes asociados a los procesos de acabado (mecanizado y/o rectificado, lapeado) son muy inferiores a los resultantes de procesos de endurecimiento superficial tales como la cementación. De hecho, la nitruración es considerada en muchos casos como la etapa final del proceso si la exigencia en tolerancias de fabricación no es muy alta.

2.2.3. OTROS ASPECTOS GENERALES DEL PROCESO.

En general, es preceptivo el uso de aceros templables para la nitruración, dado que el estado ideal para realizar la misma es martensita revenida, que evita o minimiza la formación de capas frágiles en la parte más externa de la pieza que se formarían con estructuras ferrítica, ferrítico/perlítica o ferrítico/sorbítica. Por tanto, el temple ha de ser completo, evitando las transformaciones martensíticas incompletas. Asimismo, la presencia de martensita en el núcleo de la pieza nitrurada, garantiza una resistencia mecánica mínima que evita el fallo de la pieza ante una carga que pudiese soportar la capa nitrurada, pero no un núcleo excesivamente dúctil.

Del mismo modo, se han de evitar las descarburaciones de la parte externa de la pieza durante el proceso de fabricación (pueden ocurrir durante la forja, laminación, recocidos intermedios, calentamiento del temple, etc) puesto que provocarían la predominancia de la fase ferrita en el exterior, con la consecuente formación de capa blanca importante durante la nitruración. En el caso de producirse, debería eliminarse la capa descarburada antes del proceso de nitruración.

Puesto que la nitruración se considera como una etapa de acabado o cuasiacabado en el proceso de fabricación de una pieza, ha de tenerse en cuenta que los esfuerzos de mecanizado previo (o trabajo en frío o en caliente) pueden provocar deformaciones excesivas durante el proceso de nitruración. Esto puede resolverse con la aplicación previa al nitrurado de recocidos de alivio de tensiones a temperaturas inferiores al revenido.

Un proceso general de fabricación de una pieza que incluya la nitruración puede ser el siguiente:

- Forjado-Mecanizado basto- Temple y Revenido-Mecanizado a medidas finales (con o sin recocido intermedio)-Nitruración-Rectificado final.

Si el proceso de fabricación ha sido adecuado, el rectificado final podría corregir las distorsiones producidas durante la nitruración y/o ser utilizado para la eliminación de la capa blanca en las aplicaciones en las cuales fuese perjudicial.

Deben evitarse las aristas vivas en las piezas nitruradas, dado que en los vértices muy agudos se forman capas que no poseen un núcleo central de suficiente espesor y tenacidad para servirles de soporte, desprendiéndose con facilidad.

El proceso de nitruración puede limitarse fácilmente a las superficies de interés mediante la protección, durante el proceso, de las superficies que no desean tratarse.

Las superficies a nitrurar deben estar limpias y libres de fluidos de corte, aceites o restos de pintura, puesto que, sus componentes (cloruros, sulfuros, compuestos orgánicos) se descompondrán durante el proceso de calentamiento, formando una capa impermeable a la difusión del nitrógeno.

2.2.4.ACEROS PARA NITRURACIÓN.

Aunque se consideren preceptivos para la nitruración los aceros desarrollados expresamente para tal fin (Nitralloys y derivados) prácticamente cualquier acero que contenga elementos formadores de nitruros es susceptible de ser nitrurado. No obstante, las mejores características en cuanto a dureza, tenacidad y potencia de la capa nitrurada se obtendrán para los mencionados en primer término.

Los aceros recomendados para la nitruración son normalmente de contenido en C entre el 0,20 al 0,60 %[1]. Aunque el contenido en carbono no influye en la dureza o espesor final de la capa nitrurada, sí lo hace en la templabilidad y en las características del núcleo después del revenido. Es necesario que el núcleo tenga un mínimo de dureza y resistencia mecánica con el fin de que no se produzca efecto colchón si existe una diferencia excesiva entre la dureza de la capa exterior y la del núcleo.

[1]En cuanto a elementos aleantes, todos formadores de nitruros individualmente, el aluminio es el principal para la obtención de las máximas durezas, pero debe ir acompañado de otros aleantes para aumentar la tenacidad de las capas nitruradas. El molibdeno aumenta la dureza de la capa exterior, mejora la tenacidad del núcleo y de la capa hasta altas temperaturas. El cromo ejerce efecto sinérgico con el aluminio y el molibdeno, y aumenta la profundidad de la capa efectiva. El vanadio aumenta la profundidad de la capa dura.

Los grupos de aceros más utilizados en nitruración son:

- Aceros cromo-aluminio-molibdeno. En los que se obtiene la máxima dureza Vickers (1000-1100 HV). Al:0,80-1,20%; Cr: 0,90-1,60%; Mo:0,20%
- Acero altos en cromo-molibdeno-vanadio. Durezas 800-850 HV, con mayor tenacidad de la capa nitrurada. Cr: 3%; Mo: 0,40-1,00%; V: 0-0,25%
- Aceros cromo-molibdeno-vanadio. Durezas hasta 750 HV y mayor tenacidad de capa nitrurada que los anteriores. Cr: 2%; Mo: 0,25%; V: 0,15%
- Aceros cromo-molibdeno. Dureza hasta 650 HV y y mayor tenacidad de capa nitrurada que los anteriores. Cr: 1%; Mo: 1,20 %.

En la práctica industrial está muy extendida la nitruración a aceros de herramientas y aceros para la fabricación de estampas de trabajo en caliente, obteniéndose una altísima dureza superficial acompañada de una excepcional resistencia del núcleo.

Debido a su composición (alto contenido en Cr y, en muchos casos, en Mo) los aceros inoxidables son, a priori, buenos candidatos para la nitruración. Existe una extensa bibliografía acerca de la aplicación de la nitruración en aceros inoxidables, particularmente aceros del tipo austenítico, con el objeto de mejorar sus propiedades superficiales [7][8].

Diversas investigaciones muestran que la nitruración de estos aceros, si bien mejora sustancialmente la resistencia a desgaste, es usualmente caracterizada por la precipitación de nitruros de cromo en la capa nitrurada, lo cual provoca una disminución de

la resistencia a corrosión [9]. Para resolver este inconveniente se han desarrollado tratamientos de nitruración por plasma a bajas temperaturas (menores de 723 K), frente a los tratamientos convencionales gaseosa o por plasma (realizados en el orden de 843-853 K) [10]. Adicionalmente ha de tenerse en cuenta que en los aceros austeníticos no es posible el endurecimiento previo del núcleo de las piezas por temple y revenido, salvo que sean susceptibles de temple criogénico.

La dificultad de obtener una capa continua, uniforme, de alta dureza y con adecuado comportamiento frente a corrosión, es aún mayor cuando se pretende nitrurar aceros inoxidable martensíticos. En este material se han realizado relativamente pocos estudios, a pesar de su gran importancia en la industria del petróleo, gas y alimentación [9]. Al nitrurar los aceros inoxidable martensíticos, se debe tener especial atención en las condiciones de nitruración a emplear, ya que los mismos tienen un contenido en cromo que los ubica en el límite de inoxidable y cualquier precipitación de nitruros de cromo los volvería oxidables. Además, estos aceros tienen una estructura martensítica, la cual posee menor solubilidad de nitrógeno, en comparación con los aceros de tipo austenítico, para formar una solución sólida sobresaturada en N análoga a la obtenida en los aceros inoxidable austeníticos (austenita expandida γ_N [11]).

Se han desarrollado estudios y aplicaciones para la nitruración de aceros inoxidable endurecibles por precipitación.

Contrariamente a la creencia popular, los aceros al carbono o débilmente aleados pueden ser nitrurados o nitrocarburoados obteniendo mejoras notables en la resistencia al desgaste y a la corrosión [2]. No obstante, las durezas obtenidas son inferiores (entre 400 y 650 HV) y la capa blanca resultante será mayor que en los aceros aleados puesto que no existen elementos (Al, Cr...) que capten el nitrógeno y limiten la formación de nitruros de hierro. En cualquier caso, sería preceptivo el endurecimiento previo de los mismos por temple y revenido para mejorar la resistencia mecánica del conjunto.

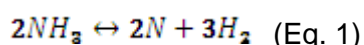
2.3. TIPOS DE NITRURACIÓN. TECNOLOGÍAS.

En este apartado se realizará una introducción a las principales técnicas de nitruración, describiendo de forma más extensa las utilizadas en el desarrollo de este trabajo.

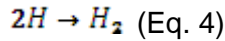
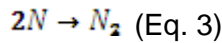
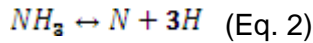
2.3.1. NITRURACIÓN GASEOSA.

Mientras que algunos metales pueden formar nitruros en contacto con $N_2(g)$ a presión atmosférica, el equilibrio termodinámico es desfavorable para el caso de la formación de Fe-Ns en presencia de $N_2(g)$, puesto que los nitruros formados tenderán a descomponerse y coalescer en forma de nitrógeno molecular. Asimismo, la tasa de disociación del $N_2(g)$ a bajas temperaturas es prácticamente nula[4].

El fundamento de la nitruración gaseosa se basa en la inestabilidad del amoníaco a temperaturas moderadas y altas, produciéndose la generación de nitrógeno naciente [2]:



Realmente, en la superficie del metal se está produciendo la generación de nitrógeno e hidrógeno nacientes, que por su inestabilidad tenderán a la formación de sus formas moleculares, aunque de forma prácticamente instantánea en el caso del hidrógeno.



Es, por tanto, únicamente cuando el nitrógeno permanece en forma atómica cuando se produce la difusión del mismo en el seno del metal.

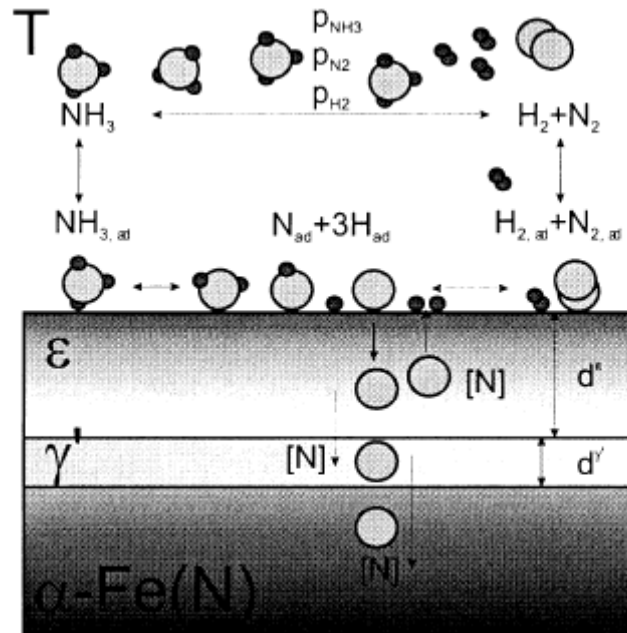


Fig 2.3-1. Vista esquemática del proceso de nitruración gaseosa [4]

En el rango de temperaturas de nitruración, el grado de disociación del amoníaco es muy elevado (98% a 773K) lo que conduce a la formación de una atmósfera protectora (formación de $N_2(g)$) que impide cualquier efecto de nitruración en el metal. Por ello, las atmósferas utilizadas en nitruración contienen un porcentaje de amoníaco entre el 20 y el 50%, de forma que el grado de disociación está lejos del equilibrio (en torno al 30%), permitiendo la existencia de nitrógeno naciente el tiempo suficiente para producirse la nitruración [2].

En la práctica, la capacidad de nitruración de una atmósfera se mide en términos del potencial de nitruración:

$$K_N = \frac{P_{NH_3}}{P_{H_2}^{\frac{3}{2}}} \quad (\text{Eq. 5}) \text{ donde,}$$

P_i es la presión parcial de cada gas.

Sin embargo, aunque la superficie del metal actúa como catalizador de la reacción descrita por Eq. 1, la velocidad de difusión del nitrógeno naciente en el metal es muy baja, conduciendo a procesos muy largos (por encima del centenar de horas).

Las características de la capa nitrurada, y del proceso, están gobernadas de forma fundamental por el potencial de nitruración y por la temperatura de operación. A mayor

potencial de nitruración, mayor concentración de nitrógeno en la superficie y gradientes más abruptos hacia el interior de la pieza. Menores potenciales de nitruración evitarán, por ejemplo, la formación de capa blanca en aceros aleados. El proceso de nitruración puede realizarse de forma práctica a temperaturas en el rango desde 623 a 873 K. Sin embargo, industrialmente, el rango se reduce (salvo en nuevas tecnologías) al comprendido entre 773 a 853 K, dado que si la temperatura es muy baja, el proceso de difusión será excesivamente lento, y si iguala o supera la temperatura del eutéctico (863 K) el espesor y fragilidad de la capa de compuestos serán inasumibles.

Nitruración en doble etapa.

El proceso de nitruración utilizado en este trabajo es el de doble etapa, conocido también como proceso Floe [3], que tiene la ventaja, respecto del tradicional proceso de simple etapa, de reducir el espesor de la capa blanca obtenida.

La primera etapa es una nitruración en el rango de temperaturas 723-773 K, con tasas de disociación del 15 al 30%. La segunda etapa puede operar en el mismo rango de temperaturas o en uno superior (773-838 K), pero en un rango de tasas de disociación del 65 al 80%. Generalmente es necesario un disociador externo de amoníaco para obtener dichas tasas dado, que no son fácilmente obtenibles en el interior del horno.

La utilización de esta técnica, aparte de reducir la capa blanca, tiene los siguientes efectos generales cuando la temperatura de la segunda etapa es sensiblemente más alta que en la primera: reducción de la dureza de la capa nitrurada y aumento de su profundidad; podría producir un descenso de la dureza del núcleo en función de la temperatura de revenido y del tiempo total de tratamiento [3].

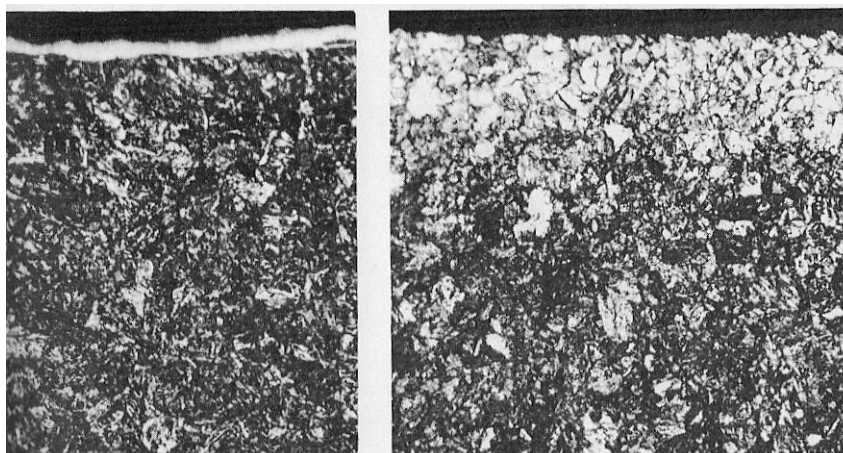


Fig 2.3-2. Microestructuras de muestras de acero AISI 4140 templado y revenido después de nitruración en etapa simple (izq.), y después de nitruración con doble etapa (dcha.). La muestra nitrurada en etapa simple muestra una capa blanca de 5 a 8 μm , mientras que la otra no ha desarrollado capa blanca. [3]

Prácticas generales de operación.

- **Pretratamiento:** Los procesos de mecanizado previos a la nitruración de las piezas provocan generalmente una superficie que no es apta para el inicio de la nitruración, y puede provocar una capa de nitruración no homogénea en la sección de la pieza. Para resolver este problema existen varias opciones: desengrasado con vapor y lavado abrasivo con suspensiones de óxido de aluminio o carburo de silicio; o bien,

preoxidación de las piezas en una atmósfera aérea a temperaturas de 573 a 603 K. Este paso que puede ser incluido en el ciclo de nitruración bajo las condiciones adecuadas.

- **Purga del horno:** Después de realizar la carga y sellado del horno debe realizarse un purgado del aire previamente a que éste alcance los 423 K. En primer lugar, esto evitará la oxidación de las piezas y del mismo horno. En segundo lugar, se trata de una medida de seguridad, puesto que mezclas de amoniaco con aire a temperaturas superiores, con concentración de aire superior al 10%, son potencialmente explosivas. La purga puede realizarse con amoniaco anhidro o $N_2(g)$, en cuyo caso la temperatura de purga puede elevarse. Como se puede deducir, sólo en éste caso puede incorporarse la preoxidación en el ciclo de nitruración.
Debe realizarse también, por motivos de seguridad y confortabilidad laboral, el purgado del amoniaco del horno una vez finalizada la operación, y antes de la apertura del mismo.
- **Calentamiento y enfriamiento del horno:** Con el fin de reducir el tiempo de ciclo de nitruración al mínimo posible, se realizan etapas de calentamiento y enfriamiento lo más rápidas posible pero, en general, respetando los siguientes principios: tasas de enfriamiento y calentamiento limitadas en función del tipo de piezas a nitrurar, para minimizar los gradientes térmicos en las mismos; tasa máxima de calentamiento de 55 K/h, para permitir la eliminación de cualquier contaminante residual de la superficie a nitrurar.
- **Tiempo total de ciclo:** La duración de un ciclo completo de nitruración que comprenda todas las etapas (purga previa, calentamiento, nitruración, enfriamiento) varía mucho en función del tamaño de piezas a tratar. No obstante, existen prontuarios que pueden resultar útiles a la hora de una estimación previa. Están tabulados en función del tamaño de pieza. Por ejemplo: para cargas con piezas de peso inferior a 0,5 kg, un ciclo total de 30 h; para piezas de 0,5 a 4,5 Kg, 55 h.
- **Eliminación de capa blanca:** En los casos en los que la capa de compuestos que se produzca en el proceso haya de ser eliminada, pueden utilizarse métodos tradicionales de rectificado o lapeado. No obstante, estos procesos son caros y existen otras alternativas. Por ejemplo, utilización de una solución alcalina simple que descompone la capa de nitruros de hierro, pudiendo ser eliminados fácilmente por un pulido suave.

Equipo.

- **Hornos:** Es elemento principal para la realización de la nitruración. Son en su inmensa mayoría hornos de carga discontinua que deben incorporar una serie de elementos fundamentales: buen sistema de sellado del compartimento de nitruración, tuberías de entrada y salida para control de la atmósfera por flujo de gases, medio de calentamiento y sistema de control de temperatura adecuado, sistema de mezcla de la atmósfera interior (ventilador) para homogeneizar composición y temperatura. Puede incorporar sistema de intercambio de calor para un enfriamiento rápido.
Existen diversos tipos de diseño de horno, aunque los principales son los de retorta vertical, hornos de caja y de campana móvil.

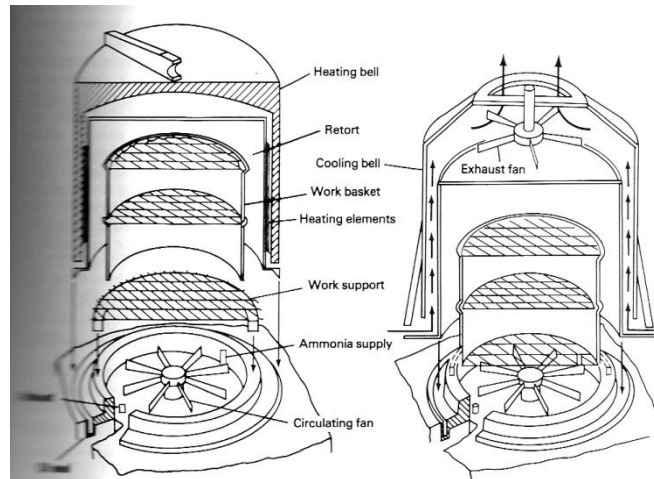


Fig 2.3-3. Vista esquemática de hornos de campana móvil [3]

- **Materiales de fabricación:** Los materiales de fabricación de las partes del equipo expuestas al ambiente de nitruración han de ser escogidos cuidadosamente dado que pueden interactuar con el mismo, provocando una disociación acusada del amoniac, captando el nitrógeno atómico naciente o produciendo un exceso de hidrógeno. Lo más adecuado es utilizar aleaciones con alto contenido en cromo y níquel (Inconel) o aceros al carbono esmaltados. En cualquier caso, debe realizarse mantenimiento o regeneración de dichos materiales.
- **Control de la temperatura:** Un control preciso de la temperatura es necesario durante la nitruración con el fin de prevenir sobrecalentamientos o distorsiones de las piezas. Se realiza normalmente con doble termopar, permitiendo un control con error de ± 3 a ± 6 K.
- **Suministro de amoniac:** El amoniac suele almacenarse en estado anhidro en tanques, con calentadores en climas fríos, a presión entre 700 y 1050 kPa. Todos los elementos de los sistemas de suministro del gas (tubería, válvulas...) deben ser montados con juntas adecuadas para evitar fugas, y ser fabricados en materiales que no sean corroídos por el amoniac (evitar zinc, bronce o latón). La presión de suministro del amoniac a los hornos suele ser ligeramente superior a la atmosférica, por lo que debe instalarse un sistema de reducción de presión desde el almacenamiento. El flujo de gas de entrada en el horno suele controlarse con válvulas de aguja automáticas (o no)
- **Control de la disociación:** El control de este parámetro fundamental se realizaba de forma clásica aprovechando la solubilidad del amoniac en agua. Realmente, una vez iniciado el proceso de nitruración, el porcentaje de disociación corresponderá a la relación entre la concentración de N_2+H_2 frente a la de amoniac en los gases de salida del horno.

Otros procesos de nitruración gaseosa y derivados.

Existen numerosas variantes de los procesos clásicos de nitruración en simple o doble etapa. Los más extendidos son: nitruración a alta presión, *Bright nitriding* y *Pack nitriding*.

Mención aparte merecen las técnicas de nitrocarburoación gaseosa, por las cuales, además de nitrógeno, se introduce carbono en la capa superficial del acero, formando nitruros, carbonitruros y carburos. La mejora de las características superficiales de éstas técnicas es importante. Aunque pueden considerarse técnicas derivadas de la nitruración gaseosa típica, puesto que se basan en el sistema ternario Fe-C-N, el mecanismo de transformación de fases y las características de las capas formadas son significativamente diferentes. Señalar que existen dos variantes principales, la nitrocarburoación ferrítica (aprox a 843 K) y la austenítica (entre 948 y 1048 K)[3].

2.3.2. NITRURACIÓN Y NITROCARBURACIÓN EN BAÑO DE SALES.

La nitruración en baño de sales opera en el mismo rango de temperaturas que la nitruración gaseosa. En este caso, el medio nitrurante es un baño de sales fundidas de cianuro y cianato. Los tipos de baño utilizados son similares a los utilizados en la carburación o cianuración en baño de sales, pero, al igual que en la nitruración gaseosa, se realiza a temperaturas subcríticas, por lo que la distorsión dimensional y geométrica es muy inferior a la de los procesos referidos.

Las aplicaciones de este tipo de nitruración pueden ser idénticas a las de la nitruración gaseosa por lo que supone un competidor directo de este tipo de nitruración. No obstante, es un tratamiento menos adecuado cuando se requieran capas nitruradas de gran espesor.

En este trabajo realmente se ha utilizado un tratamiento de nitrocarburoación en baño de sales, pero dado que la diferencia con la nitruración pura es más pequeña que en el caso de la nitrocarburoación gaseosa (puesto que la cantidad de carbono introducida es menor), puede considerarse una variante directa de la original nitruración pura. Por ello, en primer término se describirán someramente tecnologías de la nitruración pura, para luego extenderse en la descripción de la tecnología de nitrocarburoación utilizada.

2.3.2.1 NITRURACIÓN.

Tipos de nitruración en baño de sales.

Aunque en el mercado existen múltiples variantes, generalmente patentados y con nombres comerciales, de este tipo de procesos, estos pueden ser agrupados como sigue [3]:

- **Nitruración en baño de sales presurizado:** Operando en un reactor cerrado a sobrepresión de entre 7 a 205 kPa y a una temperatura de entre 798 a 838 K, se introduce amoníaco gas anhidro en el seno de un baño de sales de cianuro sódico y otras sales. La introducción directa de amoníaco controla la reacción cianuro-cianato, operando de forma nominal en rangos de 30-35 % de cianuros y 15-20% de cianatos. En este caso no es necesario un envejecimiento del baño para establecer el equilibrio cianuro/cianato. El ciclo total de nitruración medio es de 24

h, pero puede variar mucho (de 4 a 72 h). Para el mantenimiento de las mejores propiedades mecánicas del núcleo, el acero debe ser revenido previamente a una temperatura de, al menos, 28 K superior a la del baño. Para un acero de baja aleación (AISI 4140) con dureza del núcleo de 35 HRC, y un ciclo de nitruración de 24 h, se puede obtener una capa nitrurada de 88 HR15N de dureza máxima y profundidad de 0,65 mm.

- Nitruración en baño de sales aireado: En este proceso, que opera a 843 K, se hace pasar un flujo de aire por el baño de sales, constituido por cianuros de sodio y potasio y sus correspondientes cianatos. El contenido de cianuro está entre el 50 y el 60%, y el contenido de cianato se mantiene entre el 32 y el 38%. El tiempo de ciclo para este tipo de procesos es muy inferior al del proceso anterior (inferior a 10 h), consiguiéndose capas nitruradas de 0,3 mm en ciclos de 90 minutos para aceros de baja aleación. La capa de compuestos (de espesor entre 5 y 10 μm), está formado casi exclusivamente por fase ϵ y cementita. La utilización de este tipo de proceso es muy recomendable cuando se desea nitrurar aceros al carbono.
- Nitruración en baño de sales aireado bajo en cianuro: Con el fin de eliminar la problemática ambiental de los baños con alto contenido en cianuro (muy tóxicos), se han venido desarrollando alternativas que eliminan o minimicen la presencia de éste en el baño. Diversas técnicas permiten reducir el contenido en cianuro a niveles por debajo de 1%. En estos casos los porcentajes de cianato están entre el 65 y el 75%. Los resultados obtenidos son muy similares a las obtenidas para los tipos de proceso anteriores.

Efectos de la composición del acero.

Aunque los efectos de la nitruración en baño de sales son muy similares a la nitruración gaseosa en una etapa para los aceros de nitruración y aleados, resulta en una mejora espectacular de la resistencia a la fatiga para aceros al carbono y débilmente aleados. Esto ocurre porque el nitrógeno, en solución sólida en la ferrita o martensita en la capa de difusión, tiende a segregarse al descender la solubilidad durante el enfriamiento y precipitar como fase γ' en la matriz ferrítica, provocando el aumento de la resistencia a fatiga.

Para el caso de aceros rápidos, en comparación con la nitruración gaseosa, las capas obtenidas serán más dúctiles, con un contenido menor en nitrógeno.

Prácticas generales de operación.

- Calentamiento del baño: Se realiza un calentamiento del baño hasta la fusión de las sales a temperaturas entre 813 y 868 K. Debe cubrirse el baño, o estar completamente ventilado, para evitar explosiones de la sal. Las sales deben estar completamente secas para evitar erupciones de vapor de agua. durante el calentamiento.
- Envejecimiento del baño: Dado que las sales de las que se parte son mezclas de cianuros, debe provocarse la transformación del cianuro en cianato hasta las

proporciones nominales de operación. Por ello, durante la puesta en operación del baño, una vez fundidas las sales, deben mantenerse a una temperatura entre 838 y 868 K durante al menos 12 h para que se alcance el equilibrio cianuros-cianatos. La velocidad de envejecimiento depende tanto de la temperatura, como del ratio superficie expuesta al aire/volumen del baño.

Equipo.

- Hornos: Los reactores utilizados suelen ser de tipo discontinuo, aunque son posibles configuraciones continuas o semicontinuas. En general los hornos utilizados son similares a los utilizados en otros tratamientos con baños de sales, tales como carbonitruración o cianuración. Éstos pueden ser interna o externamente calentados por medio de gas, combustible o eléctricamente.

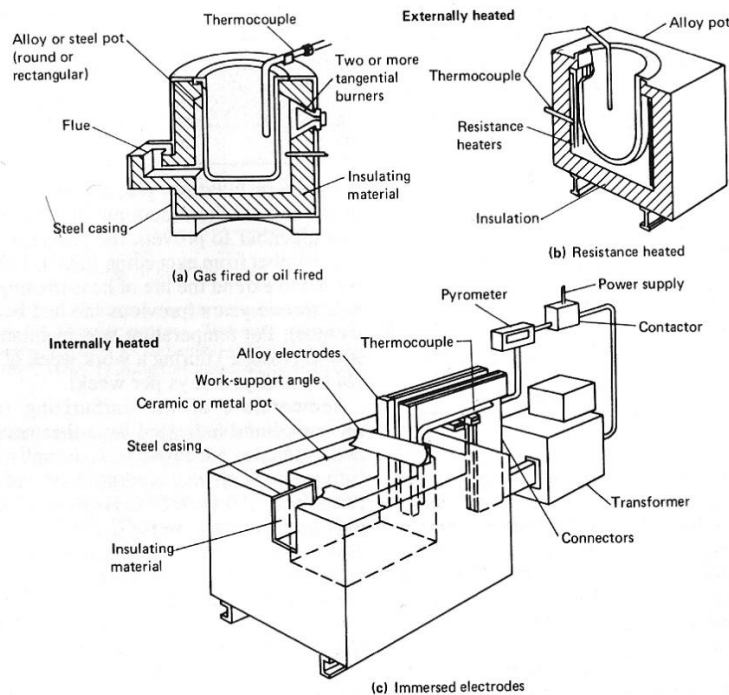


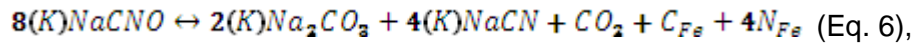
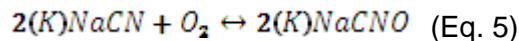
Fig 2.3-4. Ejemplos de reactores de nitruración en baño de sales [3]

- Materiales de fabricación: El rango de materiales de fabricación es más amplio que en el caso de los hornos de nitruración gaseosa dado que los baños de sales varían mucho en composición de un fabricante a otro. Los materiales más utilizados son aleaciones de titanio, Inconel o aceros inoxidables martensíticos.

2.3.2.2 NITROCARBURACIÓN

El proceso de nitrocarburoación supone que tanto el nitrógeno como el carbono son absorbidos y difundidos en la capa superficial del acero tratado. Estos procesos operan a temperaturas entre 843 y 853 K, justo por debajo del eutéctico del sistema Fe-N.

Estos procesos se basan en las siguientes reacciones de oxidación de los cianuros a cianatos, y en la reacción de descomposición catalítica del cianato (la superficie metálica actúa como catalizador) [3]:



dónde los C y N atómicos liberados son las especies reactivas que difundirán en la superficie del acero.

Estos procesos son utilizados para la mejora de la resistencia a la fatiga y al desgaste de un amplio rango de aceros. Se han realizado estudios que sugieren un aumento en la resistencia al desgaste de entre 40 y 100 veces respecto al estado recocido en aceros de herramientas de trabajo en frío Cr-Mo-V [15].

El tipo de fases que se obtiene en un proceso de este tipo puede deducirse con adecuado diagrama de equilibrio ternario Fe-N-C. La buena resistencia al desgaste que exhiben los aceros nitrocarburoados se considera que es debido a la formación, a la temperatura de operación, de una capa compuesta (la concentración suele estar en 3-6 %N y 3-4% de C) formada casi en su totalidad por un carbonitruro Fe-ε que cristaliza en el sistema hexagonal compuesto, con pequeñas cantidades de Fe₄N(γ') y cementita. Este carbonitruro presenta mayor tenacidad que el ε del sistema binario Fe-N. Sin embargo, en este caso, el tiempo de nitruración es un parámetro importante, dado que la proporción de fase γ' aumentará con el tiempo de proceso.

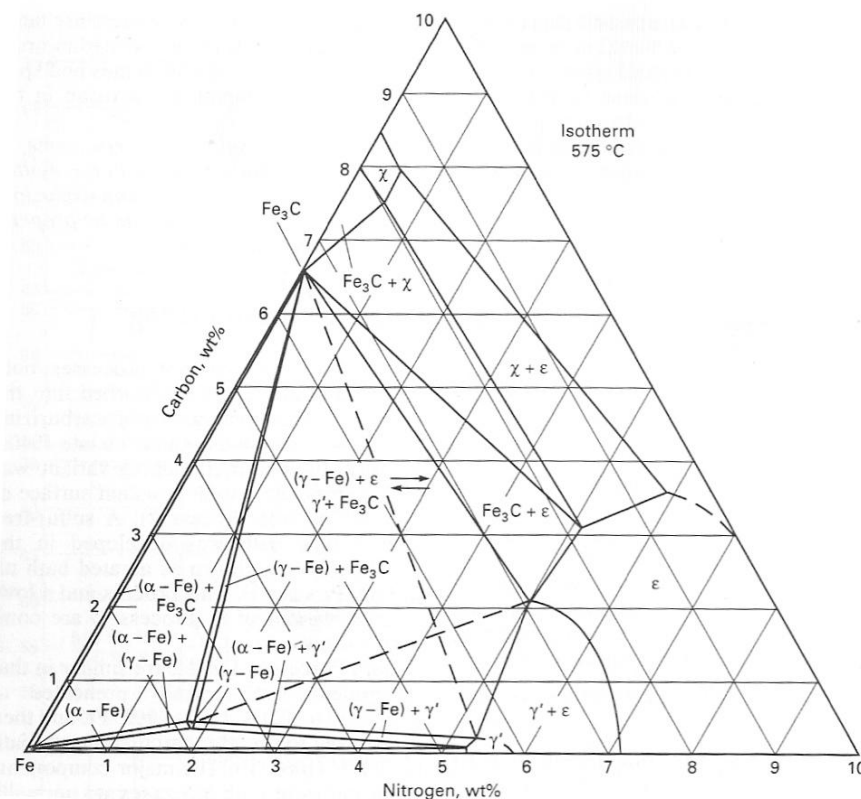


Fig 2.3-5. Diagrama de equilibrio Fe-N-C a 848 K [3]

Tipos de nitrocarburation en baño de sales.

Tal y como sucede para la nitruración en baño de sales se han venido desarrollando múltiples variantes de tipo de baños, muchos de ellos con patentes comerciales, pero que pueden clasificarse en los siguientes tipos [3]:

- **Alto en cianuros sin azufre:** En este caso los cianuros son envejecidos a cianatos. Para obtener el alto nivel de cianatos necesarios, la reacción de oxidación es acelerada mediante la inyección de aire seco, que además proporciona agitación al baño. Posteriormente, se produce la descomposición catalítica de los cianatos sobre la superficie del metal, produciéndose la absorción de las especies atómicas (N y C) liberadas por el metal.
- **Alto en cianuros con azufre (sulfinización):** En este caso, en lugar de aire, se utilizan sulfitos como agentes oxidantes de los cianuros. Los sulfitos, reducidos a sulfuros se depositan en la superficie de la pieza en forma de sulfuros de hierro. Este tratamiento produce que la capa más exterior de la pieza tratada presente una determinada microporosidad que facilita la impregnación de los lubricantes en las aplicaciones con rozamiento mutuo, reduciendo el efecto de adherencia entre las partes.
- **Bajo en cianuros con y sin azufre:** Debido a consideraciones ambientales, se han desarrollado otras tecnologías que permiten reducir el porcentaje de cianuros en el baño a niveles por debajo del 3%. Estos baños utilizan sales de litio o compuestos orgánicos que permiten el mantenimiento bajo de los cianuros.

Tuffriding-Tenifer.

Este proceso, desarrollado inicialmente por la compañía alemana DEGUSSA, es el proceso de nitrocarburation utilizado en este trabajo. Dado que se dispone de suficiente información, la operación y esquema del proceso se describirán con más detalle más adelante, y se ofrece una información completa en los apéndices de este trabajo. En este apartado se comentarán los aspectos más relevantes.

Opera a una temperatura de 853 K, con un baño de sales fundidas constituido, en su fórmula original, por 60%(en peso) NaCN, 24% KCl y 16% K₂CO₃ [13]. La oxidación de los cianuros se lleva a cabo por una corriente de aire seco.

Sin embargo, la marca comercial suministradora del equipo industrial, utiliza sales con nombres comerciales (NSK y TF-1 para constituir el baño inicial-7.5% y 92.5%- y REG-1 para el mantenimiento del mismo), cuya composición exacta no es indicada. En cualquier caso, las condiciones óptimas de operación referidas en el manual indican un baño con concentración en cianuros inferior al 5%, y con un contenido en cianatos entre el 35 y el 38% [14]. Por ello, se podría encuadrar en un tipo de baño bajo en cianuros sin azufre.

El tiempo de operación recomendado está entre 90 y 120 minutos, con una temperatura óptima de trabajo de 853 K, pero que amplía al rango de operación entre los 833 y los 903 K. Señala el fabricante que, para temperaturas inferiores, disminuye el espesor de la capa de compuestos, pero aumenta la proporción de fase γ' , fase no deseada en este tipo de capas nitruradas, sobre todo para aceros al carbono o de baja aleación. El contenido de cianato también influencia la calidad de la nitruración. A niveles

superiores al 38 %, normalmente se producen capas de compuestos más gruesas. Sin embargo, la proporción de poros normalmente se incrementa y los componentes se recubren con una capa gruesa. Por otro lado, si el contenido de cianato se reduce a menos del 35 % no es posible obtener el grosor de la capa de compuestos requerido en el tiempo de tratamiento. Además, será más probable un incremento en la proporción de nitruros Fe- γ' en la capa de compuestos.

El proceso incluye una etapa posterior de enfriamiento entre 623 y 673 K, denominada AB1, cuya misión es la oxidación de las sales a carbonatos para su eliminación segura desde el punto de vista ambiental y que genera una capa de magnetita en la superficie del acero aumentando de forma notable su resistencia a la corrosión.

La capa nitrurada consta de una capa de compuestos constituida casi en su totalidad por carbonitruro Fe- ϵ de espesor máximo 15 μm para aceros de herramientas. La capa de difusión (de entre 120 a 135 μm para aceros de herramientas) está constituida por solución sólida α -(Fe,N), por nitruros de elementos aleantes, por láminas de carbonitruros (carbonitride networks) Fe- γ' y Fe- ζ y por carbonitruros aislados procedentes de los carburos precipitados existentes en el acero sin tratar. Las láminas de carbonitruros, precipitados en las fronteras de grano, impiden el crecimiento de la capa de difusión [13].

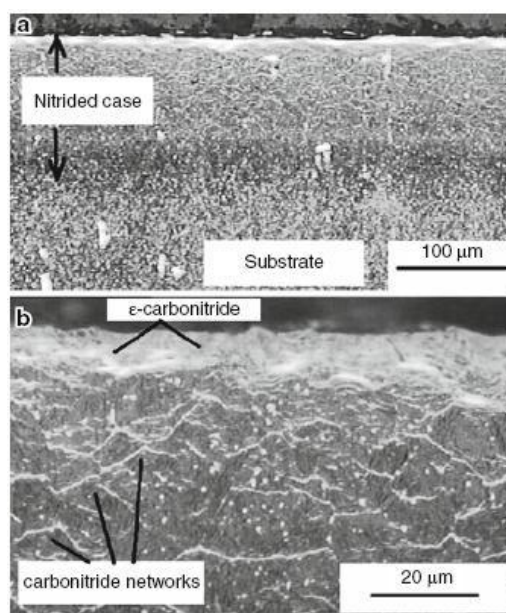


Fig 2.3-6. Micrografías ópticas de un acero de herramientas Cr-Mo-V nitrurado Tufftriding [13]

2.3.3. NITRURACIÓN POR PLASMA.

Genéricamente conocidas por esta denominación, realmente constituye una serie de procesos nombrados más propiamente como técnicas de nitruración asistidas por plasma.

Todas ellas son evoluciones técnicas de la, originalmente patentada en los años 1930, conocida como nitruración por plasma de corriente directa (DCPN). Básicamente, en un reactor en medio vacío, una fuente de energía eléctrica es usada para generar un plasma de iones de nitrógeno procedente de la disociación de $\text{N}_2(\text{g})$. Esta corriente de iones bombardea la superficie del metal, calentándolo, limpiándolo y proporcionando el nitrógeno activo. Este tipo de técnicas son metalúrgicamente más versátiles que las clásicas,

pudiendo ser aplicadas a otras aleaciones que no contengan elementos formadores de nitruros. Permite un control dimensional superior y un mantenimiento del acabado superficial. La nitruración iónica permite operar a temperaturas inferiores a los métodos clásicos por lo que se resuelven los inconvenientes que surgen, por ejemplo, en la nitruración de aceros inoxidable. Dado que permiten un control absoluto de las condiciones de operación pueden obtenerse capas nitruradas de la potencia deseada y con la total eliminación o selección del espesor y composición de la capa de compuestos. La ausencia de emisión de sustancias contaminantes y el reducido consumo de gas de operación resultan en una técnica eficiente y ambientalmente más respetuosa que las técnicas clásicas.

La combinación de gases utilizadas es $N_2(g)+H_2(g)$. El nitrógeno aporta la especie activa y el hidrógeno contribuye de forma preferente a la formación del plasma por la gran movilidad y energía de sus iones. Las proporciones de los gases dependen del tipo de capa de nitruración a obtener, pero una composición muy usual es 50-50%(en volumen)

Una de las características que diferencia de forma esencial, en cuanto a resultados, este tipo de nitruración es la posibilidad de controlar de forma precisa las características de la capa de compuestos. Dado que el gas utilizado es, generalmente, $N_2(g)$ el potencial de nitruración puede ser más fácilmente controlado. De esta manera, pueden obtenerse capas blancas monofase γ' o ϵ (para lo cual debe introducirse en la atmósfera nitrurante metano), composiciones ad hoc, e incluso eliminar completamente dicha capa. Esto permite una nitruración a la carta en función de las solicitaciones de diseño de la pieza a nitrurar, puesto que las piezas sin capa blanca o monofásicas γ' están más indicadas para piezas sometidas a fatiga, y las que tienen capa de compuestos ϵ son más indicadas para piezas sometidas a desgaste. La mayor resistencia a fatiga de las capas compuestas γ' se debe a que: este nitruro es más dúctil que el ϵ ; las capas compuestas formadas por mezcla de ambos (típicas de la nitruración gaseosa) son más susceptibles de fractura puesto que las interfases entre ambos nitruros son débiles y por el diferente coeficiente de dilatación térmico [3].

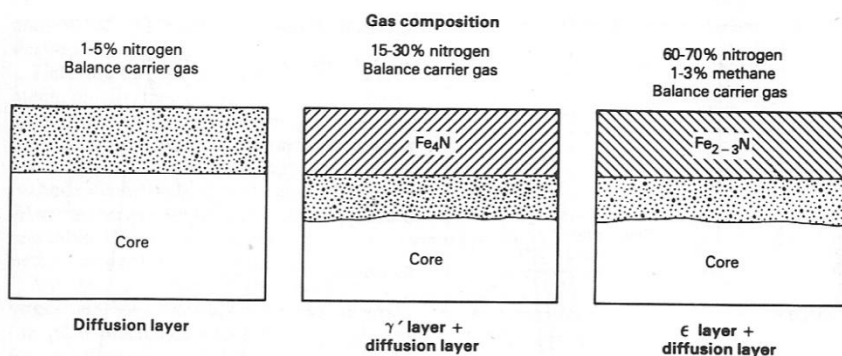


Fig 2.3-7. Típicas composiciones del gas de nitruración y capas nitruradas obtenidas [3]

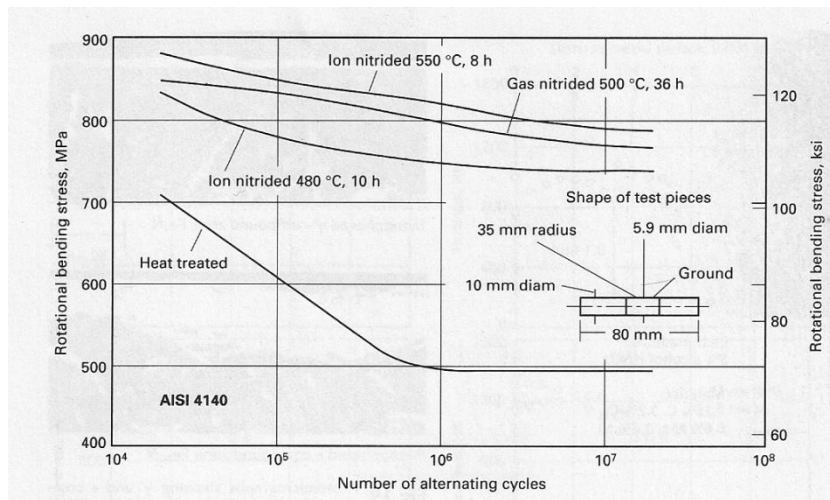


Fig 2.3-8. Efecto de la nitruración en la resistencia a fatiga [3]

Asimismo, otra de las ventajas de este método, es que la estabilidad dimensional es prácticamente total y la modificación de la rugosidad superficial mínima, por lo que es la técnica preceptiva para piezas de gran exigencia en cuanto a tolerancias sin ser necesarias operaciones posteriores de rectificado o lapeado.

La dureza máxima superficial obtenida es altamente dependiente de la temperatura de proceso, pudiendo obtener durezas superiores a las obtenidas en nitruración gaseosa como resultado de temperaturas de operación inferiores. Sin embargo, la profundidad de la capa nitrurada tiene a ser menor que en el caso de la nitruración gaseosa (inferiores a 400 μm).

Finalmente, dado que es una técnica que permite una automatización casi completa, la repetitividad de los resultados obtenidos es excelente, pero tras un estudio y pruebas previas exhaustivas, puesto que se trata de una técnica preferentemente direccional, donde la geometría de la pieza juega un papel mucho más importante que en las técnicas clásicas.

Como desventajas principales pueden mencionarse unos costes de implantación elevados y unos tiempos de ciclo superiores a otras técnicas de nitrocarburo (varias horas).

Tipos nitruración por plasma[13].

- Plasma de corriente directa (DCPN): La técnica original. El equipo básico consta de una cámara de vacío, una fuente de potencia eléctrica DC y un sistema de suministro de gases y de vacío. La pieza sometida a tratamiento se sitúa como cátodo en la cámara de vacío. La cámara es puesta en un vacío bajo ($P= 1 \text{ Pa}$) y entonces se suministran los gases reactivos, creando una presión interior de entre 100 y 1000 Pa. En dicho momento, se crea un potencial negativo entre los electrodos de la cámara. Los electrones, en su recorrido hacia el ánodo, colisionan con las moléculas de los gases, creando especies iónicas. En este momento se produce la descarga del plasma sobre la muestra polarizada(cátodo). Las partículas cargadas bombardean la superficie del metal, provocando una serie de eventos: creación de vacantes atómicas en la superficie del metal por “choque” de las partículas cargadas con

los átomos de la superficie externa (sputtering); interacción de estas especies entre sí; difusión de las especies cargadas (iones de N) en la superficie y seno del material (nitruración); calentamiento de la superficie por bombardeo (que facilita el anterior efecto). El desarrollo de las subsiguientes técnicas se debe a los efectos eléctricos de borde y el efecto *hollow cathode* que generaban capas nitruradas no uniformes.

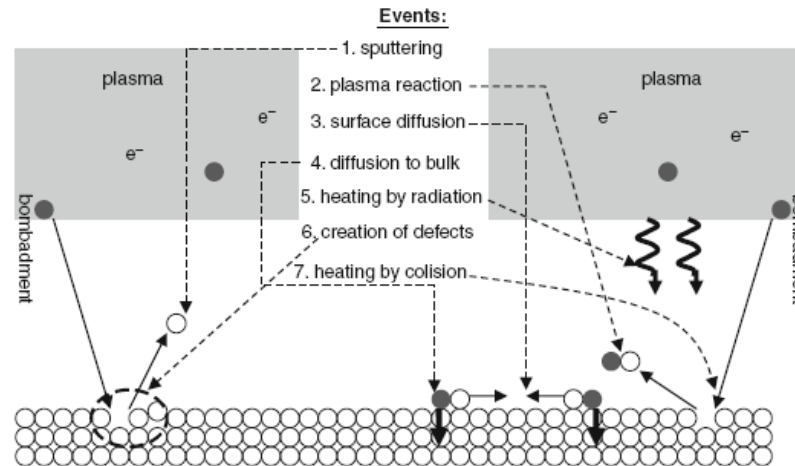


Fig 2.3-9. Eventos de interacción entre el plasma y la superficie [13]

- **Plasma pulsado (PPN):** En este caso se sustituye la fuente de alimentación eléctrica DC por una fuente pulsada. De este modo se puede controlar el tiempo de generación del plasma siendo en este caso discontinuo. Modificando la duración de los pulsos y el tiempo entre pulso puede controlarse la temperatura de la superficie y la energía de incidencia de las especies iónicas sobre ésta. Se ha demostrado una influencia clara entre estos parámetros y la microestructura y características mecánicas de la capa nitrurada. El espesor de las capas nitrurada está entre 60 y 70 μm para operación a 773 K
- **Plasma de pantalla activa (ASPN):** Está técnica permite la eliminación total de los efectos de borde, de *hollow cathode*, y los daños superficiales originados por la interacción directa del plasma con la superficie del metal. En este caso, la especie a nitrurar se encuentra rodeada por una pantalla metálica en forma de malla, la cual está sometida al potencial catódico, y aislada eléctricamente. De este modo, el plasma no incide directamente, sino que la superficie es calentada indirectamente por radiación desde la pantalla catódica, y los iones de nitrógeno alcanzan la superficie por un efecto indirecto. La presión de operación juega en este caso un papel importante (entre 75 y 250 Pa). A mayor presión, mayor dureza máxima obtenida, pero menor espesor de capa.

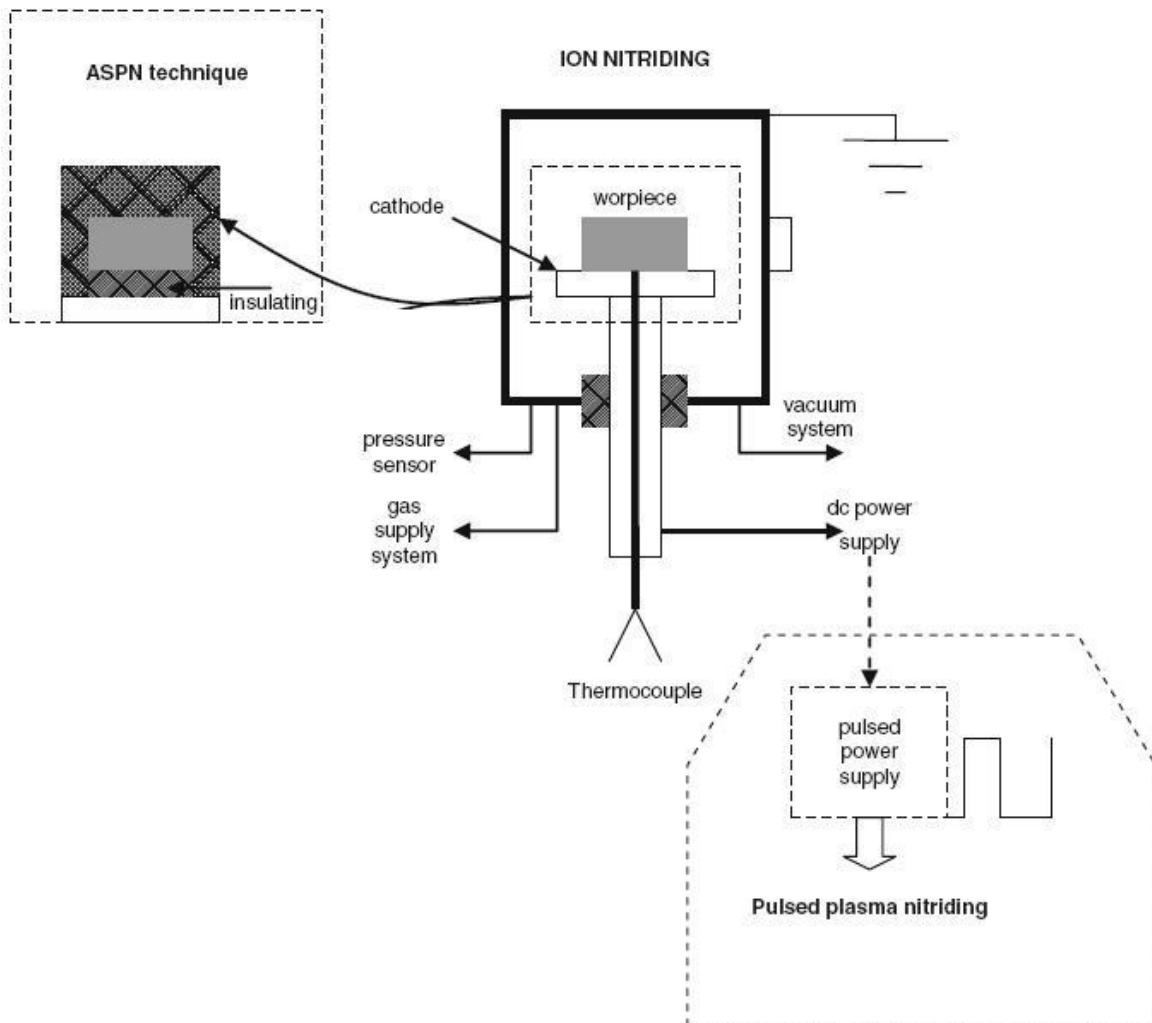


Fig 2.3-10. Equipamiento básico de DCPN, PPN y ASPN [13]

Prácticas generales de operación.

- Creación de vacío en el reactor: La primera etapa del proceso es la eliminación del aire y contaminantes presentes en el reactor de nitruración. Como se ha señalado, el vacío a alcanzar no es muy elevado ($\approx 1\text{Pa}$), por lo que una bomba rotatoria puede ser suficiente.
- Calentamiento: Previo al inicio de la generación del plasma, el material a nitrurar debe ser precalentado hasta temperaturas cercanas a las de operación. De este modo, se evita utilizar el propio plasma como fuente de calentamiento inicial, dado que la presencia de humedad e impurezas en la muestra interaccionarían fuertemente con el plasma a bajas temperaturas, provocando daños en la superficie. El método más común de precalentamiento es por cátodo equipado con resistencia eléctrica.
- Pretratamiento superficial muestra (*etching*): Es práctica habitual, de forma ineludible para el caso de aceros inoxidable, la realización de una limpieza iónica de la superficie para la eliminación de capas protectoras preexistentes, que dificultarían o impedirían la difusión del nitrógeno (capas pasivas) en el

acero. Para ello, se crea un plasma energético, que literalmente destruye la capa más superficial del material. Lo habitual es la utilización de mezclas de gases $\text{Ar(g)}+\text{H}_2\text{(g)}$, en proporciones 10%-90%, dada la elevada masa atómica del Ar y su gran potencial de *etching*.

- **Enfriamiento:** Una vez finalizado el tratamiento, la carga es enfriada mediante la recirculación de gases inertes sobre ella, gases que son enfriados por intercambio de calor con las paredes enfriadas del reactor.

Equipo.

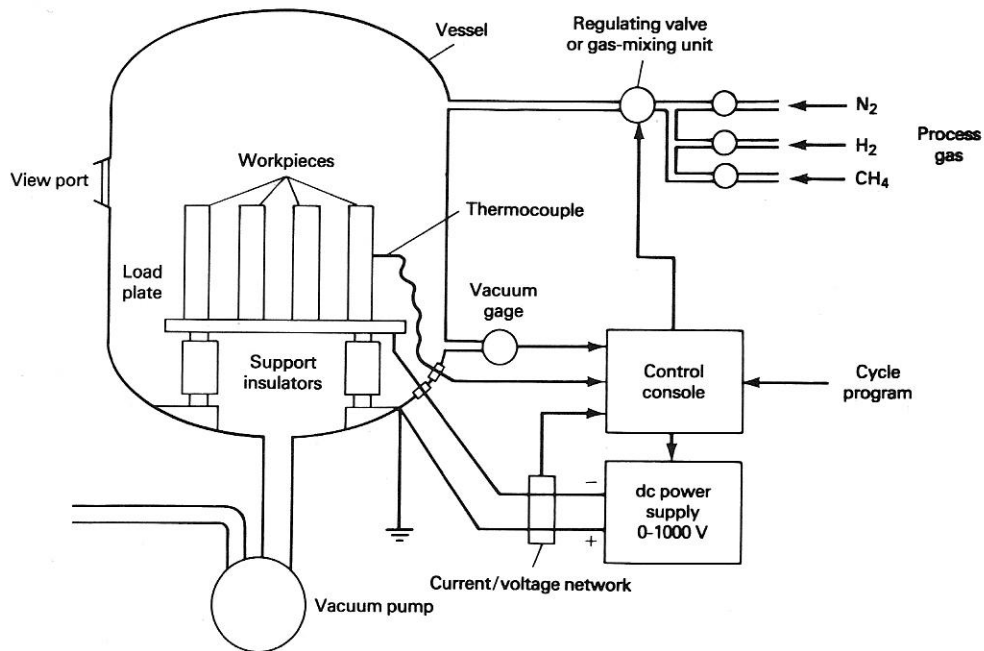


Fig 2.3-11. Instalación típica de nitruración por plasma [3]

2.4. NITRURACIÓN ACEROS ESTUDIADOS. ESTADO DEL ARTE.

En este subcapítulo se comentarán resultados de trabajos de investigación previos, utilizados como referencia, sobre nitruraciones realizadas a los tipos de acero (o muy similares) sometidos a estudio en la Fase 1 de este volumen. Se incluye, para cada acero, una ficha describiendo sus principales características.

2.4.1. ACERO AL CARBONO C45E.

Ficha de características.

Generalidades

Acero muy económico y universal, de contenido medio en carbono (C = 0,42-0,50%) con el que se consigue, cuando se temple y se reviene (bonificado), características mecánicas muy aceptables, alcanzando una resistencia media de 700-900 MPa. No es recomendable para soldar. Con carbono alto se puede lograr buenos resultados al ser templado por inducción, donde se obtienen durezas de capa entre 50 y 55 HRc, aproximadamente.

Sus principales aplicaciones son:

Elementos mecánicos de responsabilidad media. Piezas estampadas, palancas, ejes, arandelas de regulación, bielas, discos de embrague, coronas de arranque, etc.

Piezas de resistencia media, de pequeños espesores y formas poco complicadas, engranajes flameados, ejes poco cargados.

Piezas de forja que posteriormente se mecanizan y no están sometidas a esfuerzos directos, fatigas, desgastes, etc.

Equivalencias

UNE-EN	UNE	DIN	ANFOR	ASTM/AISI/SAE
C45E/1.1191	F-1140	CK 45/1.1191	XC 45	1045

Normas: EN 10083-1,2,3:2008; UNE 36011; DIN 17200; NF A35-552-86

Tabla 2.4-1. Equivalencias principales de denominación acero C45E

Composición química

Fabricante/Suministrador	LÍMITES DE COMPOSICIÓN(%)								
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni	Cr+Mo+Ni
Thyssen Krupp	0,45	0,65							
Aceros IMS	0,40-0,50	0,50-0,80	0,15-0,40						
IPARGAMA	0,42-0,50	0,50-0,80	<0,40	<0,035	<0,035	<0,40	<0,10	<0,40	<0,63
Aceros URSSA	0,40-0,50	0,50-0,80	<0,40	<0,045	<0,035				<0,63
Norma UNE-EN	0,42-0,50	0,50-0,80	<0,40	<0,035	<0,035	<0,40	<0,10	<0,40	<0,63

Tabla 2.4-2. Composición química acero C45E (o equivalente) según fabricantes y norma UNE-EN vigente [57][58][59][60]

Propiedades mecánicas

Proveedor	CARACTERÍSTICAS MECÁNICAS							
	Dimensiones [mm]	Estado	Rp(0,2)[Mpa]	Rm[Mpa]	Alargamiento[%]	Estricción[%]	Energía absorbida (T =298K)[J]	Dureza
Thyssen Krupp	16<d<40	Temple y Revenido		650-800				
	40<d<100	Temple y Revenido		630-780				
Aceros IMS	16<d<40	Normalizado	>295	550-745	>15			
	100<d<160	Normalizado	>265	530-725	>15			
IPARGAMA	16<d<40	Temple y Revenido	>430	650-800	>16	>40	25	Superficial 55-61 HRC
	40<d<100	Temple y Revenido	>370	630-780	>17	>45	25	Núcleo(10 mm) 23-33 HRC
	16<d<100	Normalizado	>305	>580	>16			
	100<d<250	Normalizado	>275	>560	>16			

Tabla 2.4-3. Características mecánicas acero C45E (o equivalente) según fabricantes [57][58][59]

Tratamientos térmicos

Acero de buena templabilidad, muy recomendado para temple superficial.

	Temperatura [K]	Enfriamiento
Forja o laminación en caliente	1123-1523	
Normalizado	1113-1143	Aire
Recocido ablandamiento	943-983	Aire
Recocido globular	983 K (6 horas) 943 K (8 horas)	10 K/h hasta 923 K
Temple	1103-1123 K 1113-1133 K	Agua Aceite
Revenido	773-923 K	Aire

Tabla 2.4-4. Condiciones de tratamientos térmicos recomendadas acero C45E (o equivalente)

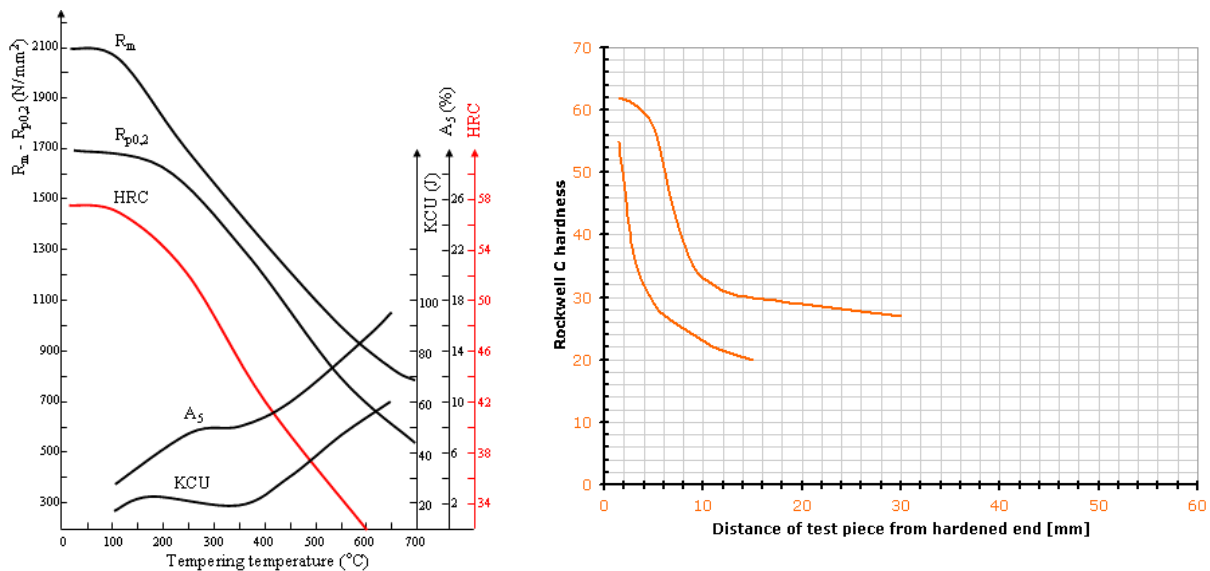


Fig 2.4-1. Diagrama de revenido y templabilidad (Jominy) acero C45E(o equivalente)[56]

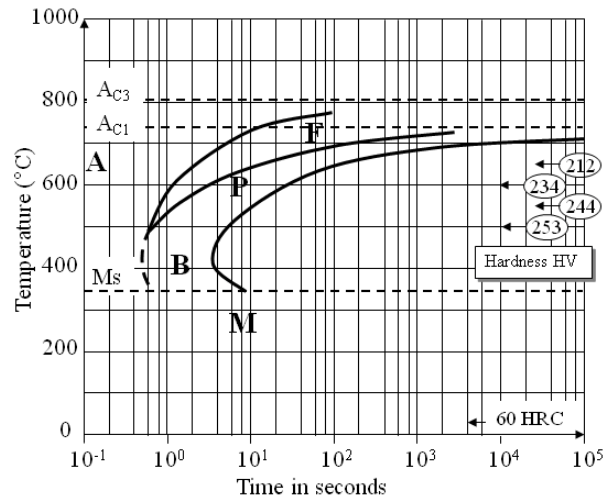


Fig 2.4-2. Diagrama TTT acero C45E (o equivalente)[56]

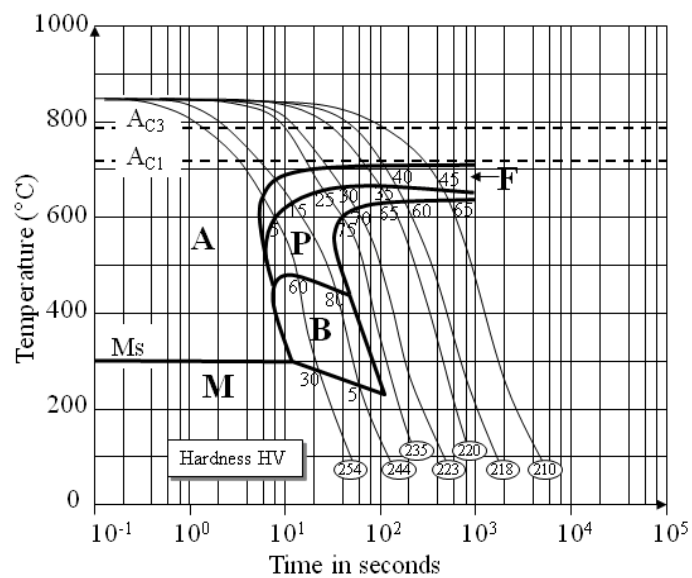


Fig 2.4-3. Diagrama CCT acero C45E (o equivalente)[56]

Microestructuras

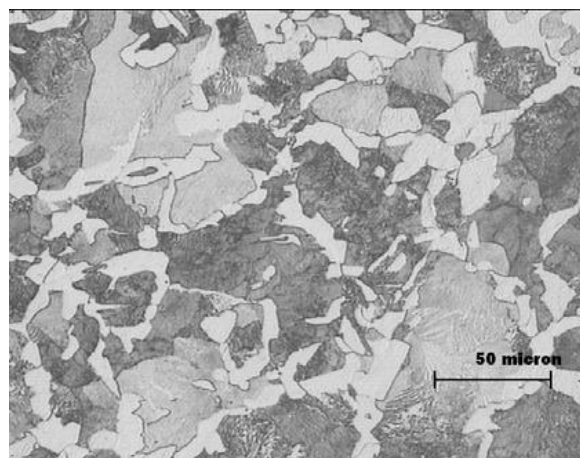


Fig 2.4-4. Microestructura C45E Bruto de colada (Ferrita+perlita)[56]

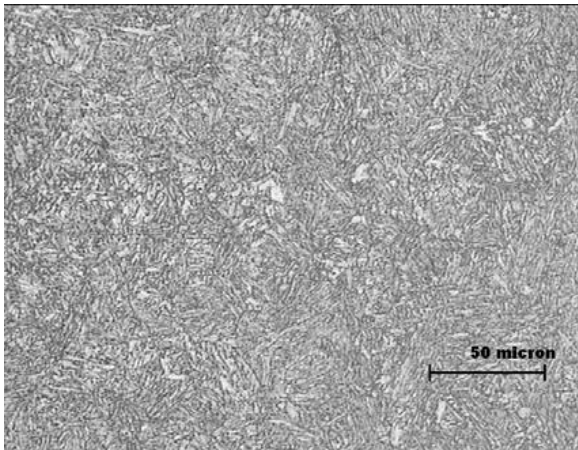


Fig 2.4-5. Microestructura C45E Templado al agua(martensita)[56]

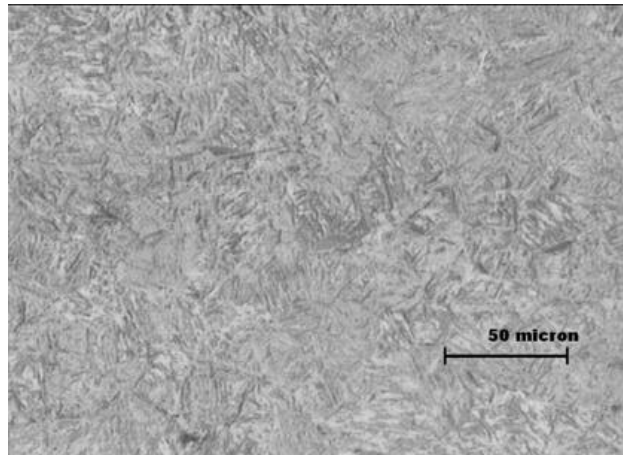


Fig 2.4-6. Microestructura C45E Templado y revenido 873K (martensita revenida)[56]

Efectos nitruración en el acero.

En la búsqueda bibliográfica las referencias de estudios de investigación sobre la nitruración de este tipo de acero son limitadas. No ha de olvidarse que los aceros al carbono son considerados como no adecuados para cualquier tratamiento de nitruración o nitrocarburoción y en esto puede encontrarse la razón para la existencia de una bibliografía escasa.

Nitruración gaseosa.

- F. Ashrafizadeh et al.[16] realizó un estudio comparativo entre las microestructuras y perfiles de microdureza generados por nitruración gaseosa (y por plasma) sobre un acero CK 45 (equivalente a C45E). También realizó análisis XRD (espectrometría de difracción de rayos X) y ensayos de fatiga sobre las capas nitruradas.

El acero se encontraba en microestructura ferrítico/perlítica (sin temprar). La nitruración fue realizada en “condiciones industriales” en un ciclo de 70 h.

La microestructura obtenida muestra una capa de compuestos de 25 μm de espesor. El análisis por XRD mostró que estaban constituida por fase γ' y fase ϵ .

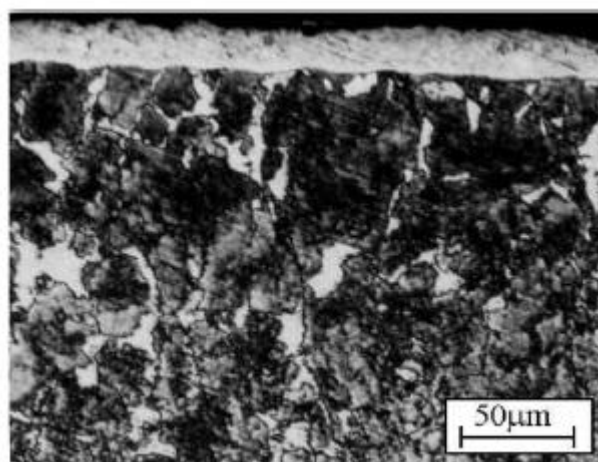


Fig 2.4-7. Microestructura acero Ck 45 nitruración gas 70h [16]

La capa de difusión está constituida por Fe- α (+perlita) con nitrógeno en solución sólida, que al descender la temperatura (y su solubilidad) precipita en parte como nitruros tal y como se mostraba en la micrografía SEM (microscopía electrónica de barrido).

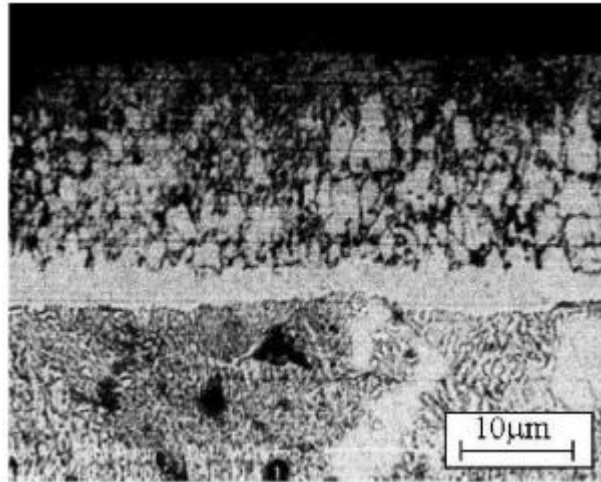


Fig 2.4-8. Micrografía SEM acero Ck 45 nitruración gas 70h [16]

En cuanto a la dureza máxima obtenida fue de 470 HV (0,1). La dureza del núcleo era de 270 HV (0,1). Se tomó como criterio para la estimación de la capa efectiva un valor de dureza 10% superior a la del núcleo, siendo, para este supuesto, de 0,4 mm.

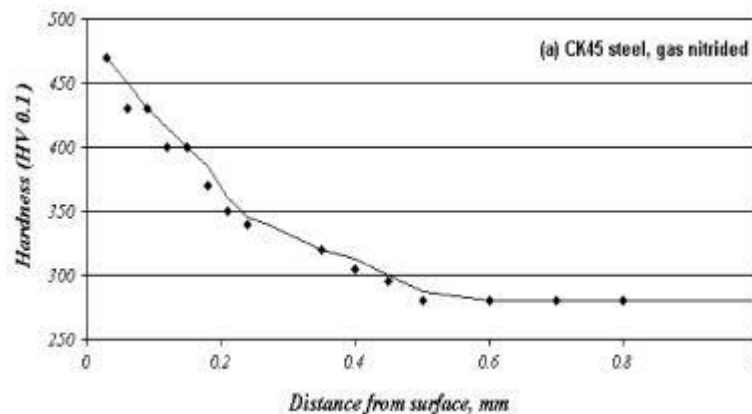


Fig 2.4-9. Perfil microdurezas acero Ck 45 nitruración gas 70 h [16]

Según los criterios utilizados en este trabajo para la estimación de la capa efectiva, la capa efectiva sería inferior a 0,2 mm (Dureza > 400 HV) ó aproximadamente 0,35 mm (Dureza Núcleo + 50 HV).

Muy interesantes son los resultados de los ensayos de resistencia fatiga. Mostraron un incremento en la carga máxima cíclica aplicable de un 52% respecto al acero sin tratamiento. Asimismo, no apareció diferencia significativa entre la resistencia a fatiga de las muestras nitruradas por gas y las nitruradas por plasma (capa compuestos-5 μ m, fase γ') por lo que la influencia del espesor y composición de la capa de compuestos la concluyeron como mínima.

- Yang et al.[17] efectuaron una comparativa sobre la nitruración en gas de aceros AISI 1045 (equivalente a C45E) y AISI 4140 (equivalente a 42CrMo4). Realizaron

caracterización micrográfica, perfiles de microdureza, perfiles de composición de nitrógeno y estimación de la composición de la capa compuesta.

Los aceros fueron templados desde 1116 K(1,5 h) en aceite, y revenidos en aire a 852 K(3 h), resultando ambos en estructuras martensíticas de dureza HR_C 24 para el AISI 1045.

La nitruración se realizó en un proceso industrial de dos etapas: 1ª etapa, 10 h a 800 K con disociación de amoniaco de 24-28%; 2ª etapa, 50 h a 821 K con disociación 79-82%.

La capa de compuestos obtenida fue de unos 18 μm .

El perfil de microdurezas fue realizado con la primera indentación a 50 μm de la superficie, por lo que no es representativo de la dureza máxima real, al estar ejecutado en capa de difusión.

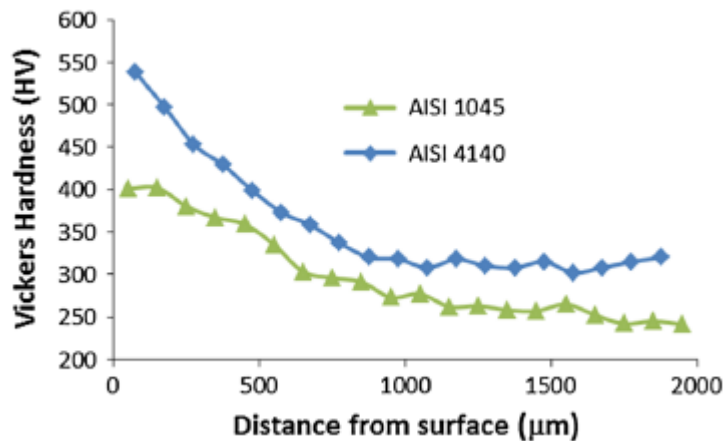


Fig 2.4-10. Perfil microdurezas aceros AISI 1045 y 4140 nitruración gas doble etapa [17]

Comparando con los anteriores resultados, aun estando en estado de martensita revenida, puesto que el revenido realizado fue tan alto, el comportamiento, tanto en cuanto a dureza máxima (400 HV a 50 μm), como dureza del núcleo(250 HV) no difiereN significativamente de los obtenidos para la estructura ferrítico/perlítica descritos por el autor anterior.

Para este caso, según uno de los criterios de capa efectiva escogidos en este trabajo (Dureza núcleo +50 HV), ésta sería de aproximadamente 600 μm .

El perfil de contenido en nitrógeno es concordante con el perfil de microdurezas, (prácticamente idénticos para el AISI 1045), como muestra de que gobierna, de forma fundamental, la difusión intersticial del nitrógeno en Fe- α . En el caso del acero AISI 4140, se muestra un perfil con mayor concentración de nitrógeno, correspondiente a mayor dureza y de menos profundidad de penetración, tal y cómo corresponde al efecto de precipitación de nitruros de los elementos aleantes.

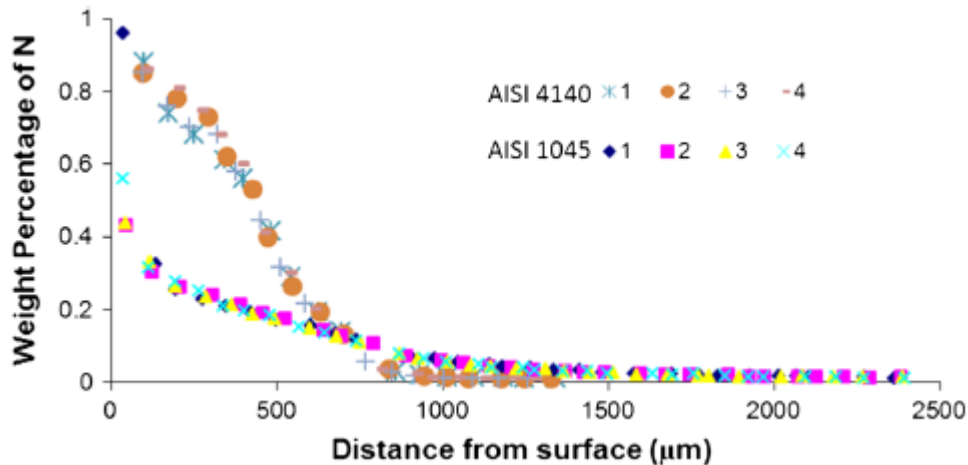


Fig 2.4-11. Perfil de % en peso de N con la profundidad. Obtenido por OES en 4 localizaciones por muestra [17]

La estimación de las fases presentes en la capa de compuestos las realizó a partir de los diagramas binarios Fe-N (*Lehrer-like*) de cada acero (que fueron obtenidos previamente por el mismo autor por termodinámica computacional) y el potencial de nitruración del medio de nitruración (de la etapa 2^a). En este caso para $Kn=0.43$ y $548\text{ }^{\circ}\text{C}$ (821 K), se obtendría una mezcla de fases γ' y ϵ .

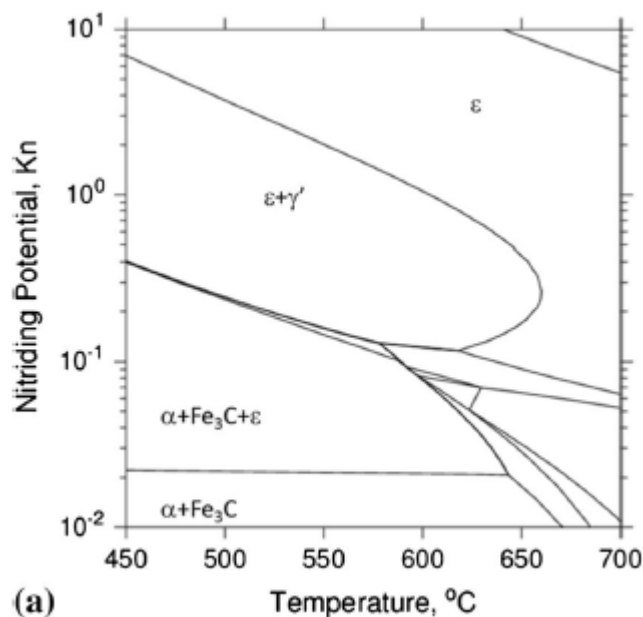


Fig 2.4-12. Diagrama Lehrer AISI 1045 [17]

Nitruración/nitrocarburoción en baño de sales.

- W. Cai et al.[18] llevaron a cabo un completo estudio sobre las características de un acero 45 (equivalente al C45E) sometido a un proceso de nitrocarburoción y post-oxidación. Ejecutaron análisis microestructural, XRD, perfil de microdurezas, resistencia al desgaste y de corrosión.

El proceso de nitrocarburoción, denominado QPQ (Quench-Polish-Quench), aunque no está descrito de forma completa, es el mismo Tufftriding-Tenifer de nitrocarburoción y post-oxidación utilizado en este trabajo. La temperatura de operación fue de 838 K, con una concentración en cianatos del 35% (no aparece descrita la composición en sales por no ser

revelada por el fabricante) y se realizaron ciclos de operación a tiempos de nitruración de 60, 90, 120, 150 y 180 minutos, seguidos de etapas de post-oxidación de 40 minutos a 703 K. Señalan la potencial gran mejora de propiedades (desgaste y corrosión) de la generación de magnetita superficial por esta post-etapa.

El acero fue nitrurado en estado de martensita revenida (templado desde 1123 K y revenido a 853 K).

Las micrografías obtenidas por microscopía óptica muestran claramente la formación de la capa blanca, la cual aumenta de espesor con el aumento de tiempo de operación (de 5 μm con 60 minutos a 16 μm con 180 minutos). Asimismo, señalan un aumento de la porosidad paulatino con el aumento de espesor. Se advierte ligeramente la presencia de la capa de magnetita. Indican la dificultad de discernir visualmente la capa de difusión, relacionándolo con el hecho de que en esta zona el N se encontrará en solución sólida con la Fe- α .

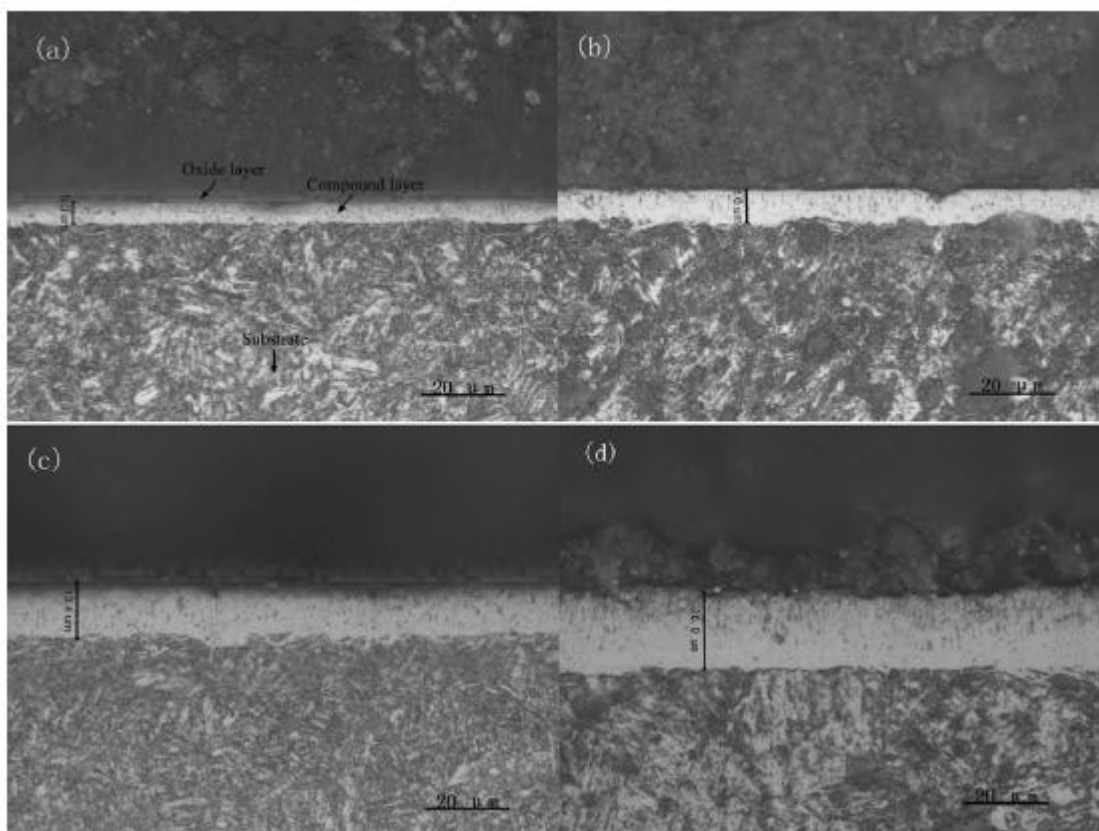


Fig 2.4-13. Micrografías de acero 45 tratado a 818 K a tiempos diferentes: a-60 min, b-90 min, c-120 min, d-180 min [18]

El análisis XRD señaló la preponderancia de fase ϵ en la capa de compuestos.

Los perfiles de microdureza mostraron un aumento de la capa nitrurada con el tiempo de operación. No así en el caso de la dureza máxima, la cual alcanzó un máximo de 630 HV(0,01) a 120 minutos. Su interpretación del descenso de dureza para tiempos de operación mayores fue un efecto combinado del aumento de la porosidad de la capa de compuestos con el espesor y un aumento del tamaño de grano de todas las fases presentes por prolongación de la permanencia a temperatura elevada.

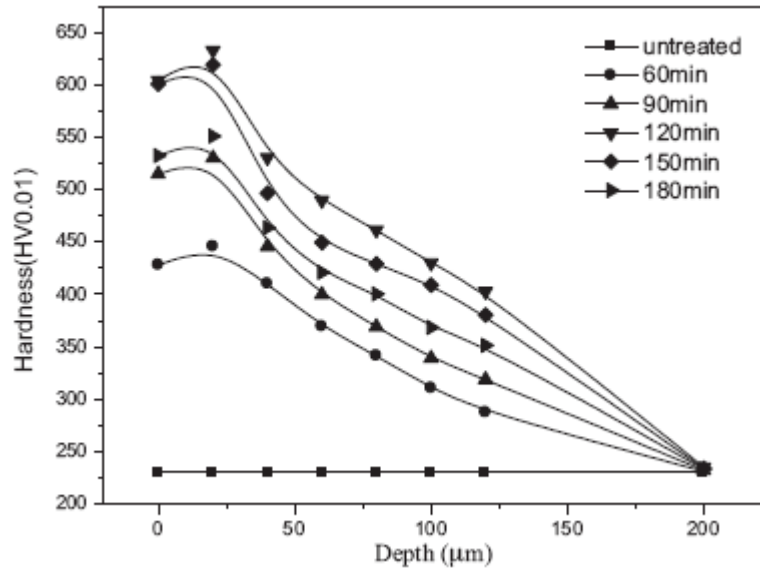


Fig 2.4-14. Perfiles de microdureza acero 45 no tratado y tratado a 818 K a tiempos diferentes [18]

Las capas efectivas obtenidas (según criterios de este trabajo) serían (aprox.):

Tiempo de tratamiento(min)	C. Efectiva (H>400 HV) [µm]	C. Efectiva (Hnúcleo +50 HV=280 HV) [µm]
60	50	125
90	60	150
120	75	160
150	110	175
180	125	175

Tabla 2.4-5. Capas efectivas estimadas acero 45 tratado a 818 K a tiempos diferentes

La mejora de la resistencia al desgaste de las muestras tratadas respecto de la no tratada es muy significativa. Le atribuyen este efecto a una combinación de la existencia de la capa de magnetita más la capa compuesta de fase ϵ (ensayo de desgaste ball-on-disc, 200 rpm, 60 min, carga normal 50 N).

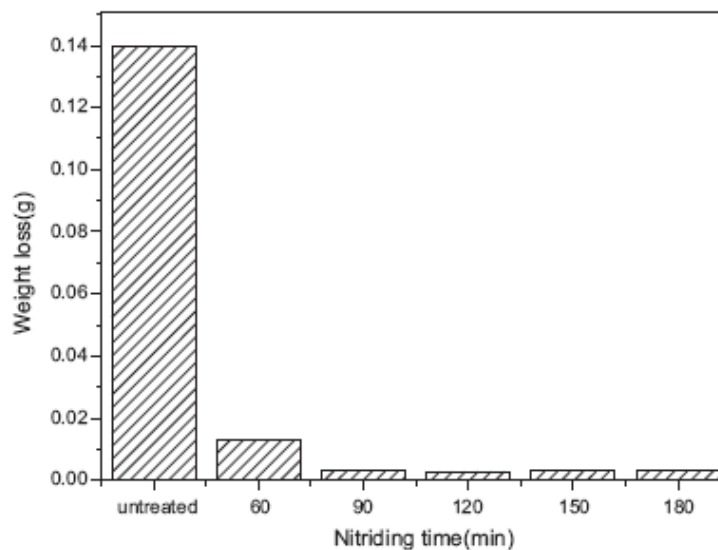


Fig 2.4-15. Pérdida de masa en ensayo de desgaste acero 45 no tratado y tratado a 818 K a tiempos diferentes [18]

Los ensayos de corrosión realizados siguieron el standard ASTM sobre tiempo de liberación de óxido en agua caliente a 363 K. Las muestras no tratadas dieron un tiempo de 10 minutos.

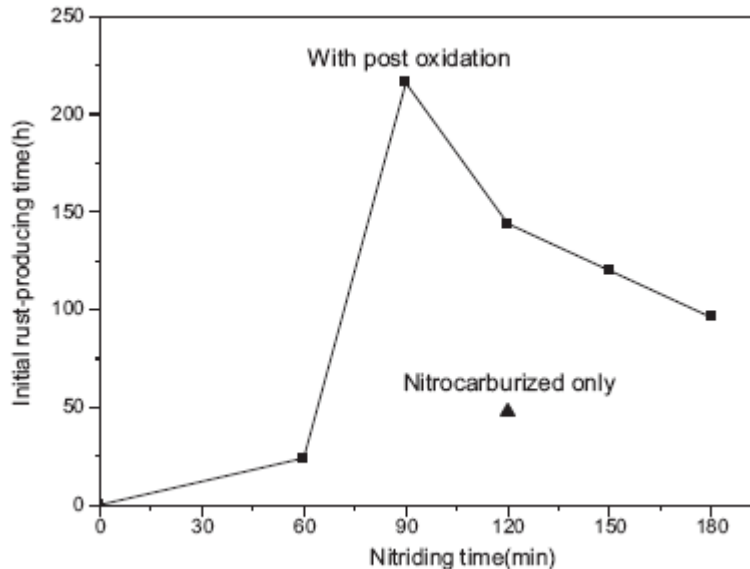


Fig 2.4-16. Tiempos de liberación de óxido acero 45 nitrocarbureado y tratados QPQ a 818 K a tiempos diferentes [18]

Cómo se puede observar, el tratamiento simple de nitrocarbureación mejora la resistencia a la corrosión del acero notablemente, pero el doble tratamiento triplica el tiempo de inicio de corrosión. No obstante, esta mejora presenta un máximo a 90 minutos para producirse posteriormente un abrupto empeoramiento de los resultados. Los autores relacionaron este hecho con el aumento del espesor y porosidad de la capa de compuestos, que dificulta la formación de una capa homogénea de magnetita y facilita el inicio de la corrosión localizada.

- J.W. Zhang et al.[19] desarrollaron un completo estudio del comportamiento a fatiga de un acero de ejes de ferrocarril que por composición y características mecánicas era completamente similar al C45E. Realizaron estudio metalográfico, perfiles de microdureza, análisis XRD, determinación de tensiones residuales y ensayos de fatiga.

Efectuaron tratamientos de nitrocarbureación gaseosa (muestras GN) ($\text{NH}_3(\text{g}) + \text{O}_2(\text{g}) + \text{aditivos orgánicos}$, a 843 K durante 120 minutos, a baja presión 0,11 MPa) y nitrocarbureación en baño de sales (muestras SN) (baño bajo en cianuro a 843 K durante 120 minutos con etapa de postoxidación a 623 K-el tratamiento podría ser una variante del Tufftrifing-Tenifer). Con el fin de ampliar la información, realizaron pulidos postratamiento para eliminar la capa de magnetita creada (muestras GNPO y SNPO) y, también, ésta y la capa de compuestos (muestras GNPC y SNPC).

El acero fue normalizado a 1123 K durante 2,5 h y, después del enfriamiento, estabilizado térmicamente a 843 K durante 1,5 h. La estructura resultante fue ferrítico/perlítica. La dureza final fue de 202 HV (0,01), con límite elástico de 330 MPa y resistencia mecánica de 628 MPa.

El estudio metalográfico y el análisis XRD mostraron la formación esperada de capa de magnetita (8 μm en GN y 3 μm en SN) seguida de capa de compuestos (26 μm de fases γ' y ϵ en GN y 20 μm de fase ϵ en SN).

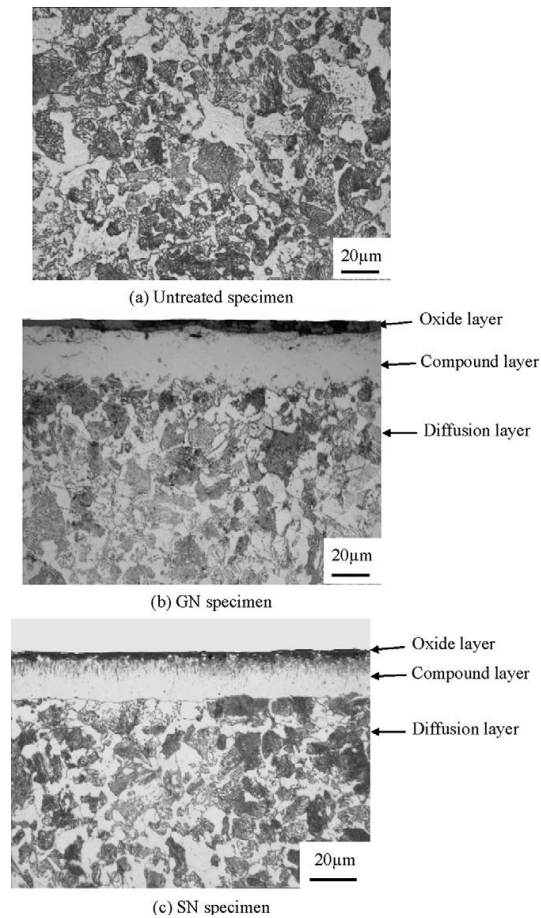


Fig 2.4-17. Microestructuras acero equivalente C45E nitrocarburadas gas y sales [19]

El perfil de microdurezas muestra una capa nitruada de mayor dureza y profundidad para la nitrocarburación gaseosa. Obtuvieron una dureza máxima de 620 HV(0,01) para las GN y de 510 HV(0,1) para la SN. Las capa efectivas (estimadas también con el criterio Dureza núcleo + 50 HV) fueron de 430 μm y 325 μm para GN y SN respectivamente. Con el criterio dureza mayor de 400 HV (0,1) serían de 200 y 150 μm . respectivamente.

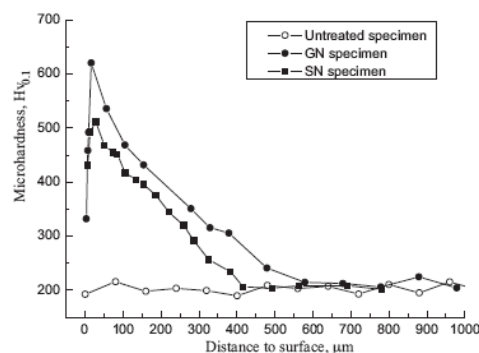


Fig 2.4-18. Perfiles microdureza acero equivalente C45E nitrocarburadas gas y sales [19]

Los estudios realizados de resistencia a fatiga y de mecánica de fractura muestran una mejora sustancial del comportamiento a fatiga del material nitrocarburado, tanto en gas como en baño de sales, respecto del material no tratado, tal y cómo manifiestan las curvas S-N.

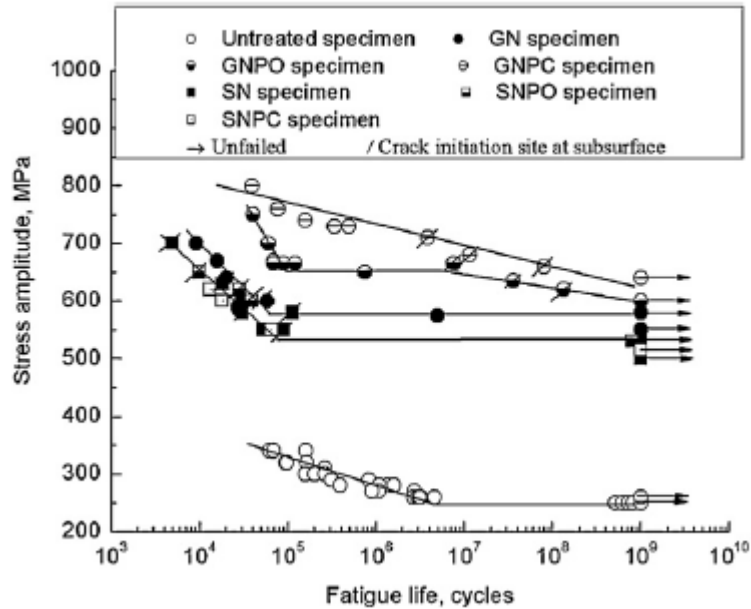


Fig 2.4-19. Curvas S-N acero equivalente F-1140 nitrocarburado en gas y sales (y pulidas posteriormente) [19]

No obstante, el comportamiento a fractura es diferente. Para las muestras tratadas en baño de sales, aun mostrando un límite de fatiga inferior, este se elimina, o no, la capa de magnetita, o ésta y la capa de compuestos. Sin embargo, para las muestras tratadas gaseosamente, el régimen de fractura cambia al eliminar la capa de óxido, aumentando la carga máxima, pero perdiendo el límite de fatiga a partir de 10^7 ciclos, y no existiendo límite de fatiga si se elimina la capa de compuestos. Por ello, aun significando una mejora sustancial en la carga máxima aplicada, se debería tener cuidado en el diseño que pudiese tener en cuenta este tipo de material y tratamiento.

Nitruración en plasma.

- F. Ashrafizadeh et al.[16] y F.Mahboubi et al.[20] estudiaron la nitruración plasmática por descarga directa (DCPN) de aceros CK 45 y AISI 1045. En la primera referencia, además de estudio metalográfico, de microdureza y análisis XRD, realizaron ensayos de fatiga, y en la segunda resistencia a la corrosión.

La nitruración la llevaron a cabo en ambos casos con una fuente DC de 5 Kw. F.Mahboubi et al. especifican una nitruración de 5 horas a 823 K en una atmósfera 75% N_2 +25% H_2 a 4 mbar de presión total, seguida de una postoxidación de 1 hora a 773 K en diferentes atmósferas O_2/H_2 .

El acero en ambos casos presentaba microestructura ferrítico/perlítica previa a la nitruración.

El estudio metalográfico (con microscopía óptica y SEM) y análisis XRD mostraron la formación de capas compuestas diferentes: 3 μm fase γ' en la referencia [16] y 10 μm de

mezclas diferentes de fase γ' y fase ϵ . A priori podría deducirse unas condiciones diferentes de nitruración dado que F. Ashrafizadeh et al. no especifica la atmósfera de trabajo. Sin embargo, F.Mahboubi et al. señalan un cambio en la morfología y espesor de la capa de compuestos(y capa de magnetita) en función de la atmósfera y tiempo de postoxidación. La permanencia a altas temperaturas genera una transformación paulatina de fase ϵ a γ' por descomposición y generación de nitrógeno molecular que escaparía a la atmósfera. Un enriquecimiento en oxígeno genera capas de protección con mayor contenido en magnetita y espesor.

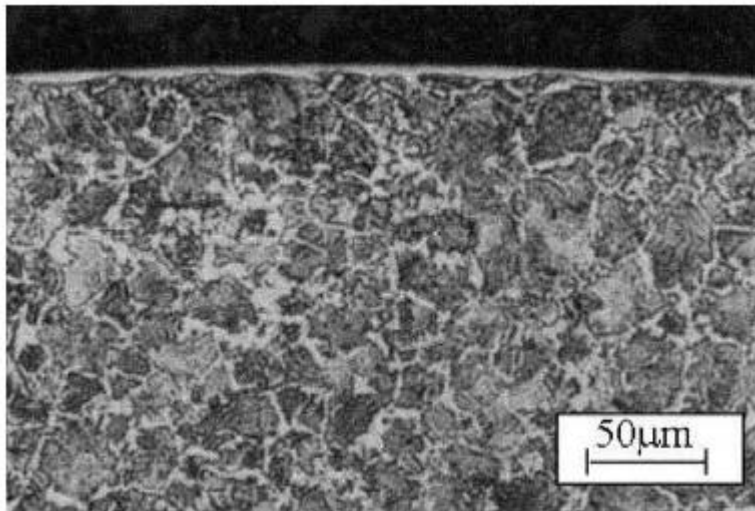


Fig 2.4-20. Microestructura acero Ck 45 nitruración plasma [16]

El perfil de microdurezas obtenido por F. Ashrafizadeh et al. es prácticamente idéntico al que obtuvo en la nitruración por gas, mostrado en el subapartado correspondiente, con una penetración ligeramente menor para este caso de nitruración plasmática(Dureza máxima 470 HV (0,1), capa efectiva 0,36 mm) . Las durezas superficiales obtenidas por F.Mahboubi et al. para las muestras postoxidadas están en el rango de la máxima anterior, refiriendo un valor de casi 700 HV (0,025) para la muestra sin postoxidación.

En cuanto al comportamiento frente a fatiga y corrosión, el acero presenta una mejora sustancial con la aplicación de la nitruración. El límite de fatiga (500 MPa) se incrementa un 52% respecto de las muestras no tratadas (330 MPa)[16]. La resistencia a la corrosión (ensayo potenciodinámico, medio NaCl 5%), en términos de tasa de corrosión, mostró reducirse en un 60% para las muestras sólo nitruradas y superior al 85% para las muestras con postoxidación en atmósferas ricas en oxígeno [20].

2.4.2.ACERO BAJA ALEACIÓN 42CrMo4.

Ficha de características.

Generalidades

Acero de aleado al Cr-Mo (cromo-molibdeno) de mediana-baja aleación de temple en aceite, y de uso muy frecuente; ya que presenta unas características mecánicas muy interesantes: buena resistencia, elevada tenacidad, y una muy aceptable resistencia a la fatiga. Se emplea generalmente tratado a una resistencia de 800 a 1100 MPa (según espesor o sección). Admite bien el temple superficial, con una dureza aproximada de capa de 50-53 HRc. Además tiene una cierta ventaja, como es la de poderse utilizar en piezas que trabajan a temperaturas relativamente altas (≈ 673 K).

Es de gran utilidad en la industria aeronáutica, del automóvil y de maquinaria en general. Se emplea para la fabricación de elementos de máquinas y motores que precisen buena resistencia y tenacidad como ejes, bielas, engranajes, cigüeñales, rotores de turbinas a vapor y todas aquellas piezas sometidas eventualmente a sollicitaciones elevadas.

Equivalencias

UNE-EN	UNE	DIN	ANFOR	ASTM/AISI/SAE
42CrMo4/1.7225	F-1252	42CrMo4/1.7225	42 CD 4	4140

Normas: EN 10083-1,2,3:2008; UNE 36051-1; DIN 17200; NF A35-552-86

Tabla 2.4-6. Equivalencias principales de denominación acero 42CrMo4

Composición química

Suministrador	LÍMITES DE COMPOSICIÓN(%)						
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo
Thyssen Krupp	0,42	0,75				1,05	0,22
BÖHLER	0,41					1,10	0,20
Aceros IMS	0,37-0,43	0,60-0,90	0,15-0,40			0,85-1,15	0,15-0,25
IPARGAMA	0,38-0,45	0,60-0,90	<0,40	<0,035	<0,035	0,90-1,20	0,15-0,30
Aceros ABRAMS	0,38-0,45	0,60-0,90	<0,40	<0,035	<0,035	0,90-1,20	0,15-0,30
German Special Steel	0,38-0,45	0,60-0,90	<0,40	<0,035	<0,035	0,90-1,20	0,15-0,30
Aceros URSSA	0,37-0,43	0,60-0,90	0,15-0,40	<0,035	<0,035	0,85-1,15	0,15-0,26
Norma UNE-EN	0,38-0,45	0,60-0,90	<0,40	<0,035	<0,035	0,90-1,20	0,15-0,30

Tabla 2.4-7. Composición química acero 42CrMo4 (o equivalente) según fabricantes y norma UNE-EN vigente [57][58][59][60][61][63]

Propiedades mecánicas

Suministrador	CARACTERÍSTICAS MECÁNICAS							
	Dimensiones [mm]	Estado	Rp(0,2)[Mpa]	Rm[Mpa]	Alargamiento[%]	Estricción[%]	Energía absorbida (T =298K)[J]	Dureza
Thyssen Krupp	16<d<40	Temple y Revenido		1000-1200				
	100<d<160	Temple y Revenido		800-950				
BÖHLER	16<d<40	Temple y Revenido	>750	1000-1200	>11	>45	>35	
	100<d<160	Temple y Revenido	>550	800-950	>13	>50	>35	
Aceros IMS	16<d<40	Temple y Revenido	>765	980-1180	>11			
	100<d<160	Temple y Revenido	>560	785-930	>13			
IPARGAMA	16<d<40	Temple y Revenido	>750	1000-1200	>11	>45	>35	Superficial 53-61 HRc
	100<d<160	Temple y Revenido	>550	800-950	>13	>50	>35	Núcleo(10 mm) 43-59 HRc

Tabla 2.4-8. Características mecánicas acero 42CrMo4 (o equivalente) según fabricantes [57][58][59][61]

Tratamientos térmicos

Acero de excelente templabilidad, con mantenimiento de buena tenacidad con el revenido gracias al Mo que reduce la fragilidad por revenido. Muy recomendado para temple superficial.

	Temperatura [K]	Enfriamiento
Forja o laminación en caliente	1123-1523	
Normalizado	1123-1143	Aire
Recocido ablandamiento	953-993	Horno
Temple	1103-1153	Agua o Aceite
Revenido	773-953	Aire

Tabla 2.4-9. Condiciones de tratamientos térmicos recomendadas acero 42CrMo4 (o equivalente)

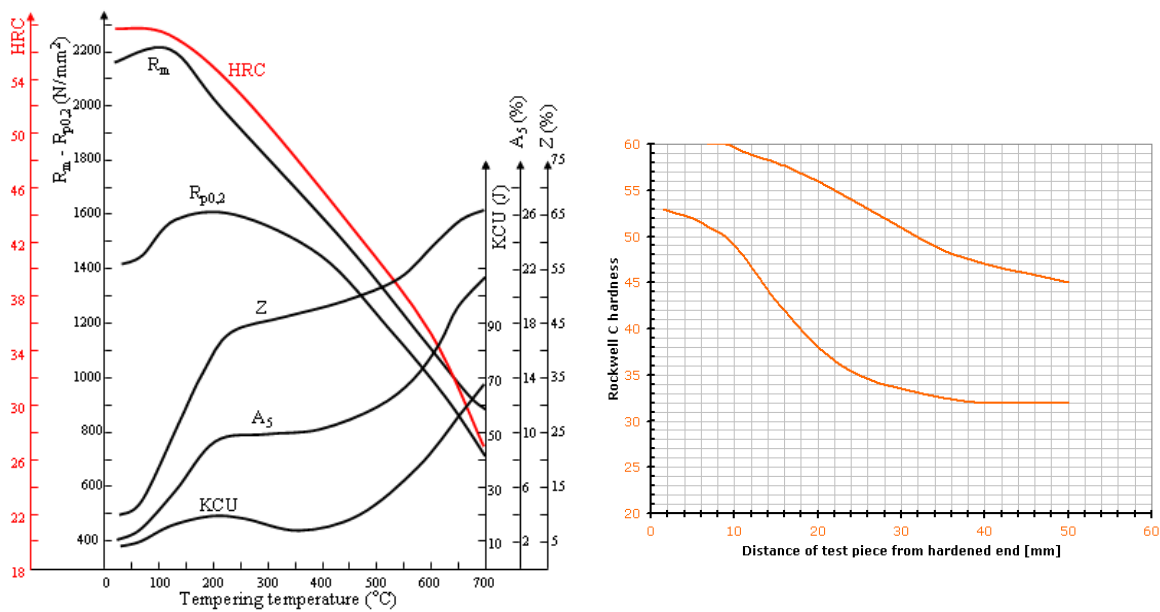


Fig 2.4-21. Diagrama de revenido y templabilidad (Jominy) acero 42CrMo4 (o equivalente)[56]

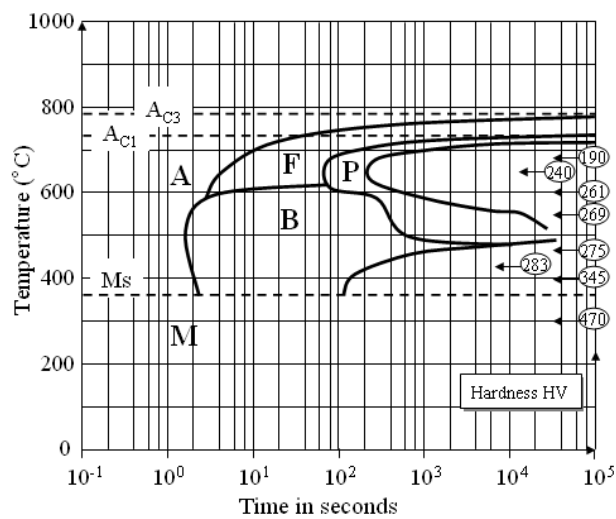


Fig 2.4-22. Diagrama TTT acero 42CrMo4 (o equivalente)[56]

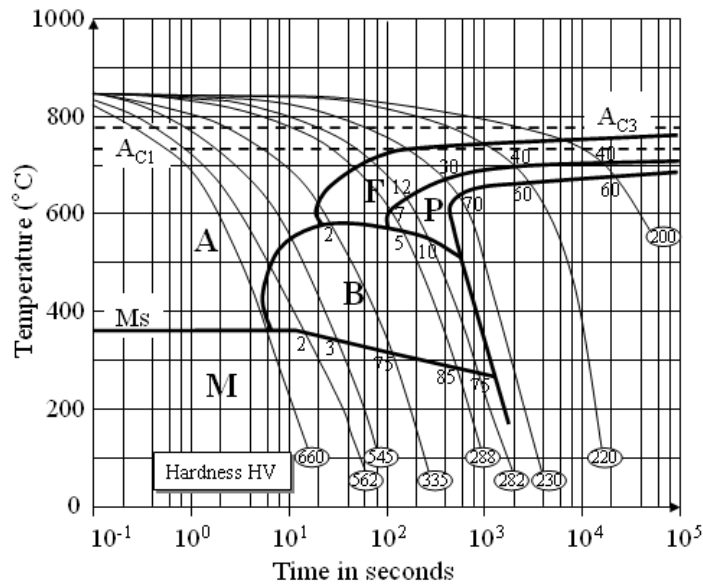


Fig 2.4-23. Diagrama CCT acero 42CrMo4 (o equivalente)[56]

Microestructuras

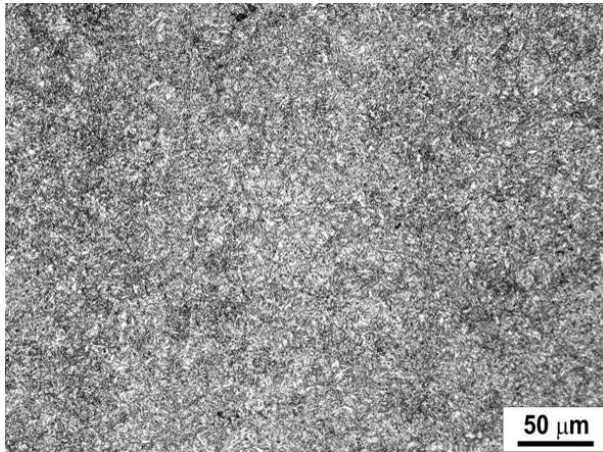


Fig 2.4-24. Microestructura 42CrMo4 Templado y revenido (sorbita)[56]

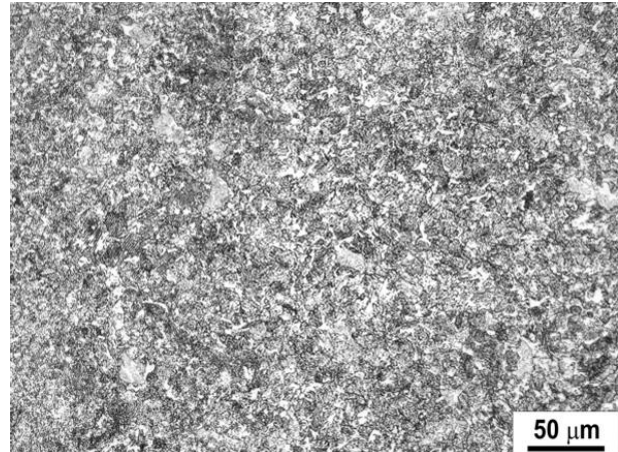


Fig 2.4-25. Microestructura 42CrMo4 recocido a 1073 K (ferrita y perlita granular)[56]

Efectos nitruración en el acero.

Al contrario que para el caso anterior, las referencias bibliográficas sobre estudios de nitruración de este acero (en sus equivalentes AISI 4140 y DIN 42CrMo5) son muy numerosas, dado que es considerado como acero muy recomendable para su nitruración. No parece ser así en España, donde es considerado fundamentalmente como acero de temple y revenido, y endurecible superficialmente por temple por inducción.

Nitruración gaseosa.

Tan amplia es la caracterización de la nitruración gaseosa de este acero que incluso aparece como material de referencia en los manuales práctico/académicos de prestigio [3].

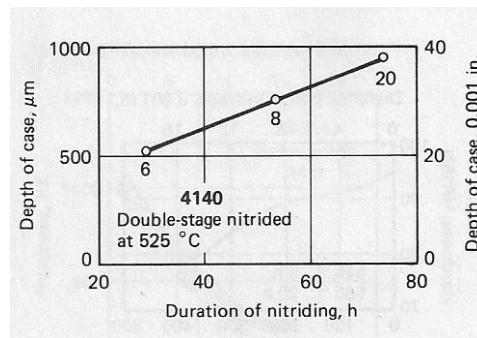


Fig 2.4-26. Espesor de capa nitrurada en ciclos de doble etapa de nitruración acero 4140. Los números indican tiempo de nitruración a 15-25% disociación. El tiempo restante de ciclo operaría a 83-85% de disociación[3]

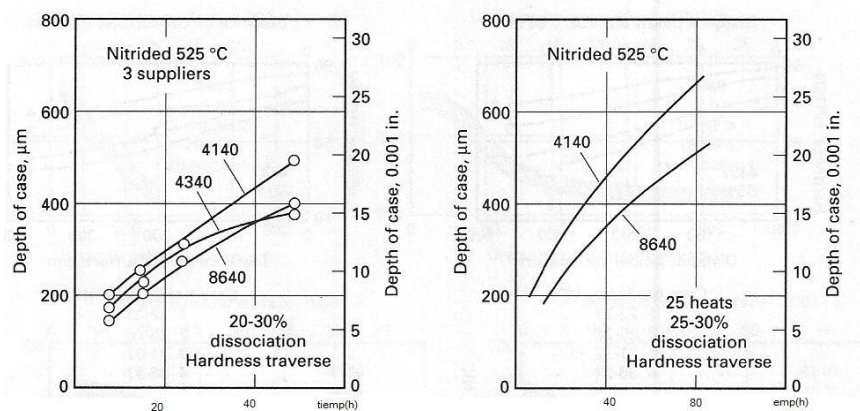


Fig 2.4-27. Espesor de capa nitrurada acero AISI 4140 en función del tiempo de nitruración de nitruración[3].

Como se puede apreciar el empleo de la doble nitruración aumenta el espesor de la capa nitrurada.

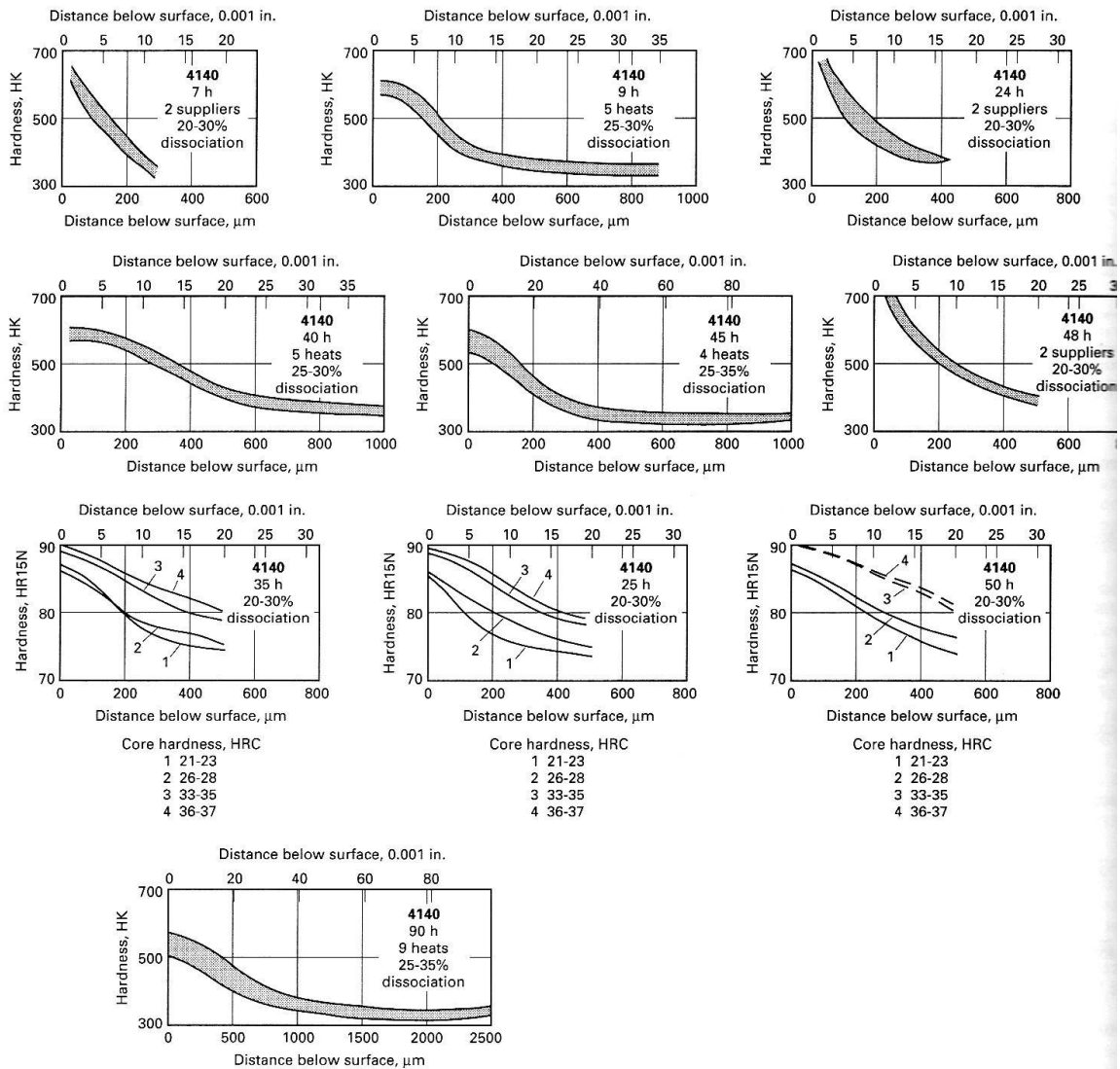


Fig 2.4-27. Perfiles de microdureza AISI 4140 en función de diferentes condiciones de nitruración[3].

Estas figuras muestran de forma clara el aumento de la dureza capa nitrurada con el tiempo de operación. No obstante, lo más interesante es la fuerte relación entre la dureza máxima obtenida en la capa nitrurada y la dureza del núcleo. A mayor dureza del núcleo, mayor dureza máxima obtenida.

J.J. Bram et al.[21], A. Ben Cheikh Larbi et al.[22], N. Limodin et al.[23], M.A. Terres et al.[24], M. Yang et al.[25], M. Yang et al.[17] y R. Sola et al.[26] realizaron investigaciones en diferentes condiciones de nitruración para aceros AISI 4140 y 42CrMo4, relatando la microestructura obtenida, perfiles de microdureza, análisis XRD y respuesta de los aceros ante fatiga, desgaste y corrosión.

Se presenta en modo de tabla el resumen de variaciones en los tratamientos termoquímicos estudiados por estos autores:

Referencia	Acero	Tratamiento térmico previo	Nitruración 1ª etapa	Nitruración 2ª etapa
21	42CrMo4	Templado y revenido a 873 K 1 h	-723 K, 43 h, 20% disociación(D) -783 K, 18 h, 30%D -843 K, 6 h, 30%D	NO
22	42CrMo4	Templado a 1123 K y revenido a 853 K	- 793 K, 24 h, 35%D	NO
23	AISI 4140	Templado y revenido a 36 HRC(≈873 K)	-773 K, 2 h, K _n ≈1.3 MPa-1/2	-823 K, 2,5 h, K _n ≈0.03MPa-1/2 -823 K, 14 h, K _n ≈0.03MPa-1/2 -823 K, 58 h, K _n ≈0.03MPa-1/2
24	42CrMo4	Templado a 1123 K y revenido a 853 K	-798 K, 24 h, 50%NH ₃	NO
25	AISI 4140	Templado a 1121 K y revenido a 852 K	-823 K , K _n ≈1.8MPa-1/2 14, 30 y 45 h	NO
17	AISI 4140	Templado a 1116 K y revenido a 852 K	-800 K, 10 h, 24-28%D	821 K, 50 h, 79-82%D
26	42CrMo4	N/E	-803 K, 24 h, N/E	(+postox 783 K 2h)

Tabla 2.4-10. Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [21] a [26]

En base al estudio metalográfico, análisis XRD y estudio del perfil de composición frente a diagramas de fases Fe-N, describieron del siguiente modo las capas nitruradas:

Referencia	Capa de compuestos	Capa difusión
21	N/E	N/E
22	10 μm, Fase γ'+Fase ε	300 μm
23	N/E	400 μm(2,5 h) 700 μm(14 h) 1000 μm (58 h)
24	10-15 μm	260 μm
25	9 μm(14 h) Fase γ'+Fase ε 16 μm(30 h), Fase γ'+Fase ε 21 μm (45 h) Fase γ'+Fase ε	N/E
17	21 μm Fase γ'+Fase ε	≈800 μm. Fases γ'+Fase ε+nitruros de Cr(fcc1) y Mo(fcc2)
26	10 μm Fase γ'+Fase ε	190 μm

Tabla 2.4-11. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [21] a [26]

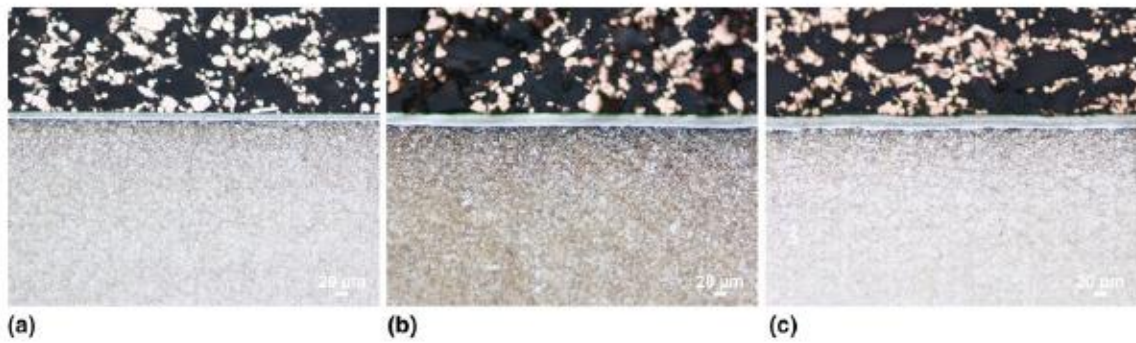


Fig 2.4-28. Micrografías ópticas acero AISI 4140 nitruración gas (a) 14 h, (b) 30 h y (c) 45 h [25]

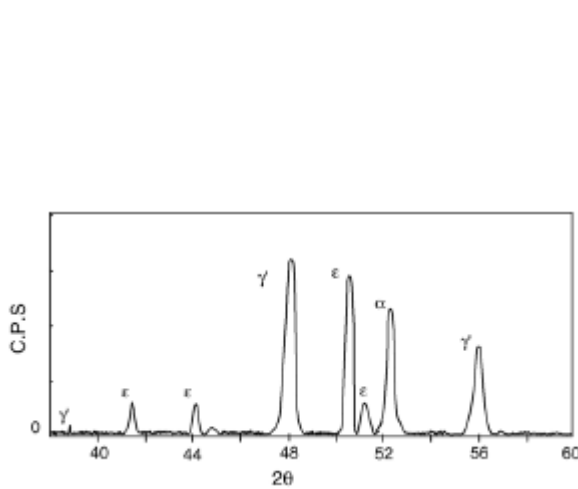


Fig 2.4-29. Análisis XRD capa de compuestos AISI 4140 nit. gas [22]

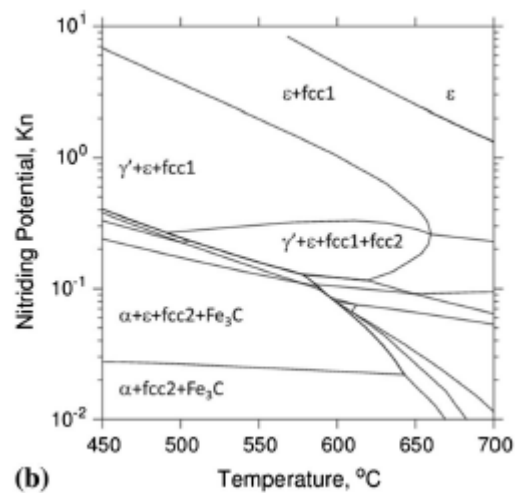


Fig 2.4-30. Diagrama Lehrer AISI 4140 [17]

De las anteriores referencias se puede concluir:

- La capa de compuestos estará formada siempre, para el acero 42CrMo4 y equivalentes, por una mezcla de fase ε y fase γ' en cualquier combinación de parámetros de operación habituales. Su espesor variará en función de los parámetros de operación, pero estará entre 10 y 20 μm. Según M. Yang et al.[25] la evolución del espesor de la capa de compuestos con el tiempo de nitruración es del tipo parabólico ($E=a+bt^{1/2}$), con cierto tiempo necesario de incubación al inicio. La dependencia con la temperatura y el potencial de nitruración está menos claro, y se puede señalar que la influencia de estos parámetros será mayor en la proporción de las fases nitruro de la misma. No parece claro que la utilización de un proceso en doble etapa reduzca la capa blanca obtenida.
- La capa de difusión estará compuesta principalmente por nitruros de Cr y Mo precipitados en la matriz ferrítica y por Fe-α(N). Una mayor temperatura y tiempo de nitruración darán como resultado una capa de difusión de mayor espesor. La influencia de la temperatura parece más clara a partir de superar los 820 K, reduciendo de forma espectacular el tiempo de nitruración para la consecución de determinada capa efectiva. Un proceso con doble etapa, parece acortar el tiempo total de operación y la temperatura máxima necesaria para un espesor de capa de

difusión deseado. El incremento de tiempo necesario para obtener capas por encima de 700 μm es muy significativo, debido probablemente a la reducción radical de la difusividad del N en el seno de la capa con gran número de precipitados de elementos aleados.

En cuanto a los valores y perfiles de microdureza obtenidos:

Referencia	Microdureza superficial / núcleo [HV]	Capa efectiva (dureza>400 HV) [μm]
21	723 K-600/<350	723 K- 250
	783 K-600/<350	783 K- 250
	843 K-600/<350	843 K- 300
22	<750 / \approx 350	450-470
23	2,5 h(2ªet)- 600-610 / \approx 370	2,5 h(2ªet)- 300
	14 h(2ªet)- 600-610 / \approx 360	14 h(2ªet)- 500
	58 h(2ªet)- \approx 540 / <350	58 h(2ªet)- 800
24	600 sup(650 a 100 μm) / \approx 370	450-470
25	14 h - 530-550/ <350	14 h - \approx 400-450
	30 h - 530-550/ <350	30 h - \approx 550-600
	45 h - 530-550/ <350	45 h - \approx 750-800
17	\approx 550 / <350	450-500
26	N/E	N/E

Tabla 2.4-12. Resumen microdurezas referencias [21] a [26]

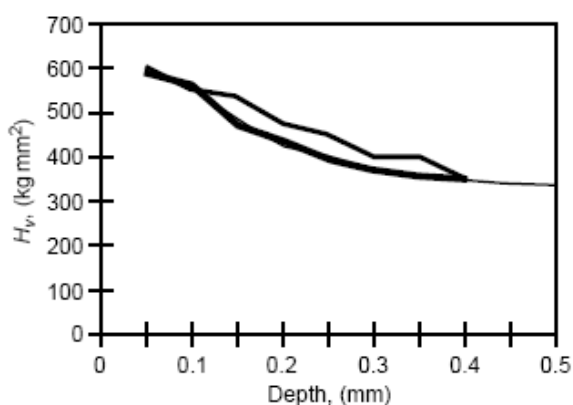


Fig 2.4-31. Perfil microdurezas 42CrMo4 dif T y t [21]

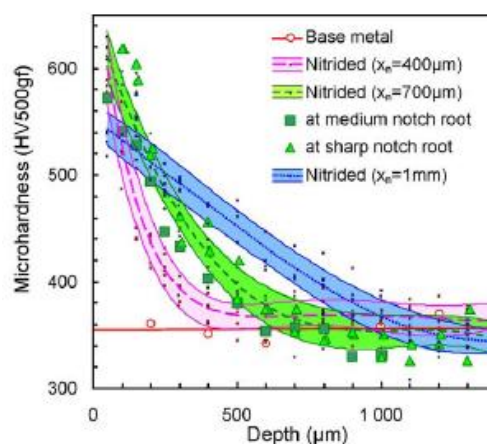


Fig 2.4-32. Perfil microdurezas 4140 2 et dif t [23]

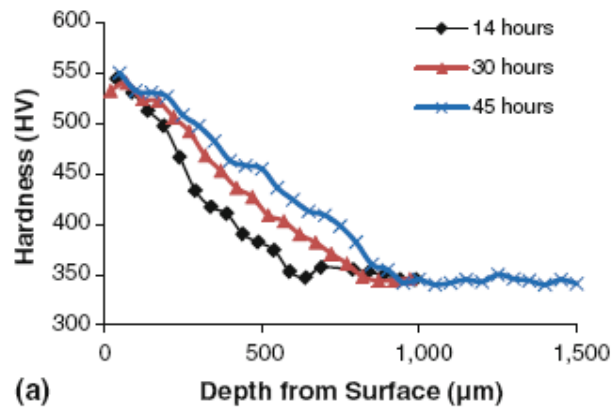


Fig 2.4-33. Perfil microdurezas dif. T [25]

De las anteriores referencias se puede concluir:

- Mayor temperatura y/o mayor tiempo de nitruración dan lugar a capas nitruradas más profundas. El perfil de microdurezas, bastante suave, indica que la precipitación de nitruros de cromo y molibdeno no supone un descenso excesivo de la difusividad del N hacia el núcleo debido probablemente a que su contenido es relativamente bajo.
- Se confirma el hecho de que a mayor dureza del núcleo final, mayor dureza máxima obtenida. En este caso, parece que un tiempo de operación muy prolongado provoca un descenso de la dureza del núcleo, y de la máxima, provocado por un crecimiento del tamaño de grano y, en el caso de la dureza superficial, transformación de fase ϵ a fase $\gamma' + N_2(g)$.
- Un aumento de la temperatura de nitruración provocará, en según qué condiciones, un descenso de la dureza superficial obtenida, aunque la influencia es bastante baja. La utilización de un proceso en doble etapa (con una primera etapa a temperatura "baja"), parece evitar el descenso de la dureza superficial, lo que parece estar asociado a que la capa de compuestos se constituye fundamentalmente durante la primera parte.

En cuanto al resto de propiedades estudiadas en las referencias:

La resistencia a desgaste del acero 42CrMo4 y equivalentes se ve mejorada en gran medida por el tratamiento de nitruración. Esta mejora se ve proporcionalmente aumentada con el aumento en la severidad de las condiciones de ensayo en cuanto a carga normal aplicada o velocidad de deslizamiento. Se alcanzan tasas de reducción de desgaste cercanas al 85% para las condiciones más exigentes [22]. Esto parece deberse tanto a las características mecánicas de la capa nitrurada, como al descenso en el coeficiente de fricción que la nitruración provoca. Para este acero, tratado por nitruración gaseosa, la resistencia a desgaste es muy similar con presencia o eliminación de la capa de compuestos, por lo que el aumento de su resistencia se deberá a la estructura de la capa de difusión, y cabe suponer que la capa de compuestos se desprenderá fácilmente [22]. Los tratamientos alternativos o mixtos, tales como postoxidación o nitrocarburoción

(+postoxidación) empeorarán en general la resistencia a desgaste, pero manteniéndola en un nivel muy similar [26].

La resistencia a la corrosión se ve también mejorada sustancialmente con los tratamientos de nitruración o derivados (nitrocarburoación, postoxidación). Sin embargo, la postoxidación tras el tratamiento puro de nitruración no parece ofrecer una mejora adicional de la respuesta a la corrosión, probablemente por provocar una superficie más irregular y más proclive a la corrosión localizada [26].

En cuanto a la modificación del comportamiento a fatiga del acero nitrurado, éste es diferente en función del régimen de fatiga y/o del estado superficial. En muestras sin fracturas superficiales, la mejora del límite de fatiga es únicamente del 20% para regímenes por encima de los 10^5 ciclos. Se considera que esto es debido a que la fractura se iniciará en defectos existentes en el núcleo de la pieza, por lo que el tratamiento superficial tendrá poco efecto. Sin embargo, en el caso de existencia de grietas superficiales la mejora en el límite de fatiga puede ser superior al 80%, en función del tipo de grieta, lo que se interpreta como que la fractura se iniciará siempre en la superficie, y las tensiones compresivas de las capas nitruradas impedirán su avance [23]. Sin embargo, en el campo de bajo número de ciclos, la resistencia a fatiga puede verse empeorada respecto al material sin tratar, debido a que la menor ductilidad de la capa nitrurada derivará en un inicio de fractura en su seno [24].

Para este acero, un aumento en la temperatura de tratamiento reducirá el límite de fatiga en especies fracturadas, pero su influencia es menor que en aceros más aleados [21].

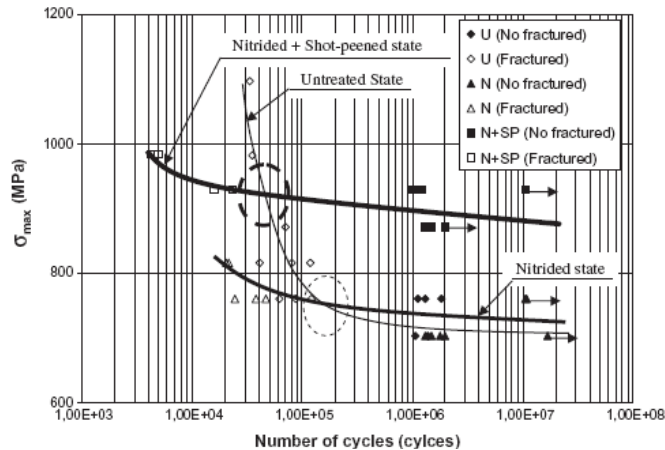


Fig 2.4-34. Diagramas Wöhler de un acero 42CrMo4 [24]

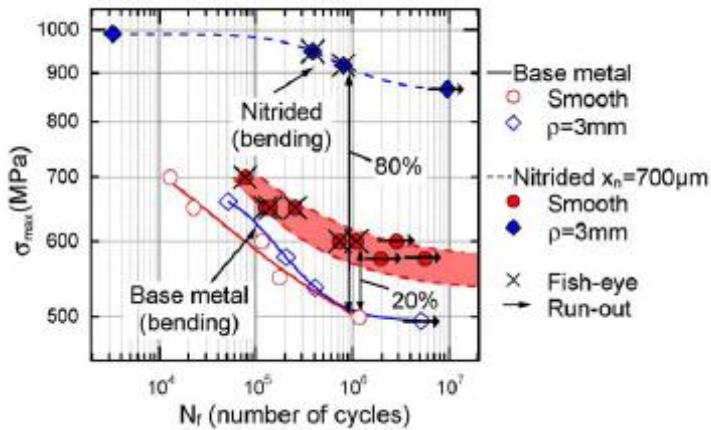


Fig 2.4-34. Ensayos de fatiga acero AISI 4140 [23]

Nitruración en baño de sales.

El número de referencias al estudio de la nitruración en baño de sales de este acero, o sus equivalentes, es significativamente menor respecto de la nitruración en gas. No obstante, continua siendo un acero cuyos resultados siguen apareciendo como referencia en los manuales de prestigio [3].

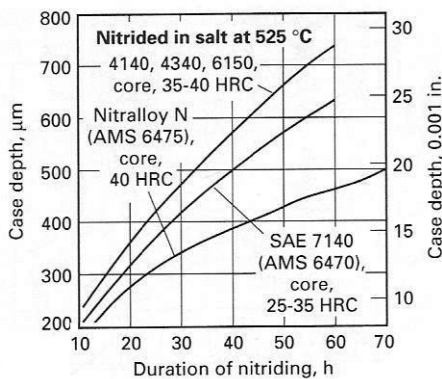


Fig 2.4-35. Profundidad capa nitrurada nit sales convencional 70 h varios aceros [3]

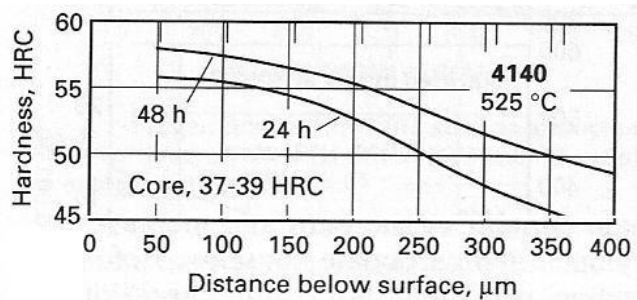


Fig 2.4-36. Perfiles microdureza AISI 4140 nit sales [3]

A priori, el tratamiento en baño de sales parece requerir mayor tiempo de proceso para alcanzar la misma profundidad de capa que la nitruración gaseosa. Es decir, la tasa de difusión del N en el metal sería menor.

K. Genel et al. [27] y M. Zlatanovic et al. [28] realizaron ensayos de caracterización comparativos del tratamiento de AISI 4140 por nitruración y nitrocarburoación salina y nitruración iónica. Las condiciones de nitruración salina se presentan en la tabla siguiente:

Referencia	Acero	Tratamiento térmico previo	Tipo tratamiento	Condiciones tratamiento
27	AISI 4140	Templado a 1123 K y revenido a HV 320	Nitruración alta en cianuros	848 K, 2 h
28	AISI 4140	N/E (Dureza núcleo HV≈325 HV)	Nitrocarburoación Tufftriding/Tenifer	Bajo potencial nitruración, 853 K, 210 min (+postoxidación por plasma)

Tabla 2.4-13. Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [27] y [28]

En base al estudio metalográfico y análisis XRD, describieron del siguiente modo las capas nitruradas:

Referencia	Capa de compuestos	Capa difusión
27	22 μm	N/E
28	Convencional- 30 μm Bajo potencial nitruración- 5 μm , Fase γ' +Fase ϵ BPN+postoxidación- Magnetita seguida de Fase γ'	N/E

Tabla 2.4-14. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [27] y [28]

Según esto, a diferencia de para el acero C45E, la nitrocarburoación en baño de sales, producirá de forma preferente una capa compuesta mixta o con fase γ' , lo que puede interpretarse como una mayor tasa de transferencia de N al seno del material que impediría la formación de una fase ϵ .

En cuanto a los valores y perfiles de microdureza obtenidos:

Referencia	Microdureza núcleo [HV]	superficial / Capa efectiva (dureza>400 HV) [μm]
26	680-690	200
27	620	130-140

Tabla 2.4-15. Resumen microdurezas referencias [27] y [28]

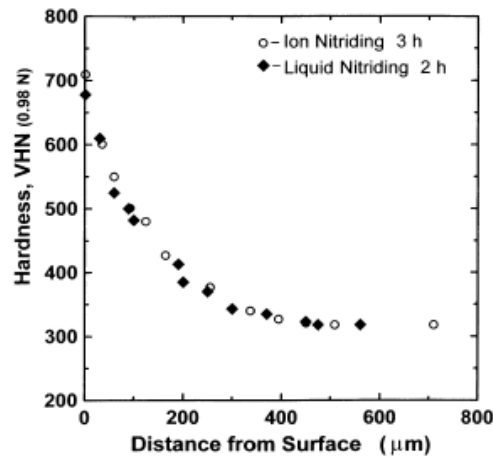


Fig 2.4-37. Perfil microdureza AISI 4140 nit sales [26]

La nitruración, o la nitrocarburation en baño de sales, para este tipo de acero dará como resultado mayores durezas superficiales que la nitruración gaseosa, lo que puede interpretarse por una presencia mayor de fase ϵ . La profundidad de la capa nitrurada obtenida será menor a igual tiempo de operación y temperatura, pero estas referencias muestran una diferencia menor que las gráficas mostradas anteriormente, extraídas del manual generalista [3].

En cuanto al comportamiento a fatiga, la nitruración salina supone un incremento del límite de fatiga para 10^7 ciclos de un 16% respecto del material no tratado (730 MPa frente a 630 MPa)[27]. Son difícilmente comparables estos datos con el comportamiento a fatiga del acero en nitruración gaseosa debido, en primer lugar, a que el límite de fatiga del material no tratado utilizado como referencia es diferente. En cualquier caso, tomando como referencia los datos de fatiga para capas nitruradas de espesor similar, la mejora en el comportamiento a fatiga es similar o ligeramente favorable hacia la nitruración salina:

Nit baño sales- Capa efectiva 200 μm - mejora comportamiento a fatiga 16%(resp. no tratado)

Nit. Gaseosa- Capa efectiva 400 μm -mejora comportamiento a fatiga 10%(resp no tratado)

Nitruración asistida por plasma.

K. Genel et al. [27], A. Celik et al. [29][30], B. Podgornik et al. [31], P. Corengia et al. [32] y M. Fattah et al. [33] realizaron ensayos de caracterización comparativos del tratamiento de AISI 4140 por nitruración nitruración iónica. Las condiciones de nitruración asistida por plasma que utilizaron se presentan en la tabla siguiente:

Referencia	Acero	Tratamiento térmico previo	Tipo tratamiento	Condiciones tratamiento
29	AISI 4140	-Templado a 1133 K y revenido a 823 K 1 h - Normalizado a 1123 K	DCPN 50% N ₂ +50% H ₂ P _{total} =10 ² Pa	-TyR: 773 K-1, 8 y 12 h 813 K- 1 y 8 h -Normalizado: 773 K- 1, 8 y 12 h 813 K- 1 h 873 K- 1 y 8 h
30	AISI 4140	Templado a 1133 K y revenido a 823 K 1 h	DCPN 50% N ₂ +50% H ₂ P _{total} =10 ² Pa	773 K- 1, 4 y 10 h 823 K- 1, 4 y 10 h 873 K- 1, 4 y 10 h
31	AISI 4140	Templado a 1143 K y revenido a 868 K	DCPN- 813 K PPN- 813 K	DCPN: 0,6% N ₂ +99,4% H ₂ P _{total} =254 Pa-17 h 25% N ₂ +75% H ₂ P _{total} =289 Pa- 28 h -PPN: 0,6% N ₂ +99,4% H ₂ P _{total} =254 Pa-17 h 25% N ₂ +75% H ₂ P _{total} =289 Pa- 28 h
27	AISI 4140	Templado a 1123 K y revenido a HV 320	DCPN 30% N ₂ +70% H ₂ P _{total} =1300 Pa	748 K- 1, 3, 8 y 16 h
32	AISI 4140	Templado a 1123 K y revenido a 823 K	PPN 25% N ₂ +75% H ₂ P _{total} =60 Pa	748 K- 1, 2, 4, 15, 20 y 28 h
33	AISI 4140	N/E	PPN 85% N ₂ +15% H ₂ P _{total} =40 Pa	843 K- 5 h 893 K- 5 h

Tabla 2.4-16. Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [29] a [33]

En base al estudio metalográfico y análisis XRD, describieron del siguiente modo las capas nitruradas:

Referencia	Capa de compuestos	Capa difusión		
29	-TyR: 773 K-1, 8 y 12 h- 2 , 8 y 10 μm 813 K- 1 y 8 h- 8 y 12 μm	-TyR: 773 K-1, 8 y 12 h- 250, 450 y 560 μm 813 K- 1 y 8 h- 300 y 480 μm		
	-Normalizado: 773 K- 1, 8 y 12 h-- 2 , 8 y 10 μm 813 K- 1 h- 8 μm 873 K- 1 y 8 h- 8 y 12 μm	-Normalizado: 773 K- 1, 8 y 12 h-- 250, 450 y 560 μm 813 K- 1 h- 300 μm 873 K- 1 y 8 h- 350 y 550 μm		
	30	773 K- 1, 4 y 10 h- 2 , 4 y 6 μm - Fase γ'	N/E	
		823 K- 1, 4 y 10 h- 6, 8 y 14 μm - Fase γ'		
		873 K- 1, 4 y 10 h-4, 10 y 3 μm - Fase γ'		
	31	DCPN: 0,6% N_2 -17 h=0,5-1,5 μm 25% N_2 - 28 h=3-5 μm	N/E	
-PPN: 0,6% N_2 -17 h=0,5-1,5 μm 25% N_2 -28 h=3-5 μm				
27		16 h- 6 μm - Fase γ'		N/E
		32		1 h- 2,5 μm - Fases $\gamma'+\epsilon$
4 h- 3 μm - Fases $\gamma'+\epsilon$				
8 h- 3,5 μm - Fases $\gamma'+\epsilon$				
15 h- 6 μm - Fase γ'				
20 h- 6,5 μm - Fase γ'				
28 h- 7 μm - Fase γ'				
33	843 K-25-30 μm - Fase ϵ	N/E		
	893 K- 40-45 μm - Fase ϵ sobre Braunita			

Tabla 2.4-17. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [29] a [33]

Las conclusiones que extrajeron, y otras que se pueden extraer son:

- La capa de compuestos, para atmósferas de concentración en N_2 medio y bajo, estarán constituidas preferentemente por fase γ' o mezclas $\epsilon+\gamma'$, donde la fase ϵ irá transformando en γ' para tiempos de nitruración superiores. Para atmósferas con contenido alto en N_2 , la capa de compuestos estará constituida preferentemente por fase ϵ . A temperaturas, ligeramente por encima del eutéctico Fe-N(863 K) se formará braunita de aspecto columnar. Un potencial casi nulo de nitruración no garantiza la total ausencia de capa de compuestos, pero es prácticamente nula[30][33].

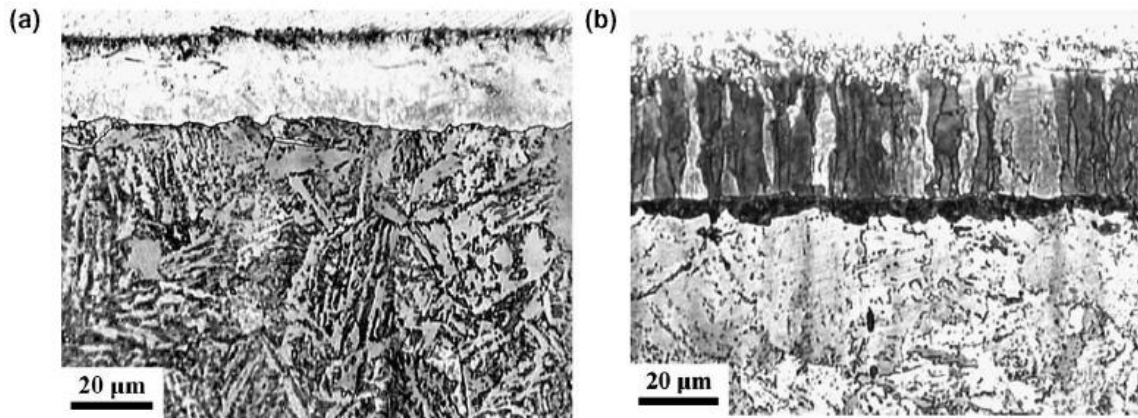


Fig 2.4-38. Micrografía acero AISI 4140 nitrurado plasma (a) 843 K y (b) 893 K (se observa capa compuesta típica sobre capa columnar de braunita)[33]

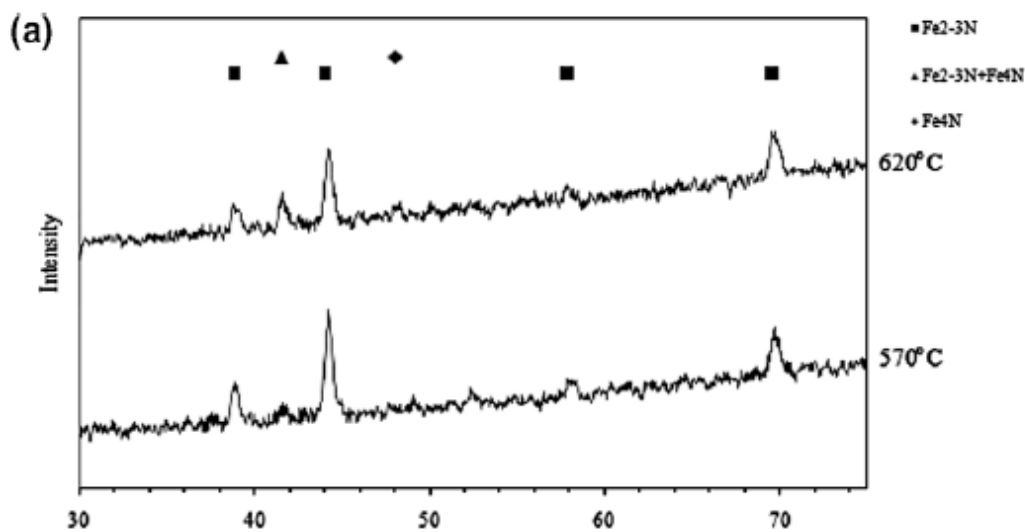


Fig 2.4-39. Análisis XRD superficie acero AISI 4140 nitrurados plasma diferentes T[33]

- La capa de compuestos, en tratamientos para temperaturas relativamente moderadas ($T < 823$ K), presenta un aumento de espesor tanto con la temperatura como con el tiempo de nitruración. La evolución temporal del crecimiento de la capa de compuestos depende de la temperatura de operación. A temperaturas relativamente bajas, experimenta un rápido crecimiento al principio para luego, experimentar un crecimiento más lento a partir de tiempos de operación moderados ($t > 10$ h). A temperaturas moderadas, el crecimiento es lineal con el tiempo, al menos hasta tiempos de operación moderados ($t < 10$ h). A altas temperaturas ($T > 863$ K), la capa de compuestos experimenta un crecimiento inicial para luego producirse un decrecimiento. Este comportamiento anterior es explicado por la existencia de dos eventos dominantes en la nitruración iónica. Por un lado, la difusión del N en el metal y, por otro, el *sputtering* o expulsión de átomos de la superficie “balísticamente”. Para temperaturas elevadas y/o tiempos de operación elevados, el fenómeno de *sputtering* gana importancia, e incluso puede volverse dominante produciendo una “delaminación” de la capa de compuestos [30][32]y[33].

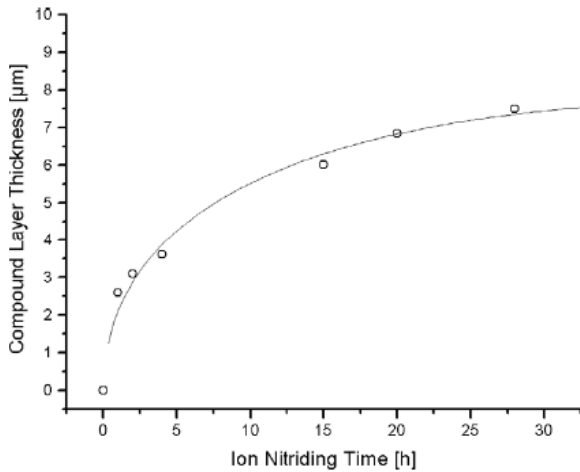


Fig 2.4-40. Espesor capa compuestos trat a 748 K y dif tiempos[32]

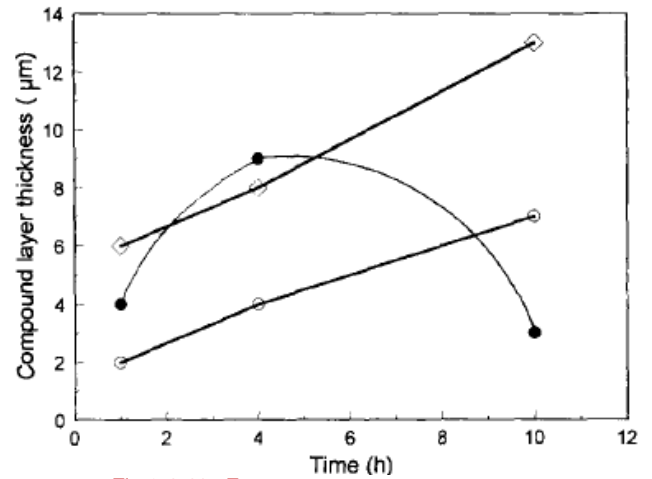


Fig 2.4-41. Espesor capa compuestos trat dif Tiempos y dif T: ●873K, ○773K, ◊823K[30]

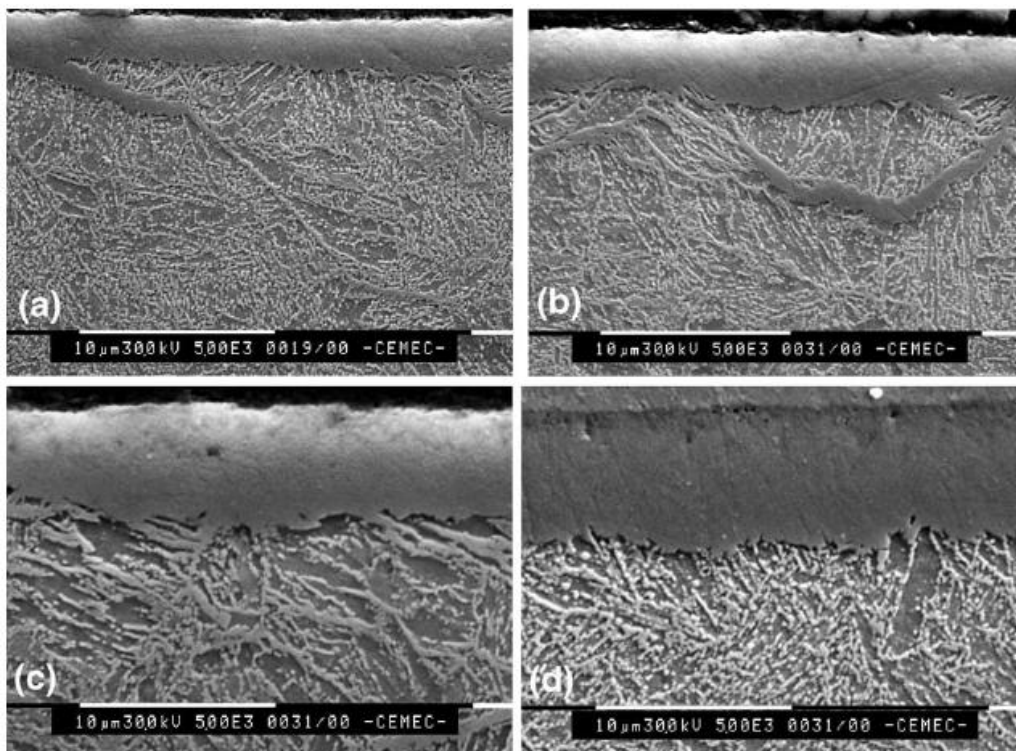


Fig 2.4-42. Micrografía capa compuestos trat a 748 K y dif tiempos[32]

- La utilización de plasma pulsado en vez de plasma de descarga directa, o el estado estructural inicial del material (martensita revenida o ferrítico/perlítico), no parecen tener una influencia determinante en la evolución de la capa de compuestos. Tampoco en el espesor de la capa de difusión.
- El espesor de la capa de difusión (capa efectiva) aumenta con la temperatura de nitruración, para tiempos iguales. Y el crecimiento con el tiempo, para procesos a igual temperatura, sigue un perfil aproximadamente potencial ($\text{Espesor} = a \cdot t^{1/2}$)[27][32].

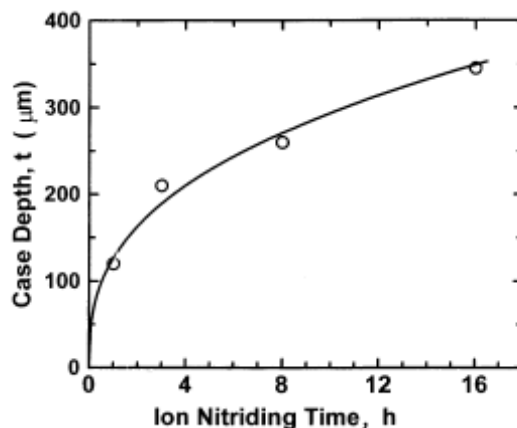


Fig 2.4-43. Espesor capa difusión trat a 748 K y dif t[27]

En cuanto a los valores y perfiles de microdureza obtenidos:

Referencia	Microdureza superficial / núcleo [HV]	Capa efectiva (dureza>400 HV) [µm]
29	-TyR: 773 K-1, 8 y 12 h- 950, 950 y 900 813 K- 1 y 8 h- 750 y 800	-TyR: 773 K-1, 8 y 12 h- 250, 450 y 560 µm 813 K- 1 y 8 h- 300 y 480 µm
	-Normalizado: 773 K- 1, 8 y 12 h- 780, 900, 900 813 K- 1 h- 700 873 K- 1 y 8 h- 650 y 550	-Normalizado: 773 K- 1, 8 y 12 h-- 250, 450 y 560 µm 813 K- 1 h- 300 µm 873 K- 1 y 8 h- 350 y 550 µm
	773 K- 1, 4 y 10 h- 820, 900 y 980 823 K- 1, 4 y 10 h- 770, 700 y 650 873 K- 1, 4 y 10 h- 650, 600 y 510	N/E
	DCPN: 0,6% N ₂ -17 h- 680 /<300 25% N ₂ - 28 h- 935 /<300	DCPN: 0,6% N ₂ -17 h- 300 µm 25% N ₂ - 28 h- 500 µm
	-PPN: 0,6% N ₂ -17 h- 680 /<300 25% N ₂ -28 h-980 /<300	-PPN: 0,6% N ₂ -17 h- 330 µm 25% N ₂ -28 h- 600 µm
	610-700 / 300	1 h- 120 µm 3 h- 210 µm 8 h- 260 µm 16 h- 350 µm
32	1 h- 770 /320 4 h- 850 /320 8 h- 780 /320 15 h- 840 /320 20 h- 840 /320 28 h- 840 /320	1 h- 100-110 µm 4 h- 120-130 µm 8 h- 200-220 µm 15 h- 360-370 µm 20 h- 400-410 µm 28 h- 590-600 µm
	N/E	N/E

Tabla 2.4-18. Resumen microdurezas referencias [29] a [33]

Las conclusiones que extrajeron, y otras que se pueden extraer son:

- La dureza superficial máxima disminuye con el aumento de la temperatura de tratamiento para tiempos de operación iguales. A temperatura constante, la dureza máxima parece tener un comportamiento inicial de aumento de la dureza con el tiempo de operación hasta alcanzar un máximo, para luego iniciar un descenso de la misma continuo o hasta establecerse en un valor estable, según se trate de una temperatura alta o moderada de operación respectivamente. Para temperaturas moderadas/altas, este máximo se alcanzará muy pronto, por lo que la evolución práctica será un descenso continuo de la dureza máxima con el tiempo [29][30][32]. Este comportamiento puede relacionarse claramente con la evolución de la capa de compuestos descrita anteriormente. En procesos a igual temperatura, o si se incrementa la temperatura con iguales tiempos de operación, se produce tanto una progresiva transformación de fase ϵ en fase γ' , menos dura, como (ó) una disminución del espesor de la capa de compuestos por *sputtering*.
- El espesor de la capa efectiva aumenta de forma continua con el tiempo de operación (independientemente de la temperatura) y con el aumento de la temperatura de operación [29][30][31][27][32].
- La composición de la atmósfera del reactor (%N₂) no parece tener una influencia determinante en la dureza máxima obtenida a partir de cierto valor mínimo de concentración en nitrógeno. Sin embargo, sí que lo tiene en la potencia de la capa efectiva, donde, a mayor %en N₂, un espesor de capa efectiva deseado se alcanzará en tiempos de operación mucho más cortos (T 813 K-Capa efectiva≈500 μm / con 50%N₂ en 10h/ con 25% N₂ en 28 h) o a temperaturas más bajas (t 28 h-Capa efectiva≈600 μm / con 30%N₂ a 748 K/ con 25% N₂ a 813 K) [29][31][32].
- La utilización de la técnica de plasma pulsado aumenta de forma ligera la dureza máxima obtenida y el espesor de capa efectiva, siendo iguales el resto de parámetros de operación. Para tiempos de operación cortos, esta mejora queda en entredicho [31][27][32].
- El estado microestructural inicial tiene la influencia lógica en la dureza máxima obtenida: estado martensítico, mayor dureza máxima. Con los datos disponibles, no parece tener gran influencia en el espesor de la capa nitrurada [29].

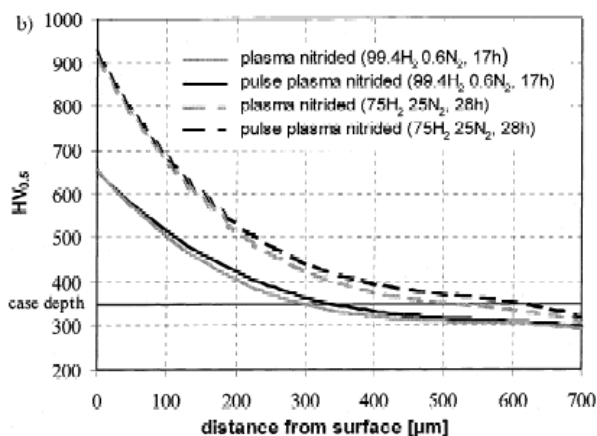


Fig 2.4-44. Perfil microdurezas AISI 4140 nit 813K [31]

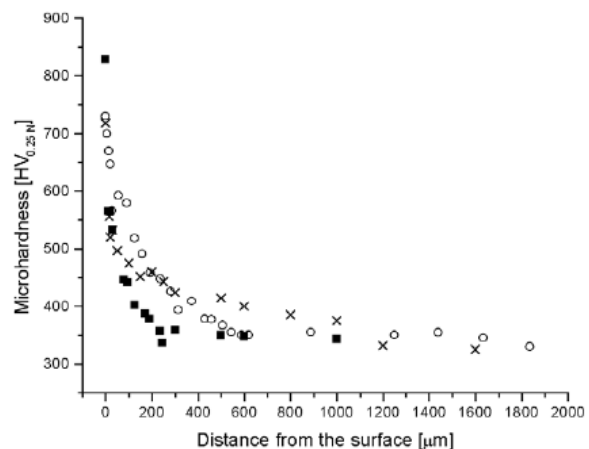


Fig 2.4-45. Perfil microdurezas AISI 4140 nit 748K [32]

En cuanto al comportamiento frente a fatiga, corrosión y desgaste, las referencias obtuvieron las siguientes conclusiones.

La presencia de la capa de compuestos disminuye la resistencia a desgaste de los aceros nitrurados. La nitruración en condiciones que permitan la eliminación de dicha capa(o su eliminación posterior), mejorará la resistencia a desgaste respecto del material no nitrurado [31].

Al igual que con los otros tipos de nitruraciones, la resistencia a la corrosión mejora con la nitruración del metal debido a la formación de la capa de compuestos. Sin embargo, la mejora de la corrosión puede verse limitada, e incluso revertida, en función de la microestructura y porosidad de la capa de compuestos. En general, a mayor temperatura de operación, la capa de compuestos contendrá mayor proporción de fase γ' y/o mayor porosidad. Ambos factores son negativos, dado que la fase ϵ es más pasiva y la formación de poros promoverá la corrosión localizada [33].

La mejora de la resistencia a fatiga es más clara para el tratamiento de nitruración por plasma respecto al material sin tratamiento, que para el caso de la nitruración salina [32] y también la nitruración gaseosa. Varios parámetros parecen influir en el comportamiento de las muestras nitruradas. En nitruraciones a temperaturas moderadas o bajas ($T < 773\text{K}$), el aumento del tiempo de operación, es decir, del espesor de la capa de difusión, da como resultado un límite de fatiga creciente (del 23% al 50% a 748 y 773 K [29][27]) como resultado de la ampliación de la zona con tensiones compresivas residuales. Sin embargo, para nitruraciones a mayor temperatura, se produce una disminución de la mejora de la resistencia a fatiga si se prolonga el tiempo de operación. Esto estará asociado al cambio en el mecanismo de generación de fractura por modificación de las fases presentes en la capa de compuestos, y/o por la generación de superficies más irregulares [29]. Para nitruraciones por encima del eutéctico Fe-N dejan claro que el comportamiento a fatiga no es mejorado (y previsiblemente será empeorado con el aumento de T) por la formación de braunita.

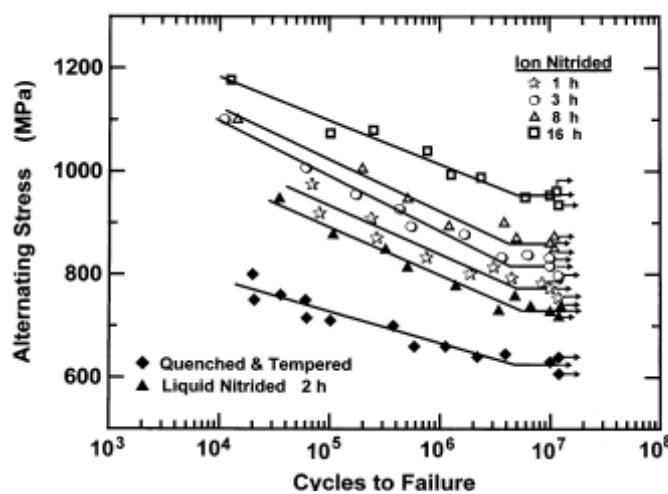


Fig 2.4-46. Ensayos de fatiga AISI 4140 nit 748K [27]

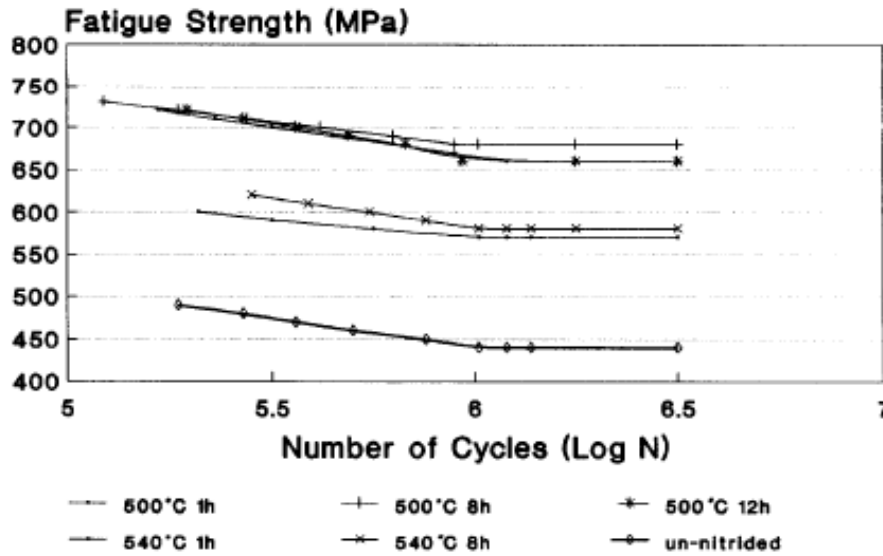


Fig 2.4-47. Ensayos de fatiga AISI 4140 dif T [29]

2.4.3.ACERO ALEADO X40CrMoV5-1.

Ficha de características.

Generalidades

Acero de herramientas aleado al Cr, Mo-V (cromo-molibdeno-vanadio) de media aleación, de gran resistencia en caliente y resistencia al desgaste a altas temperaturas, y, es asimismo, muy resistente a la fatiga térmica producida por calentamientos y enfriamientos cíclicos; de buena tenacidad, y resistencia al fisurado por sobrecalentamiento. Se presta bien a la refrigeración por agua.

Acero de utilización muy universal: Herramientas de forja, estampas de forja, cuchillas de corte en caliente, herramientas para extrusión en caliente, herramientas para prensar por extrusión, estampas para prensado de moldes, receptores de lingotes, herramientas para fundición a presión, fundición a presión de metales ligeros, mandriles de prensado, matrices de prensado, sacabocados, fabricación de tornillos, remaches y pernos, expulsores, moldes para plástico.

Equivalencias

EN	UNE	DIN	ASTM/AISI/SAE
X40CrMoV5-1/ 1.2344	F-5318	X40CrMoV5-1	H13

Normas: UNE EN ISO 4957 (1999), DIN 17350

Tabla 2.4-19. Equivalencias principales de denominación acero EN 1.2344

Composición química

Suministrador	LÍMITES DE COMPOSICIÓN(%)							
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	V
Thyssen Krupp	0,40		1,00			5,30	1,40	1,00
BÖHLER	0,39	0,40	1,10			5,20	1,40	0,95
Aceros IMS	0,43-0,67	0,30-0,50	0,90-1,20			4,80-5,50	1,20-1,50	0,90-1,10
UDDEHOLM	0,39	0,40	1,00			5,30	1,30	0,90
Aceros ABRAMS	0,35-0,42	0,25-0,50	0,80-1,20	0-0,03	0-0,02	4,80-5,50	1,20-1,50	0,85-1,10

Tabla 2.4-20. Composición química acero X40CrMoV5-1 (o equivalente) según fabricantes [57][58][61][62][63]

Características mecánicas

Suministrador	CARACTERÍSTICAS MECÁNICAS							
	Dimensiones [mm]	Estado	Rp(0,2)[Mpa]	Rm[Mpa]	Alargamiento [%]	Estricción[%]	Energía absorbida (T ≈298K)[J]	Dureza
Thyssen Krupp		Temple y Revenido						56 HRC(revenido 773K)
BÖHLER		Temple y Revenido	1000-1400	1200-1600		50		56 HRC(revenido 773K)
ABRAMS		Temple y Revenido		770(recocido)				56 HRC(revenido 773K)
UDDEHOLM		Temple y Revenido	1300-1500	1400-1800			20 (revenido T 873 K)	55 HRC(revenido 773K)

Tabla 2.4-21. Características mecánicas acero X40CrMoV5-1 (o equivalente) según fabricantes[57][61][62][63]

Tratamientos térmicos

Acero con importante cantidad de austenita retenida y dureza secundaria.

	Temperatura [K]	Enfriamiento
Forja o laminación en caliente	1173-1373	Horno
Recocido ablandamiento	1023-1123	Horno(a 10K/h hasta 923 K)
Eliminación tensiones	873-923 K(al menos 2 h)	Horno (enfriamiento lento hasta 773 K)
Temple	1253-1303	Aire, Aceite, Baño de sales
Revenido	823-903 (al menos 2 h)(doble o triple revenido)	Aire

Tabla 2.4-22. Condiciones de tratamientos térmicos recomendadas X40CrMoV5-1 (o equivalente)

No revenir a temperaturas entre 700 y 823 K por pérdida de tenacidad.

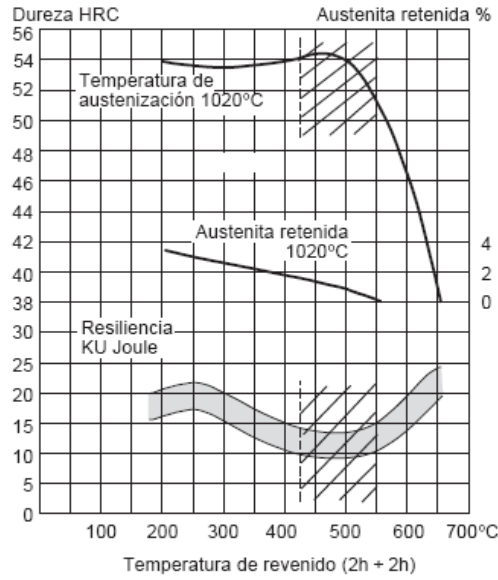


Fig 2.4-50. Diagrama de revenido acero X40CrMoV5-1 (o equivalente)[62]

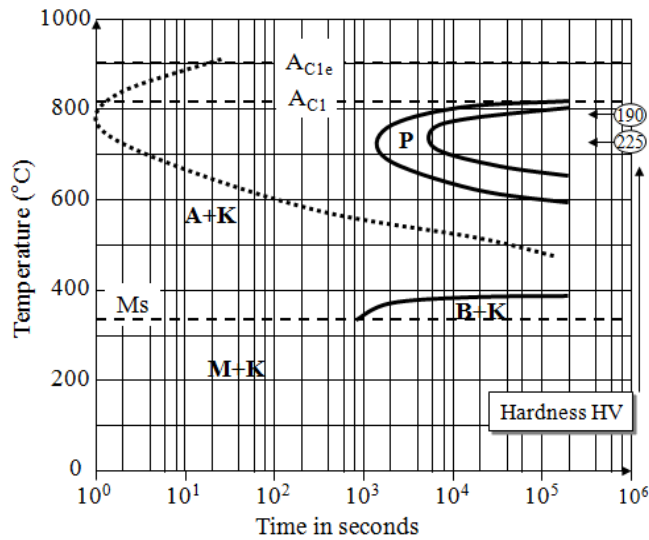


Fig 2.4-51. Diagrama TTT acero en X40CrMoV5-1 (o equivalente)[56]

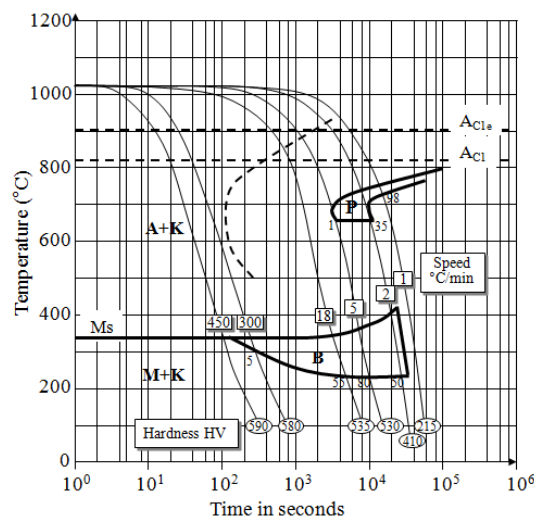


Fig 2.4-52. Diagrama CCT acero en X40CrMoV5-1 (o equivalente)[56]

Efectos nitruración en el acero.

Las referencias bibliográficas sobre estudios de nitruración de este acero (en su equivalente AISI H13) son bastante numerosas, dado que es considerado como acero donde la nitruración es muy recomendable debido las aplicaciones principales que tiene (moldes de inyección materiales plásticos o aluminio), con gran exigencia de resistencia a desgaste. De hecho, los suministradores en España lo especifican en sus prontuarios, recomendado una capa efectiva máxima de 300 μm para trabajos en caliente.

Nitruración gaseosa.

S. S. Akhtar et al.[34], S Y. Birol et al.[35] y P. Corengia et al.[36] realizaron ensayos de caracterización comparativos del tratamiento de AISI H13 por nitruración gaseosa. Las condiciones de nitruración gaseosa que utilizaron se presentan en la tabla siguiente. En este caso resulta interesante el estudio de las renitruraciones que se realizan de forma habitual en estos aceros en aplicaciones de extrusión (p.ej. aluminio):

Referencia	Acero	Tratamiento térmico previo	Nitruración 1ª etapa	Nitruración 2ª etapa
34	AISI H13	Templado 1303 K y doble revenido a 823 y 878 K	763 K 2,5 h $K_n \approx 0,65 \text{ MPa}^{-1/2}$ (NitReg)(se repite proceso 1 y 2 veces)	803 K 4,3 h $K_n \approx 0,03 \text{ MPa}^{-1/2}$ (NitReg) (se repite proceso 1 y 2 veces)
35	AISI H13	Templado y doble revenido a 500 HV	803 K	
36	AISI H13	N/E	NITREG(con postoxidación)	NITREG(con postoxidación)

Tabla 2.4-23. Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [34] a [36]

En base al estudio metalográfico, análisis XRD y estudio del perfil de composición frente a diagramas de fases Fe-N, describieron del siguiente modo las capas nitruradas:

Referencia	Capa de compuestos	Capa difusión
34	Nitruración inicial- 4-8 μm Fase ϵ Renitruración- 1-2 μm Fase $\epsilon + \text{Fase } \gamma'$ 2ª Renitruración- Fase $\epsilon + \text{Fase } \gamma'$	-Nitruración inicial- 80 μm - colonias lamelares nitruros(ppal CrN) -Renitruración- 100 μm - colonias lamelares nitruros(ppal CrN) -2ª Renitruración- 115 μm - colonias lamelares nitruros(ppal CrN) (aumento de densidad de colonias lamelares con el nº nitruraciones)
35	6 μm Fase $\epsilon + \text{Fase } \gamma'$	150 μm
36	1-2 μm	120-130 μm

Tabla 2.4-24. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [34] a [36]

- La nitruración en etapa única da como resultado capa de compuestos bifásica $\epsilon+\gamma'$. La nitruración en doble etapa permite un control adecuado de la morfología y espesor de la capa compuesta, dando como resultado capas blancas monofásicas ϵ . Esto resulta una importante mejora respecto al proceso en una etapa [35], dado que el comportamiento a desgaste (que es la propiedad mecánica fundamental en las aplicaciones principales de estos aceros) es mejor en capas compuestas monofásicas ϵ .
- La capa de difusión es claramente identificable en la microscopía óptica (banda oscura) debido a la intensa precipitación de nitruros submicroscópicos de elementos aleados (Cr, Mo y V). Asimismo, estos tienden a agruparse en estructuras lamelares, con mayor densidad de población a mayor potencial de nitruración.
- Las renitruraciones provocan un cambio sustancial en la morfología de las capas compuesta y de difusión, debido a que se produce una descomposición de la capa de compuestos preexistente (reducción de espesor) y una transformación de ϵ en γ' . Esto se atribuye a la conjunción de presencia previa de N y aportación de nuevo N, por lo que el potencial de nitruración neto es superior.

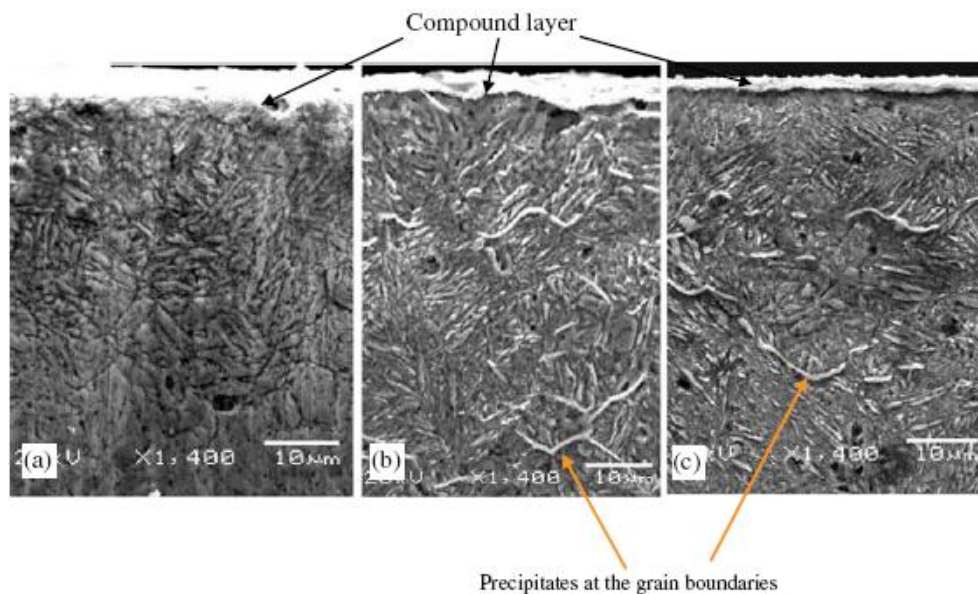


Fig 2.4-53. Micrografías SEM H13, detalle nitruros lamelares (a)Nitr 1(b)Renitr(c)2ªRenitr[34]

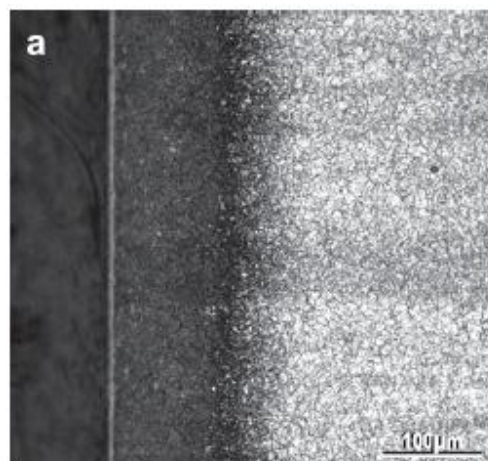


Fig 2.4-54. Micrografías óptica H13, capa difusión [35]

En cuanto a los valores y perfiles de microdureza obtenidos:

Referencia	Microdureza superficial / Capa efectiva (Dureza núcleo [HV]	Capa efectiva (Dureza núcleo+50 HV) [μm]
34	Nitruración inicial- 1180 /600 Renitruración- 910 /600 (máx 1200 a 20 μm) 2ª Renitruración- 860 /600 (máx 1240 a 20 μm)	Nitruración inicial- 110 Renitruración- 135 2ª Renitruración- 180
35	1060 /540	150
36	>1000 /400	\approx 130

Tabla 2.4-25. Resumen microdurezas referencias [34] a [36]

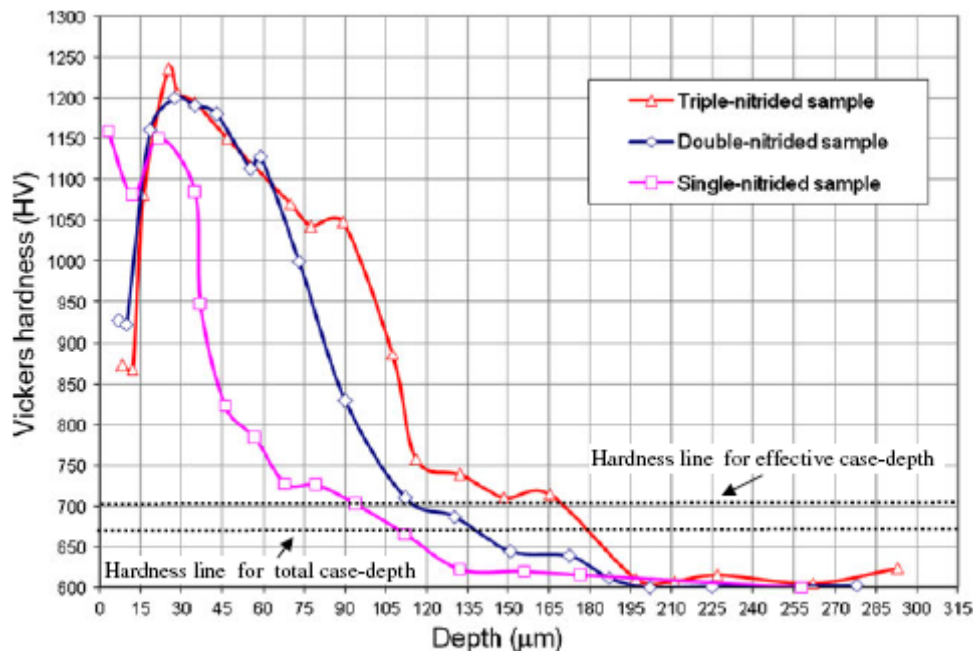


Fig 2.4-55. Perfiles microdurezas H13 (a)Nitr 1(b)Renitr(c)2ªRenitr[34]

- El perfil de microdurezas es muy abrupto (dureza muy alta y espesor capa efectiva pequeño), como corresponde a una precipitación intensa de nitruros en la capa de compuestos y en la capa de difusión, que deforman enérgicamente la estructura cristalina y dificultan la difusión del nitrógeno hacia el núcleo de la pieza.
- Las renitruraciones, (o un excesivo tiempo, temperatura o potencial de nitruración) pueden conducir a un cambio en la morfología de la capa más superficial (mayor porosidad, mayor proporción fase γ') lo que reducirá su dureza y empeorará el comportamiento frente a desgaste (corrosión....)[34].

En cuanto al comportamiento frente a desgaste y corrosión, se reporta una reducción del desgaste en un 97%, y de un 20% en corrosión generalizada con el tratamiento de nitruración gaseosa con postoxidación[36]

Nitruración o nitrocarburoación en baño de sales.

G. Castro et al.[37], P. Corengia et al.[36] y C.M. Karamboiki et al.[38] realizaron ensayos de caracterización comparativos del tratamiento de AISI H13 por nitruración/nitrocarburoación en baño de sales. Las condiciones de nitruración salina que utilizaron se presentan en la tabla siguiente. En este caso resulta interesante el estudio de las renitruraciones que se realizan de forma habitual en estos aceros en aplicaciones de extrusión (p.ej. aluminio):

Referencia	Acero	Tratamiento térmico previo	Tipo tratamiento	Condiciones tratamiento
37	AISI H13	Templado 1303 K y doble revenido 2 h a 823 y 903 K	Nitruración-sulfinitización baja en cianuros (CNO ⁻ 36%, CO ₃ ²⁻ 19%, CN ⁻ <0,8%)	853K- 1, 3, 4, 5, 6, 7, 9, 11, 13, 15 y 24 h
36	AISI H13	N/E	Nitrocarburoación Tufftriding-Tenifer	853 K- 1,5 h +postox-653 K, 30 min
38	AISI H13	Templado a 1308 K y triple revenido de 2 h: -Rev A-823 K, 913 K y 863 K.(40 HRc) -Rev B- 823 K, 903 K y 863 K.(45 HRc) -Rev C- 823 K, 883 K y 863 K.(50 HRc)	Nitrocarburoación Tufftriding (60% KCN, 24% KCl, 16% K ₂ CO ₃)	853 K- 4 h

Tabla 2.4-26. Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [36] a [38]

En base al estudio metalográfico y análisis XRD, describieron del siguiente modo las capas nitruradas:

Referencia	Capa de compuestos	Capa difusión
37	1 h-No observada	1 h- 40-80
	3 h- No observada	3 h- 60-100
	4 h- No observada	4 h- 70-120
	5 h- No observada	5 h- 90-100
	6 h- No observada	6 h- 90-130
	7 h- 2 μm Fases ε+γ'	7 h- 100-140
	9 h- 4 μm Fases ε+γ'	9 h- 110-140
	11 h- 15 μm Fases ε+γ'	11 h-130-180
	13 h- 16 μm Fases ε+γ'	13 h- 170-190
	15 h- 20 μm Fases ε+γ'	15 h- 190-240
24 h- 22 μm Fases ε+γ'	24 h- 240-290	
36	5 μm	80-90 μm
38	10-15 μm para todas las microestructuras	Incremento de 150 a 200 μm con el aumento de dureza inicial

Tabla 2.4-27. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [36] a [38]

- El proceso de nitruración utilizado en este trabajo (Tufftriding-Tenifer) produce capa de compuestos de espesor superior al proceso por nitruración gaseosa.
- El proceso de nitrosulfinitización produce capas blancas de menor espesor, e incluso puede no provocarlas, si el tiempo de tratamiento es inferior. En contraste, la capa de difusión producida, para tiempos de nitruración iguales, es más delgada.
- Con los datos disponibles no queda claro si, para condiciones similares, la nitruración gaseosa o la nitruración salina producen capas nitruradas de mayor espesor.
- La morfología de la capa de difusión es similar a la producida en la nitruración gaseosa, con precipitación intensa de nitruros submicroscópicos y formación de colonias lamelares de estos [37].
- La microestructura inicial (dureza de revenido) influye en el espesor de la capa de difusión: a mayor dureza, mayor profundidad.

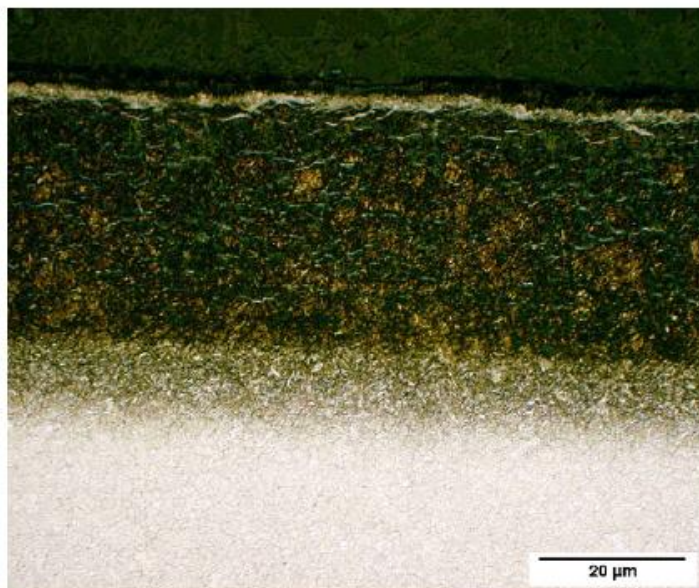


Fig 2.4-56. Micrografías óptica H13, nitrosulfinitizado 24 h[37]

En cuanto a los valores y perfiles de microdureza obtenidos:

Referencia	Microdureza superficial / núcleo [HV]	Capa efectiva (Dureza núcleo+50 HV) [µm]
37	1 h- 800 /490	1 h- 50
	3 h- 1050 /490	3 h- 90
	4 h- 1050 /490	4 h- 120
	5 h- 1100 /490	5 h-
	6 h- 1050 /490	6 h- 120
	7 h- 1050 /490	7 h- 135
	9 h- 1100 /490	9 h- 160
	11 h-1100 490	11 h- 180
	13 h- 1100 490	13 h- 190
	15 h- 1050 /490	15 h- 270
	24 h- 1100 /490	24 h- 270
	36 38	≈1050 /400
Rev A- ≈980 /≈430		≈140
Rev B-≈990 /≈500		≈170
Rev C-≈1010 /≈550		≈190

Tabla 2.4-28. Resumen microdurezas referencias [36] a [38]

- Los perfiles de microdureza son muy abruptos, incluso más que para la nitruración gaseosa.
- La evolución de la capa efectiva (de difusión) con el tiempo sigue un perfil aproximadamente potencial ($\text{Espesor} = a \cdot t^{1/2}$).
- La microestructura inicial influye tanto en la dureza máxima obtenible, como en el espesor de la capa efectiva. Al igual que se indicó para el acero 42CrMo4, a mayor dureza del núcleo, mayor dureza máxima obtenible. Una mayor dureza inicial promueve capas nitruradas más profundas para el mismo tiempo de operación.

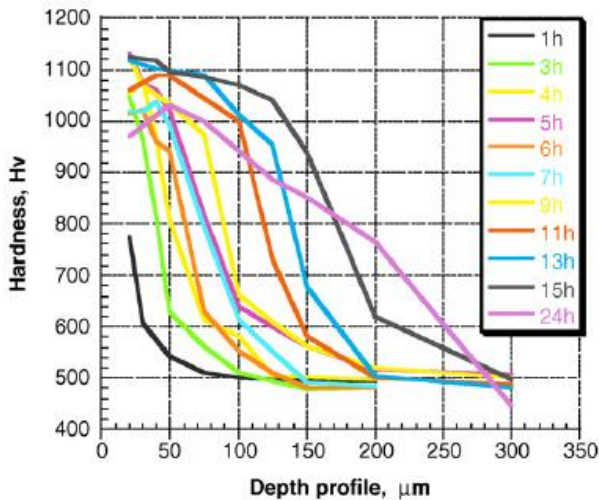


Fig 2.4-57. Perfil microdureza H13 nitrosulfinado dif t[37]

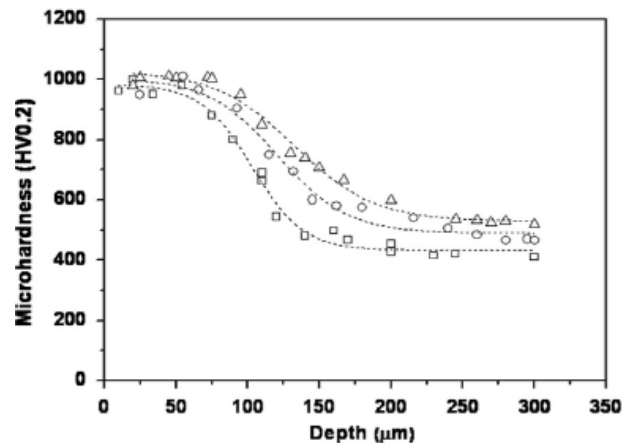


Fig 2.4-58. Perfil microdureza H13 Tuffriding
Dif microesturc. Ini. □40 HRC, ○45 HRC, △ 50 HRC[38]

En cuanto al comportamiento frente a desgaste y corrosión P. Corengia et al.[36] han reportado un descenso de la tasa de desgaste del 95%, y frente a corrosión del 95%(tal mejora atribuida al tratamiento de postoxidación). C.M. Karamboiki et al.[38] obtuvieron una disminución del coeficiente de desgaste del 55%, no teniendo influencia significativa el estado microestructural inicial en el mismo.

Un completo estudio sobre el comportamiento a desgaste llevaron a cabo G. Castro et al.[37], demostrando experimentalmente que el mecanismo de desgaste cambia con el aumento de la extensión del ciclo de desgaste(mayor tiempo o mayor velocidad de contacto). En la parte inicial del ciclo de desgaste, se comportan mejor los aceros nitrurados con ausencia de capa de compuestos, debido a que en los otros casos las partículas delaminadas de la capa blanca inician un desgaste adicional abrasivo. A partir de cierta extensión del ciclo de desgaste, la tasa de desgaste disminuye con el aumento del espesor de la capa nitrurada.

Nitruración asistida por plasma.

M. Uma Devi et al.[39], L.F. Zagonel et al.[40], P. Corengia et al.[36], R.Basso et al.[41], M.V. Leite et al.[41] realizaron ensayos de caracterización comparativos del tratamiento de AISI H13 por nitruración iónica. Las condiciones de nitruración asistida por plasma que utilizaron se presentan en la tabla siguiente:

Referencia	Acero	Tratamiento térmico previo	Tipo tratamiento	Condiciones tratamiento
39	AISI H13	Templado y revenido a 570 HV	PPN	803 K- 12 y 24 h
40	AISI H13	Templado a 1298 K y revenido a 853 K 1 h	PPN 30% N ₂ +70% H ₂ P _{total} =400 Pa	-533 K- 5 h -603 K- 5 h -643 K- 5 h -693 K- 5 h -763 K- 5 h -783 K- 5 h
36	AISI H13	N/E	ASPN- 813 K	Etapa 1-0,5 h, 653 K, 30% N ₂ +0% H ₂ Etapa 2-8 h, 783 K, 50% N ₂ +50% H ₂
41	AISI H13	N/E	PPN 20% N ₂ +80% H ₂ P _{total} =400 Pa	673 K- 1, 4, 9, 16 y 36 h 4 h-633, 673, 713, 753 y 793 K
42	AISI H13	Templado a 1303 K y doble revenido a 853 K 2 h(570 HV)	PPN 20% N ₂ +80% H ₂ P _{total} =400 Pa	673 K- 4, 9, 16 y 36 h

Tabla 2.4-29. Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [39] a [42]

En base al estudio metalográfico y análisis XRD, describieron del siguiente modo las capas nitruradas:

Referencia	Capa de compuestos	Capa difusión
39	12 h- 2-3 μm Fase ϵ	12 h- 165 μm
	24 h- 10-20 μm Fases ϵ y γ'	24 h- 215 μm
40	-533 K- No capa de compuestos	Micronitruros de Cr y V(zona oscura) y carburos de Mo(puntos blancos). La densidad de precipitados aumenta con el incremento de T
	-603 K- Fase ϵ	
	-643 K- 3-4 μm Fase ϵ	
	-693 K- 3-4 μm Fase ϵ	
	-763 K- 6 μm Fases $\epsilon+\gamma'$	
-783 K- 6 μm Fases $\epsilon+\gamma'$		
36	5 μm	100 μm
41	4 h-633 K-No capa de compuestos	1 h- 25 μm 4 h- 36 μm
	1 h-673 K- Fase ϵ	9 h- 44 μm
	4 h- 673 K- Fase ϵ	16 h- 50 μm
	9 h- 673 K- Fase ϵ	36 h- 67 μm
	16 h-673 K- Fase ϵ	Todo a 673 K
	36 h- 673 K- Fases $\epsilon+\gamma'$ (+CrN)	
	4 h-713 K- Fase ϵ (inicio fase γ')	
	4 h-753 K -Fases $\epsilon+\gamma'$ (+CrN)	
4 h-793 K-Fases $\epsilon+\gamma'$ (+CrN)		
42	Ídem anterior 673 K	Ídem anterior 673 K

Tabla 2.4-30. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [39] a [42]

- La morfología de la capa de compuestos presenta una fuerte dependencia de la temperatura, y menor con el tiempo de operación. Según las referencias [40], [41] y [42], a temperaturas por debajo de 633 K, no se constituye capa de compuestos, o si lo hace, será fase ϵ y en forma de precipitados aislados (inicio nucleación). Entre 633 y 713 K, se produce la formación crecientemente homogénea de capa monofásica ϵ (que para ser continua necesitará cierto tiempo de nucleación). A partir de 713 K se inicia la formación paulatina de fase γ' también, produciéndose fases mixtas. Para tiempos de operación prolongados también se producirá la transformación de fase ϵ en fase γ' por descomposición, y difusión de N al exterior, formándose poros. A partir de ciertas temperaturas, o tiempos de operación, se inicia la precipitación de CrN en zonas cercanas a la superficie, a parte de en la capa de difusión.
- El crecimiento de la capa de difusión no sigue una progresión proporcional a la raíz cuadrada del tiempo de nitruración, si no con pendiente menor, pudiéndose trasladar la influencia del *sputtering* referida anteriormente.

- La capa de difusión estará constituida por micronitruros precipitados de Cr y V situados en la frontera de grano del Fe- α y precipitados aislados de MoC.

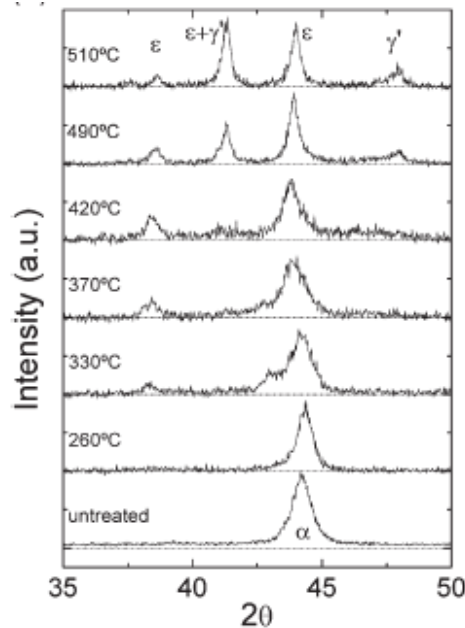


Fig 2.4-59. XRD AISI H13 nit plasma dif T[40]

En cuanto a los valores y perfiles de microdureza obtenidos:

Referencia	Microdureza superficial / núcleo	Capa efectiva (Dureza núcleo+50 HV) [μ m]
39	12 h- 1225 HV / 580 HV	12 h- 165
	24 h- 1402 HV / 580 HV	24 h- 195
40	-533 K- 8,7 GPa / 7 GPa	200-300 μ m
	-603 K- 9,5 GPa / 7 GPa	
	-643 K- 9,5 GPa / 7 GPa	
	-693 K- 9,5 GPa / 7 GPa	
	-763 K- 13,5 GPa / 7 GPa	
	-783 K- 13 GPa / 7 GPa	
36	\approx 1020 HV / 400 HV	\approx 160
41	N/E	N/E
42	4 h- 9 GPa / 5,7 GPa	4 h- 65 μ m
	16 h- 11,5 GPa / 5,7 GPa	16 h- 95 μ m
	36 h- 12,5 GPa / 5,7 GPa	36 h- 115 μ m

Tabla 2.4-31. Resumen microdurezas referencias [39] a [42]

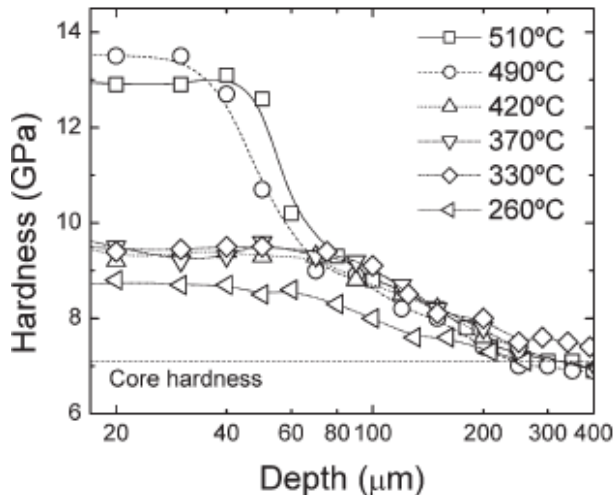


Fig 2.4-60. Perfiles microdurezas AISI H13 nit plasma dif T[40]

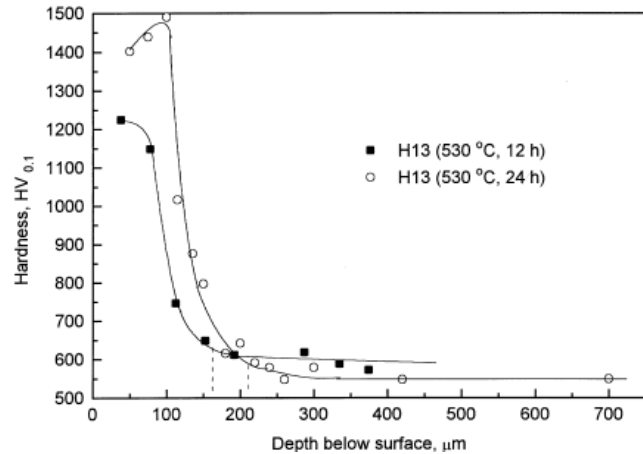


Fig 2.4-61. Perfiles microdurezas AISI H13 nit plasma dif T[39]

- La dureza máxima obtenida está directamente relacionada con las características de la capa de compuestos desarrollada. En bajas temperaturas de operación, con formación de una capa muy fina o no homogénea, la dureza máxima es francamente inferior que para temperaturas en las que la capa de compuestos formada será de un cierto espesor ($T > 763$ K). Para temperaturas iguales o superiores (o tiempos de operación largos a inferiores [42]), la dureza máxima dependerá del espesor (mayor tiempo, mayor espesor, mayor dureza para igual T), o de la morfología generada a diferentes temperaturas. A partir de cierta temperatura, se inicia de formación clara de fase γ' y generación de poros, por lo que la dureza alcanza un máximo para luego disminuir con la T [39][42].
- Para este tipo de nitruración, no es tan evidente la influencia de la temperatura sobre el espesor de la capa nitrurada, para igual tiempo de operación, como en el otro tipo de nitruraciones. Hay que tener en cuenta, no obstante, que dicha influencia es menor para este acero que para otros en todos los tipos de nitruraciones. Probablemente se deba a la enorme disminución de la difusión del N hacia el seno de la pieza producida por la precipitación de los nitruros de elementos aleados.

En cuanto al comportamiento frente a fatiga, desgaste y corrosión.

M. Uma Devi et al.[39] detalló la obtención de fuertes tensiones compresivas en la capa nitrurada, relacionándolo con una posible mejora del comportamiento a fatiga de este material. No obstante, las aplicaciones principales de este acero se encuentran en moldes o estampas para extrusión, forja, etc. en caliente, donde el condicionante principal es el desgaste, aunque, en función de la aplicación, también entrará en juego la fatiga. En pruebas sobre estampas industriales reales de forja circular en caliente, la aplicación del tratamiento de nitruración prolongó la vida útil de los elementos 3,6 veces.

P. Corengia et al.[36] refirieron una disminución de la tasa de desgaste del 96,5% y una disminución de la corrosión generalizada del 5%.

R.Basso et al.[41] realizaron un amplio estudio sobre el comportamiento ante corrosión del acero nitrurado, constatando la gran dependencia sobre la morfología de la capa de compuestos obtenida. Señalan, eso sí, que la nitruración produce siempre una mejora en el comportamiento frente a corrosión en todos los casos. Para temperaturas (o tiempos de operación) que permitan la obtención de capas monofásicas ϵ de espesor creciente, la resistencia a la corrosión se irá viendo mejorada. En temperaturas intermedias (o tiempos excesivos de operación), donde se inicia tanto la formación de una capa bifásica como la posible precipitación de CrN en superficie, la corrosión generalizada y la corrosión localizada aumentarán. Sin embargo, para temperaturas superiores que permitan la formación de una capa de compuestos mixta, pero suficientemente homogénea y de espesor mayor, se obtendrán los mejores resultados frente a corrosión.

M.V. Leite et al.[41] realizaron un amplio estudio de los mecanismos de desgaste, relatando conclusiones similares a las de G. Castro et al.[37]. Esto es, para largos ciclos de trabajo, el comportamiento mejora con el espesor de la capa de difusión. En este caso, la disminución del coeficiente de desgaste puede variar del 18% (capa 80 μm) hasta el 50% (capa 115 μm). Hay que tener en cuenta que la capa de difusión ha de tener un espesor mínimo que compense el fuerte desgaste abrasivo inicial por delaminación de la capa de compuestos.

2.4.4.ACERO INOXIDABLE MARTENSÍTICO X20Cr13

Ficha de características.

Generalidades

Acero inoxidable al cromo (Cr = 13%) de estructura martensítica, después de templado. Presenta elevada resistencia a la corrosión: al vapor de agua, atmosférica, y a una gran variedad de soluciones alcalinas y a soluciones de ácido nítrico poco concentradas, ácido acético, etc.

Se utiliza en la fabricación de piezas que, una vez templadas y revenidas, deban resistir el ataque de agentes medianamente corrosivos como ácidos grasos, aceites, etc.: herramientas de corte, cuchillos, instrumentos de cirugía, cuchillas de afeitar, rodamientos de bolas, ejes, elementos de equipos de impulsión de fluidos, muelles resistentes al calor, asientos de válvulas, moldes para conformado materiales plásticos, etc. son las piezas que fabrican con este tipo de acero (AISI 420); que se utiliza, generalmente, con superficie rectificada y pulida, tratado a resistencias (R_m) no superiores a 1470 MPa. Para no disminuir la resistencia a la corrosión de las piezas, se debe evitar revenirlas a temperaturas superiores a los 473 K.

Equivalencias

EN	UNE	DIN	ASTM/AISI/SAE
X20Cr13	F-3402	X20Cr13/1.4021	420

Normas: EN 10088-3, DIN 17350

Tabla 2.4-32. Equivalencias principales de denominación acero AISI 420

Composición química

Suministrador	LÍMITES DE COMPOSICIÓN(%)							
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni
Thyssen Krupp	0,16-0,25	<1,00	<1,50	<0,04	<0,03	12,00-14,00		
Aceros IMS	0,16-0,25	<1,00	<1,50	<0,04	<0,03	12,00-14,00		

Tabla 2.4-33. Composición química acero X20Cr13 (o equivalente) según fabricantes [57][58]

Características mecánicas

Suministrador	Dimensiones [mm]	Estado	CARACTERÍSTICAS MECÁNICAS					
			Rp(0,2)[Mpa]	Rm[Mpa]	Alargamiento [%]	Estricción[%]	Energía absorbida (T =298K)[J]	Dureza
Thyssen Krupp		Recocido		<760				230 HB
		Templado y revenido	500	700-850	13			
		Templado y revenido	600	800-950	12			
Aceros IMS	φ 160 mm	Recocido		<760				230 HB
		Templado y revenido	500	700-850	13		25	
		Templado y revenido	600	800-950	12		20	

Tabla 2.4-34. Características mecánicas acero X20Cr13 (o equivalente) según fabricantes [57][58]

Tratamientos térmicos

	Temperatura [K]	Enfriamiento
Recocido ablandamiento	1073-1093	Horno/Aire
Eliminación tensiones	923	Horno
Temple	1223-1303	Aceite/Aire
Revenido	Recomendado 373-473	Aire

Tabla 2.4-35. Condiciones de tratamientos térmicos recomendadas X20Cr13 (o equivalente)

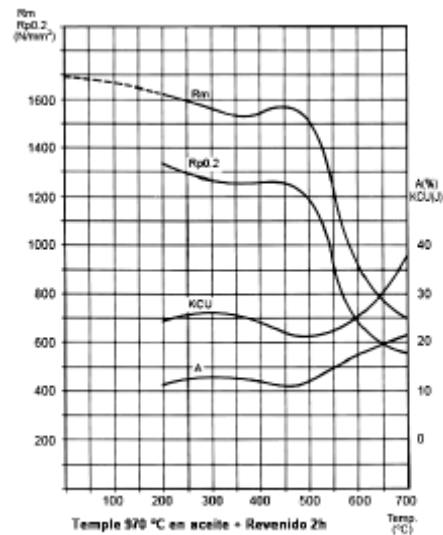


Figura 2.4-62. Diagrama de revenido acero X20Cr13(o equivalente)[58]

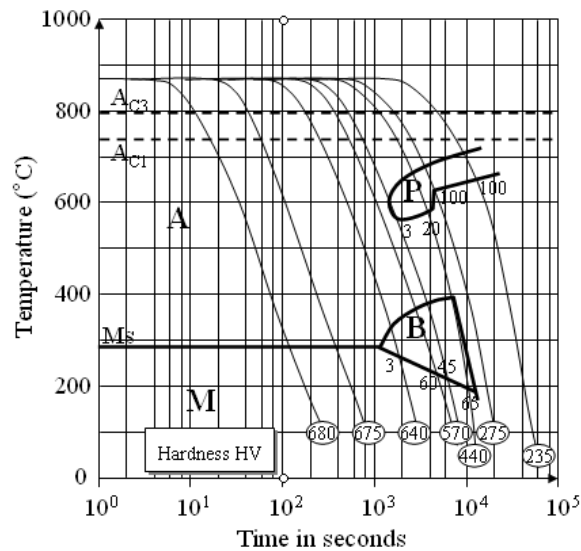


Figura 2.4-63. Diagrama TTT acero X20Cr13 (o equivalente)[56]

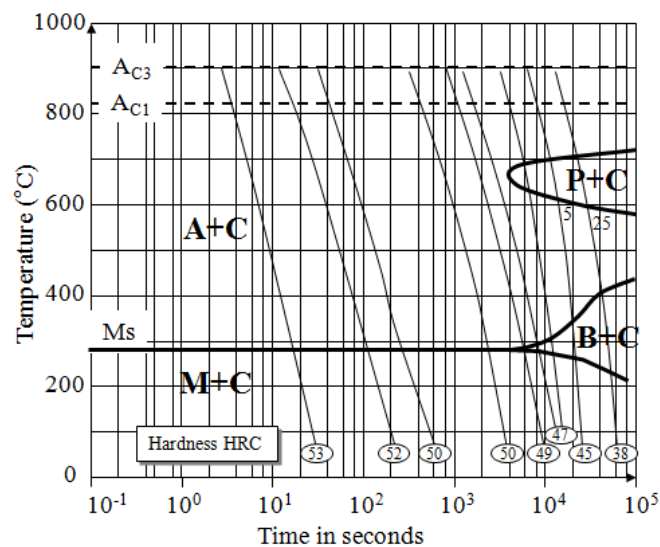


Figura 2.4-64. Diagrama CCT acero X20Cr13 (o equivalente)[56]

Efectos nitruración en el acero.

Las referencias bibliográficas sobre estudios de nitruración de este acero son muy escasas y, las que hay, son sobre técnicas de nitruración asistida por plasma. Esto se debe al contenido limitado de Cr en el acero, que lo sitúa en el límite de inoxidable, por lo que cualquier precipitación de CrN empeorará sus características de resistencia a la corrosión. Las temperaturas altas de operación, así como la dificultad de control del potencial de nitruración, en los tratamientos en baño de sales y gaseoso parecen haber alejado a los investigadores al estudio de sus efectos en este tipo de acero.

Nitruración gaseosa.

No se hallaron referencias directas ni indirectas.

Nitruración/Nitrocarburoción en baño de sales.

No se hallaron referencias directas ni indirectas.

Nitruración asistida por plasma.

I. Alphonsa et al.[43], S.K. Kim et al.[44], C. E. Pinedo et al.[45] y Y. Xi et al.[46] realizaron ensayos de caracterización comparativos del tratamiento de AISI H13 por nitruración iónica. Las condiciones de nitruración asistida por plasma que utilizaron se presentan en la tabla siguiente:

Referencia	Acero	Tratamiento térmico previo	Tipo tratamiento	Condiciones tratamiento
43	AISI 420	Templado a 1298 K y revenido en aceite	PPN 20% N ₂ +70% H ₂ P _{total} =400 Pa	803 K- 20 h
44	AISI 420	N/E	Low Pressure RF-DCPN 100% N ₂ P _{total} =0,4 Pa	-673K- 1, 4, 9 y 16 h -4 h- 623, 673, 723, 773 K
45	AISI 420	Templado a 1298 K y doble revenido a 853 K	PPN 75% N ₂ +25% H ₂ P _{total} =250 Pa	-4 h- 753, 773, 793, 813, 833 K
46	AISI 420	Templado a 1243 K y revenido a 943 K	PPN 25% N ₂ +75% H ₂ P _{total} =600 Pa	-15h- 623, 723 y 823 K

Tabla 2.4-36 .Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [43] a [45]

En base al estudio metalográfico y análisis XRD, describieron del siguiente modo las capas nitruradas:

Referencia	Capa de compuestos	Capa difusión
43	2-3 μm Fase ε + (presencia residual) Fase γ'+CrN	61 μm(Fe-α+Fase ε+Fase γ'+CrN)
44	623 K-4 h-No detectada 673 K-1 h- Fase ε 673 K-4 h-20 μm Fase ε 673 K-9 h- Fase ε+CrN 673 K-16 h- Fase ε+CrN 723 K-4 h- Fase ε+CrN 773 K-4 h- Fase ε+CrN	N/E
45	753 K-4 h- Fase ε + Fase γ'+CrN 773 K-4 h- Fase ε + Fase γ'+CrN 793 K-4 h- Fase ε + Fase γ'+CrN 813 K-4 h- Fase ε + Fase γ'+CrN 883 K-4 h- Fase ε + Fase γ'+CrN	Fase ε + Fase γ'+CrN en todas las temperaturas
46	623K-15 h- Fase ε 723K-15h- Fase ε + Fase γ'+CrN 823K-15h- Fase γ'+CrN	623K-15h- 90 μm 723K-15h- 105 μm 823K-15h- 130 μm

Tabla 2.4-37. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [43] a [45]

- Se manifiesta una influencia similar de la temperatura y del tiempo de operación señalada para el acero X40CrMoV5-1. Bajas temperaturas (o tiempos de operación bajos a temperaturas moderadas) posibilitan capas de compuestos monofásicas ϵ , sin precipitación adicional de CrN. A partir de temperaturas moderadas/altas, se inicia la precipitación de CrN (con la previsible pérdida de resistencia a la corrosión), y la aparición de fase γ' . Parece que la operación a muy baja presión evita la formación de fase γ' (o la trasladará a temperaturas superiores).
- En la capa de difusión se producirá la formación de precipitados ϵ , γ' y CrN que producen la distorsión de la estructura cristalina. Para iniciarse este proceso hay una temperatura mínima por debajo de la cual el nitrógeno simplemente difunde[45]

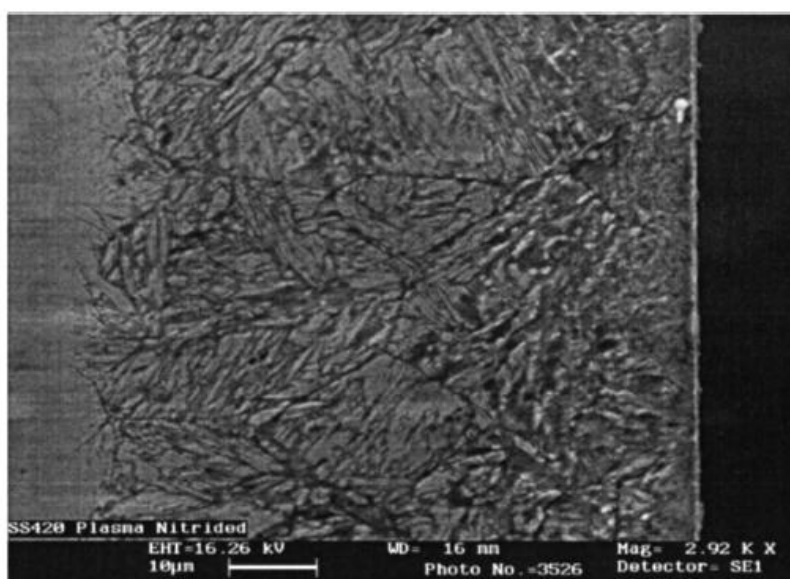


Figura 2.4-65. Micrografía SEM AISI 420 nit 803 K. Se observa capa blanca [43]

En cuanto a los valores y perfiles de microdureza obtenidos:

Referencia	Microdureza superficial / núcleo	Capa efectiva (Dureza núcleo+50 HV ó 400 HV) [µm]
43	>1050 HV / ≈350 HV	90-95
44	623 K-4 h-6,5 GPa 673 K-1 h- 6 GPa 673 K-4 h- 12 GPa 673 K-9 h- 16 GPa 673 K-16 h- 15 GPa 723 K-4 h- 12 GPa 773 K-4 h- 10 GPa	N/E
45	1500 HV para todas las temperaturas / ≈ 380 HV	753 K-4 h- ≈80 µm 773 K-4 h- ≈95 µm 793 K-4 h- ≈110 µm 813 K-4 h- ≈110 µm 883 K-4 h- ≈140 µm
46	623K-15 h- ≈1200 HK /390HK 723K-15h- ≈1150 HK /390HK 823K-15h-≈1000 HK /390HK	623K-15 h- ≈125 µm 723K-15h- ≈160 µm 823K-15h-≈180 µm

Tabla 2.4-38. Resumen microdurezas referencias [43] a [45]

- La dureza máxima obtenida es superior a la obtenida en el acero X40CrMoV5-1. Esto será, posiblemente, debido a la precipitación de CrN en la capa de compuestos. La dureza máxima obtenida está altamente influida por las condiciones de temperatura y tiempo de nitruración, en relación directa con la morfología de la capa nitrurada. Parece alcanzar el máximo cuando está constituida por fase ϵ y CrN, con un espesor ya considerable de capa (673 K, 9 h). Las durezas son ya notables cuando está únicamente constituida por Fase ϵ y tiene un desarrollo moderado. Para temperaturas superiores, o tiempos superiores de nitruración, la dureza máxima desciende consecuencia de la transformación $\epsilon \rightarrow \gamma'$ (con previsible generación de porosidad también).
- El perfil de microdurezas es extremadamente abrupto, lo que se puede interpretar por la intensísima precipitación de CrN debido al alto contenido en Cr de este acero, lo que reducirá enormemente la posibilidad de difusión del N hacia el seno del material.
- A mayor temperatura de operación, mayor espesor de la capa efectiva para el mismo tiempo de operación.

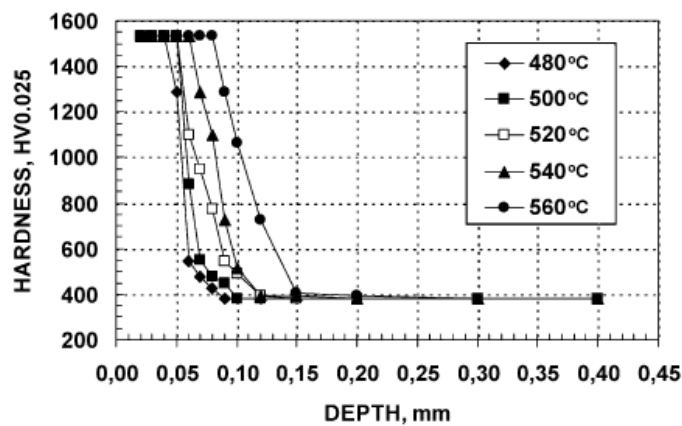


Figura 2.4-66. Perfil microdurezas AISI 420 nit 4 h a dif T [45]

Y. Xi et al.[46] estudiaron el comportamiento ante desgaste y corrosión de este acero nitrurado. El comportamiento a desgaste fue claramente mejorado, con una reducción de la pérdida de masa tras ensayo de entre el 95 y el 97%(623 K y 823 K respectivamente). En cuanto a la respuesta frente a corrosión, el comportamiento del material depende altamente de la composición de la capa de compuestos. En la muestra nitrurada a baja temperatura (623 K), la resistencia a corrosión frente al *pitting* y niebla salina se vio mejorada (fase ϵ). Para las muestras nitruradas a mayor temperatura, la resistencia a la corrosión empeoró (y de forma significativa con la temperatura) respecto del material no tratado (precipitación CrN en superficie).

Lo anterior hace concluir que una nitruración de X20Cr13 en las condiciones adecuadas (T y t) que impidan (o minimicen al máximo) la precipitación de CrN en la capa de compuestos, permitirán una mejora sustancial de las propiedades mecánicas de este acero sin menoscabo importante de su resistencia a la corrosión.

2.5. DISTORSIONES POR NITRURACIÓN. ESTADO DEL ARTE.

2.5.1. DEFINICIÓN. INFLUENCIA DEL PROCESO DE FABRICACIÓN

Tratándose de un proceso a temperatura relativamente baja, muy por debajo de la de transformación austenítica, no es esperable una distorsión, dimensional o geométrica, significativa. Debido a todo lo anterior existe, de forma más extendida de lo recomendable, la errónea creencia a nivel práctico industrial de que se trata de un proceso de acabado en la fabricación de piezas. Si bien podría ser así, esto dependerá de las tolerancias de especificación de aquéllas y del diseño del proceso de fabricación.

Cabe distinguir en este momento entre la distorsión dimensional y la distorsión geométrica.

La distorsión dimensional es un cambio en las dimensiones (volumen) de una pieza. En el caso de los aceros, este cambio se puede producir por cambios de fase o cambios en la composición química del mismo. En el proceso de nitruración es, por tanto, esperable un cambio volumétrico debido a la introducción de un elemento químico que genera modificaciones de la red cristalina por solución sólida o, fundamentalmente, precipitación de nitruros. Este cambio es referido siempre en la bibliografía como un aumento de volumen [1],[2],[3]. Ante este efecto ineludible caben dos soluciones. Por un lado, una fabricación de la pieza con dimensiones minoradas calculadas en función del aumento de volumen previsto en la nitruración. Esta solución requiere de un conocimiento preciso del comportamiento de cada tipo de pieza y material durante el proceso de fabricación, lo exigirá un estudio previo muy exhaustivo sólo asumible en el caso de un gran volumen de fabricación. Por otro lado, un rectificado posterior a la nitruración es una opción fácilmente aplicable, pero que tiene el inconveniente de que eliminará la capa de compuestos producida y, posiblemente, eliminará parte de la capa de difusión, con la consecuente pérdida de propiedades frente a corrosión, dureza máxima, desgaste y fatiga que la capa nitrurada proporciona a las piezas.

Debe tenerse en cuenta, para los aceros susceptibles, que al tratarse de un proceso térmico a temperaturas medias/altas, desde el punto de vista del rango de temperaturas del revenido, podría producirse la indeseable transformación de la austenita retenida en martensita revenida, que provocaría una distorsión dimensional muy importante. Por ello, para este tipo de aceros, es absolutamente indispensable un ciclo de tratamiento térmico previo templado+revenido bien estudiado[2].

Por su parte, la distorsión geométrica es el cambio de forma (y también dimensional normalmente) de una pieza durante su proceso de fabricación. Esta deformación viene determinada por las tensiones inducidas en la pieza durante el proceso de fabricación. Es difícilmente predecible dado que depende del tipo de material y geometría de la pieza, y pueden ser producidos en cualquiera de las etapas del proceso de manufactura: laminación de material bruto, proceso de deformación plástica inicial (forja, extrusión, embutición, estampación etc...), tipo de enfriamiento en el caso de que el anterior sea en caliente, fundición, etapas de mecanizado y tipo de temple/revenido. Estos procesos generarán tensiones residuales en las piezas, las cuales se revelarán en forma de distorsión geométrica en cualquier proceso térmico intermedio o posterior a temperatura inferior a la crítica [1][2]. La nitruración en sí es un proceso térmico que provocará el efecto anterior. En general, un fabricante que lleve a cabo todo el proceso de fabricación tendrá esto en cuenta y realizará los tratamientos térmicos intermedios adecuados de

relajación de tensiones. Sin embargo, esto no es habitual en la actividad industrial actual, en la cual el proceso completo es realizado por diferentes industriales. Por ello, el agente responsable de cada etapa desconoce la “historia” precedente del material, y su estado tensional, por lo que le será prácticamente impredecible el comportamiento del material durante su trabajo. Particularmente crítico es este hecho para los industriales que produzcan la pieza final. Por ello, se recomienda en todos los manuales generales [1][2][3], pero en la práctica industrial es lamentablemente subestimado e infrautilizado, un proceso térmico de relajación de tensiones, realizado a una temperatura al menos igual que la del proceso termoquímico, previo a la última etapa de mecanizado (rectificado) y a la de nitruración. Esta práctica minimizará drásticamente la distorsión geométrica y dimensional de la pieza que produzca la nitruración.

Todo lo anterior clarifica que es imprescindible un diseño adecuado del proceso de fabricación, basado en un conocimiento de los efectos de todas las etapas del mismo. Adquiere crucial importancia esto para el productor de la pieza final, importancia incrementada cuanto más exigente sean las especificaciones de tolerancia.

2.5.2. ESTADO DEL ARTE

Las referencias bibliográficas, o de investigación, sobre las distorsiones producidas por los tratamientos de nitruración son escasas, y referidas en los manuales comunes de referencia de forma muy genérica o tangencial.

En el ASM Handbook *Heat Treating*[3] se identifican como causas de las distorsiones producidas durante el proceso de nitruración (aparte de las derivadas por relajación térmica de las tensiones residuales generadas previamente) al crecimiento volumétrico señalado antes, (cuya magnitud dependerá de la forma de la pieza-con particular influencia de existencia de esquinas donde se generarán capas nitruradas muy frágiles-, tipo de material, temperatura de revenido, tiempo y temperatura del proceso de nitruración, espesor relativo de la capa de compuestos y de la de difusión y existencia o no de zonas enmascaradas a la nitruración) y a las tensiones introducidas por un soporte inadecuado en el horno de nitruración y/o a un proceso demasiado rápido o no uniforme de enfriamiento o calentamiento. Por ello recomienda un tratamiento térmico inmediatamente anterior a la nitruración con rectificado intermedio, un diseño de piezas con ausencia de esquinas y la nitruración únicamente de las superficies necesarias si es posible por el tipo de aplicación (sometidas a desgaste o a corrosión).

Proporciona ejemplos de distorsiones producidas por el propio tratamiento termoquímico. Señala que los valores indicados sólo pueden ser utilizados como estimación para piezas del mismo tipo. Para barras sólidas estima un crecimiento de 0,4 mm en diámetro. Para engranajes rectos, el diámetro interior puede disminuir hasta 0,025 mm, mientras que la dimensión nominal del engranaje crecer hasta 0,1 mm. La siguiente figura representa datos del cambio dimensional producido en cilindros huecos fabricados en Nitralloy 135 nitrurados por gas en doble etapa.

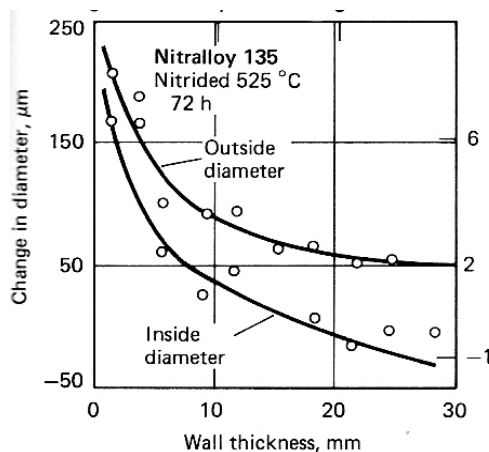


Fig 2.5-1. Cambio en diámetro de cilindros huecos nitrurados doble etapa en función del espesor de pared [3]

Como se puede apreciar, el cambio dimensional presenta una fuerte dependencia del espesor de pared de la pieza nitrurada.

Aunque establece como recomendable un tratamiento térmico de relajación de tensiones previo a la nitruración, indica que el beneficio de esta práctica depende fuertemente de la composición química del acero. Como ejemplo muestra datos del cambio dimensional tras nitruración en engranajes helicoidales fabricados en aceros AISI 4140 y 4150 (cuya diferencia en composición es pequeña), con y sin etapa previa de relajación de tensiones. Para las piezas en acero AISI 4140, apenas hay diferencia entre el cambio producido en piezas previamente tratadas térmicamente o no, mientras que para el otro acero, el tratamiento térmico resulta significativamente beneficioso. Como generalidad indica que el tratamiento térmico previo es sólo preceptivo en piezas grandes, o esbeltas, o con paredes estrechas, o secciones complicadas.

José Apraiz Barreiro[1] señala en su obra las mismas causas y recomendaciones prácticas que el anterior. Indica además que el aumento volumétrico se reduce con la minimización del contenido en ferrita libre, es decir, con estructuras completamente martensíticas o sorbíticas, debiendo evitar también cualquier descarburación superficial.

En cuanto a datos de deformación concretos, indica que en piezas macizas con capas nitruradas de 0,7 mm de espesor, se pueden provocar aumentos de diámetro de 0,05 mm. En piezas huecas, las variaciones de volumen dependerán del espesor de las paredes. Con piezas de 70 mm de diámetro, templadas y revenidas, mecanizadas y sometidas a continuación a un tratamiento de estabilización a 873 K, se obtuvieron los siguientes resultados después de ser nitruradas durante 72 horas a 773 K:

Espesor de la pared [mm]	Aumento del diámetro interior [mm]	Aumento del diámetro exterior [mm]
5	0,08	0,13
10	0,03	0,09
20	0,01	0,06

Tabla 2.5-1. Cambios dimensionales en piezas cilíndricas huecas 70 mm[1]

En cualquier caso, es recomendable, sobre todo si la forma de la pieza es complicada, realizar pruebas previas con el fin de medir las variaciones de volumen que aparecen.

Gran número de referencias aparecen en el estudio experimental y/o por simulación de las distorsiones producidas por los tratamientos térmicos en piezas [47]. En todas ellas se señala la importancia de las tensiones residuales previas o las inducidas y, en muchas de ellas, se ha intentado obtener un modelo matemático que prevea las distorsiones producidas en función del estado tensional previo. Aunque se ha demostrado éxito en este aspecto, cabe señalar que los resultados solo pueden aplicarse de forma concreta, sobre todo en función del tipo de pieza y material. Menos referencias, aunque también en un número aceptable, aparecen sobre el estudio de distorsiones en piezas cementadas y carbonitruradas, procesos cuya distorsión es mucho mayor que para la nitruración, dado que son realizadas a temperaturas de austenización.

Como se ha señalado previamente, el número de investigaciones específicas sobre la distorsión causada por la nitruración es muy escaso [47]. Se comentan aquí alguna de las encontradas.

P. Depouhon et al.[48] propusieron un modelo matemático de predicción de cambio volumétrico micro y macroscópico basándose el proceso de difusión de nitrógeno en un acero 32CrMoV13(acero baja aleación) sometido a una nitruración gaseosa durante 120 h a 823 K. Aplicaron dicho modelo a piezas reales de geometría compleja, comparando las predicciones realizadas por su modelo con las variaciones reales obtenidas experimentalmente. La capa de compuestos para esta nitruración fue de 30 μm y la capa de difusión de 900 μm .

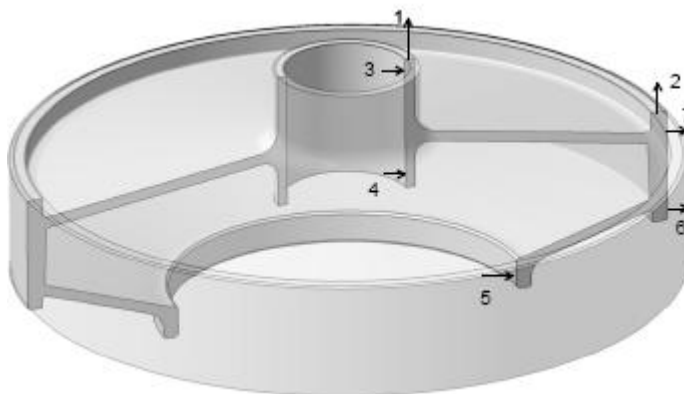


Fig 2.5-2. Pieza industrial modelizada y experimentada. Los números corresponden con los puntos de medición realizados (presentados en la figura siguiente). Las medidas 1 y 2 corresponden con desplazamientos axiales[48].

Dimensiones principales:

- Diámetro externo-250 mm
- Espesor de la sección cónica- 3 mm
- Espesor del anillo externo -20 mm
- Espesor del cilindro hueco interior- 10 mm

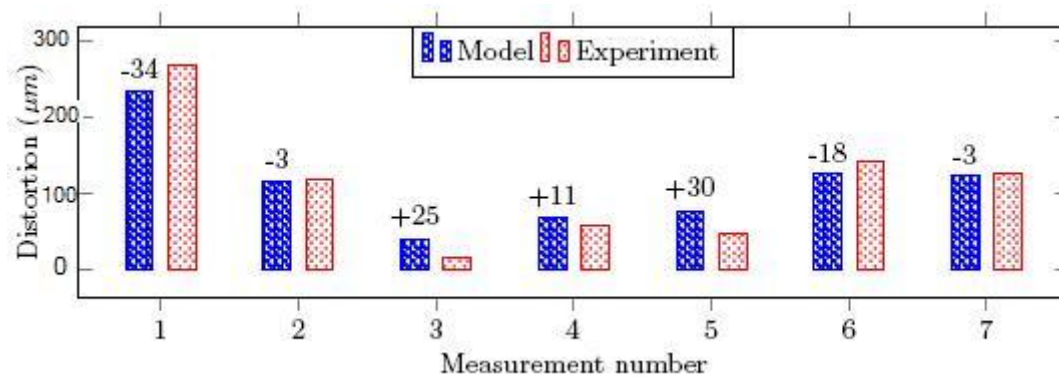


Fig 2.5-3. Variaciones dimensionales calculadas por simulación y medidas reales[48].

Como se puede apreciar, la distorsión producida por la nitruración para esta pieza es significativa, probablemente como consecuencia de su complejidad y del pequeño espesor de pared respecto de sus dimensiones generales. En función del punto de medición, la distorsión varía desde 25 μm a 150 μm (no considerando los desplazamientos axiales), por lo que queda claramente reflejada la enorme influencia de la geometría en la variación de dimensión. A modo de observación general, se podría reseñar que: para taladros, a mayor diámetro, mayor variación de dimensión, y que la variación parece ser siempre positiva, es decir, $D_{nit} > D_{ini}$.

P. Depouhon et al.[49] han publicado muy recientemente la modelización y experimentación sobre las distorsiones producidas por nitruración en engranajes de transmisión de rotores de helicópteros. El acero y condiciones de nitruración (T,t, espesor de capa nitrurada) fueron las mismas que para el estudio anterior.



Fig 2.5-4. Engranaje elíptico[49].

En este caso la variación del radio del engranaje medido en el pie del dentado fue de 100-140 μm .

2.5.3. CONCLUSIONES

La estimación de deformaciones provocadas por la nitruración requiere de un estudio específico del tipo de material y pieza.

Para este trabajo se han diseñado piezas que incluyan elementos geométricos sobre los cuales existan referencias previas (taladros, anillos o cilindros huecos). El diseño ha incluido un rango de dimensiones de estos elementos.

El diseño del proceso experimental incluyó también la medición de variaciones dimensionales (de los elementos geométricos diseñados) en piezas con diferentes estados estructurales iniciales. Se consideró imprescindible la inclusión de una variante con tratamiento térmico de relajación de tensiones.

Se previeron, en función de los datos disponibles, unas medidas de deformación con un amplio rango de valores, desde despreciables hasta superar los 150 μm , aunque de forma general en el rango inferior a la décima de milímetro. Debido a la variabilidad y al valor absoluto esperables de las distorsiones, y a la precisión limitada de los instrumentos de medida utilizados en este trabajo, se estimó necesario un análisis estadístico de los datos.

3. DESARROLLO TRABAJO DE INVESTIGACIÓN ESPECÍFICO.

3.1. PLANIFICACIÓN DEL PROCESO DE INVESTIGACIÓN.

El desarrollo de este trabajo fin de Máster ha requerido de una adecuada planificación de las tareas a realizar, puesto que parte de ellas se han llevado a cabo en planta industrial y otra parte en laboratorio.

Se enumeran brevemente las tareas que se han desarrollado, el ámbito de ejecución y el agente que las realizó:

- Planteamiento experimental general, elección de materiales, piezas, condiciones de operación, etc- Nivel de Gabinete- VTN, S.L. y el autor de este TFM.
- Fabricación de probetas Fase 1 y piezas Fase 2- Nivel Industrial- Proveedor de VTN, S.L. con control y asesoramiento por parte del autor de este TFM.
- Tratamientos térmicos intermedios sobre las probetas y piezas sometidas a estudio-Nivel industrial- VTN,S.L
- Tratamientos termoquímicos de nitruración-Nivel industrial- VTN, S.L. (nitrocarburation en baño de sales)(con control de condiciones por parte del autor de este TFM), empresa matriz de VTN, S.L.(Grupo Riza) (nitruración gaseosa) y empresa proveedora/colaboradora de VTN,S.L. (nitruración asistida por plasma).
- Realización de ensayos Fase 1(metalográficos, perfiles microdureza)-Nivel laboratorio- el autor de este TFM en laboratorio ingeniería de materiales del departamento homónimo de la UPNA.
- Realización mediciones Fase 2-Nivel industrial- el autor de este TFM en empresa proveedora/fabricante de materiales y piezas.

3.2. INSTALACIONES INDUSTRIALES EMPLEADAS.

Dado que este trabajo se ha desarrollado a propuesta de Vacío y Termoquímica Navarra, S.L., y puesto que una parte muy importante de la fase industrial del mismo se realizó en sus instalaciones, se procederá a una descripción más detallada de su instalación de nitrocarburation en baño de sales, en la que realizaron los tratamientos correspondientes en este TFM. Lamentablemente, para los procesos de nitruración gaseosa y por plasma no fue posible el acceso directo, ni el conocimiento de la instalación real, por motivos de confidencialidad de las empresas que realizaron los mismos.

La instalación disponible en VTN,S.L. se trata de un proceso diseñado por Houghton Dufferrit GmbH[14] y en la práctica constituye una versión de un tratamiento Tufftridding-Tenifer. Se muestra un esquema de la misma.

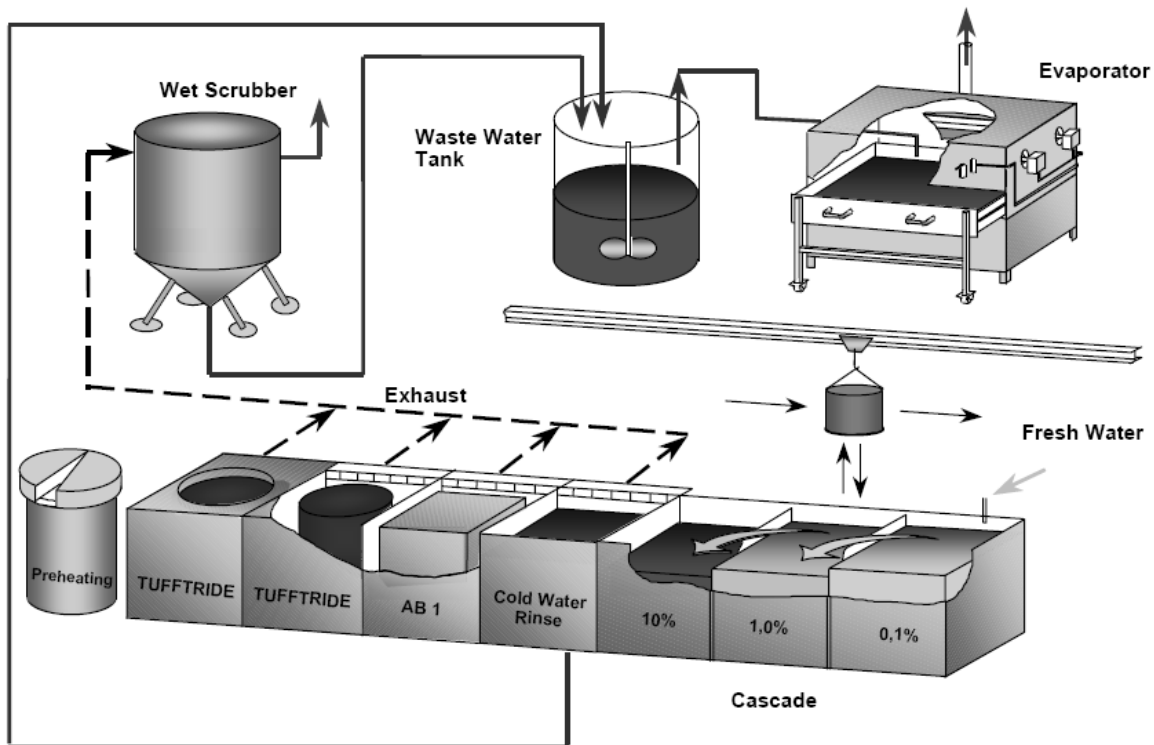


Fig 3.2-1. Esquema nitruración baño de sales VTN[14].

Las partes principales son:

- Horno de precalentamiento con sistema de circulación de aire. Se realiza precalentamiento a temperaturas entre 623 y 673 K con el fin de eliminar humedad de las piezas, reducir el choque térmico en las mismas y evitar un descenso excesivo de temperatura del horno de nitruración al introducir cada carga.
- Horno de nitruración (TF1) con crisol de titanio ajustado con dispositivo de aireación.
- Baño AB con dispositivo de extracción continua de lodos y agitador para enfriamiento intermedio y oxidación de las piezas. Este baño de tiene como funciones la oxidación de cianuros y cianatos que se arrastren del baño de nitruración a carbonatos, reduciendo de este modo al mínimo el riesgo para los trabajadores y el medio ambiente; y, por otro lado, servirá como etapa de postoxidación de las piezas nitruradas, generado una capa de magnetita que dará una protección adicional contra corrosión. Opera a temperaturas entre 623 y 673 K.
- Tanque de inmersión o tanque de agua fría con sistema extractor para el enfriamiento de las piezas
- Cascada de agua templada con agitador para el aclarado final de las piezas
- Tanque con fluido para la eliminación del agua (si es necesario).
- Lavado húmedo o filtro seco.

- Tanque de recogida de efluentes con evaporador.

El elemento principal de la instalación es el horno de nitruración. Constituido por un crisol de titanio, tecnológicamente no es complicado e incorpora tres sistemas auxiliares muy importantes. En primer lugar, un sistema de calentamiento eléctrico que permite el control de temperatura del mismo. En segundo lugar, un sistema de aireación, constituido por un anillo de aireación que se introduce en el seno del baño fundido, con suministro de aire desde un sistema de aire comprimido (caudal aproximado de operación $\approx 0,2 \text{ m}^3/\text{h}$). Este sistema tiene como misión principal el control del equilibrio de transformación cianuros-cianatos para mantener la composición del baño en el rango óptimo de operación ($\text{CN}^- < 5\%$; $\text{CNO}^- 35-38\%$). Finalmente, un sistema de extracción de los lodos generados por introducción de impurezas en el baño, o compuestos de hierro desprendidos durante la nitruración. Resulta fundamental para garantizar la calidad de las capas nitruradas y es preceptivo el mantenimiento del contenido en Fe en el baño por debajo del 0,02%.

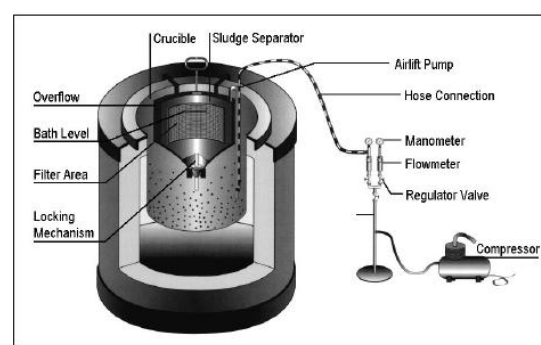
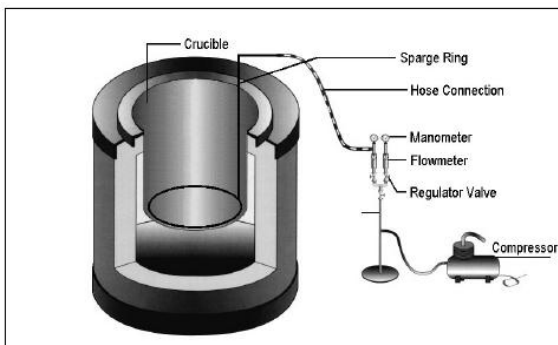


Fig 3.2-2. Sistema aireación baño nitruración Durferrit[14] Fig 3.2-3. Sistema extracción lodos baño nitruración Durferrit[14].

En su arranque inicial, el baño se constituye mediante la adición adecuada de las mezclas de sales, nombradas comercialmente Durferrit NSK y TF1 (las composiciones reales no son ofrecidas por el fabricante). La secuencia de arranque de un baño es laboriosa y delicada, en tanto en cuanto, se parte de sales en estado sólido. En operación normal, será necesaria la reposición de sales del baño debido al consumo propio del proceso y a la pérdida por arrastres. Se añadirá sal Durferrit REG-1 en función del control analítico de la composición del reactor.

El control de la composición del baño se realiza mediante sencillas técnicas analíticas clásicas de valoración, que garantizan una precisión suficiente para el rango industrial de operación, pero que tienen el inconveniente de ser discontinuas, requerir de un trabajador formado y un tiempo mínimo de 45-60 minutos. Por ello, es recomendable un control diario. No obstante, la experiencia de operación del baño puede ayudar a establecer correlaciones entre el volumen de material tratado y el peso necesario de agentes regenerantes, por lo que el nivel de control podrá reducirse.

Las prácticas de operación auxiliares preceptivas para la nitruración de las piezas son:

-Realizar una limpieza previa de las piezas para eliminar aceites, residuos de lubricantes o de procesos de mecanizado que generarían capas nitruradas de baja calidad, además de poder producir una contaminación, e incluso degeneración química, del baño.

- Pre calentamiento en horno de pre calentamiento(≈ 30 minutos). Evitar tiempos excesivos en los que puedan iniciarse formación de costras en la superficie de las piezas, que reducirán la calidad de la capa nitrurada.
- La etapa de nitruración necesitará de un tiempo inicial de calentamiento hasta la temperatura nominal, debido a la inevitable reducción de temperatura provocada por la introducción de piezas procedentes del pre calentamiento. La temperatura nominal es de 853 K, aunque permite un rango de 833 a 903 K. El tiempo efectivo de operación recomendado está entre 90 y 180 minutos.
- El enfriamiento puede realizarse de muchas formas, pero se recomienda el seguimiento del proceso mostrado en el esquema, que proporcionará la formación de capa de postoxidación, evitará excesivas distorsiones, formación de manchas o costras en la superficie de las piezas y reducirá la generación de residuos y consumo de recursos.



Fig 3.2-4. Baño de nitrocarburación TF 1-VTN.



Fig 3.2-5. Baño de postoxidación AB 1-VTN.



Fig 3.2-6. Cascada de enfriamiento/lavado-VTN.



Fig 3.2-7. Vista general de instalación y sistemas de control VTN.

4. FASE 1 ESTUDIO EXPERIMENTAL.

4.1. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL. FASE 1.

4.1.1. CONSIDERACIONES PREVIAS.

En la Fase 1 del estudio experimental se llevó a cabo el estudio comparativo de los procesos industriales reales de nitrocarburo en baño de sales (en instalaciones de VTN, S.L. sitas en Pamplona), nitruración gaseosa (en instalaciones del Grupo Riza, sitas en Zumárraga) y nitruración asistida por plasma (en instalaciones de colaborador/proveedor de VTN sitas en Uharte-Arakil).

Como se indicó en la introducción, el estudio se realizó sobre probetas de 4 tipos de acero diferentes: C45E (acero al carbono, F-114), 42CrMo4 (acero de baja aleación cromo-molibdeno, F-125), X40CrMoV5-1 (acero media aleación cromo-molibdeno-vanadio, 1.2344) y X20Cr13 (acero inoxidable martensítico, AISI 420).

Asimismo, se consideró de interés realizar el tratamiento de nitruración en el estado microestructural habitual de utilización de estos aceros con el fin de obtener información de aplicación más práctica. A saber, C45E en estado ferrítico/perlítico (suministro), 42CrMo4 en estado martensita revenida (suministro), X40CrMoV5-1 en estado martensita revenida y X20Cr13 en estado martensita revenida.

Como último condicionante para el desarrollo del trabajo, se estimó de interés la ejecución de las nitruraciones en las condiciones nominales de operación industrial real, y, como complemento, dada la accesibilidad a las instalaciones, en ciclos prolongados en el tiempo de operación para la nitrocarburo en baño de sales y nitruración gaseosa.

Una vez realizadas las nitruraciones, se llevó a cabo estudio metalográfico clásico de las muestras tratadas con el fin de identificar y cualificar las estructuras características de los tratamientos en cada tipo de acero. Es decir, identificación y medida de capa de compuestos (capa blanca), capa de difusión y microestructura del núcleo sin tratamiento. Se realizaron paralelamente estudio de perfiles de microdurezas de la capa superficial de las muestras (hasta 2-3 mm), con el fin de cuantificar durezas máximas, capas efectivas y estimar, o describir, el mecanismo de nitruración de cada tipo de acero. Se realizó un proceso experimental similar sobre muestras no tratadas de cada tipo de acero a modo de especies de control. Con esta información se procedió a la comparación de los diferentes procesos de nitruración y sus efectos en distintos tipos de acero.

4.1.2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.

Preparación de las muestras.

La preparación de las muestras para el estudio metalográfico y obtención de perfiles de microdureza se basó en: las recomendaciones del codirector del proyecto director técnico de VTN, S.L. Miguel Ayala y del responsable del laboratorio de materiales de la Escuela de Ingeniería Industrial y de Telecomunicaciones de la UPNA, Dr. Carlos García Berlanga; en las recomendaciones del fabricante de los equipos utilizados (Struers); y en la guía para metalografía editada por ASM International[50].

Básicamente ha constado de 3 etapas: corte, empastillado y desbaste/pulido.

Corte

De cada probeta se cortó una sección completa de entre 15 y 25 mm de altura cilíndrica. La cara utilizada en el estudio fue la sección transversal con el borde circular nitrurado y el seno material sin tratar.

Para ello se utilizó la máquina de corte con disco abrasivo TECNIMETAL(4,5 kw) disponible en el laboratorio de la UPNA.

En previsión de durezas superficiales obtenidas en alguno de los aceros sometidos a estudio superiores a 1000 HV se utilizó el tipo de discos de corte utilizados en VTN,S.L. (clasificación 19A60MB-A1). Asimismo, el corte se realizó a velocidad baja de avance y con supervisión constante de una buena lubricación de las probetas. Se pretendía evitar en lo posible la destrucción o daño de la capa superficial nitrurada por efectos térmicos.



Fig 4.1-1. Máquina de corte utilizada y detalle de la misma.

Empastillado

El empastillado se realiza para generar una superficie plana para el posterior desbaste y pulido.

Se utilizó una resina polimérica termoestable para empastillado en caliente y la máquina de empastillado automática disponible en el laboratorio de la UPNA, STRUERS Labo Press-3. El ciclo de empastillado era de unos 18 minutos por probeta.



Fig 4.1-2. Prensa de empastillado en caliente utilizada

Desbaste y pulido

Constituye la etapa fundamental de preparación de muestras metalográficas. Su misión es conformar una superficie perfectamente plana para el análisis posterior y la remoción de la zona más exterior de la superficie de interés, la cual presentará deformación plástica y modificación de microestructura debido a los esfuerzos que habrá sufrido durante la etapa del corte.

Es un proceso laborioso que debe realizarse con meticulosidad y atención. Asimismo, aunque la experiencia o recomendaciones generales sirven de base, cada material requerirá de modificaciones de un proceso general. Tratándose en este caso de cuatro aceros diferentes, a los que además se ha sometido a un proceso de modificación de una capa micrométrica, el proceso requirió de modificaciones particulares durante su ejecución.

El desbaste son una serie de “lijados” de la superficie de interés, realizados de forma consecutiva con discos de abrasivo aglomerado de granulometría decreciente, cuya misión es la eliminación rápida de la zona deteriorada por el corte.

El pulido, cuya misión es la eliminación de la zona deformada plásticamente durante el desbaste (cuyo espesor es muy inferior al distorsionado tras corte) y la obtención de una superficie con pulido espejo con ausencia de deformaciones o zonas afectadas térmicamente. Se realiza “frotando” la muestra contra un “pañó de pulido” sobre el que se extienden suspensiones de abrasivo (normalmente preparados comerciales). Los abrasivos más utilizados son el diamante, alúmina o SiC. Consta de etapas sucesivas dónde el abrasivo utilizado es de granulometría decreciente.

Estas operaciones pueden realizarse manualmente o con máquinas automáticas de pulido. Dado que otros parámetros fundamentales en la calidad del pulido son la velocidad de desgaste y la presión aplicada (las cuales influyen en la tasa de eliminación de material, pero unos valores excesivos pueden provocar el deterioro de la superficie), se utilizó la máquina automática de pulido rotatoria disponible en el laboratorio de la UPNA, la cual permite el control de los mencionados parámetros (STRUERS Labo Pol-5).

Otras consideraciones a tener en cuenta para evitar el “quemado” de la superficie, y que se utilizaron en el proceso son: lubricación con chorro de agua durante el proceso de desbaste y lubricación con fluido adecuado (preparados comerciales) durante el proceso de pulido. Asimismo, es preciso el lavado de las muestras entre una subetapa y otra del desbaste y pulido, con el fin de evitar la transferencia de partículas de abrasivo a la etapa siguiente, dado que al ir hacia granulometrías decreciente, se produciría la ruina del trabajo.

En la ejecución de esta tarea se emplearon entre 4 y 6 subetapas de desbaste y entre 2 y 4 etapas de pulido con suspensiones de diamante. La variabilidad de los procesos particulares era esperable dada las diferencias prevista de dureza entre un acero y otro. Generalmente, a mayor dureza, más fácil es obtener un pulido espejo final.

Se presenta a continuación el rango de parámetros de las etapas de desbaste y pulido utilizadas en este trabajo:

- Desbaste:
 1. Lija P180; Carga 30-35 N; Velocidad giro 300 R.P.M.; Tiempo 3-5 minutos.
 2. Lija P280; Carga 30 N; Velocidad giro 300 R.P.M.; Tiempo 3-4 minutos.
 3. Lija P400; Carga 25-30 N; Velocidad giro 300 R.P.M.; Tiempo 3 minutos.

4. Lija P800; Carga 25 N; Velocidad giro 300 R.P.M.; Tiempo 3 minutos.
5. Lija P1200; Carga 25 N; Velocidad giro 300 R.P.M.; Tiempo 3 minutos.

- Pulido:

1. Susp. diamante 9 μm . Carga 30 N; Velocidad giro 150 R.P.M.; Tiempo 3 minutos.
2. Susp. diamante 6 μm .. Carga 25-30 N; Velocidad giro 150 R.P.M.; Tiempo 3-9 minutos.
3. Susp. diamante 3 μm .. Carga 25 N; Velocidad giro 150 R.P.M.; Tiempo 3-9 minutos.
4. Susp. diamante 1 μm .. Carga 25 N; Velocidad giro 150 R.P.M.; Tiempo 3 minutos.

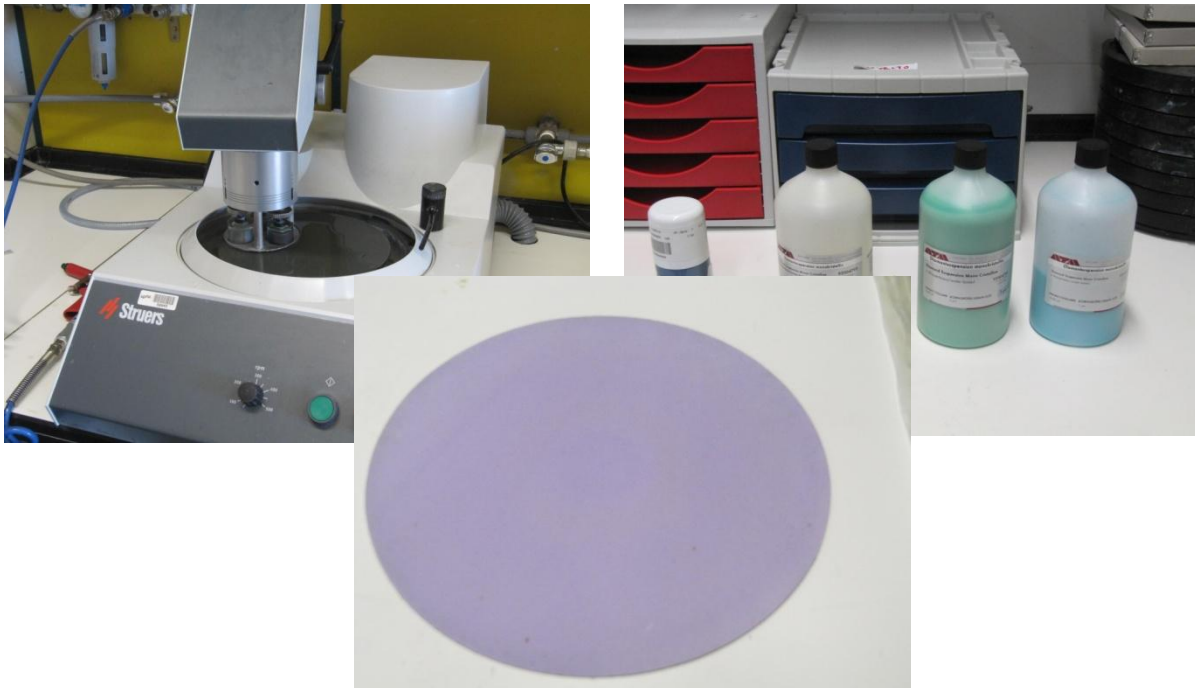


Fig 4.1-3. Máquina automática de pulido (arriba izqu.), suspensiones de diamante(arriba dcha),paño pulido 3 μm (abajo)



Fig 4.1-4. Probetas en etapa intermedia desbaste(izqda.) y probetas pulido finalizado(dcha)

Estudio metalográfico.

Para la realización del análisis metalográfico es necesaria la realización de un ataque químico previo, con el reactivo químico adecuado, sobre la superficie de interés. El agente químico ataca determinados constituyentes de la microestructura del acero, resultando en un “revelado” de la microestructura del metal.

El reactivo químico depende en gran medida de la información requerida, puesto que existe un amplio rango, que revela unas microestructuras o cualidades de la superficie, dejando otras ocultas o menos evidentes. Puesto que en este trabajo se deseaba un revelado de la microestructura principal del acero, y el efecto de la nitruración sobre ella, se optó por el ataque con reactivos que mostrasen la martensita revenida, o la estructura ferrítico/perlítica en el caso del acero al carbono. Es fundamental un control del tiempo de ataque, puesto que uno excesivo sobreatacará al metal, siendo necesaria una nueva etapa de pulido.

Los reactivos (y rango de tiempos de ataque utilizados) fueron:

- Acero C45E: Picral 4%(4 g ácido pícrico en 96 ml de etanol) 30-35 segundos+
+ Nital 3%(3 ml ácido nítrico concentrado en 96 ml de etanol) 4-6 segundos.
- Acero 42CrMo4: Nital 3% 15-20 segundos.
- Acero X40CrMoV5-1: Nital 3% 15-25 segundos.
- Acero X20Cr13: Reactivo Vilella (1 g de ácido pícrico+5 ml ácido clorhídrico concentrado en 100 ml de etanol) 5-8 segundos.

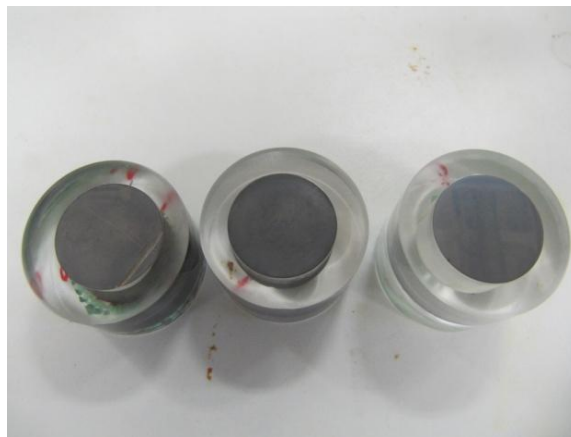


Fig 4.1-5. Probetas 42CrMo4 tras ataque con Nital 3%

Una vez realizado el ataque químico, el estudio metalográfico se realizó con microscopía óptica utilizando el equipo disponible en el laboratorio de materiales de la UPNA. Se trata de un OLYMPUS BX60M (25x, 100x, 200x, 500x, 1000x) gobernado con PC a través del software de análisis de imagen OLYMPUS SOFT IMAGING SOLUTIONS V5.0.1235. que permite múltiples funciones de gestión de las fotografías (variación de exposiciones, contrastes, cálculo de tamaño de grano, medición de dimensiones, cálculo de durezas Vickers, Knoop, etc.)

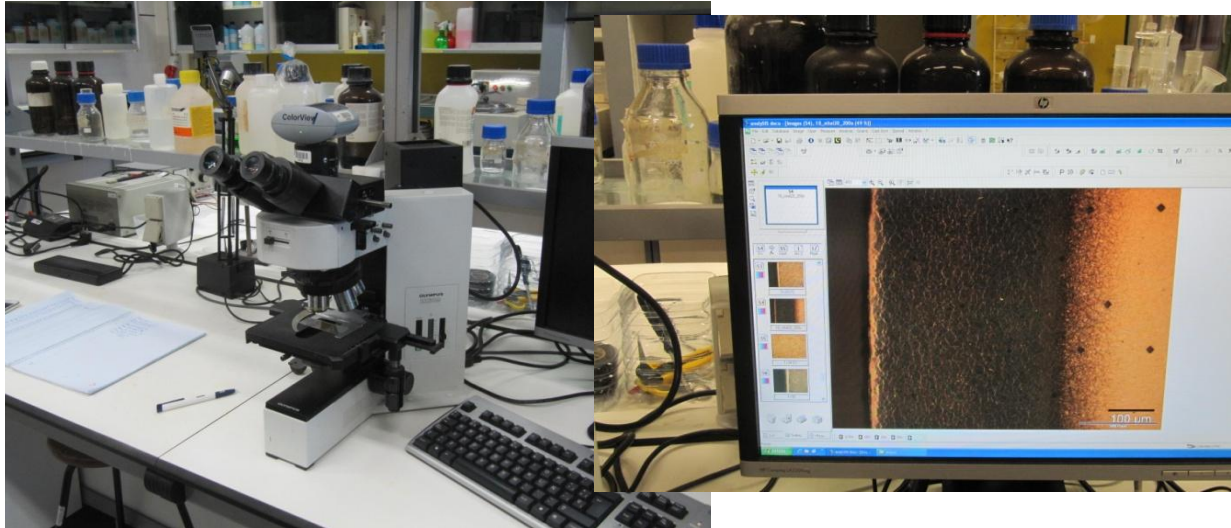


Fig 4.1-6. OLYMPUS BX60M e interfaz software análisis de imagen

Perfiles midrodureza.

El proceso experimental para la obtención de los perfiles de microdureza podría realizarse antes o después del ataque químico de las probetas. En este caso se optó por la realización del proceso de medida antes del ataque químico debido a que, de este modo, se garantizaba que el valor de microdureza no estuviese afectado por la relajación de tensiones que genera el ataque químico, ya que, además, las cargas que se iban a utilizar eran bajas, con el fin de poder obtener valores de microdureza en la parte más superficial de la sección transversal. La otra razón era facilitar la medida precisa de las huellas de indentación. El ataque químico, sobre todo en la capa nitrurada, dificultaría la visión de las microindentaciones.

Las microdurezas obtenidas son del tipo Vickers, mediante la realización de microindentaciones piramidales. El valor de dureza deriva de la siguiente expresión:

$$H_V = 1,8544 \cdot P/d^2 \quad (\text{Eq. 7})$$

dónde P es la carga aplicada en kg y d es la media de la longitud de las diagonales de la microindentación.

En la expresión de los datos de dureza ha de reflejarse el valor de la carga aplicado (en kg).

El equipo utilizado fue el microdurómetro MITUTOYO HM-200 disponible en el laboratorio de materiales de la UPNA. Dicho equipo permite la medida de microdurezas Vickers (y Knoop con el indentador adecuado) utilizando cargas en el rango desde 0,02 kg

hasta 1 kg, siendo el adecuado para el propósito del estudio. A través del establecimiento “visual” de las diagonales de las huellas de indentación el equipo calcula automáticamente el valor de microdureza correspondiente. Asimismo, el equipo permite un preciso posicionamiento plano(X-Y) de las indentaciones, respecto de una referencia deseada, a través del control de la posición de la muestra por dos micrómetros con precisión de μm .

Cómo práctica recomendada por el fabricante del equipo, se realizaba previa a cada jornada de medida de microdurezas, una “puesta a 0” de la escala del equipo y una verificación de la medida con patrones de microdureza para cargas 0,2 y 0,3 kg. En función de los valores determinados para estos estándares, se aplicaba el coeficiente corrector adecuado al programa de cálculo del equipo.



Fig 4.1-7. Microdurómetro MITUTOYO HM-200

Para la obtención del perfil de microdurezas, y el cálculo de la capa efectiva se adoptó un protocolo de medida derivado de las normas UNE-EN-ISO 4507:2007 y UNE-EN-ISO 2639:2002, que establecen el procedimiento para la obtención de espesores de capas carbonitruradas y cementadas. En la normativa española no existe aun especificación para el cálculo de capas nitruradas.

El protocolo consistió en:

- Fijar un punto de la superficie de la probeta (borde exterior) como referencia 0,0.
 - Realización de tres medidas de microdureza por perfil de distancia en X (distancia a superficie) para obtener un valor medio fiable (posibilidad de cálculo de intervalo de incertidumbre y discriminación de datos anómalos). Se comprobó que esto era altamente recomendable en la práctica dado que al tratarse de un método altamente “visual” la variabilidad que el observador puede introducir es significativa.
- Las distancias elegidas fueron: distancia mínima posible (entre 5 y 10 μm) al que se le otorgó valor 0(superficial), 15-25, 50, 100, 200, 300, 400, 500, 750, 1000 y 2000 μm . En muchos casos se introdujeron distancias adicionales intermedias para el afino del cálculo de la capa efectiva. Estas distancias variaron en función del tipo de acero y de tratamiento de nitruración que hubiese recibido.
- Las tres indentaciones por distancia se distribuyeron en el eje Y de forma que la mínima distancia entre ellas fuese de 2,5 la diagonal de la huella.

- La carga utilizada fue, de forma preferente, 0,1 kg (recomendada en UNE-EN-ISO 4507). Sin embargo, las mediciones a distancia "0" se tuvieron que realizar en muchos casos con cargas inferiores (0,05 kg) para no fracturar el borde. En algunas probetas de elevadísima dureza se utilizó carga 0,2 Kg para el general de las indentaciones.
- En algunos casos se realizaron comprobaciones de los datos obtenidos en el microdurómetro mediante el cálculo con el software de análisis de imagen, resultando en una diferencia dentro de un rango aceptable en todos los casos.

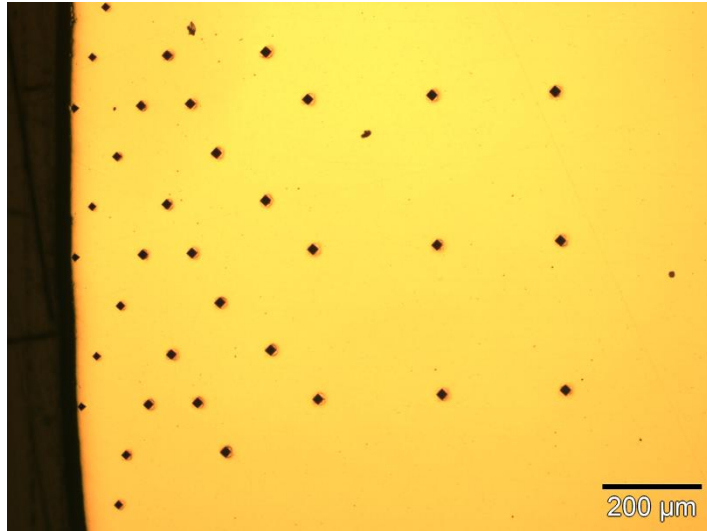


Fig 4.1-8. Ejemplo de distribución microindentaciones

En cuanto a la estimación de la capa efectiva, existen multitud de criterios arbitrarios. En este trabajo se atendió al criterio establecido por la norma ISO 6336. Para muestras con durezas de núcleo inferiores a 380 HV, la capa efectiva sería la zona superficial que tuviese durezas superiores a 400 HV; para durezas de núcleo superiores a 380 HV, la capa efectiva sería aquella cuyas durezas fueran superiores a la dureza del núcleo en 50 HV.

Perfiles de composición.

Como parte de la colaboración con IK4-Tekniker les fueron remitidas algunas probetas para la realización de perfiles de composición mediante la técnica GD-OES (*Glow Discharge-Optical Emission Spectrometry*).

Esta técnica permite la identificación de los elementos presentes en la capa superficial y en el seno de un material y su cuantificación relativa (% atómico, % en masa) mediante la calibración del equipo con muestras patrón de composición conocida.

El principio de la técnica es someter a la superficie de la muestra, en una cámara en bajo vacío (600 Pa), a la acción de un plasma de argón. Los iones de argón, realizan *sputtering* sobre los átomos de la superficie, los cuales se ionizan al entrar en contacto con los electrones del plasma. Al desexcitarse y volver a su estado de mínima energía, emiten luz de longitud de onda característica de cada elemento, la cual es detectada y medida por sensores monocromáticos.

El calibrado del equipo permite la cuantificación relativa de los elementos presentes y el posicionamiento en profundidad (perfil) de la composición elemental.

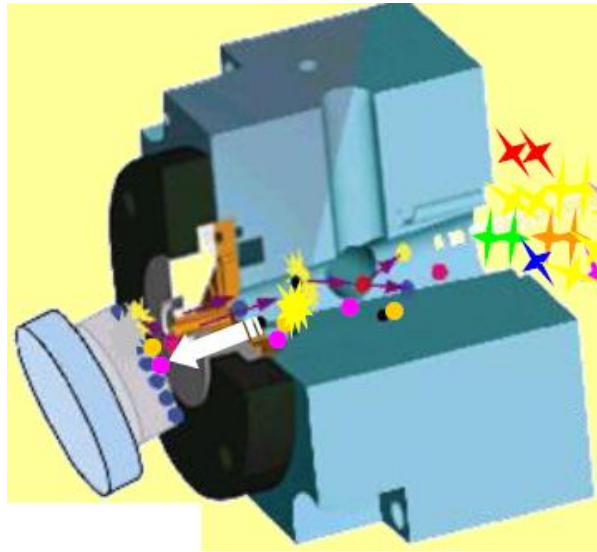


Fig 4.1-9. Representación del funcionamiento de un equipo GD-OES

Los ensayos fueron realizados a 650 Pa, con una fuente RF de 35W.

Se realizó perfil de composición de nitrógeno, hierro y cromo (también de Ni y O) hasta profundidad de 150-170 μm .

4.2. CONDICIONES ESPECÍFICAS. FASE 1.

4.2.1. MATERIALES Y MUESTRAS.

Se consideró la realización de las diferentes nitruraciones sobre los diferentes aceros en probetas de geometría semejante, cilíndrica de diámetro 20 mm y altura 50 mm que permitiesen una preparación metalográfica adecuada y posibles repeticiones de ensayos mediante rebanados sucesivos.

Todas las probetas debían tener un acabado superficial rectificado que garantizase la formación de una capa de compuestos homogénea y consistente mecánicamente. El plano general de fabricación se presenta como apéndice a este trabajo.

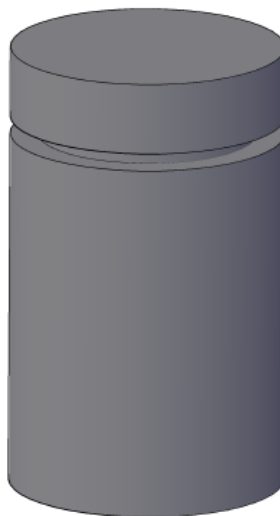


Fig 4.2-1. Probeta tipo utilizada Fase 1.

La fabricación de las probetas se llevo a cabo por parte de cliente habitual de VTN,S.L. (taller de mecanizado de piezas sito en Orcoyen). A todas las probetas se les realizó un marcado mecánico que garantizó el control de todas las operaciones subsiguientes. Con el fin de garantizar una mayor calidad superficial de las probetas, similitud dimensional y reducción de etapas de fabricación, se partió en todos los casos de material bruto suministrado en barras calibradas(rectificadas) del diámetro adecuado.

El estado microestructural del material de partida era el adecuado para los aceros C45E y 42CrMo4. Los aceros X40CrMoV5-1 y X20Cr13 se obtuvieron en estado recocido blando, por lo que se procedió a un tratamiento térmico de templado y revenido de acuerdo a las recomendaciones de tratamiento, usos habituales en VTN y con revenido a temperatura de 853 K (la temperatura máxima de los tratamientos de nitruración estudiados).

A continuación se presenta tabla resumen con la identificación de las probetas, tratamiento térmico intermedio (en su caso), tratamiento termoquímico a realizar y características principales proporcionadas por fabricante (se presentan certificados de calidad como apéndice a este trabajo).

Id. probeta	Tipo acero	TT intermedio	Tratamiento destino	COMPOSICIÓN						PROPIEDADES MECÁNICAS		
				%C	%Mn	%Si	%Cr	%Mo	%V	Rp0,2[MPa]	Rm[MPa]	Dureza
1	C45E	No	Nit sales	0,460	0,750	0,220	0,150	0,020	0,001	422,000	680,000	204,00 HB
2	C45E	No	Nit sales ciclo extendido	“	“	“	“	“	“	“	“	“
3	C45E	No	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
4	C45E	No	Nit gas ciclo extendido	“	“	“	“	“	“	“	“	“
5	C45E	No	Nit plasma	“	“	“	“	“	“	“	“	“
6	C45E	No	Control	“	“	“	“	“	“	“	“	“
7	C45E	No	Reserva	“	“	“	“	“	“	“	“	“
8	C45E	No	Reserva	“	“	“	“	“	“	“	“	“
9	42CrMo4	No	Nit sales	0,410	0,770	0,240	0,950	0,160	0,002	991,000	1.067,000	329,00 HB
10	42CrMo4	No	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
11	42CrMo4	No	Nit plasma	“	“	“	“	“	“	“	“	“
12	42CrMo4	No	Control	“	“	“	“	“	“	“	“	“
13	42CrMo4	No	Nit sales ciclo extendido	“	“	“	“	“	“	“	“	“
14	42CrMo4	No	Reserva	“	“	“	“	“	“	“	“	“
15	X40CrMoV5-1	1	Nit sales	0,420	0,390	0,930	4,850	1,220	0,980	-	-	229,00 HB
16	X40CrMoV5-1	1	Nit sales ciclo extendido	“	“	“	“	“	“	“	“	“
17	X40CrMoV5-1	1	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
18	X40CrMoV5-1	1	Nit gas ciclo extendido	“	“	“	“	“	“	“	“	“

Id. probeta	Tipo acero	TT intermedio	Tratamiento destino	COMPOSICIÓN						PROPIEDADES MECÁNICAS		
				%C	%Mn	%Si	%Cr	%Mo	%V	Rp0,2[MPa]	Rm[MPa]	Dureza
19	X40CrMoV5-1	1	Nit plasma	“	“	“	“	“	“	“	“	“
20	X40CrMoV5-1	1	Control	“	“	“	“	“	“	“	“	“
21	X40CrMoV5-1	1	Reserva	“	“	“	“	“	“	“	“	“
22	X40CrMoV5-1	1	Reserva	“	“	“	“	“	“	“	“	“
23	X20Cr13	2	Nit sales	0,170	0,590	0,430	12,210	-	-	401,00	701,00	193 HB
24	X20Cr13	2	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
25	X20Cr13	2	Nit plasma	“	“	“	“	“	“	“	“	“
26	X20Cr13	2	Control	“	“	“	“	“	“	“	“	“
27	X20Cr13	2	Nit sales ciclo extendido	“	“	“	“	“	“	“	“	“
28	X20Cr13	2		“	“	“	“	“	“	“	“	“

Tabla 4.2-1. Identificación probetas y características materiales Fase 1.

Notas:

Los tratamientos térmicos intermedios fueron:

1- En horno de vacío, precalentamiento 723 K, calentamiento a 1123 K, TEMPLE (T austenización 1303 K, t permanencia 40 min; enfriamiento al aire), REVENIDO (doble revenido a 753 K, t permanencia 90 min, enfriamiento aire).

2- En horno de vacío, precalentamiento 723 K, calentamiento a 1123 K, TEMPLE (T austenización 1253 K, t permanencia 75 min; enfriamiento en aceite), REVENIDO (a 753 K, t permanencia 90 min, enfriamiento aire).

4.2.2.CONDICIONES DE LOS TRATAMIENTOS.

Una vez fabricadas las probetas se procedió a la realización de los tratamientos de nitrocarburo/nitruración en las instalaciones industriales reales mencionadas previamente. Las condiciones de los tratamientos se resumen en la tabla siguiente:

Id. probeta	Tipo acero	Tipo tratamiento	Precalen.	Condiciones 1ª etapa			Condiciones 2ª etapa			Enfría.
				T[K]	T[h]	Otros	T[K]	T[h]	Otros	
1	C45E	N/C baño de sales	673 K 30 min	853	2	%CN ⁻ =4,9 %CNO ⁻ =40,3	No	No	No	30 min al agua
2	C45E	N/C baño de sales ciclo extendido	673 K 30 min	853	4	%CN ⁻ =4,9 %CNO ⁻ =40,3	No	No	No	30 min al agua
3	C45E	N. gaseosa	573 K 4-6 horas	733	24	GD-14-27% P=102000 Pa	788	72	GD-53-80% P=102000 Pa	Enfri en NH ₃ hasta 423 K Purga H ₂
4	C45E	N/C gaseosa ciclo extendido	573 K 4-6 horas	733	24	GD-14-27% P=102000 Pa	788	168	GD-53-80% P=102000 Pa	Enfri en NH ₃ hasta 423 K Purga H ₂
5	C45E	N plasma	423 K H ₂ +CH ₄	793	16	DCPN 80%N ₂ +20%H ₂ P=150-250 Pa	No	No	No	
9	42CrMo4	N/C baño de sales	673 K 30 min	853	2	%CN ⁻ =4,9 %CNO ⁻ =40,3	No	No	No	30 min al agua
13	42CrMo4	N/C baño de sales ciclo extendido	673 K 30 min	853	4	%CN ⁻ =4,9 %CNO ⁻ =40,3	No	No	No	30 min al agua
10	42CrMo4	N. gaseosa	573 K 4-6 horas	733	24	GD-14-27% P=102000 Pa	788	72	GD-53-80% P=102000 Pa	Enfri en NH ₃ hasta 423 K Purga H ₂
11	42CrMo4	N plasma	423 K H ₂ +CH ₄	793	16	DCPN 80%N ₂ +20%H ₂ P=150-250 Pa	No	No	No	
15	X40CrMoV5-1	N/C baño de sales	673 K 30 min	853	2	%CN ⁻ =4,9 %CNO ⁻ =40,3	No	No	No	30 min al agua
16	X40CrMoV5-1	N/C baño de sales ciclo extendido	673 K 30 min	853	4	%CN ⁻ =4,9 %CNO ⁻ =40,3	No	No	No	30 min al agua
17	X40CrMoV5-1	N. gaseosa	573 K 4-6 horas	733	24	GD-14-27% P=102000 Pa	788	72	GD-53-80% P=102000 Pa	Enfri en NH ₃ hasta 423 K Purga H ₂
18	X40CrMoV5-1	N/C gaseosa ciclo extendido	573 K 4-6 horas	733	24	GD-14-27% P=102000 Pa	788	168	GD-53-80% P=102000 Pa	Enfri en NH ₃ hasta 423 K Purga H ₂
19	X40CrMoV5-1	N plasma	423 K H ₂ +CH ₄	793	16	DCPN 80%N ₂ +20%H ₂ P=150-250 Pa	No	No	No	
23	X20Cr13	N/C baño de sales	673 K 30 min	853	2	%CN ⁻ =4,9 %CNO ⁻ =40,3	No	No	No	30 min al agua
27	X20Cr13	N/C baño de sales ciclo extendido	673 K 30 min	853	4	%CN ⁻ =4,9 %CNO ⁻ =40,3	No	No	No	30 min al agua
24	X20Cr13	N. gaseosa	573 K 4-6 horas	733	24	GD-14-27% P=102000 Pa	788	72	GD-53-80% P=102000 Pa	Enfri en NH ₃ hasta 423 K Purga H ₂
25	X20Cr13	N plasma	423 K H ₂ +CH ₄	693	8	DCPN 80%N ₂ +20%H ₂ P=150-250 Pa	No	No	No	

Tabla 4.2-2. Condiciones nitruración Fase 1.

Nota: La composición química del baño de nitruración fue puesta a punto y controlada mediante técnicas analíticas de valoración convencionales por el autor de este TFM. El contenido en cianatos estuvo ligeramente por encima del recomendado por el fabricante de la instalación, por lo que se esperaba una capa de compuestos de grosor y porosidad superior a la usual.

Con el fin de reducir la variabilidad de los resultados obtenidos, las probetas de aceros diferentes que se iban a someter al mismo tratamiento fueron tratadas en la misma carga.

De forma paralela VTN,S.L. coordinó un estudio de nitruraciones en aceros C45E, 42CrMo4 y X40CrMoV5-1 realizado por IK4-Tekniker. Las condiciones principales de los materiales y procesos fueron las siguientes.

Tipo de acero	Estado estructural	Nitruración gas	Nitruración plasma
C45E	Ferrítico/perlítico	24 h a 783 K, P=110000 Pa	15 h a 773 K, P=300 Pa
42CrMo4	Martensita revenida	24 h a 783 K, P=110000 Pa	15 h a 773 K, P=300 Pa
X40CrMo5-1	Ferrítico/perlítico	24 h a 783 K, P=110000 Pa	15 h a 773 K, P=300 Pa

Tabla 4.2-3. Condiciones nitruración Tekniker.

Como complemento del estudio exhaustivo realizado a las probetas listadas en la Tabla 3.4-1, y con el fin de caracterizar mejor el proceso de nitrocarburoción en baño de sales de VTN, se realizó, al final, un estudio rápido de perfil de microdurezas y metalográfico a las siguientes probetas y con las condiciones especificadas en la tabla.

Id. probeta	Tipo acero	Tipo tratamiento	Precalen.	Condiciones 1ª etapa			Condiciones 2ª etapa			Enfria.
				T[K]	T[h]	Otros	T[K]	T[h]	Otros	
7	C45E	N/C baño de sales	673 K 30 min	853	1,5	%CN ⁻ =5,3 %CNO ⁻ =35,1	No	No	No	30 min al agua
14	42CrMo4	N/C baño de sales	673 K 30 min	853	1,5	%CN ⁻ =5,3 %CNO ⁻ =35,1	No	No	No	30 min al agua
21	X40CrMoV5-1	N/C baño de sales	673 K 30 min	853	1,5	%CN ⁻ =5,3 %CNO ⁻ =35,1	No	No	No	30 min al agua
28	X20Cr13	N/C baño de sales	673 K 30 min	853	1,5	%CN ⁻ =5,3 %CNO ⁻ =35,1	No	No	No	30 min al agua

Tabla 4.2-4. Condiciones nitrocarburoción complementarias VTN.

Se presentan a continuación algunas fotografías de las probetas nitruradas.



Fig. 4.2-2. Probetas nitrocarbureadas baño de sales(izqu) y nitruradas en plasma(dcha).

En las figuras se puede apreciar el distinto aspecto final de los aceros en función del tipo de nitruración.

4.3. RESULTADOS PROCESO EXPERIMENTAL FASE 1. DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan, resumidos y comentados, los resultados obtenidos en el estudio sistemático de los efectos producidos en cada acero por cada proceso de nitruración y, en su caso, las variantes en sus condiciones de proceso. Los resultados de microdureza representados corresponden a los valores medios obtenidos con el fin de facilitar una visión clara de los mismos.

Se ha incluido como apéndice (A.1) a este trabajo el estudio sistemático realizado sobre cada probeta. En cada apartado de este apéndice se incluye el estudio micrográfico detallado, tablas resumen de datos de microdureza tras análisis estadístico, perfiles de microdureza individuales con intervalos de confianza y comentarios particulares.

4.3.1. ACERO AL CARBONO C45E.

4.3.1.1. Estudio metalográfico.

Las observaciones más relevantes respecto al estudio metalográfico sobre las muestras nitruradas de este acero fueron las siguientes:

- Se produce formación de capa de compuestos en todos los procesos de nitruración. La capa de compuestos formada fue sólida en todos los casos. Se estimó un espesor similar en los procesos de nitruración convencionales, de entre 12 y 20 μm . En la nitruración iónica fue de unos 6 μm , lo que está en acuerdo con lo reseñado en el estudio del arte de formación de capas de compuestos menores para este tipo de procesos. La prolongación de tiempo de operación (nitrocarburo de baño de sales y nitruración gaseosa) produce un ligero aumento del espesor de la capa de compuestos lo que indica que la formación de ésta se produce, principalmente en las primeras etapas del proceso de nitruración.

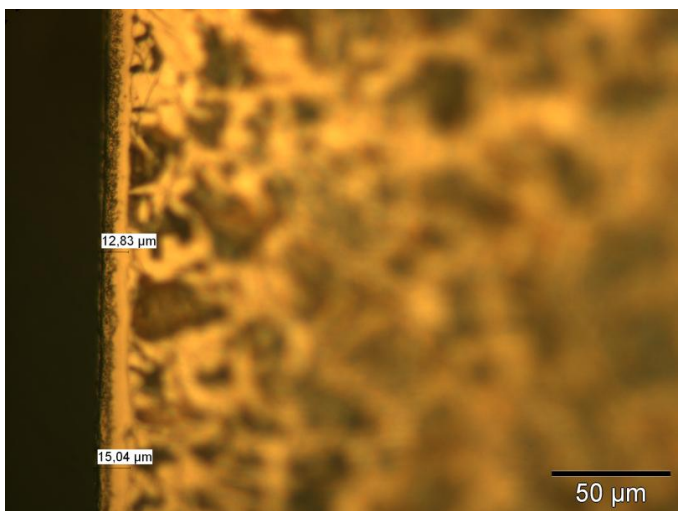


Fig 4.3-1. Capa de compuestos C45E nit gas(500x)

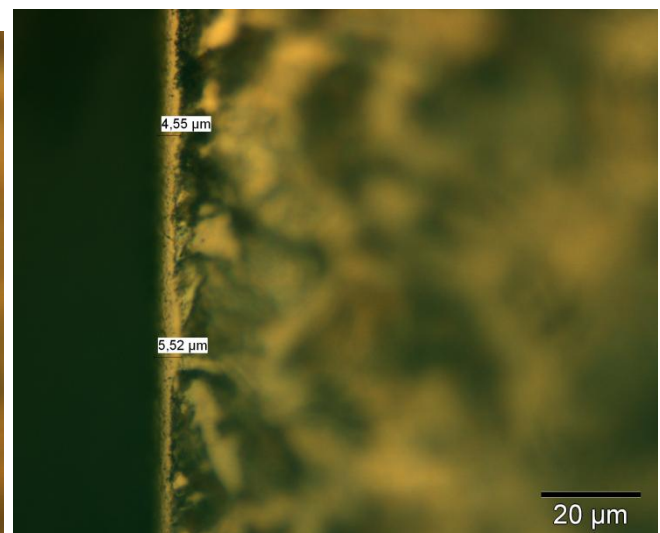


Fig 4.3-2. Capa de compuestos C45E nit plasma(1000x)

- La microscopía óptica no permite la estimación ni visualización de la capa de difusión en este acero. Es decir, no se produce precipitación evidente de nitruros subsuperficialmente. El mecanismo de nitruración de este acero es la difusión pura del nitrógeno en la matriz ferrítica, con posible precipitación de nitruros de hierro en las fronteras de grano por pérdida de solubilidad durante el enfriamiento. Estos nitruros no pueden resolverse por este tipo de microscopía. No obstante, se ha observado una morfología diferencial de la fase ferrítica en la zona subsuperficial (más oscurecida) que podría indicar las vías de difusión del nitrógeno.

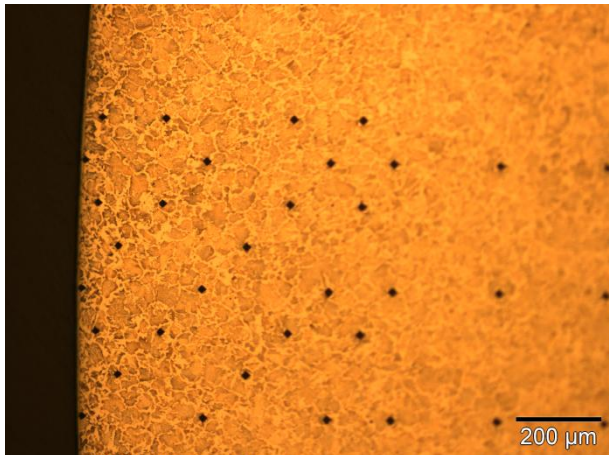


Fig 4.3-3. C45E nit gas-Picral 4%(100x)

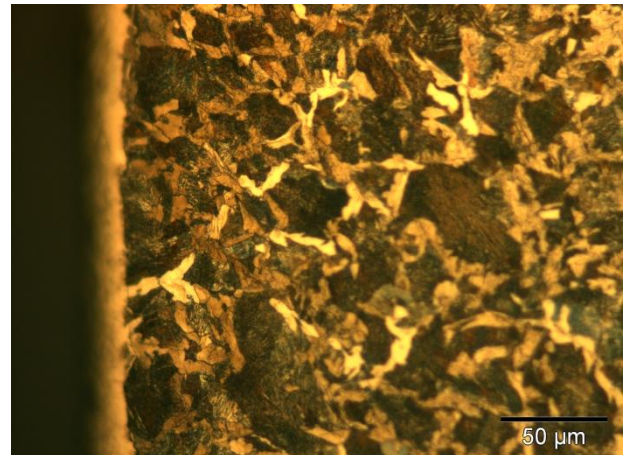


Fig 4.3-4. C45E nitcar ciclo extendido-oscorecimiento diferencial ferrita_Picral+Nital(100x)

4.3.1.2. Perfiles de microdureza y composición.

La siguiente figura muestra los perfiles de microdureza obtenidos para este acero según los procesos de nitruración:

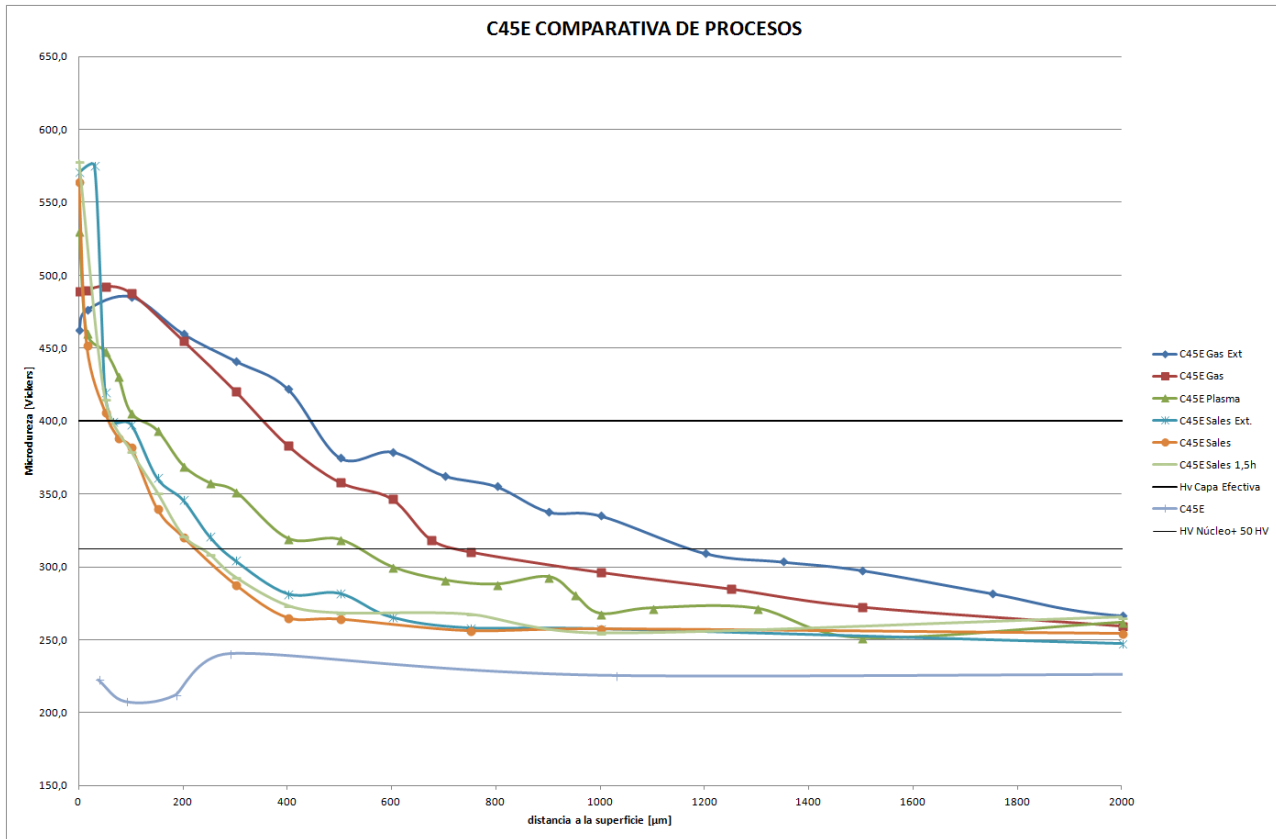


Fig 4.3-5. Comparativa perfiles microdureza C45E según procesos

Las conclusiones que se pueden extraer son las siguientes:

- La dureza en la capa de difusión supera los 450 HV en todos los casos.
- Estos perfiles tan tendidos constatan claramente lo descrito en las referencias [16] a [19], donde se identifica como mecanismo principal de nitruración de este acero a la difusión pura intersticial del nitrógeno en la estructura ferrítico/perlítica (que precipitará como nitruros de hierro durante el enfriamiento), que provoca un endurecimiento más que notable por deformación de la red cristalina y fijación de dislocaciones.
- La capa efectiva (y por tanto capa nitrurada) es superior en los procesos de nitruración gaseosa (710-1210 µm, frente a 260-300 µm de la nitrocarburation salina), siendo, además, el perfil más tendido al tener durezas máximas inferiores. Esto se deberá a la gran diferencia de tiempos de operación de un proceso a otro (2-4 h nitrocarburation salina, 16 h nitruración plasmática, 96-192 h nitruración gaseosa). A mayor tiempo de operación, mayor capa efectiva formada.
- En relación a lo anterior, es de señalar que la capa efectiva obtenida en la nitrocarburation cumple la anterior tendencia, aunque visualmente pueda parecer que no hay diferencia entre la efectuada durante 2 horas (235 µm) y la realizada durante 1,5 horas (210 µm) (estudio complementario final).

En la siguiente gráfica se incluyen los resultados obtenidos por Tekniker a modo comparativo:



Fig 4.3-6. Comparativa microdureza C45E según proceso (incluyendo nit Tekniker)

Los datos obtenidos por Tekniker para la nitruración iónica son incongruentes con los obtenidos en este TFM, teniendo en cuenta que los valores conocidos de parámetros de nitruración son muy similares en cuanto a temperatura y tiempo. Las dos posibles causas para tal diferencia son: la temperatura tendría para este tipo de nitruración una importancia capital (sólo hay 20 K de diferencia) o que la atmósfera de nitruración que haya utilizado Tekniker sea pobre en nitrógeno.

Podrían ser más congruentes los datos de nitruración gaseosa, dado que el proceso de nitruración llevado a cabo por Tekniker era a temperatura similar, pero en un ciclo mucho más corto (24 h frente a 96 h). La capa de compuestos formada ($\approx 15 \mu\text{m}$) confirma que la misma se forma en las primeras etapas de la nitruración y el beneficio del proceso en dos etapas en cuanto a su reducción.

Las capas efectivas obtenidas por Tekniker fueron (con criterio Dureza núcleo +50 HV):

- Nitruración gaseosa: 100-110 μm
- Nitruración por plasma: 80-90 μm

Valores muy inferiores a los obtenidos con los tratamientos estudiados en ese TFM.

En cuanto a dureza superficial calculada, se presenta el siguiente gráfico comparativo:

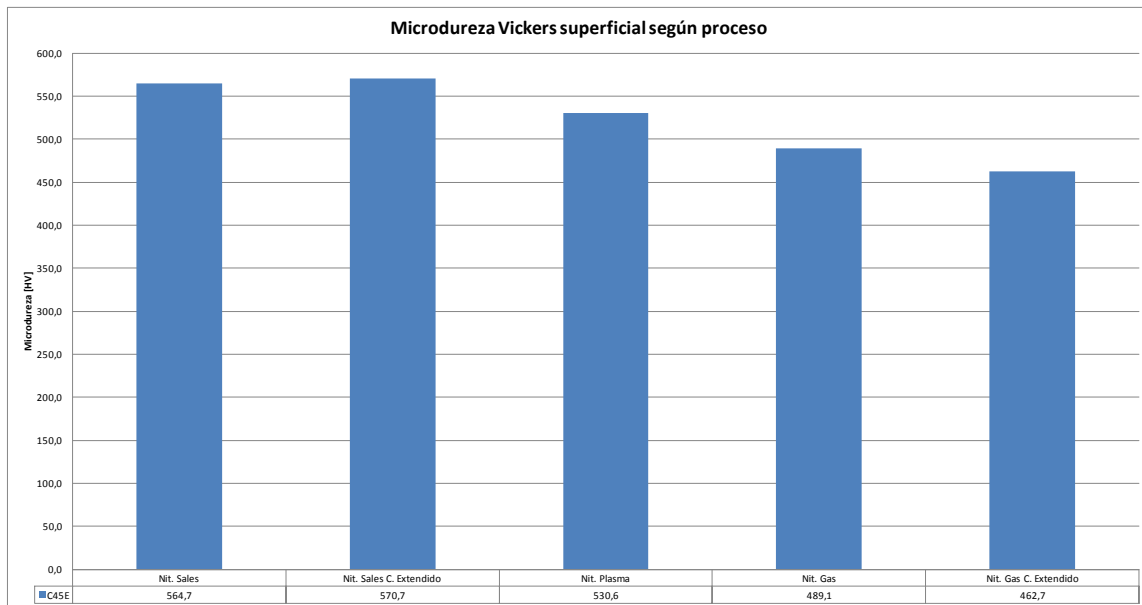


Fig 4.3-7. Microdurezas superficiales C45E según procesos

- Las durezas superficiales máximas aparecen en la nitruración en baño de sales, cuyas capas de compuestos formadas están entre 10 y 20 μm . La dureza máxima obtenida en la nitruración por plasma es ligeramente inferior, pero hay que tener en cuenta que en este caso la capa blanca es muy fina (4-6 μm), lo que podría tener influencia en los datos obtenidos. Por el contrario, en la nitruración gaseosa la dureza superficial obtenida es significativamente inferior (80-100 HV) con potencias de capa de compuestos similares. Todo lo anterior, y teniendo en cuenta las referencias comentadas, parecen indicar que las capas de compuestos formada en la nitruración salina y por plasma estarán constituidas preferentemente por Fase ϵ . En la nitruración gaseosa será una mezcla de Fase γ' + Fase ϵ , o bien Fase γ' preferentemente. En cualquier caso, esta afirmación habría que corroborarla mediante la realización de ensayos de difracción de rayos X (XRD).

Los perfiles de composición realizados (sobre C45E nitrurado en baño de sales y nitrurado gas) permitieron, a través de la comparación de composiciones relativas obtenidas con la estequiometría de las posibles fases presentes ϵ y γ' , la confirmación de la afirmación anterior de preponderancia de fase ϵ en el proceso salino y de capa de compuestos mixta en el tratamiento gaseoso.

El perfil de composición en nitrógeno para este acero no presenta el, intuitivamente esperado, paralelismo con el perfil de microdurezas (al menos en el rango de profundidad hasta la que los ensayos GD-OES se realizaron)(ver apéndice A.1). A partir de profundidades mucho menores a la capa efectiva estimada, la concentración en nitrógeno permanece aproximadamente constante (en ligerísimo descenso). Esto se ha interpretado como que, para este acero, la capa de difusión estará constituida por Fe- α saturada en nitrógeno y nitruro γ' precipitado en la frontera de grano por pérdida de solubilidad durante el enfriamiento. La presencia de estos nitruros proporciona la

distorsión suficiente a la red cristalina del acero como para un aumento significativo de la dureza respecto de la del núcleo sin nitrurar.

4.3.1.3. Discusión comparativa respecto a referencias bibliográficas.

La revisión comparativa entre los resultados obtenidos en el estudio realizado y las referencias bibliográficas permiten alcanzar las siguientes conclusiones:

- Nitrocarburation en baño de sales: Los espesores de capa de compuestos y morfología están en franco acuerdo con los obtenidos en las referencias descritas [18][19], con un aumento temporal de espesor y porosidad. La capa nitrurada estimada obtenida para los mismos tiempos de operación es muy superior (>60%) en este TFM respecto a [18] y similar, aunque un poco inferior a [19]. Las temperaturas de operación diferían en menos de 15 K, por lo que no puede achacarse a esta causa tales diferencias. En [18] el acero fue nitrurado en estado martensítico, mientras que en este TFM y en [19] en estado martensítico. Podría ser fácilmente esta la causa, dado que la estructura martensítica presenta mayor deformación y tendrá menor difusividad para el nitrógeno. La dureza máxima superficial máxima fue superior para las probetas de este TFM, probablemente por un potencial mayor de nitruración que favoreciese una preponderancia mayor de fase ϵ .
- Nitruración gaseosa: Más difícil es la comparación en este caso, puesto que las condiciones de los tratamientos presentan mayores diferencias. Mayor tiempo y menor temperatura en este TFM, y menor tiempo y mayor temperatura en las referencias [16][17]. No obstante, la morfología y espesores de las capas de compuestos son similares, demostrando que su formación se produce en las primeras fases del proceso de nitruración para este acero, con una dependencia clara de la temperatura de operación (mayor T, mayor espesor), pero con un crecimiento asintótico con la línea temporal. Los valores de dureza superficial, que son muy similares, constatan este hecho. Se constata la eficacia de la operación en doble etapa en la limitación del crecimiento de la capa blanca. En cuanto a espesor de capa efectiva, los resultados podrían declararse similares dado que la menor temperatura de los procesos en este TFM (≈ 30 K), se compensan con un mayor tiempo de operación (+30 h), resultando en una capa efectiva de espesor ligeramente superior.
- Nitruración asistida por plasma. En este caso, solamente son comparables la evolución de la capa de compuestos, presentando morfologías y espesores similares en este TFM respecto de las referencias [16][20].

4.3.2. ACERO BAJA ALEACIÓN 42CrMo4.

4.3.2.1. Estudio metalográfico.

Las observaciones más relevantes respecto al estudio metalográfico sobre las muestras nitruradas de este acero fueron las siguientes:

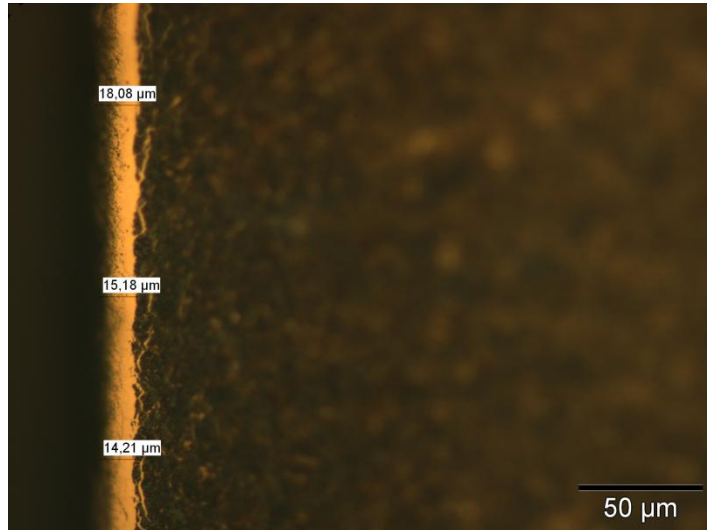


Fig 4.3-8. 42CrMo4 nitcar ciclo extendido(500x)

- Se produce formación de capa de compuestos en todos los procesos de nitruración. La capa de compuestos formada fue sólida en todos los casos. Se estimó un espesor similar en los procesos de nitruración convencionales, de entre 12 y 18 μm . En la nitruración iónica fue de unos 6 μm , lo que está en acuerdo con lo reseñado en el estudio del arte de formación de capas de compuestos menores para este tipo de procesos. La prolongación de tiempo de operación (nitrocarburoción baño de sales y nitruración gaseosa) produce un ligero aumento del espesor de la capa de compuestos lo que indica que la formación de ésta se produce, principalmente en las primeras etapas del proceso de nitruración. Es de reseñar que la capa de compuestos formada es de espesor similar, pero inferior a la formada para el acero al carbono, circunstancia predecible por la presencia de elementos aleantes con capacidad de formación de nitruros en los otros aceros.
- En este acero se ha revelado de forma relativamente clara (con el ataque adecuado) la morfología clásica de la capa de difusión en un material nitrurado. Es decir: capa de compuestos (capa blanca superficial), capa de difusión (banda oscurificada) y núcleo sin nitrurar. El contenido, aun siendo bajo, en elementos aleados (Cr,Mo) se ha manifestado mediante la precipitación intensa de nitruros de estos elementos en la zona de difusión. La microscopía óptica no permite resolver los componentes en la capa de difusión, aunque se puede distinguir que está compuesta por microprecipitados (negros y blanquecinos), martensita y en la zona cercana a la capa de compuestos aparecen colonias de precipitados que podrían ser nitruros de hierro. Asimismo, en algunos tratamientos comienzan aparecer las estructuras lamelares de precipitados referidas en la bibliografía, consecuencia en este caso de un tiempo prolongado de nitruración y de un mayor grado de formación de nitruros en la capa de difusión.

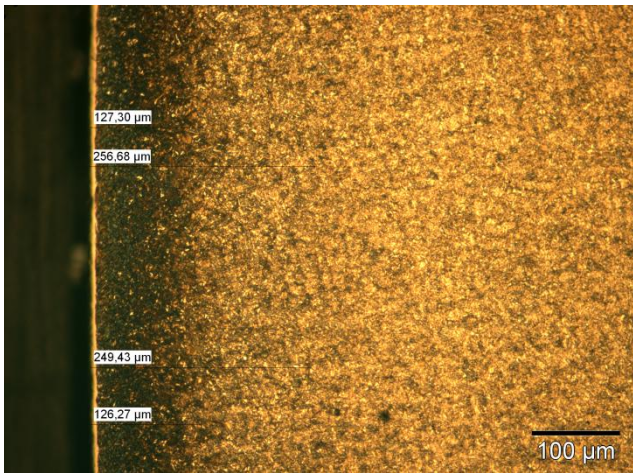


Fig 4.3-9. 42CrMo4 nitcar (100x)

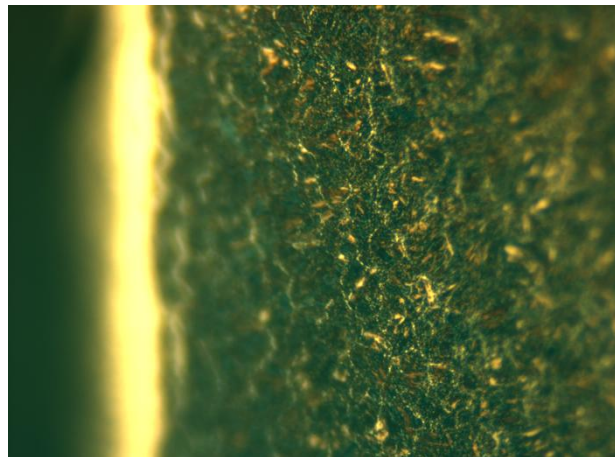


Fig 4.3-10. 42CrMo4 nitcar ciclo extendido-capa difusión (1000x)

4.3.2.2. Perfiles de microdureza.

La siguiente figura muestra los perfiles de microdureza obtenidos para este acero según los procesos de nitruración:

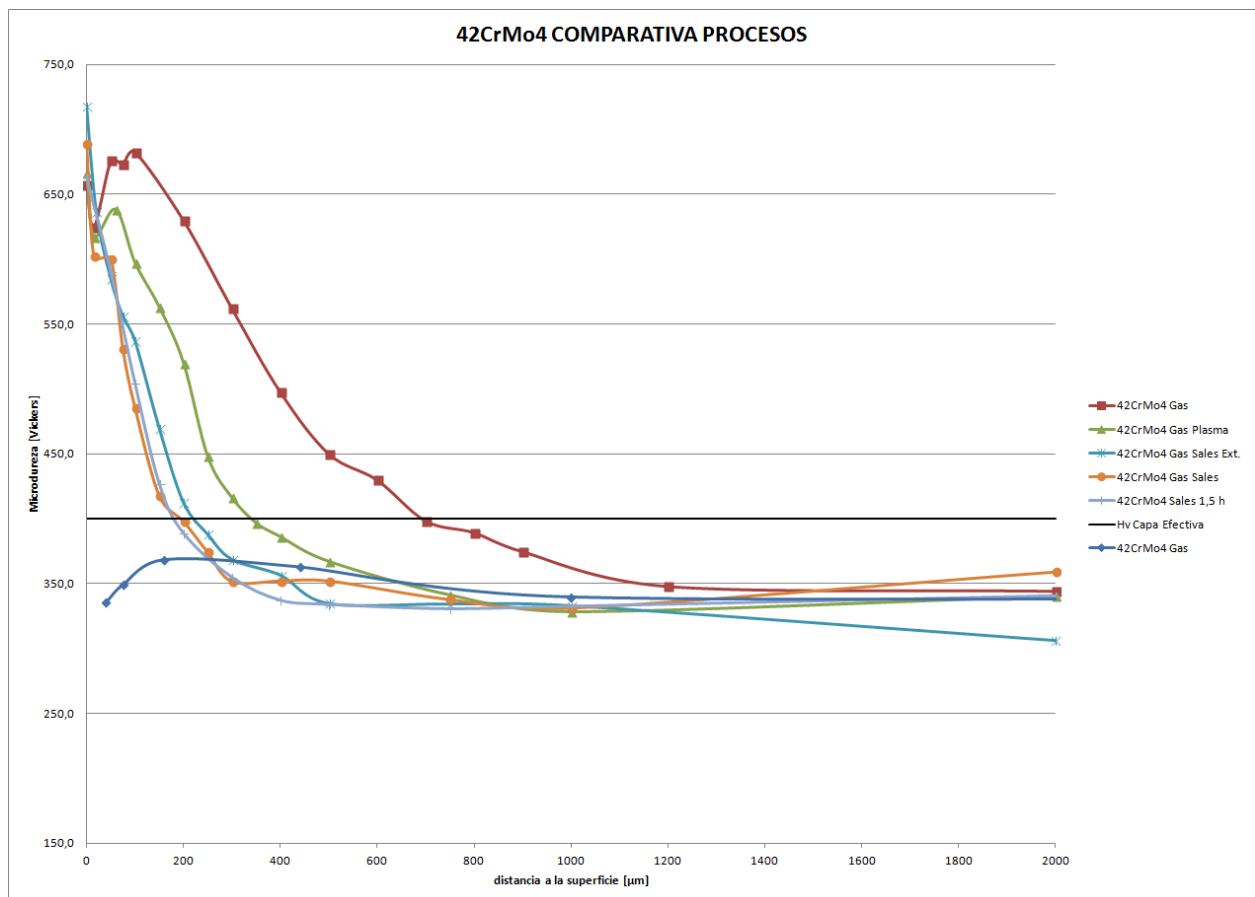


Fig 4.3-11. Comparativa perfiles microdureza 42CrMo4 según procesos

Las principales observaciones/conclusiones que se pueden extraer son:

- La dureza en la capa de difusión supera los 600 HV en todos los casos.
- Los perfiles de microdureza, aun siendo relativamente tendidos, son claramente más abruptos que para el acero al carbono. Los espesores de capa efectiva estimados son inferiores, aunque no demasiado significativamente (salvo para la nitruración iónica), a los referidos en el acero C45E. Las durezas de la capa nitrurada, como era de prever, son superiores, aunque hay que tener en cuenta el hecho de partir de una dureza de núcleo superior. De nuevo se revela la clara influencia del tiempo en el espesor de la capa efectiva.
- Lo anterior conduce a constatar un mecanismo diferente de penetración de nitrógeno en este acero de baja aleación, respecto al acero al carbono. Aun siendo todavía importante la difusión pura del nitrógeno en la matriz martensítica, se manifiestan de forma clara los efectos de la precipitación de nitruros aleados en la capa de difusión, lo que provoca un incremento notable de dureza y un perfil más abrupto, consecuencia de la reducción en la difusividad del nitrógeno en el acero por deformación inducida en la red cristalina. Este hecho queda más patente en la nitruración gaseosa, que presenta un incipiente perfil tipo escalón.

En la siguiente gráfica se incluyen los resultados obtenidos por Tekniker a modo comparativo:

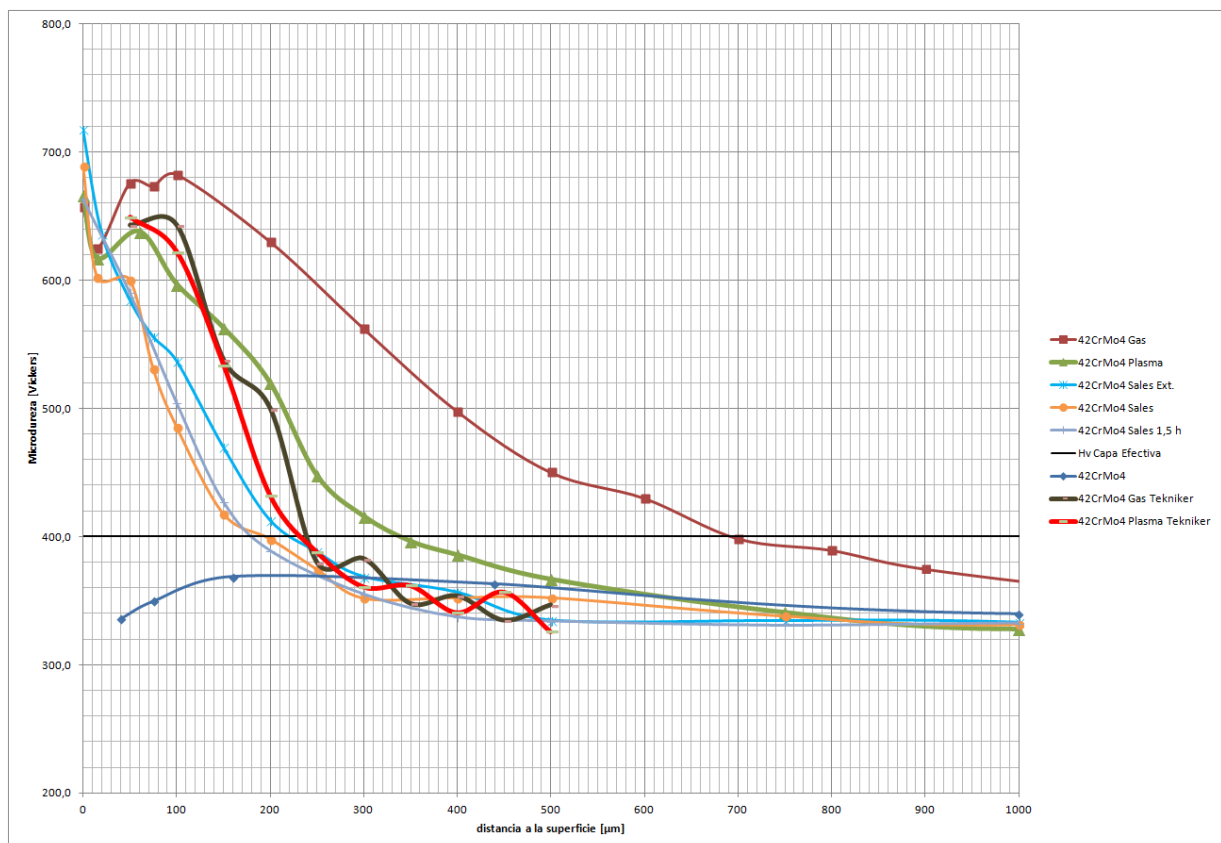


Fig 4.3-12. Comparativa microdureza 42CrMo4 según proceso (incluyendo nit Tekniker)

En este caso los datos obtenidos por Tekniker para la nitruración iónica son comparables con los obtenidos en este TFM, teniendo en cuenta que los valores

conocidos de parámetros de nitruración son muy similares en cuanto a temperatura y tiempo. En este caso sí que podría estar justificada la diferencia existente por la diferencia en las temperaturas de operación y la leve diferencia en tiempo(1 h).

En cuanto a los datos de nitruración gaseosa, según el proceso de nitruración llevado a cabo por Tekniker, son también muy coherentes con los obtenidos en este TFM. En este caso la diferencia debida a tiempos de operación es mucho menor. También la tendencia hacia la dureza superficial es coherente en ambos casos.

Las capas efectivas obtenidas por Tekniker fueron(con criterio Dureza >400 HV)

- Nitruración gaseosa: 230-240 μm
- Nitruración por plasma: 220-230 μm

En cuanto a la dureza superficial obtenida, la diferencia observada es menor entre los diferentes procesos de nitruración que la obtenida para el acero al carbono, aunque aun significativa. Esto indicaría que las morfologías de las capas de compuestos formadas serían diferentes. La presencia de fase ϵ sería proporcionalmente mayor en el caso de la nitrocarburoción(o iónica) del acero al carbono, siendo capas preferentemente mixtas en el acero 42CrMo4. Esto, y el hecho de que la capa de compuestos constituida fuese más fina, podrían relacionarse directamente con el secuestro de nitrógeno por los elementos aleantes que primarían la formación de fase γ' .

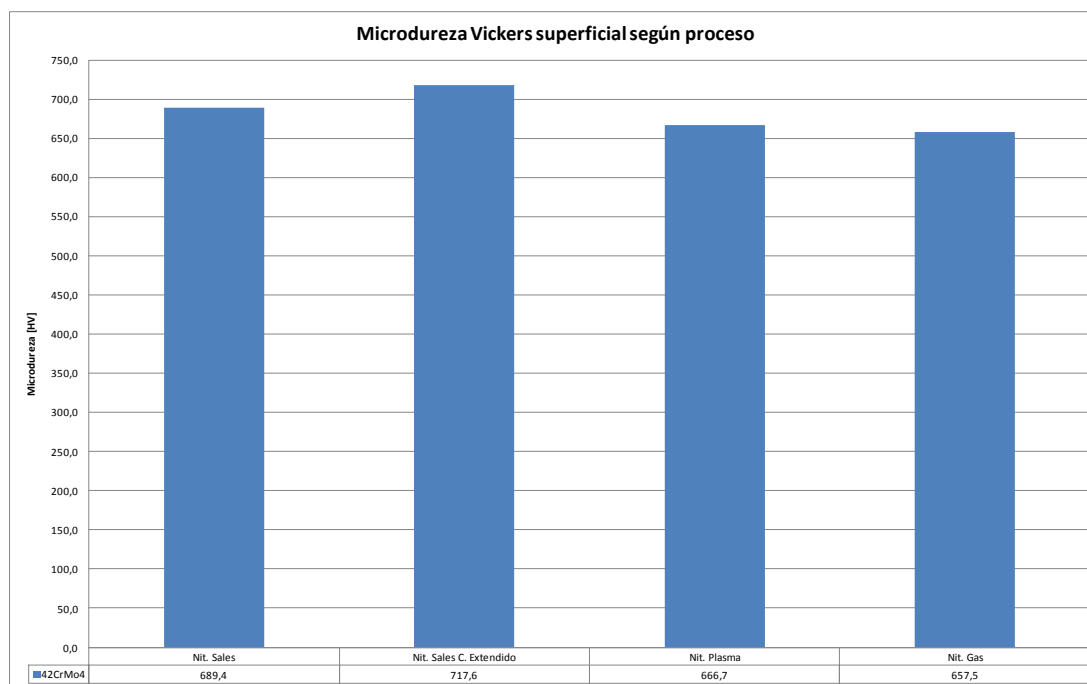


Fig 4.3-13. Comparativa microdureza superficial 42CrMo4 según procesos

4.3.2.3. Discusión comparativa respecto a referencias bibliográficas.

La revisión comparativa entre los resultados obtenidos en el estudio realizado y las referencias bibliográficas permiten alcanzar las siguientes conclusiones:

- Nitrocarburation en baño de sales: La capa de compuestos formada es del mismo orden de espesor o un poco inferior, lo que estaría asociado con un diferente potencial de nitruración, dado que las condiciones de temperatura y tiempo fueron muy similares en este TFM respecto de las referencias [27][28]. En cuanto a durezas máximas, se observaron durezas similares, aunque ligeramente superiores en este TFM, lo que atenderá, en conjunto con lo anterior, a una mayor proporción de fase ϵ . La potencia de la capa nitrurada (como capa efectiva) fue prácticamente idéntica a igualdad de condiciones, lo que confirma que el tratamiento de nitruración es un proceso muy reproducible.
- Nitruración gaseosa: Los resultados obtenidos son más difícilmente comparables, dado que las condiciones de nitruración difieren más entre el tratamiento aplicado en este TFM y las correspondientes a las referencias [17][21][22][23][24][25][26]. En cuanto a capa de compuestos formada, los resultados obtenidos están en consonancia con los descritos para las referencias. La dureza superficial alcanzada es superior, lo que encontraría explicación en una temperatura más baja de operación que aumentaría la proporción de fase ϵ en la capa de compuestos. El valor de capa efectiva estimada, estaría en la línea de los obtenidos en la literatura, balanceando la diferencia en las condiciones de tiempo y temperatura de operación. En cualquier caso, el perfil de microdurezas sigue la misma forma y tendencia que en las referencias, esto es, relativamente tendido.
- Nitruración asistida por plasma: Teniendo en cuenta los resultados referidos en las dos referencias cuyos parámetros de operación se asemejan más a los de este TFM[29][30][31], la capa de compuestos formada entra en el rango de lo esperable en cuanto a espesor y morfología. La dureza superficial es inferior a la obtenida en las referencias, aunque, teniendo en cuenta la fuerte dependencia de la dureza máxima de este acero con la temperatura y tiempo de operación, podría considerarse dentro del rango esperable. Sin embargo, la evolución de la capa efectiva para la temperatura de nitruración utilizada en este TFM, parece haberse ralentizado, siendo más fina de lo que cabría esperar. Sin embargo, no pueden extraerse conclusiones dado que los parámetros de la nitruración iónica son más numerosos que en las nitruraciones convencionales, y la información de la que se dispone es limitada.

4.3.3. ACERO ALEADO X40CrMoV5-1.

4.3.3.1. Estudio metalográfico.

Las observaciones más relevantes respecto al estudio metalográfico sobre las muestras nitruradas de este acero fueron las siguientes:

- Las capas de compuestos formadas son de menor espesor que en los aceros de menor aleación, tal y como era de esperar. De hecho, en la nitruración gaseosa en ciclo nominal no se ha detectado su formación, y en la nitruración iónica, parece estar en sus primeros estadios de constitución dada su falta de continuidad. Los elementos afines al nitrógeno tenderán a evitar, o retrasar, la formación de nitruros de hierro.

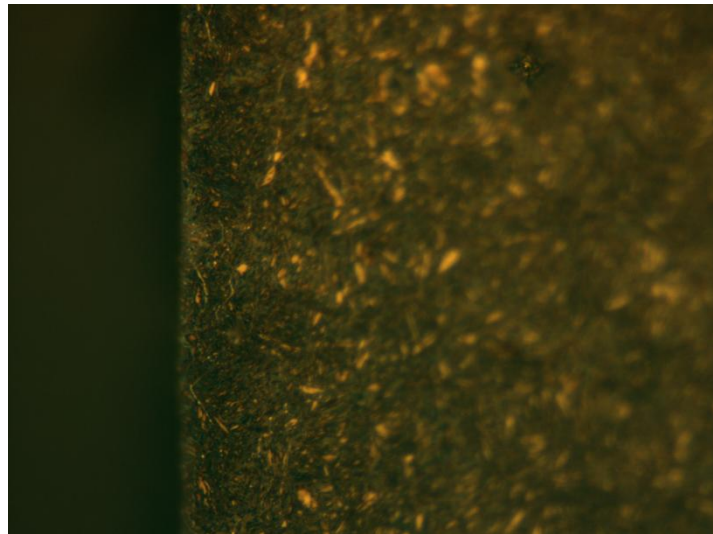


Fig 4.3-14. Ausencia capa de compuestos X40CrMoV5-1 nit gas (1000x)

- La capa de difusión formada en las nitruraciones en este acero es perfectamente identificable por el intenso obscurecimiento de la banda subsuperficial. En la capa de difusión, la precipitación es muy intensa, siendo prácticamente indistinguible (por microscopía óptica) la estructura martensítica inicial. Asimismo, aparecen de forma totalmente clara las colonias lamelares de nitruros, descritas en la bibliografía (identificadas en la bibliografía como CrN+nitruros de Fe), con densidad decreciente hacia el seno del material. El tiempo de operación influye tanto en la profundidad de la capa oscurecida (difusión) como en la morfología de ésta, provocando una coalescencia de precipitados y un aumento de la densidad de colonias lamelares (ver apéndice nitruración gaseosa vs nitruración gaseosa ciclo extendido).

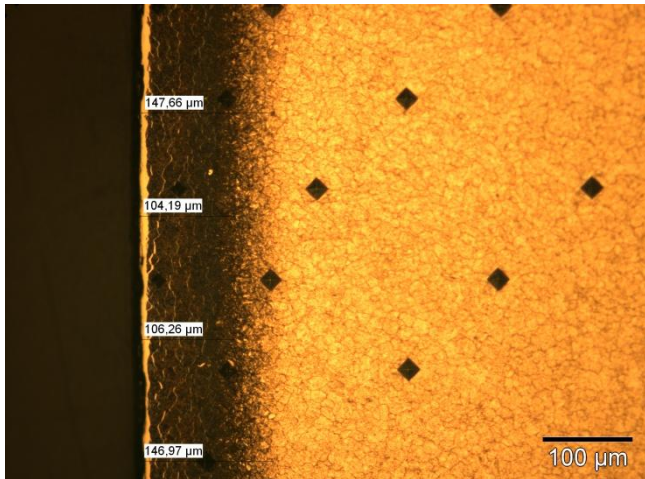


Fig 4.3-15. X40CrMoV5-1 nitcar sales ciclo extendido (200x)

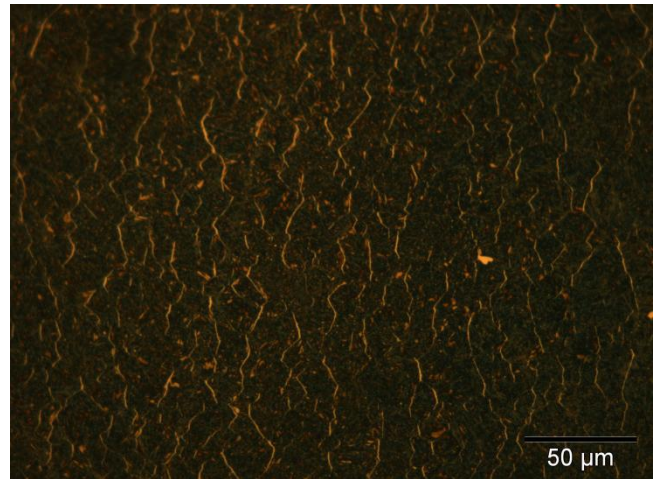


Fig 4.3-16. Ptdos lamelares X40CrMoV5-1 nitcar gas ciclo extendido (500x)

4.3.3.2. Perfiles de microdureza.

La siguiente figura muestra los perfiles de microdureza obtenidos para este acero según los procesos de nitruración:

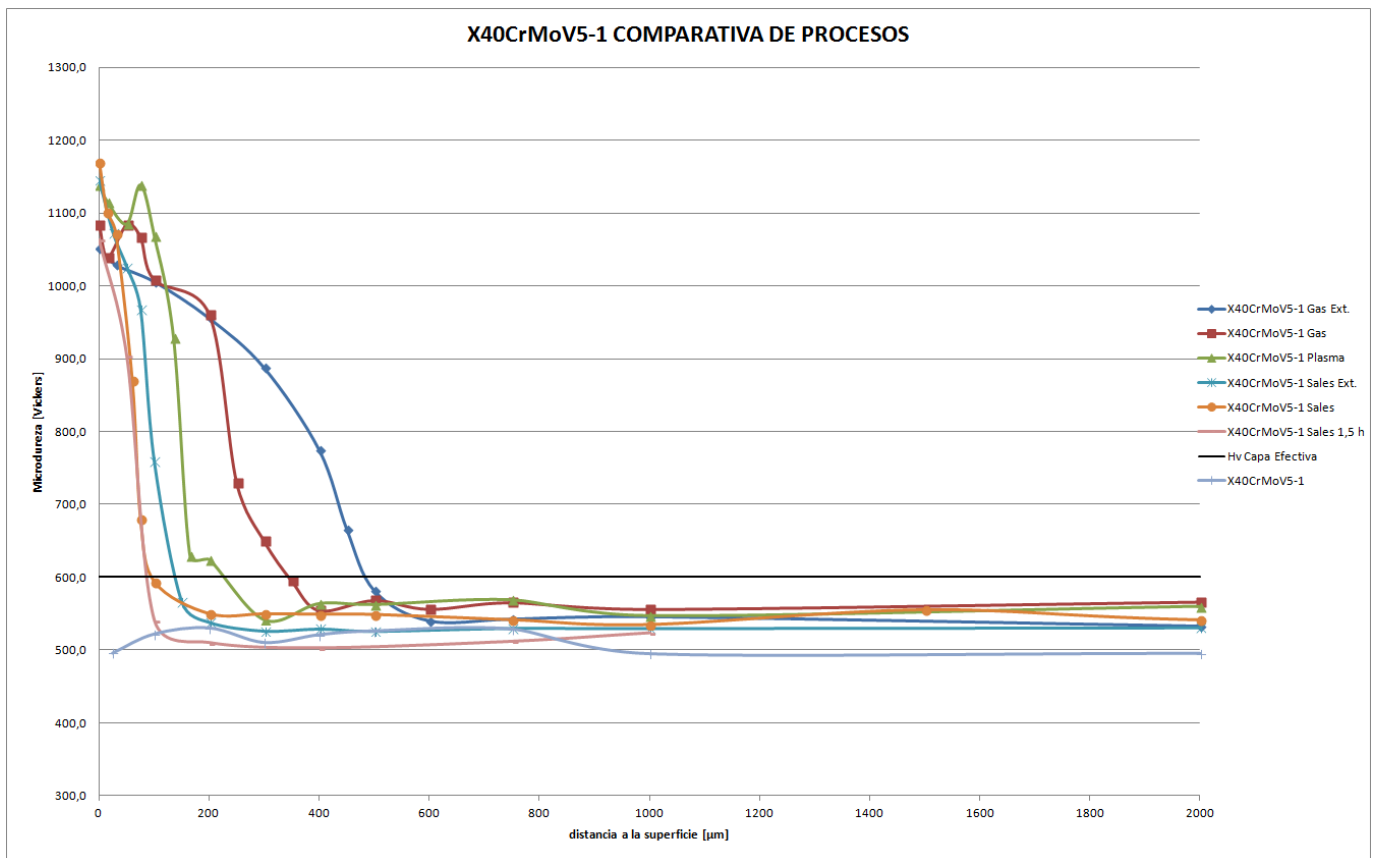


Fig 4.3-17. Comparativa perfiles microdureza X40CrMoV5-1 según procesos

- La dureza en la capa de difusión supera los 1000 HV en todos los casos.
- La evolución de las capas nitruradas para el acero X40CrMoV5-1 es similar a la de los aceros menos aleados. Mayor capa efectiva en los tratamientos gaseosos que en las nitrocarbuciones salinas, con el tratamiento iónico en una posición intermedia. Este hecho es lógico teniendo en cuenta la diferencia de tiempos de operación, siendo estos muy superiores para los tratamientos gaseosos.
- Los perfiles de microdureza son muy abruptos para este acero en relación a los mismos de los aceros menos aleados, lo que demuestra que el evento prevalente en su nitruración es la precipitación de nitruros aleados, frente a la mayor importancia de la difusión pura del nitrógeno en los otros aceros. La dureza de la capa nitrurada es muy superior (por encima de 1000 HV) a las obtenidas con los aceros menos aleados y el espesor de la capa efectiva es muy inferior. Esto demuestra un mecanismo de nitruración muy diferente para este tipo de acero. De forma clara, el mecanismo predominante será la precipitación de micronitruros de elementos aleados, de forma preferente CrN, pero también de Mo y V, algo que se inicia de forma inmediata por debajo de la capa de compuestos. Tal y cómo se señaló en el estudio del arte, aparecen precipitados lamelares en la capa de difusión, marcadores inequívocos de la intensidad de este fenómeno. Esta precipitación acelerada, provoca una deformación intensísima de la red cristalina, y el consecuente aumento espectacular de la dureza. Esto producirá paralelamente el descenso dramático de la difusividad del nitrógeno en esta zona, reduciendo la velocidad de difusión pura del N al seno del material.

En la siguiente gráfica se incluyen los resultados obtenidos por Tekniker a modo comparativo:

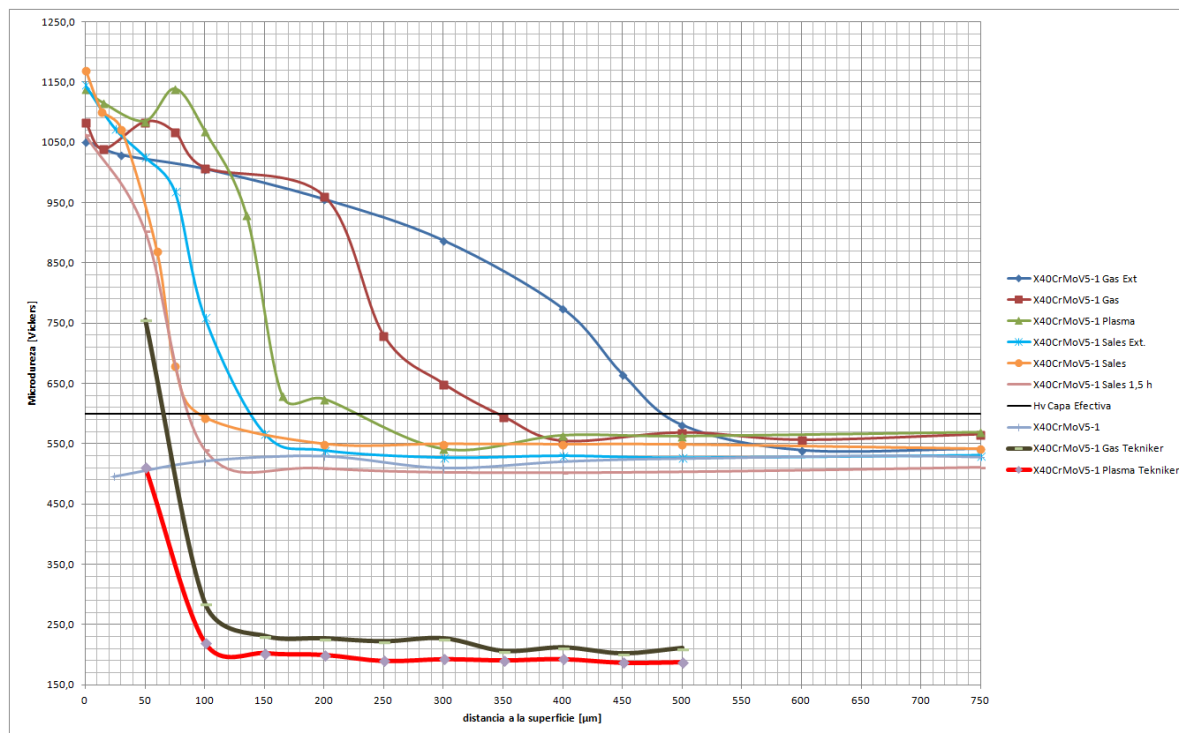
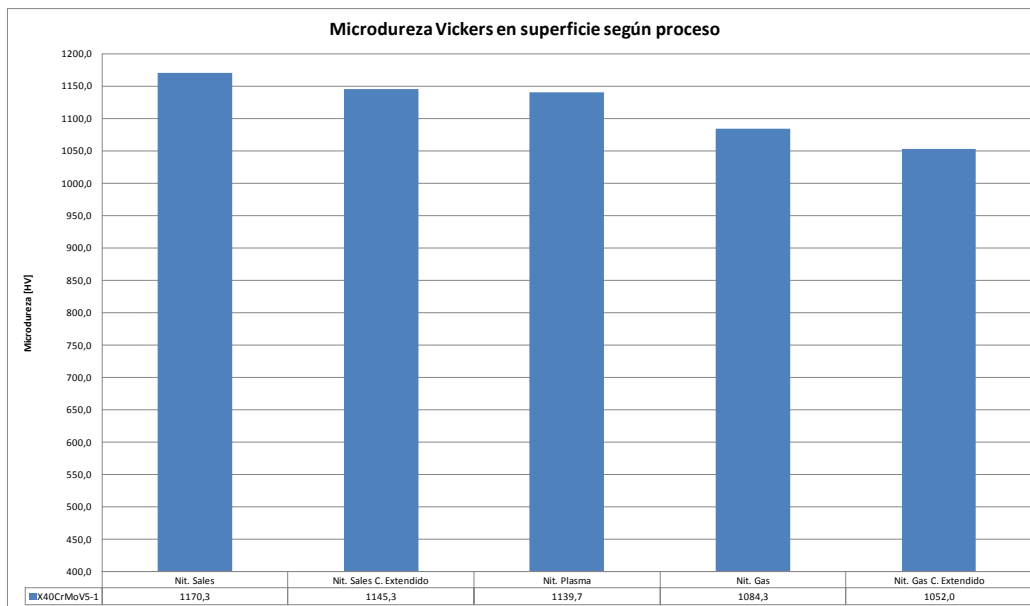


Fig 4.3-18. Comparativa microdureza X40CrMoV5-1 según proceso (incluyendo nit Tekniker)

En este caso los datos obtenidos por Tekniker no sirven para una comparación entre procesos adecuada, dado que el acero fue nitrurado en estado recocido blando. No obstante, sirven para confirmar la extraordinaria influencia que tiene el estado de dureza



del núcleo en la dureza máxima y dureza de la capa nitrurada que se señaló en la discusión del estado del arte.

Fig 4.3-18. Comparativa microdureza superficial X40CrMoV5-1 según procesos

Las elevadísimas durezas superficiales obtenidas (>1050 HV), indican un cambio en la morfología de la capa de compuestos formada en este acero. Sin embargo, la evolución según procesos es similar a la de los otros procesos: mayor dureza máxima en las nitrocarburationes, intermedia en la nitruración iónica y menor en las nitruraciones gaseosas. No obstante, existe un tratamiento en el que no se ha formado (al menos de forma visible a nivel de microscopía óptica) la capa de compuestos, manteniendo de todas formas un valor muy elevado de microdureza superficial, aun siendo menor. Esto indicaría de forma clara que la formación de nitruros de cromo en superficie es el factor determinante, contribuyendo a la formación de una capa de compuestos superficial homogénea de nitruros de hierro a la maximización de dicha dureza. La diferencia observada en las durezas máximas estará relacionada con la composición relativa Fase ϵ - Fase γ' (-CrN), tendiendo a mayor dureza, mayor proporción de fase ϵ respecto de la γ' . El comportamiento de este acero estaría en acuerdo con la anterior afirmación y la bibliografía, dado que se ha referido que los tratamientos de nitruración gaseosa generan capas blancas con mayor proporción de fase γ' .

4.3.3.3. Discusión comparativa respecto a referencias bibliográficas..

La revisión comparativa entre los resultados obtenidos en el estudio realizado y las referencias bibliográficas permiten alcanzar las siguientes conclusiones:

- Nitrocarburation en baño de sales: Las referencias [36][37][38] describen capas de compuestos de igual morfología y espesor a las obtenidas en este TFM, a igualdad

de condiciones de temperatura y tiempo. Esto se confirma con la pequeña diferencia entre las durezas máximas medidas. Las capas efectivas estimadas están casi en total coincidencia entre las referidas en la literatura y las obtenidas en este trabajo. De nuevo se manifiesta la gran reproducibilidad de la nitrocarburoación salina.

- Nitruración gaseosa: No pueden hacerse afirmaciones relevantes sobre este tratamiento, dadas las limitadas referencias encontradas, así como las diferencias en las condiciones de tratamiento. Puede afirmarse de otro modo que la ausencia de capa de compuestos en la operación en ciclo corto, y la presencia de precipitados lamelares en la capa de difusión eran circunstancias esperables. También la radicalidad del perfil de microdurezas y la tendencia a mostrar aspecto de escalón para tiempos prolongados de operación. También, se desea señalar, como crítica, la escasa literatura sobre nitruración gaseosa de este acero, teniendo en cuenta el amplio uso del mismo en aplicaciones con grandes exigencias a desgaste, como por el notable efecto que la nitruración tiene sobre sus características.
- Nitruración asistida por plasma: El amplio rango de condiciones de nitruración descritas para las referencias [36][39][40][41][42] permiten encuadrar satisfactoriamente los resultados obtenidos en este trabajo. El espesor de la capa de compuestos y la dureza superficial encajan en lo esperable, pudiendo reafirmar con rotundidad que en las condiciones de proceso estudiadas se habrá formado una capa de compuestos mixta $\epsilon+\gamma'+CrN$. En cuanto a la potencia de la capa de difusión (capa efectiva) estimada obtenida, la comparación es menos directa por la diferencia en tiempos de operación, pero sí que entraría en el rango esperable.

4.3.4.ACERO INOXIDABLE MARTENSÍTICO X20Cr13.

4.3.4.1. Estudio metalográfico.

Las observaciones más relevantes respecto al estudio metalográfico sobre las muestras nitruradas de este acero fueron las siguientes:

- Las capas de compuestos formadas son muy inferiores a las formadas en los aceros de baja aleación e incluso en comparación con el acero X40CrMoV5-1. De hecho, tanto en la nitruración gaseosa en ciclo nominal, como en la nitruración iónica no se ha detectado su formación.

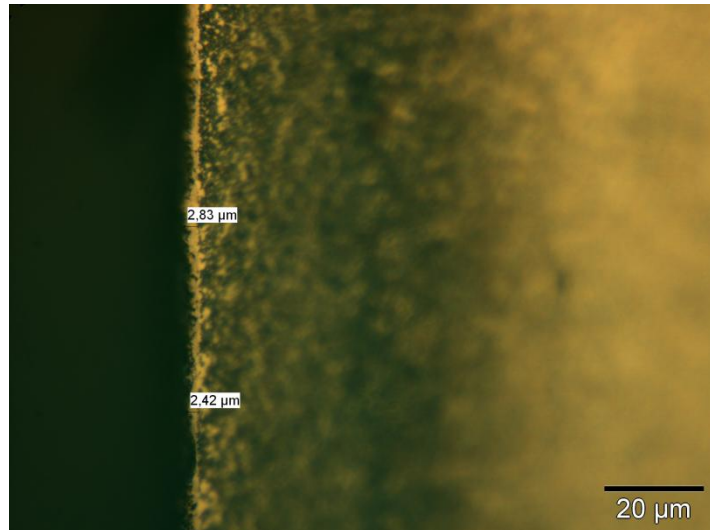


Fig 4.3-19. Capa de compuestos X20Cr13 nitcar sales(1000x)

- La capa de difusión es perfectamente visible a través de microscopía óptica, al igual que en el acero X40CrMoV5-1. La microestructura revelada es similar, pero con diferencias importantes a la constituida en el acero X40CrMoV5-1. Conviene recordar que el acero X20Cr13 es un acero de aleación elevada respecto al X40CrMoV5-1, dado su alto contenido en Cr, que se ha demostrado como un elemento de altísima reactividad con el nitrógeno.

La similitud radica en la formación de una capa nitrurada clásica, formada por una capa de compuestos, luego una capa de difusión y finalmente el núcleo sin nitrurar, con una zona de transición entre las anteriores.

La capa nitrurada es de un espesor muy inferior a la formada en el acero de herramientas. En la capa de difusión aparecen estructuras de coalescencia de precipitados, pero parecen no conformarse en colonias lamelares, sino más bien globulares. Asimismo, aunque no pueda afirmarse rotundamente con la resolución de la microscopía óptica, la presencia de carburos en la capa nitrurada, observada claramente en la zona subsuperficial en el acero sin nitrurar, parece ser baja o muy baja. Los carburos comienzan aparecer en la zona de transición capa nitrurada/núcleo, siendo su presencia predominante en la más exterior del núcleo sin nitrurar. Esto podría atender al hecho de que, en presencia de nitrógeno, el Cr precipitará en primer lugar en forma de nitruro, para luego iniciar la precipitación en forma de carburo.

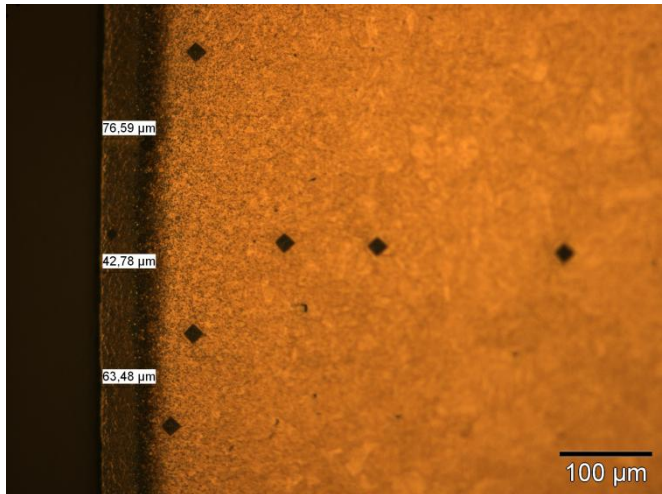


Fig 4.3-20. X20Cr13 nitcar sales(200x)

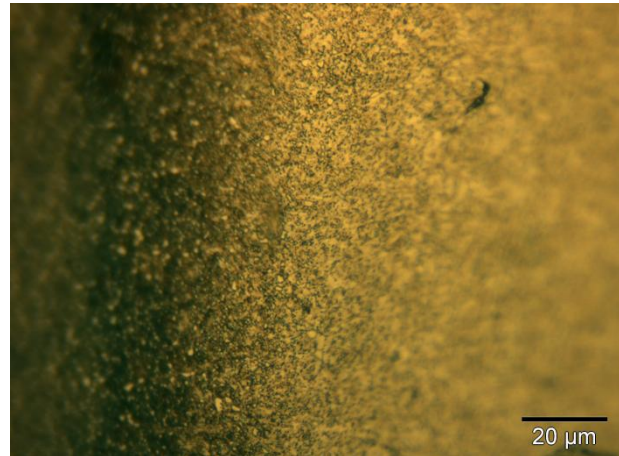


Fig 4.3-21. Carburos ptdos.X20Cr13 nitcar sales(200x)

- Mención aparte merece la nitruración iónica de este acero. Se realizó a una temperatura 100 K inferior (693 K) y en un ciclo de tiempo reducido a la mitad (8 h). Según lo referido en la literatura, para este nivel de temperatura y relativamente corto ciclo de operación, la precipitación de CrN habrá sido baja o inexistente. Se puede apreciar la presencia de numerosos precipitados aislados en la zona subsuperficial. Estos, de color blanco, y al igual que ocurrió en la probeta templada y revenida, podrían identificarse como carburos de cromo. El nivel de temperatura también parece ser responsable de la no formación de capa blanca, formada por la precipitación de nitruros de hierro.

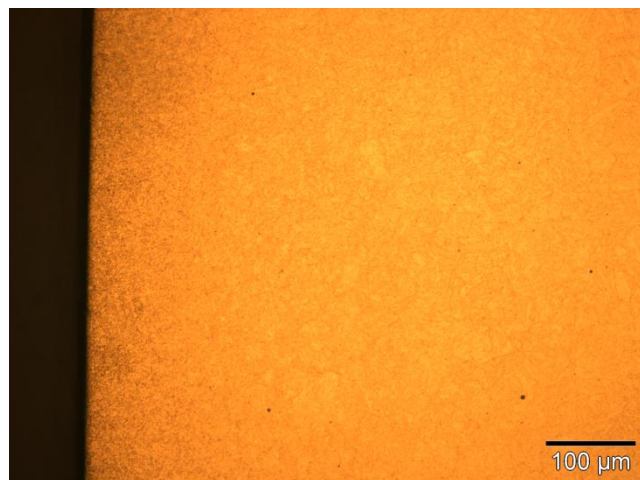


Fig 4.3-22. X20Cr13 nit plasma(200x)

4.3.4.2. Perfiles de microdureza y composición.

La siguiente figura muestra los perfiles de microdureza obtenidos para este acero según los procesos de nitruración:

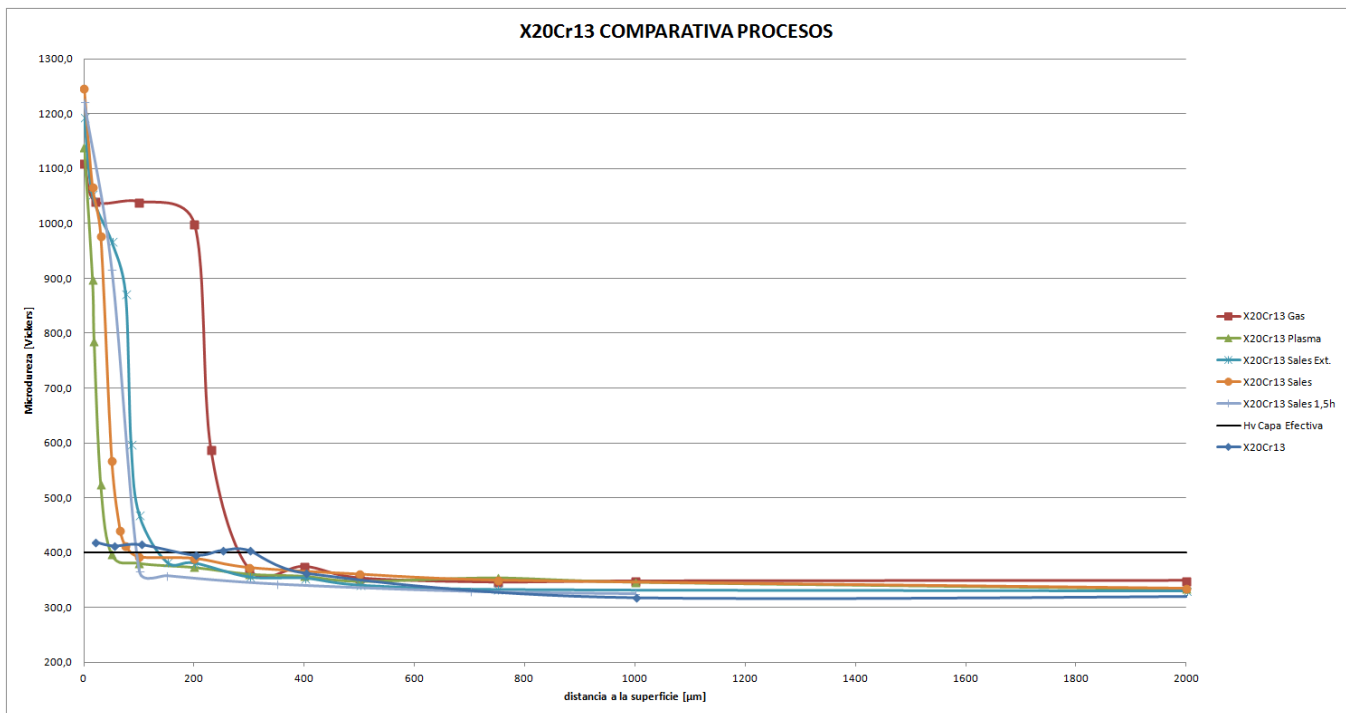


Fig 4.3-23. Comparativa perfiles microdureza X20Cr13 según procesos

Para este acero:

- La evolución de la capa efectiva (capa nitrurada) según proceso de nitruración es diferente a la de los otros aceros. En este caso, la menor capa efectiva estimada aparece en la nitruración iónica. Esto será consecuencia de la bajísima temperatura de operación (casi 100 K por debajo de la nitruración gaseosa).
- Dejando a un lado este tratamiento, en el cual el mecanismo de nitruración habrá sido totalmente diferente, los perfiles obtenidos para las otras nitruraciones son extraordinariamente abruptos, con una clara evolución tipo escalón para la nitruración gaseosa. Estas circunstancias sugieren un mecanismo de nitruración en el cual, la nitruración de elementos aleados (CrN para este acero) es absolutamente preponderante sobre la difusión pura del nitrógeno en la red martensítica. Prácticamente la totalidad del nitrógeno será secuestrado para la formación de los nitruros, avanzando el frente de nitruración conforme se produzca la saturación de CrN en el material. Esto provocaría el elevadísimo nivel de dureza observado, consecuencia de la deformación cristalina producto de la masiva precipitación y el bajo espesor de la capa nitrurada.
- Otro hecho que da idea de la absoluta preponderancia del evento de la precipitación sobre el difusivo es la ligerísimamente mayor capa efectiva obtenida para la muestra nitrocarburada 1,5 h, frente a la nitrocarburada 2h. La temperatura de operación fue la misma, variando únicamente el potencial nitrurante. Ante esto cabría esperar una menor capa nitrurada en la operación a menor tiempo,

atendiendo a la dependencia temporal (a igualdad de temperaturas) de la difusión de Fick. El resultado obtenido, indica una cinética más compleja en el caso de que se produzca una intensa precipitación. En los otros casos, aunque ligerísima, existía una evolución temporal positiva de la capa efectiva.

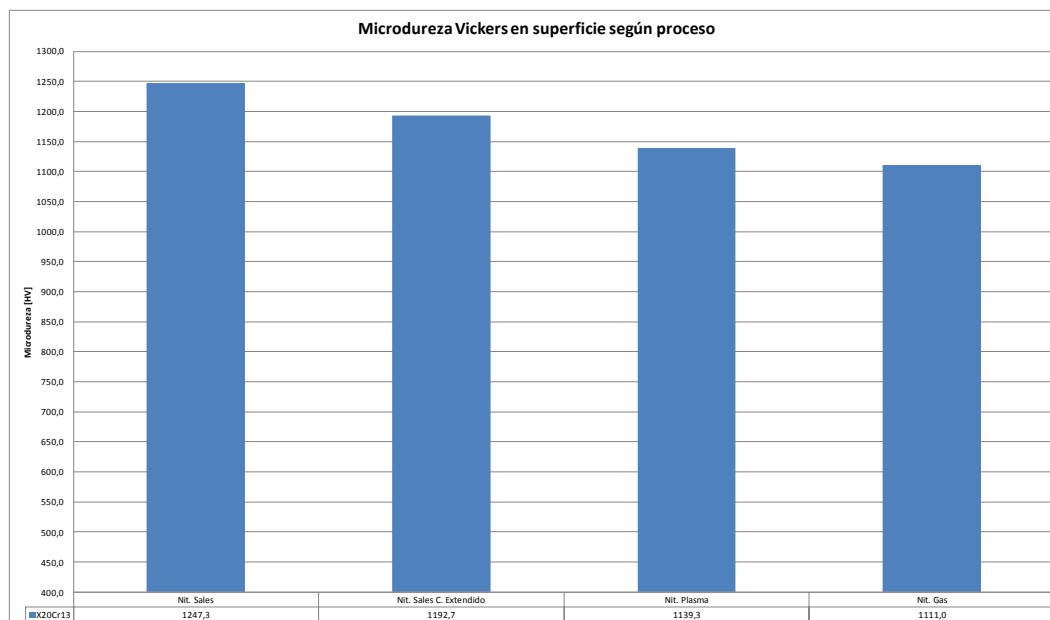


Fig 4.3-24. Comparativa microdureza superficial X20Cr13 según procesos

En cuanto a dureza superficial observada, el comportamiento es similar al del acero X40CrMoV5-1. El altísimo valor (>1100 HV) será consecuencia de la precipitación de CrN en superficie. Las diferencias serán consecuencia de la diferente proporción de fases presentes (fases ϵ/γ' -en su caso- y CrN) según la temperatura y/o tiempo de proceso. La dureza superficial exhibe su máximo en este acero respecto del resto estudiado, algo previsible por su mayor aleación, pero muy significativo teniendo en cuenta que supera a la dureza del X40CrMo5-1 con una dureza de núcleo 200 HV inferior. En este caso, la composición del acero se impone de forma clara a la influencia, señalada como importante anteriormente, de la dureza de partida del material.

El perfil de composición realizado a la probeta nitrocarburada en baño de sales permite la constatación de la formación de una capa de compuestos preferentemente $\epsilon+\text{CrN}$ (comparación de porcentajes en peso relativos con estequiometría de posibles fases presentes).

Para este acero el perfil de composición en nitrógeno obtenido por GD-OES es prácticamente idéntico al perfil de microdurezas lo que constataría la preponderancia de la precipitación de nitruros de elementos aleados como mecanismo principal de nitruración, fijando el nitrógeno y evitando la difusión pura del mismo hacia el seno de la probeta.

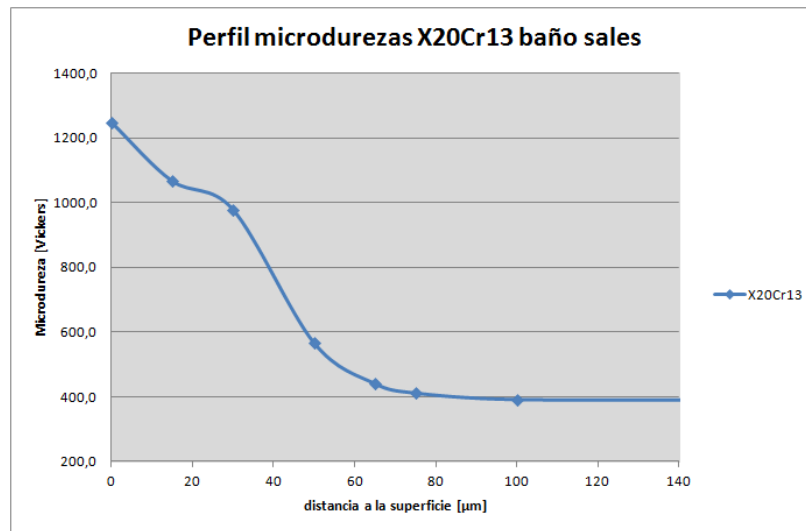


Fig 4.3-25. Perfil microdurezas X20Cr13 nitcar sales.

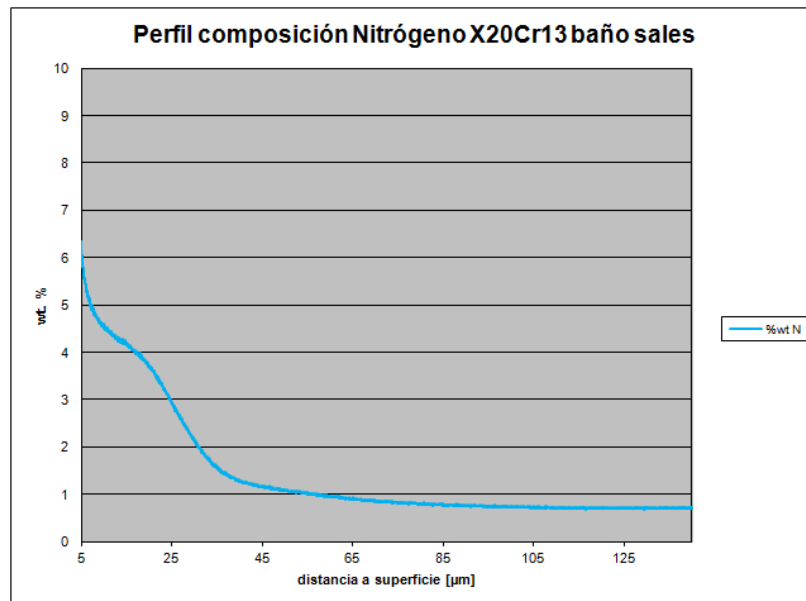


Fig 4.3-26. Perfil composición % en peso N X20Cr13 nitcar sales

4.3.4.3. Discusión comparativa respecto a referencias bibliográficas.

La revisión comparativa entre los resultados obtenidos en el estudio realizado y las referencias bibliográficas permiten alcanzar las siguientes conclusiones:

- Nitruración asistida por plasma: Los datos aportados por las referencias [43][44][45][46] indicarían que en el rango de operación del tratamiento llevado a cabo debería haberse formado claramente capa de compuestos. No ha sido así, probablemente por la diferencia en los otros parámetros de operación. En todo caso, la elevada dureza detectada indica la incipiente formación de precipitados de hierro y cromo en superficie, algo señalado en la literatura para los casos en los que la microscopía óptica no evidenciaba la formación de capa de compuestos, pero con valores de dureza superficial elevados. La referencia con mayor similitud

en cuanto a condiciones de operación, arrojó espesor de capa efectiva estimada prácticamente idéntico al obtenido en este trabajo. En cualquier caso, los perfiles de microdureza mostrados en las referencias, presentan la misma forma abrupta de los obtenidos en este estudio.

4.3.5. COMPARATIVA GLOBAL ACEROS/PROCESOS

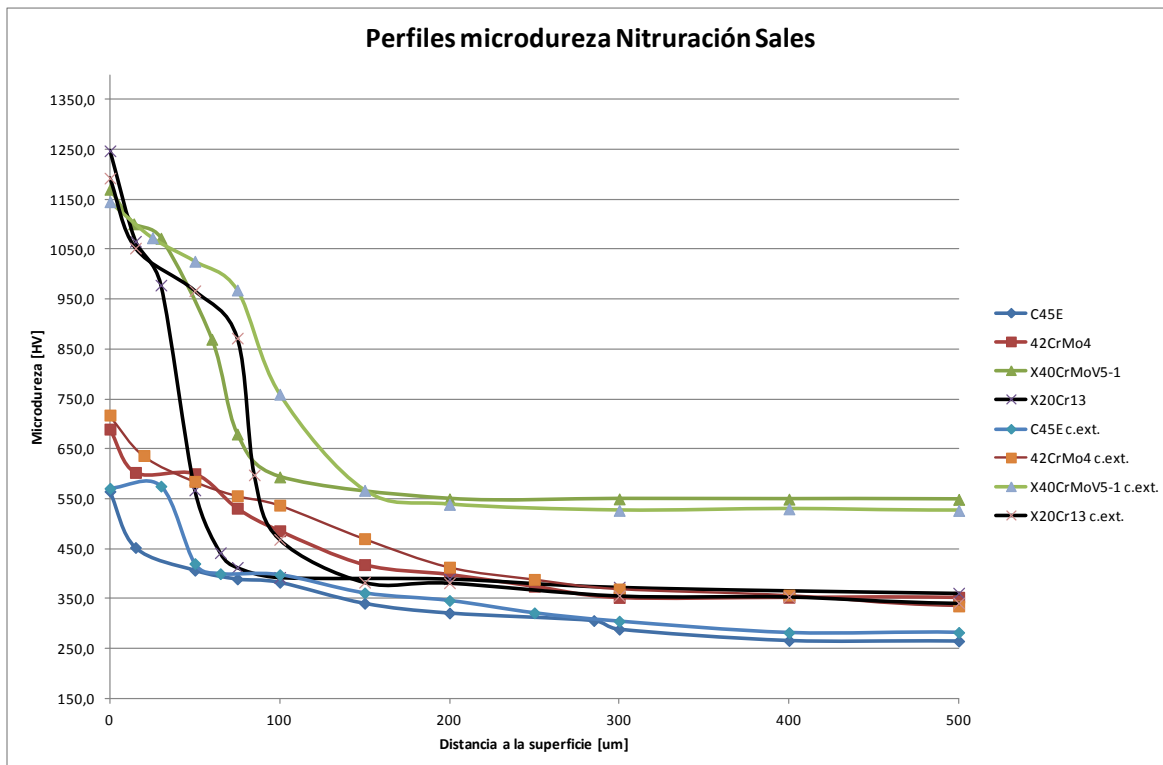


Fig 4.3-27. Comparativa perfiles microdureza nitrocarburoación baño de sales según acero y ciclo

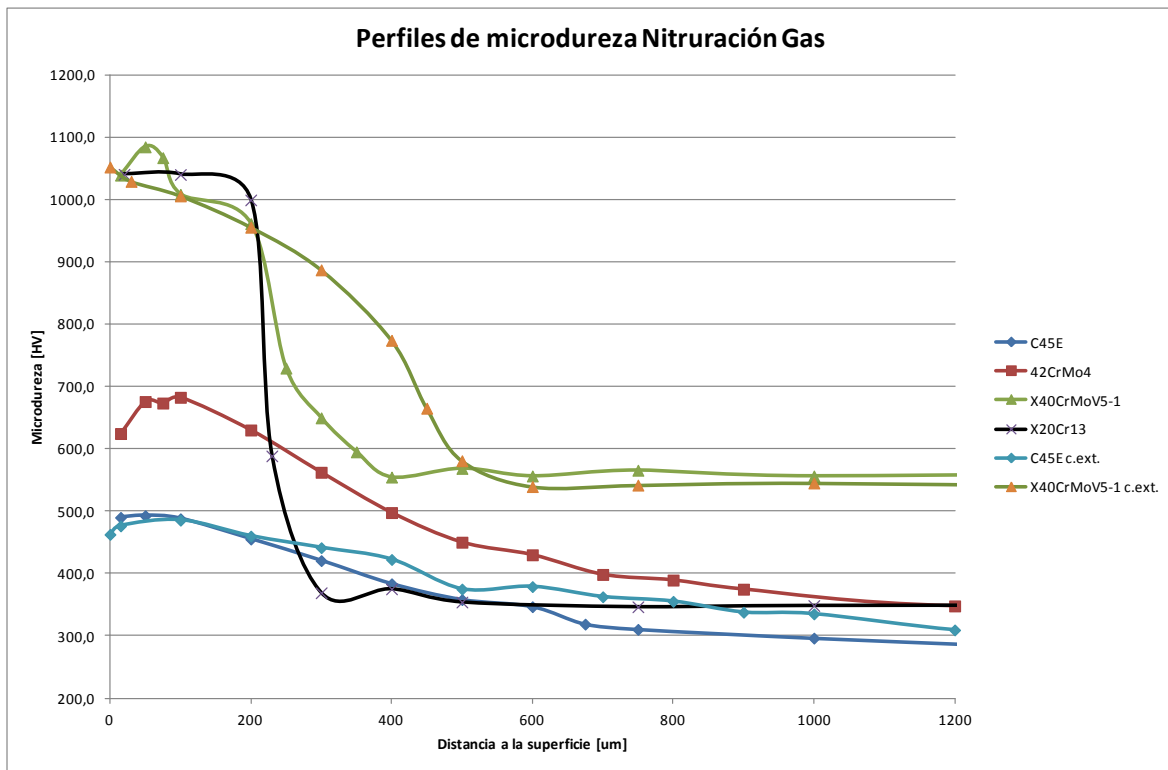


Fig 4.3-28. Comparativa perfiles microdureza nitruración gaseosa según acero y ciclo

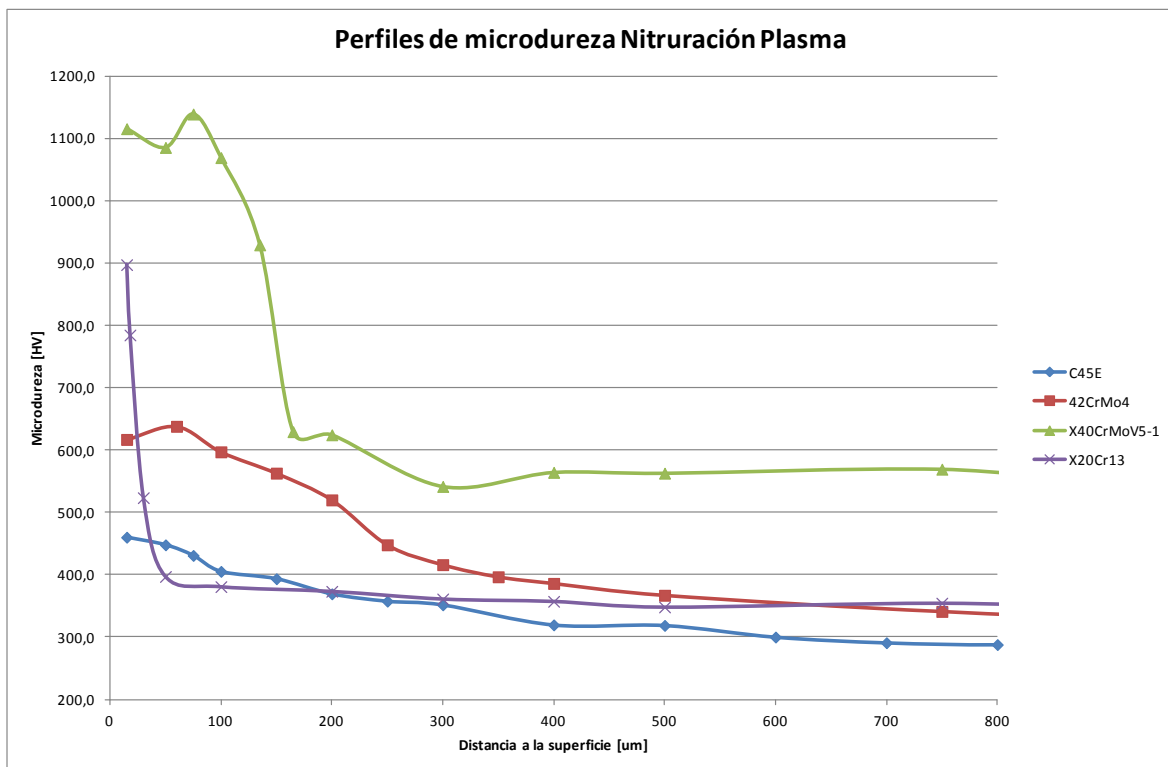


Fig 4.3-29. Comparativa perfiles microdureza nitruración plasma según acero y ciclo

Las tres figuras comparativas sirven como constatación definitiva del mecanismo significativamente diferente de nitruración que experimentan los aceros no aleados o de

baja aleación (C45E y 42CrMo4) y los aceros de media/alta aleación (x40CrMoV5-1 y X20Cr13) y, que estos, son básicamente similares para los tres tratamientos estudiados.

En los primeros, el nitrógeno experimentará una difusión cuasipura desde la superficie al interior del material, mostrando un perfil de microdurezas suave. El nitrógeno difundirá intersticialmente expandiendo la red cristalina del acero hasta el límite de solubilidad y precipitando en forma de nitruros lo cual no supone una deformación excesiva de la red cristalina.

En los aceros aleados, el mecanismo predominante será la precipitación de la mayor parte del nitrógeno formando nitruros de elementos aleados. Esta precipitación masiva provoca una deformación intensa de la red cristalina, produciendo un aumento espectacular de la dureza en la capa nitrurada. Asimismo, como consecuencia de este secuestro del nitrógeno, así como por el descenso de la difusividad del medio para este elemento, las capas nitruradas serán de menor espesor a igualdad de condiciones de operación, configurando unos perfiles muy abruptos. Cabe señalar que parece que la tendencia es a la producción de perfiles del tipo escalón, con “mesetas” de microdureza elevada subsuperficiales, lo que podría sugerir que el frente de nitruración avanzaría conforme se fuese saturando el material en nitruros de elementos aleados.

4.3.6. ECUACIONES EMPÍRICAS DESCRIPCIÓN DE PROCESOS.

Tal y cómo se indicó en la discusión del estado del arte, los procesos de nitruración pueden ser descritos por ecuaciones empíricas del tipo:

$$E = a \cdot t^x, \text{ donde}$$

E=espesor de la capa efectiva

t= tiempo de nitruración

También, otra forma de expresión muy comúnmente referida y derivada de las leyes de Fick de difusión es la siguiente[32]:

$$E = (D_e \cdot t)^{1/2} + c, \text{ donde,}$$

E=espesor de la capa efectiva

t= tiempo de nitruración

D_e =difusividad efectiva del material, que comprende la difusividad de la capa de compuestos y la de la capa de difusión.

c=coeficiente que tiene en cuenta el proceso de nucleación y formación de la capa de compuestos antes del inicio efectivo de la nitruración en el seno del material.

Teniendo en cuenta lo anterior, los datos de capa efectiva obtenidos para la nitrocarburation en baño de sales en VTN y los datos de nitruración gaseosa obtenidos en este TFM y combinados por los obtenidos por Tekniker, permiten la descripción empírica de los mismos.

Los datos disponibles sólo permiten una caracterización completa del proceso de nitrocarburation y parcial y estimativa para la nitruración gaseosa. Los datos de nitruración iónica no permiten este análisis.

Realizando representaciones gráficas de los datos de capa efectiva estimados para cada acero en diferentes tiempos de operación para la nitrocarburation salina frente a $t^{1/2}$ se obtiene lo siguiente:

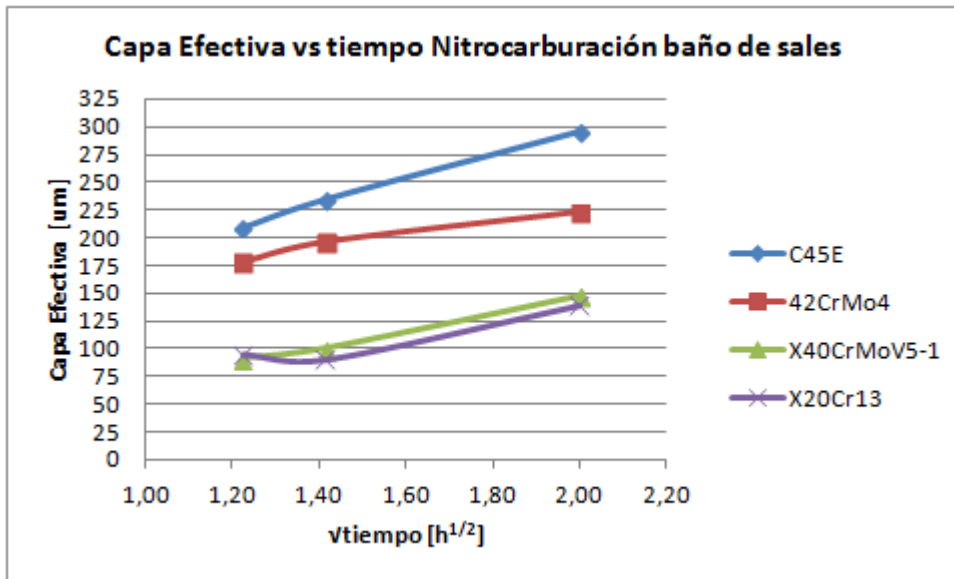


Fig 4.3-30. Capa Efectiva vs $t^{1/2}$ nitrocarburation baño de sales

Como se puede apreciar, la evolución temporal lineal respecto de la raíz cuadrada del tiempo es bastante ajustada, salvo para el acero X20Cr13.

Las ecuaciones empíricas serían:

- C45E:
 $E = 107,9 \cdot t^{1/2} + 79,8$ [µm]; $R^2 = 0,997$
 Por tanto,
 $D_e = 2,89 \cdot 10^{-11}$ cm²/s
- 42CrMo4:
 $E = 55,2 \cdot t^{1/2} + 113,6$ [µm]; $R^2 = 0,970$
 Por tanto,
 $D_e = 2,06 \cdot 10^{-11}$ cm²/s
- X40CrMoV5-1:
 $E = 74,1 \cdot t^{1/2} - 2,0$ [µm]; $R^2 = 0,993$
 Por tanto,
 $D_e = 2,39 \cdot 10^{-11}$ cm²/s
- X20Cr13:
 $E = 63,1 \cdot t^{1/2} + 0,9$ [µm]; $R^2 = 0,895$
 Por tanto,
 $D_e = 2,21 \cdot 10^{-11}$ cm²/s

Dichas ecuaciones constatan lo señalado hasta el momento de una menor difusividad efectiva del nitrógeno en el acero cuanto mayor sea la aleación de este. Aunque parezca que el acero 42CrMo4 parece contradecir esto, hay que tener en cuenta el valor del coeficiente c para este acero y el acero al carbono, por el cual, al menos teóricamente, el inicio de la difusión es instantáneo y prácticamente se podría asegurar una capa efectiva

mínima incluso a tiempos bajísimos de operación. Evidentemente, en la realidad esto no será así, pero la disposición pareada de las curvas obtenidas marcan la existencia en una diferencia sustancial de los mecanismos de nitruración, tal y como se ha venido repitiendo anteriormente.

Usando a estas ecuaciones podría preverse de forma aproximada para estos aceros (y estimativa para aceros similares) el tiempo necesario de operación para la obtención de una capa efectiva determinada.

Realizando representaciones gráficas de los datos de capa efectiva estimados para cada acero en diferentes tiempos de operación para la nitrocarburation salina frente a $t^{1/2}$ se obtiene lo siguiente. Para la nitruración gaseosa los datos disponibles de evolución temporal son más limitados por diversas circunstancias del proceso experimental. Únicamente se puede realizar una representación con tres puntos para el acero C45E, por lo que, sólo para este acero se ha estimado ecuación empírica por mínimos cuadrados.

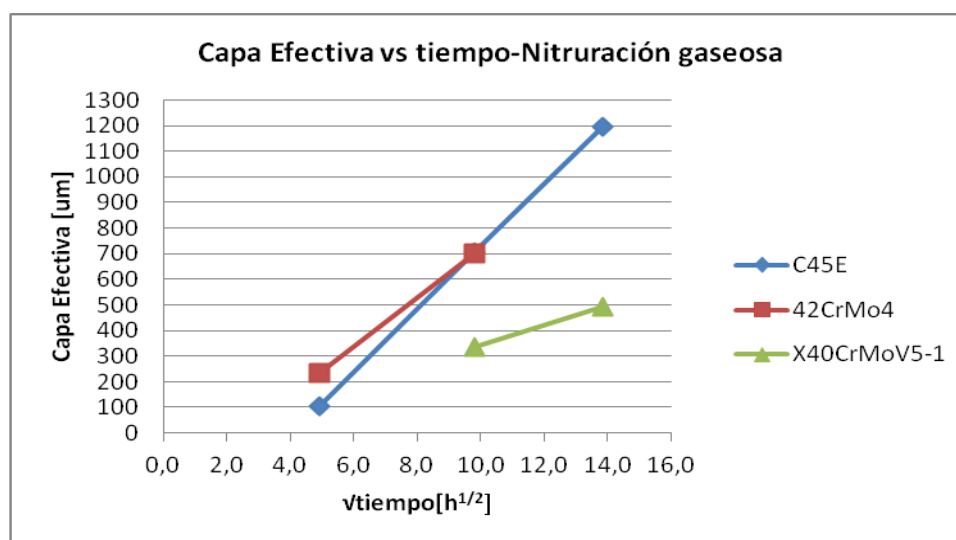


Fig 4.3-31. Capa Efectiva vs $t^{1/2}$ nitruración gaseosa

- C45E:
 $E = 121,7 \cdot t^{1/2} - 489,8$ [µm]; $R^2 = 1$
 Por tanto,
 $D_e = 3,06 \cdot 10^{-11}$ cm²/s

El ajuste es perfecto. Las tendencias para los otros aceros con pendientes y, por tanto, difusividades menores, son coherentes con todo lo señalado anteriormente. Viendo el ajuste tan bueno para el C45E, podría obtenerse ecuaciones similares para los aceros 42CrMo4 y X40CrMoV5-1, que permitiesen estimar la capa efectiva para determinado tiempo de operación.

Comparando las ecuaciones obtenidas para la nitruración del C45E en baño de sales y gaseosa podría parecer, a priori, que la nitruración sería más rápida en la gaseosa, atendiendo únicamente a la ligeramente mayor difusividad efectiva. Sin embargo, entra en juego de nuevo el coeficiente c , cuyo valor negativo para la nitruración gaseosa indica un tiempo largo de nucleación de capa de compuestos al principio de la nitruración y retraso del inicio de la nitruración efectiva.

De hecho, extrapolando la ecuación anterior a tiempos de operación de la nitrocarburoación salina, la capa efectiva obtenida sería nula. El tiempo mínimo de operación sería de 16 horas para este tipo de nitruración.

4.4. CONCLUSIONES FASE 1.

Aunque las conclusiones específicas se han venido proponiendo en el proceso de discusión del capítulo anterior, enumerar aquí las más relevantes teniendo como referencia un resumen de datos principales

Tipo acero	Capa de compuestos [μm]/Dureza superficial[HV]				
	Nit Sales	Nit sales extendido	Nit Gas	Nit Gas extendido	Nit Plasma
C45E	12 / 565	20 / 571	15 / 489	18 / 463	6 / 531
42CrMo4	10 / 689	18 / 718	14 / 657	N/E	6 / 667
X40CrMoV5-1	11 / 1170	13 / 1145	0 / 1084	20 / 1052	8 / 1139
X20Cr13	3 / 1247	11 / 1192	0 / 1111	N/E	0 / 1139

Tabla 4.4-1. Resumen capas de compuestos aceros-procesos

Esta tabla sirve para confirmar varias tendencias ya predecidas y señaladas:

- Para un mismo acero, el aumento del ciclo de nitruración aumenta la capa blanca formada, pero asintóticamente.
- A mayor aleación del acero, la capa de compuestos, formada en las mismas condiciones de nitruración, es más fina, como consecuencia de la mayor afinidad de los elementos aleados a la formación de nitruros que el Fe.
- Las características de dureza de la capa de compuestos dependen del tipo de nitruración, temperatura y tiempo de operación. Las condiciones que promuevan la preponderancia de fase ϵ (nitrocarburo y nitruración plasmas) generarán capas de compuestos más duras. La nitruración gaseosa y el aumento del tiempo de operación favorece la preponderancia o aumento relativo de la fase γ' , produciendo capas más dúctiles.
- La nitruración por plasma reduce de forma notable la generación de capa de compuestos.

Tipo acero	Capa Efectiva [μm]				
	Nit Sales	Nit sales extendido	Nit Gas	Nit Gas extendido	Nit Plasma
C45E	235	300	710	1210	520
42CrMo4	200	230	700	N/E	350
X40CrMoV5-1	100	150	340	500	220
X20Cr13	90	140	280	N/E	50

Tabla 4.4-2 Resumen capas efectivas estimadas aceros-procesos

Esta tabla sirve para confirmar varias tendencias ya predecidas y señaladas:

- Para un mismo acero, el aumento del ciclo de nitruración aumenta la capa de difusión formada.
- A mayor aleación del acero, la capa efectiva(difusión) en las mismas condiciones de nitruración es de menor potencia. Esto se debe a la mayor afinidad de los elementos aleados para la formación de nitruros que el Fe, lo que provocará un efecto combinado de secuestro de nitrógeno, y menor difusividad del medio por deformación intensa de la red cristalina, que conduce a un descenso notable del espesor. El mecanismo de nitruración es sustancialmente diferente en los aceros aleados (X40CrMoV5-1 y X20Cr13-precipitación nitruros aleados/saturación) respecto de los de baja aleación o al carbono(difusión).
- La dureza de la capa efectiva(y la máxima) es mayor cuanto mayor sea la aleación del acero. La precipitación de nitruros de esto elementos produce una intensísima deformación de la red cristalina, generando tensiones compresivas en la zona nitrurada.
- Se puede fácilmente estimar una relación empírica que describa la evolución temporal de la capa efectiva con el tiempo para un acero determinado y un proceso determinado. En general la evolución ajustará linealmente a la raíz cuadrada del tiempo.
- La temperatura tiene un efecto capital en el espesor de la capa efectiva por lo que se desprende de la escasa formada en el acero X20Cr13 en la nitruración iónica, la cual se ejecutó para este acero a una temperatura al menos 100 K inferior al resto de tratamientos.

4.4.1 OTRAS CONCLUSIONES.

A parte de las conclusiones en cuanto a comportamiento comparativo de las diferentes nitruraciones en los aceros estudiados se desea señalar otros aspectos que se han considerado relevantes relacionados con el estudio experimental y los antecedentes descritos:

- Los resultados de los procesos de nitruración estudiados están en acuerdo con lo referido en los estudios científicos referenciados.
- Por tanto, pueden trasladarse a estos tratamientos estudiados (y los aceros en concreto) las mejoras en el comportamiento ante fatiga, desgaste y corrosión señalados en el estudio del estado del arte. En muchos casos podría hacerse una estimación de la mejora de la propiedad comparando los datos de dureza, capa de compuestos y capa efectiva.
- La elección de un proceso de nitruración u otro dependerá de las consideraciones de diseño y productivas de la pieza que se pretenda nitrurar:
 - Si el requerimiento, es de capas efectivas muy profundas, se recomendaría la elección de la nitruración gaseosa o plasmática. No obstante, la nitruración plasmática está más limitada en cuanto a los tamaños de las piezas (por tamaño de reactor) y a su complejidad geométrica (por ser un proceso semidireccional).
 - Si se necesita una capa moderada, pero los requerimientos productivos exigen una rapidez y economía de la nitruración, es claramente preceptiva la selección de un proceso de nitrocarburoación en baño de sales.

Respecto de estos comentarios es de reseñar aquí la importancia del estudio realizado por K.Genel et al[27] sobre el comportamiento a fatiga de un acero AISI 4140(42CrMo4). En dicha investigación, concluyó que el efecto favorable en el comportamiento a fatiga de piezas nitruradas está relacionado con un parámetro de diseño adimensional (Capa Efectiva/Diámetro de pieza-t/D) para elementos tipo eje (rectos, cigüeñales, etc...). El efecto de mejora de la resistencia a fatiga aumenta hasta valores de $t/D=0,075$. A partir de ese valor las tensiones compresivas disminuyen, modificando el mecanismo de fractura y provocando un posible fallo prematuro. Teniendo en cuenta esto, para elemento sometidos a fatiga del tipo eje fabricados en 42CrMo4, para diámetros de pieza inferiores a 10 mm deberían realizarse los tratamientos por nitrocarburoación salina.

- Para aplicaciones de aceros de herramientas (X40CrMoV5-1) donde el requerimiento fundamental es la resistencia a desgaste, parece más conveniente el tratamiento de nitrocarburoación en baño de sales, que genera mayor dureza superficial con una capa de compuestos que parece ser preferentemente ϵ (cuasimonofásica) lo que le proporcionará mejor resistencia.
- Por este mismo motivo de generación de una capa de compuestos de mayor espesor y homogeneidad estructural, la nitrocarburoación en baño de sales es un proceso que proporcionará mayor resistencia a corrosión a las piezas tratadas. La utilización del proceso nitrocarburoación+postoxidación (disponible en VTN-Tenifer+QPQ) mejorará aun más este comportamiento.
- En cuanto al acero inoxidable, debería realizarse un estudio de la pérdida de resistencia a la corrosión producida por las nitruraciones clásicas. Parece claro, que la dureza superficial obtenida sugiere la precipitación de CrN con consiguiente pérdida de inoxidable. El beneficio en las

propiedades mecánicas puede no compensar la pérdida de estas propiedades en aplicaciones diseñadas con este acero. No obstante, sería interesante el estudio del comportamiento a corrosión de X20Cr13 sometido a nitrocarburo + postoxidación.

5. FASE 2 ESTUDIO EXPERIMENTAL.

5.1. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL. FASE 2.

5.1.1. CONSIDERACIONES PREVIAS.

La Fase 2 de este trabajo consistió en la obtención de valores reales de la distorsión generada en procesos de nitruración reales, sobre piezas con geometrías críticas fabricadas por procesos industriales habituales en materiales de diseño común.

Los procesos sometidos a estudio fueron la nitrocarburation en baño de sales y la nitruración gaseosa, ambos en condiciones nominales de producción (temperatura, tiempo, potencial de nitruración). En este caso no se realizó estudio sobre nitruración asistida por plasma dado que es un proceso no realizado por la empresa promotora de este trabajo (o sus asociados). Tampoco se introdujeron variaciones sobre el ciclo nominal por no ampliar en exceso las variables de entrada, lo que podría dificultar la extracción de conclusiones.

Los materiales de fabricación sometidos a estudio fueron el acero al carbono C45E y el acero de baja aleación 42CrMo4, dado que son los que suponen mayor volumen de producción a VTN, S.L.. Se debe señalar que uno de los tipos de pieza hubo de fabricarse en acero 40CrMnMo7 en sustitución de 42CrMo4, dado que el formato bruto de partida, necesario según la geometría de la pieza, no era propio de este último acero. Dada la composición del acero 40CrMnMo7 (mayor contenido en Cr $\approx +1\%$ y en Mn) era esperable un mayor grado de nitruración, hablando en términos de capacidad de precipitación de nitruros de elementos aleados, pero bastante similar en cuanto a mecanismo principal de nitruración al acero de referencia. Se extenderá la descripción de este acero en apartados siguientes.

De forma complementaria, se consideró de interés la investigación de la variación de las deformaciones generadas en función del estado microestructural previo. Se adoptó esta decisión debido a la suma importancia de las tensiones residuales previas sobre la distorsión efectiva final producida por el proceso de nitruración.

Tal y como se señaló en la discusión del estado del arte, la deformación final tendrá dos componentes: uno, propio e inevitable del proceso de nitruración; y otro, generado por la relajación de tensiones que el ciclo térmico del tratamiento producirá. Un diseño adecuado del proceso global de fabricación minimizará este último término, que en casos no muy extremos, alcanzaría valores superiores al primero, falseando la percepción sobre las distorsiones producidas por el tratamiento termoquímico.

Por ello, las piezas fueron sometidas a los procesos de nitruración en tres estados microestructurales diferentes, los cuales fueron generados durante el proceso de fabricación. Estos estados fueron: ferrítico/perlítico, martensita revenida y una modificación de los anteriores por tratamiento térmico de relajación de tensiones. Este último, conocido como *estabilización* en el lenguaje industrial común. El tratamiento de estabilizado se realizó sobre una estructura ferrítico/perlítica o martensítica anterior, en función de la condición habitual de manufactura de cada tipo de material (C45E-ferrítico/perlítica; 42CrMo4/40CrMnMo7-martensita revenida).

La geometría de diseño de las piezas (la cual se describe con mayor extensión en apartados siguientes) fue elegida en base a tres criterios:

- Basicidad; con el fin de ser trasladables los resultados a piezas de geometría más compleja, al menos cualitativamente.
- Contención de elementos geométricos comunes en piezas: taladros circulares, defectos de masa de otra índole.
- Criticidad; forma geométrica común en combinación con espesores de pared reducidos y/o elevada tasa volumen defecto de masa/volumen global de pieza que fuesen susceptibles de deformación perceptible tras proceso de nitruración. Tal y cómo se señaló en la discusión sobre antecedentes la combinación de estos factores harían predecible una distorsión macroscópica que no se produciría en piezas másicas sometidas a nitruración.

En base a lo anterior, se diseñaron tres tipos de pieza: anillo de diámetro medio con espesor de pared reducido respecto al mismo; pieza cilíndrica con gran defecto de masa interior; pieza plana con varios defectos de masa(tres taladros circulares interiores y defecto de proyección rectangular abierto).

Finalmente, y como condicionante final del diseño del proceso experimental, se consideró que las piezas debían fabricarse mediante operaciones y parámetros comunes de fabricación, con el fin de obtener piezas cuyo estado tensional final fuese representativo de elementos reales. Por ello, se dejó libertad de elección del proceso de fabricación a la empresa seleccionada para el trabajo, con registro de dichos parámetros a modo de referencia y trazabilidad. Todo ello se especificará en apartados subsiguientes o apéndices a este TFM.

Como conclusión, señalar que el fin de esta fase experimental no fue en ningún momento la obtención de una correlación (geometría/resto de condiciones de diseño/tipo de proceso termoquímico) que permitiese establecer una generalización de referencia a este respecto. Esto es un objetivo que se sabía a priori imposible, y se recomienda un estudio particular para cada diseño. Se pretendía vislumbrar y estimar el orden de magnitud real de las distorsiones producidas por estos procesos superficiales, así como valorar la importancia cualitativa de los factores de diseño del proceso global de fabricación. A efectos prácticos también, proporcionar al promotor de este TFM una herramienta valorativa de sus procesos industriales.

5.1.2.METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.

El proceso experimental de la Fase 2 fue conceptualmente simple. Se efectuaron mediciones de las dimensiones críticas de los elementos geométricos relevantes para cada pieza una vez fabricada antes de someterlas a los procesos termoquímicos de destino y una vez realizados estos tratamientos. Se consideró que estos elementos críticos sufrirían distorsiones dimensionales perceptibles tras ser sometidos a nitruración/nitrocarburoción.

Las dimensiones críticas de cada tipo de pieza fueron las siguientes:

- Anillos:
 - Diámetro interior.
 - Diámetro exterior.

- Casquillo:
 - Altura defecto de masa.
 - Anchura defecto de masa.
- Pieza 3:
 - Diámetro taladro 60 mm.
 - Diámetro taladro 30 mm.
 - Diámetro taladro 10 mm.
 - Altura defecto de masa 70x70mm (considerando alzado de la pieza).

Las deformaciones esperables estarían, según la literatura referenciada anteriormente, en el rango de 0,01-0,200 mm. Con el fin de obtener unos resultados de aplicación práctica real, se decidió ejecutar las mediciones con instrumentos de medida disponibles en cualquier taller de mecanizado, huyendo de instrumental más sofisticado y preciso. El instrumental elegido tiene rangos de precisión del orden de 0,005-0,03 mm, por lo que podría ser posible que, los resultados obtenidos de distorsión de los elementos geométricos, cayesen dentro de la incertidumbre de los instrumentos de medida y, por tanto, no pudiesen extraerse conclusiones aceptables. En cualquier caso, la concurrencia de esta circunstancia no daría al traste con el objetivo de este trabajo dado que, en su caso, las distorsiones producidas se considerarían despreciables desde un punto de vista práctico de fabricación.

Por todo lo anterior, se estimó imprescindible el planteamiento de un proceso de medida complejo que incluyese: calibración de los instrumentos de medida (con cálculo de las incertidumbres del instrumento de medida), realización de un proceso de medida suficientemente amplio desde el punto de vista estadístico (al menos diez mediciones de cada elemento geométrico de cada pieza) (cálculo de la incertidumbre de cada bloque de medición) y tratamiento estadístico de los datos obtenidos.

Instrumentos de medida y proceso de calibración.

Para la calibración de cada instrumento de medida se utilizaron dos tipos de patrones diferentes:

- Dimensiones rectas interiores o exteriores: Bloques patrón MITUTOYO cerámicos-Grado 1-Nº de serie 300741 con incertidumbre certificada de 0,25 μm .
- Diámetros interiores: Anillos patrón BOWERS y MITUTOYO con incertidumbre certificada de 0,40 μm .

Los instrumentos utilizados fueron (en función del tipo de elemento geométrico):

- Anillos:
 - Diámetro interior: Alexómetro de interiores INPESA/Rango 130-140mm / Resolución 0,01mm. (Cal-Ins 1).
 - Diámetro exterior: Micrómetro de exteriores INPESA/Rango 150-175mm / Resolución 0,01mm. (Cal-Ins 2).
- Casquillo:
 - Altura defecto de masa. Pie de Rey TWIN-CAL IP67/ Rango 0-150mm / Resolución 0,01mm. (Cal-Ins 3).

- Anchura defecto de masa. Pie de Rey TWIN-CAL IP67/ Rango 0-150mm / Resolución 0,01mm. (Cal-Ins 4).
- Pieza 3:
 - Diámetro taladro 60 mm. En este caso fue necesaria la utilización de dos tipos de instrumentos, puesto que se detectó cierta ovalidad en los diámetros en alguna de las piezas producida por relajación de tensiones durante el proceso completo de fabricación y que se decidió no corregir debido a los plazos del trabajo:
 - Micrómetro de interiores de tres contactos MITUTOYO/ Rango 50-70 mm / Resolución 0,001mm. (Cal-Ins 5).
 - Alexómetro de interiores INPESA/Rango 55-65 mm / Resolución 0,01mm. (Cal-Ins 6).
 - Diámetro taladro 30 mm. Micrómetro de interiores de tres contactos BOWERS/ Rango 30-40 mm / Resolución 0,005 mm. (Cal-Ins 7)
 - Diámetro taladro 10 mm. Micrómetro de interiores de tres contactos MITUTOYO/ Rango 10-12 mm / Resolución 0,001mm. (Cal-Ins 8).
 - Altura defecto de masa 70x70mm (considerando alzado de la pieza). Pie de Rey TWIN-CAL IP67/ Rango 0-150mm / Resolución 0,01mm. (Cal-Ins 9)

Dado que los resultados de las medidas iban a estar en un intervalo pequeño del nominal de cada dimensión se decidió realizar una calibración de cada instrumento en un solo punto de medida; a saber, el nominal de cada elemento geométrico.

El proceso de calibración y cálculo de la incertidumbre del proceso de medida se basó en la guía GUM publicada por el Centro Español de Metrología (CEM)[52], el procedimiento de calibración editado por el CEM para micrómetros interiores de dos contactos[53] y el artículo M.Pérez et al[54], aclaratorio de la GUM.

Se realizó una calibración de forma previa a cada serie de mediciones. Es decir, en las mediciones antes de nitruración y en las posteriores a ésta.

A modo de resumen, el proceso realizado fue:

1. Realización de 10 medidas con cada instrumento de la combinación de patrones que reprodujese la dimensión nominal de cada elemento geométrico. Hay que tener en cuenta que algún caso de uso de los bloques cerámicos hubo que combinar dos de ellos.
2. Cálculo de la incertidumbre expandida de cada instrumento según lo siguiente:

- $U_{instrumento} = k \cdot u_c(instrumento)$, dónde

- $U_{instrumento}$ - incertidumbre expandida del instrumento
- k = factor de cobertura=2(recomendado para un nivel de confianza del 95%)
- $u_c(instrumento)$ =incertidumbre combinada del instrumento, que

$$u_c(instrumento) = \sqrt{(CS \cdot u)_{patron}^2 + (CS \cdot u)_{resolución instrumento}^2 + (CS \cdot u)_{calibración}^2}$$

dónde,

CS-coeficiente de sensibilidad de cada elemento contribuidor de incertidumbre-1 para los dos últimos términos y (-1) para el primer término.

u(x)- contribuciones a la incertidumbre de los elementos susceptibles de introducir error en el proceso de calibración. Esto es, el patrón, el proceso de calibración y la resolución del instrumento de medida.

$u(\text{patrón}) = \text{Incertidumbre del patrón}/2$ (2 es el factor de cobertura del patrón)

$u(\text{resolución instrumento}) = \text{Resolución de cada instrumento}/\sqrt{12}$ (este es el factor recomendado por GUM debido a la distribución de probabilidad de los errores cometidos debido a este factor)

$u(\text{calibración}) = s_{\text{calibración}}/\sqrt{n}$ (s-desviación estándar de la serie de medidas del patrón y n número de repeticiones de la serie (será 10 casi en todos los casos)).

3. Cálculo del factor de corrección del instrumento de medida. Este factor, medida del error sistemático del equipo de medida, se utilizará en el proceso estadístico de obtención de los estadísticos representativos de cada serie de medidas del elemento geométrico correspondiente, sumándolo (con signo contrario) al resultado de cada medida individual, minimizando así el error introducido por el instrumento de medida. Se obtiene según la siguiente ecuación:

$C_c = d_p - \bar{d}_{ins}$, dónde

d_p = desviación del patrón-incertidumbre del patrón

\bar{d}_{ins} = desviación del proceso de calibración al nominal del patrón = promedio de las desviaciones de cada repetición del proceso de calibración al nominal del patrón

Los resultados deben expresarse con el mismo número de cifras significativas de la resolución de cada instrumento, y están en el formato:

$C_c \pm U_{\text{instrumento}}$ (con C_c ya con el signo cambiado) [mm]

El redondeo utilizado fue conservador en el término de incertidumbre: para cifra siguiente a la significativa con valor superior a 4, se aumentaba en una unidad la significativa.

Se resume en la tabla siguiente los resultados de factores de corrección e incertidumbres de los instrumentos.

Instrumento	Calibración antes nitruración	Calibración después nitruración
Cal-Ins 1	-0,01±0,01	-0,01±0,01 (0,01±0,01)
Cal-Ins 2	0,02±0,01	0,07±0,01 (0,16±0,01)
Cal-Ins 3	-0,01±0,01	-0,01±0,01
Cal-Ins 4	0,00±0,01	-0,01±0,01 (0,00±0,01)
Cal-Ins 5	0,006±0,001	-0,002±0,001
Cal-Ins 6	-0,01±0,01	0,00±0,01
Cal-Ins 7	0,000±0,005	0,000±0,005
Cal-Ins 8	-0,006±0,001	-0,004±0,001
Cal-Ins 9	0,00±0,01	0,00±0,01 (0,00±0,01)

Tabla 5.1-1. Resumen resultados calibración instrumentos de medida.

Nota: Los valores entre paréntesis indican que se repitieron mediciones y, por tanto, calibraciones, al considerar ciertos resultados anómalos.

Los resultados obtenidos muestran una repetitividad de los instrumentos muy aceptable, dado que la incertidumbre expandida de todos ellos fue inferior a su resolución.



Fig 5.1-1. Bloques patrón cerámicos



Fig 5.1-2. Anillo patrón 30 mm



Fig 5.1-3. Calibración micrómetro exteriores para 150 mm



Fig 5.1-4. Calibración Pie de Rey para 70 mm

Proceso de medida.

El proceso de medida se ejecutó realizando al menos 10 repeticiones de medida de cada elemento geométrico crítico de cada pieza, antes y después de haberlas sometido a los procesos de tratamiento termoquímico.

Posteriormente se calcularon los siguientes estadísticos:

- Promedio de cada serie de medida.
- Desviación estándar de cada serie de medida ($s_{medición}$).
- Incertidumbre expandida de cada serie de medida. Ésta se calculó según la siguiente expresión:

$$U_{medición} = k \cdot u_c(medición) \text{ donde}$$

$k=2$ =factor de cobertura

$$u_c(\text{medición}) = \sqrt{(CS \cdot U_{\text{instrumento}})^2 + (CS \cdot u_{\text{medición}})^2}$$

CS-coeficiente de sensibilidad de cada elemento contribuidor de incertidumbre-1 para los dos términos.

u(x)- contribuciones a la incertidumbre de los elementos susceptibles de introducir error en el proceso de calibración. Esto es, el instrumento y el proceso de medida.

U(instrumento)= Incertidumbre expandida del patrón

u(medición)=s_{medición}/√n (s-desviación estándar de la serie de medidas del elemento y n número de repeticiones de la serie(será 10 casi en todos los casos)).

Los resultados obtenidos se presentan a modo de resumen como apéndice a este TFM.

Cabe señalar, no obstante, que los valores de las incertidumbres expandidas obtenidas excedían el valor de la resolución de los instrumentos. Aunque esto era esperable desde un punto de vista de la práctica en la medida aleatoria, se constató como seguro al comprobar que la ejecución de las medidas presentó dificultades prácticas, tanto por el manejo de los instrumentos como por la forma de los elementos geométricos

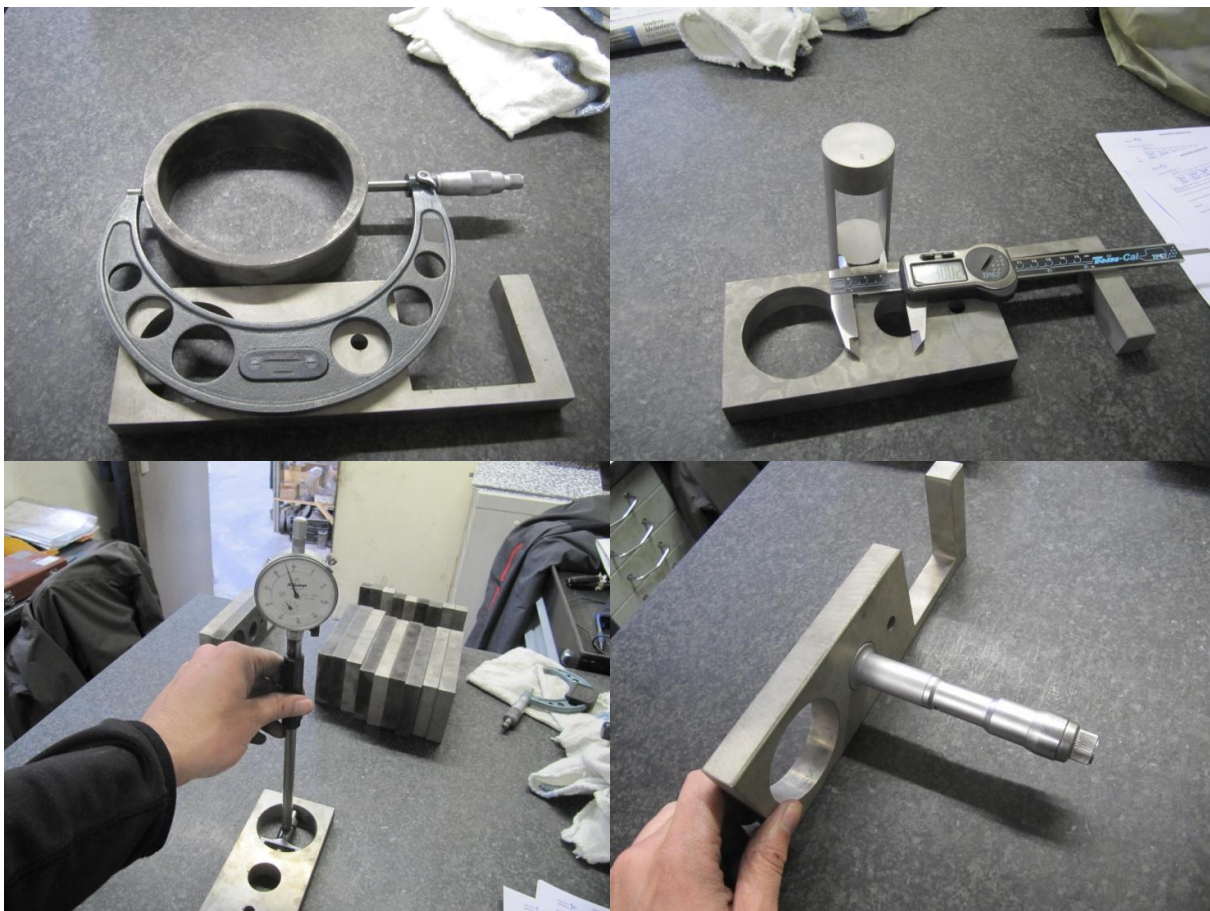


Fig 5.1-5. Ejemplos de ejecución de proceso de medida

Análisis estadístico y cálculo de distorsiones dimensionales.

Los resultados obtenidos tras el proceso de medida estuvieron dentro del rango esperado según la literatura revisada. Dado que estaban en el rango de la incertidumbre de los procesos de medición, obligaron a la realización de un análisis estadístico de los mismos para dar robustez y cierto nivel de fiabilidad a los valores que se concluyesen sobre las deformaciones producidas. Por ello se realizaron pruebas de hipótesis del tipo t-student que permitiesen discernir si había diferencia entre las series de medida de un elemento geométrico particular de antes y después del proceso de nitruración. Se ha denominado a esta vía-Cálculo distorsiones con criterio estadístico (CDCE).

Por otro lado, con la intención de no alejarse de una práctica real industrial, en la cual el análisis estadístico de los datos de medición no está aun lo suficientemente implantada, también se realizó un cálculo de las distorsiones sin el análisis estadístico referido. Se consideró además que realizar este proceso podría dar una idea sobre tendencias en los valores de deformación al realizar una comparativa global entre las combinaciones Pieza/elemento geométrico/Tipo material/Estado microestructural inicial/Tipo de nitruración. A esta vía se denominó- Cálculo distorsiones sin criterio estadístico (CD).

Todos los resultados se presentan resumidos y los reportes de las pruebas estadísticas realizadas se adjuntan como apéndice a este trabajo.

Cálculo distorsiones sin criterio estadístico (CD)- En este caso se estimaron las distorsiones como diferencia simple de los valores promedios representativos de la medida de cada elemento geométrico, antes y después de nitruración claro está.

Los valores se expresaron como:

Distorsión=(Promedio medida después nit-Promedio medida antes nit) \pm Intertidumbre expandida Distorsión (U_D).

En este caso, según la guía GUM, al tratarse de una magnitud indirecta

$$U_D = k \cdot u_c(\text{distorsión}) \quad \text{dónde}$$

$k=2$ =factor de cobertura

$$u_c(\text{distorsión}) = \sqrt{(CS \cdot u_c(\text{medición}))_{\text{antes nit}}^2 + (CS \cdot u_c(\text{medición}))_{\text{después nit}}^2}$$

CS-coeficiente de sensibilidad de cada elemento contribuidor de incertidumbre-(-1) para el primer término y (+1) para el segundo.

$u_c(x)$ - incertidumbre **combinada** de cada término de la expresión de cálculo de la deformación.

Cálculo distorsiones sin criterio estadístico (CDCE)- En este caso se realizaron pruebas de hipótesis t-student de comparación de muestras independientes. Estas pruebas permiten asegurar (con un nivel de significación determinado) si las medias de dos muestras obtenidas de forma independiente son iguales (u otro criterio alternativo). Traduciendo al estudio en cuestión, discernir si se puede afirmar que ha habido distorsión tras el proceso de nitruración o no. Para su ejecución se utilizó el conocido software Statgraphics (v. XVII)

El tipo de muestra realizada fue con asunción de varianzas de las muestras diferentes. Aunque era esperable que las varianzas de las muestras fuesen similares, dado que se intentó reproducir el método de medida antes y después de nitruración, en este caso la robustez de los resultados sería mayor.

El nivel de significación elegido fue 0,05 (nivel de confianza del 95%).

La fiabilidad de los resultados de estas pruebas depende de la normalidad de las muestras. El software calcula los parámetros (sesgo y curtosis estandarizados) y califica la adecuación (normalidad) de las muestras.

Básicamente, la prueba consiste en un contraste de hipótesis (H_0 y H alternativa).

Con el fin de ser conservador en las afirmaciones sobre las distorsiones, viendo la variabilidad de las mediciones individuales realizadas, el contraste de hipótesis fue el siguiente:

- H_0 - | Media dimensión elemento después nitruración- Media dimensión elemento después nitruración | = Valor mayor de las incertidumbres expandidas de ambos procesos de medida. Si no se podía rechazar la hipótesis nula se consideraba que las medias muestras eran estadísticamente iguales y, por tanto, el valor de distorsión asignado era nulo. Se utilizó como criterio el valor de incertidumbre expandida al aproximar este valor al intervalo de confianza (aunque son términos estadísticos diferentes por definición) y considerar que si el solape entre ambos incluía al valor medio no podía afirmarse que estos valores fuesen diferentes.
- $H_{\text{alternativa}}$ - Se rechaza la hipótesis nula, considerando que se puede afirmar estadísticamente que hay diferencia entre las medias de las muestras y, por tanto, se ha producido distorsión.

El criterio elegido resulta excesivamente estricto desde el punto de vista estadístico pero, dado que paralelamente se realizó un análisis de los datos sin ningún criterio, era razonable imponer un criterio muy conservador.

Los valores se expresaron de igual manera que en el CD, pero en este caso, cuando la hipótesis nula no se podía rechazar, el valor de distorsión asignado fue 0.

Estimación de factores significativos en la distorsión. Diseño de Experimentos.

Una vez obtenidos los valores de distorsión mediante ambos procedimientos (CD y CDCE) se deseaba poder indicar, al menos de forma cualitativa, la influencia de las variables de diseño del proceso en dichos valores. Los factores de diseño de interés eran características del elemento geométrico (tipo de piezas, dimensión principal y espesor de pared), tipo de material de fabricación, microestructura inicial y tipo de tratamiento termoquímico.

Debido a los rangos de valores de las distorsiones obtenidos, así como al elevado número de niveles de cada factor, un análisis intuitivo resultaba muy complicado.

Por ello se decidió seguir la siguiente estrategia:

- No se consideró relevante el tipo de pieza, procediendo a realizar los subsiguientes análisis por elemento geométrico.

- Solo se estudió la influencia de la dimensión característica del elemento geométrico de interés y del espesor de pared para el elemento geométrico taladro circular, puesto que era una unidad geométrica de la que se disponía de varios niveles (diámetros 10, 30 y 60 mm en la Pieza 3, y también diámetro interior de Anillo). Los otros elementos geométricos se consideraron demasiado dispares como para realizar un estudio concluyente en algún sentido.
- Para las variables de diseño tipo de material, estado microestructural inicial y tipo de nitruración se consideró adecuada la realización de un Diseño de Experimentos(DOE) con el software Statgraphics. Estos factores tenían los niveles suficientes (2, 3 y 2 respectivamente) para plantear un análisis de este tipo. También, el carácter categórico de los mismos no ofrecía otras alternativas claras para la obtención de unas conclusiones significativas desde un punto de vista estadístico. Se consideró la realización de un DOE por cada elemento geométrico. Se realizó una serie de DOEs para los resultados obtenidos por la vía CD y por la vía CDCE con el fin de ver si las conclusiones eran las mismas, o variaban al considerar algunas distorsiones como nulas desde el punto de vista estadístico.

DOE (material,estado microestructural,tipo nitruración)

El diseño se planteó en base a [55]:

- Diseño de experimentos para varios factores categóricos.
- Variables de respuesta: 1- Distorsión estimada del elemento geométrico.
- Factores de diseño: 3
 - Tipo de material: 2 niveles (C45E y 42CrMo4 ó 40CrMnMo7)
 - Estado estructural inicial: 3 niveles (Ferrítico/perlítico, Estabilizado térmicamente, Martensítico). Realmente el nivel Estabilizado Térmicamente debería tener dos subniveles dado que se parte de dos estructuras diferentes según el acero en cuestión, pero dado que el objetivo era valorar la influencia de la realización de este tratamiento térmico previo a la nitruración, se consideró un único nivel.
 - Tipo de nitruración: 2 niveles (nitrocarburation en baño de sales y nitruración gaseosa).
- Interacciones: consideradas hasta grado 2
- Grados de libertad del error. Para que los cálculos derivados de este proceso tengan cierta validez es necesario que el cálculo del error disponga de determinados grados de libertad. Estrictamente hablando, habría que haber realizado dos réplicas de cada experimento, es decir, haber fabricado dos piezas por cada combinación de diseño. No obstante, dado que el objetivo de este análisis es cualitativo, se optó por la realización de cierto artificio en la introducción de datos, recalculando dos distorsiones para cada elemento geométrico, partiendo de forma aleatoria en dos las muestras del proceso de medición.

El programa de análisis estadístico proporciona un gran número de gráficos y tablas de respuesta. En este trabajo se consideraron como relevantes los siguientes:

- Tabla ANOVA. Proporciona los p-valor de las pruebas estadísticas realizadas y categoriza los factores en cuanto a su significancia. Realmente es la salida

principal que permite realizar afirmaciones categóricas con un nivel de confianza determinado (95% en este caso).

- Gráfico ANOVA. Es una representación gráfica de la anterior. Permite una visualización del nivel de significación comparativo entre los factores. A mayor divergencia sobre los residuos calculados por el programa y entre los niveles de cada factor, mayor significación del factor
- Tablas de Pruebas de Múltiples Rangos (basadas en pruebas estadísticas de mayor complejidad-LSD, Bounferroni, etc..) y Gráficos de interacción. Aunque su interpretación física es difícil y debe tomarse con cautela, permiten estimar de forma intuitiva la tendencia en los valores de la variable de respuesta con el cambio de niveles de los factores. Esto es, en el caso de este estudio, si la distorsión aumenta, disminuye o presenta gran diferencia al variar los niveles de las variables de diseño.

Los resultados resumidos e interpretaciones se presentan en el apartado correspondiente. Se incluyen como apéndice los reportes de Statgraphics.

5.2. CONDICIONES ESPECÍFICAS. FASE 2.

5.2.1. TIPO DE PIEZAS Y MATERIALES ESTUDIADOS.

Según lo referido anteriormente, se fabricaron tres tipos de piezas en dos (realmente tres) materiales diferentes.

Los tipos de pieza diseñados (cuyos planos de detalle se adjuntan como apéndice a este trabajo) fueron los siguientes:

- Anillo (denominadas de ahora en adelante como Anillo nº(1 a 12)):
 - Diámetro interior: 130 mm
 - Diámetro exterior: 150 mm
 - Altura: 40 mm

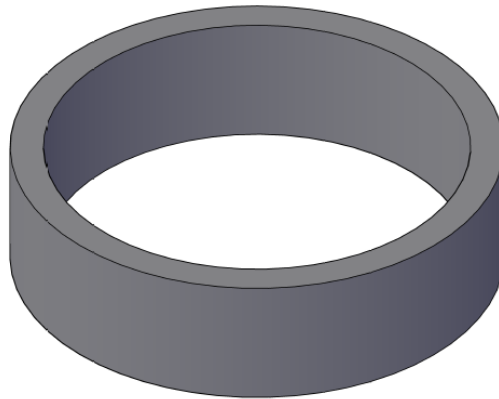


Fig 5.2-1. Pieza tipo anillo

- Cilíndricas con defecto masa interior(denominadas de ahora en adelante como Casquillo nº(1 a 12)):
 - Defecto de masa H:60mm x b:30 mm
 - Longitud: 100 mm
 - Diámetro: 40 mm

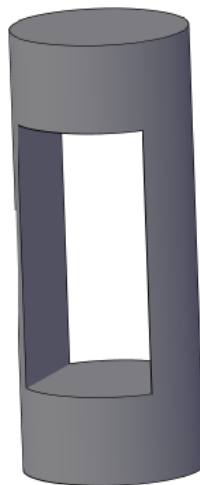


Fig 5.2-2. Pieza tipo Casquillo

- Planas con varios defectos masa (denominadas de ahora en adelante como Piezas 3 nº(1 a 12):
 - Longitud: 250 mm
 - Anchura: 80 mm
 - Espesor. 20 mm
 - Diámetro taladros: 10, 30 y 60 mm
 - Dimensiones defecto masa abierto: 70x70mm

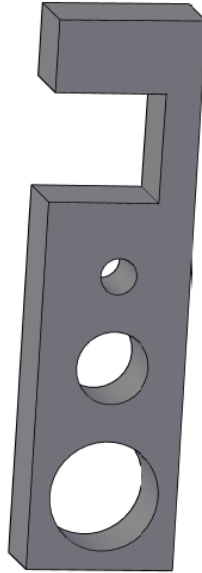


Fig 5.2-3. Pieza tipo P3

Se asignó una numeración para cada tipo de pieza según material/estado microestructural inicial y tipo nitruración de destino. Se presenta a continuación la tabla resumen con la identificación de piezas y características del material según fabricante.

Tipo pieza	Id pieza	Tipo acero	Estado microest.	Tratamiento destino	COMPOSICIÓN						PROPIEDADES MECÁNICAS		
					%C	%Mn	%Si	%Cr	%Mo	%V	Rp0,2[MPa]	Rm[MPa]	Dureza[HB]
Anillo	1	C45E	Ferrítico/perlítico	Nit sales	0,460	0,750	0,220	0,150	0,020	0,001	422,000	680,000	204,00
Anillo	2	C45E	Ferrítico/perlítico	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Anillo	3	C45E	Estabilizado T (F/P)	Nit sales	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Anillo	4	C45E	Estabilizado T (F/P)	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Anillo	5	C45E	Martensita revenida	Nit sales	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Anillo	6	C45E	Martensita revenida	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Anillo	7	42CrMo4	Martensita revenida	Nit sales	0,430	0,810	0,300	1,150	0,197	0,004	733,000	899,000	268
Anillo	8	42CrMo4	Martensita revenida	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Anillo	9	42CrMo4	Estabilizado T (M)	Nit sales	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Anillo	10	42CrMo4	Estabilizado T (M)	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Anillo	11	42CrMo4	Ferrítico/perlítico	Nit sales	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Anillo	12	42CrMo4	Ferrítico/perlítico	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“

Tabla 5.2-1. Identificación piezas Anillo y características materiales Fase 2.

Tipo pieza	Id pieza	Tipo acero	Estado microest.	Tratamiento destino	COMPOSICIÓN						PROPIEDADES MECÁNICAS		
					%C	%Mn	%Si	%Cr	%Mo	%V	Rp0,2[MPa]	Rm[MPa]	Dureza[HB]
Casquillo	1	C45E	Ferrítico/perlítico	Nit sales	0,460	0,750	0,220	0,150	0,020	0,001	422,000	680,000	204,00
Casquillo	2	C45E	Ferrítico/perlítico	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Casquillo	3	C45E	Estabilizado T (F/P)	Nit sales	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Casquillo	4	C45E	Estabilizado T (F/P)	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Casquillo	5	C45E	Martensita revenida	Nit sales	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Casquillo	6	C45E	Martensita revenida	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Casquillo	7	42CrMo4	Martensita revenida	Nit sales	0,430	0,810	0,300	1,150	0,197	0,004	733,000	899,000	268
Casquillo	8	42CrMo4	Martensita revenida	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Casquillo	9	42CrMo4	Estabilizado T (M)	Nit sales	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Casquillo	10	42CrMo4	Estabilizado T (M)	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Casquillo	11	42CrMo4	Ferrítico/perlítico	Nit sales	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Casquillo	12	42CrMo4	Ferrítico/perlítico	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“

Tabla 5.2-2. Identificación piezas Casquillo y características materiales Fase 2.

Tipo pieza	Id pieza	Tipo acero	Estado microest.	Tratamiento destino	COMPOSICIÓN						PROPIEDADES MECÁNICAS		
					%C	%Mn	%Si	%Cr	%Mo	%V	Rp0,2[MPa]	Rm[MPa]	Dureza[HB]
Pieza 3	1	C45E	Ferrítico/perlítico	Nit sales	0,470	0,730	0,240	0,160	0,020	-	422,000	684,000	208,00
Pieza 3	2	C45E	Ferrítico/perlítico	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Pieza 3	3	C45E	Estabilizado T (F/P)	Nit sales	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Pieza 3	4	C45E	Estabilizado T (F/P)	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Pieza 3	5	C45E	Martensita revenida	Nit sales	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Pieza 3	6	C45E	Martensita revenida	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Pieza 3	7	40CrMnMo7	Martensita revenida	Nit sales	0,370	1,350	0,300	1,870	0,189	-	-	-	300,00
Pieza 3	8	40CrMnMo7	Martensita revenida	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Pieza 3	9	40CrMnMo7	Estabilizado T (M)	Nit sales	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Pieza 3	10	40CrMnMo7	Estabilizado T (M)	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Pieza 3	11	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico	Nit sales	“	“	“	“	“	“	“	“	“
Pieza 3	12	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico	Nit gaseosa	“	“	“	“	“	“	“	“	“

Tabla 5.2-3. Identificación piezas Pieza 3 y características materiales Fase 2.

Se indicarán ahora características relevantes del acero 40CrMnMo7.

Ficha de características.

Generalidades

Acero aleado al Cr-Mn-Mo de baja aleación, particularmente, utilizado para la fabricación de moldes de plástico; normalmente se suministra ya tratado con una dureza aproximada de 280-325 HB.

Acero de relativa fácil maquinabilidad, de mejor pulido que el acero 1.2312, y más apto, también, para el texturizado. Se aplica en la construcción de moldes de tamaño medio y grande para la transformación de materias plásticas, placas y cajas para moldes, anillos exteriores para recipientes, etc. Otras aplicaciones y utilizaciones este acero, son la fabricación de elementos para la construcción de maquinaria y útiles en general que necesiten una resistencia (Rm) de uso aproximada de 900-1050 MPa.

Equivalencias

EN	DIN	ANFOR	ASTM/AISI/SAE
40CrMnMo7/1.2311	40CrMnMo7	35CMD7	P20

Normas: DIN 17350

Tabla 5.2-4. Equivalencias principales de denominación acero 40CrMnMo7

Propiedades mecánicas

Suministrador	CARACTERÍSTICAS MECÁNICAS							
	Dimensiones [mm]	Estado	Rp(0,2)[Mpa]	Rm[Mpa]	Alargamiento [%]	Estricción[%]	Energía absorbida (T =298K)[J]	Dureza
Thyssen Krupp		Temple y Revenido		1140				36 HRc(revenido 873K)
Aceros IMS		Temple y Revenido						300 HB(bonificado)
ABRAMS		Temple y Revenido		1100				325 HB(bonificado)
UDDEHOLM		Temple y Revenido	900	1020				325 HB(bonificado)

Tabla 5.2-5. Características mecánicas acero 40CrMnMo7 (o equivalente) según fabricantes [57][58][62][63]

Tratamientos térmicos

Acero de buena templabilidad, muy recomendado para temple superficial.

	Temperatura [K]	Enfriamiento
Recocido eliminación tensiones	823-923(2 h)	Lento hasta 773 K-luego aire
Temple	1113-1143	Aceite
Revenido	853-923 K (recomendable doble revenido)	Aire

Tabla 5.2-6. Condiciones de tratamientos térmicos recomendadas acero 40CrMnMo7 (o equivalente)

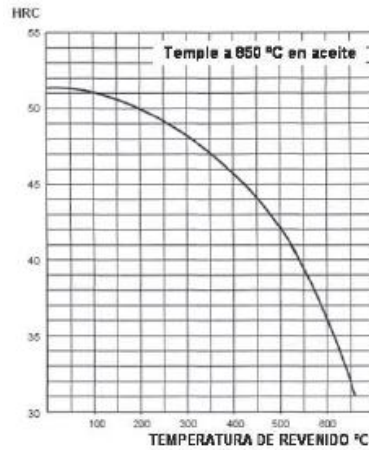


Fig 5.2-4. Diagrama revenido acero 40CrMnMo7[58]

5.2.2.CONDICIONES PROCESO FABRICACIÓN Y NITRURACIÓN.

En apéndice a este trabajo (A.2) se detallan las condiciones de fabricación (mecanizado y tratamientos térmicos intermedios), así como los parámetros de los procesos de nitruración a los que fueron sometidas las piezas.

Baste señalar que, según el tipo de pieza y estado microestructural inicial, el proceso de fabricación variaba, dado que resultaba necesario realizar tratamientos térmicos intermedios para la obtención de la misma. A saber, temple y revenido, recocido de regeneración y estabilizado.

Todas las piezas fueron fabricadas por métodos de mecanizado elegidos por el industrial designado. Dichas técnicas fueron torneado, fresado y rectificado en condiciones y con equipos convencionales de fabricación, con el fin de obtener piezas “comunes”. Se ha de señalar que el defecto de masa interior de las piezas Casquillo fue ejecutado por electroerosión, dado que el industrial lo consideró como la técnica preceptiva.

Las condiciones de nitruración fueron las nominales empleadas en la Fase 1 de este TFM.



Fig 5.2-5. Desbaste taladros 30 mm Pieza 3



Fig 5.2-6. Desbaste defecto de masa 70x70mm Pieza 3

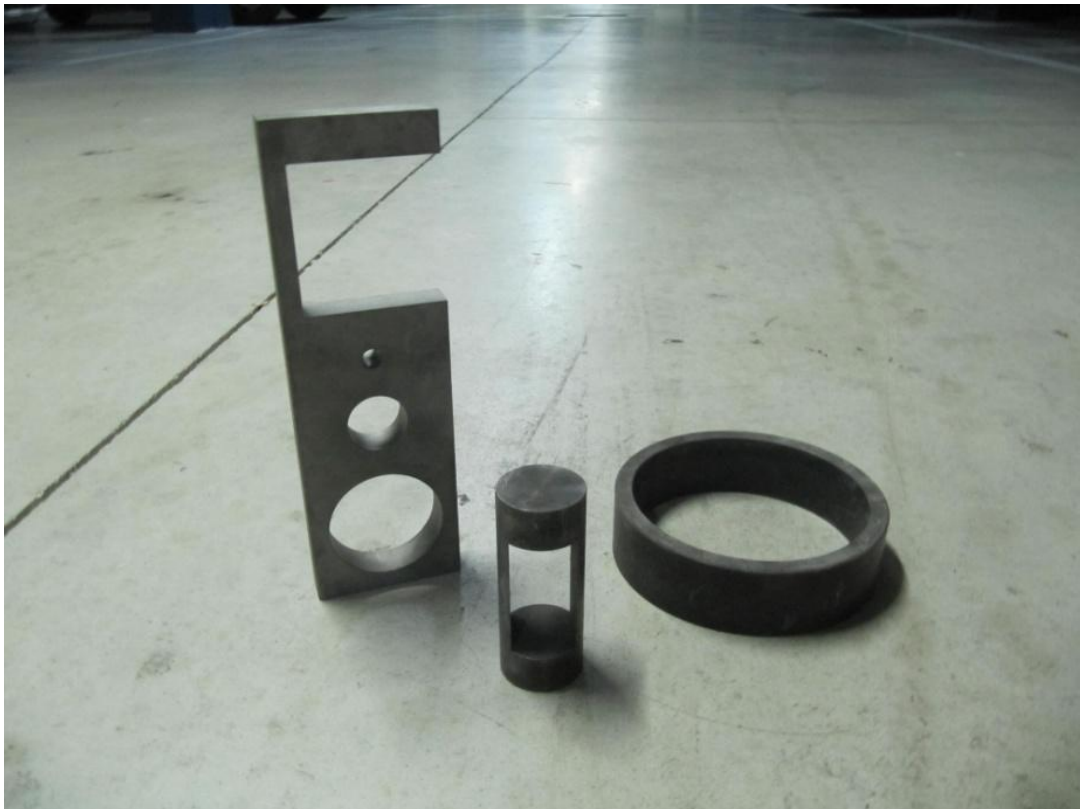


Fig 5.2-7. Ejemplos piezas Anillo, Casquillo y P3 nituradas.

5.3. RESULTADOS PROCESO EXPERIMENTAL FASE 2. DISCUSIÓN

5.3.1. RESULTADOS DE PROCESO DE MEDICIÓN.

Se presenta como apéndice (A.3) a este trabajo las tablas resumen con los resultados de las mediciones realizadas a todos los elementos geométricos antes y después de haberlas sometido a los tratamientos termoquímicos.

Los resultados proporcionados estarán en el formato:

Promedio dimensión elemento geométrico \pm Incertidumbre expandida del proceso de medición.

5.3.2. ESTIMACIÓN DE DISTORSIONES. DISCUSIÓN INICIAL.

Según lo indicado anteriormente, las distorsiones se calcularon mediante dos procesos de análisis CD y CDCE para cada elemento geométrico y combinación de factores de diseño de cada pieza. Se presentan las tablas resumen en apéndice a este trabajo (A.4) que incluyen las distorsiones obtenidas según las dos vías, con traducción de las pruebas estadísticas t-student en los siguientes términos:

-VERDADERO- existe evidencia estadística de diferencia entre las medias de las muestras. Por tanto, ha habido distorsión.

-FALSO- no existe evidencia estadística de diferencia entre las medias de las muestras. Por tanto, se considera como nula la distorsión.

Se presentan en los apéndices complementarios (B.3) dos ejemplos de las salidas del software Statgraphics para las pruebas t-student descritas: un ejemplo para aceptación y otro para rechazo de hipótesis nula.

Piezas Anillo

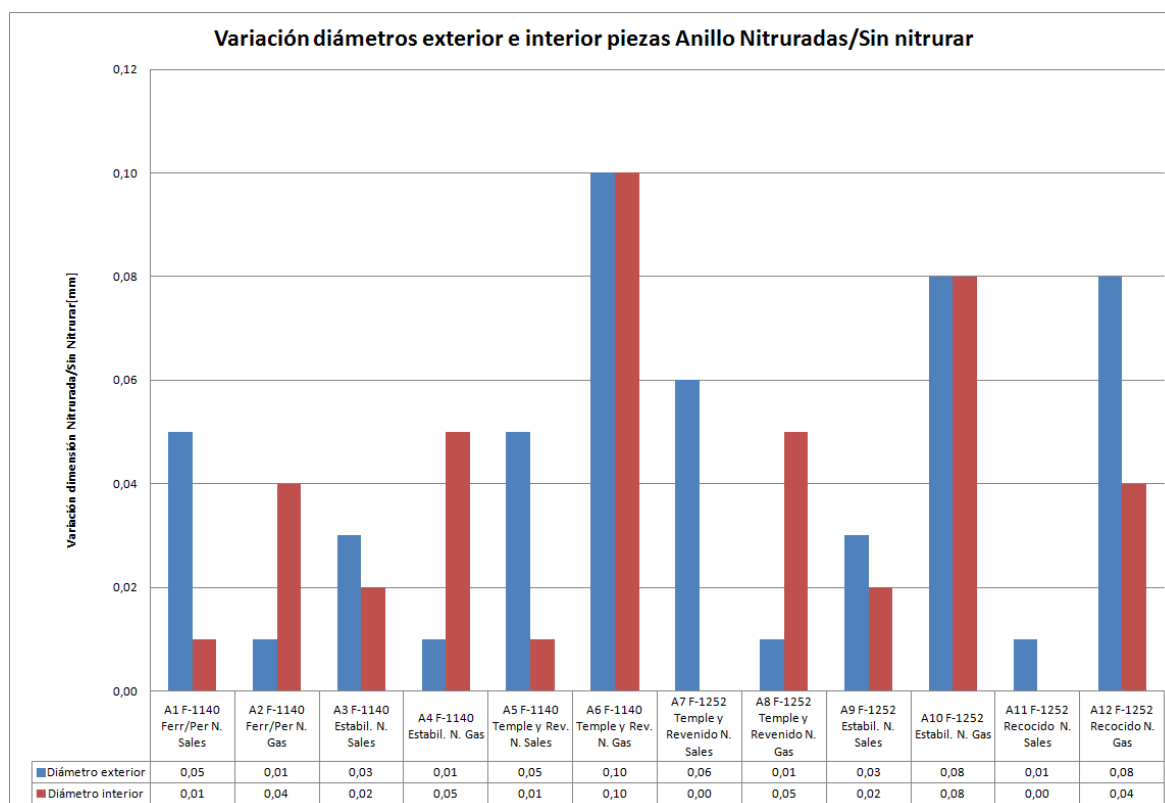


Fig 5.3-1. Comparativa distorsiones diámetros exterior e interior Anillo según piezas (combinaciones de diseño) (F-1140-C45E/F-1252-42CrMo4) según proceso análisis CD

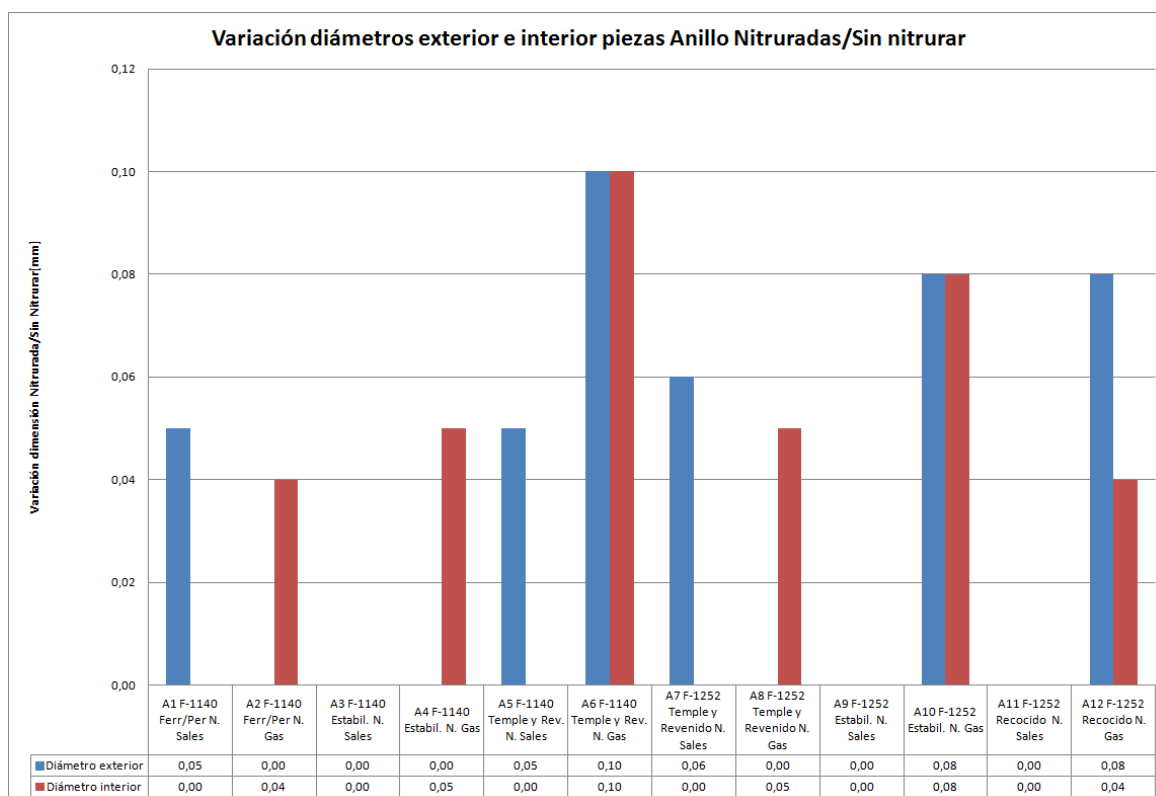


Fig 5.3-2. Comparativa distorsiones diámetros exterior e interior Anillo según piezas (combinaciones de diseño) (F-1140-C45E/F-1252-42CrMo4) según proceso análisis CDCE

Las primeras conclusiones que se pueden extraer son las siguientes:

- Las deformaciones se han producido y son, en general, detectables por instrumentos de medición convencionales.
- Se ha producido un crecimiento del diámetro exterior y del diámetro interior, lo que contradice lo señalado en parte de la literatura que predeciría una reducción del diámetro interior. Es decir, lo que significaría crecimiento volumétrico neto claro de la pieza. No obstante hay que tener en cuenta que lo anterior se produciría si no existiesen tensiones residuales previas en la pieza. Por lo que parece, el proceso de nitruración, y su consecuente ciclo térmico tienen un efecto neto contrario. De todos modos, lo positivo es la tendencia repetitiva de crecimiento, que permite generalizar que se repetiría en la fabricación de piezas de este tipo, las cuales serán ejecutadas de forma similar cuando el proceso de fabricación sea mecanizado.
- Los rangos de deformaciones son:
Diámetro exterior- 0,01-0,10 mm(promedio 0,04 mm)
Diámetro interior- 0,01-0,10 mm(promedio 0,04 mm)
Para poner en perspectiva estas distorsiones respecto a las tolerancias de fabricación normalizadas, y considerando al diámetro interior como agujero y al exterior como eje, teniendo en cuenta las especificaciones de fabricación impuestas a las piezas:
Dexterior- $\phi 150h9$ -Límites de tolerancia de fabricación: 149,900-150,000 mm. La distorsión produciría el incumplimiento seguro de especificación si no se fabrica previendo el crecimiento. Si se fabricase en defecto, podría ocurrir que no se cumpliese aunque sólo en los casos extremos.
Dinterior- $\phi 130H7$ - Límites de tolerancia de fabricación: 130,000-130,040 mm. En este caso la probabilidad de incumplimiento si se fabricase sin tener en cuenta las distorsiones sería menor, al ser el límite de tolerancia positivo respecto del nominal. No obstante, sería bastante probable el incumplimiento dado el mayor rango de distorsiones respecto del rango de tolerancia.
Parece claro que para ejes o agujeros con calidad superior a IT9 sería imprescindible un diseño del proceso de fabricación meditado.

- No está clara la tendencia en cuanto a deformación global de la pieza. Atendiendo solamente a la variación de diámetros. La variación de volumen de la pieza será proporcional a :

$$\Delta V \propto \Delta \text{Espesor} = \Delta D_{\text{exterior}} - \Delta D_{\text{interior}}$$

PIEZA	$\Delta \text{Espesor}$	
	CD	CDCE
1	0,04	0,05
2	-0,03	-0,04
3	0,01	0,00
4	-0,04	-0,05
5	0,04	0,05
6	0,00	0,00
7	0,06	0,06
8	-0,04	-0,05
9	0,01	0,00
10	0,00	0,00
11	0,01	0,00
12	0,04	0,04

Tabla 5.3-1 Variación de espesor tras nitruración

- En términos generales la deformación absoluta parece alcanzar valores mayores para el diámetro exterior que para el interior (aun siendo los promedios iguales).
Deformación acumulada Dexterior- 0,52 mm(CD); 0,42 mm(CDCE)
Deformación acumulada Dinterior- 0,42 mm(CD); 0,36 mm(CDCE)
- Tanto para el diámetro exterior, como para el diámetro interior, el proceso de nitruración gaseosa parece producir mayor deformación. Este hecho se manifiesta de forma particularmente clara para el diámetro interior y observando el análisis con criterio estadístico, en el cual se podía afirmar estadísticamente que todas las piezas sometidas a nitruración gaseosa sufrieron distorsión y al contrario para las que fueron sometidas a nitrocarburo salina.
Deformación acumulada Dexterior-Nit Sales- 0,23 mm(CD); 0,16 mm(CDCE)
Deformación acumulada Dexterior-Nit Gas- 0,29 mm(CD); 0,26 mm(CDCE)
Deformación acumulada Dinterior-Nit Sales- 0,06 mm(CD); 0,00 mm(CDCE)
Deformación acumulada Dinterior-Nit Gas- 0,36 mm(CD); 0,36 mm(CDCE)
- Lo anterior puede relacionarse directamente con los resultados obtenidos en el estudio comparativo de la Fase 1 y concluir que la nitruración, por si sola, puede provocar distorsiones. Esta afirmación se fundamenta en el hecho de que la nitruración gaseosa se realizó a menor temperatura que la nitrocarburo salina, lo que en conjunto con el hecho de que el ciclo térmico no tuvo influencia en la microestructura de las probetas analizadas (durezas de núcleo similares entre las probetas nitruradas y de control y entre los procesos de nitruración), parece limitar los efectos del ciclo térmico en estas deformaciones. En cambio, las probetas nitruradas gaseosamente tenían capas efectivas mucho mayores que las nitrocarburo salinamente (consecuencia de un tiempo de operación mucho más

largo), por lo que podría afirmarse que hay una relación directa entre el nivel de nitruración y la distorsión originada.

- Se puede afirmar con cautela que, en el caso de la nitruración salina, la realización de un tratamiento térmico previo de estabilización reduce la deformación final. De hecho para las piezas fabricadas en ambos aceros la distorsión se consideró nula para ambos diámetros según el análisis CDCE. Acudiendo al análisis CD, estaría claro para el diámetro exterior, pero no para el interior. El efecto moderador podría deberse al efecto combinado de dos eventos: por un lado la menor deformación general producida por la nitrocarburation salina; por otro lado, al ser el proceso de nitrocarburation salina efectuado a una temperatura superior, la realización de tratamientos térmicos de alivio de tensiones previamente, tendría mayor efecto relativo respecto a las piezas a las que no se les hubiese realizado.

Deformación acumulada D exterior-Estabilizado- 0,15 mm(CD); 0,08 mm(CDCE)

Deformación acumulada D exterior-Ferrítico/perlí- 0,15 mm(CD); 0,13 mm(CDCE)

Deformación acumulada D exterior-Martensítico- 0,22 mm(CD); 0,21 mm(CDCE)

Deformación acumulada D interior-Estabilizado- 0,17 mm(CD); 0,13 mm(CDCE)

Deformación acumulada D interior -Ferrítico/perlí- 0,08 mm(CD); 0,09 mm(CDCE)

Deformación acumulada D interior -Martensítico- 0,16 mm(CD); 0,15 mm(CDCE)

- Asumiendo como verdadera esta hipótesis, podría estimarse que la distorsión producida en las piezas por la nitrocarburation pura sería la producida en las piezas tratadas térmicamente.

Deformación nitrocarburation piezas D exterior C45E y 42CrMo4-0,03 mm

Deformación nitrocarburation piezas D interior C45E y 42CrMo4-0,03 mm

- No se pueden extraer conclusiones claras respecto de la influencia del estado microestructural inicial en el resto de casos, y del tipo de material, en las distorsiones producidas. Esto se analizará con el DOE.

Piezas Casquillo

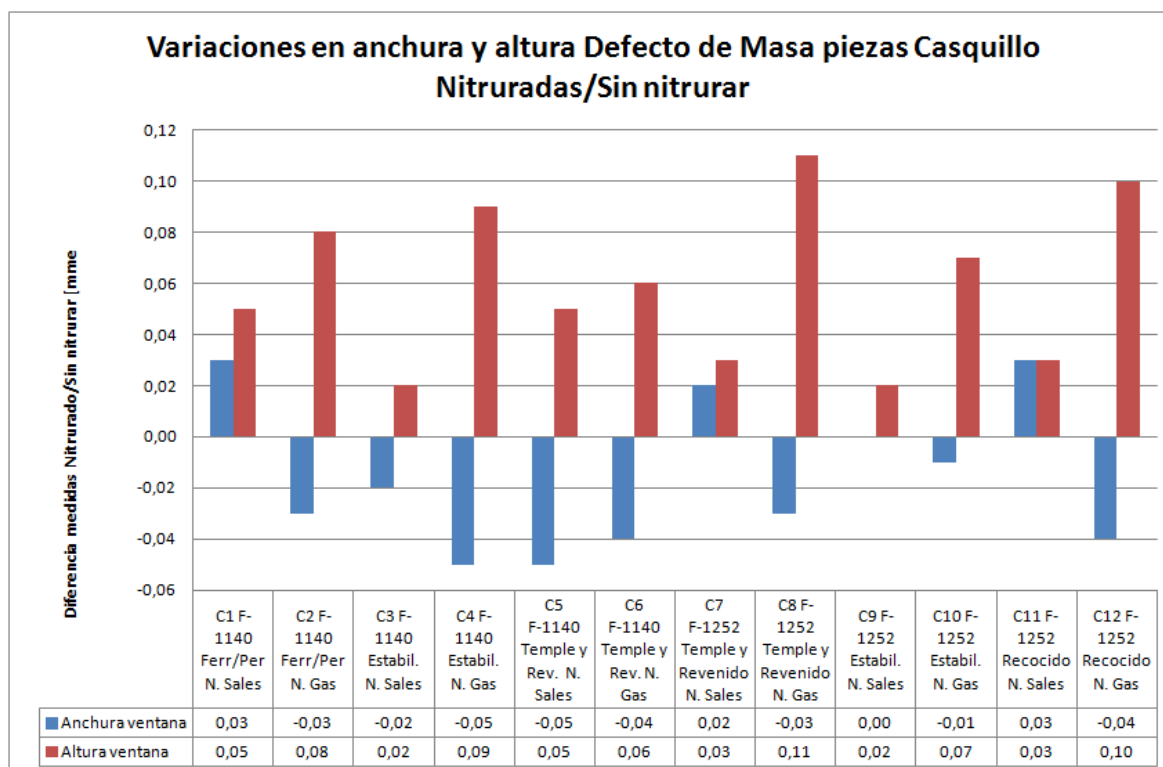


Fig 5.3-3. Comparativa distorsiones anchura y altura defecto de masa Casquillos según piezas (combinaciones de diseño) (F-1140-C45E/F-1252-42CrMo4) según proceso análisis CD

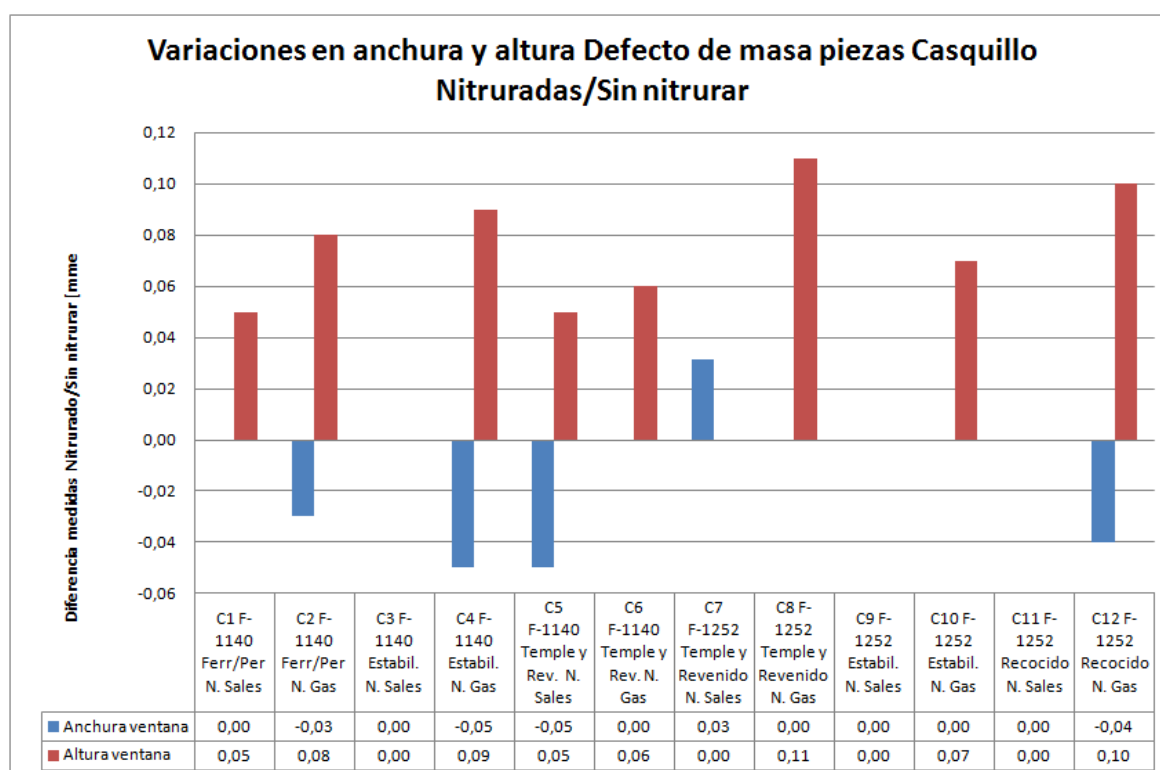


Fig 5.3-4. Comparativa distorsiones anchura y altura defecto de masa Casquillos según piezas (combinaciones de diseño) (F-1140-C45E/F-1252-42CrMo4) según proceso análisis CDCE

Las primeras conclusiones que se pueden extraer son las siguientes:

- Las deformaciones se han producido y son, en general, detectables por instrumentos de medición convencionales.
- Se ha producido un crecimiento de la altura del defecto de masa, y un decrecimiento de la anchura del defecto de masa. Esta circunstancia resulta en cierto modo sorprendente. Lo esperable sería un decrecimiento de ambas dimensiones. Sin embargo, teniendo en cuenta la morfología de la pieza, puede que el efecto principal sea debido a efectos térmicos. Lo que parece haber sucedido es un crecimiento de altura de la pieza cilíndrica, esto produciría un estrechamiento en la parte central del defecto de masa, por deflexión de las paredes, cuyo espesor en esa zona es de sólo 5 mm máximo. Esto se ha comprobado durante la medición de las piezas al ser, de forma general, la anchura de la ventana mayor en los extremos de la altura que en la sección media de la pieza. No obstante, no hay que descartar un efecto neto de la introducción de tensiones compresivas por nitruración, y la relajación de las tensiones residuales preexistentes en las piezas.
- Los rangos de deformaciones son:
 Altura defecto de masa- 0,02-0,11 mm (promedio 0,06 mm)
 Anchura defecto de masa- (-0,05)-0,03 mm (promedio -0,01 mm)
 Para poner en perspectiva estas distorsiones respecto a las tolerancias de fabricación normalizadas, considerando ambas dimensiones como agujeros, y teniendo en cuenta las especificaciones de fabricación impuestas a las piezas:
 Altura- 60H9-Límites de tolerancia de fabricación: 60,000-60,074 mm. Sería bastante probable un incumplimiento de la especificación, si se fabricase sin tener en cuenta las distorsiones, al comparar los rangos estimados de distorsión y el rango de tolerancia
 Anchura- 30H9- Límites de tolerancia de fabricación: 30,000-30,052 mm. En este caso la probabilidad de incumplimiento si se fabricase sin tener en cuenta las distorsiones sería mayor, al ser el límite de tolerancia positivo respecto del nominal , y viendo que las distorsiones tienden a ser negativas.
 Adicionalmente, al ser el comportamiento diferente entre la altura y la anchura, se requeriría de un mayor estudio del proceso.
 Parece claro que para, este tipo de piezas, con defectos de masa con calidad superior a IT9, sería imprescindible un diseño del proceso de fabricación meditado.
- En términos generales (y en valor absoluto) la deformación es claramente superior en la altura del defecto de masa que en la anchura.
 Deformación acumulada Altura- 0,71 mm(CD); 0,61mm(CDCE)
 Deformación acumulada Anchura -0,17 mm(CD); -0,14 mm(CDCE)
- Tanto para la anchura como para la altura del defecto de masa, el proceso de nitruración gaseosa parece producir mayor deformación. Este hecho se manifiesta de forma particularmente clara para la anchura del defecto de masa, y observando

los dos tipos de análisis. En las piezas nitruradas gaseosamente se ve una clara tendencia en el decrecimiento de la dimensión (ninguna de las combinaciones de diseño muestra crecimiento). En las piezas nitrocarbureadas salinamente hay dispersión entre valores positivos y negativos, y sólo en una combinación se puede decir que existe distorsión significativa desde el punto de vista estadístico.

Deformación acumulada Altura-Nit Sales- 0,20 mm(CD); 0,10 mm(CDCE)

Deformación acumulada Altura-Nit Gas- 0,51 mm(CD); 0,51 mm(CDCE)

Deformación acumulada Anchura-Nit Sales- 0,03 mm(CD); -0,02 mm(CDCE)

Deformación acumulada Anchura-Nit Gas- (-0,20) mm(CD); -0,12 mm(CDCE)

- Las conclusiones derivadas de lo anterior serían similares a las expuestas para el anillo. No obstante, la correlación no puede ser tan clara debido al comportamiento diferencial entre la altura y la anchura, los cuales podrían estar relacionados con efectos térmicos.
- En este caso, se repite lo comentado respecto al beneficioso efecto del tratamiento térmico de estabilización previa a la nitrocarbureación salina.
 - Deformación acumulada Altura-Estabilizado- (-0,08) mm(CD); (-0,05) mm(CDCE)
 - Deformación acumulada Altura -Ferrítico/perlí- 0,00 mm(CD); (-0,07) mm(CDCE)
 - Deformación acumulada Altura-Martensítico- (-0,09) mm(CD); (-0,02) mm(CDCE)
 - Deformación acumulada Anchura-Estabilizado- 0,17 mm(CD); 0,13 mm(CDCE)
 - Deformación acumulada Anchura -Ferrítico/perlí- 0,08 mm(CD); 0,09 mm(CDCE)
 - Deformación acumulada Anchura -Martensítico- 0,16 mm(CD); 0,15 mm(CDCE)
- Asumiendo como verdadera esta hipótesis, podría estimarse que la distorsión producida en las piezas por la nitrocarbureación pura, sería la producida en las piezas tratadas térmicamente.
 - Deformación nitrocarbureación piezas Anchura defecto de masa C45E y 42CrMo4- (-0,02) y 0,00 mm
 - Deformación nitrocarbureación piezas Altura defecto de masa C45E y 42CrMo4-0,02 mm.
- No se pueden extraer conclusiones claras respecto de la influencia de los otros estados microestructurales y del tipo de material en las distorsiones producidas. Esto se analizará con el DOE.

Piezas 3

Taladros

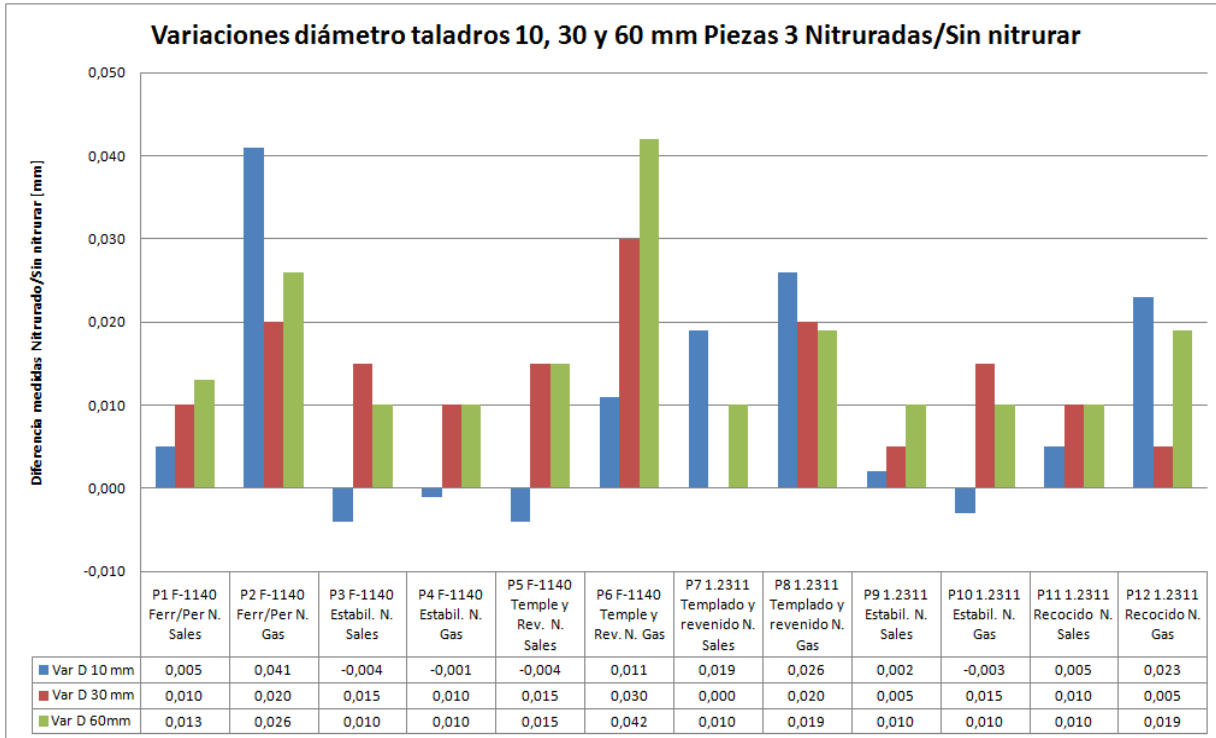


Fig 5.3-5. Comparativa distorsiones diámetros 10,30 y 60 mm Pieza 3 según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CD

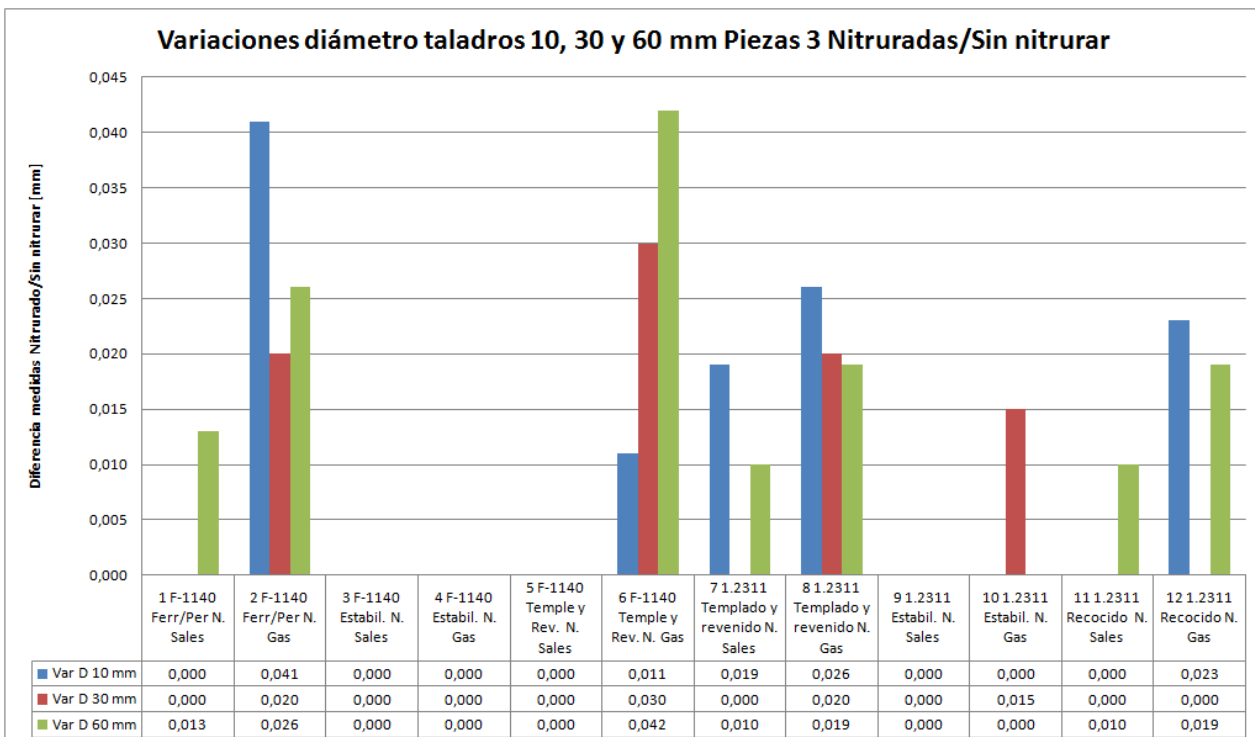


Fig 5.3-6. Comparativa distorsiones diámetros 10,30 y 60 mm Pieza 3 según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CD

Las primeras conclusiones que se pueden extraer son las siguientes:

- Las deformaciones se han producido y son, en general, detectables por instrumentos de medición convencionales.
- En general se ha producido un crecimiento de los tres tipos de taladro, lo que contradice lo señalado en parte de la literatura que predeciría una reducción del diámetro interior. Las excepciones que aparecen para alguno de los taladros de 10 mm podrían ser debidos al bajo rango de deformaciones detectadas, aunque no se podría descartar la influencia del estado microestructural inicial dado que 3 de los 4 casos estaban en estado estabilizado térmicamente. No obstante, hay que tener en cuenta que lo señalado en primer lugar se produciría si no existiesen tensiones residuales previas en la pieza. Por lo que parece, el proceso de nitruración y su consecuente ciclo térmico tienen un efecto neto contrario. De todos modos, lo positivo es la tendencia repetitiva de crecimiento, que permite generalizar que se repetiría en la fabricación de piezas de este tipo, las cuales serán ejecutadas de forma similar cuando el proceso de fabricación sea mecanizado.
- Los rangos de deformaciones son:
 - Taladro 10 mm- (-0,004)-0,040 mm (promedio 0,010 mm)
 - Taladro 30 mm – 0,005-0,030 mm (promedio 0,013 mm)
 - Taladro 60 mm- 0,010-0,040 mm (promedio 0,016 mm)Para poner en perspectiva estas distorsiones respecto a las tolerancias de fabricación normalizadas, considerando todos los elementos como agujeros, y teniendo en cuenta las especificaciones de fabricación impuestas a las piezas:
 - D10mm- ϕ 10H7 -Límites de tolerancia de fabricación: 10,000-10,015 mm. Sería muy probable un incumplimiento de la especificación, si se fabricase sin tener en cuenta las distorsiones, al comparar los rangos estimados de distorsión y el rango de tolerancia
 - D30mm- ϕ 30H9- Límites de tolerancia de fabricación: 30,000-30,052 mm. En este caso la probabilidad de incumplimiento sería bastante inferior, al ser el rango de tolerancias positivo, y teniendo en cuenta el rango de distorsiones esperado.
 - D60mm- ϕ 60H9- Límites de tolerancia de fabricación: 60,000-60,074 mm. En este caso la probabilidad de incumplimiento sería aun inferior al anterior, al ser el rango de tolerancias positivo, y teniendo en cuenta el rango de distorsiones esperado.Para este tipo de elementos geométricos sería necesario un diseño del proceso de fabricación meditado para especificación de calidad de nivel H8 o superior.
- En términos generales, la deformación aumenta con el diámetro del taladro, aunque la diferencia no es clara. Los resultados obtenidos para el taladro de 10 mm desvirtúan esta afirmación. Habría que tomar en cuenta estos con cautela, suponiendo errores de medición, dado que no sería esperable una distorsión absoluta mayor para este taladro que para los mayores
 - Deformación acumulada Taladro 10 mm- 0,120 mm(CD); 0,120 mm(CDCE)
 - Deformación acumulada Taladro 30 mm -0,155 mm(CD); 0,085 mm(CDCE)
 - Deformación acumulada Taladro 60 mm- 0,194 mm(CD); 0,139 mm(CDCE)

- En los tres tipos de taladros, el proceso de nitruración gaseosa parece producir mayor deformación. Este hecho se manifiesta de forma particularmente clara para el taladro de 60 mm en ambos tipos de análisis. Menos claro es para el taladro de 30 mm, pero el análisis CDCE contribuye de forma clave para sostener esta afirmación. Cabe señalar que este efecto está más acentuado en las piezas fabricadas en el acero al carbono C45E que en el otro. En el caso de los taladros de 10 mm es menos evidente aunque también se podría afirmar.

Deformación acumulada D10mm-Nit Sales- 0,023 mm(CD); 0,019 mm(CDCE)

Deformación acumulada D10mm-Nit Gas- 0,097 mm(CD); 0,101 mm(CDCE)

Deformación acumulada D30mm -Nit Sales- 0,055 mm(CD); 0,000 mm(CDCE)

Deformación acumulada D30mm -Nit Gas- 0,100 mm(CD); 0,085 mm(CDCE)

Deformación acumulada D60mm -Nit Sales- 0,068 mm(CD); 0,033 mm(CDCE)

Deformación acumulada D60mm -Nit Gas- 0,126 mm(CD); 0,106 mm(CDCE)

- Las conclusiones derivadas de lo anterior serían similares a las expuestas para el anillo.

- Para estos elementos geométricos se confirma, además es claro en los dos tipos de análisis, la menor distorsión producida en las piezas sometidas a un tratamiento de estabilización térmica previa. En este caso se extiende también a las piezas nitruradas gaseosamente. Al igual que lo comentado respecto al efecto del tipo de nitruración, este hecho anterior se manifiesta de forma más clara para el acero al carbono.

Deformación acumulada D10mm-Estabilizado- (-0,006) mm(CD); 0,010 mm(CDCE)

Deformación acumulada D10mm -Ferrítico/perlí- 0,074 mm(CD); 0,120 mm(CDCE)

Deformación acumulada D10mm -Martensítico- 0,052 mm(CD); 0,019 mm(CDCE)

Deformación acumulada D30mm-Estabilizado- 0,045 mm(CD); 0,015 mm(CDCE)

Deformación acumulada D30 mm -Ferrítico/perlí- 0,045 mm(CD); 0,020 mm(CDCE)

Deformación acumulada D30mm -Martensítico- 0,065 mm(CD); 0,050 mm(CDCE)

Deformación acumulada D60mm-Estabilizado- 0,040 mm(CD); 0,000 mm(CDCE)

Deformación acumulada D60 mm -Ferrítico/perlí- 0,068 mm(CD); 0,068 mm(CDCE)

Deformación acumulada D60mm -Martensítico- 0,086 mm(CD); 0,071 mm(CDCE)

- Aunque parece claro a priori este efecto, deberá confirmarse con el DOE, dado que al analizar la variación de ovalidad de los taladros de 60 mm no queda tan claro el beneficio de la estabilización. Se entiende en este TFM como variación de ovalidad, como una variación diferencial de diámetros perpendiculares. La figura siguiente sirve como aclaración de la identificación realizada de los diámetros marcado y perpendicular reseñados anteriormente.

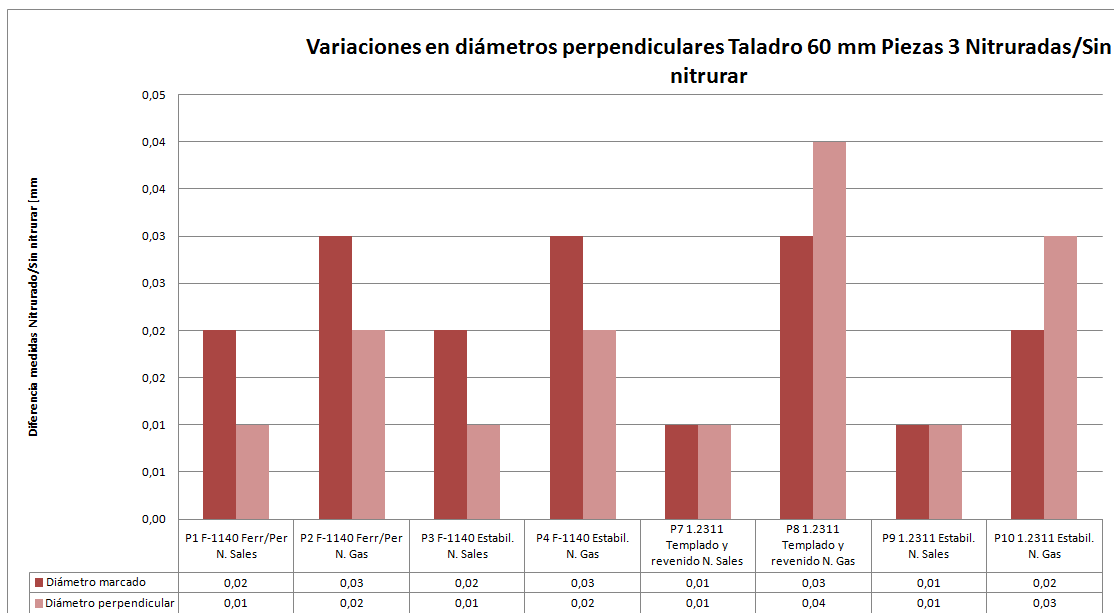
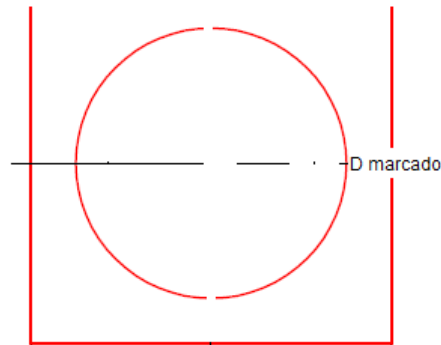


Fig 5.3-7. Comparativa variación diámetros perpendiculares taladro 60 mm (combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CD

Al comparar las variaciones anteriores entre las piezas en acero en estado de suministro y las piezas estabilizadas térmicamente, la variación es muy similar. No obstante, hay que tener en cuenta que la precisión del alexómetro es menor que la del micrómetro de 3 contactos, y el rango de distorsiones referido anteriormente es muy estrecho, por lo que este instrumento sería menos sensible a diferenciaciones dentro de este rango.

- No pueden extraerse otras conclusiones claras respecto de los efectos del material y de los otros estados microestructurales previos.

Defecto de masa

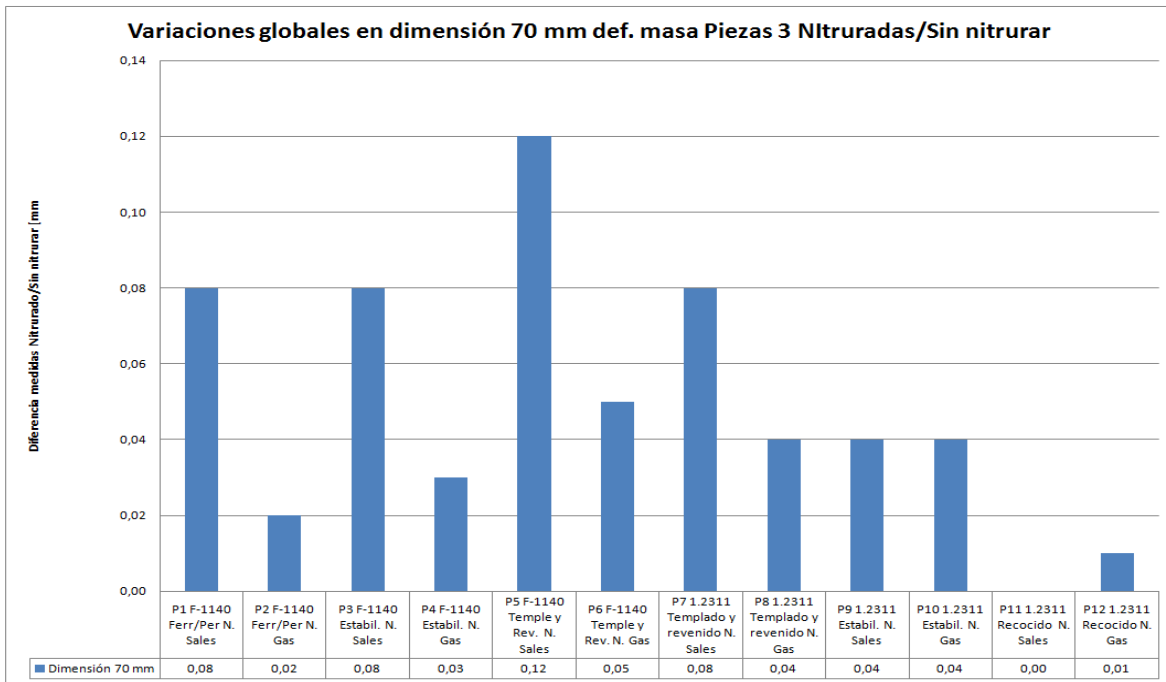


Fig 5.3-8. Comparativa distorsiones globales defecto de masa 70 mm Pieza 3 según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CD

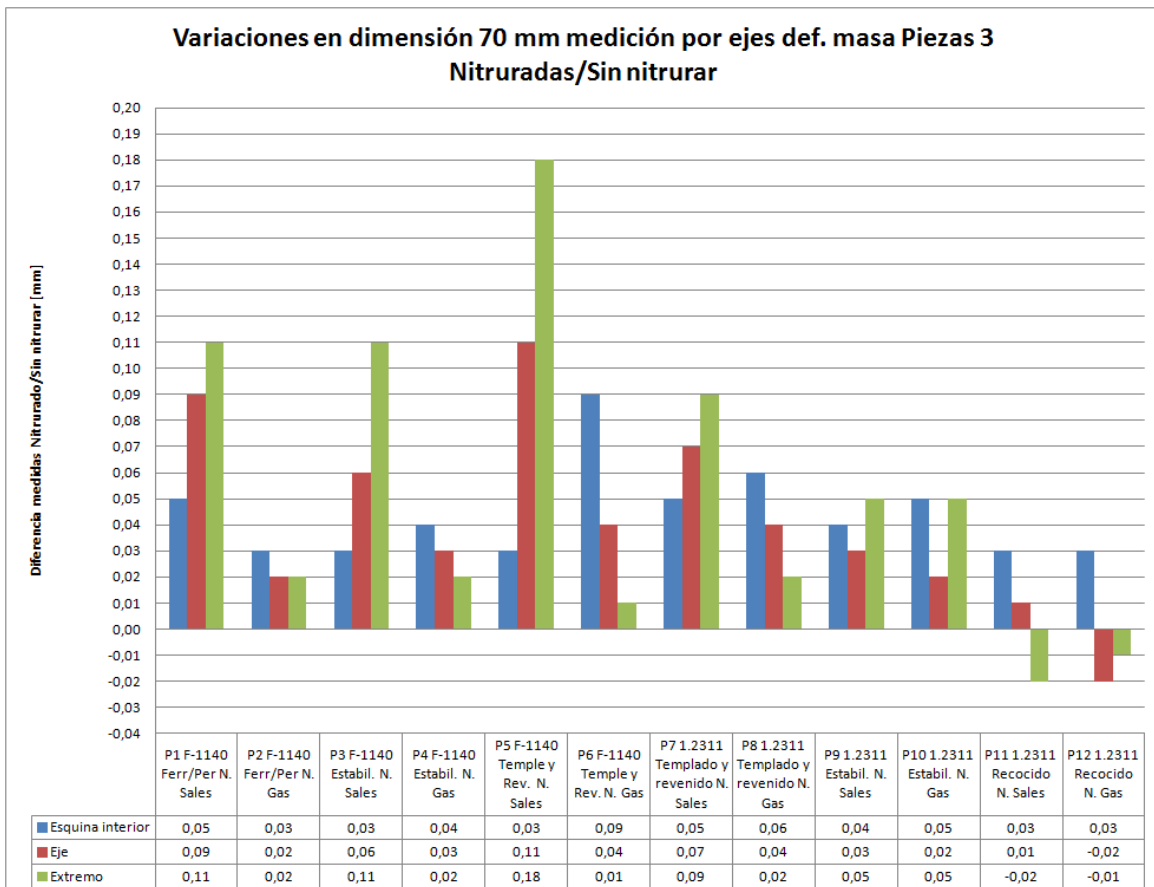


Fig 5.3-9. Comparativa distorsiones según Ejes de medición defecto de masa 70 mm Pieza 3 según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CD

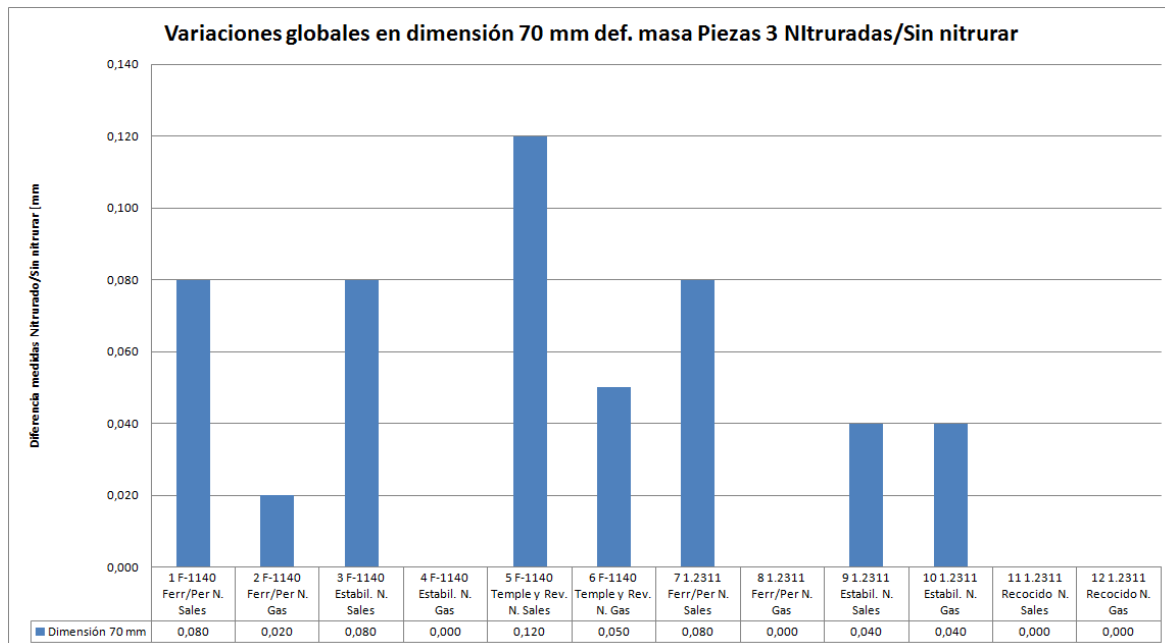


Fig 5.3-10. Comparativa distorsiones globales defecto de masa 70 mm Pieza 3 según piezas (combinaciones de diseño) (F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CDCE

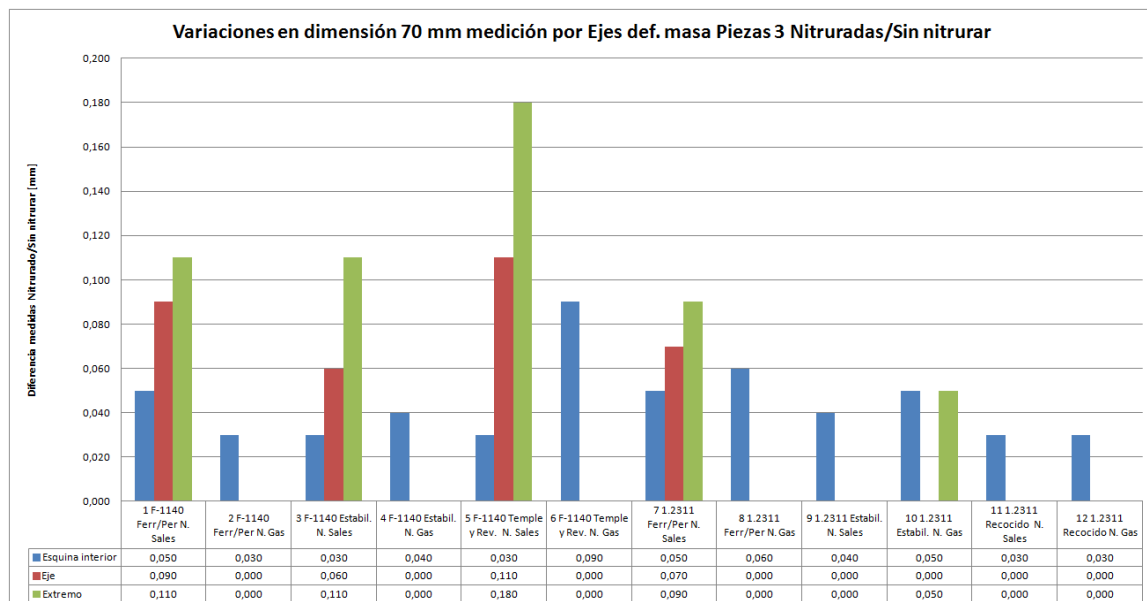


Fig 5.3-11. Comparativa distorsiones según Ejes de medición defecto de masa 70 mm Pieza 3 según piezas (combinaciones de diseño) (F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CDCE

Las primeras conclusiones que se pueden extraer son las siguientes:

- Las deformaciones se han producido y son, en general, detectables por instrumentos de medición convencionales.

- En general se ha producido una apertura del defecto de masa. La influencia de la nitruración pura en esta apertura no se pueden determinar cómo clara, dado que era esperable este efecto tras someter las piezas únicamente a un ciclo térmico.
- Los rangos de deformaciones son:
 Global-0,00-0,12 mm (promedio 0,05 mm)
 Eje Esquina interior- 0,03-0,09 mm (promedio 0,04 mm)
 Eje Medio- (-0,02)-0,11 mm (promedio 0,04 mm)
 Eje extremo- (-0,02)-0,18 mm (promedio 0,05 mm)
 Para poner en perspectiva estas distorsiones respecto a las tolerancias de fabricación normalizadas, considerando el defecto de masa como agujeros, y teniendo en cuenta las especificaciones de fabricación impuestas a las piezas:
 Defecto de masa- 70H9 -Límites de tolerancia de fabricación: 70,000-70,074 mm.
 En este caso sería muy probable un incumplimiento de la especificación, si se fabricase sin tener en cuenta las distorsiones, por dos razones: al comparar los rangos estimados de distorsión y el rango de tolerancia, y al ser una distorsión diferencial según el eje de medición. La consecuencia geométrica sería una pérdida de paralelismo entre los lados del defecto, que podría tener un efecto muy adverso en el ajuste del posible eje que encajase en el agujero que constituye el defecto de masa.
- En este caso, el efecto del tipo de nitruración es inverso a los elementos geométricos estudiados hasta el momento: la nitrocarburation en baño de sales provoca mayor distorsión. Esto es más claro para el acero al carbono que para el acero 40CrMnMo7. Esta circunstancia corrobora la prevalencia del efecto térmico en las distorsiones de este defecto de masa, dado que la temperatura de operación es mayor en el proceso salino.
 Deformación acumulada DefMasa GLOBAL-Nit Sales- 0,40 mm (CD); 0,4 mm(CDCE)
 Deformación acumulada DefMasa GLOBAL Nit Gas- 0,19 mm (CD); 0,11 mm(CDCE)
 Deformación acumulada DefMasa Esquina-Nit Sales- 0,23 mm (CD); 0,23 mm(CDCE)
 Deformación acumulada DefMasa Esquina Nit Gas- 0,30 mm (CD); 0,30 mm(CDCE)
 Deformación acumulada DefMasa Medio-Nit Sales- 0,37 mm(CD); 0,33 mm(CDCE)
 Deformación acumulada DefMasa Medio Nit Gas- 0,13 mm(CD); 0,00 mm(CDCE)
 Deformación acumulada DefMasa Extremo-Nit Sales- 0,52 mm(CD); 0,49 mm(CDCE)
 Deformación acumulada DefMasa Extremo Nit Gas- 0,11 mm(CD); 0,05 mm(CDCE)
- Parece bastante evidente que en este defecto de masa el acero al carbono experimenta mayor distorsión en cualquier de los casos que el acero 40CrMnMo7. La distorsión acumulada es de 0,38 mm frente a 0,21 mm.

5.3.3. ESTIMACIÓN DE FACTORES SIGNIFICATIVOS EN LA DISTORSIÓN. DISEÑO DE EXPERIMENTOS

En primer lugar, se expondrá el estudio realizado sobre la influencia del diámetro del elemento geométrico y del espesor de pared en los taladros circulares en la deformación producida. Se recuerda que esta discusión se lleva a cabo sobre los taladros de diámetro 10, 30 y 60 mm de las Piezas 3 y sobre el diámetro interior de los Anillos, dado que se consideró que son elementos geométricos comparables entre sí.

Con el fin de agrupar la influencia de los otros factores de diseño, se han construido gráficas agrupando la evolución de las distorsiones por bloques de igualdad de los otros factores de diseño (material, estado microestructural y tipo de nitruración).

En cuanto a la evolución de la distorsión respecto del diámetro del elemento geométrico se presenta la siguiente figura (se han tenido en cuenta los valores obtenidos por el proceso de análisis CD).

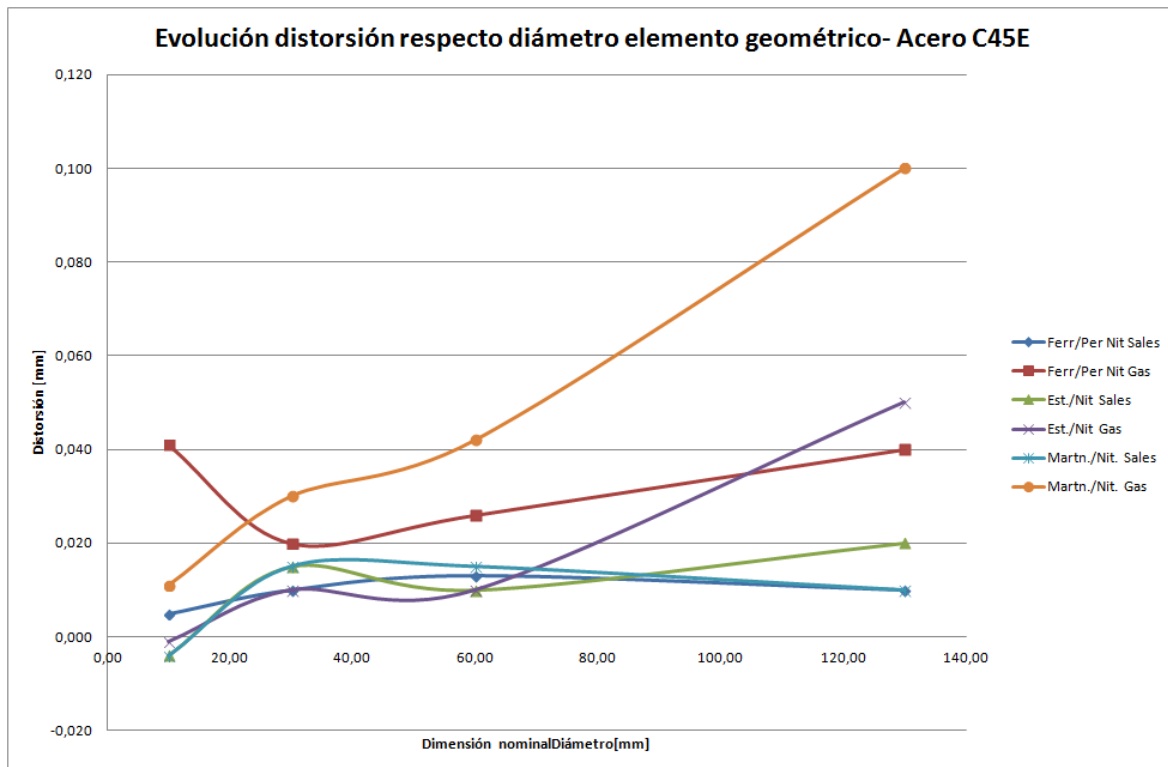


Fig 5.3-12. Variación distorsión con diámetro taladro acero C45E tras nitruración

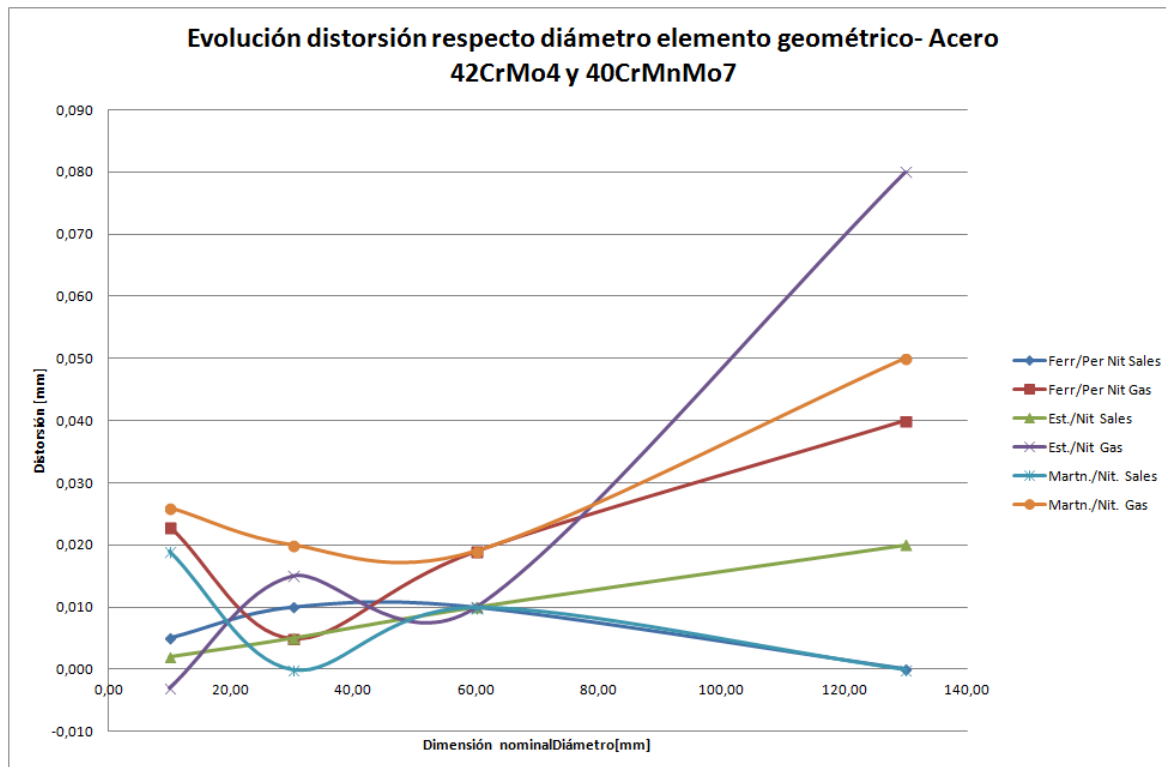


Fig 5.3-13. Variación distorsión con diámetro taladro acero de baja aleación tras nitruración

Aunque sujeto a la variabilidad de los resultados obtenidos para el taladro de 10 mm, se advierte una relación clara de crecimiento de distorsión con el aumento de diámetro del elemento geométrico para los dos tipos de acero. Esta tendencia es clara para la nitruración gaseosa y discutible, cuando menos, para la nitrocarburoación salina. Este hecho estaría en acuerdo con lo referido en la revisión de antecedentes [48].

En cuanto a la relación con el espesor, ha de señalarse previamente los criterios del análisis:

- Bloques por diámetro de taladro (que corresponden cada uno a un espesor, como se indica más adelante) y a su vez por tipo de nitruración. Se agrupan los datos en dichos bloques independientemente del estado microestructural inicial y el tipo de material, dado que son efectos que se han demostrado a priori con mucho menor efecto que el tipo de nitruración. Se calculó el promedio de distorsión para cada uno de los bloques.
- Para cada tipo de taladro se calcula su espesor o espesor medio. En el diámetro del anillo está claro (10 mm). Para los taladros de la pieza 3, se calculó un espesor promedio como el de un anillo equivalente, cuyos diámetros interiores y exterior estuviesen definidos por el borde libre más cercano y más alejado respectivamente, del elemento geométrico en cuestión. Así:
 Taladro 10 mm- Espesor de pared estimado: 25 mm
 Taladro 30 mm- Espesor de pared estimado: 20 mm
 Taladro 60 mm- Espesor de pared estimado: 12,5 mm.

Se obtuvieron las siguientes figuras:

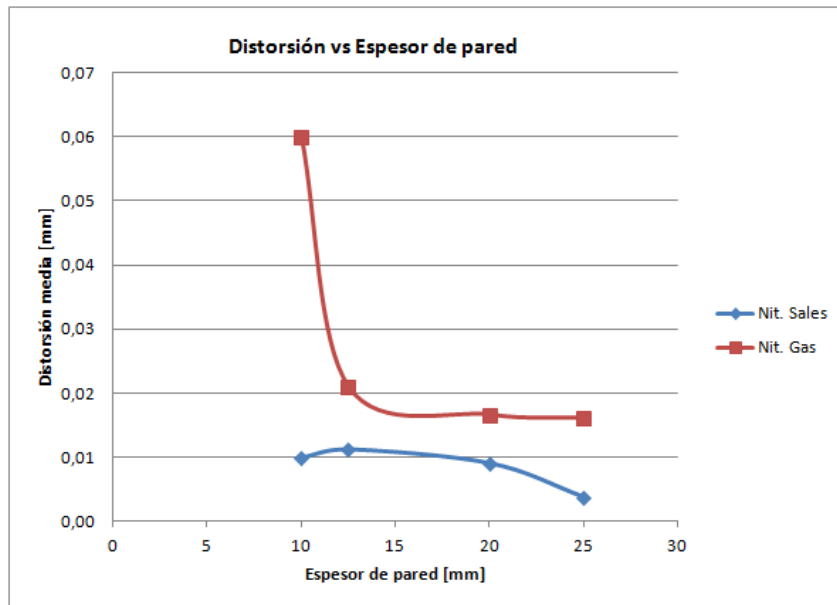


Fig 5.3-14. Variación distorsión con Espesor de pared según tipo de nitruración

Tal y cómo aparece reflejado en la literatura revisada, se produce un descenso de la distorsión con el aumento del espesor de pared. El comportamiento de la nitruración gaseosa es muy similar al mostrado en la referencia [3].

Como complemento, se ha graficado la evolución de la distorsión frente a dos parámetros que se consideraban interesantes:

-Uno paramétrico adimensional: Espesor/Diámetro

-Teniendo en cuenta que la nitruración es un fenómeno que depende de una densidad de flujo de materia, se podría prever una dependencia respecto de la superficie expuesta a nitruración (Ley de Fick). Para este tipo de elemento geométrico, la superficie que limita el mismo, superficie interna de los taladros.

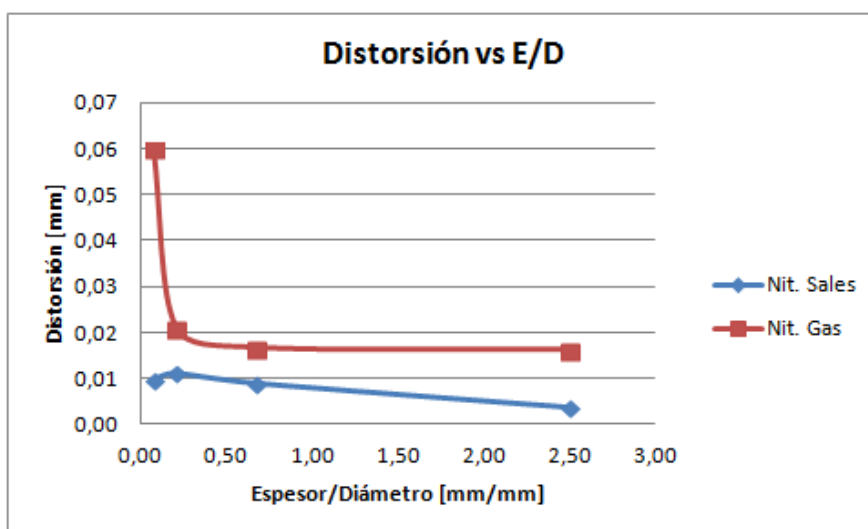


Fig 5.3-15. Variación distorsión con E/D según tipo de nitruración

Esta figura permite ver una tendencia clara de descenso con el aumento del parámetro E/D. Podría resultar muy útil, dado que la representación frente a un parámetro adimensional permitiría una generalización de los efectos de la nitruración, pudiendo ser tenido en cuenta en la estimación de la distorsión provocada en elementos geométricos con características similares. De hecho, podrían establecerse relaciones empíricas entre la distorsión y este parámetro adimensional. No se presentan aquí dado que, para establecer tal generalización, deberían extenderse los estudios. Aun así, se señala que la relación es cuasi lineal en el caso de la nitrocarburation en baño de sales, y algún tipo de potencial en la nitruración gaseosa (cuasilineal si se obvia el diámetro interior del anillo).

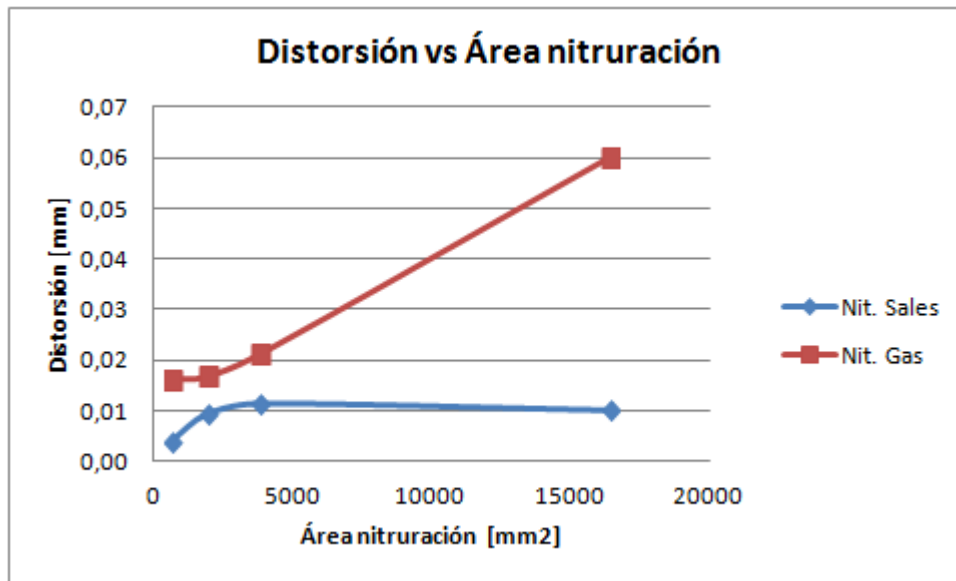


Fig 5.3-16. Variación distorsión con E/D según tipo de nitruración

Esta gráfica parece confirmar que las distorsiones producidas tienen una importante dependencia del área efectiva de nitruración. Para la nitruración gaseosa la relación es cuasi lineal. No está tan claro para la nitrocarburation en baño de sales, pero si se representasen solamente los valores derivados de los taladros de la pieza 3, la relación sería cuasi lineal.

Análisis Diseño de Experimentos.

Se realizaron análisis por diseño de experimentos según los criterios descritos en el capítulo correspondiente.

Simplemente recordar que se hizo un análisis de la variación de distorsiones para cada elemento geométrico, evaluando la influencia de los factores de diseño: tipo de material, estado microestructural inicial y tipo de nitruración. Se realizaron con los datos del análisis CD y con los datos del análisis CDCE, a modo de comprobación y en la búsqueda de mayor especificidad.

Se presenta a continuación un resumen de los datos relevantes, extraídos de las tablas ANOVA de cada DOE realizado. La tabla refleja los p-valores para cada factor principal. Los sombreados en rojo son lo que, para un nivel de confianza del 95%, el software Statgraphics indica como significativos ($p\text{-valor} < 0,05$). En las filas denominadas

Inter signifi se listan las interacciones entre los factores principales que resultaron significativas. No se especifica su p-valor puesto que la interpretación física de estas interacciones resulta difícil. En apéndice a este trabajo (B.4) se presentan dos ejemplos de las salidas que proporcionó el software en el análisis mediante DOEs.

Elemento geométrico	CD			CDCE		
	Tipo de material	Estado microestructural inicial	Tipo nitruración	Tipo de material	Estado microestructural inicial	Tipo nitruración
Anillos						
Dext	0,7298	0,018	0,0152	0,9478	0,1987	0,2259
Inter signifi	ABC>AB>AC			AB		
Dint	0,0565	0,0013	0	0,7398	0,0711	0
Inter signifi	AB>BC>ABC			AB		
Casquillos						
Altura	0,6027	0,0868	0	0,4368	0,1964	0
Inter signifi	AC>ABC			AC		
Anchura	0,0001	0,0073	0	0,0184	0,4945	0,0571
Inter signifi	ABC>AB=BC>AC					
Pieza 3						
D10mm	0,0139	0	0	0,1201	0	0
Inter signifi	AB=BC>AC			AB=BC>AC		
D30mm	0,0012	0,0443	0,0001	0,3159	0,0387	0
Inter signifi	ABC>BC>AC			AB>BC		
D60mm	0,0002	0	0	0,0942	0	0
Inter signifi	AC			BC>AC		
Defecto masa	0,0332	0,0499	0,0106	0,0372	0,1142	0,0025
Inter signifi				AC		
Σ	1,4376	0,2076	0,0259	2,7102	1,1136	0,2855

Tabla 5.3-2. Resumen p-valores tablas ANOVA.

Aunque la interpretación es aun compleja, se pueden realizar las siguientes afirmaciones:

- El factor con mayor influencia es claramente el tipo de nitruración, tal y como se podía concluir del análisis de distorsiones realizado en el capítulo anterior. En todos los gráficos ANOVA, además, aparecen sus valores representativos más alejados entre sí y de los residuos producidos en la prueba.

Asimismo, se puede señalar de forma categórica que la distorsión provocada por la nitruración gaseosa es muy superior a la producida por la nitrocarburation en baño de sales, tal y cómo se señaló en el capítulo anterior. Esto queda claro en las tablas de pruebas de múltiples Rangos, en las gráficas de medias y de interacciones 2 a 2.

Elemento geométrico	LS Media Nit Sales	LS Media Nit Gas
Anillo Dext	0,0358	0,0491
Anillo Dint	0,0075	0,0566
Casquillo Altura	0,0325	0,0841
Casquillo Anchura	0,0025	-0,0341
P3 D10 mm	0,004	0,0159
P3 D30 mm	0,0103	0,0185
P3 D60 mm	0,0085	0,0214
P3 Defecto de masa	0,062	0,032

Tabla 5.3-3. Resumen Pruebas de Múltiples Rangos Tipo de Nitruración.

El único caso para el que se invierte la tendencia es para el defecto de masa 70x70 de las Piezas 3, tal y cómo se había señalado tras la observación de los valores absolutos de las distorsiones.

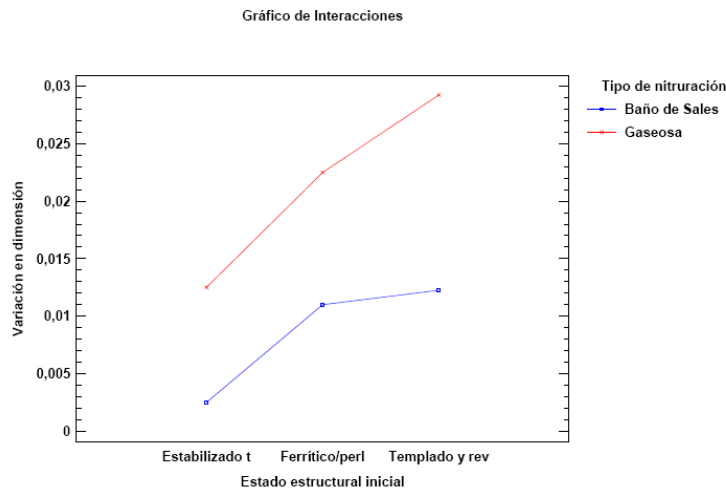


Fig 5.3-17. Ejemplo de gráfico de interacciones-claramente se advierte el mayor valor de distorsión para la nitruración gaseosa(P3 D60mm)

- El factor que menor influencia tiene es el tipo de material. Esto podría encontrar explicación y, podría ser predecible, dado que la diferencia de los efectos de la nitruración (capa efectiva, mecanismo de nitruración) entre el acero al carbono C45E y al acero 42CrMo4 no eran demasiado relevantes según se desprende del estudio de caracterización de tratamientos. Sin embargo, sí que adquiere mayor relevancia en el caso de la Pieza 3, tal y como se pudo intuir en el capítulo anterior. Esto tiene lógica dado que el acero de baja aleación utilizado en este caso fue el 40CrMnMo7 del cual se afirmó que tendría mayor capacidad de nitruración en términos de mayor endurecimiento por precipitación de nitruros y, según las conclusiones de la Fase 1, formaría capa nitrurada de menor espesor. La menor influencia del tipo de material queda patente al observar los gráficos ANOVA de los DOE, dónde la dispersión respecto de los residuos es menor casi siempre para este factor.

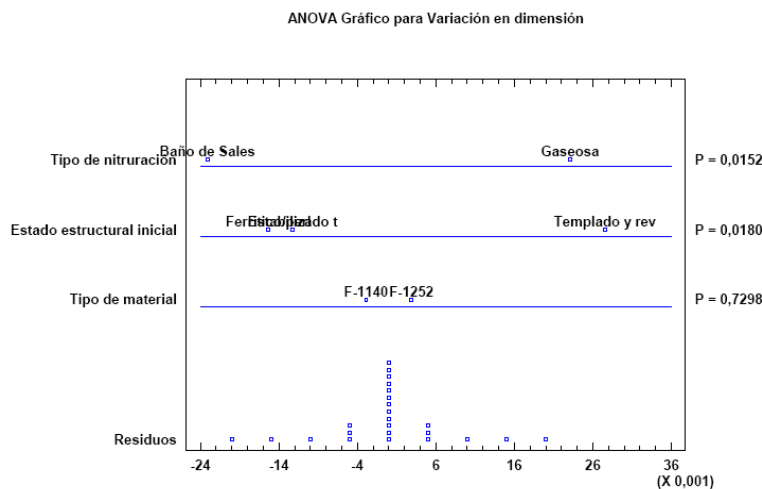


Fig 5.3-18. Ejemplo de gráfico ANOVA-(Anillo Dext)

Lo afirmado antes respecto a la mayor influencia del material al comparar las distorsiones en piezas fabricadas con C45E y 40CrMnMo7 queda patente en las tablas de pruebas de múltiples rangos.

Elemento geométrico	LS Media C45E	LS Media 42CrMo4/40CrMnMo7
Anillo Dext	0,041	0,043
Anillo Dint	0,035	0,029
Casquillo Altura	0,056	0,06
Casquillo Anchura	-0,029	-0,0025
P3 D10 mm	0,0076	0,0122
P3 D30 mm	0,0173	0,0115
P3 D60 mm	0,0189	0,0110
P3 Defecto de masa	0,0594	0,035

Tabla 5.3-4. Resumen Pruebas de Múltiples Rangos Tipo de material.

En la pieza 3, siempre es mayor la distorsión para el C45E (salvo en el taladro D10 mm, sobre el cual se ha referido ya varias veces que hay que tener cautela al considerar los resultados obtenidos) que para el 40CrMnMo7. Al comparar las distorsiones entre los elementos fabricados en acero C45E y 42CrMo7 hay alternancia, además de que las tablas ANOVA no encontraron diferencia estadísticamente significativa entre los dos niveles del factor.

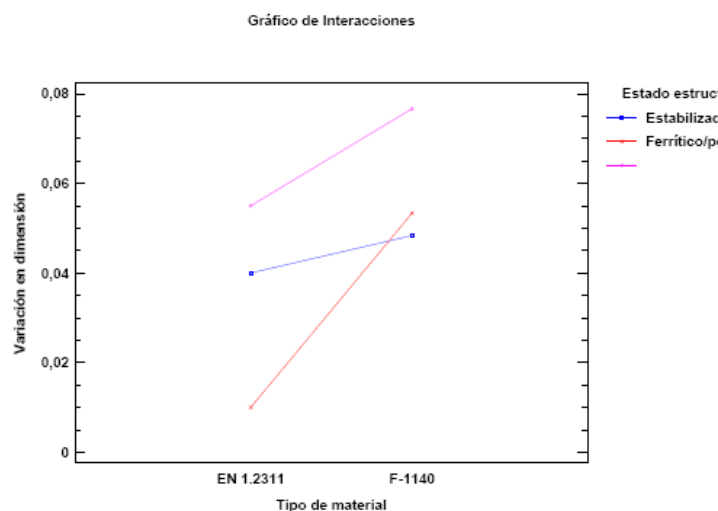


Fig 5.3-19. Ejemplo de gráfico interacciones-se ve claramente que la distorsión es mayor para el acero C45E (F-1140) que para el acero 40CrMnMo7 (EN 1.2311)-(P3 Def Masa)

- La influencia del estado microestructural inicial, requiere de mayor detenimiento en su análisis por dos razones. La primera, se trata de un factor que se ha estudiado con tres niveles (ferrítico/perlítico, estabilizado térmicamente y martensítico). La segunda, su influencia es intermedia entre los otros dos factores, tal y cómo se desprende de las tablas ANOVA. Aun siendo inferior su influencia respecto del tipo de nitruración, debe tenerse en cuenta en el diseño del proceso de fabricación puesto que se ha revelado como significativa para la mayor parte de los elementos geométricos (según DOE sobre análisis CD).

Elemento geométrico	LS Media Estabilizado (E)	LS Media Ferrítico/Perlítico(FP)	LS Media Martensítico(M)	Homogeneidad
Anillo Dext	0,0375	0,03625	0,05375	E=FP≠M
Anillo Dint	0,0375	0,0225	0,03625	E=M≠FP
Casquillo Altura	0,0475	0,06375	0,06375	E=FP=M
Casquillo Anchura	-0,02125	-0,0025	-0,02375	E=FP=M
P3 D10 mm	-0,00175	0,018375	0,01325	E≠M≠FP
P3 D30 mm	0,0125	0,01375	0,0171	E=FP E≠M FP=M
P3 D60 mm	0,0075	0,01675	0,02075	FP=M≠E
P3 Defecto de masa	0,0441	0,0316	0,0658	E=FP E=M FP≠M

Tabla 5.3-5. Resumen Pruebas de Múltiples Rangos Estado microestructural inicial.

Nota: La columna *Homogeneidad* refiere los grupos que el análisis ANOVA considera estadísticamente iguales o diferentes.

Aparentemente, según este análisis, no se evidencia una tendencia general clara respecto del efecto del estado microestructural inicial. En unos casos, la distorsión es menor en un estado microestructural inicial y en otros en uno diferente. Únicamente, se podría interpretar una cierta tendencia a una menor distorsión en las Piezas 3 que hubiesen sido sometidas antes al proceso de estabilización. Las interacciones con los otros factores impiden una conclusión o conclusiones claras con los efectos expuestos hasta ahora. En este caso, es imprescindible acudir a los gráficos de interacción para extraer alguna conclusión cualitativa adicional(ver apéndice A.5).

Las interacciones estudiadas fueron:

Interacción Estado Microestructural-Tipo de Nitruración

Interacción Estado Microestructural-Tipo de material

Una interpretación física de las interacciones resulta compleja. Sin embargo, sí que se puede afirmar que:

- Existe una fuerte interacción del tipo de material en el efecto del estado estructural sobre el nivel de distorsión. Esto era algo predecible.
- En general, el tratamiento térmico de estabilización previo resulta en una menor distorsión tras el tratamiento de nitruración, dado que en 19 de las 32 interacciones (60%) estudiadas fue el estado microestructural que experimentó menor distorsión. Esto confirmaría las afirmaciones hechas en el capítulo anterior. Respecto de los otros estados microestructurales, el estado ferrítico/perlítico resulta en el mínimo de distorsión en el 25% de los casos y en el estado martensítico en el 15%.
- El tratamiento térmico de estabilización tiene mayor efecto moderador en el acero al carbono, que en el acero de mayor aleación, confirmando las afirmaciones realizadas anteriormente.

5.4. CONCLUSIONES FASE 2.

Se enumeran en este apartado las afirmaciones principales, y con mayor sustentación empírica, extraídas de la discusión realizada en esta Fase 2:

- Los procesos termoquímicos de nitruración clásicos producirán distorsiones, detectables por instrumentos de medición convencionales, en las piezas sometidas a ellos.
- El rango de distorsiones variará en función de la geometría y dimensiones de la pieza, y/o elemento geométrico, y de las condiciones de diseño del proceso de fabricación (tipo de material, estado microestructural-tratamientos térmicos, y del tipo de nitruración) por lo que la estimación de las distorsiones de una combinación de diseño específica requerirá de un estudio particular.
- No obstante lo anterior, para los casos estudiados de formas geométricas simples y parámetros de diseño, el rango de distorsiones estará situado entre 0,01 y 0,15 mm (con un valor promedio de 0,04-0,06 mm) en sentido positivo de aumento de la dimensión. En ciertos casos se producirá disminución de la dimensión, pero parecen menos habituales. Como consecuencia de lo anterior, deberían tenerse en cuenta dichas distorsiones en el diseño del proceso de fabricación de piezas, o elementos geométricos, con un nivel de tolerancia dimensional exigido superior a IT9 (rango de tolerancias para elementos con ajuste), con el fin de evitar el incumplimiento de especificaciones.
- Para el elemento geométrico agujero interior circular (taladro), uno de los más habituales en el diseño de piezas, el valor absoluto de distorsión aumenta con el diámetro del mismo y disminuye con el espesor de pared. Podrían establecerse generalizaciones del comportamiento de distorsiones, de un determinado proceso de nitruración, en elementos geométricos de este tipo, dado que, parece factible la obtención de relaciones empíricas simples entre la deformación y parámetros de diseño adimensionales tales como (Espesor pared/Diámetro). De este modo podrían minimizarse las operaciones posteriores de rectificado en su caso.
- Entre los factores de diseño estudiados, el que mayor influencia ha evidenciado en el nivel de distorsión producido ha sido el tipo de nitruración. En este caso, el proceso industrial real de nitruración gaseosa genera claramente mayor distorsión que el proceso de nitrocarburo en baño de sales, independientemente del elemento geométrico, material o estado microestructural inicial. Teniendo en cuenta que éste último se realiza nominalmente a una temperatura 65 K superior al primero, se puede concluir que la mayor distorsión está relacionada preminentemente con el propio proceso de nitruración, en vez de sobre el ciclo térmico asociado. El proceso de nitruración gaseosa estudiado en este trabajo generaba, en los aceros sometidos a estudio, capas nitruradas de un espesor bastante superior a las producidas en el proceso salino, como consecuencia de un tiempo de operación muy superior (96 frente a 2 horas). Por ello, se podría generalizar que a mayor capa efectiva, mayor distorsión generada. Se ha de reseñar la excepción producida en el elemento geométrico defecto de masa abierto, donde el comportamiento fue inverso. Aunque debería realizarse

algún estudio complementario sobre algún otro defecto de masa abierto, se ha interpretado como que, en estos casos, el ciclo térmico tendrá mayor importancia que la nitruración, produciéndose una relajación de tensiones mucho mayor.

- El valor de distorsión parece disminuir con el aumento de aleación del acero (aleación con elementos susceptibles de generar nitruros). Esto se deduce en base a la literatura revisada y a los resultados obtenidos en este TFM en la comparativa aceros C45E-42CrMo4/40CrMnMo7. Este hecho está en acuerdo con la conclusión anterior, dado que a mayor aleación la capa nitrurada será menor, en igualdad de condiciones de proceso termoquímico.
- Se puede afirmar que, en consonancia con las recomendaciones que la literatura da, es altamente recomendable la realización de un tratamiento térmico de relajación de tensiones (estabilizado) previo al rectificado y nitruración de piezas de geometría compleja (con gran defecto de masa), y especificación de tolerancia media-alta, con el fin de reducir las distorsiones producidas en el tratamiento y garantizar el cumplimiento de especificaciones de fabricación. El beneficio de este tratamiento parece aumentar con la disminución en la aleación del acero. Existe una fuerte interacción entre ambos factores de diseño.

6. CONCLUSIONES GENERALES.

Teniendo en cuenta los objetivos planteados en la concepción de este Trabajo Fin de Máster, se puede concluir:

- Se ha realizado una investigación exhaustiva del efecto que los diferentes tipos de nitruración industrial reales estudiados, tanto desde el punto de vista experimental como del estudio del estado del arte.
- Dadas las diferencias entre los parámetros de operación de los tratamientos de nitruración, los efectos producidos son diferentes, pero coherentes con lo esperado y entre sí.
- Los resultados obtenidos permiten una estimación aceptable del efecto de los procesos industriales en un amplio rango de tipos de acero. Se ha podido establecer una caracterización de la nitrocarburation de VTN que podrá permitir una estimación más precisa de dichos efectos.
- Se han establecido pautas de selección del tipo de nitruración en función del tipo de acero de fabricación.
- Se ha establecido claramente que los procesos termoquímicos convencionales producen distorsiones, las cuales están muy determinadas por los parámetros de diseño de pieza y del proceso de fabricación.
- Se ha estimado el orden de magnitud de las distorsiones producidas y comparado con niveles prácticos de exigencia de tolerancia
- Se han determinado los parámetros que permitirían un diseño adecuado del proceso de fabricación que garantizase la consecución de una mínima distorsión dimensional, evitando así incumplimientos de exigencias o costosas operaciones posteriores a la nitruración de acabado.

Por todo lo anterior, se consideran cumplidos y ampliados los objetivos iniciales de este TFM y del promotor del mismo, VTN, S.L.

Adicionalmente, se quiere enumerar los conocimientos principales adquiridos:

- Teoría y realidad práctica de los tratamientos termoquímicos de nitruración.
- Necesidad de un planteamiento meticuloso y sistemático de un TFM de carácter preeminentemente experimental.
- Aplicación práctica de técnicas de caracterización de materiales y de metrología.
- Aplicación práctica del análisis estadístico y del diseño de experimentos, y su gran utilidad en el estudio de poblaciones de datos y en la consecución de conclusiones.

7. TRABAJOS FUTUROS.

Como complemento a este TFM se desea plantear una lista de los trabajos de investigación científico-técnicos que el autor considera de mayor interés tras la realización del mismo:

- Comportamiento a fatiga de los aceros al carbono y baja aleación tras los tratamientos de nitruración.
- Comportamiento a desgaste de aceros herramientas tras la nitruración.
- Comportamiento frente a corrosión de los aceros tras tratamientos de nitruración. De particular interés sería la evaluación del acero inoxidable martensítico tras someterlo a nitrocarburation+postoxidación.
- Ampliación del estudio de distorsiones con variación del tipo de pieza. En particular, realizándolo sobre piezas de mayor complicación geométrica. Este tipo de estudio permite una combinación de factores cuasiinfinito.
- Estudio de la influencia de los parámetros de mecanizado en las distorsiones producidas tras nitruración.
- Evaluación de una técnica no destructiva de determinación del estado tensional de las piezas previo a la nitruración, con el fin de estimar correlaciones con la deformación producida.

8. BIBLIOGRAFÍA Y REFERENCIAS.

- [1] José Apraiz Barreiro. *Tratamientos Térmicos de los Aceros*. 10ª edición. Ed. Cie Dossat 2000. Madrid, 1997.
- [2] Ed David Pye. *Practical Nitriding and Ferritic NitroCarburizing* ASM International 2003.
- [3] ASM Handbook. *Heat Treating*. ASM International 1991.
- [4] P. Schaaf. *Progress in Materials Science*. 47,1, 1-161 (2002)
- [5] P. Cavaliere, G. Zavarise, M. Perillo. *Computational Materials Science*. 46, 26-35 (2009)
- [6] T. Bell, Y. Sun. *in Proc. Int. Conf. Sci. & Eng.* Edited by Zhu Rhizang, Beijing, May 15-19, 1995 (Int. Academic Publishers, Beijing, (1995) p.9.
- [7] B. Billon, A. Henry; *Surface Engineering*. 1 (2),114 (1985)
- [8] E. Rolinski; *Surface Engineering*. 3(1), 131 (1987)
- [9] Z.L. Zhang, T. Bell; *Surface Engineering*. 1(2), 131 (1985)
- [10] I. Alphonsa, A. Chainani, P.M. Raole, B. Ganguli, P.I. John; *Surface & Coating Technology*. 150, 263-268 (2002).
- [11] Y. Sun, X.Y. Li, T. Bell; *Journal of Materials Science*. 34, 4793-4802, (1999).
- [12] M. Samandi, B.A. Shedden, D.I. Smith, G.A. Collins, R. Hutchins, S. Tendys; *Surface Coating Technology*. 59, 261 (1993)
- [13] Ed. Q. Wang, Y. Chung. *Encyclopedia of Tribology*. Springer Reference (2013)
- [14] *Manual de operación Tenifer*. Ed. Houghton Dufferit GmbH.
- [15] G. Wahl. *Advanced Material Process*. 149, 37–38 (1996)
- [16] F. Ashrafizadeh. *Surface & Coating Technology*, 173-174, 1196-1200 (2003)
- [17] M. Yang, R.D. Sisson. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 23, 4181-4186 (2014)
- [18] W. Cai, F. Meng, X. Gao, J. Hu. *Applied Surface Science*. 261, 411-414(2012)
- [19] J.W. Zhang, L.T. Lu, L Shiozawa, W.N. Zhou, W.H. Zhang. *Materials Science and Engineering A*. 528,7060-7067 (2011)
- [20] F.Mahboubi, M.Fattah. *Vacuum*. 76,1-6 (2005)
- [21] J. J. Braam, A. W. J. Gommers, S. Van der Zwaag. *Journal of Materials Science Letters*. 16, 1327–1329 (1997)
- [22] A. Ben Cheikh Larbi, A. Cherif, M.A. Tarres. *Wear*. 258, 712–718 (2005)
- [23] N. Limodin, Y. Verreman. *Materials Science and Engineering A*. 435–436, 460–467(2006)
- [24] M. A. Terres, N. Laalai, H.Sidhom. *Materials and Design*. 35, 741–748 (2012)

- [25] M. Yang, C. Zimmerman, D. Donahue, and R.D. Sisson Jr. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 22:1892–1898 (2013)
- [26] R. Sola, G. Poli, P. Veronesi, R. Giovanardi. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 45A, 2827 (2014)
- [27] K. Genel, M. Demirkol, M. Capa. *Materials Science and Engineering A*. 279 ,207–216 (2000)
- [28] M. Zlatanovic, N. Popovic, Z. Bogdanov. *Surface & Coating Technology*. 188–189, 307– 313 (2004)
- [29] A. Celik , S. Karadeniz. *Surface & Coating Technology*. 72, 169-173 (1995)
- [30] A. Celik , S. Karadeniz. *Surface & Coating Technology*. 80, 283-286 (1996)
- [31] B. Podgornik , J. Vizintin, V. Leskovsek. *Surface & Coating Technology* 108–109, 454–460 (1998)
- [32] P. Corengia, G. Ybarra, C. Moina, A. Cabo, E. Broitman. *Surface & Coating Technology*. 200, 2391– 2397 (2005)
- [33] M. Fattah, F. Mahboubi. *Materials and Design*. 31, 3915–3921 (2010)
- [34] S. S. Akhtar, A. F. M. Arif, Bekir Sami Yilbas. *Int J Adv Manuf Technol*. 58:57–70 (2012)
- [35] Y. Birol. *Engineering Failure Analysis*. 26: 203–210 (2012)
- [36] J. Zúñiga, P. Corengia, A. Esnal, J.M. Hernández, A. Larrañaga. *Análisis Comparativo de los Tratamientos Termoquímicos a Escala Industrial de Nitruración Gaseosa, Salina y por Plasma en un AISI H13*. Actas del XII Congreso TRATERMAT. Pamplona, 2010.p. 243-253
- [37] G. Castro, A. Fernández-Vicente, J. Cid. *Wear*. 263:1375–1385 (2007)
- [38] C.M. Karamboiki , A.Mourlas , P.Psyllaki , J.Sideris. *Wear*. 303:560–568 (2013)
- [39] M. Uma Devi, O.N. Mohanty. *Surface & Coating Technology*. 107: 55–64 (1998)
- [40] L.F. Zagonel, C.A. Figueroa, R. Droppa Jr., F. Alvarez. *Surface & Coating Technology*. 201: 452–457 (2006)
- [41] R.Basso, H. Pastore , V. Schmidt, I. Baumvol, S. Abarca, F. de Souza, A. Spinelli, C. Figueroa , C. Giacomelli. *Corrosion Science*. 52: 3133–3139 (2010)
- [42] M.V. Leite, C.A. Figueroa, S.Gallo, A.C. Rovani, R.L.O. Basso, P.R. Mei, I.J.R. Baumvol, A. Sinatora. *Wear*. 269: 466–472 (2010)
- [43] I. Alphonsa, A. Chainani, P.M. Raole, B. Ganguli, P.I. John. *Surface & Coating Technology*. 150:263–268 (2002)
- [44] S.K. Kim, J.S. Yoo, J.M. Priest, M.P. Fewell. *Surface & Coating Technology*. 163 – 164: 380–385 (2003)
- [45] C. E. Pinedo, W. A. Monteiro. *Surface & Coating Technology*. 179: 119–123 (2004)
- [46] Y. Xi, D. Liu, D. Han. *Surface & Coating Technology*. 202: 2577–2583 (2008)

- [47] J. Mackerle. *Computational Materials Science*. 27: 313–332 (2003)
- [48] P. Depouhon, J.-M. Sprael, M. Mailh, E. Mermoz. *Computational Materials Science* 82: 178–190 (2014)
- [49] P. Depouhon, J.M. Sprael, E. Mermoz. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*. 1266 (2015)
- [50] Bruce L. Bramfitt. *Metallographer's guide: practices and procedures for irons and steels*. Ed. ASM International. 2002
- [51] R.B. Dean, W.J. Dixon. *Anal. Chem.* 23, 636 (1951)
- [52] JCGM. *Evaluación de datos de medición. Guía para la Expresión de la Incertidumbre de Medida*. Ed. Centro Español de Metrología. 2008.
- [53] *Procedimiento DI-005 para la calibración de micrómetros de interiores de dos contactos*. Ed. Centro Español de Metrología. 2011.
- [54] M.Pérez. *Estimación de incertidumbres. Guía GUM*. Revista Española de Metrología. Diciembre 2012.
- [55] *Diseño de experimentos para varios factores categóricos*. Ed. Statgraphics. 2006
- [56] www.keytometals.com
- [57] www.thyssenkruppmaterials-iberica.es
- [58] www.acerosims.com
- [59] www.ipargama.com
- [60] www.acerosurssa.es
- [61] www.acerosbohler.com
- [62] www.acerosuddeholm.com
- [63] www.aceros-premium.es

9. LISTADOS DE FIGURAS Y TABLAS.

9.1 LISTADO DE FIGURAS.

Fig 0.1-1. Ejemplos de piezas nitruradas em VTN

Fig 2.2-1. Diagrama de equilibrio Fe-N[1]

Fig 2.2-2. Diagrama Fe-N equilibrio metaestable [4]

Fig 2.2-3. Composición de las capas nitruradas en función de la temperatura de nitruración[1]

Fig 2.2-4. Microestructura de la capa periférica de un acero electrolítico nitrurado durante ocho horas a 923 K[1]

Fig 2.2-5. Figura esquemática de la difusión de N(puntos negros) en la red del acero(puntos blancos) [4]

Fig 2.2-6. Figura esquemática de la nucleación fases γ' y ϵ [2]

Fig 2.2-7. Dureza de los aceros nitrurados después de permanecer una hora a diversas temperaturas. [1]

Fig 2.3-1. Vista esquemática del proceso de nitruración gaseosa [4]

Fig 2.3-2. Microestructuras de muestras de acero AISI 4140 templado y revenido después de nitruración en etapa simple (izq.) y después de nitruración con doble etapa (dcha.). La muestra nitrurada en etapa simple muestra capa blanca de 5 a 8 μm , mientras que la otra no ha desarrollado capa blanca. [3]

Fig 2.3-3. Vista esquemática de hornos de campana móvil [3]

Fig 2.3-4. Ejemplos de reactores de nitruración en baño de sales [3]

Fig 2.3-5. Diagrama de equilibrio Fe-N-C a 848 K [3]

Fig 2.3-6. Micrografías ópticas de un acero de herramientas Cr-Mo-V nitrocarburado Tufftriding [13]

Fig 2.3-7. Típicas composiciones del gas de nitruración y capas nitruradas obtenidas [3]

Fig 2.3-8. Efecto de la nitruración en la resistencia a fatiga [3]

Fig 2.3-9. Eventos de interacción entre el plasma y la superficie [13]

Fig 2.3-10. Equipamiento básico de DCPN, PPN y ASPN [13]

Fig 2.3-11. Instalación típica de nitruración por plasma [3]

Fig 2.4-1. Diagrama de revenido y templabilidad (Jominy) acero C45E(o equivalente)[56]

Fig 2.4-2. Diagrama TTT acero C45E (o equivalente)[56]

Fig 2.4-3. Diagrama CCT acero C45E (o equivalente)[56]

Fig 2.4-4. Microestructura C45E Bruto de colada (Ferrita+perlita)[56]

Fig 2.4-5. Microestructura C45E Templado al agua(martensita)[56]

Fig 2.4-6. Microestructura C45E Templado y revenido 873K (martensita revenida)[56]

Fig 2.4-7. Microestructura acero Ck 45 nitruración gas 70h [16]

- Fig 2.4-8. Micrografía SEM acero Ck 45 nitruración gas 70h [16]
- Fig 2.4-9. Perfil microdurezas acero Ck 45 nitruración gas 70 h [16]
- Fig 2.4-10. Perfil microdurezas aceros AISI 1045 y 4140 nitruración gas doble etapa [17]
- Fig 2.4-11. Perfil de % en peso de N con la profundidad. Obtenido por OES en 4 localizaciones por muestra [17]
- Fig 2.4-12. Diagrama Lehrer AISI 1045 [17]
- Fig 2.4-13. Micrografías de acero 45 tratado a 818 K a tiempos diferentes: a-60 min, b-90 min, c-120 min, d-180 min [18]
- Fig 2.4-14. Perfiles de microdureza acero 45 no tratado y tratado a 818 K a tiempos diferentes [18]
- Fig 2.4-15. Pérdida de masa en ensayo de desgaste acero 45 no tratado y tratado a 818 K a tiempos diferentes [18]
- Fig 2.4-16. Tiempos de liberación de óxido acero 45 nitrocarburado y tratados QPQ a 818 K a tiempos diferentes [18]
- Fig 2.4-17. Microestructuras acero equivalente C45E nitrocarbурadas gas y sales [19]
- Fig 2.4-18. Perfiles microdureza acero equivalente C45E nitrocarbурadas gas y sales [19]
- Fig 2.4-19. Curvas S-N acero equivalente C45E nitrocarbурadas gas y sales (y pulidas posteriormente) [19]
- Fig 2.4-20. Microestructura acero Ck 45 nitruración plasma [16]
- Fig 2.4-21. Diagrama de revenido y templabilidad (Jominy) acero 42CrMo4 (o equivalente) [56]
- Fig 2.4-22. Diagrama TTT acero 42CrMo4 (o equivalente) [56]
- Fig 2.4-23. Diagrama CCT acero 42CrMo4 (o equivalente) [56]
- Fig 2.4-24. Microestructura 42CrMo4 Templado y revenido (sorbita) [56]
- Fig 2.4-25. Microestructura 42CrMo4 recocido a 1073 K (ferrita y perlita granular) [56]
- Fig 2.4-26. Espesor de capa nitrurada en ciclos de doble etapa de nitruración acero 4140. Los números indican tiempo de nitruración a 15-25% disociación. El tiempo restante de ciclo operaría a 83-85% de disociación [3]
- Fig 2.4-27. Espesor de capa nitrurada acero AISI 4140 en función del tiempo de nitruración [3]
- Fig 2.4-28. Perfiles de microdureza AISI 4140 en función de diferentes condiciones de nitruración [3]
- Fig 2.4-29. Micrografías ópticas acero AISI 4140 nitruración gas (a) 14 h, (b) 30 h y (c) 45 h [25]
- Fig 2.4-30. Análisis XRD capa de compuestos AISI 4140 nit. gas [22]
- Fig 2.4-31. Diagrama Lehrer AISI 4140 [17]
- Fig 2.4-32. Perfil microdurezas 42CrMo4 dif T y t [21]
- Fig 2.4-33. Perfil microdurezas 4140 2 et dif t [23]
- Fig 2.4-34. Perfil microdurezas dif. T [25]

- Fig 2.4-35. Diagramas Wöhler de un acero 42CrMo4 [24]
- Fig 2.4-36. Ensayos de fatiga acero AISI 4140 [24]
- Fig 2.4-37. Profundidad capa nitrada nit sales convencional 70 h varios aceros [3]
- Fig 2.4-38. Perfiles microdureza AISI 4140 nit sales [3]
- Fig 2.4-39. Perfil microdureza AISI 4140 nit sales [26]
- Fig 2.4-40. Micrografía acero AISI 4140 nitrurado plasma (a) 843 K y (b) 893 K (se observa capa compuesta típica sobre capa columnar de braunita) [33]
- Fig 2.4-41. Análisis XRD superficie acero AISI 4140 nitrurados plasma diferentes T [33]
- Fig 2.4-42. Espesor capa compuestos trat a 748 K y dif tiempos [32]
- Fig 2.4-43. Espesor capa compuestos trat dif Tiempos y dif T: ●873K, ○773K, ◇823K [32]
- Fig 2.4-44. Micrografía capa compuestos trat a 748 K y dif tiempos [32]
- Fig 2.4-45. Espesor capa difusión trat a 748 K y dif t [27]
- Fig 2.4-46. Perfil microdurezas AISI 4140 nit 813K [31]
- Fig 2.4-47. Perfil microdurezas AISI 4140 nit 748K [32]
- Fig 2.4-48. Ensayos de fatiga AISI 4140 nit 748K [27]
- Fig 2.4-49. Ensayos de fatiga AISI 4140 dif T [29]
- Fig 2.4-50. Diagrama de revenido acero X40CrMoV5-1 (o equivalente) [62]
- Fig 2.4-51. Diagrama TTT acero en X40CrMoV5-1 (o equivalente) [56]
- Fig 2.4-52. Diagrama CCT acero en X40CrMoV5-1 (o equivalente) [56]
- Fig 2.4-53. Micrografías SEM H13, detalle nitruros lamelares (a) Nitr 1 (b) Renitr (c) 2ª Renitr [34]
- Fig 2.4-54. Micrografías óptica H13, capa difusión [35]
- Fig 2.4-55. Perfiles microdurezas H13 (a) Nitr 1 (b) Renitr (c) 2ª Renitr [34]
- Fig 2.4-56. Micrografías óptica H13, nitrosulfinitizado 24 h [37]
- Fig 2.4-57. Perfil microdureza H13 nitrosulfinitizado dif t [37]
- Fig 2.4-58. Perfil microdureza H13 Tuffriding Dif microesturc. Ini. □40 HRc, ○45 HRc, △50 HRc [38]
- Fig 2.4-59. XRD AISI H13 nit plasma dif T [40]
- Fig 2.4-60. Perfiles microdurezas AISI H13 nit plasma dif T [40]
- Fig 2.4-61. Perfiles microdurezas AISI H13 nit plasma dif T [39]
- Fig 2.4-62. Diagrama de revenido acero X20Cr13 (o equivalente) [58]
- Fig 2.4-63. Diagrama TTT acero X20Cr13 (o equivalente) [56]
- Fig 2.4-64. Diagrama CCT acero X20Cr13 (o equivalente) [56]
- Fig 2.4-65. Micrografía SEM AISI 420 nit 803 K. Se observa capa blanca [43]
- Fig 2.4-66. Perfil microdurezas AISI 420 nit 4 h a dif T [45]

Fig 2.5-1. Cambio en diámetro de cilindros huecos nitrurados doble etapa en función del espesor de pared [3]

Fig 2.5-2. Pieza industrial modelizada y experimentada. Los números corresponden con los puntos de medición realizados (presentados en la figura siguiente). Las medidas 1 y 2 corresponden con desplazamientos axiales [48].

Fig 2.5-3. Variaciones dimensionales calculadas por simulación y medidas reales [48].

Fig 2.5-4. Engranaje elíptico [49].

Fig 3.2-1. Esquema nitruración baño de sales VTN [14].

Fig 3.2-2. Sistema aireación baño nitruración Durferrit [14].

Fig 3.2-3. Sistema extracción lodos baño nitruración Durferrit [14].

Fig 3.2-4. Baño de nitruración TF 1-VTN.

Fig 3.2-5. Baño de postoxidación AB 1-VTN.

Fig 3.2-6. Cascada de enfriamiento/lavado-VTN.

Fig 3.2-7. Vista general de instalación y sistemas de control VTN.

Fig 4.1-1. Máquina de corte utilizada y detalle de la misma.

Fig 4.1-2. Prensa de empastillado en caliente utilizada

Fig 4.1-3. Máquina automática de pulido (arriba izqu.), suspensiones de diamante (arriba dcha), paño pulido $3\mu\text{m}$ (abajo)

Fig 4.1-4. Probetas en etapa intermedia desbaste (izquierda) y probetas pulido finalizado (dcha)

Fig 4.1-5. Probetas 42CrMo4 tras ataque con Nital 3%

Fig 4.1-6. OLYMPUS BX60M e interfaz software análisis de imagen

Fig 4.1-7. Microdurómetro MITUTOYO HM-200

Fig 4.1-8. Ejemplo de distribución microindentaciones

Fig 4.1-9. Representación del funcionamiento de un equipo GD-OES

Fig 4.2-1. Probeta tipo utilizada Fase 1.

Fig 4.2-2. Probetas nitruradas baño de sales (izqu) y nitruradas en plasma (dcha).

Fig 4.3-1. Capa de compuestos C45E nit gas (500x)

Fig 4.3-2. Capa de compuestos C45E nit plasma (1000x)

Fig 4.3-3. C45E nit gas-Picral 4% (100x)

Fig 4.3-4. C45E nitcar ciclo extendido-oscurecimiento diferencial ferrita_Picral+Nital (100x)

Fig 4.3-5. Comparativa perfiles microdureza C45E según procesos

Fig 4.3-6. Comparativa microdureza C45E según proceso (incluyendo nit Tekniker)

Fig 4.3-7. Microdurezas superficiales C45E según procesos

Fig 4.3-8. 42CrMo4 nitcar ciclo extendido (500x)

- Fig 4.3-9. 42CrMo4 nitcar (100x)
- Fig 4.3-10. 42CrMo4 nitcar ciclo extendido-capac difusión (1000x)
- Fig 4.3-11. Comparativa perfiles microdureza 42CrMo4 según procesos
- Fig 4.3-12. Comparativa microdureza 42CrMo4 según proceso (incluyendo nit Tekniker)
- Fig 4.3-13. Comparativa microdureza superficial 42CrMo4 según procesos
- Fig 4.3-14. Ausencia capa de compuestos X40CrMoV5-1 nit gas (1000x)
- Fig 4.3-15. X40CrMoV5-1 nitcar sales ciclo extendido (200x)
- Fig 4.3-16. Ptdos lamelares X40CrMoV5-1 nitcar gas ciclo extendido (500x)
- Fig 4.3-15. X40CrMoV5-1 nitcar
- Fig 4.3-17. Comparativa perfiles microdureza X40CrMoV5-1 según procesos
- Fig 4.3-18. Comparativa microdureza X40CrMoV5-1 según proceso (incluyendo nit Tekniker)
- Fig 4.3-18. Comparativa microdureza superficial X40CrMoV5-1 según procesos
- Fig 4.3-19. Capa de compuestos X20Cr13 nitcar sales(1000x)
- Fig 4.3-20. X20Cr13 nitcar sales(200x)
- Fig 4.3-21. Carburos ptdos.X20Cr13 nitcar sales(200x)
- Fig 4.3-22. X20Cr13 nit plasma(200x)
- Fig 4.3-23. Comparativa perfiles microdureza X20Cr13 según procesos
- Fig 4.3-24. Comparativa microdureza superficial X20Cr13 según procesos
- Fig 4.3-25. Perfil microdurezas X20Cr13 nitcar sales.
- Fig 4.3-26. Perfil composición % en peso N X20Cr13 nitcar sales
- Fig 4.3-27. Comparativa perfiles microdureza nitrocarburoación baño de sales según acero y ciclo
- Fig 4.3-28. Comparativa perfiles microdureza nitruración gaseosa según acero y ciclo
- Fig 4.3-29. Comparativa perfiles microdureza nitruración plasma según acero y ciclo
- Fig 4.3-30. Capa Efectiva vs $t^{1/2}$ nitrocarburoación baño de sales
- Fig 4.3-31. Capa Efectiva vs $t^{1/2}$ nitruración gaseosa
- Fig 5.1-1. Bloques patrón cerámicos
- Fig 5.1-2. Anillo patrón 30 mm
- Fig 5.1-3. Calibración micrómetro exteriores para 150 mm
- Fig 5.1-4. Calibración Pie de Rey para 70 mm
- Fig 5.1-5. Ejemplos de ejecución de proceso de medida
- Fig 5.2-1. Pieza tipo anillo
- Fig 5.2-2. Pieza tipo Casquillo
- Fig 5.2-3. Pieza tipo P3

Fig 5.2-4. Diagrama revenido acero 40CrMnMo7[58]

Fig 5.2-5. Desbaste taladros 30 mm Pieza 3

Fig 5.2-6. Desbaste defecto de masa 70x70mm Pieza 3

Fig 5.2-7. Ejemplos piezas Anillo, Casquillo y P3 nitruradas.

Fig 5.3-1. Comparativa distorsiones diámetros exterior e interior Anillo según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/F-1252-42CrMo4) según proceso análisis CD

Fig 5.3-2. Comparativa distorsiones diámetros exterior e interior Anillo según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/F-1252-42CrMo4) según proceso análisis CDCE

Fig 5.3-3. Comparativa distorsiones anchura y altura defecto de masa Casquillos según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/F-1252-42CrMo4) según proceso análisis CD

Fig 5.3-4. Comparativa distorsiones anchura y altura defecto de masa Casquillos según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/F-1252-42CrMo4) según proceso análisis CDCE

Fig 5.3-5. Comparativa distorsiones diámetros 10,30 y 60 mm Pieza 3 según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CD

Fig 5.3-6. Comparativa distorsiones diámetros 10,30 y 60 mm Pieza 3 según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CD

Fig 5.3-7. Comparativa variación diámetros perpendiculares taladro 60 mm (combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CD

Fig 5.3-8. Comparativa distorsiones globales defecto de masa 70 mm Pieza 3 según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CD

Fig 5.3-9. Comparativa distorsiones según Ejes de medición defecto de masa 70 mm Pieza 3 según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CD

Fig 5.3-10. Comparativa distorsiones globales defecto de masa 70 mm Pieza 3 según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CDCE

Fig 5.3-11. Comparativa distorsiones según Ejes de medición defecto de masa 70 mm Pieza 3 según piezas(combinaciones de diseño)(F-1140-C45E/1.2311-40CrMnMo7) según proceso análisis CDCE

Fig 5.3-12. Variación distorsión con diámetro taladro acero C45E tras nitruración

Fig 5.3-13. Variación distorsión con diámetro taladro acero de baja aleación tras nitruración

Fig 5.3-14. Variación distorsión con Espesor de pared según tipo de nitruración

Fig 5.3-15. Variación distorsión con E/D según tipo de nitruración

Fig 5.3-16. Variación distorsión con E/D según tipo de nitruración

Fig 5.3-17. Ejemplo de gráfico de interacciones-claramente se advierte el mayor valor de distorsión para la nitruración gaseosa(P3 D60mm)

Fig 5.3-18. Ejemplo de gráfico ANOVA-(Anillo Dext)

Fig 5.3-19. Ejemplo de gráfico interacciones-se ve claramente que la distorsión es mayor para el acero C45E (F-1140) que para el acero 40CrMnMo7 (EN 1.2311)-(P3 Def Masa)

9.2 LISTADO DE TABLAS.

Tabla 1.3-1. Resumen aceros sometidos a estudio(resaltado y en negrita la denominación común en España)

Tabla 2.4-1. Equivalencias principales de denominación acero C45E

Tabla 2.4-2. Composición química acero C45E (o equivalente) según fabricantes y norma UNE-EN vigente [57][58][59][60]

Tabla 2.4-3. Características mecánicas acero C45E (o equivalente) según fabricantes [57][58][59]

Tabla 2.4-4. Condiciones de tratamientos térmicos recomendadas acero C45E (o equivalente)

Tabla 2.4-5. Capas efectivas estimadas acero 45 tratado a 818 K a tiempos diferentes

Tabla 2.4-6. Equivalencias principales de denominación acero 42CrMo4

Tabla 2.4-7. Composición química acero 42CrMo4 (o equivalente) según fabricantes y norma UNE-EN vigente [57][58][59][60][61][63]

Tabla 2.4-8. Características mecánicas acero 42CrMo4 (o equivalente) según fabricantes [57][58][59][61]

Tabla 2.4-9. Condiciones de tratamientos térmicos recomendadas acero 42CrMo4 (o equivalente)

Tabla 2.4-10. Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [21] a [26]

Tabla 2.4-11. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [21] a [26]

Tabla 2.4-12. Resumen microdurezas referencias [21] a [26]

Tabla 2.4-13. Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [27] y [28]

Tabla 2.4-14. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [27] y [28]

Tabla 2.4-15. Resumen microdurezas referencias [27] y [28]

Tabla 2.4-16. Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [29] a [33]

Tabla 2.4-17. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [29] a [33]

Tabla 2.4-18. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [29] a [33]

Tabla 2.4-19. Equivalencias principales de denominación acero X40CrMoV5-1

Tabla 2.4-20. Composición química acero X40CrMoV5-1 (o equivalente) según fabricantes [57][58][61][62][63]

Tabla 2.4-21. Características mecánicas acero X40CrMoV5-1 (o equivalente) según fabricantes[57][61][62][63]

Tabla 2.4-22. Condiciones de tratamientos térmicos recomendadas X40CrMoV5-1 (o equivalente)

Tabla 2.4-23. Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [34] a [36]

Tabla 2.4-24. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [34] a [36]

Tabla 2.4-25. Resumen microdurezas referencias [34] a [36]

Tabla 2.4-26. Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [36] a [38]

Tabla 2.4-27. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [36] a [38]

- Tabla 2.4-28. Resumen microdurezas referencias [36] a [38]
- Tabla 2.4-29. Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [39] a [42]
- Tabla 2.4-30. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [39] a [42]
- Tabla 2.4-31. Resumen microdurezas referencias [39] a [42]
- Tabla 2.4-32. Equivalencias principales de denominación acero X20Cr13
- Tabla 2.4-33. Composición química acero X20Cr13 (o equivalente) según fabricantes [57][58]
- Tabla 2.4-34. Características mecánicas acero X20Cr13 (o equivalente) según fabricantes [57][58]
- Tabla 2.4-35. Condiciones de tratamientos térmicos recomendadas X20Cr13 (o equivalente)
- Tabla 2.4-36. Resumen condiciones principales nitruraciones referencias [43] a [45]
- Tabla 2.4-37. Resumen capa de compuestos y difusión referencias [43] a [45]
- Tabla 2.4-38. Resumen microdurezas referencias [43] a [45]
- Tabla 2.5-1. Cambios dimensionales en piezas cilíndricas huecas 70 mm[1]
- Tabla 4.2-1. Identificación probetas y características materiales Fase 1.
- Tabla 4.2-2. Condiciones nitruración Fase 1.
- Tabla 4.2-3. Condiciones nitruración Tekniker.
- Tabla 4.2-4. Condiciones nitrocarburoción complementarias VTN.
- Tabla 4.4-1. Resumen capas de compuestos aceros-procesos
- Tabla 4.4-2. Resumen capas efectivas estimadas aceros-procesos
- Tabla 5.1-1. Resumen resultados calibración instrumentos de medida
- Tabla 5.2-1. Identificación piezas Anillo y características materiales Fase 2.
- Tabla 5.2-2. Identificación piezas Casquillo y características materiales Fase 2.
- Tabla 5.2-3. Identificación piezas Pieza 3 y características materiales Fase 2
- Tabla 5.2-4. Equivalencias principales de denominación acero 40CrMnMo7
- Tabla 5.2-5. Características mecánicas acero 40CrMnMo7 (o equivalente) según fabricantes [57][58][62][63]
- Tabla 5.2-6. Condiciones de tratamientos térmicos recomendadas acero 40CrMnMo7 (o equivalente)
- Tabla 5.3-1. Variación de espesor tras nitruración
- Tabla 5.3-2. Resumen p-valores tablas ANOVA.
- Tabla 5.3-3. Resumen Pruebas de Múltiples Rangos Tipo de Nitruración.
- Tabla 5.3-4. Resumen Pruebas de Múltiples Rangos Tipo de material.
- Tabla 5.3-5. Resumen Pruebas de Múltiples Rangos Estado microestructural inicial.

A. APÉNDICES PRINCIPALES.

A.1. ESTUDIO SISTEMÁTICO PROCESOS NITRURACIÓN FASE 1.

A.1.1. ACERO AL CARBONO C45E

A.1.1.1. Sin tratamiento. Probeta de control.

Estudio metalográfico.

Las micrografías obtenidas tras el ataque Picral+Nital muestran una estructura clásica ferrítico/perlítica tanto en la zona superficial como en el núcleo.

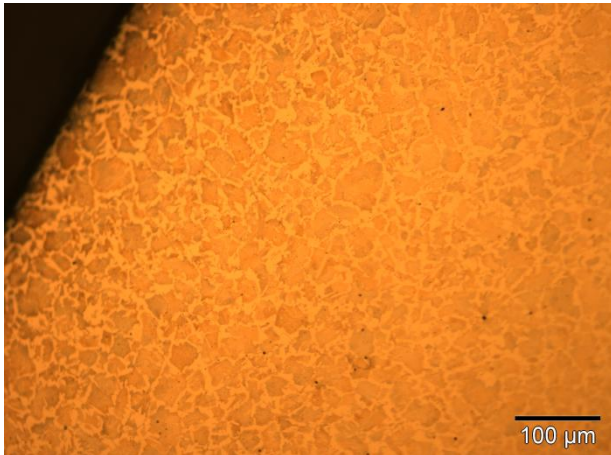


Fig A.1-1. Acero C45E sin tratar (200x)

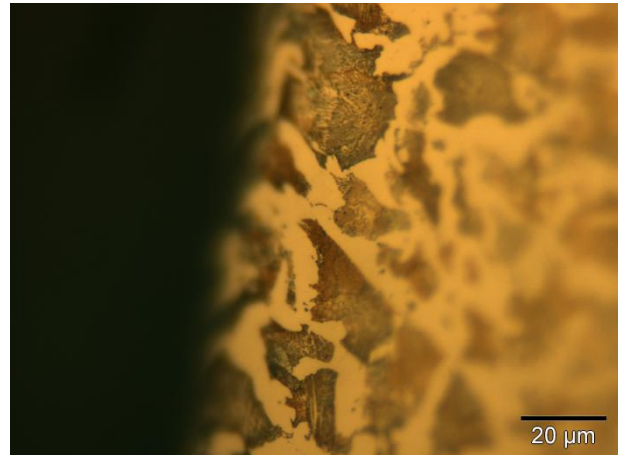


Fig A.1-2. Borde probeta Acero C45E sin tratar (1000x)

En las colonias de perlita (zonas oscuras) se advierte claramente las laminas de ferrita y perlita. Están dispersas en una matriz de ferrita (red clara) como corresponde a un acero hipoeutectoide. El tamaño de grano es grande (entre 20 y 40µm para la perlita) como corresponde a un material en estado normalizado.

Perfil microdureza.

C45E SIN TRATAMIENTO				
P6	Q[g]	distancia a la superficie [µm]		HV [Vickers]
		x	y	
	100	38	100	222,7
	"	90	0	207,9
	"	185	100	212,1
	"	290	0	240,5
	"	1030	0	225,6
	"	3030	0	227,7
	"	10000	0	229,5
			HV [Vickers]	223,7
			S [Vickers]	11,0

Tabla A.1-1. Datos microdureza C45E sin tratar (Probeta 6).

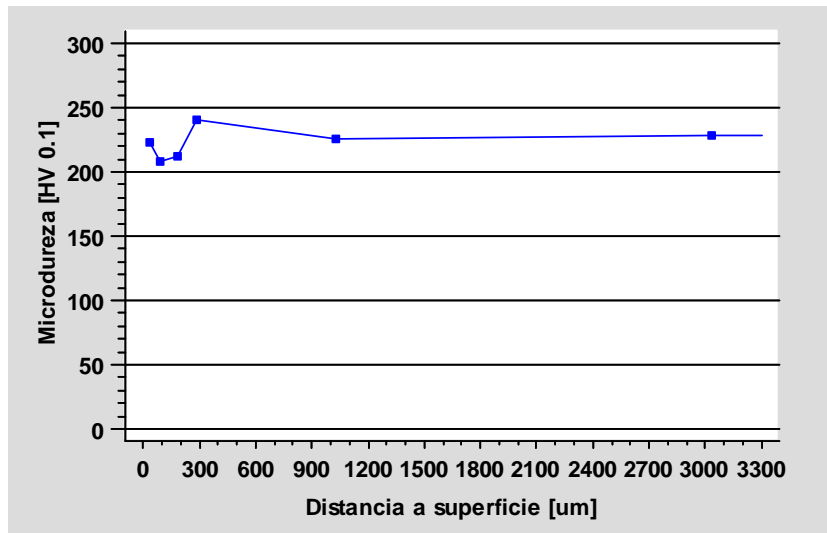


Fig A.1-3. Perfil microdureza C45E sin tratamiento

El valor de microdureza obtenido es, atendiendo a la equivalencia dureza Brinell-dureza Vickers, concordante con el valor declarado por el suministrador del acero. Si acaso, ligeramente superior (224 HV(0,1) frente a 204 HB).

A.1.1.2. Nitrocarburation en baño de sales.

Estudio metalográfico.

En este caso se realizó un estudio tras el ataque del Picral 4% y luego tras el ataque del Nital 3%. Las primeras micrografías muestran una estructura clásica ferrítico/perlítica tanto en la zona superficial como en el núcleo. Aunque no se pueda afirmar con total rotundidad, se advierte una zona más oscurecida en la capa superficial (hasta 300-320 μm) que podría corresponder con la capa nitrurada. En este caso no puede tratarse precipitados de nitruros aleados, pero sí que la difusión del N provocaría una ligera deformación de la red cristalina que se manifestaría en un ataque diferencial por parte del reactivo. Las micrografías después del ataque conjunto reafirman la morfología ferrítico/perlítica. En ellas se advierte una coloración diferente de los granos de ferrita en la zona superficial, lo que podría identificarse con "caminos" preferenciales de difusión del N en Fe- α . Realmente, dada la baja solubilidad del N en la ferrita, este oscurecimiento podría corresponder a nitruros de hierro precipitados durante el enfriamiento de las probetas.

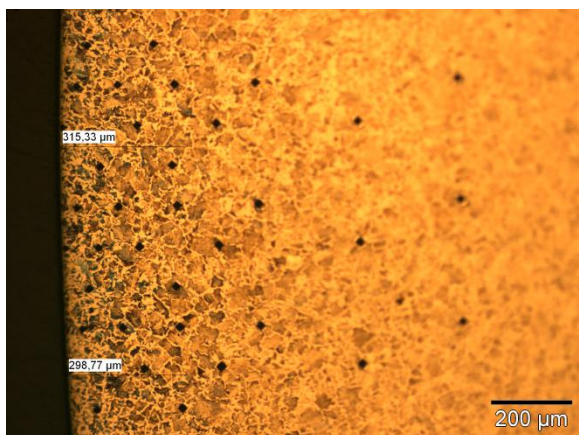


Fig A.1-4. Acero C45E nitcar sales- Picral (100x)

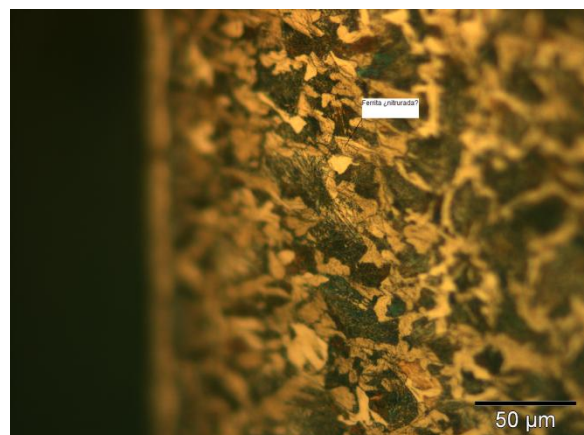


Fig A.1-5. Acero C45E nitcar sales- Picral+Nital (500x)

Se advierte claramente la formación de una capa de compuestos homogénea de un espesor de 10-12 μm .

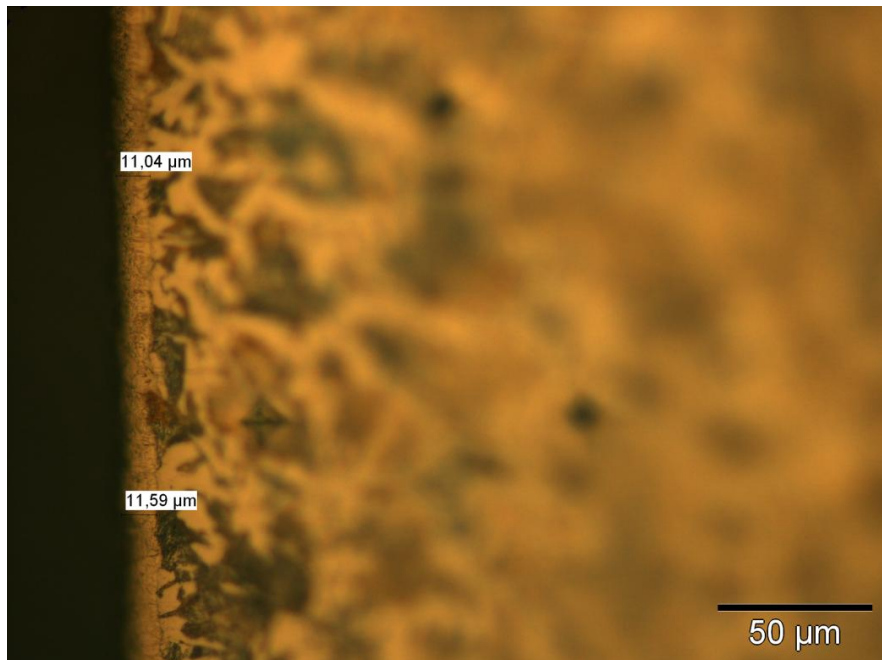


Fig A.1-6. Capa de compuestos C45E nitcar bañada en sales (500x)

Perfil microdureza.

Con el fin de presentar en este apéndice los datos a modo resumido, simplemente se presentarán tablas de medias de microdureza en cada distancia a superficie X.

No obstante, a modo de ejemplo, se presenta para este caso la tabla completa de toma de datos y análisis, la cual se ha utilizado en todos los casos.

El proceso seguido en el análisis de datos fue el siguiente:

- Realización de prueba Q de Dixon[51], con nivel de confianza del 98%($Q < 0,97$), a cada serie de tres datos por perfil de distancia a superficie, para la identificación de datos discordantes.
- Cálculo de intervalo de confianza de la media de la muestra(\approx incertidumbre) con:

$$I = \pm t_{n-1,1-\alpha} \cdot S / \sqrt{n} \quad (\text{Eq. 7})$$

dónde,

$t_{n-1,1-\alpha}$ =es el valor del estadístico t-student para n-1 grados de libertad y nivel de significación 1- α (en este trabajo fueron n=3(ó 2) y 1- α =0,95).

- Cálculo de error relativo para cada muestra de datos con: $Er = I / \hat{H}_v$, siendo \hat{H}_v el valor promedio de microdureza en cada muestra.
- Con el fin de no discriminar datos excesivamente, teniendo en cuenta la variabilidad esperable para las medidas de microdureza, ni incluir datos claramente anómalos a priori, se establecieron unos criterios adicionales de rechazo:
 - Si Prueba Q de Dixon positiva y $Er > 5\%$ ó Q de Dixon negativa y $Er > 25\%$ se realizaba test 3S. Si el valor obtenido en la test 3S era superior a 7, dicho dato se consideraba ANÓMALO, siendo descartado y recalculado el valor medio de microdureza y el intervalo de confianza con un grado de libertad

menos. Se comprobó que para valores del test 3S (prueba realmente válida para $n > 10$) entre 3 y 7, que en teoría supondrían también el rechazo de ese dato, el intervalo de confianza en torno a la media aumentaba respecto a no rechazarlo (puesto que suponía reducir los grados de libertad de 2 a 1), por lo que se tomó el criterio anteriormente señalado.

- En cualquier otro supuesto, el dato se conservaba para el cálculo de valor medio de microdureza e intervalo de incertidumbre.
- En determinados casos sólo pudieron realizarse inicialmente 2 medidas de microdureza en el perfil de distancia a superficie. En estos casos (en los que no pueden hacerse pruebas estadísticas Q de Dixon o 3S), se rechazó la muestra completa si el Er era superior al 25%.

CASE NITRURACIÓN SALES													
P1	Q[g]	distancia a la superficie [µm]		HV [Vickers]	ā [Vickers]	S [Vickers]	t-Student	$I = \frac{t \cdot S}{\sqrt{n}}$ [Vick]	Test Q	I/\bar{a} [%]	Test 3S		
		x	y				$t_{2,95}=4,30; t_{1,95}=12,71$		$Q < 0,97$		$\bar{a}_{(1-0)}$ [Vickers]	$S_{(1-0)}$ [Vickers]	$ a_i - \bar{a}_{(1-0)} / S_{(1-0)}$
	50	0		564,5	564,7	9,2	4,30	28,0	0,484	5,0%			
	50	0		574,0	564,7	9,2	4,30	28,0	0,516	5,0%			
	50	0		555,6	564,7	9,2	4,30	28,0	0,484	5,0%			
	100	15	0	470,6	452,1	18,4	4,30	55,8	0,515	12,3%			
	"	15	-300	433,9	452,1	18,4	4,30	55,8	0,485	12,3%			
	"	15	300	451,7	452,1	18,4	4,30	55,8	0,485	12,3%			
	"	50	-100	417,2	406,5	23,0	4,30	70,1	0,120	17,2%			
	"	50	-400	422,2	406,5	23,0	4,30	70,1	0,120	17,2%			
	"	50	200	380,0	406,5	23,0	4,30	70,1	0,880	17,2%			
	"	75	100	392,5	388,9	10,6	4,30	32,3	0,236	8,3%			
	"	75	400	397,3	388,9	10,6	4,30	32,3	0,236	8,3%			
	"	75	-500	377,0	388,9	10,6	4,30	32,3	0,764	8,3%			
	"	100	-200	389,4	382,2	8,6	4,30	26,1	0,293	6,8%			
	"	100	0	384,5	382,2	8,6	4,30	26,1	0,293	6,8%			
	"	100	300	372,7	382,2	8,6	4,30	26,1	0,707	6,8%			
	"	150	200	347,1	340,1	6,3	4,30	19,3	0,685	5,7%			
	"	150	-100	334,7	340,1	6,3	4,30	19,3	0,315	5,7%			
	"	150	-400	338,6	340,1	6,3	4,30	19,3	0,315	5,7%			
	"	200	-300	319,2	320,6	3,1	4,30	9,5	0,123	2,9%			
	"	200	0	318,5	320,6	3,1	4,30	9,5	0,123	2,9%			
	"	200	300	324,2	320,6	3,1	4,30	9,5	0,877	2,9%			
	"	240	-500	326,0	317,6	11,9	12,71	151,0		47,5%			
	"	240	500	309,2	317,6	11,9	12,71	151,0		47,5%			
	"	285	400	324,0	305,5	17,1	4,30	52,0	0,639	17,0%			
	"	285	100	302,4	305,5	17,1	4,30	52,0	0,361	17,0%			
	"	285	-200	290,2	305,5	17,1	4,30	52,0	0,361	17,0%			
	"	300	200	292,6	288,2	8,3	4,30	25,2	0,048	8,7%			
	"	300	-100	278,6	288,2	8,3	4,30	25,2	0,952	8,7%			
	"	300	-400	293,3	288,2	8,3	4,30	25,2	0,048	8,7%			
(nú.)	"	400	-300	280,6	265,5	17,9	4,30	54,5	0,298	20,5%			
(nú.)	"	400	0	270,2	265,5	17,9	4,30	54,5	0,298	20,5%			
(nú.)	"	400	300	245,7	265,5	17,9	4,30	54,5	0,702	20,5%			
(nú.)	"	500	200	268,0	264,5	11,2	4,30	34,1	0,255	12,9%			
(nú.)	"	500	-100	251,9	264,5	11,2	4,30	34,1	0,745	12,9%			
(nú.)	"	500	-400	273,5	264,5	11,2	4,30	34,1	0,255	12,9%			
(nú.)	"	750	-300	271,3	256,5	13,7	4,30	41,7	0,638	16,3%			
(nú.)	"	750	0	244,2	256,5	13,7	4,30	41,7	0,362	16,3%			
(nú.)	"	750	300	254,0	256,5	13,7	4,30	41,7	0,362	16,3%			
(nú.)	"	1000	200	259,0	257,8	2,2	4,30	6,7	0,051	2,6%			
(nú.)	"	1000	-100	255,3	257,8	2,2	4,30	6,7	0,949	2,6%			
(nú.)	"	1000	-400	259,2	257,8	2,2	4,30	6,7	0,051	2,6%			
(nú.)	"	2000	-300	266,1	254,6	10,1	4,30	30,7	0,811	12,1%			
(nú.)	"	2000	0	247,1	254,6	10,1	4,30	30,7	0,189	12,1%			
(nú.)	"	2000	300	250,7	254,6	10,1	4,30	30,7	0,189	12,1%			

Tabla A.1-2. Datos microdureza C45E nitrocar baño de sales (Probeta 1).

La tabla resumen sería la siguiente:

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [µm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm t \cdot S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	564,7	9,2	28,0	536,7	592,7
100	15	452,1	18,4	55,8	396,3	507,9
"	50	406,5	23,0	70,1	336,4	476,5
"	75	388,9	10,6	32,3	356,7	421,2
"	100	382,2	8,6	26,1	356,1	408,3
"	150	340,1	6,3	19,3	320,9	359,4
"	200	320,6	3,1	9,5	311,2	330,1
"	285	305,5	17,1	52,0	253,5	357,6
"	300	288,2	8,3	25,2	263,0	313,4
"	400	265,5	17,9	54,5	211,0	320,0
"	500	264,5	11,2	34,1	230,3	298,6
"	750	256,5	13,7	41,7	214,8	298,2
"	1000	257,8	2,2	6,7	251,2	264,5
"	2000	254,6	10,1	30,7	223,9	285,3

Tabla A.1-3. Resumen promedios microdureza C45E nitrocar baño de sales (Probeta 1).

La dureza máxima correspondería a la dureza superficial 565 HV (0,05).

La dureza del núcleo, calculada como el promedio de las mediciones a partir de $d \geq 400 \mu\text{m}$ fue de 260 HV (0,1). En este caso, parece que el ciclo térmico de nitruración hubiese endurecido el acero ligeramente. En todos los casos se estimó la dureza del núcleo de forma conservadora, es decir, a distancias a la superficie a partir de las que la dureza no mostraba una tendencia clara y continuada de disminución.

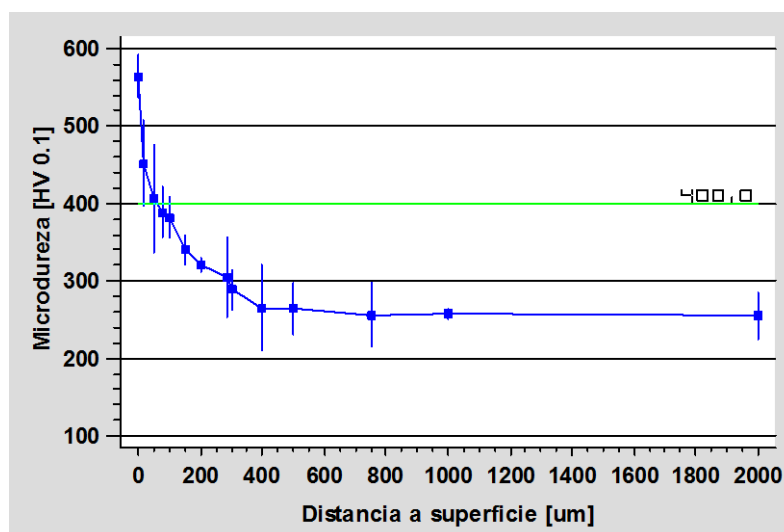


Fig A.1-7. Perfil microdureza C45E nitrocar baño de sales

Para el acero C45E se aplicaron los dos criterios de estimación de la capa efectiva de la ISO 6336. Se consideró que el criterio aplicable por dureza de núcleo a este acero (Dureza > 400 HV(0,1)) no resultaría en una capa efectiva aproximada a la capa de difusión real, ya que, tal y como se ve en la figura anterior, la microdureza continua su descenso paulatino hasta una profundidad significativamente mayor, lo que indicaría que el nitrógeno ha difundido hasta esa zona aproximadamente.

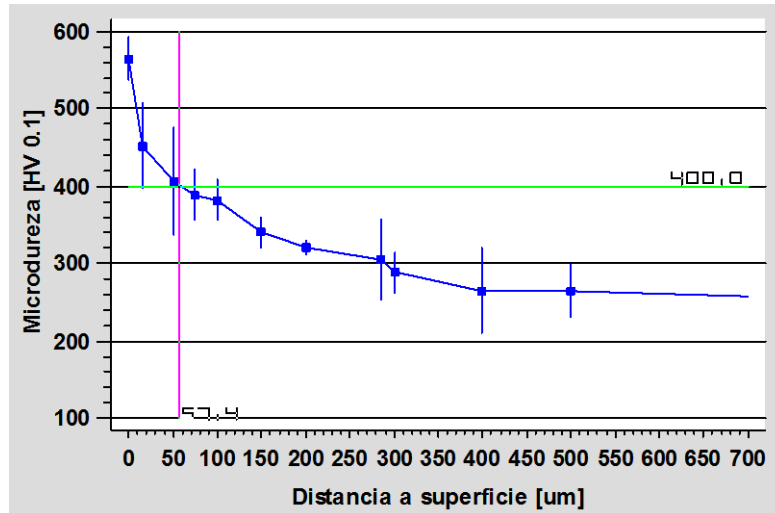


Fig A.1-8. Detalle perfil microdureza C45E nitrocar baño de sales estimación capa efectiva HV>400

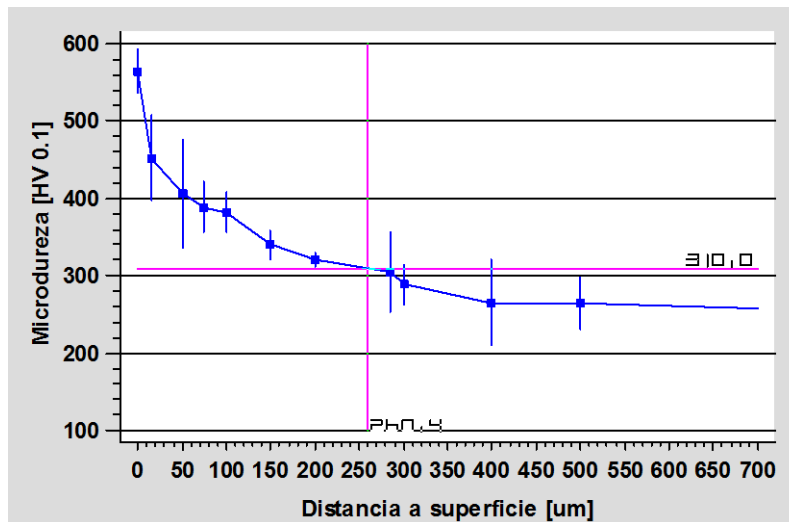


Fig A.1-9. Detalle perfil microdureza C45E nitrocar baño de sales estimación capa efectiva HV>Dureza núcleo+50HV

	ds [μm]
Capa Efectiva d con HV>400 HV	50-60
Capa Efectiva Dureza Núcleo+50 HV	250-260

El valor de la capa efectiva con el criterio dureza del núcleo +50Hv se aproxima a lo estimado en el análisis micrográfico para la capa nitruada(capa de compuestos + capa de difusión).

Perfil composición.

El análisis de la composición de la capa exterior (hasta 170 μm) realizado por GD-OES permite realizar comentarios adicionales de interés.

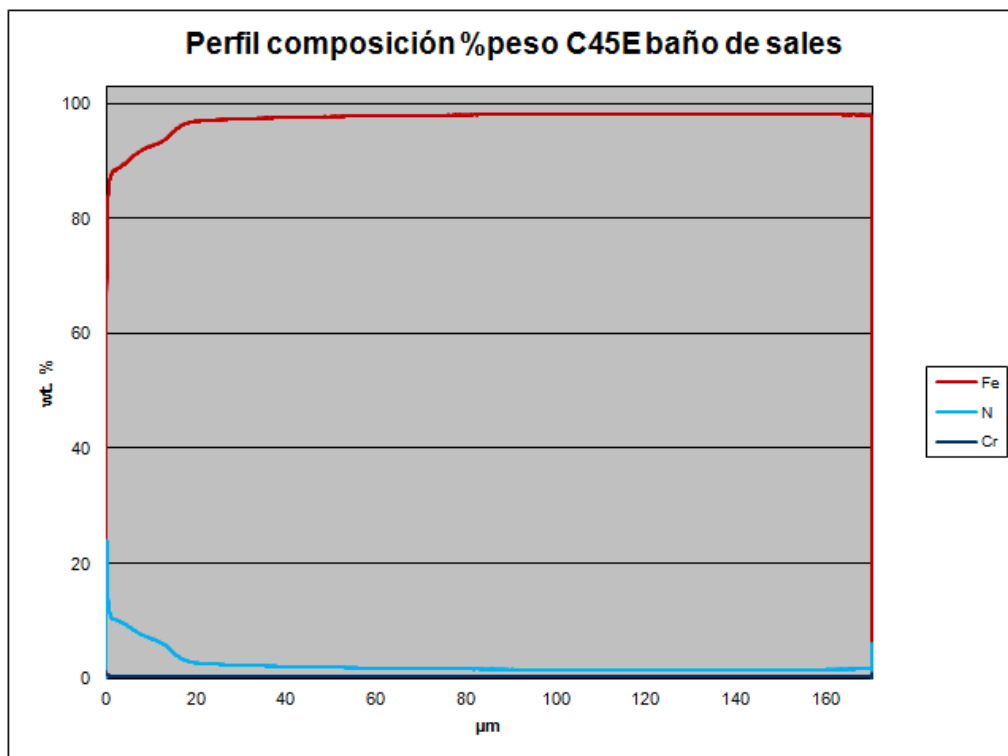


Fig A.1-9bis. Perfil composición %peso C45E nitrocar baño de sales

El porcentaje máximo absoluto de composición en nitrógeno alcanza el 22%.

Teniendo en cuenta el espesor de la capa de compuestos estimada en el análisis metalográfico (10-12 μm), y el análisis de los datos obtenidos por GD-OES, puede aproximarse la morfología de dicha capa de forma relativamente satisfactoria.

Teniendo en cuenta la estequiometría de las posibles fases formadas, los porcentajes en peso relativos correspondientes serían:

Fase ϵ -Fe_{2,3}N-Fe (de 88,8% al 92,3%); N(11,2% a 7,7%)

Fase γ' - Fe₄N- Fe (94,1%); N(5,9%)

Los datos ofrecidos por el GD-OES permiten señalar una composición de la capa de compuestos preferentemente ϵ hasta una profundidad de 7,5 μm , para luego pasar a una capa mixta $\epsilon+\gamma'$ hasta el final de la capa de compuestos. Esto está de acuerdo con las afirmaciones realizadas en base a la dureza superficial que se discuten a lo largo de este apartado.

Una vez en la capa de difusión, el descenso de concentración en nitrógeno es más paulatino, sobre todo a partir de 20 μm (2,6% en N) hasta estabilizarse en un 1,4-1,5% a partir de unas 80 μm . Estos datos podrían indicar que la capa nitruada alcanza esa profundidad aproximadamente y que el criterio correcto para la estimación de la profundidad de la capa efectiva fuese el de dureza superior a 400 HV. Sin embargo, atendiendo a la solubilidad máxima del nitrógeno en Fe- α a temperatura ambiente (0,001%) y al perfil de composición mostrado en la discusión del estado del arte (referencia [17]) que muestra un valor próximo a cero, parecen indicar que para este acero el análisis GD-OES debería haberse realizado hasta una profundidad mucho mayor,

encontrándose aun a 170 μm en la capa de difusión. El porcentaje del nitrógeno podría corresponder a la solución sólida saturada de N en Fe- α en convivencia con nitruro γ' precipitado en las fronteras de grano, tal y como la bibliografía sugiere.

Esto último se constata si se compara el perfil de composición de nitrógeno con el perfil de microdurezas, donde la microdureza continúa su descenso de forma clara hasta mucha mayor profundidad, aunque, evidentemente, el aumento brusco de dureza se presenta en los primeros 20-40 μm .

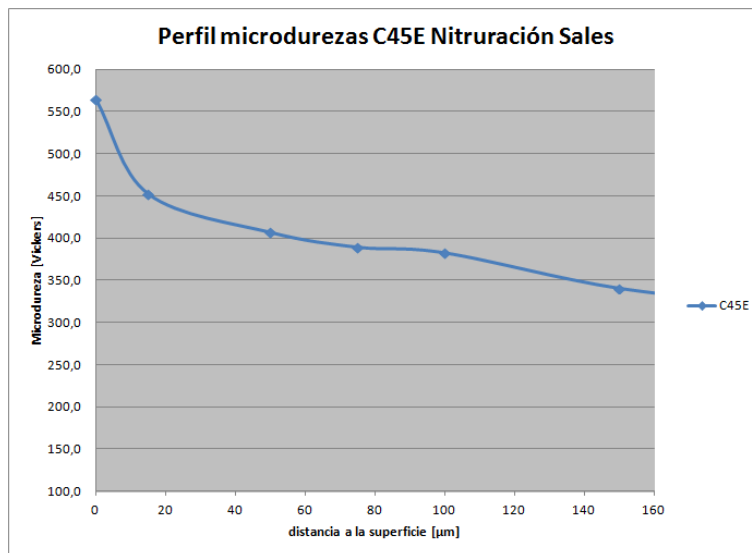


Fig A.1-9bis1. Perfil microdurezas C45E nitcar sales.

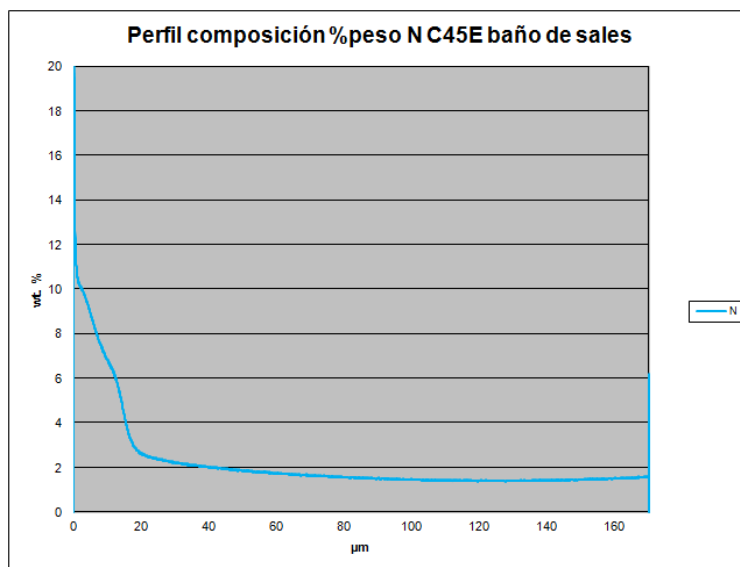


Fig A.1-9bis2. Perfil composición % nitrógeno C45E nitcar sales.

A.1.1.3. Nitrocarburation en baño de sales ciclo extendido.

Estudio metalográfico.

La microestructura observada en este caso tras ataque Picral 4% y conjunto Picral 4%+Nital 3% es similar a la anterior. En este caso también se observa una zona superficial un poco oscurecida que podría corresponder a la capa nitrurada, pero es menos claro que en el anterior, probablemente causado por un ataque inevitablemente diferente. Es decir, no puede atenderse a esta observación para la estimación de la capa nitrurada. Sin embargo, también se observa, tras el ataque conjunto el oscurecimiento diferencial de la fase ferrita en la zona más superficial de la probeta, lo que podría seguir interpretándose como zonas de difusión de nitrógeno.

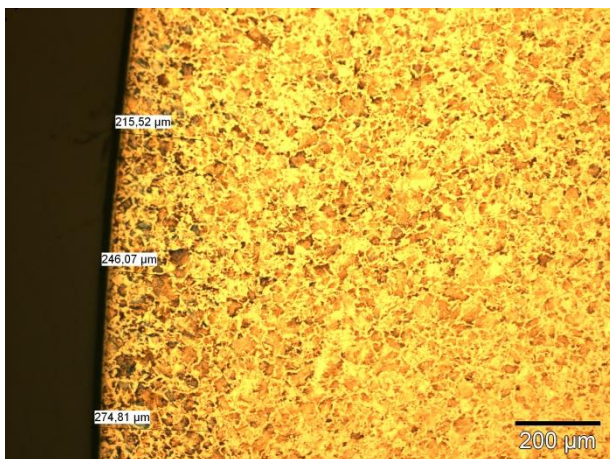


Fig A.1-10. Acero C45E nitcar sales extendido- Picral (100x)

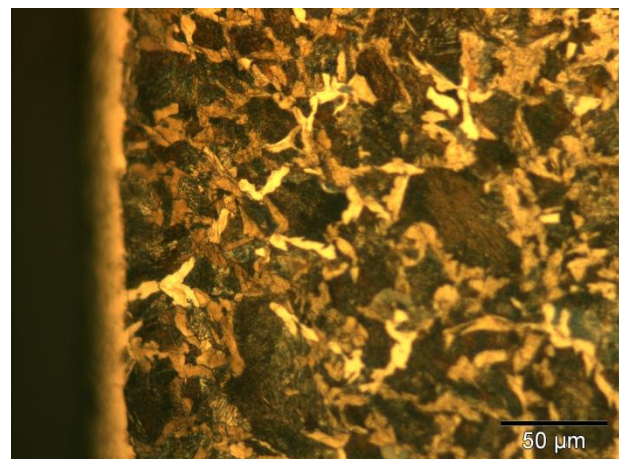


Fig A.1-11. Acero C45E nitcar sales extendido- Picral+Nital (500x)

Se advierte claramente la formación de una capa de compuestos homogénea de un espesor de 18-20 μm.

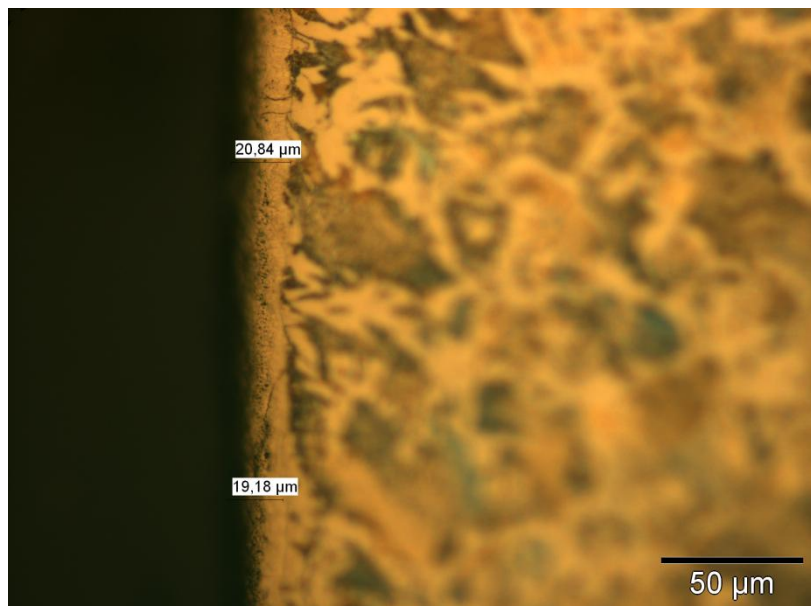


Fig A.1-12. Capa de compuestos C45E nitcar baño de sales extendido(500x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS							
Q[g]	ds [μm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]	
		570,7	17,4	52,8	517,9	623,5	
50	0	575,0	15,8	48,1	527,0	623,1	
"	50	419,8	1,5	18,5	401,3	438,3	
"	65	399,5	0,3	3,7	395,8	403,2	
"	100	397,6	10,1	30,8	366,8	428,4	
"	150	361,0	5,4	16,5	344,5	377,5	
"	200	345,8	11,1	33,8	312,0	379,6	
"	250	321,1	6,9	20,9	300,2	341,9	
"	300	304,3	0,3	1,0	303,3	305,3	
"	400	281,6	5,9	17,9	263,7	299,4	
"	500	281,8	5,1	15,5	266,3	297,3	
"	600	265,5	13,1	39,8	225,7	305,2	
"	750	258,1	16,1	48,9	209,3	307,0	
"	1000	257,5	4,1	12,5	245,0	270,1	
"	2000	247,4	5,9	17,9	229,5	265,3	

Tabla A.1-4. Resumen promedios microdureza C45E nitrocar baño de sales extendido(Probeta 2).

La dureza máxima en este caso parece estar ligeramente por debajo de la superficie, aunque esto pueda deberse a la variabilidad de los datos- 575 HV(0,1). Dureza superficial 571 HV(0,05).

La dureza del núcleo calculada: 257 HV(0,1)(para $d \geq 600 \mu m$). Es prácticamente igual que la obtenida en el caso anterior, por lo que se puede afirmar que el ciclo térmico ha sido muy similar y, por tanto, la variación del perfil de microdurezas será únicamente debido al proceso de nitruración.

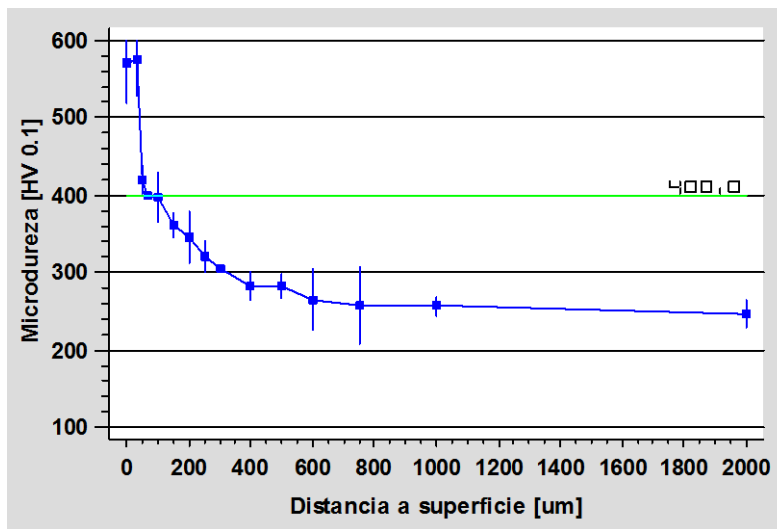


Fig A.1-13. Perfil microdureza C45E nitrocar baño de sales extendido

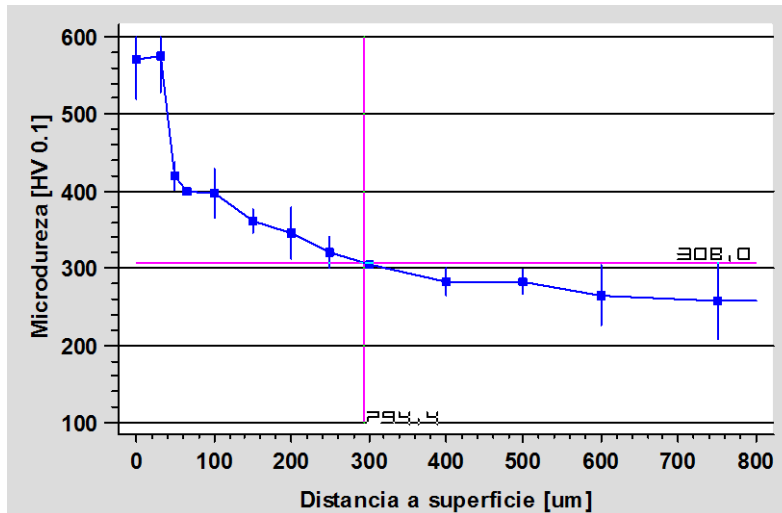


Fig A.1-14. Detalle perfil microdureza C45E nitrocar baño de sales extendido estimación capa efectiva HV>Dureza núcleo+50HV

	ds [μm]
Capa Efectiva d con HV>400 HV	90-100
Capa Efectiva Dureza Núcleo+50 HV	290-300

Cómo ya se podía advertir en el perfil de microdurezas, en este caso se produce una penetración mayor del nitrógeno en el acero, aunque el aumento es proporcionalmente pequeño si se tiene en cuenta que se ha doblado el tiempo de proceso. Sin embargo, el espesor de la capa de compuestos sí que ha prácticamente doblado su espesor.

A.1.1.4. Nitruración gaseosa.

Estudio metalográfico.

La microestructura observada en este caso tras ataque Picral 4% y conjunto Picral 4%+Nital 3% es similar a la anterior. También se observa, tras el ataque conjunto, el oscurecimiento diferencial de la fase ferrita en la zona más superficial de la probeta, pero de forma menos clara que para la nitrocarburation en baño de sales, lo que podría ser indicativo de que el oscurecimiento responde también a la precipitación de carburos en la nitrocarburation.

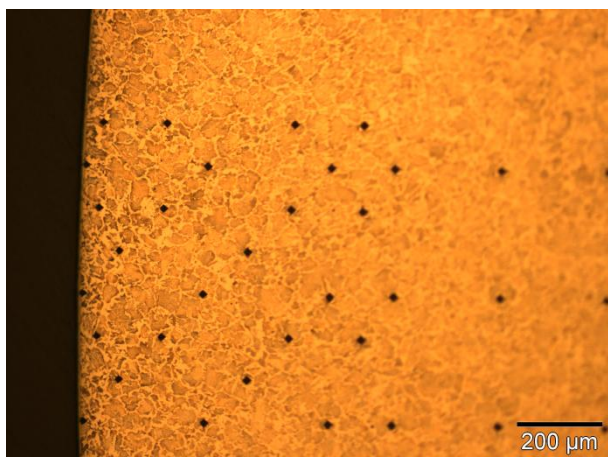


Fig A.1-15. Acero C45E nit gas- Picral (100x)

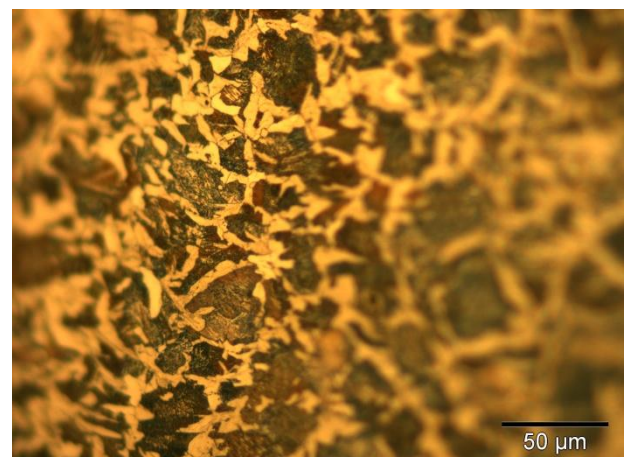


Fig A.1-16. Acero C45E nit gas- Picral+Nital (500x)

Se advierte claramente la formación de una capa de compuestos homogénea de un espesor de 12-15 μm .

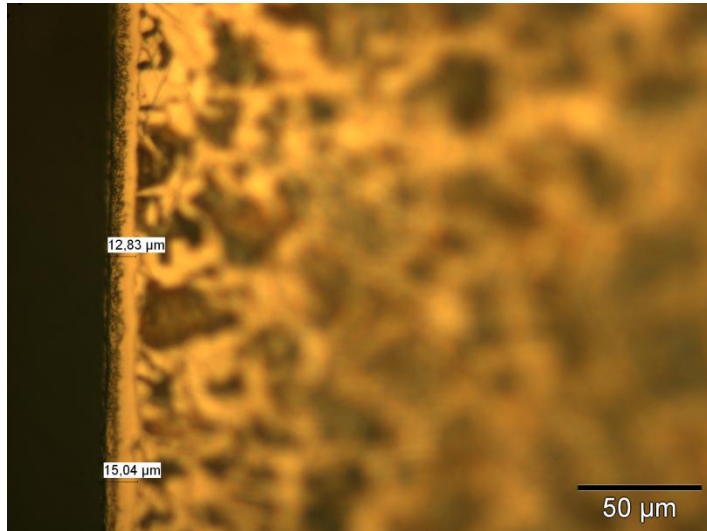


Fig A.1-17. Capa de compuestos C45E nit gas(500x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS							
Q[g]	ds [μm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]	
50	0	489,1	6,7	20,3	468,8	509,4	
100	15	490,0	18,4	55,8	434,1	545,8	
"	50	492,7	12,5	38,0	454,7	530,6	
"	100	487,8	6,2	18,9	468,9	506,6	
"	200	455,2	16,8	51,0	404,2	506,2	
"	300	420,6	5,7	17,3	403,3	438,0	
"	400	383,5	3,1	9,6	373,9	393,1	
"	500	358,1	2,1	6,4	351,7	364,5	
"	600	346,7	2,9	8,8	337,9	355,6	
"	675	318,8	3,0	9,1	309,6	327,9	
"	750	310,4	7,7	23,5	286,9	333,9	
"	1000	296,3	9,6	29,2	267,1	325,6	
"	1250	284,9	1,8	5,4	279,5	290,3	
"	1500	272,6	12,8	38,9	233,7	311,5	
"	2000	259,5	1,6	4,7	254,8	264,2	

Tabla A.1-5. Resumen promedios microdureza C45E nit gaseosa(Probeta 3)

En este caso no puede afirmarse que la dureza máxima corresponda con la dureza superficial, si no que parece haber una "meseta" de dureza máxima hasta una profundidad de unos 100 μm . En cualquier caso, su valor máximo (493 HV(0,1)) es francamente inferior al obtenido en las nitrocarbuciones salinas lo que parece indicar que la capa de compuestos tendrá una morfología diferente en este caso.

La dureza del núcleo calculada: 265 HV(0,1)(para $d \geq 600 \mu\text{m}$). Es prácticamente igual que la obtenida en los casos anteriores, por lo que se puede afirmar que los ciclos térmicos de los procesos no han tenido influencia importante en la evolución del material y , por tanto, la variación del perfil de microdurezas será únicamente debido al proceso de nitruración.

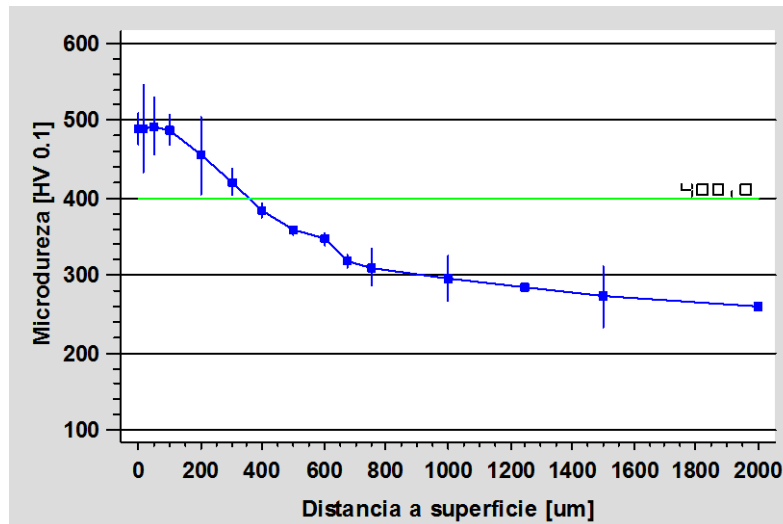


Fig A.1-18. Perfil microdureza C45E nit gaseosa

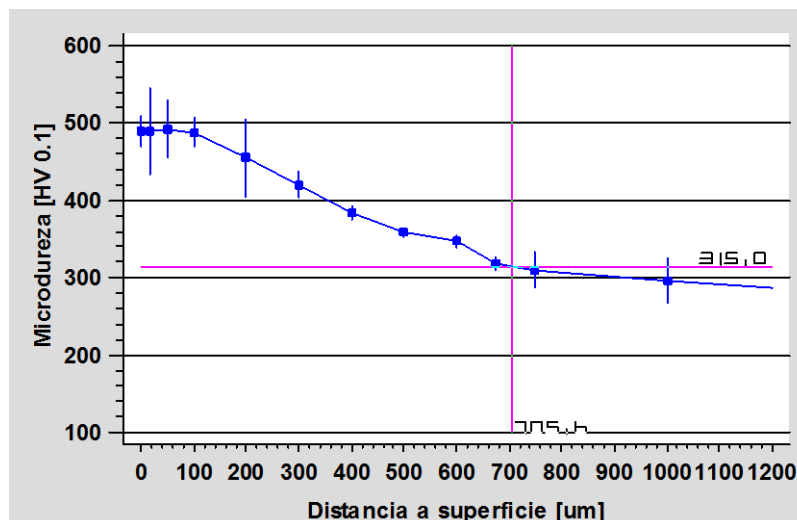


Fig A.1-19. Detalle perfil microdureza C45E nit gaseosa
estimación capa efectiva HV>Dureza núcleo+50HV

	ds [µm]
Capa Efectiva d con HV>400 HV	340-360
Capa Efectiva Dureza Núcleo+50 HV	690-710

Para este tipo de nitruración la penetración de nitrógeno en el acero es muy superior a la nitrocarburation en baño de sales. No obstante, hay que tener en cuenta que en esta nitruración gaseosa el tiempo de nitruración es de un total de 96 h frente a las 2 o 4 h de los tratamientos de nitrocarburation llevados a cabo. Es de reseñar también, que aun siendo la capa nitrurada muy superior, la capa de compuestos es similar en espesor la producida en la nitrocarburation en baño de sales, hecho que estará relacionado tanto con el tipo de proceso gaseoso utilizado en dos etapas, con la menor temperatura de operación y con la diferencia en las morfologías (y por tanto en proceso de formación, potencial de nitruración) de las capas de compuestos obtenidas.

Perfil composición.

El análisis de la composición de la capa exterior (hasta 173 μm) realizado por GD-OES permite realizar comentarios adicionales de interés.

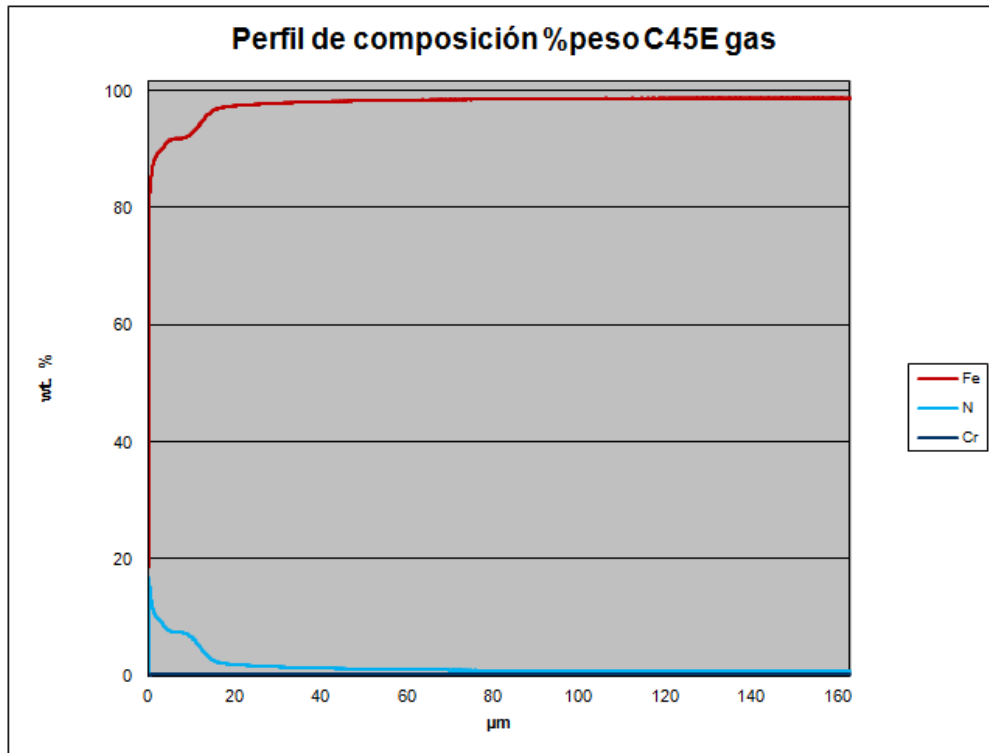


Fig A.1-19bis. Perfil composición %peso C45E nit gaseosa

El porcentaje máximo absoluto de composición en nitrógeno alcanza el 15%.

Teniendo en cuenta el espesor de la capa de compuestos estimada en el análisis metalográfico (12-15 μm), y el análisis de los datos obtenidos por GD-OES, puede aproximarse la morfología de dicha capa de forma relativamente satisfactoria.

Teniendo en cuenta la estequiometría de las posibles fases formadas, los porcentajes en peso relativos correspondientes serían:

Fase ϵ -Fe₂₋₃N-Fe (de 88,8% al 92,3%); N(11,2% a 7,7%)

Fase γ' -Fe₄N-Fe (94,1%); N(5,9%)

Los datos ofrecidos por el GD-OES permiten señalar una composición de la capa de compuestos mixta, con una zona más exterior (hasta 5 μm) con predominancia de fase ϵ , una zona intermedia (desde 5 hasta 10 μm) mixta con proporción creciente de Fase γ' y la zona final con Fase γ' +Fe- α . Esto está de acuerdo con las afirmaciones realizadas en base a la dureza superficial y a lo predecible teniendo en cuenta la bibliografía discutida.

Una vez en la capa de difusión, el descenso de concentración en nitrógeno es más paulatino, sobre todo a partir de 17 μm (2,1% en N) hasta estabilizarse en un 0,70-0,75% a partir de unos 110 μm . Estos datos podrían indicar que la capa nitrurada alcanza esa profundidad aproximadamente. Sin embargo, atendiendo a la solubilidad máxima del nitrógeno en Fe- α a temperatura ambiente (0,001%) y al perfil de composición mostrado en la discusión del estado del arte (referencia [17]) que muestra un valor próximo a cero, parecen indicar que para este acero el análisis GD-OES debería haberse realizado hasta una profundidad mucho mayor, encontrándose aun a 163 μm en la capa de difusión. El

porcentaje del nitrógeno podría corresponder a la solución sólida saturada de N en Fe- α en convivencia con nitruro γ' precipitado en las fronteras de grano, tal y como la bibliografía sugiere.

Esto último se constata si se compara el perfil de composición de nitrógeno con el perfil de microdurezas, donde la microdureza continúa su descenso de forma clara hasta mucha mayor profundidad. En este caso, podría suponerse que la precipitación de nitruros γ' en las fronteras de grano, como consecuencia de la pérdida de solubilidad en Fe- α durante el enfriamiento, produciría una distorsión de la red cristalina que permite una mantenimiento, en profundidad, de la dureza aun con un contenido en nitrógeno muy bajo.

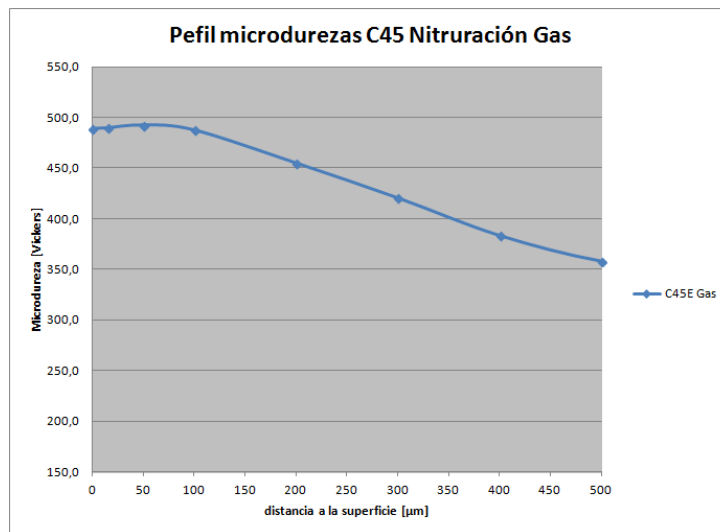


Fig A.1-19bis1. Perfil microdurezas C45E nit gas. Detalle hasta 500 µm.

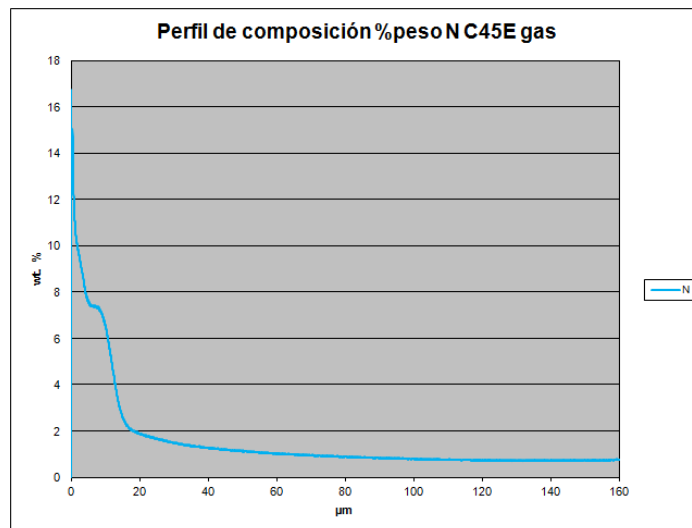


Fig A.1-19bis2. Perfil composición % nitrógeno C45E nit gas.

A.1.1.5. Nitruración gaseosa ciclo extendido.

Estudio metalográfico.

La microestructura observada en este caso tras ataque Picral 4% y conjunto Picral 4%+Nital 3% es idéntica a la anterior. En este caso la capa de compuestos es ligeramente más gruesa de entre 14 y 18 μm .

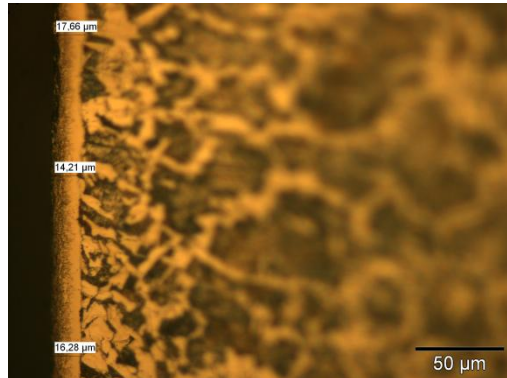


Fig A.1-20. Capa de compuestos C45E nit gas ciclo extendido(500x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS							
Q[g]	ds [μm]	$\bar{H}V$ [Vickers]	S [Vickers]	$ \pm t \cdot S/\sqrt{n}$ [Vickers]	U [Vickers]	LS [Vickers]	
	0	462,7	26,9	81,9	380,8	544,6	
50	15	476,3	0,3	3,6	472,7	479,9	
"	100	485,5	3,1	9,4	476,1	494,9	
"	200	460,0	8,6	26,2	433,7	486,2	
"	300	441,4	6,5	19,6	421,8	461,0	
"	400	422,5	7,9	23,9	398,6	446,4	
"	500	375,0	21,7	65,9	309,2	440,9	
"	600	379,0	14,0	42,6	336,4	421,6	
"	700	362,7	3,0	9,2	353,5	371,9	
"	800	355,3	4,4	13,3	342,1	368,6	
"	900	337,8	4,0	12,2	325,6	350,1	
"	1000	335,2	18,4	56,0	279,2	391,1	
"	1200	309,5	1,2	3,5	305,9	313,0	
"	1350	303,5	9,6	29,1	274,5	332,6	
"	1500	297,8	14,7	44,8	253,0	342,6	
"	1750	281,9	11,6	35,3	246,7	317,2	
"	2000	266,6	3,3	10,1	256,5	276,8	
"	2500	261,1	3,4	10,2	250,8	271,3	
"	3000	249,0	8,6	26,1	222,9	275,0	

Tabla A.1-6. Resumen promedios microdureza C45E nit gaseosa ciclo extendido(Probeta 4)

En este caso, el comportamiento es similar al anterior. Claramente la dureza máxima no se presenta en la superficie (aprox a 100 μm - 486 HV(0,1))lo que indica un mecanismo de difusión de nitrógeno y morfología de la capa de compuestos diferente para este tipo de nitruración.

La dureza del núcleo calculada: 259 HV(0,1)(para $d \geq 2000 \mu\text{m}$).

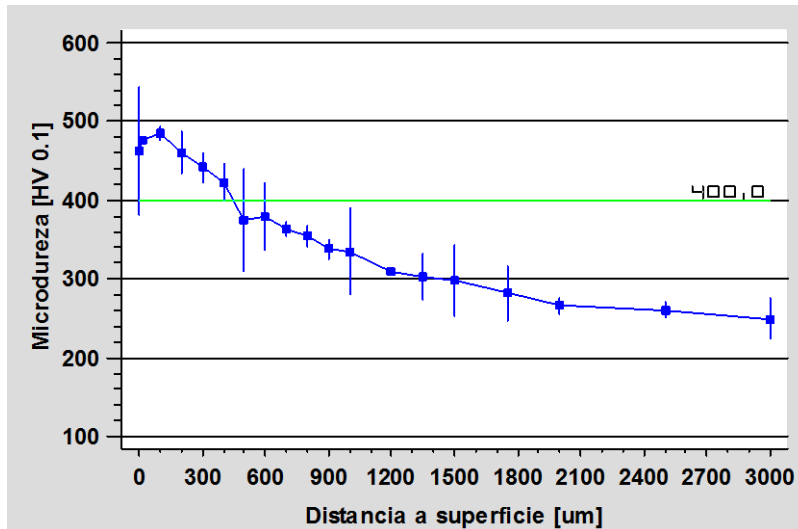


Fig A.1-21. Perfil microdureza C45E nit gaseosa ciclo extendido

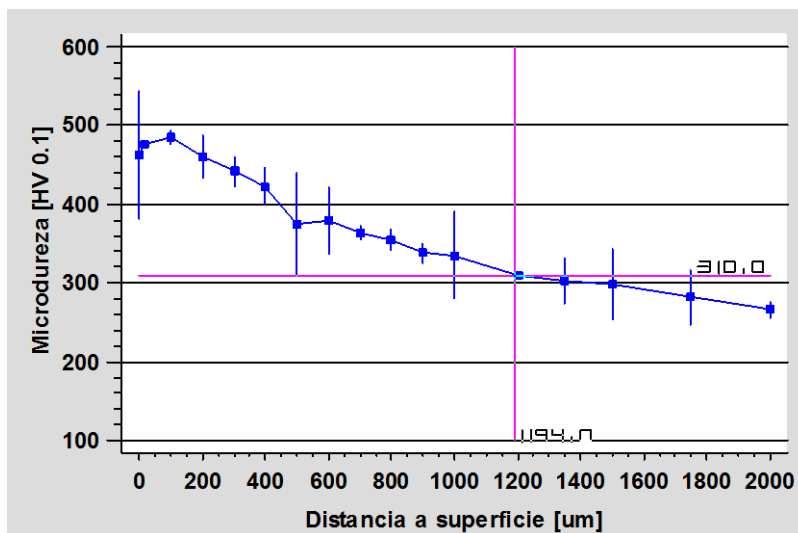


Fig A.1-22. Detalle perfil microdureza C45E nit gaseosa ciclo extendido estimación capa efectiva HV>Dureza núcleo+50HV

	ds [μm]
Capa Efectiva d con HV>400 HV	440-450
Capa Efectiva Dureza Núcleo+50 HV	1190-1210

La capa nitrurada es mucho más profunda en este caso. El perfil de microdurezas es muy tendido desde la superficie hasta su estabilización en el núcleo. Hay que tener en cuenta que el tiempo de nitruración efectivo es larguísimo (192 h). Cabe destacar que el aumento del espesor de la capa de compuestos es pequeño respecto al ciclo normal de nitruración gaseosa, lo que constata el hecho de que la morfología y espesor de aquella está claramente determinada por la primera etapa del proceso de nitruración, la cual es igual para los dos procesos estudiados de nitruración gaseosa.

A.1.1.6. Nitruración asistida por plasma.

Estudio metalográfico.

La microestructura observada en este caso tras ataque Picral 4% y conjunto Picral 4%+Nital 3% es muy similar a las anteriores. Se han obtenido para este caso, micrografías que muestran mejor la diferente morfología de la matriz ferrítica en la capa superficial (oscurecida, posibles colonias de nitruros de hierro precipitados) respecto del Fe- α en el núcleo.

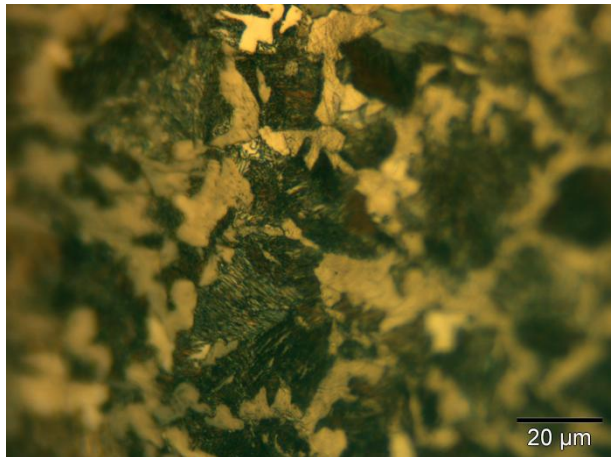


Fig A.1-23. Acero C45E nit plasma cerca superficie (500x)

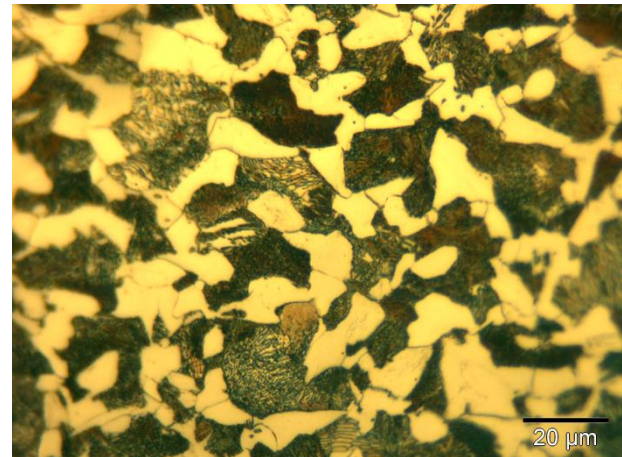


Fig A.1-24. Acero C45E nit plasma núcleo (500x)

En este caso la capa de compuestos es claramente más fina que para los tratamientos anteriores, de entre 4 y 6 μm . Este hecho constata el mecanismo significativamente diferente de difusión para la nitruración por plasma y su capacidad potencial de control de la capa de compuestos.

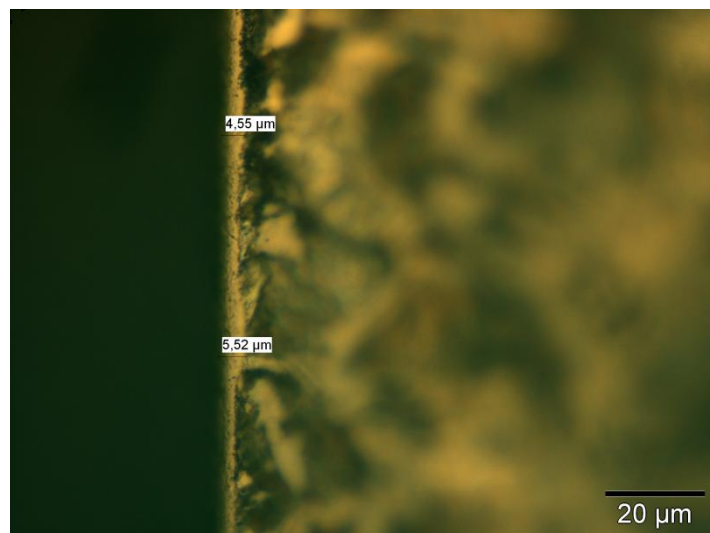


Fig A.1-25. Capa de compuestos C45E nit plasma(1000x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [µm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm S/\sqrt{n}$ [Vickers]	L [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	530,6	15,3	46,6	484,1	577,2
100	15	460,2	8,3	25,1	435,1	485,3
"	50	448,0	5,9	18,0	430,0	466,0
"	75	431,0	16,2	49,3	381,7	480,2
"	100	405,4	0,8	10,8	394,6	416,2
"	150	393,6	10,7	32,7	361,0	426,3
"	200	369,4	6,4	19,6	349,8	389,0
"	250	357,6	3,9	11,8	345,8	369,4
"	300	351,7	7,4	22,5	329,3	374,2
"	400	319,6	1,3	3,9	315,7	323,5
"	500	318,8	5,3	67,4	251,3	386,2
"	600	300,1	4,5	13,8	286,3	313,9
"	700	291,0	5,6	17,0	274,0	308,0
"	800	288,0	9,4	28,6	259,4	316,6
"	900	293,3	15,2	46,2	247,1	339,4
"	950	281,2	13,5	41,1	240,1	322,3
"	1000	267,9	26,3	79,9	188,1	347,8
"	1100	271,8	6,6	20,0	251,8	291,8
"	1300	271,5	2,5	7,5	264,0	279,0
"	1500	251,3	1,8	5,6	245,7	256,9
"	2000	261,8	10,9	33,0	228,8	294,8

Tabla A.1-7. Resumen promedios microdureza C45E nit plasma(Probeta 5)

La dureza máxima para este tratamiento vuelve a presentarse en la superficie- 531 HV(0,05). Es un valor inferior al obtenido en la nitrocarburoación salina, pero sensiblemente superior al de la nitruración gaseosa. Atendiendo a la composición de la atmósfera del reactor de nitruración (80%N₂+20%H₂)era esperable una capa de compuestos formada preferentemente por fase ε, algo que corrobora el nivel de microdureza superficial obtenido. Teniendo en cuenta que la capa de compuestos es mucho más fina que en la nitrocarburoación salina, se puede suponer que la morfología obtenida sería muy similar, y que la dureza máxima obtenida es inferior por la inevitable influencia del espesor de la capa de compuestos en el tamaño de las indentaciones.

La dureza del núcleo calculada fue de 265 HV(0,1)(para d≥1000 µm). Los valores de dureza del núcleo prácticamente iguales para las probetas sometidas a los diferentes tratamientos indican claramente que los ciclos térmicos asociados a los diferentes procesos de nitruración no tienen influencia diferencial en el comportamiento de los aceros y, por tanto, los perfiles de microdureza pueden compararse directamente y concluirse como efectos puros de la nitruración.

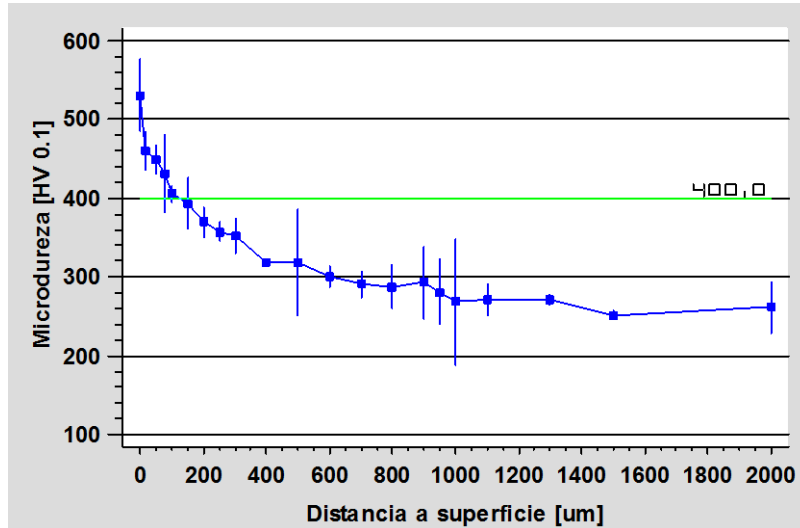


Fig A.1-26. Perfil microdureza C45E nit plasma

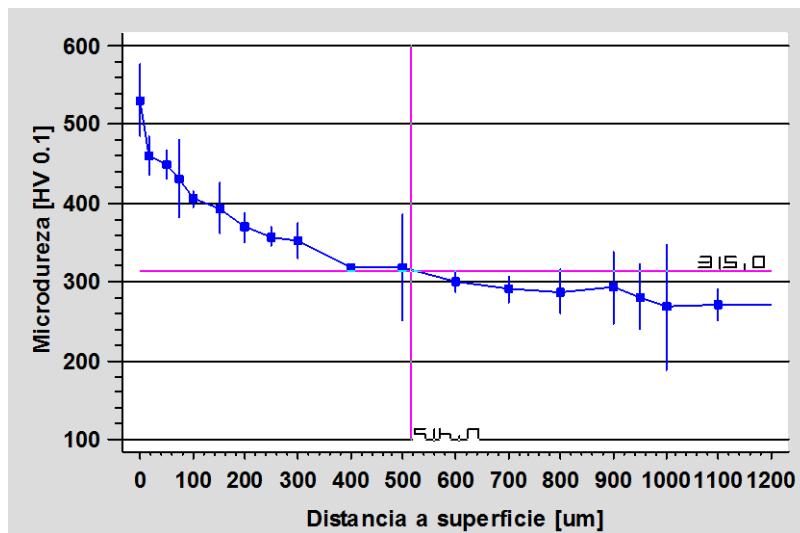


Fig A.1-27. Detalle perfil microdureza C45E nit plasma
estimación capa efectiva HV>Dureza núcleo+50HV

	ds [μm]
Capa Efectiva d con HV>400 HV	120-130
Capa Efectiva Dureza Núcleo+50 HV	510-520

La capa efectiva obtenida es de una potencia intermedia entre el tratamiento salino y el gaseoso, lo que corresponde con un tiempo de operación intermedio (16 h). Es perfil de microdurezas es también muy tendido, pero menos que para la nitruración gaseosa debido a la mayor dureza máxima obtenida en superficie.

A.1.1.7. Nitrocarburation en baño de sales 1,5h.

Dado que ha sido un estudio final complementario, únicamente se incluyen los datos principales, sin comentario alguno, dado que serían similares a los especificados en los apartados A.1.1.1 y .2.

Estudio metalográfico.

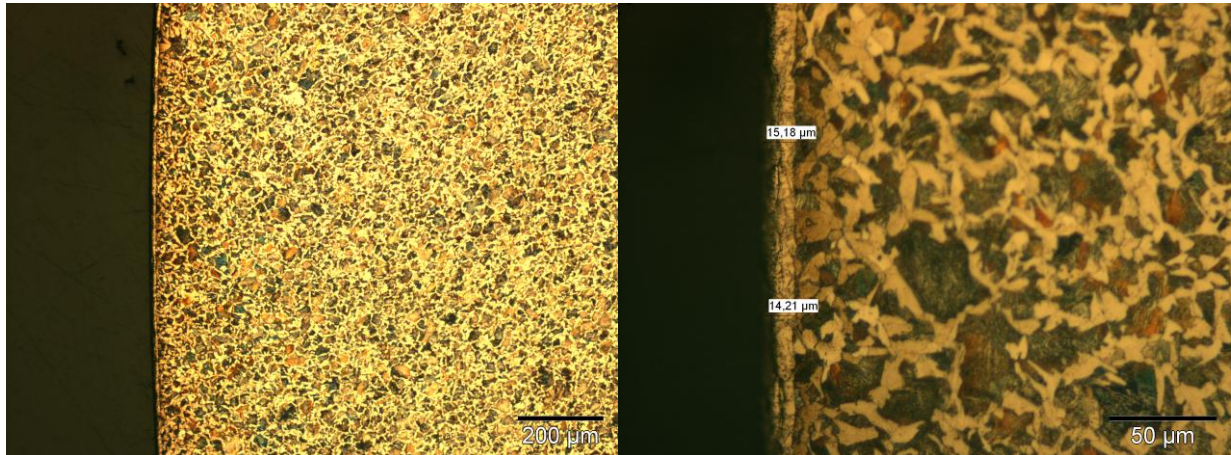


Fig A.1-28. Acero C45E nitcar sales 1,5 h(100x)

Fig A.1-29. Acero C45E nitcar sales 1,5 h(500x)

La capa blanca formada fue de entre 14 y 16 µm

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS							
Q[g]	ds [µm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]	
50	0	578,3	42,6	129,5	448,8	707,8	
100	50	415,3	0,1	1,8	413,5	417,1	
"	100	379,4	0,6	1,8	377,6	381,2	
"	150	351,2	14,4	43,8	307,5	395,0	
"	200	321,5	9,2	28,0	293,5	349,4	
"	250	308,9	4,6	14,1	294,8	323,1	
"	300	293,1	4,3	13,1	280,0	306,2	
"	400	273,6	9,1	27,7	246,0	301,3	
"	500	268,5	4,8	61,1	207,4	329,6	
"	750	267,6	6,1	77,3	190,3	344,9	
"	1000	254,7	0,7	9,0	245,7	263,7	
"	2000	265,7	17,9	54,4	211,3	320,1	

Tabla A.1-8 Resumen promedios microdureza C45E nitcar sales 1,5h(Probeta 7)

La dureza superficial fue 578 HV(0,1)

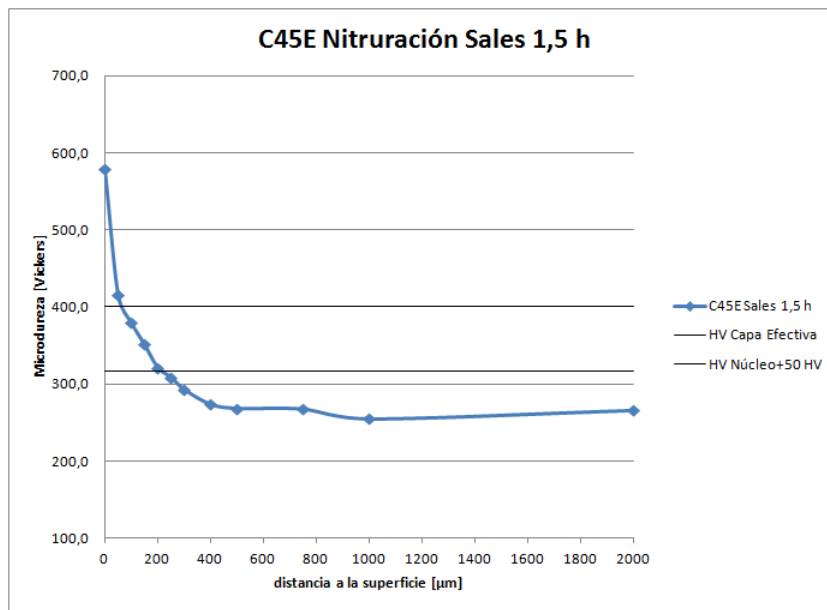


Fig A.1-30. Perfil microdureza C45E nitcar Sales 1,5 h

La capa efectiva según criterio Dureza del núcleo +50 HV fue de 210-220 µm

A.1.2. ACERO BAJA ALEACIÓN 42CrMo4

A.1.2.1. Sin tratamiento. Probeta de control.

Estudio metalográfico.

Las microfotografías obtenidas tras ataque con Nital 3% sobre la muestra sin tratamiento termoquímico muestran una microestructura de martensita revenida muy homogénea y de tamaño de grano reducido en toda la sección de la probeta como corresponde a un proceso de temple y revenido realizado adecuadamente.

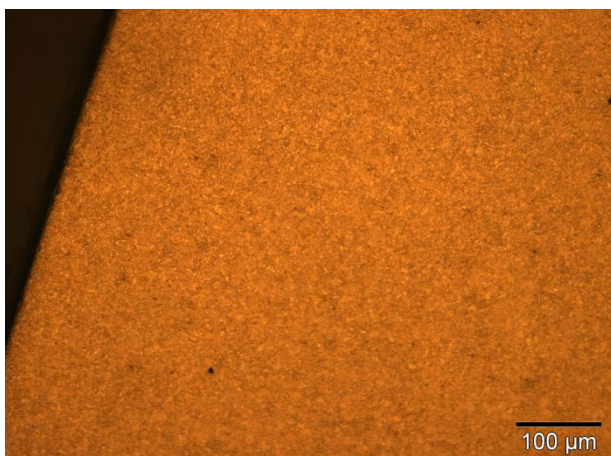


Fig A.1-31. Acero 42CrMo4 S/T-martensita rev (200x)

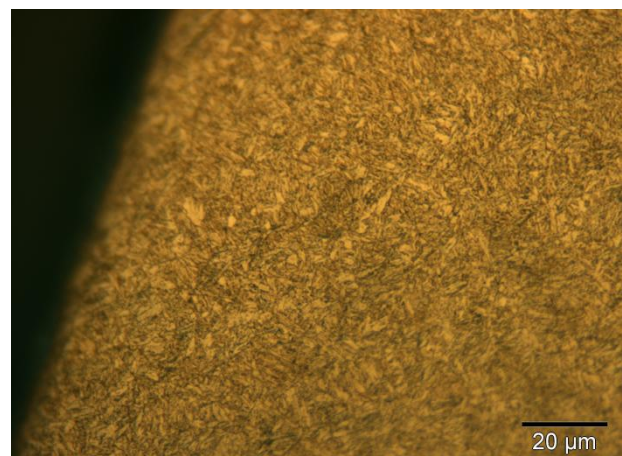


Fig A.1-32. Acero 42CrMo4 S/T-martensita rev (500x)

Perfil microdureza.

42CrMo4 SIN TRATAMIENTO				
P12	Q[g]	distancia a la superficie [μm]		HV [Vickers]
		x	y	
	100			
"		40	0	335,9
"		76	100	349,9
"		160	0	369,0
"		440	0	363,2
"		1000	0	339,8
"		3000	0	339,5
HV [Vickers]				349,5
S [Vickers]				13,8

Tabla A.1-9. Datos microdureza 42CrMo4 sin tratar (Probeta 12).

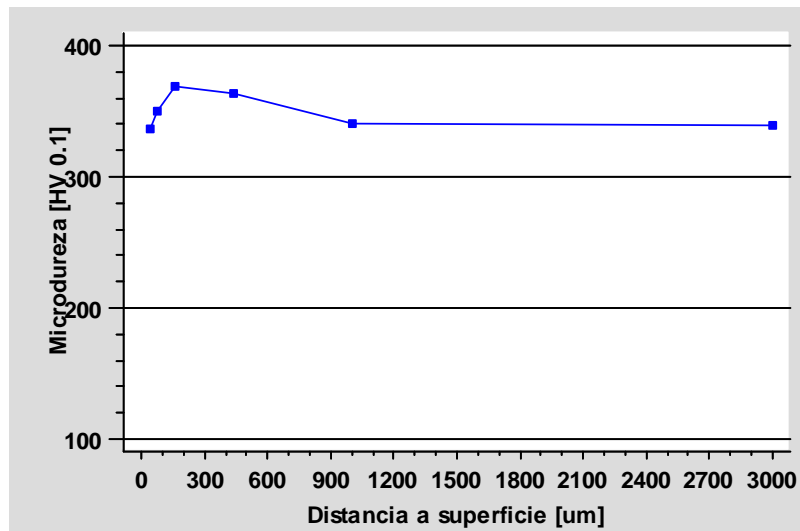


Fig A.1-33. Perfil microdureza 42CrMo4 sin tratamiento

El valor de microdureza obtenido es, atendiendo a la equivalencia dureza Brinell-dureza Vickers, concordante con el valor declarado por el suministrador del acero. Si acaso, ligeramente superior (349 HV(0,1) frente a 329 HB).

A.1.2.2. Nitrocarburation en baño de sales.

Estudio metalográfico.

En las micrografías obtenidas tras ataque Nital 3% se revela de forma bastante evidente la composición de un acero aleado nitrurado: capa de compuestos (capa blanca)-capa de difusión(zona oscura)-núcleo sin tratar(martensita revenida). En este caso, la capa de difusión abarca unos 130 μm , aunque parece existir una zona de transición, hasta el núcleo sin tratar, que llegaría hasta los 250 μm . La microscopía óptica no permite resolver los componentes en la capa de difusión, aunque se puede distinguir que está compuesta por microprecipitados (negros y blanquecinos), martensita y en la zona cercana a la capa de compuestos aparecen colonias de precipitados que podrían ser nitruros de hierro.

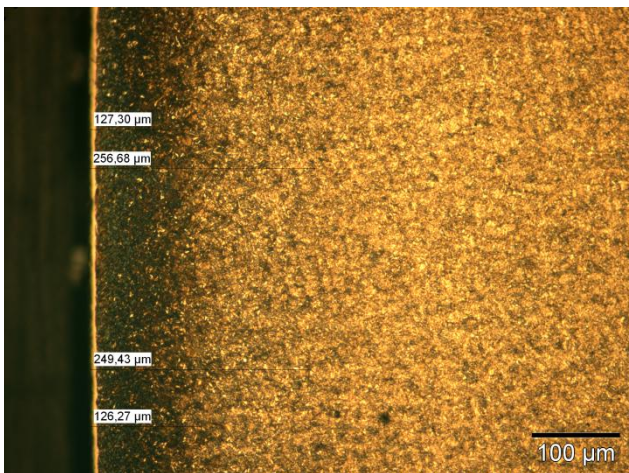


Fig A.1-34. Acero 42CrMo4 nitrocar sales (200x)

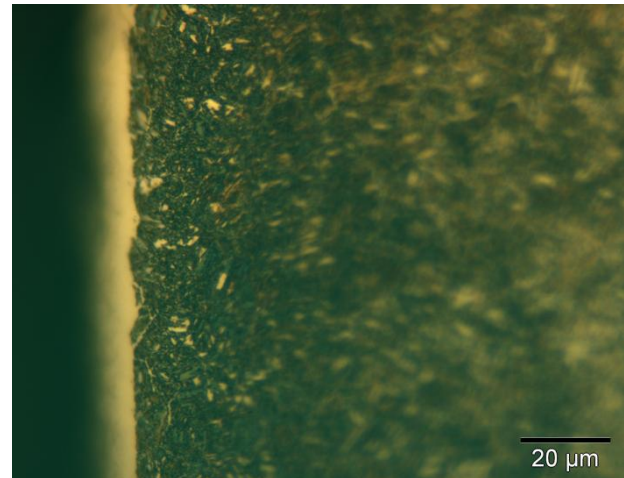


Fig A.1-35. Acero 42CrMo4 S/T-nitrocar sales -capa difusión debajo capa compuestos(1000x)

La capa de compuestos formada es homogénea y de un espesor entre 9 y 10 μm .

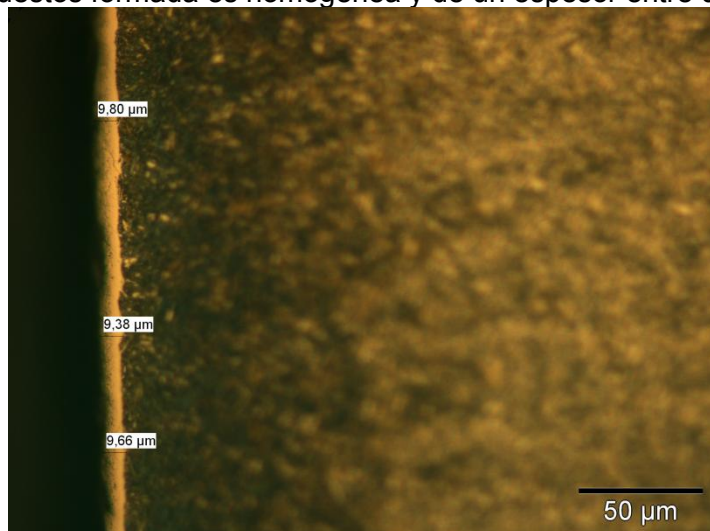


Fig A.1-36. Capa de compuestos acero 42CrMo4 nitrocar sales (500x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [μm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm t \cdot S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	689,4	10,2	30,9	658,5	720,4
100	15	602,6	29,0	88,1	514,5	690,6
"	50	600,0	21,3	64,6	535,4	664,6
"	75	530,8	11,7	35,6	495,2	566,4
"	100	485,6	12,8	39,0	446,6	524,5
"	150	417,8	6,0	18,4	399,4	436,1
"	200	398,1	8,6	26,0	372,1	424,2
"	250	374,4	1,2	3,8	370,6	378,2
"	300	351,9	1,5	4,7	347,2	356,6
"	400	352,3	0,1	1,8	350,5	354,1
"	500	352,3	0,1	1,8	350,5	354,1
"	750	338,0	6,8	20,6	317,4	358,6
"	1000	331,4	13,5	41,1	290,3	372,5
"	2000	359,2	5,7	17,3	341,9	376,5

Tabla A.1-10. Resumen promedios microdureza 42CrMo4 nitcar sales (Probeta 9)

La dureza máxima corresponde a la dureza superficial -689 HV(0,05).

La dureza del núcleo calculada fue de 346 HV(0,1), idéntica a la dureza calculada para la muestra sin tratar, lo que indica que para este acero el efecto térmico del ciclo de nitruración fue nulo, siendo el aumento de dureza totalmente producido por la nitruración.

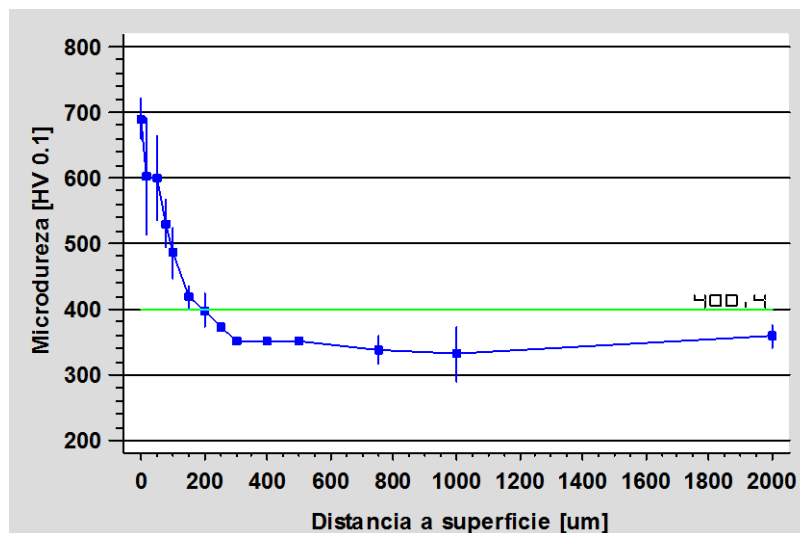


Fig A.1-37. Perfil microdureza 42CrMo4 nitcar sales

En la estimación de la capa efectiva para este acero los dos criterios establecidos por la ISO 6336 prácticamente coincidían, por lo que se adoptó el de dureza superior a 400 HV.

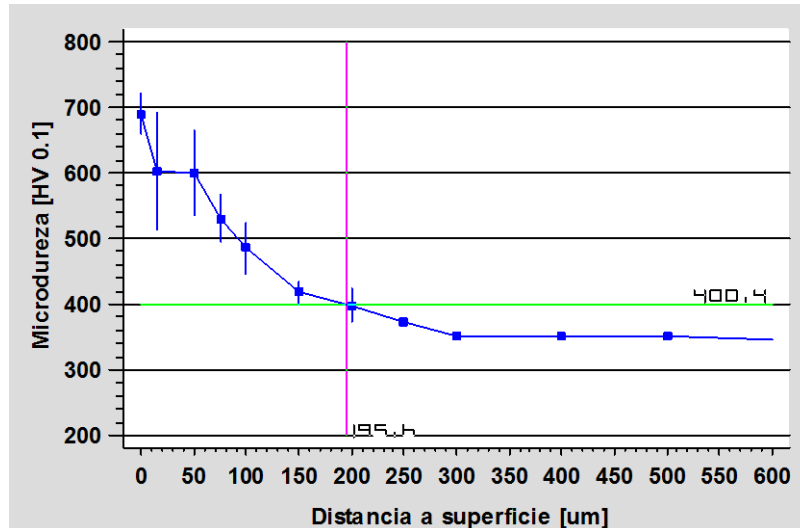


Fig A.1-38. Detalle perfil microdureza 42CrMo4 nitro en sales
estimación capa efectiva HV>400HV

Capa Efectiva d con HV>400 HV	ds [μm]
	190-200

Tal y cómo era predecible tras la revisión de la bibliografía y estudios previos, la capa nitrurada para este acero es más fina que para el acero al carbono, en iguales condiciones de nitruración. Esto muestra de forma clara la barrera a la difusión que supone la precipitación de nitruros de aleantes, aun en el caso de aceros de baja aleación como el 42CrMo4. Se obtienen, por el contrario, durezas bastante superiores, lo que estará relacionado con la deformación de la estructura cristalina provocada por los precipitados señalados (no olvidar el efecto que tiene la dureza del núcleo en las durezas obtenidas en la capa nitrurada). Señalar finalmente que el valor de la capa efectiva estimada indica la existencia de una zona de transición amplia entre la capa de difusión que se puede identificar metalográficamente y el núcleo sin nitrurar.

A.1.2.3. Nitrocarburation en baño de sales ciclo extendido.

Estudio metalográfico.

La microestructura observada tras ataque con Nital 3% es similar a la obtenida en el proceso anterior. En este caso, la capa nitrurada (zona oscurecida) es de mayor espesor, hasta 330-370 μm . Asimismo, comienzan aparecer las estructuras lamelares de precipitados referidas en la bibliografía, consecuencia en este caso de un tiempo prolongado de nitruración y de un mayor grado de formación de nitruros en la capa de difusión.

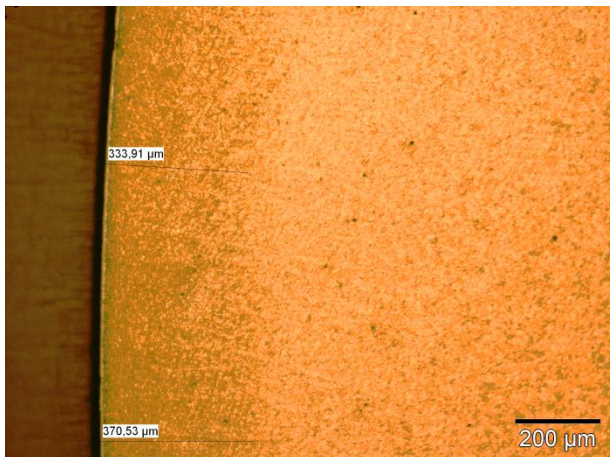


Fig A.1-39. Acero 42CrMo4 nitrocar sales ciclo ext(100x)

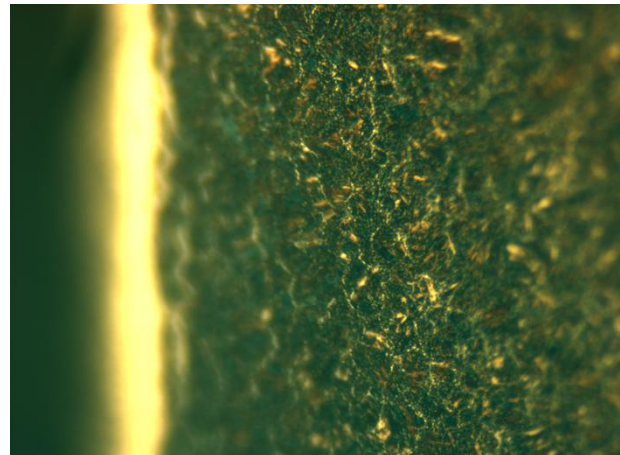


Fig A.1-40. Acero 42CrMo4 S/T-nitrocar sales ciclo ext -ppto lamelares capa difusión(1000x)

La capa de compuestos homogénea obtenida fue de entre 14 y 18 μm . Aun siendo una capa blanca uniforme, parece presentar una mayor porosidad que en el tratamiento a tiempo nominal.

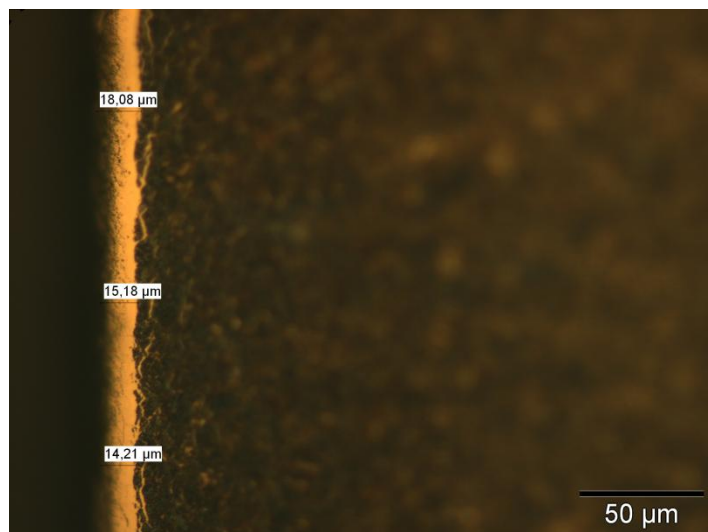


Fig A.1-41. Capa de compuestos acero 42CrMo4 nitrocar sales ciclo ext.(500x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [µm]	ĤV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm t \cdot S/\sqrt{n}$ [Vickers]	Li [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	717,6	2,7	34,2	683,4	751,8
100	20	636,5	0,0	0,0	636,5	636,5
"	50	584,7	6,7	20,3	564,4	604,9
"	75	555,8	10,9	33,2	522,6	589,0
"	100	537,0	13,1	39,7	497,3	576,7
"	150	469,8	3,8	11,4	458,4	481,2
"	200	412,6	9,5	28,8	383,9	441,4
"	250	388,1	1,9	5,9	382,2	394,0
"	300	368,8	13,9	42,3	326,5	411,1
"	400	356,6	9,5	28,9	327,7	385,6
"	500	334,9	9,2	27,9	307,0	362,8
"	750	334,5	4,0	12,2	322,3	346,6
"	1000	333,1	10,4	31,5	301,7	364,6
"	2000	306,4	15,7	47,9	258,5	354,2

Tabla A.1-11. Resumen promedios microdureza 42CrMo4 nitcar sales ciclo extendido(Probeta 13)

La dureza máxima corresponde a la dureza superficial -718 HV (0,05). Aunque el incremento respecto al obtenido en la nitrocarburoación en baño de sales puede achacarse a la variabilidad de las medidas de microdureza, probablemente también tenga que ver con el mayor espesor de capa de compuestos formada

La dureza del núcleo calculada fue de 333 HV(0,1). Es ligeramente inferior a la de la muestra sin tratar y a la de la nitrocarburoación en ciclo nominal. Esta ligera diferencia podría achacarse a la permanencia del material a alta temperatura un tiempo prolongado que redundaría en un aumento del tamaño de grano y reducción de la dureza y resistencia mecánica.

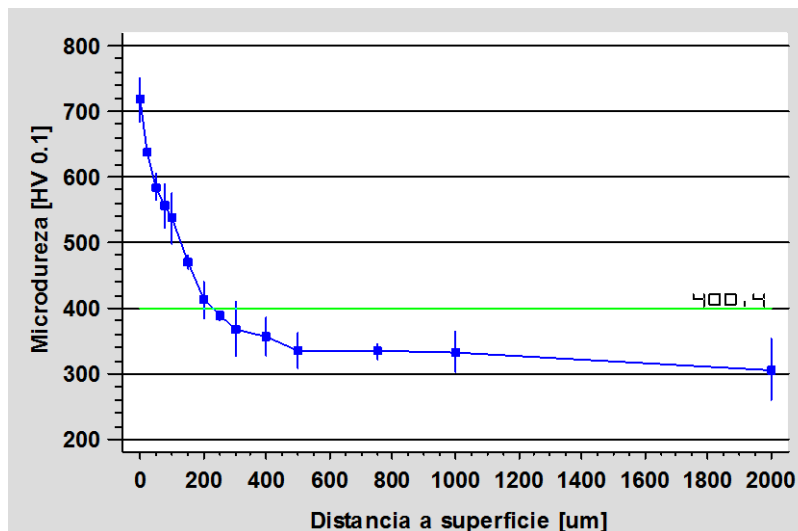


Fig A.1-42. Perfil microdureza 42CrMo4 nitcar sales ciclo extendido

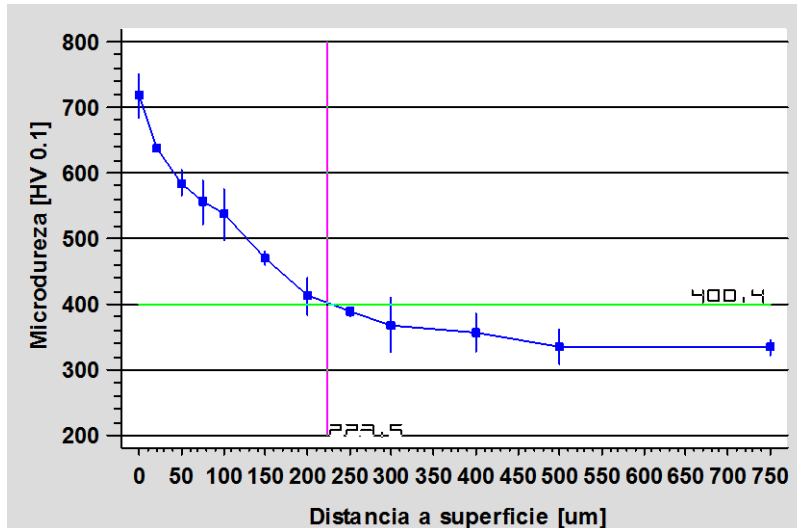


Fig A.1-43. Detalle perfil microdureza 42CrMo4 nitcar sales ciclo extendido estimación capa efectiva HV>400HV

Capa Efectiva d con HV>400 HV	ds [μm]
	220-230

A.1.2.4. Nitruración gaseosa.

Estudio metalográfico.

La microestructura observada tras ataque con Nital 3% en la capa nitrurada es, aparentemente, diferente, aunque quizá esto sea debido a que en este caso el ataque ha sido de muy corta duración. La capa nitrurada (oscurecida) es difícilmente apreciable y no se observa la zona con precipitación intensa. En micrografías con pocos aumentos se puede vislumbrar una zona oscurecida de gran espesor (hasta casi 900 μm), que además presenta una banda más oscurecida entre 250 y 450 μm de profundidad.

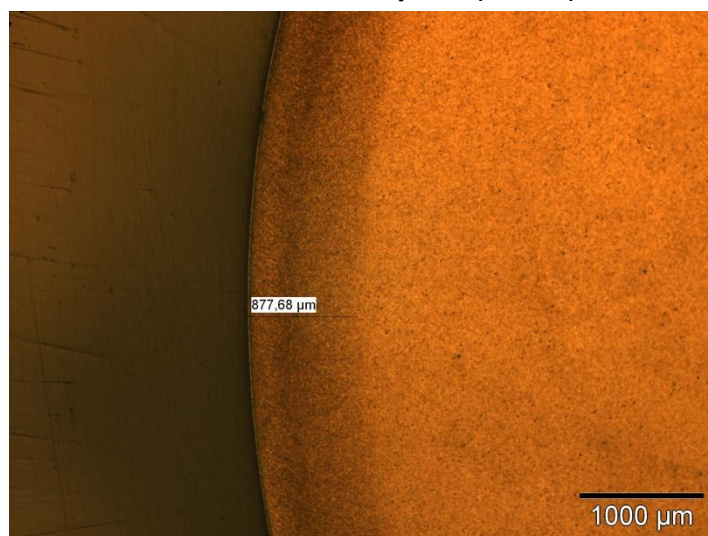


Fig A.1-44. Acero 42CrMo4 nit gas(25x)

La capa de compuestos formada fue de un espesor de entre 12 y 14 μm . La morfología de esta capa parece, en este caso, diferente, formada por dos bandas distinguibles: una, la más exterior, con porosidad evidente, visualmente similar a la obtenida con nitrocarburoación; y otra, más interior, de gran uniformidad y solidez. Esto podría deberse a una composición diferencial, preferentemente fase ϵ en la capa más exterior, y, preferentemente γ' en la interior.

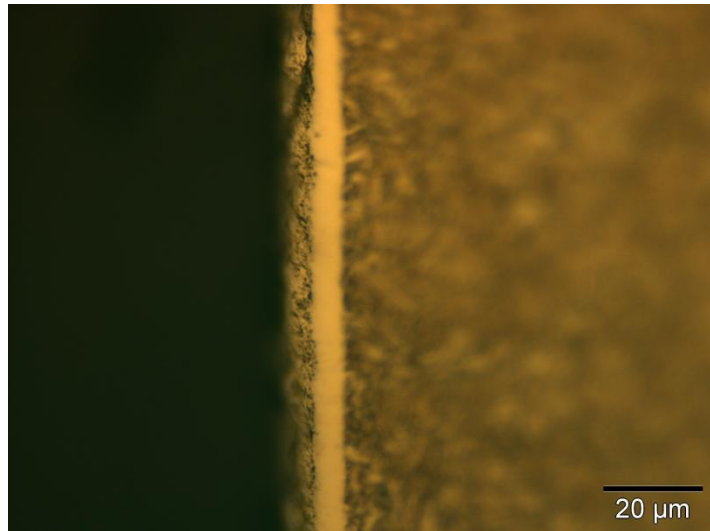


Fig A.1-45. Capa de compuestos acero 42CrMo4 nit gas(1000x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [μm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I = \pm t \cdot S / \sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	657,5	8,8	26,7	630,8	684,2
100	15	624,5	0,8	10,8	613,7	635,3
"	50	675,8	0,3	3,6	672,2	679,4
"	75	673,4	12,5	37,9	635,5	711,3
"	100	682,6	22,8	69,2	613,4	751,8
"	200	630,2	6,1	18,4	611,7	648,6
"	300	562,3	8,5	25,7	536,6	588,1
"	400	497,7	4,7	14,2	483,6	511,9
"	500	450,2	10,7	32,6	417,6	482,8
"	600	430,0	5,5	16,7	413,3	446,7
"	700	398,5	1,7	5,1	393,4	403,6
"	800	389,5	9,6	29,1	360,4	418,5
"	900	374,8	14,8	45,1	329,7	420,0
"	1200	348,0	4,6	14,0	334,0	362,0
"	2000	344,3	10,6	134,8	209,5	479,1

Tabla A.1-12. Resumen promedios microdureza 42CrMo4 nit gas(Probeta 10)

En este caso, al igual que ocurrió en el acero al carbono, la dureza máxima no corresponde a la dureza superficial (683 HV(0,1) a 100 μm). Aparece la “meseta” de valores de microdureza, lo que puede ser interpretado por una precipitación intensa de nitruros en esta zona y la consecuente deformación cristalina. La dureza superficial medida es también significativamente inferior respecto de la nitrocarburoación salina, lo que

es indicativo de la morfología diferente de la capa de compuestos formada, con mayor presencia de fase γ'

La dureza del núcleo calculada fue de 346 HV(0,1), idéntica a la referida para la muestra no tratada y la muestra nitrocarburada en ciclo nominal.

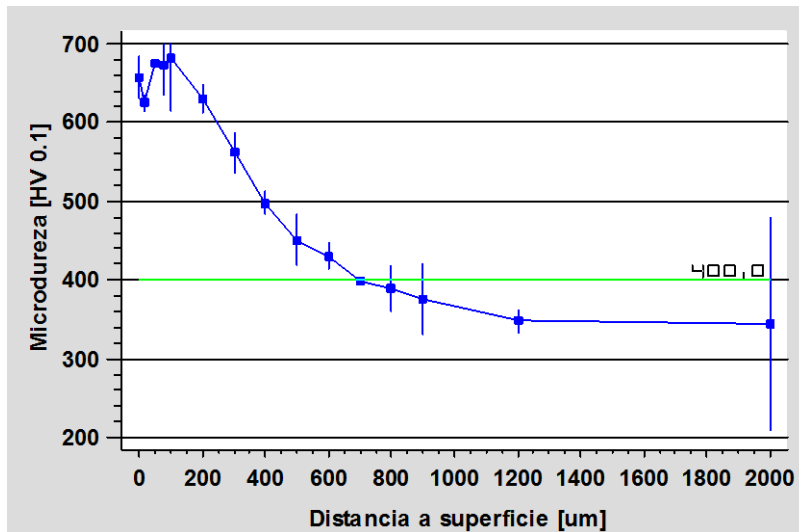


Fig A.1-46. Perfil microdureza 42CrMo4 nit gas

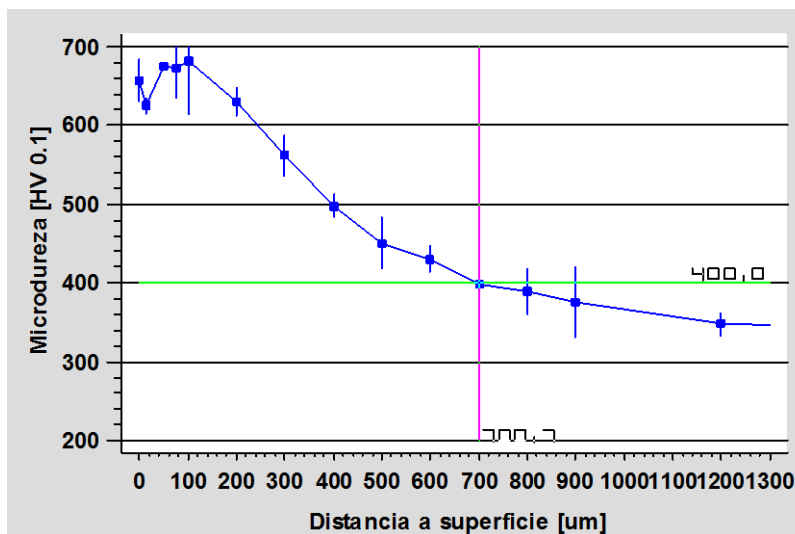


Fig A.1-47. Detalle perfil microdureza 42CrMo4 nit gas estimación capa efectiva HV>400HV

	ds [μm]
Capa Efectiva d con HV>400 HV	690-700

La capa nitrurada es de mucho mayor espesor que en la nitrocarburation salina. El aumento relativo es superior al producido en el acero al carbono (250% frente a 175%). En el perfil se constata la existencia de una "meseta" de altas microdurezas en los primeros 100 μm de capa nitrurada.

A.1.2.5. Nitruración asistida por plasma.

Estudio metalográfico.

Las micrografías obtenidas tras ataque Nital 3% muestran una microestructura similar al tratamiento anterior. En este caso la zona oscurecida es de una potencia inferior (entre 250 y 300 μm).

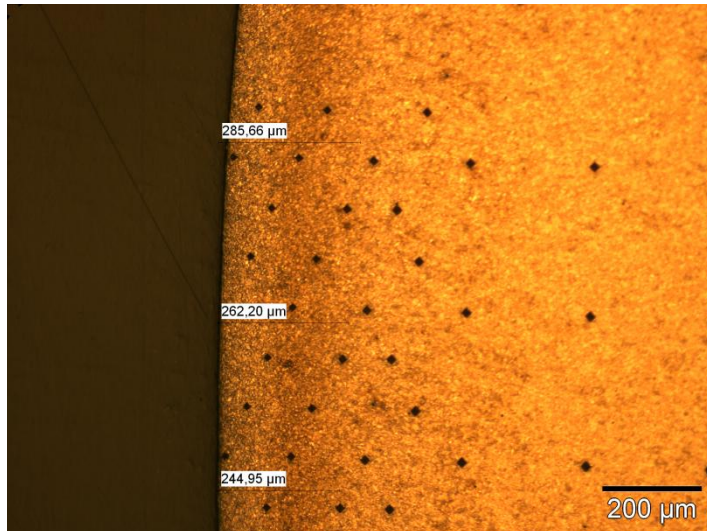


Fig A.1-48. Acero 42CrMo4 nit plasma(100x)

La capa de compuestos observada es mucho más fina que para los tratamientos convencionales, y del mismo orden que la obtenida en el acero al carbono, de entre 5 y 6 μm . Es uniforme, pero se puede advertir cierta porosidad en la parte más externa.

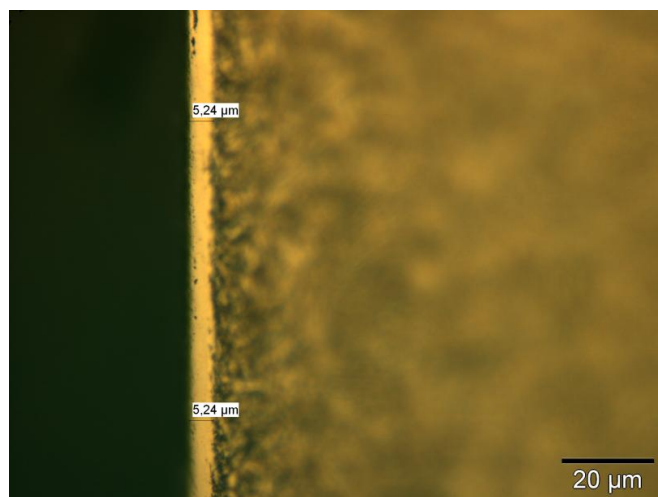


Fig A.1-49. Capa de compuestos acero 42CrMo4 nit plasma(1000x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [μm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm t \cdot S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	666,7	8,6	26,2	640,4	692,9
100	15	617,1	2,6	7,8	609,2	624,9
"	60	638,1	5,8	17,6	620,5	655,7
"	100	597,2	7,7	23,5	573,6	620,7
"	150	563,0	21,8	66,3	496,7	629,3
"	200	520,1	18,4	55,8	464,3	575,9
"	250	448,0	6,8	20,7	427,3	468,7
"	300	416,2	7,9	24,0	392,3	440,2
"	350	396,8	16,4	49,8	347,0	446,5
"	400	386,1	4,0	12,1	374,0	398,2
"	500	367,1	7,0	21,3	345,8	388,4
"	750	341,2	10,8	32,9	308,3	374,1
"	1000	328,3	2,2	6,7	321,6	335,0
"	2000	340,2	6,2	18,8	321,4	359,0

Tabla A.1-13. Resumen promedios microdureza 42CrMo4 nit plasma(Probeta 11)

La dureza máxima corresponde a la dureza superficial- 667 HV(0,05). En este caso, la dureza es muy similar a la obtenida en nitruración gaseosa, y significativamente inferior a la obtenida en la nitrocarburoación, lo que podría indicar que para este acero, en las condiciones de nitruración iónica, la fase preferente en la capa de compuestos sería la γ' .

Sería esperable una capa de compuestos con preferencia de fase ϵ según la atmósfera del reactor, pero claramente la respuesta vendrá muy influenciada por la composición del acero. La mínima presencia de elementos aleantes favorecerá la formación de fase γ' al competir en la captación de nitrógeno con el hierro.

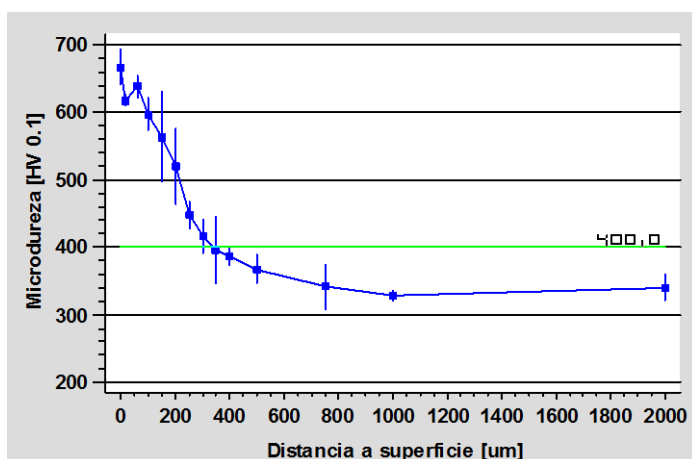


Fig A.1-50. Perfil microdureza 42CrMo4 nit plasma

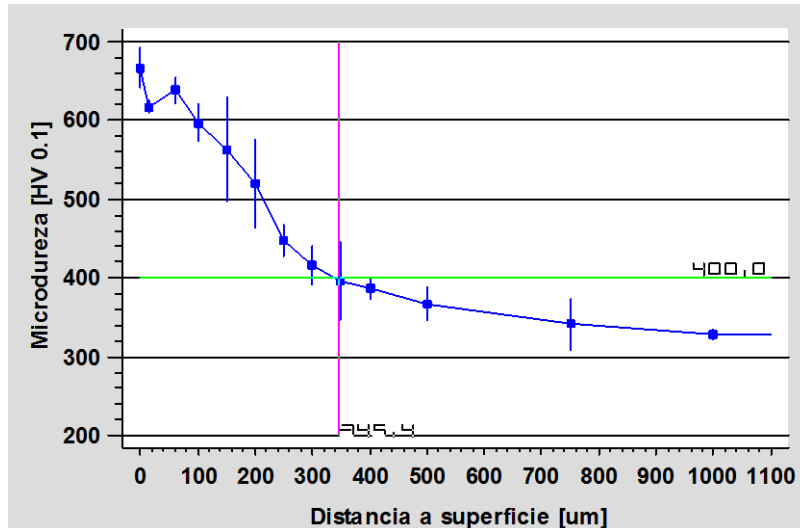


Fig A.1-51. Detalle perfil microdureza 42CrMo4 nit plasma estimación capa efectiva HV>400HV

Capa Efectiva d con HV>400 HV	ds [µm]
	340-350

La capa efectiva estimada tiene, como en el acero al carbono, un valor intermedio entre la obtenida en nitrocarburoación salina y la obtenida en nitruración gaseosa. Sin embargo, es de reseñar que, en el acero al carbono el incremento de la capa efectiva con la nitruración iónica (respecto a la nitrocarburoación salina) es muy superior a la detectada en el 42CrMo4, por lo que se puede afirmar que los mecanismos de nitruración son diferentes para ambos aceros (teniendo en cuenta lo observado para la nitruración gaseosa también).

A.1.2.6. Nitrocarburoación en baño de sales 1,5h.

Estudio metalográfico.

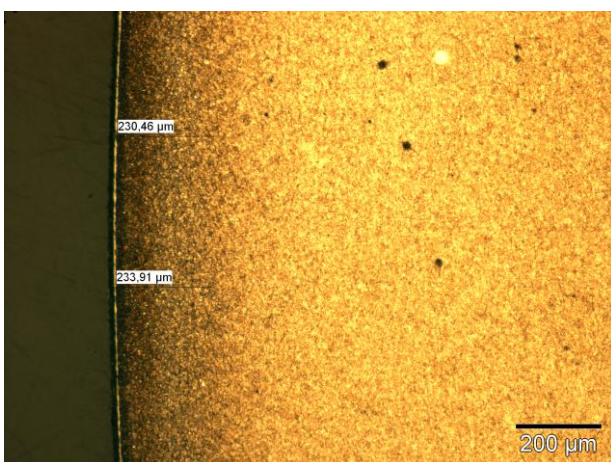


Fig A.1-52. Acero 42CrMo4 nitcar sales 1,5 h(100x)

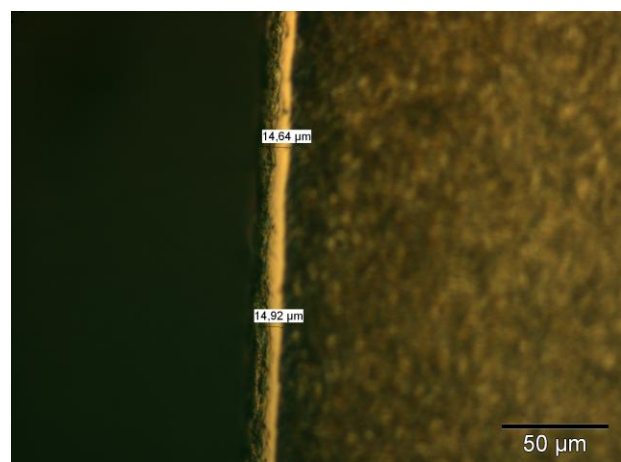


Fig A.1-53. Acero 42CrMo4 nitcar sales 1,5 h(500x)

La capa blanca formada fue de entre 14 y 15 µm

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS							
Q[g]	ds [μm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm t \cdot S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]	
50	0	663,4	44,5	135,4	528,0	798,8	
100	50	590,4	23,0	70,0	520,4	660,3	
"	100	504,6	8,3	25,3	479,3	529,9	
"	150	427,4	4,1	12,5	414,9	439,9	
"	200	389,2	4,4	13,3	375,9	402,6	
"	300	355,2	5,9	18,0	337,3	373,2	
"	400	337,5	3,0	37,7	299,8	375,2	
"	500	334,3	8,0	101,6	232,7	435,8	
"	750	330,9	15,1	192,3	138,6	523,2	
"	1000	332,8	3,4	43,1	289,7	375,9	
"	2000	341,0	1,1	13,5	327,5	354,4	
"							

Tabla A.1-14 Resumen promedios microdureza 42CrMo4 nitcar sales 1,5h(Probeta 14)

La dureza superficial fue 663 HV(0,1)

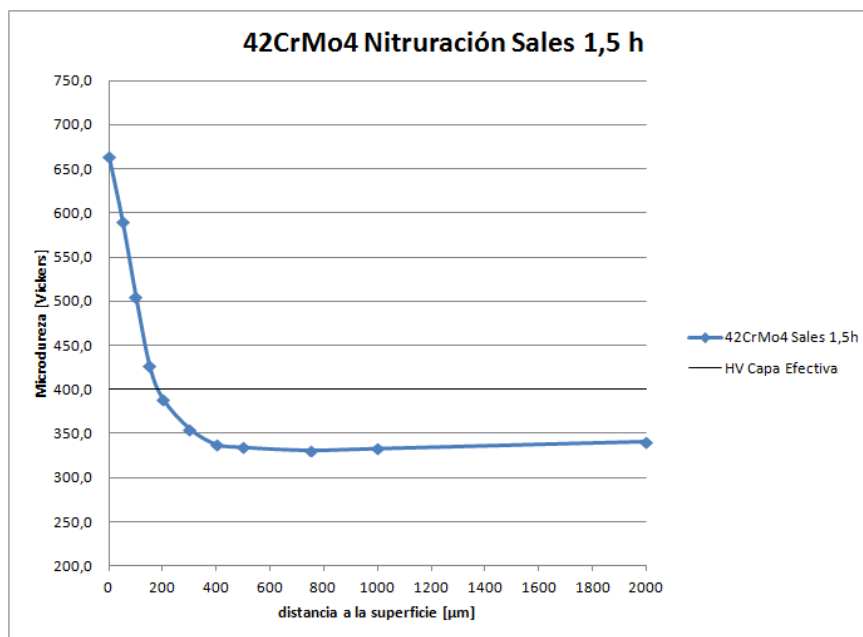


Fig A.1-54. Perfil microdureza 42CrMo4 nitcar Sales 1,5 h

La capa efectiva según criterio Dureza del núcleo +50 HV fue de 170-180 μm

A.1.3. ACERO ALEADO X40CrMoV5-1

A.1.3.1. Sin tratamiento. Probeta de control.

Estudio metalográfico.

La microestructura revelada tras ataque con nital 3% en este acero, muestra la esperada de martensita revenida. En ella se puede apreciar relativamente bien los granos austeníticos originales previos a la transformación martensítica.

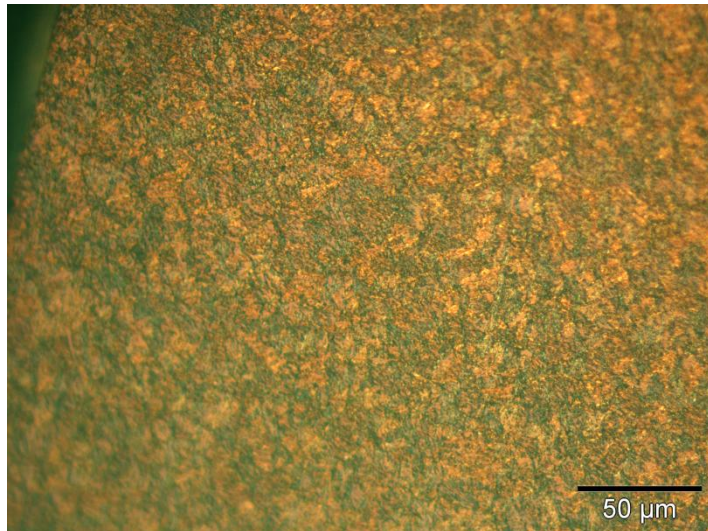


Fig A.1-55. Acero X40CrMoV5-1 sin tratamiento (500x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [μm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$l = \pm t \cdot S / \sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]
	24	495,6	5,4	16,4	479,2	512,0
50	100	521,6	1,4	17,7	503,9	539,3
100	200	529,9	15,0	45,7	484,2	575,5
"	300	510,0	5,8	17,8	492,3	527,8
"	400	520,7	9,5	29,0	491,7	549,7
"	500	525,9	11,7	35,6	490,3	561,4
"	750	528,3	5,9	17,9	510,5	546,2
"	1000	494,7	18,7	56,7	438,0	551,5
"	2000	495,1	10,9	33,0	462,1	528,1
"	3000	491,1	14,8	45,0	446,2	536,1
"						
					HV [Vickers]	511,0
					S [Vickers]	15,1

Tabla A.1-15. Resumen promedios microdureza X40CrMoV5-1 sin tratamiento (Probeta 20)

El valor de microdureza del material sin tratar es ya muy elevado como corresponde a un acero de herramientas para trabajo en caliente.

A.1.3.2. Nitrocarburation en baño de sales.

Estudio metalográfico.

La microestructura revelada con nital 3% en este acero es un ejemplo de libro de los efectos generados por nitruración en un acero típico para este tipo de tratamientos. Aparece de forma mucho más clara, que para el 42CrMo4, la estratificación capa de compuestos-capa de difusión (zona oscurecida)-núcleo sin tratar (martensita revenida). La capa de difusión alcanza los 100-110 μm , aunque a partir de 70 μm comienza la transición capa de difusión/núcleo sin tratar.

En la capa de difusión, la precipitación es muy intensa, siendo prácticamente indistinguible (por microscopía óptica) la estructura martensítica inicial. Asimismo, aparecen de forma totalmente clara las colonias lamelares de nitruros (identificadas en la bibliografía como CrN+nitruros de Fe) en la zona más exterior de la capa de difusión.

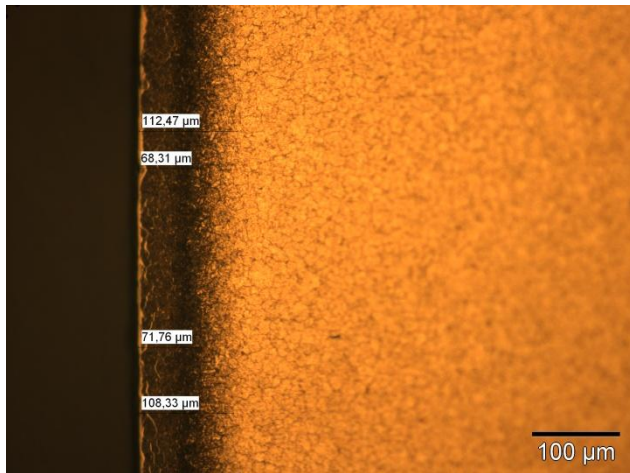


Fig A.1-56. Acero X40CrMoV5-1 nitcar sales (200x)

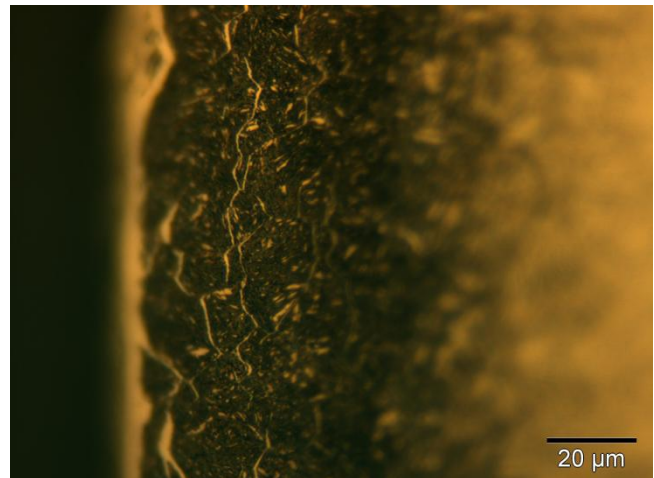


Fig A.1-57. Acero X40CrMoV5-1 nitcar sales-
pptos lamelares capa difusión (1000x)

La capa de compuestos observada, aun siendo consistente, presentaba menor homogeneidad que la formada en los aceros anteriores menos aleados. El espesor medido fue más variable, entre 6 y 11 μm .



Fig A.1-58..Capa de compuestos acero X40CrMoV5-1 nitcar sales (1000x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [μm]	ĤV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	1170,3	12,7	38,5	1131,8	1208,8
200	14	1101,0	11,8	35,9	1065,1	1136,9
"	30	1072,2	21,9	66,6	1005,6	1138,8
"	60	869,6	2,0	25,3	844,3	894,8
"	75	679,6	2,7	34,4	645,1	714,0
"	100	593,6	21,4	65,1	528,5	658,6
"	200	549,6	6,3	19,2	530,5	568,8
"	300	549,5	10,4	31,6	517,9	581,1
"	400	549,0	4,6	14,1	534,9	563,1
"	500	548,6	8,0	24,3	524,3	572,9
"	750	541,4	10,0	30,4	510,9	571,8
"	1000	534,7	3,2	9,7	525,0	544,4
"	1500	555,0	13,4	40,8	514,2	595,8
"	2000	541,1	2,0	6,0	535,1	547,1
"	3000	529,6	4,7	14,2	515,4	543,8

Tabla A.1-16. Resumen promedios microdureza X40CrMoV5-1 nitcar sales (Probeta 15)

La dureza máxima corresponde con la superficial-1170 HV(0,05) y es un valor elevadísimo. Tal valor de dureza corresponderá a la precipitación intensa de nitruros de elementos aleados(mayoritariamente serán CrN) superficial y subsuperficialmente.

La dureza de núcleo calculada fue de 544 HV(0,1), ligeramente superior a la medida en la probeta sin tratar. En este caso el ciclo térmico de la nitruración (con un enfriamiento al agua posterior) podría haber endurecido ligeramente el material.

Dada la dureza calculada del núcleo, el criterio aplicado para la estimación de la capa efectiva fue el de dureza del núcleo + 50HV.

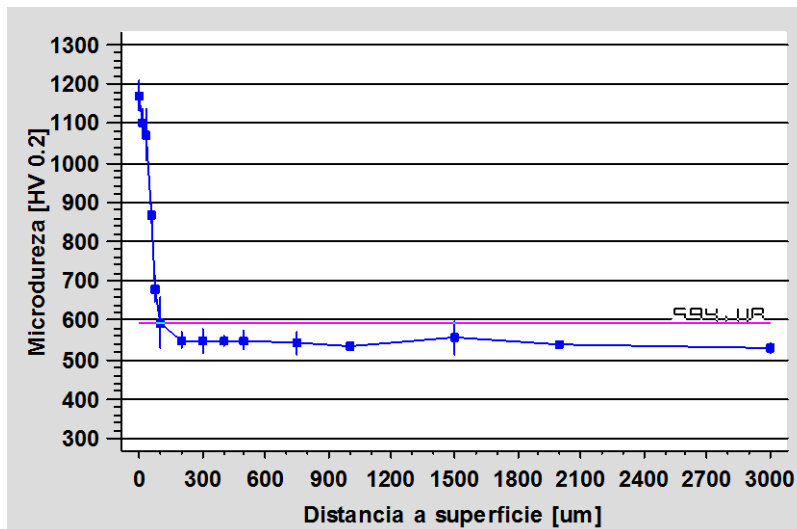


Fig A.1-59.Perfil microdureza acero X40CrMoV5-1 nitcar sales

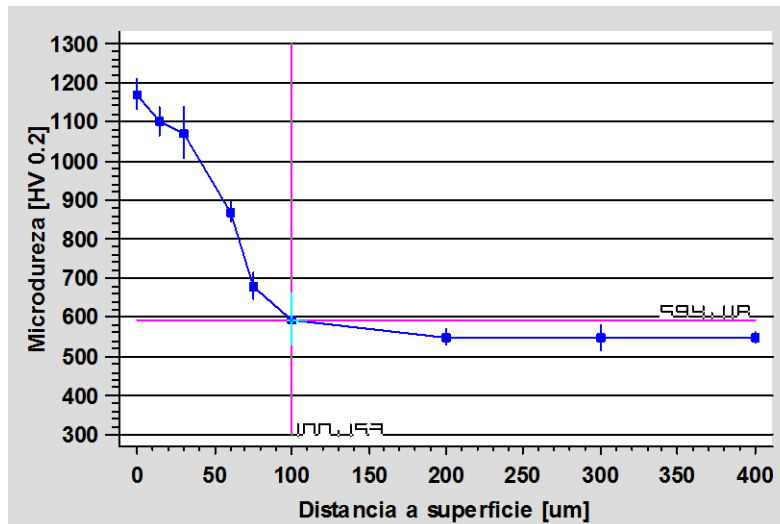


Fig A.1-60. Detalle perfil microdureza X40CrMoV5-1 nitrocar baño de sales
estimación capa efectiva HV>Dureza núcleo+50HV

	ds [μm]
Capa Efectiva d con HV>Núcleo+50= 595 HV	90-100

En este caso la coincidencia entre la capa nitrurada estimada visualmente y la estimada a través de las microdurezas es casi total, lo que confirma las observaciones metalográficas..

El perfil de microdurezas es extremadamente abrupto. La dureza de la capa nitrurada es muy superior a las obtenidas con los aceros menos aleados y el espesor de la capa efectiva es muy inferior. Esto demuestra un mecanismo de nitruración muy diferente para este tipo de acero. De forma clara, el mecanismo predominante será la precipitación de micronitruros de elementos aleados, de forma preferente CrN, pero también de Mo y V, algo que se inicia de forma inmediata por debajo de la capa de compuestos. Tal y cómo se señaló en el estudio del arte, aparecen precipitados lamelares en la capa de difusión, marcadores inequívocos de la intensidad de este fenómeno. Esta precipitación acelerada, provoca una deformación intensísima de la red cristalina y el consecuente aumento espectacular de la dureza. Esto producirá paralelamente el descenso dramático de la difusividad del nitrógeno en esta zona, reduciendo la velocidad de difusión pura del N al seno del material.

A.1.3.3. Nitrocarburation en baño de sales ciclo extendido.

Estudio metalográfico.

La microestructura observada en este caso es idéntica al del tratamiento anterior en cuanto a morfología. En este caso la capa nitrurada alcanzaría 145-150 μm (con transición desde 100-105 μm). Se aprecian aun más claramente las colonias lamelares de precipitados formadas en la capa de difusión, consecuencia de un tiempo más prolongado de nitruración.

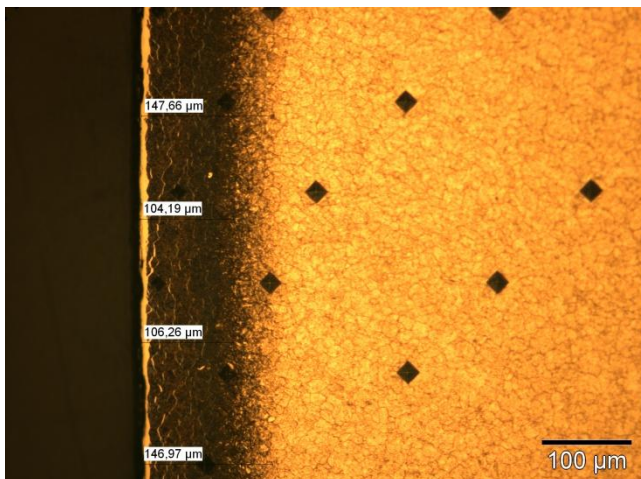


Fig A.1-61. Acero X40CrMoV5-1 nitcar sales ciclo ext(200x)

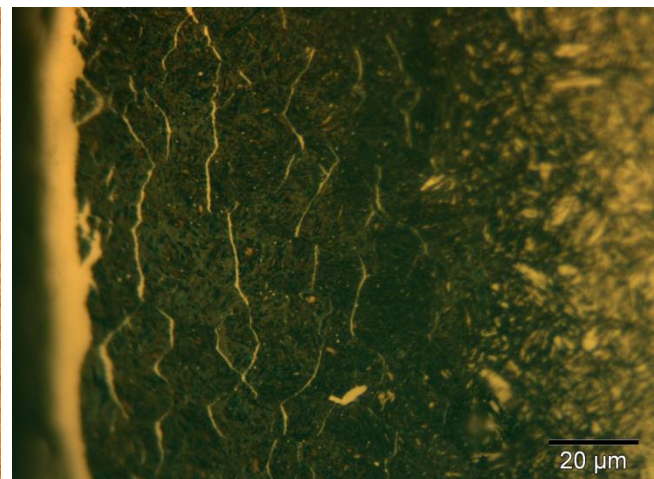


Fig A.1-62. Acero X40CrMoV5-1 nitcar sales ciclo ext - pptdos lamelares capa difusión (1000x)

La capa de compuestos observada fue más homogénea que en el ciclo de nitruración nominal, pero de de espesor máximo similar 12-13 μm .

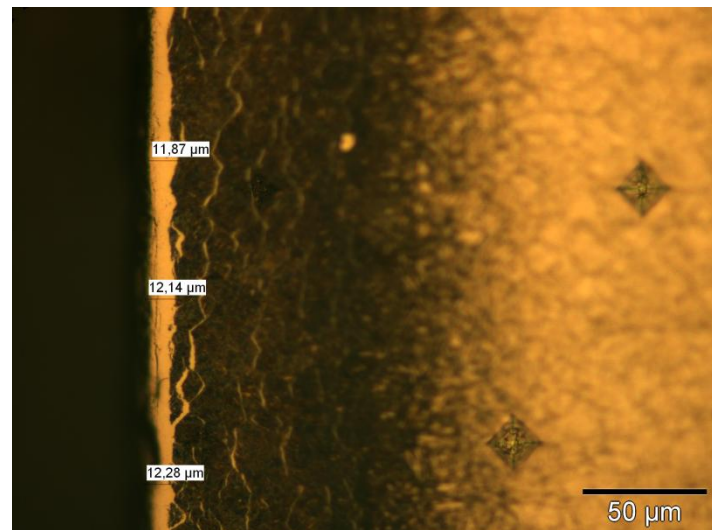


Fig A.1-63. Capa de compuestos acero X40CrMoV5-1 nitcar sales extendido(500x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [µm]	AV [Vickers]	S [Vickers]	$I=tt\cdot S/vn$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	1145,3	7,8	23,6	1121,7	1169,0
200	25	1073,0	19,1	57,9	1015,1	1130,9
"	50	1026,0	14,0	42,6	983,4	1068,6
"	75	968,3	11,9	36,1	932,2	1004,5
"	100	759,4	12,1	36,6	722,8	796,0
"	150	566,7	8,2	24,8	541,9	591,5
"	200	538,5	6,1	18,6	519,9	557,1
"	300	526,5	8,1	24,8	501,8	551,3
"	400	529,5	3,4	10,4	519,1	539,9
"	500	526,3	9,3	28,4	497,9	554,7
"	750	530,3	1,2	3,5	526,8	533,8
"	1000	530,1	1,4	4,3	525,8	534,3
"	2000	531,1	1,1	3,5	527,6	534,5

Tabla A.1-17. Resumen promedios microdureza X40CrMoV5-1 nitcar sales extendido(Probeta 16)

La dureza máxima corresponde con la superficial-1145 HV(0,05). El valor es ligeramente inferior a obtenido para el ciclo nominal, pero dada la variabilidad de las mediciones de dureza a este nivel no se plantea ninguna otra hipótesis.

La dureza de núcleo calculada fue de 530 HV(0,1), ligeramente superior a la medida en la probeta sin tratar, y muy similar al del tratamiento salino nominal.

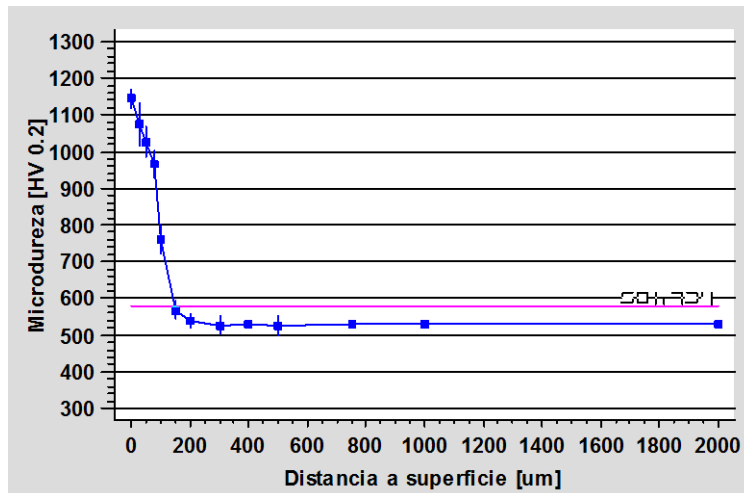


Fig A.1-65. Perfil microdureza acero X40CrMoV5-1 nitcar sales ciclo extendido

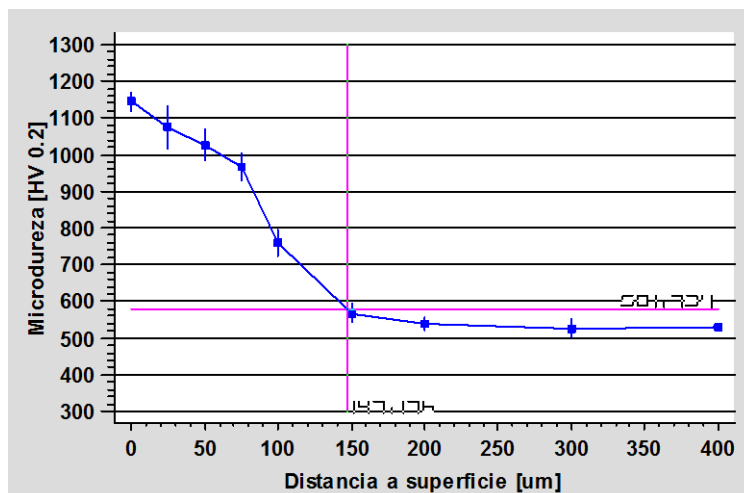


Fig A.1-66. Detalle perfil microdureza X40CrMoV5-1 nitrocar sales ext. estimación capa efectiva

Capa Efectiva d con HV>Núcleo+50= 581 HV	ds [μm]
	140-150

Como era de esperar la capa nitrurada aumenta con el tiempo de operación. En este caso, el incremento relativo de la capa nitrurada con la prolongación del ciclo es muy superior al producido en los aceros menos aleados (50% frente a un 15% aproximado en los anteriores). No obstante, hay que tener en cuenta que la capa nitrurada es del 50% del espesor en cualquier caso. De todos modos, podría relacionarse esta diferencia con un mecanismo variable para aceros aleados en función del tiempo de nitruración, prevaleciendo de forma absoluta la precipitación de nitruros aleados a tiempos cortos y distancias bajas a la superficie, para luego aumentar la importancia de la difusión pura del nitrógeno. Esto podría ser una hipótesis razonable teniendo en cuenta la menor pendiente del perfil de microdurezas, aun siendo este muy abrupto.

A.1.3.4. Nitruración gaseosa.

Estudio metalográfico.

La microestructura observada en este caso es ligeramente diferente. Se visualiza una zona oscurecida correspondiente con la capa de difusión con fuerte precipitación de unos 325 μm de profundidad (con transición aparente desde 250 μm). En este caso, no obstante, las colonias lamelares de precipitados aparecen muy al interior de la capa de difusión (entre 150 y 250 μm desde la superficie), siendo la morfología de la capa de difusión por debajo la superficie parecida a la de los aceros anteriores. Para establecer una hipótesis sobre la estructura de esta capa de difusión habría que realizar análisis XRD Bragg-Pentano, pero parece claro que el proceso de nitruración es diferente al que este acero sufre en nitrocarburo salina.

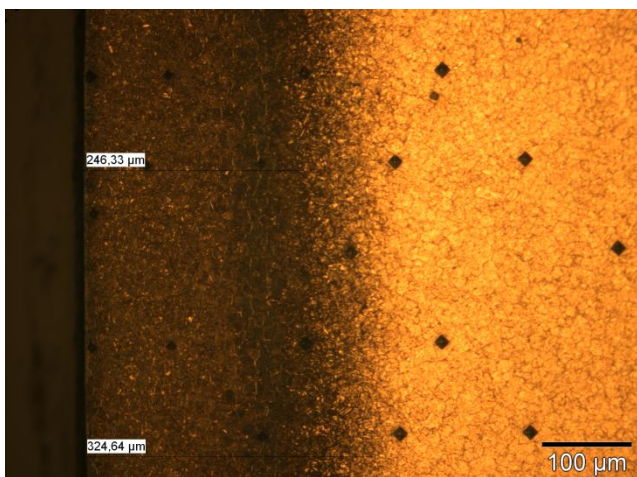


Fig A.1-67. Acero X40CrMoV5-1 nit gas(200x)

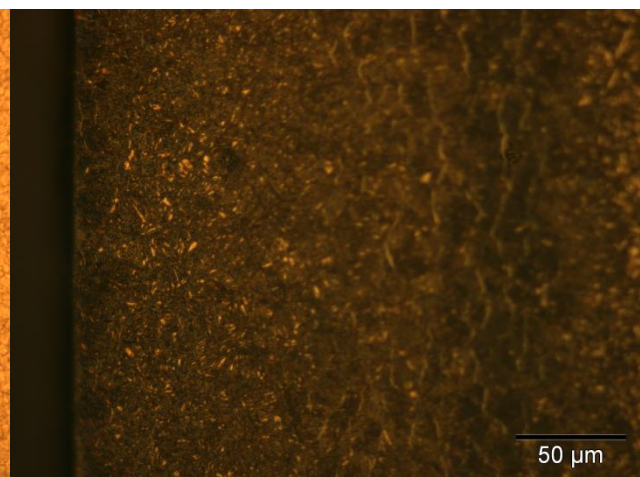


Fig A.1-68. Acero X40CrMoV5-1 nit gas capa difusión (500x)

No hay evidencia microscópica de formación de capa de compuestos, lo que constataría el diferente mecanismo de nitruración en este tratamiento en el que la precipitación de nitruros de hierro se verá completamente impedido por la precipitación de nitruros de elementos aleados.

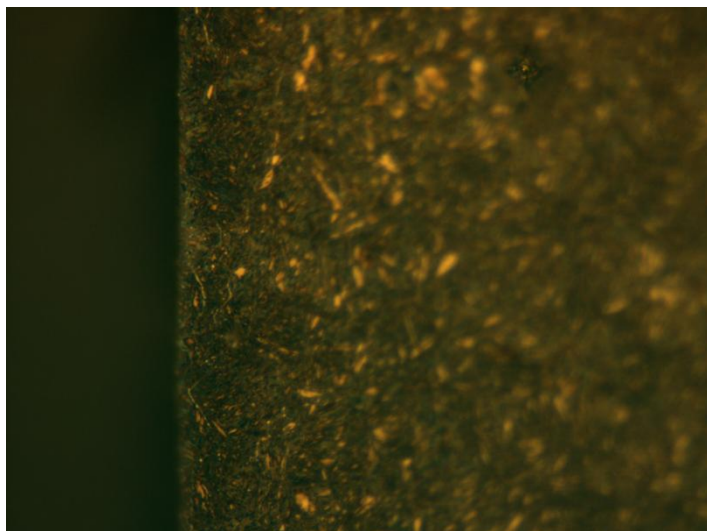


Fig A.1-69. Ausencia capa compuestos acero X40CrMoV5-1 nit gas (1000x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [μm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm t \cdot S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	1084,3	32,1	97,7	986,6	1182,1
100	15	1039,0	19,3	58,7	980,3	1097,7
"	50	1084,3	10,4	31,6	1052,7	1116,0
"	75	1067,0	25,4	77,1	989,9	1144,1
"	100	1008,1	20,5	62,4	945,7	1070,5
"	200	961,2	9,7	29,6	931,5	990,8
"	250	729,5	19,6	248,9	480,5	978,4
"	300	649,6	11,6	35,1	614,5	684,8
"	350	595,1	6,1	18,5	576,6	613,7
"	400	554,7	41,8	127,1	427,6	681,7
"	500	568,6	9,8	29,9	538,7	598,5
"	600	556,5	10,9	33,0	523,5	589,5
"	750	565,7	16,4	49,7	515,9	615,4
"	1000	556,4	12,3	37,5	519,0	593,9
"	2000	566,5	0,7	9,0	557,5	575,5

Tabla A.1-18. Resumen promedios microdureza X40CrMoV5-1 nit gas(Probeta 17)

La dureza máxima corresponde con la superficial 1084 HV(0,05). Aparece, como en los aceros anteriores, una meseta de microdurezas (hasta 100 μm). Esta dureza máxima es sensiblemente inferior a la obtenida en las nitrocarbureaciones salinas. Está referido que la gran dureza superficial de obtenible en estos aceros se debe a la precipitación de CrN. Esta diferencia podría deberse a que en la nitruración gaseosa éstos se encuentran más dispersos que en la nitrocarbureación salina donde se concentrarían asociados a la capa de compuestos.

La dureza del núcleo calculada fue de 563 HV(0,1), ligeramente superior, pero asumible como similar, a la de los otros tratamientos.

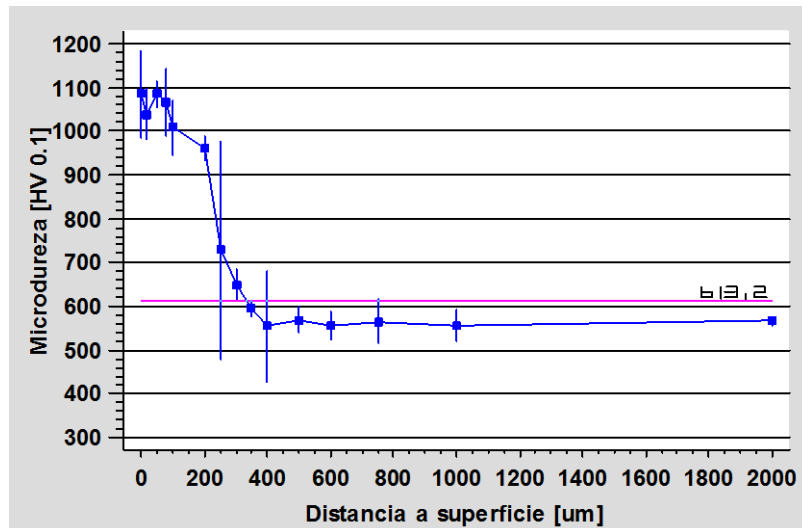


Fig A.1-70. Perfil microdureza acero X40CrMoV5-1 nit gas

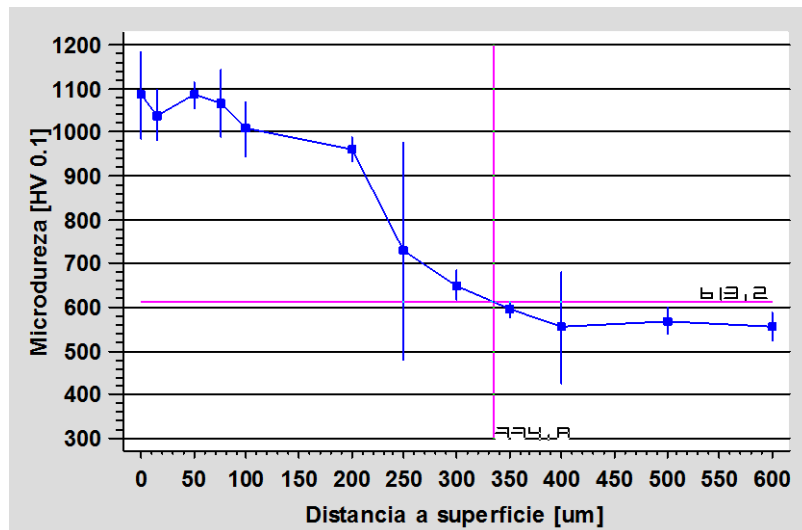


Fig A.1-71. Detalle perfil microdureza X40CrMoV5-1 nit gas-estimación capa efectiva

Capa Efectiva d con $HV > \text{Núcleo} + 50 = 613 \text{ HV}$	ds [μm]
	330-340

El perfil de microdurezas continua siendo muy abrupto, aunque es más tendido para este tratamiento, y la profundidad de capa nitrurada mayor, que en los tratamientos de nitrocarburoación salina.

En el perfil se advierte la “meseta” de microdurezas descrita según las mediciones realizadas.

A.1.3.5. Nitruración gaseosa ciclo extendido.

Estudio metalográfico.

La microestructura revelada por nital 3%, es diferente en este proceso de ciclo extendido. En este caso, se formó capa blanca bien definida, así como las estructuras lamelares de precipitados en la capa de difusión aparecen distribuidos en toda esta franja, no estando desplazados hacia el interior de la muestra como en la nitruración gaseosa con ciclo nominal. Este hecho constata que el tiempo de operación influye tanto en la potencia de la capa nitrurada obtenible (se observa una capa bien definida hasta 410 μm y de transición hasta unas 520 μm), como en su morfología. A mayor tiempo de operación, mayor espesor de capa nitrurada y se producirá una evolución de las fases formadas en la misma, con coalescencia de precipitados e inicio diferido de precipitación de nitruros de hierro, una vez que, de forma probable, se haya producido la máxima precipitación posible de nitruros de elementos aleados.

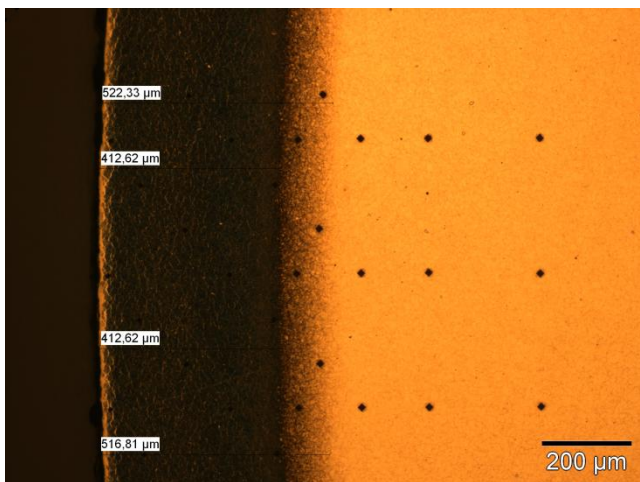


Fig A.1-72. Acero X40CrMoV5-1 nit gas ext(100x)

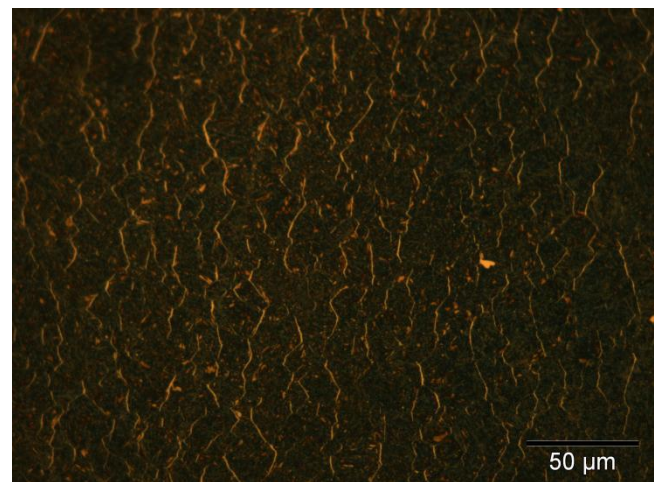


Fig A.1-73. Acero X40CrMoV5-1 nit gas-ptdos lamelares capa difusión (500x)

La capa de compuestos formada fue poco uniforme en cuanto a fisonomía y espesor (entre 15 y 20 μm).

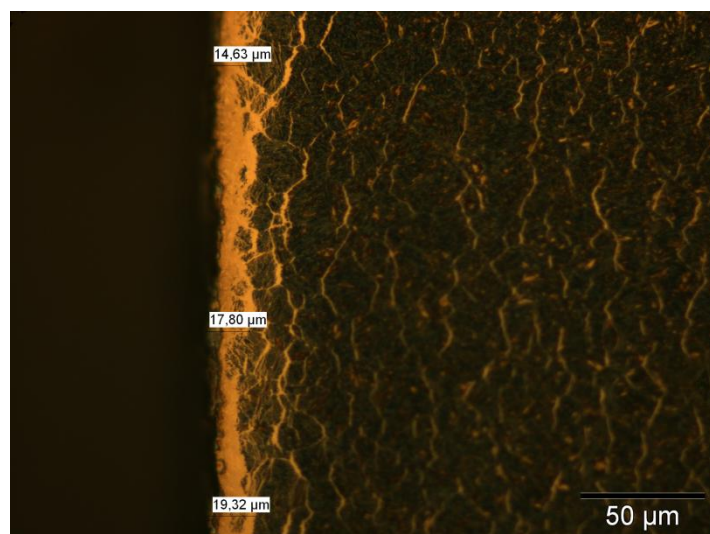


Fig A.1-74. Capa de compuestos acero X40CrMoV5-1 nit gas extendido(500x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [µm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm t \cdot S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	1052,0	22,1	67,1	984,9	1119,1
100	30	1029,0	10,5	32,0	997,0	1061,0
"	100	1005,7	5,5	16,7	988,9	1022,4
"	200	955,5	21,5	65,4	890,1	1020,8
"	300	887,0	10,4	31,6	855,4	918,7
"	400	774,0	11,2	34,1	739,9	808,1
"	450	665,1	10,0	30,5	634,7	695,6
"	500	580,9	1,9	5,8	575,1	586,7
"	600	539,4	9,7	29,6	509,9	569,0
"	750	541,8	4,6	14,1	527,7	555,9
"	1000	545,2	3,7	11,3	533,9	556,5
"	2000	532,2	10,9	33,1	499,1	565,2

Tabla A.1-19. Resumen promedios microdureza X40CrMoV5-1 nit gas ciclo extendido(Probeta 18)

La dureza máxima corresponde con la superficial 1052 HV(0,05). El hecho de que sea inferior incluso a la obtenida en la nitruración gaseosa en ciclo corto, aun existiendo en este caso capa de compuestos importante, indica de forma clara el efecto de la permanencia durante un tiempo prolongado a alta temperatura en la posible morfología diferente de la capa de compuestos, con predominio de fase γ' para ciclos prolongados. De forma extraña, no aparece la meseta de microdurezas mostrada en los procesos de nitruración gaseosa para este y los aceros anteriores, lo que constata la modificación de la morfología de la capa nitrurada debido al tiempo prolongado de nitruración.

La dureza del núcleo calculada fue 540 HV(0,1) que es inferior a los tratamientos anteriores. Esto podría asociarse a una permanencia prolongadísima a temperatura, que tendría influencia en las propiedades del acero, aunque el cambio generado sea poco importante aparentemente.

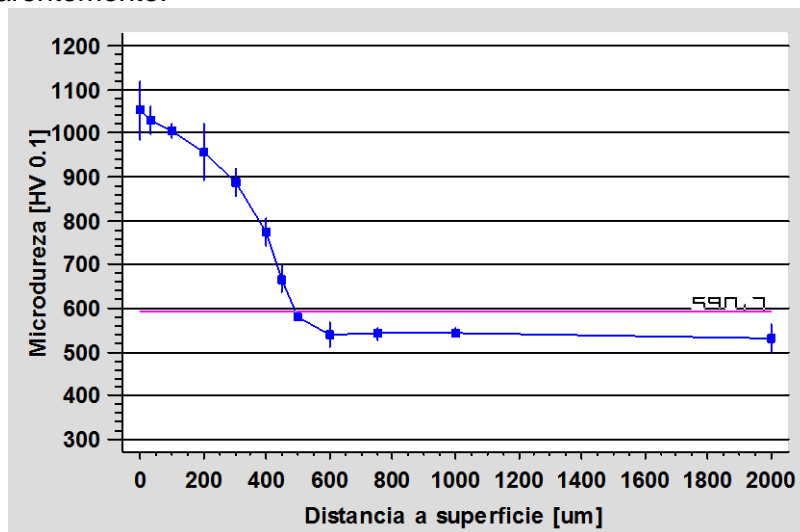


Fig A.1-75. Perfil microdureza acero X40CrMoV5-1 nit gas ciclo extendido

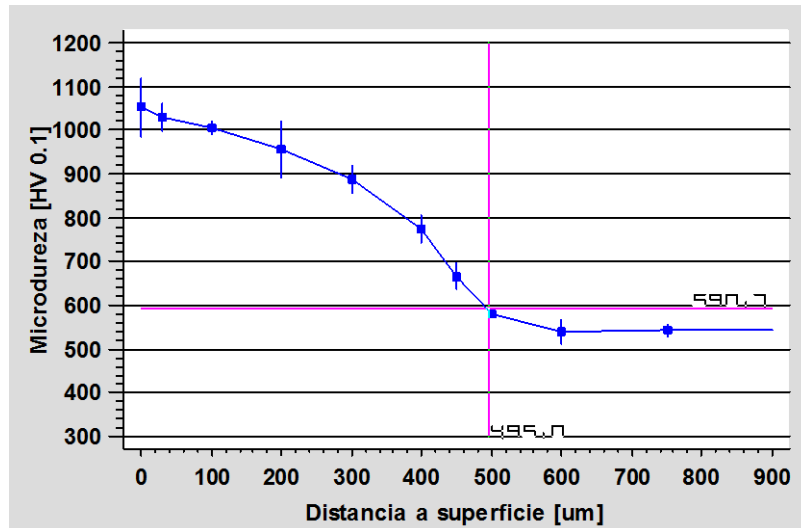


Fig A.1-76. Detalle perfil microdureza X40CrMoV5-1 nit gas ciclo extendido-estimación capa efectiva

Capa Efectiva d con $HV > N\acute{u}cleo + 50 = 590 \text{ HV}$	ds [μm]
	490-500

El perfil de microdurezas es, para este caso, menos abrupto todavía respecto a la nitrocarburation salina de este acero.

Aun incrementándose la profundidad de la capa nitrurada por la prolongación del tiempo de operación, este incremento, hablando en términos relativos (también en absolutos), es inferior para este acero (47%) que para el acero C45E (70%) lo que viene a constatar que la difusión del nitrógeno se ve extremadamente reducida en los aceros aleados, así como que el proceso de precipitación de nitruros aleados es claramente prevalente, además de dificultar “físicamente”, sobre la difusión pura del nitrógeno.

A.1.3.6. Nitruración asistida por plasma.

Estudio metalográfico.

La microestructura encontrada en esta probeta es similar, y en cierto modo intermedia, a la formada en la nitruración gaseosa de este acero. La capa nitrurada alcanzaría los 220-230 μm (con una zona de transición desde 150-170 μm). En la capa de difusión se distingue la formación de colonias lamelares de precipitados, aunque con menor densidad que en el tratamiento anterior.

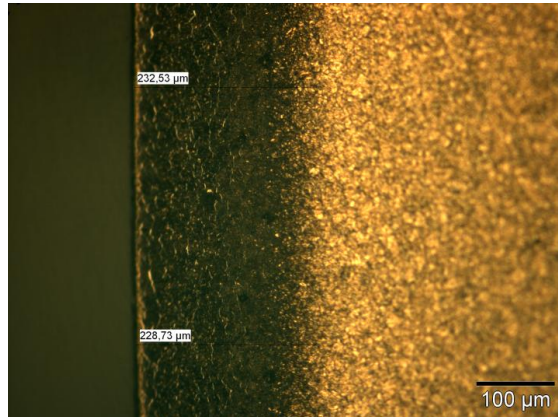


Fig A.1-77. Acero X40CrMoV5-1 nit plasma(200x)

La capa blanca formada es poco homogénea y compacta. Podría estar en sus primeras etapas de formación. Aun así, puede afirmarse que el espesor ronda los 6-8 μm .

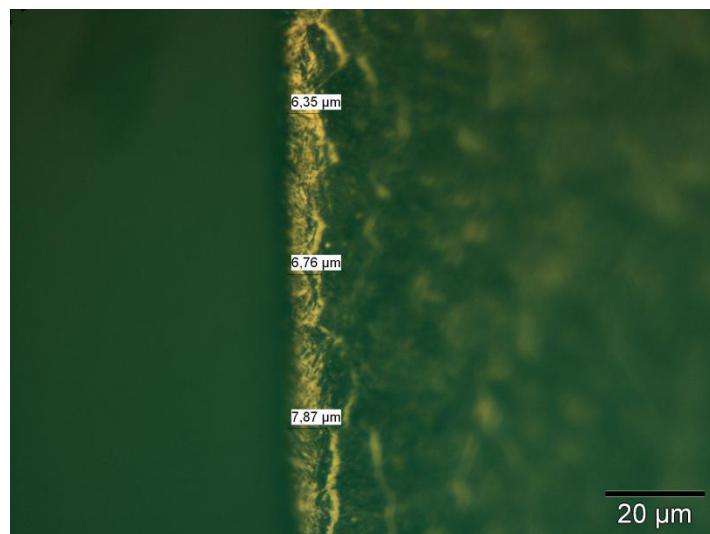


Fig A.1-78. Capa de compuestos acero X40CrMoV5-1 nit plasma(1000x)

Perfil microdureza.

SÍNTESES DE DATOS						
Q[g]	ds [μm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm t \cdot S/vn$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	1139,7	21,5	65,4	1074,3	1205,0
100	15	1115,5	12,1	36,9	1078,6	1152,3
"	50	1085,4	14,1	42,9	1042,5	1128,3
"	75	1139,0	12,9	39,3	1099,7	1178,2
"	100	1069,1	24,9	75,7	993,4	1144,8
"	135	929,1	14,2	43,2	886,0	972,3
"	165	629,5	7,8	23,8	605,8	653,3
"	200	624,5	10,1	30,8	593,7	655,3
"	300	541,7	16,0	16,7	525,0	558,4
"	400	564,3	16,0	48,7	515,6	613,0
"	500	562,9	14,3	43,4	519,5	606,4
"	750	569,4	17,1	52,1	517,3	621,5
"	1000	547,6	17,3	52,6	495,0	600,2
"	2000	560,4	15,1	46,1	514,3	606,4

Tabla A.1-20. Resumen promedios microdureza X40CrMoV5-1 nit plasma(Probeta 19)

La dureza máxima podría no corresponder con la superficial 1140 HV(0,05). Aparece de nuevo la “meseta” de altas microdurezas en la zona superficial, que indicaría una intensa precipitación de nitruros aleados. La dureza máxima es similar a la obtenida en los procesos de nitrocarburoción, lo que indica la importancia de la existencia de una capa de compuestos en la consecución de las máximas durezas, que además podrían ser similares. Las diferencias entre las durezas probablemente se deban a las diferencias en temperatura y tiempos de los procesos.

La dureza del núcleo calculada fue 558 HV(0,01). Revisando las durezas del núcleo obtenidas para este acero en todos los tratamientos, parece claro que la permanencia a alta temperatura durante largos períodos de tiempo (4 h a 853 K en nitcar sales y 192 h a 788 K en nit. gas) ha tenido como efecto un ligero ablandamiento del núcleo.

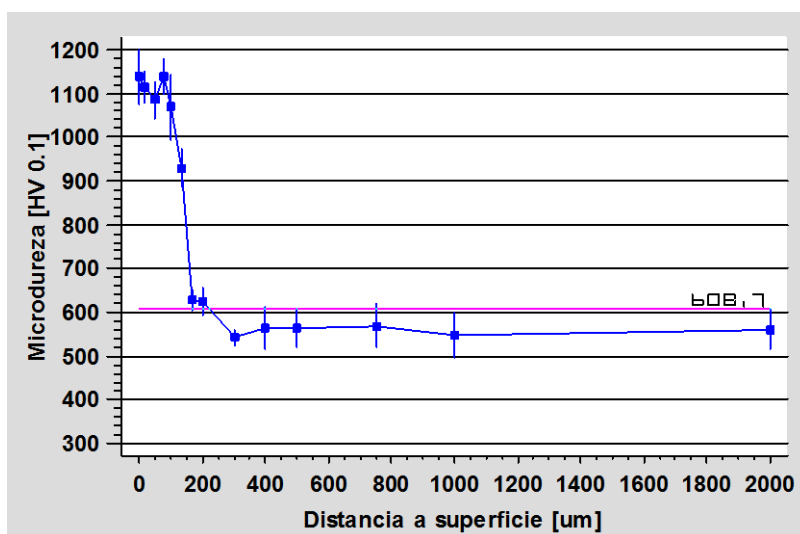


Fig A.1-79. Perfil microdureza acero X40CrMoV5-1 nit plasma

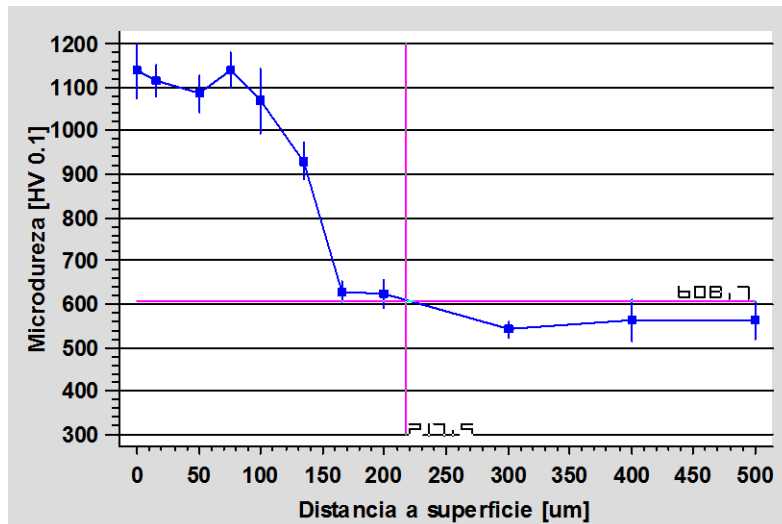


Fig A.1-80. Detalle perfil microdureza X40CrMoV5-1 nit plasma-estimación capa efectiva

	ds [μm]
Capa Efectiva d con HV>Núcleo+50= 608 HV	210-220

De nuevo la nitruración iónica produce una capa efectiva intermedia entre las nitrocarburationes salinas y las nitruraciones gaseosas.

El perfil de microdurezas es en este caso extremadamente abrupto, casi de escalón, puesto que presenta una meseta de microdurezas en la zona inmediatamente subsuperficial para luego presentar un descenso dramático de las mismas. Este hecho podría ser interpretado como un cambio en el mecanismo de nitruración en el tratamiento iónico. La especie activa N nitrurante procedente del plasma, probablemente penetrará en el acero con energía superior, favoreciendo de este modo una precipitación más intensa de nitruros de elementos aleados al ser más fácil alcanzar la energía de activación de las reacciones de precipitación.

A.1.3.7. Nitrocarburation en baño de sales 1,5h.

Estudio metalográfico.

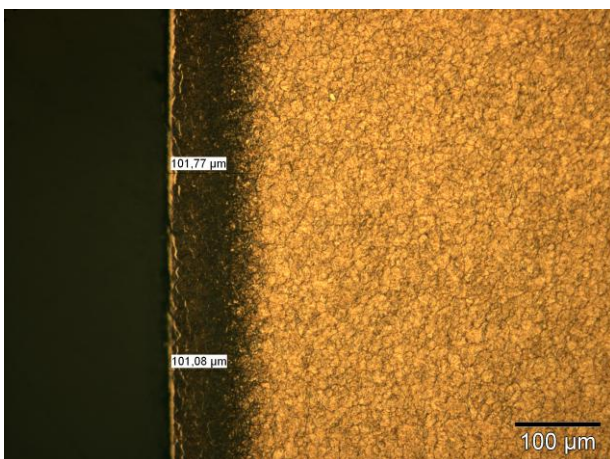


Fig A.1-81. Acero X40CrMoV5-1 nitcar sales 1,5 h(200x)

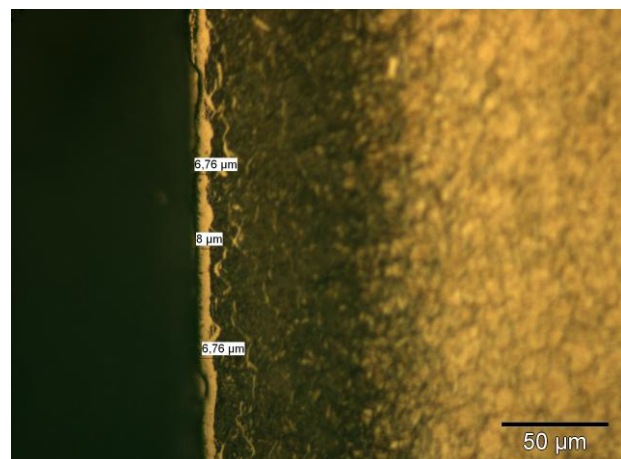


Fig A.1-82. Acero X40CrMoV5-1 nitcar sales 1,5 h(500x)

La capa blanca formada fue de entre 6 y 8 μm

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS							
Q[g]	ds [μm]	$\bar{H}\text{V}$ [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm t \cdot S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]	
100	0	1063,3	31,8	96,7	966,6	1160,1	
"	50	903,6	10,8	33,0	870,7	936,6	
"	100	540,6	11,9	36,2	504,4	576,8	
"	200	509,8	8,6	26,2	483,5	536,0	
"	400	502,5	14,8	188,7	313,8	691,2	
"	750	511,5	3,0	37,7	473,8	549,2	
"	1000	523,2	3,3	41,3	481,9	564,5	

Tabla A.1-21 Resumen promedios microdureza X40CrMoV5-1 nitcar sales 1,5h(Probeta 21)

La dureza superficial fue 1063 HV(0,1)

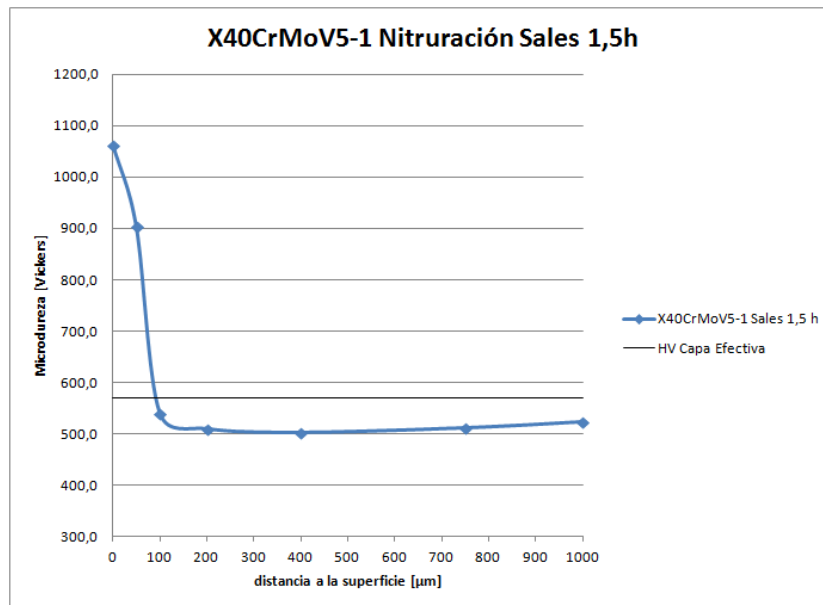


Fig A.1-83. Perfil microdureza X40CrMoV5-1 nitcar Sales 1,5 h

La capa efectiva según criterio Dureza del núcleo +50 HV fue de 80-90 μm

A.1.4. ACERO INOXIDABLE MARTENSÍTICO X20Cr13

A.1.4.1. Sin tratamiento. Probeta de control.

Estudio metalográfico.

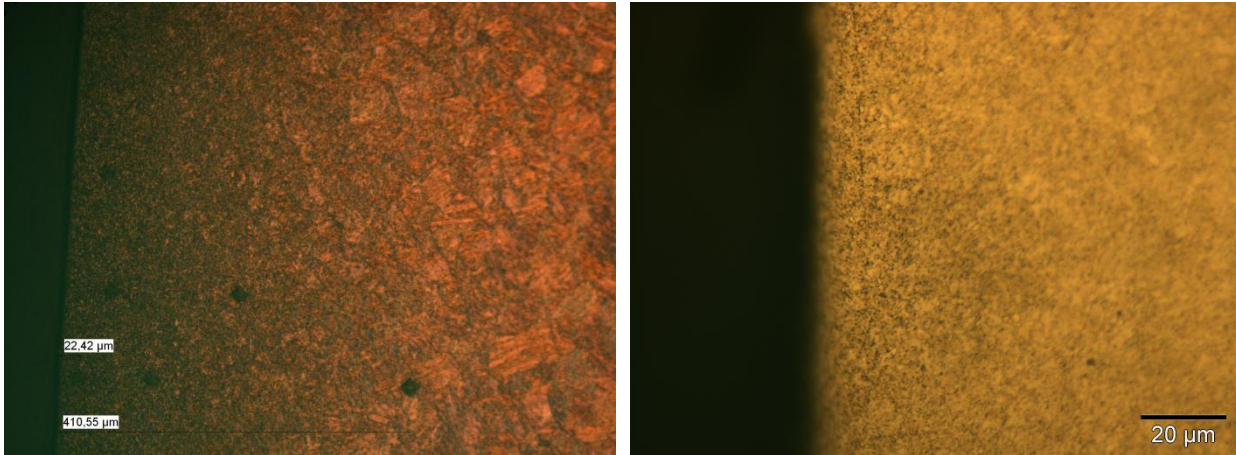


Fig A.1-84. X20Cr13 sin tratar-martensita revenida (200x)

Fig A.1-85. Carburos precipitados X20Cr13 (1000x)

La microestructura revelada por el ataque del reactivo Vilella en este acero mostró la estructura de martensita revenida esperable en este acero. Cabe destacar la intensa precipitación de carburos en las capas más superficiales de la probeta, consecuencia probablemente de la pérdida de solubilidad del carbono en la transformación martensítica y su asociación con el Cr, presente en este acero en un gran porcentaje (12%). Esta precipitación, o bien un proceso no adecuado de templado-revenido, han generado una microestructura diferente de la zona subsuperficial a la del núcleo, siendo mucho más fina en la zona superficial.

Perfil microdureza.

X20Cr13 SIN TRATAMIENTO				
	Q[g]	distancia a la superficie [μm]		HV [Vickers]
		x	y	
P26	100			
	"	20	0	420,0
	"	54	-100	413,0
	"	103	0	415,4
	"	201	-100	396,0
	"	250	0	404,6
	"	300	-100	404,7
	"	401	0	362,9
	"	1000	0	317,7
	"	3000	0	327,1
	"	5000	0	329,6

Tabla A.1-22. Datos microdureza X20Cr13 sin tratar (Probeta 26).

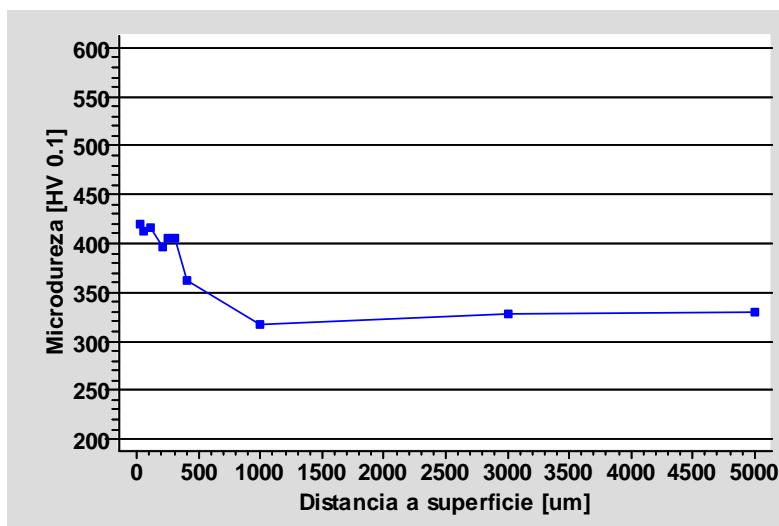


Fig A.1-86. Perfil microdureza acero X20Cr13 sin tratar

La microestructura diferencial subsuperficial/núcleo en este acero se ha visto reflejada en los valores de microdureza hallados. Como era esperable la zona superficial de microestructura fina y con precipitación de carburos tiene más dureza que el núcleo de martensita revenida normal. La diferencia es significativa (alrededor de 90-100 HV) y hubo que tener en cuenta este comportamiento diferencial en las observaciones de las muestras nitruradas.

A.1.4.2. Nitrocarburation baño de sales.

Estudio metalográfico.

La microestructura revelada tras ataque del reactivo Vilella es similar, pero con diferencias importantes a la constituida en el acero X40CrMoV5-1. Conviene recordar que el acero X20Cr13 es un acero de aleación elevada, sobre todo, respecto al X40CrMoV5-1, dado su alto contenido en Cr que se ha demostrado como un elemento de altísima reactividad con el nitrógeno.

La similitud radica en la formación de una capa nitrurada clásica, formada por una capa de compuestos, luego una capa de difusión y finalmente el núcleo sin nitrurar, con una zona de transición entre las anteriores.

La capa nitrurada es de un espesor muy inferior a la formada en el acero de herramientas, y de 65-75 µm (con zona de transición desde 40-45 µm). En la capa de difusión aparecen estructuras de coalescencia de precipitados, pero parecen no conformarse en colonias lamelares, sino más bien globulares. Asimismo, aunque no pueda afirmarse rotundamente con la resolución de la microscopía óptica, la presencia de carburos, señalados en el comentario de la muestra sin tratar, en la capa nitrurada parece ser baja o muy baja. Comienzan aparecer en la zona de transición capa nitrurada/núcleo, siendo su presencia predominante en la más superficial del núcleo sin aparente nitruración. Esto podría atender al hecho de que en presencia de nitrógeno el Cr precipitará en primer lugar en forma de nitruro, para luego iniciar la precipitación en forma de carburo.

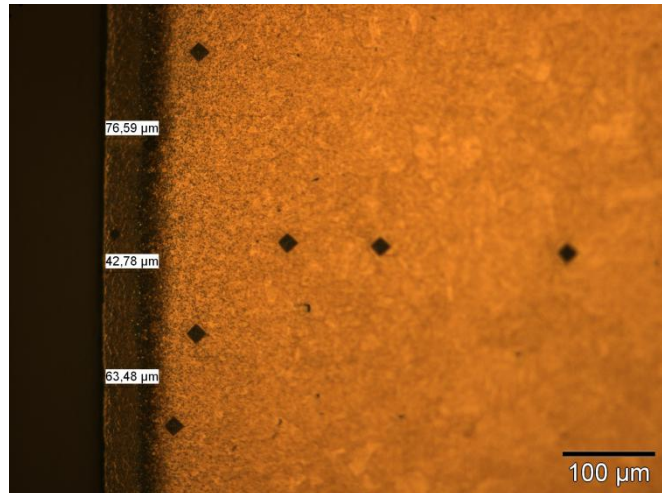


Fig A.1-87. X20Cr13 nitcar sales (200x)

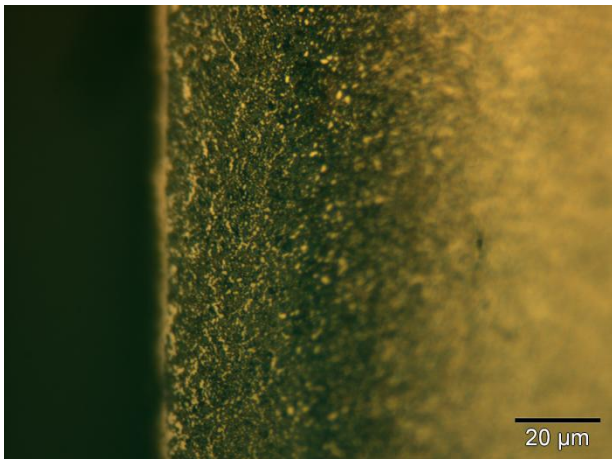


Fig A.1-88. X20Cr13 nitcar sales-capa difusión (1000x)

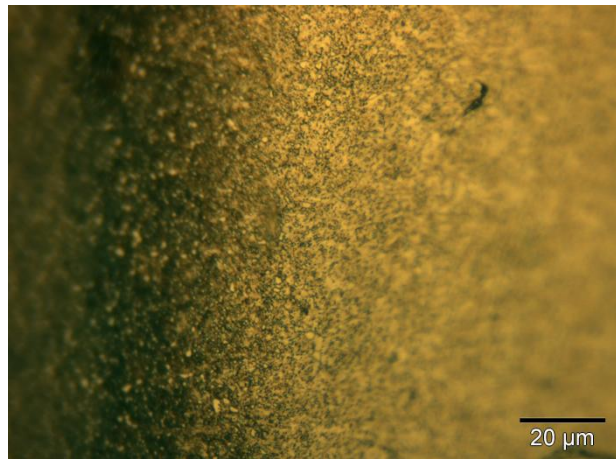


Fig A.1-89. X20Cr13 nitcar sales-carburos ptdos(1000x)

La capa blanca formada, aunque de evidente constitución, fue de un espesor casi inapreciable, inferior a 3 μm , lo que da idea del mecanismo diferente de nitruración en este acero, en el cual la afección del Cr por el nitrógeno minimizará la precipitación de nitruros de hierro.

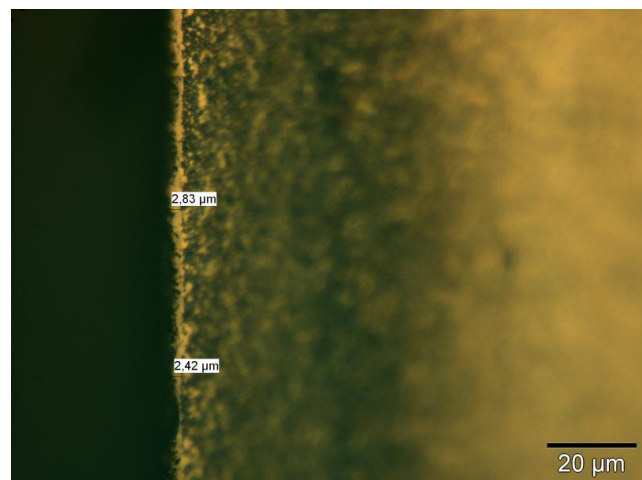


Fig A.1-90 Capa de compuestos X20Cr13 nitcar sales (1000x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [µm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm t \cdot S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	1247,3	14,3	43,5	1203,9	1290,8
100	15	1066,0	55,7	169,5	896,5	1235,5
"	30	978,1	13,8	42,1	936,1	1020,2
"	50	567,4	19,2	58,5	508,9	625,9
"	65	441,5	18,6	56,5	385,1	498,0
"	75	412,3	16,3	49,7	362,6	461,9
"	100	392,3	3,1	9,4	382,9	401,7
"	200	389,4	0,5	1,4	388,0	390,8
"	300	372,7	4,8	61,1	311,6	433,8
"	500	360,7	5,8	73,7	287,0	434,4
"	750	349,9	2,8	35,1	314,8	384,9
"	2000	334,7	2,8	35,9	298,8	370,6

Tabla A.1-23. Resumen promedios microdureza X20Cr13 nit car baño sales(Probeta 23)

La dureza máxima corresponde con la superficial -1247 HV(0,05). El valor es superior al referido en el acero X40CrMoV5-1 aun siendo la capa de compuestos escasa y poco consolidada aparentemente. Esto se debería de forma clara a la presencia y mayor proporción de nitruros de elementos aleados en superficie (CrN en este acero).

La dureza del núcleo calculada fue 348 HV(0,1), similar, pero ligeramente superior a la del núcleo de la muestra sin tratar (≈330 HV).

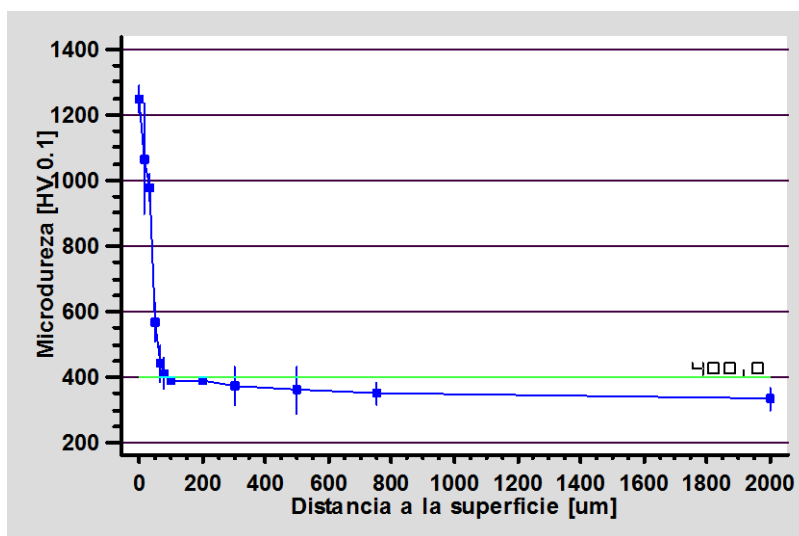


Fig A.1-91. Perfil microdureza acero X20Cr13 nitcar baño de sales

El perfil de microdurezas es extremadamente abrupto en virtud del poco espesor de la capa nitrurada y de la gran dureza superficial medida. En este acero la precipitación de nitruros de elementos aleados sería tan intensa que la difusión pura del nitrógeno hacia el seno del material sería muy baja, tanto por el secuestro del elemento en la precipitación, cómo por la reducción de la difusividad del medio producida por la presencia de nitruros y la consecuente deformación de la red cristalina.

El tremendo cambio de dureza, y por tanto, de morfología del acero es tan evidente en este acero que incluso es fácilmente visible en la diferencia de las huellas de indentación del ensayo Vickers.

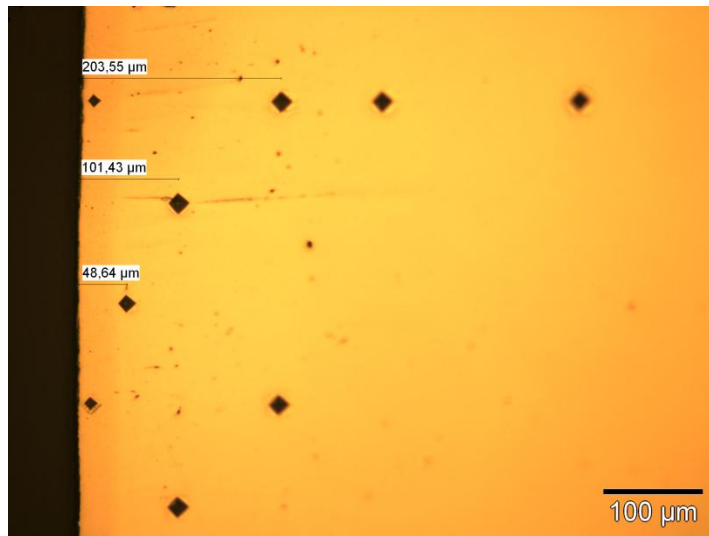


Fig A.1-92.Indentaciones Vickers X20Cr13 nitcar baño de sales

Para la estimación de la capa efectiva, ambos criterios de la ISO 6336 serían casi coincidentes. Teniendo en cuenta el valor de la dureza del núcleo, se adoptó el de dureza superior a 400 HV.

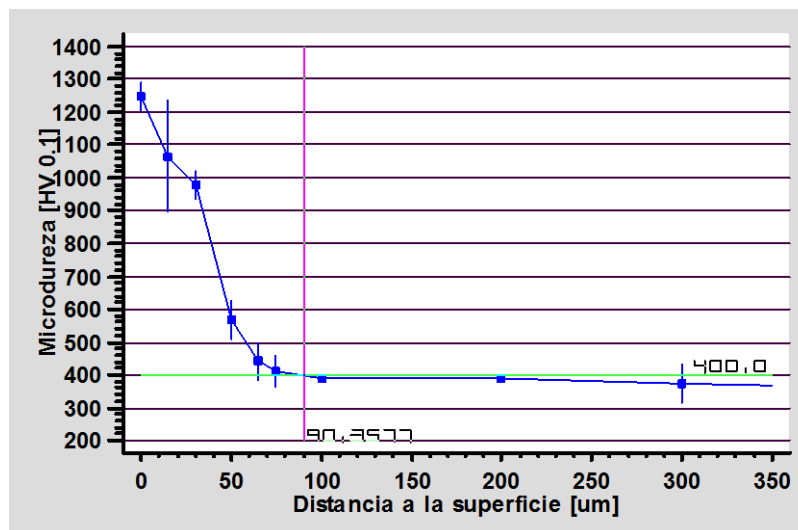


Fig A.1-93. Detalle perfil microdureza X20Cr13 nitcar baño sales-estimación capa efectiva

	ds [μm]
Capa Efectiva d con HV>400 HV	80-90

La capa efectiva es la más fina de los cuatro aceros estudiados, como era esperable tras la revisión de la bibliografía, por ser el de mayor aleación.

Perfil composición.

El análisis de la composición de la capa exterior (hasta 150 μm) realizado por GD-OES permite realizar comentarios adicionales de interés.

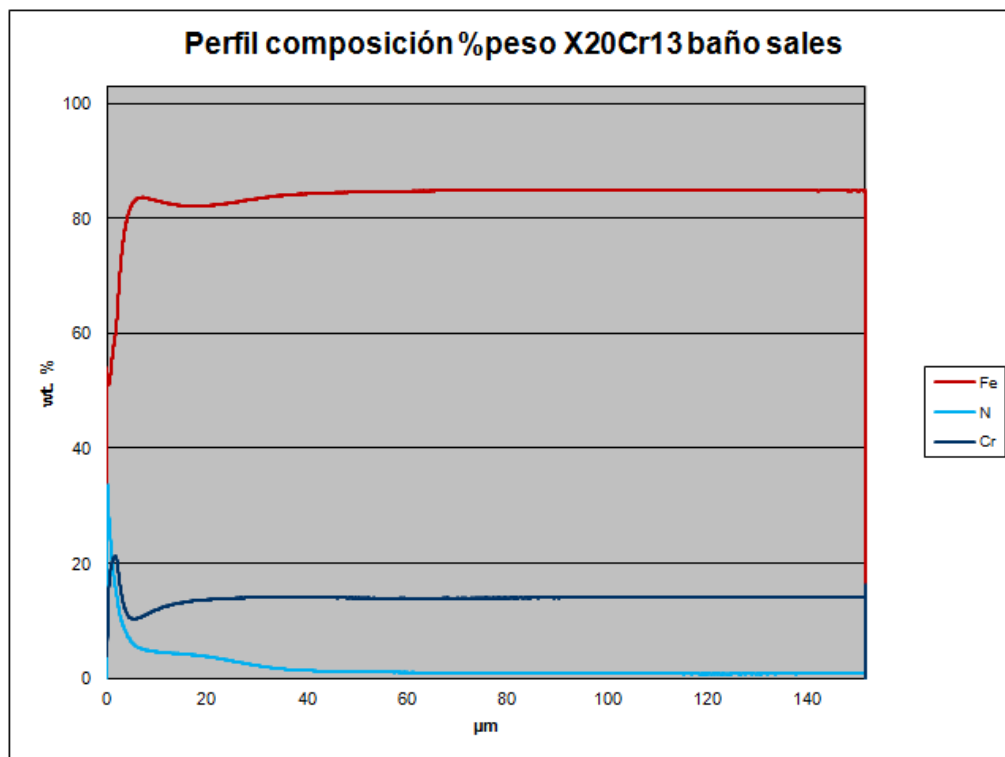


Fig A.1-93bis. Perfil composición % en peso X20Cr13 nitcar sales

El porcentaje absoluto máximo de composición en nitrógeno alcanza el 30%.

Teniendo en cuenta el espesor de la capa de compuestos estimada en el análisis metalográfico (<3 μm) y el análisis de los datos obtenidos por GD-OES, puede aproximarse la morfología de dicha capa de forma relativamente satisfactoria.

En primer lugar, el perfil de composición en Cr indica que ha habido una migración de Cr de la zona subsuperficial (entre 3 y 17 μm) (%Cr entre 10,2 y 13%) hacia la zona superficial (<3 μm) (hasta 21%) correspondiente a la capa de compuestos lo que permite hipotetizar la precipitación de CrN en superficie.

Teniendo en cuenta la estequiometría de las posibles fases formadas, los porcentajes en peso relativos correspondientes serían:

CrN + Fase ϵ (Fe₂₋₃N)-Fe (de 58,3% al 71,8%); N(14,6% a 6,0%); Cr(27,1% a 22,2%)

CrN+Fase γ' (Fe₄N)- Fe (73,7%); N(9,2%); Cr(17,1%)

Los datos ofrecidos por el GD-OES permiten señalar una composición de la capa de compuestos preferentemente formada por CrN+Fase ϵ y quizá alguna presencia de Fase γ' en la zona más interior. No obstante, esto habría que confirmarlo por XRD.

Una vez en la capa de difusión, el descenso de concentración en nitrógeno es más paulatino, sobre todo a partir de 5 μm (6,2 % en N) hasta estabilizarse por debajo de 0,80% a partir de unos 80 μm . Estos datos podrían indicar que la capa nitrurada alcanza esa profundidad aproximadamente, y que el criterio usado para la estimación de la profundidad de la capa efectiva ha sido bastante correcto.

Esto último se constata si se compara el perfil de composición de nitrógeno con el perfil de microdurezas, los cuales son prácticamente paralelos.

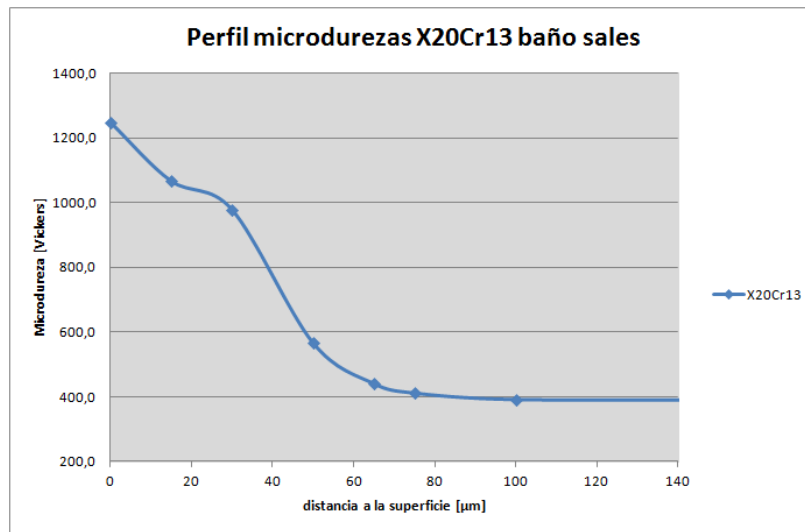


Fig A.1-93bis2. Perfil microdurezas X20Cr13 nitcar sales.

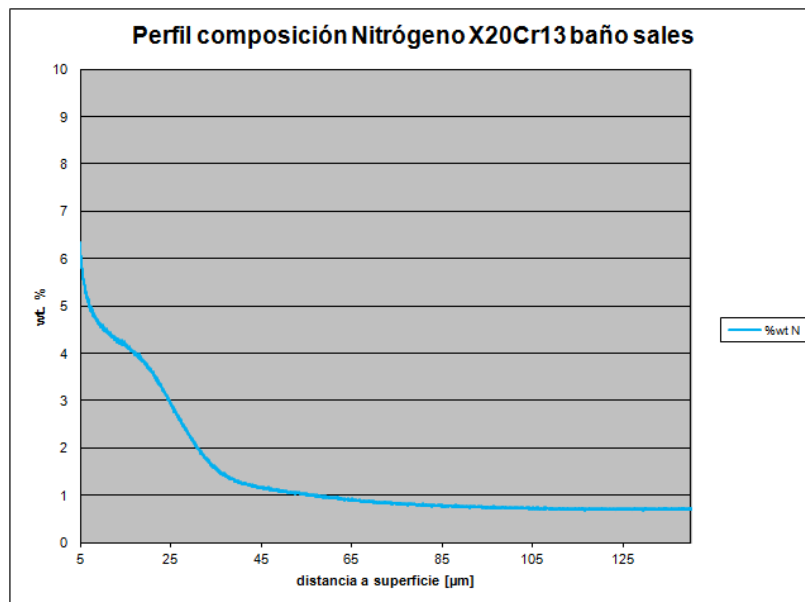


Fig A.1-93bis2. Perfil composición % en peso N X20Cr13 nitcar sales

A.1.4.3. Nitrocarburation baño de sales ciclo extendido.

Estudio metalográfico.

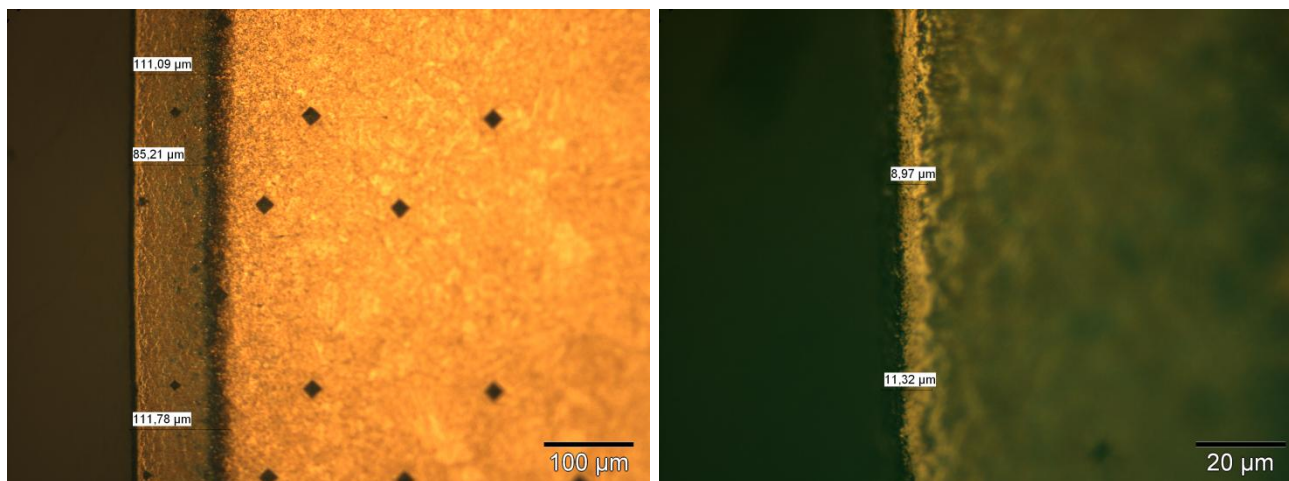


Fig A.1-94. X20Cr13 nitcar sales ext-capa difusión (200x) ext(1000x)

Fig A.1-95. Capa compuestosX20Cr13 nitcar sales ext(1000x)

La microestructura hallada en este tratamiento es de morfología idéntica al del acero anterior, con los cambios esperables por prolongación del tiempo de nitruración. Por un lado la capa de difusión aparenta extenderse hasta los 110 μm (con la zona de transición empezando en $\approx 85 \mu\text{m}$). Por otro lado, la capa de compuestos es de espesor superior y mayor consistencia (entre 8 y 11 μm). Dado su mayor espesor se puede visualizar fácilmente su composición heterogénea con multitud de inclusiones que bien podrían ser CrN.

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [μm]	$\hat{H}V$ [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm t \cdot S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	1192,7	12,1	36,7	1156,0	1229,3
100	15	1052,3	33,1	100,6	951,7	1152,9
"	50	966,7	23,3	70,9	895,8	1037,7
"	75	871,9	24,9	75,6	796,3	947,5
"	85	597,6	0,7	2,1	595,5	599,7
"	100	468,3	13,3	40,3	428,0	508,6
"	150	382,5	16,4	49,8	332,6	432,3
"	200	381,1	9,5	28,9	352,2	410,0
"	300	355,4	7,9	24,0	331,5	379,4
"	400	353,5	2,8	8,4	345,1	361,9
"	500	340,7	1,8	22,5	318,2	363,1
"	750	332,7	0,1	0,9	331,8	333,5
"	2000	329,9	6,4	81,8	248,1	411,6

Tabla A.1-24. Resumen promedios microdureza X20Cr13 nit car sales extendido(Probeta 27)

La dureza máxima corresponde con la superficial -1193 HV(0,05). El valor es inferior al obtenido en la nitrocarburation en ciclo nominal, aun siendo de mayor espesor la capa de

compuestos. La razón de esto podría ser la evolución temporal de la morfología de la capa de compuestos a una transformación gradual de fase ϵ en fase γ'

La dureza del núcleo calculada fue 344 HV(0,1), prácticamente idéntica a la adquirida en el tratamiento anterior. Este acero, parecería estar menos afectado, en su estructura martensítica, por la permanencia tiempo prolongado a elevadas temperaturas.

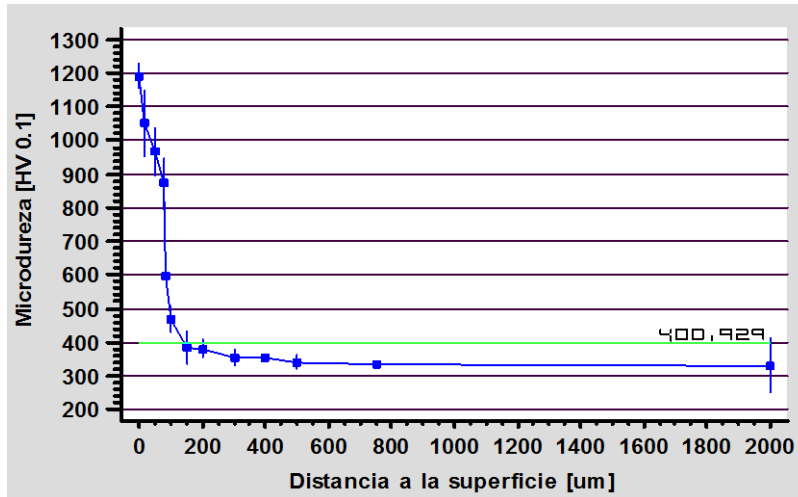


Fig A.1-96. Perfil microdureza acero X20Cr13 nitcar sales ciclo extendido

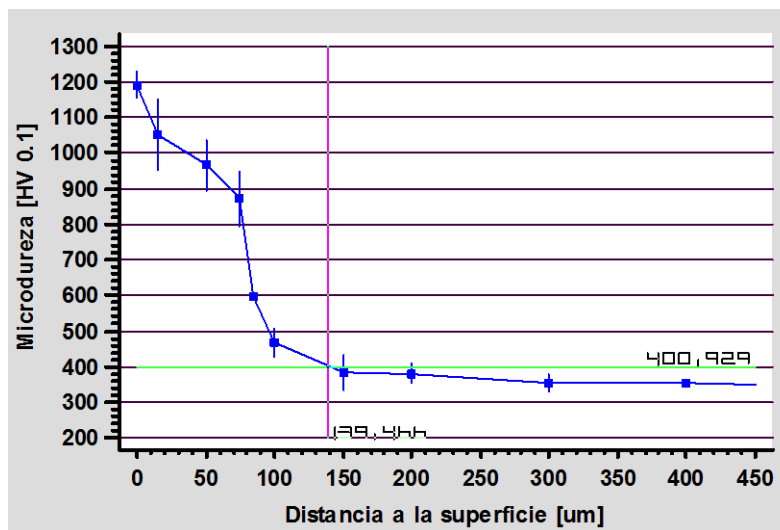


Fig A.1-97. Detalle perfil microdureza X20Cr13 nitcar sales ext-estimación capa efectiva

	ds [μm]
Capa Efectiva d con HV>400 HV	130-140

El perfil de microdurezas es muy abrupto, y parece iniciar una tendencia a tipo escalón. Se produce un aumento de la capa nitrurada con el tiempo, que en este caso es del 55% relativo, muy similar al del acero X40CrMoV5-1, lo que constata claramente dos mecanismos muy diferentes de penetración del nitrógeno entre los aceros poco aleados y los mediana-altamente aleados.

A.1.4.4. Nitruración gaseosa.

Estudio metalográfico.

La microestructura observada tras ataque del reactivo Vilella en este acero y tratamiento es similar, pero con notables diferencias, a la obtenida con los tratamientos de nitrocarburo. De hecho, la microestructura de la capa nitrurada presenta unos cambios que siguen un paralelismo significativo con los descritos para el acero X40CrMoV5-1.

La capa de nitrurada es de mayor espesor, de hasta 250 μm (con zona de transición desde 210-215 μm). La presencia de colonias de precipitados en la capa de difusión se atenúa respecto a los procesos de nitrocarburo, aun siendo notable. La presencia de carburos precipitados en la zona de transición y en la zona inmediata de la zona sin nitrurar es muy inferior. Ambos efectos podrían tener su origen en una temperatura de operación 65 K inferior.

Al igual que para el acero X40CrMoV5-1, se puede afirmar, con la resolución disponible, la ausencia de formación de capa de compuestos para este acero.

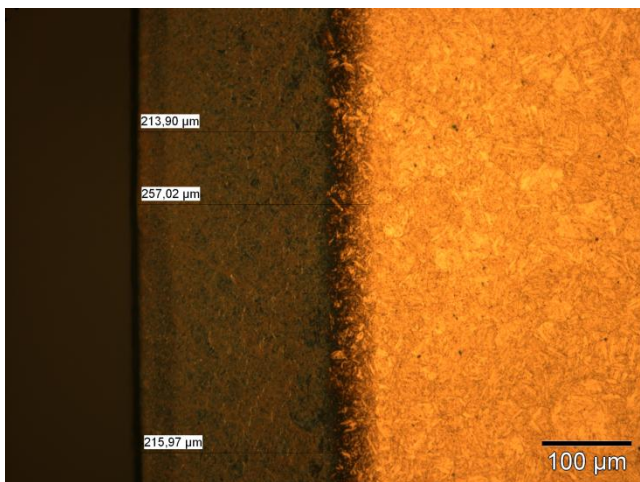


Fig A.1-98. X20Cr13 nit gaseosa (200x)

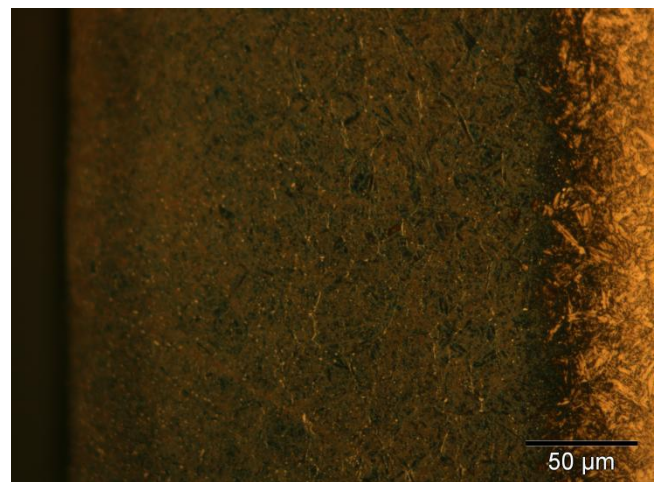


Fig A.1-99. Capa difusión X20Cr13 nit gas(500x)

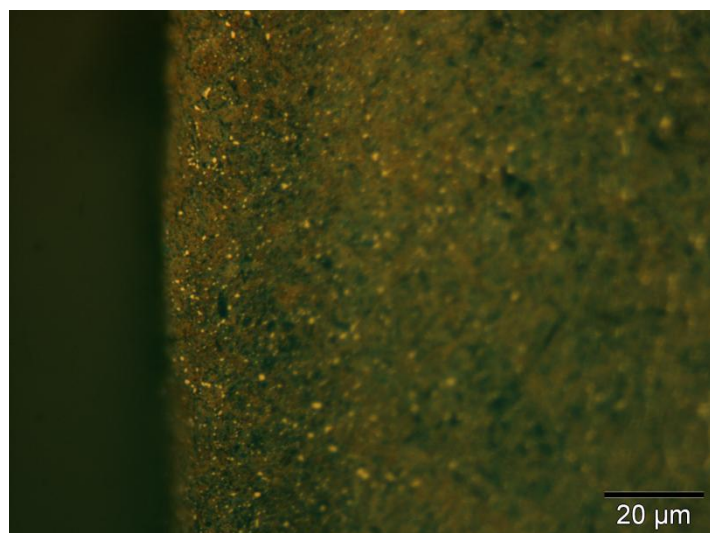


Fig A.1-100. Ausencia capa compuestos X20Cr13 nit gas(500x)

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [μm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$I=\pm S/\sqrt{n}$ [Vickers]	LI [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	1111,0	17,4	53,0	1058,0	1164,0
100	20	1040,3	16,3	49,4	990,9	1089,8
"	100	1040,0	8,7	26,5	1013,5	1066,5
"	200	999,2	19,6	59,7	939,5	1058,9
"	230	588,6	4,4	55,7	532,9	644,3
"	300	369,0	9,3	28,4	340,6	397,4
"	400	375,3	2,9	8,8	366,4	384,1
"	500	354,2	7,4	22,5	331,7	376,7
"	750	346,6	5,1	15,7	330,9	362,2
"	1000	348,6	8,6	26,2	322,4	374,8
"	2000	349,6	0,6	7,2	342,4	356,8

Tabla A.1-25. Resumen promedios microdureza X20Cr13 nit gaseosa(Probeta 24)

La dureza máxima se detectó en la superficie-1111 HV(0,05). Es inferior a la obtenida en los tratamientos de nitrocarburoción, lo que estaría asociado con la menor precipitación de CrN en la superficie y/o también con la ausencia de capa de compuestos, que, al igual de lo ocurrido para el acero X40CrMoV5-1, actuaría a modo de maximizador de dureza superficial.

La dureza del núcleo calculada fue de 350 HV(0,1), prácticamente idéntica a las medidas en los otros tratamientos. En este acero, vuelve a demostrarse la nula influencia del ciclo térmico del tratamiento en las características fundamentales del material.

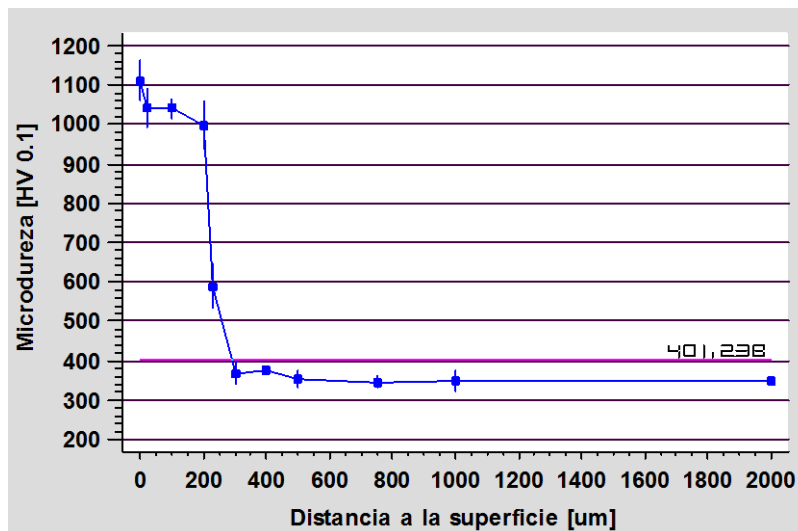


Fig A.1-101. Perfil microdureza acero X20Cr13 nit gas

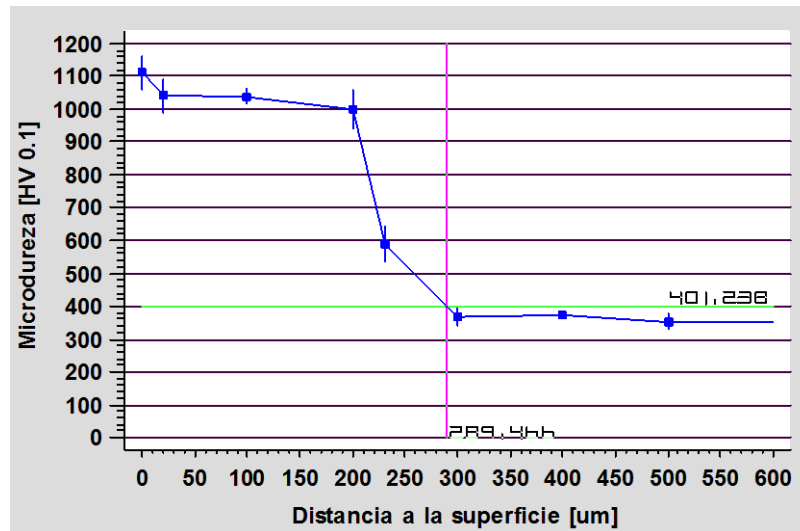


Fig A.1-102. Detalle perfil microdureza X20Cr13 nit gas-estimación capa efectiva

Capa Efectiva d con HV>400 HV	ds [μm]
	270-280

Al igual que sucedió con el resto de los aceros, la nitruración gaseosa provocó una meseta de microdurezas en la zona subsuperficial. También, como para el acero X40CrMoV5-1, pero en ese caso mucho más marcadamente, el perfil adquiere una configuración de escalón.

El mecanismo de nitruración para este acero sería muy diferente del mismo en los aceros menos aleados. Los elementos aleados captarán prácticamente todo el nitrógeno que penetre en el material para la formación de nitruros, provocando una pronunciadísima deformación de la red cristalina, y no permitiendo la difusión libre de nitrógeno hacia el seno del material. El avance del “frente de difusión” podría estar determinado por la saturación de CrN.

Se evidencia también una capa eficaz de mayor profundidad para la nitruración gaseosa (>200% la formada en nitrocarburo salina nominal), lo que está claramente relacionado con un tiempo de operación mucho más prolongado.

A.1.4.5. Nitruración asistida por plasma.

Estudio metalográfico.

La microestructura revelada tras este tratamiento es muy diferente a cualquiera de las anteriores. No se advierte de forma visual la formación de capa nitrurada dado que no aparece banda oscurecida subsuperficial. Esto se deberá, de forma bastante probable, a la baja temperatura de nitruración para este caso, que fue de solo 693 K. Según lo referido en la literatura, para este nivel de temperatura y relativamente corto ciclo de operación, la precipitación de CrN habrá sido baja o inexistente. Se puede apreciar la presencia de numerosos precipitados aislados en la zona subsuperficial. Estos, de color blanco, y al igual que se referenció en la probeta templada y revenida, podrían identificarse como carburos de cromo. El nivel de temperatura también parece ser responsable de la no formación de capa blanca, formada por la precipitación de nitruros de hierro.

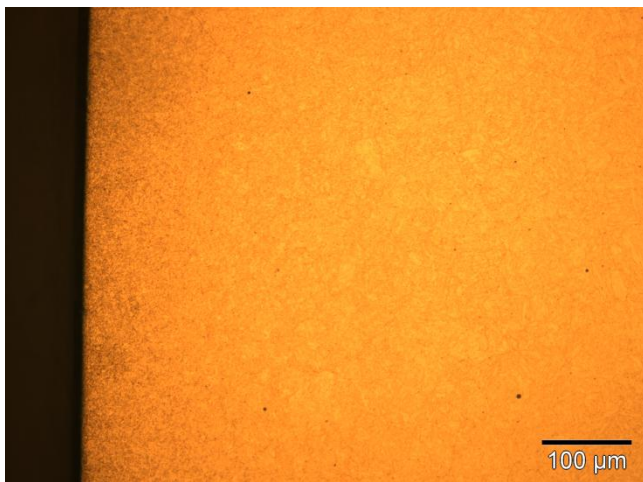


Fig A.1-103. X20Cr13 nit plasma (200x)

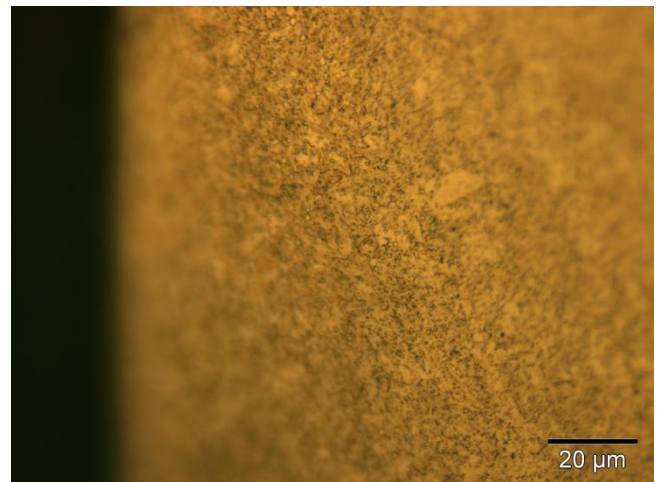


Fig A.1-104. Carburos ptdos X20Cr13 nit plasma(1000x)

Se realizó un ataque más prolongado con el reactivo de referencia, mostrando un ataque diferencial en una banda subsuperficial hasta 50 μm(aunque de forma clara hasta 15-20 μm) que podría estar relacionado con la penetración del nitrógeno en el acero, que en este caso, a falta de otros indicadores visuales, sería de difusión pura en la red martensítica.

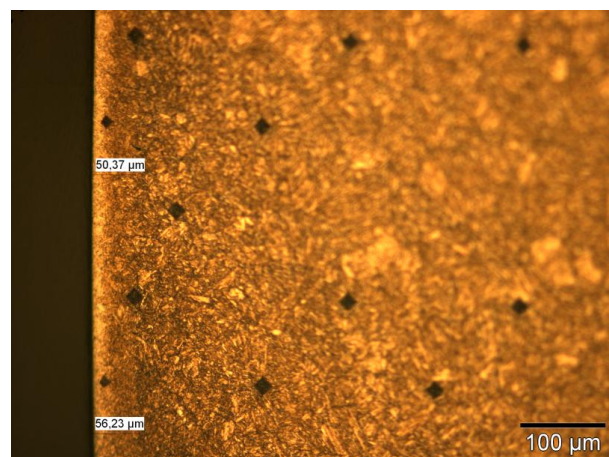


Fig A.1-105. Ataque prolongado X20Cr13 nit plasma(200x)

Perfil microdureza.

SÍNTESES DE DATOS						
Q[g]	ds [µm]	HV [Vickers]	S [Vickers]	$l=\pm t \cdot S/\sqrt{n}$ [Vickers]	Li [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	1139,3	3,1	9,3	1130,0	1148,6
100	15	897,4	0,8	10,8	886,6	908,2
"	18	784,6	0,0	0,0	784,6	784,6
"	30	523,6	13,8	41,9	481,7	565,5
"	50	397,2	7,4	22,5	374,8	419,7
"	100	380,9	8,3	25,3	355,6	406,2
"	200	373,5	3,2	9,7	363,8	383,2
"	300	361,3	6,1	18,5	342,8	379,8
"	400	357,5	3,0	38,6	318,8	396,1
"	500	348,3	2,4	30,6	317,7	378,9
"	750	354,6	6,4	81,8	272,8	436,3
"	1000	346,8	2,1	27,0	319,8	373,8
"	2000	334,0	0,1	1,8	332,2	335,8

Tabla A.1-26. Resumen promedios microdureza X20Cr13 nit plasma(Probeta 25)

El valor de microdureza máxima corresponde al superficial- 1139 HV(0,05). Es un valor muy similar al medido para los otros tratamientos, lo que sugiere la presencia de nitruros en superficie, cuya presencia debería confirmarse por XRD o SEM.

La dureza del núcleo calculada fue de 351 HV(0,1), muy similar a la determinada en otros tratamientos.

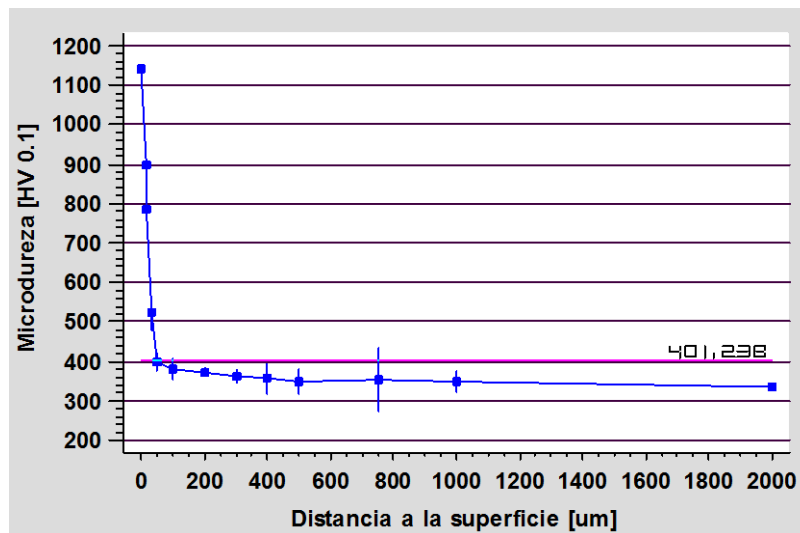


Fig A.1-106. Perfil microdureza acero X20Cr13 nit plasma

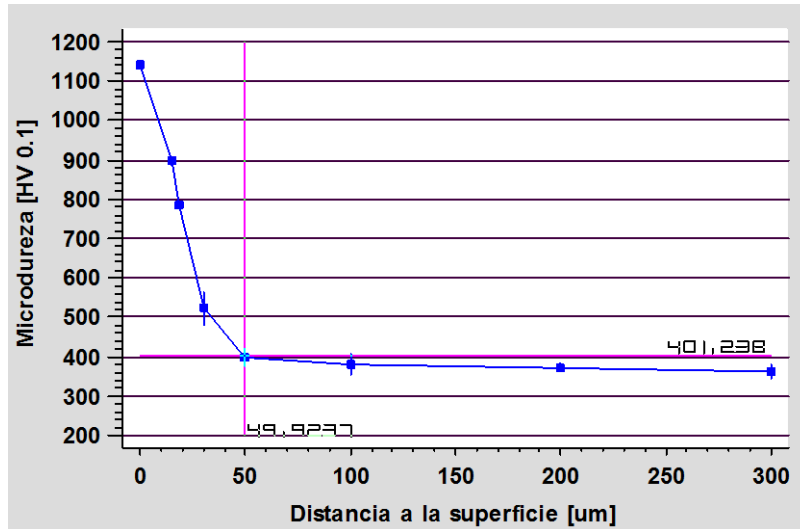


Fig A.1-107. Detalle perfil microdureza X20Cr13 nit plasma-estimación capa efectiva

	ds [μm]
Capa Efectiva d con HV>400 HV	40-50

El perfil de microdureza muestra un descenso dramático de la misma en los primeros 50 μm bajo superficie. Por supuesto, la capa efectiva estimada es muy inferior a la obtenida en cualquiera de los otros tratamientos estudiados para este acero, y no existe paralelismo con el comportamiento del otro acero aleado X40CrMoV5-1, lo que demuestra que el mecanismo de nitruración en este caso ha sido completamente diferente. De forma inequívoca ese hecho estará determinado por la baja temperatura de operación, temperatura a la cual no apenas se habrán iniciado los procesos de precipitación de nitruros, puesto que no se habrá alcanzado la mínima energía de activación.

No obstante, el elevado valor de microdureza observado en los primeros 20 μm, indica que el nitrógeno ha penetrado en el acero, provocando, por precipitación de nitruros, los cuales no se pueden detectar por microscopía, y/o solución sólida pura en matriz martensítica la distorsión de la red cristalina. Estos valores confirman la intuición señalada por la visualización de la probeta con ataque prolongado.

A.1.4.6. Nitrocarburation en baño de sales 1,5h.

Estudio metalográfico.

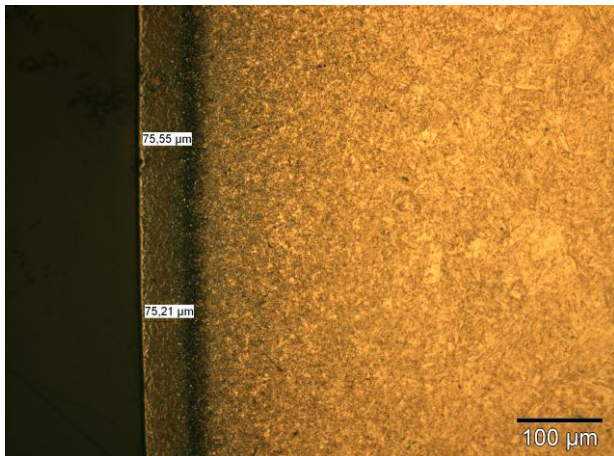


Fig A.1-108. Acero X20Cr13 nitcar sales 1,5 h(200x)

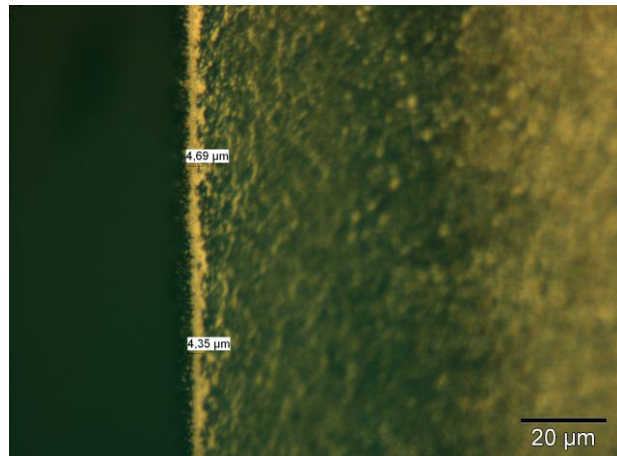


Fig A.1-109. Acero X20Cr13 nitcar sales 1,5 h(1000x)

La capa blanca formada fue de entre 4 y 5 μm

Perfil microdureza.

SÍNTESIS DE DATOS						
Q[g]	ds [μm]	AV [Vickers]	s [Vickers]	l=±t·S/√n [Vickers]	Li [Vickers]	LS [Vickers]
50	0	1222,0	29,5	89,6	1132,4	1311,6
100	50	916,8	4,0	50,3	866,5	967,1
"	100	367,4	6,5	19,7	347,7	387,1
"	150	359,0	10,2	31,0	328,0	389,9
"	350	343,7	0,9	11,7	332,0	355,3
"	700	330,3	3,5	44,9	285,4	375,2
"	1000	326,0	3,5	44,0	281,9	370,0

Tabla A.1-27 Resumen promedios microdureza X20Cr13 nitcar sales 1,5h(Probeta 28)

La dureza superficial fue 1222 HV(0,05)

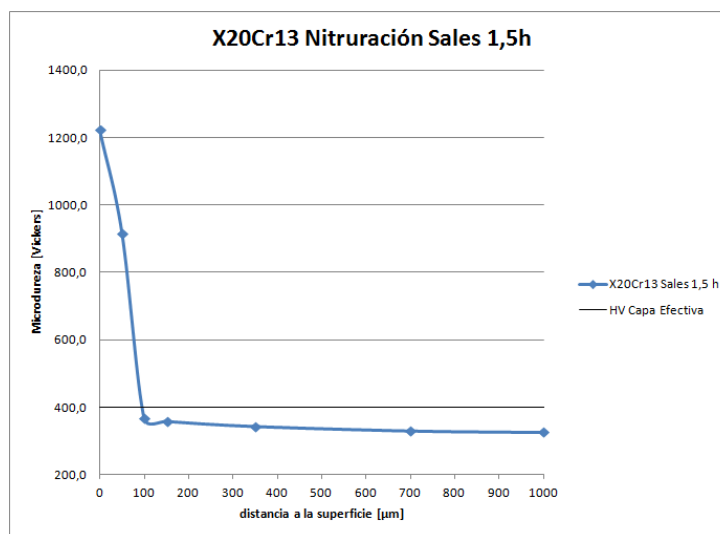


Fig A.1-110. Perfil microdureza X20Cr13 nitcar Sales 1,5 h

La capa efectiva según criterio Dureza del núcleo +50 HV fue de 90-100 μm.

A.2. PROCESO DE FABRICACIÓN Y NITRURACIÓN PIEZAS FASE 2.

Piezas Anillo

TIPO PIEZA	ID PIEZAS	ACERO	PASO 1	PASO 2	PASO 3	PASO 4	PASO 5	NITRURACIÓN
ANILLO	1	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado y Rectificado	FIN			1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37% CNO +2% CN 3.Enfriamiento al agua
ANILLO	2	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado y Rectificado	FIN			1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoniac a 423K
ANILLO	3	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado y Rectificado	Estabilizado-923 K,>120 minutos	Comprobación dimensional y ajuste	FIN	1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37% CNO +2% CN 3.Enfriamiento al agua
ANILLO	4	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado y Rectificado	Estabilizado-923 K,>120 minutos	Comprobación dimensional y ajuste	FIN	1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoniac a 423K

TIPO PIEZA	ID PIEZAS	ACERO	PASO 1	PASO 2	PASO 3	PASO 4	PASO 5	NITRURACIÓN
ANILLO	5	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado	Temple y Revenido; Austenización 1133 K, 120 minutos, enfriamiento en aceite; Revenido 853 K, enfriamiento al aire	Rectificado	FIN	1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37% CNO' +2% CN' 3.Enfriamiento al agua
ANILLO	6	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado	Revenido; Austenización 1133 K, 120 minutos, enfriamiento en aceite; Revenido 853 K, enfriamiento al aire	Rectificado	FIN	573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: ·Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD ·Segunda etapa: -788 K, 72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en
ANILLO	7	42CrMo4	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Mecanizado y Rectificado	FIN			1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37% CNO' +2% CN' 3.Enfriamiento al agua
ANILLO	8	42CrMo4	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Mecanizado y Rectificado	FIN			573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: ·Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD ·Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en
ANILLO	9	42CrMo4	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Mecanizado y Rectificado	Estabilizado-923 K,>120 minutos	Comprobación dimensional y ajuste	FIN	1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37% CNO' +2% CN' 3.Enfriamiento al agua
ANILLO	10	42CrMo4	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Mecanizado y Rectificado	Estabilizado-923 K,>120 minutos	Comprobación dimensional y ajuste	FIN	573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: ·Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD ·Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en
ANILLO	11	42CrMo4	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Recocido material bruto: 1123 K, 120 min, enfriamiento al aire	Mecanizado y Rectificado		FIN	1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37% CNO' +2% CN' 3.Enfriamiento al agua
ANILLO	12	42CrMo4	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Recocido material bruto: 1123 K, 120 min, enfriamiento al aire	Mecanizado y Rectificado		FIN	1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: ·Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD ·Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoníaco a 423K

Tabla A.2-1. Condiciones de fabricación tipo pieza Anillo

El tipo de pieza anillo fue fabricado partiendo de perfiles se sección circular de diámetro superior (155 mm). El proceso de mecanizado fue corte, planeado y torneado de forma definitiva y diámetro interior. Finalmente, rectificado hasta especificación requerida de las superficies de interés(caras interiores y exteriores de anillo). Se fabricaron con eliminación de aristas vivas.

Los parámetros del torneado principal fueron los siguientes:

Operación	Velocidad de husillo (r.p.m.)	Avance (mm/min)
Desbaste	400	430
Acabado	400	210

Tabla A.2-2. Parámetros de mecanizado piezas Anillo

Piezas Casquillo

TIPO PIEZA	PIEZAS	ACERO	PASO 1	PASO 2	PASO 3	PASO 4	PASO 5	PASO 6	NITRURACIÓN
CASQUILLO	1	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado cilindro básico	Electroerosión	FIN			1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37%CNO'+2%CN' 3.Enfriamiento al agua
CASQUILLO	2	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado cilindro básico	Electroerosión	FIN			1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoniaco a 423K
CASQUILLO	3	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado cilindro básico	Electroerosión	Estabilizado-923 K,>120 minutos	Comprobación dimensional y ajuste	FIN	1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37%CNO'+2%CN' 3.Enfriamiento al agua
CASQUILLO	4	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado cilindro básico	Electroerosión	Estabilizado-923 K,>120 minutos	Comprobación dimensional y ajuste	FIN	1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoniaco a 423K
CASQUILLO	5	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado cilindro básico	Revenido; Austenización 1133 K, 120 minutos, enfriamiento en aceite; Revenido 853 K, enfriamiento al aire	Comprobación dimensional y ajuste	Electroerosión	FIN	1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37%CNO'+2%CN' 3.Enfriamiento al agua
CASQUILLO	6	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado cilindro básico	Temple y Revenido; Austenización 1133 K, 120 minutos, enfriamiento en aceite; Revenido 853 K, enfriamiento al aire	Comprobación dimensional y ajuste	Electroerosión	FIN	1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoniaco a 423K

TIPO PIEZA	PIEZAS	ACERO	PASO 1	PASO 2	PASO 3	PASO 4	PASO 5	PASO 6	NITRURACIÓN
CASQUILLO	7	42CrMo4	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Mecanizado cilindro básico	Electroerosión	FIN			1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburação baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37% CNO +2% CN 3.Enfriamiento al agua
CASQUILLO	8	42CrMo4	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Mecanizado cilindro básico	Electroerosión	FIN			1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoníaco a 423K
CASQUILLO	9	42CrMo4	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Mecanizado cilindro básico	Electroerosión	Estabilizado-923 K, >120 minutos	Comprobación dimensional y ajuste	FIN	1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburação baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37% CNO +2% CN 3.Enfriamiento al agua
CASQUILLO	10	42CrMo4	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Mecanizado cilindro básico	Electroerosión	Estabilizado-923 K, >120 minutos	Comprobación dimensional y ajuste	FIN	1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoníaco a 423K
CASQUILLO	11	42CrMo4	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Recocido material bruto: 1123 K, 120 min, enfriamiento al aire	Mecanizado cilindro básico	Electroerosión		FIN	1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburação baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37% CNO +2% CN 3.Enfriamiento al agua
CASQUILLO	12	42CrMo4	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Recocido material bruto: 1123 K, 120 min, enfriamiento al aire	Mecanizado cilindro básico	Electroerosión		FIN	1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoníaco a 423K

Tabla A.2-3. Condiciones de fabricación tipo pieza Casquillo

Estas piezas fueron fabricadas a partir de barra de sección circular. Dado que las dimensiones del cilindro base no eran de especial interés, se optó por partir de barra con diámetro nominal el requerido.

El defecto de masa fue mecanizado por electroerosión con hilo. Esta técnica, preceptiva para la ejecución de defectos de masa internos no introduce tensiones residuales de un orden macroscópico relevante, dado que el corte no se efectúa mediante transmisión de energía mecánica. Por ello, y por deseo de mantenimiento de confidencialidad de datos manifestado por el industrial, no se indican los parámetros de proceso. El acabado que proporciona este proceso alternativo de mecanizado era superior al especificado en el diseño de la pieza.

Piezas 3

TIPO PIEZA	PIEZAS	ACERO	PASO 1	PASO 2	PASO 3	PASO 4	PASO 5	NITRURACIÓN
PIEZA 3	1	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado y Rectificado	FIN			1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37%CN'+2%CN' 3.Enfriamiento al agua
PIEZA 3	2	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado y Rectificado	FIN			1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoniaco a 423K
PIEZA 3	3	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado y Rectificado	Estabilizado-923 K,>120 minutos	Comprobación dimensional y ajuste	FIN	1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37%CN'+2%CN' 3.Enfriamiento al agua
PIEZA 3	4	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado-Ferrítico/perlítico	Mecanizado y Rectificado	Estabilizado-923 K,>120 minutos	Comprobación dimensional y ajuste	FIN	1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoniaco a 423K
PIEZA 3	5	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado	Mecanizado	Revenido; Austenización 1133 K, 120 minutos, enfriamiento en aceite; Revenido 853 K, enfriamiento al aire	Rectificado	FIN	1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37%CN'+2%CN' 3.Enfriamiento al agua
PIEZA 3	6	C45E	Comprobación estado suministro-Sin tratamiento o Normalizado	Mecanizado	Temple y Revenido; Austenización 1133 K, 120 minutos, enfriamiento en aceite; Revenido 853 K, enfriamiento al aire	Rectificado	FIN	1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoniaco a 423K
PIEZA 3	7	40CrMnMo7	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Mecanizado y Rectificado	FIN			1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37%CN'+2%CN' 3.Enfriamiento al agua
PIEZA 3	8	40CrMnMo7	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Mecanizado y Rectificado	FIN			1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoniaco a 423K

TIPO PIEZA	PIEZAS	ACERO	PASO 1	PASO 2	PASO 3	PASO 4	PASO 5	NITRURACIÓN
PIEZA 3	9	40CrMnMo7	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Mecanizado y Rectificado	Estabilizado-923 K, >120 minutos	Comprobación dimensional y ajuste	FIN	1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37%CN \bar{O} +2%CN \bar{N} 3.Enfriamiento al agua
PIEZA 3	10	40CrMnMo7	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Mecanizado y Rectificado	Estabilizado-923 K, >120 minutos	Comprobación dimensional y ajuste	FIN	1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoniaco a 423K
PIEZA 3	11	40CrMnMo7	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Recocido material bruto: 1153 K, >120 min, enfriamiento en horno	Mecanizado y Rectificado	FIN		1.Precalentamiento 673 K,30 minutos 2.Nitrocarburation baño de sales: - 853 K -100 minutos - 37%CN \bar{O} +2%CN \bar{N} 3.Enfriamiento al agua
PIEZA 3	12	40CrMnMo7	Comprobación estado suministro-Templado y Revenido ó Bonificado-Martensita revenida	Recocido material bruto: 1153 K, >120 min, enfriamiento en horno	Mecanizado y Rectificado	FIN		1. Precalentamiento 573 K,4-6 horas 2. Nitruración gas: -Primera etapa: -733 K,24 h - 14-27%GD -Segunda etapa: -788 K,72 h - 153-80%GD 3. Enfriamiento en amoniaco a 423K

Tabla A.2-4. Condiciones de fabricación tipo pieza Pieza 3

En este caso la forma bruta de partida fue palanquilla plana de dimensiones nominales 80,00x20,00 mm.

La fabricación se realizó por técnicas de mecanizado convencional. La ejecución de esta pieza requirió de más operaciones de mecanizado. Se han obviado las operaciones finales de rectificado, dado que se consideró que las tensiones residuales introducidas serían mínimas. En este caso el defecto de masa rectangular abierto podría haberse realizado también por electroerosión. Se decidió realizar por mecanizado convencional para introducir tensiones residuales adicionales en un elemento geométrico considerado crítico y que se realiza en muchas ocasiones por mecanizado convencional.

El proceso se describe en la tabla siguiente, todas las operaciones fueron realizadas en fresadora de 3 ejes.

Nº orden	Operación	Herramienta	Velocidad husillo (r.p.m.)	Avance (mm/min)
1	Desbaste forma rectangular base	Plato ϕ 100 mm	200	150
2	Acabado de cantos forma rectangular base	Fresa cocodrilo ϕ 35 mm	250	150
3	Desbaste 1 taladro ϕ 60mm	Broca widia ϕ 58 mm	400	50
4	Desbaste 2 taladro ϕ 60mm	Broca widia ϕ 59,5 mm	500	50
5	Desbaste 1 taladro ϕ 30mm	Broca widia ϕ 29 mm	600	50
6	Desbaste 1 taladro ϕ 10mm	Broca widia ϕ 9,8mm	550	550
7	Acabado taladro ϕ 60mm	Mandrino ϕ 60mm	500	50
8	Acabado taladro ϕ 30mm	Mandrino ϕ 30mm	600	50
9	Acabado taladro ϕ 10mm	Escariador ϕ 10mm	150	100
10	Desbaste defecto de masa 70x70 mm hasta 69,5x69,7 mm	Plato ϕ 50 mm	500	150

Tabla A.2-5. Parámetros de mecanizado Pieza 3

A.3. RESUMEN RESULTADOS PROCESO DE MEDICIÓN FASE 2.

Los resultados proporcionados estarán en el formato:

Promedio dimensión elemento geométrico ± Incertidumbre expandida del proceso de medición.

Piezas Anillo

PIEZA	MATERIAL	ESTADO	Nitruración	DIÁMETRO EXTERIOR				DIÁMETRO INTERIOR			
				Prev tratamiento		Nitrurado		Prev tratamiento		Nitrurado	
				Media	Incer.	Media	Incer.	Media	Incer.	Media	Incer.
1	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Sales	149,88	0,03	149,93	0,03	130,03	0,02	130,04	0,01
2	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Gas	149,88	0,03	149,89	0,03	130,02	0,02	130,06	0,01
3	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Sales	149,87	0,03	149,90	0,03	130,02	0,02	130,04	0,02
4	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Gas	149,88	0,03	149,89	0,03	130,01	0,02	130,06	0,01
5	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Sales	149,88	0,03	149,93	0,03	130,01	0,02	130,02	0,02
6	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Gas	149,87	0,03	149,97	0,03	130,01	0,02	130,11	0,02
7	42CrMo4	Martensítico-bonificado suministro	Sales	149,89	0,03	149,95	0,02	130,01	0,02	130,01	0,02
8	42CrMo4	Martensítico-bonificado suministro	Gas	149,89	0,03	149,90	0,04	130,01	0,02	130,06	0,02
9	42CrMo4	Estabilizado-martensítico	Sales	149,86	0,03	149,89	0,03	130,03	0,02	130,05	0,02
10	42CrMo4	Estabilizado-martensítico	Gas	149,88	0,03	149,96	0,03	130,00	0,02	130,08	0,01
11	42CrMo4	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Sales	149,87	0,03	149,88	0,03	130,02	0,02	130,02	0,02
12	42CrMo4	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Gas	149,88	0,03	149,96	0,03	130,02	0,02	130,06	0,01

Tabla A.3-1. Resumen resultados proceso medición pieza Anillo.

Piezas Casquillo

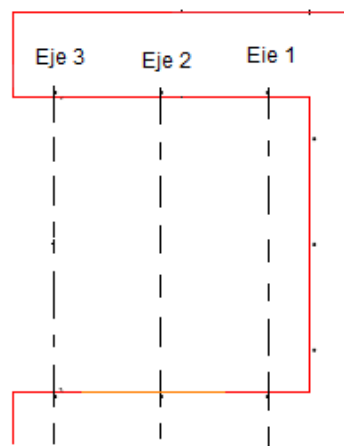
PIEZA	MATERIAL	ESTADO	Nitruración	ANCHURA DEFECTO DE MASA				ALTURA DEFECTO DE MASA			
				Prev tratamiento		Nitrurado		Prev tratamiento		Nitrurado	
				Media	Incer.	Media	Incer.	Media	Incer.	Media	Incer.
1	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Sales	30,05	0,02	30,08	0,02	59,99	0,02	60,04	0,02
2	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Gas	30,04	0,01	30,01	0,02	60,01	0,02	60,09	0,02
3	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Sales	29,96	0,03	29,94	0,03	60,02	0,02	60,04	0,02
4	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Gas	29,99	0,02	29,94	0,02	59,96	0,04	60,05	0,02
5	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Sales	30,02	0,02	29,97	0,03	59,99	0,02	60,04	0,02
6	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Gas	30,03	0,02	29,99	0,02	60,01	0,03	60,07	0,02
7	42CrMo4	Martensítico-bonificado suministro	Sales	30,05	0,01	30,08	0,02	59,99	0,02	60,02	0,02
8	42CrMo4	Martensítico-bonificado suministro	Gas	30,03	0,02	30,00	0,02	60,02	0,02	60,13	0,02
9	42CrMo4	Estabilizado-martensítico	Sales	30,00	0,01	30,00	0,02	60,00	0,02	60,02	0,02
10	42CrMo4	Estabilizado-martensítico	Gas	29,99	0,02	29,98	0,03	60,00	0,02	60,07	0,02
11	42CrMo4	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Sales	30,02	0,02	30,06	0,02	60,01	0,03	60,04	0,02
12	42CrMo4	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Gas	30,04	0,01	30,00	0,02	59,99	0,02	60,09	0,02

Tabla A.3-2. Resumen resultados proceso medición pieza Casquillo.

Piezas 3

En este caso se presentan los resultados por partes. Esto es debido a que:

- En el caso de las mediciones del taladro de diámetro 60 mm fue necesario la medición del mismo con dos instrumentos diferentes referidos anteriormente dado que varias piezas presentaban ovalidad inicial. Las mediciones con el alexómetro tuvieron que ser dirigidas, realizando 10 medidas aleatorias en dos diámetros perpendiculares. También, esta medida sirvió para controlar la variación de ovalidad, algo que podría producirse por la geometría de la pieza (con mucha mayor inercia en uno de los ejes del diámetro). El micrómetro interior de tres contactos no muestra esta circunstancia al absorber la ovalidad.
- En el caso del defecto de masa abierto de 70x70 mm se realizaron series de diez mediciones en tres ejes diferentes del mismo. Uno en la esquina interior, otro en el eje central y otro cerca del extremo abierto. Debido a la configuración de esta pieza era previsible una comportamiento diferencial de la distorsión según dichos ejes, provocando una pérdida de paralelismo entre los lados del defecto de masa. Esto no podría ser advertido en una medida completamente aleatoria.



PIEZA	MATERIAL	ESTADO	Nitruración	DIÁMETRO TALADRO 10 mm				DIÁMETRO TALADRO 30 mm			
				Prev tratamiento		Nitrurado		Prev tratamiento		Nitrurado	
				Media	Incer.	Media	Incer.	Media	Incer.	Media	Incer.
1	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Sales	10,015	0,004	10,020	0,002	30,020	0,010	30,030	0,010
2	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Gas	9,981	0,009	10,022	0,003	30,015	0,010	30,035	0,010
3	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Sales	10,023	0,003	10,019	0,003	30,010	0,010	30,025	0,010
4	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Gas	10,019	0,003	10,018	0,003	30,010	0,010	30,020	0,010
5	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Sales	10,051	0,004	10,047	0,004	30,010	0,010	30,025	0,010
6	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Gas	10,047	0,005	10,058	0,002	30,010	0,010	30,040	0,010
7	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Sales	10,020	0,005	10,039	0,003	30,005	0,010	30,005	0,010
8	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Gas	9,998	0,004	10,024	0,004	30,010	0,010	30,030	0,010
9	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Sales	10,018	0,003	10,020	0,003	30,015	0,010	30,020	0,010
10	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Gas	10,025	0,003	10,022	0,002	30,020	0,010	30,035	0,010
11	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Sales	10,010	0,003	10,015	0,003	30,660	0,010	30,670	0,010
12	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Gas	9,997	0,011	10,020	0,003	30,695	0,010	30,700	0,010

Tabla A.3-3. Resumen resultados proceso medición Pieza 3-taladros 10 y 30 mm.

PIEZA	MATERIAL	ESTADO	Nitruración	Zona medición	DIÁMETRO TALADRO 60 mm			
					Prev tratamiento		Nitrurado	
					Media	Incer.	Media	Incer.
1	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Sales		60,009	0,004	60,022	0,006
				D. marcado	60,08	0,01	60,10	0,02
				D. perpendicular	59,96	0,01	59,97	0,01
2	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Gas		60,003	0,004	60,029	0,006
				D. marcado	60,07	0,01	60,10	0,02
				D. perpendicular	59,97	0,01	59,99	0,01
3	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Sales		60,020	0,02	60,030	0,02
				D. marcado	60,07	0,01	60,09	0,01
				D. perpendicular	59,97	0,01	59,98	0,01
4	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Gas		60,020	0,02	60,030	0,02
				D. marcado	60,07	0,01	60,10	0,01
				D. perpendicular	59,96	0,01	59,98	0,01
5	C45E	Templado y revenido	Sales		60,015	0,009	60,030	0,005
				D. marcado			60,06	0,01
				D. perpendicular			60,03	0,01
6	C45E	Templado y revenido	Gas		60,051	0,004	60,093	0,003
				D. marcado			60,11	0,01
				D. perpendicular			60,11	0,01
7	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Sales		60,004	0,004	60,014	0,004
				D. marcado	60,04	0,01	60,05	0,02
				D. perpendicular	59,99	0,01	60,00	0,01
8	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Gas		60,009	0,004	60,028	0,005
				D. marcado	60,05	0,01	60,08	0,02
				D. perpendicular	59,99	0,01	60,03	0,01
9	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Sales		60,010	0,02	60,020	0,02
				D. marcado	60,04	0,01	60,05	0,02
				D. perpendicular	59,99	0,01	60,00	0,02
10	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Gas		60,020	0,02	60,030	0,02
				D. marcado	60,05	0,01	60,07	0,02
				D. perpendicular	59,98	0,01	60,01	0,01
11	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Sales		60,687	0,004	60,697	0,004
				D. marcado			60,75	0,01
				D. perpendicular			60,68	0,01
12	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Gas		60,696	0,004	60,715	0,005
				D. marcado			60,76	0,01
				D. perpendicular			60,73	0,01

Tabla A.3-4. Resumen resultados proceso medición Pieza 3-taladros 60 mm

PIEZA	MATERIAL	ESTADO	Nitruración	Zona medición	DIMENSIÓN DEFECTO DE MASA			
					Prev tratamiento		Nitrurado	
					Media	Incer.	Media	Incer.
1	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Sales	GLOBAL	70,20	0,02	70,28	0,03
				P1 Esquina inferior	70,19	0,02	70,24	0,03
				P1 Eje	70,20	0,02	70,29	0,03
				P1 Extremo	70,21	0,02	70,32	0,03
2	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Gas	GLOBAL	70,16	0,02	70,18	0,02
				P2 Esquina inferior	70,16	0,02	70,19	0,02
				P2 Eje	70,16	0,02	70,18	0,02
				P2 Extremo	70,16	0,02	70,18	0,02
3	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Sales	GLOBAL	70,11	0,02	70,19	0,03
				P3 Esquina inferior	70,11	0,02	70,14	0,03
				P3 Eje	70,12	0,02	70,18	0,03
				P3 Extremo	70,12	0,02	70,23	0,03
4	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Gas	GLOBAL	70,15	0,02	70,18	0,02
				P4 Esquina inferior	70,11	0,02	70,15	0,02
				P4 Eje	70,15	0,02	70,18	0,02
				P4 Extremo	70,19	0,02	70,21	0,02
5	C45E	Templado y revenido	Sales	GLOBAL	70,00	0,02	70,12	0,03
				P5 Esquina inferior	70,01	0,02	70,04	0,03
				P5 Eje	70,01	0,02	70,12	0,03
				P5 Extremo	69,99	0,02	70,17	0,03
6	C45E	Templado y revenido	Gas	GLOBAL	70,01	0,02	70,06	0,03
				P6 Esquina inferior	70,01	0,02	70,10	0,03
				P6 Eje	70,01	0,02	70,05	0,03
				P6 Extremo	70,01	0,02	70,02	0,03
7	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Sales	GLOBAL	69,98	0,02	70,06	0,03
				P7 Esquina inferior	70,00	0,02	70,05	0,03
				P7 Eje	69,99	0,02	70,06	0,03
				P7 Extremo	69,97	0,02	70,06	0,03
8	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Gas	GLOBAL	70,00	0,02	70,04	0,03
				P8 Esquina inferior	70,00	0,02	70,06	0,03
				P8 Eje	70,00	0,02	70,04	0,03
				P8 Extremo	70,00	0,02	70,02	0,03
9	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Sales	GLOBAL	69,99	0,02	70,03	0,03
				P9 Esquina inferior	69,99	0,02	70,03	0,03
				P9 Eje	69,97	0,02	70,00	0,03
				P9 Extremo	70,00	0,02	70,05	0,03
10	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Gas	GLOBAL	70,02	0,02	70,06	0,02
				P10 Esquina inferior	70,02	0,02	70,07	0,02
				P10 Eje	70,03	0,02	70,05	0,02
				P10 Extremo	70,02	0,02	70,07	0,02
11	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Sales	GLOBAL	70,04	0,02	70,04	0,02
				P11 Esquina inferior	70,02	0,02	70,05	0,02
				P11 Eje	70,03	0,02	70,04	0,02
				P11 Extremo	70,06	0,02	70,04	0,02
12	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Gas	GLOBAL	70,02	0,02	70,03	0,02
				P12 Esquina inferior	70,03	0,02	70,06	0,02
				P12 Eje	70,04	0,02	70,02	0,02
				P12 Extremo	70,02	0,02	70,01	0,02

Tabla A.3-5. Resumen resultados proceso medición Pieza 3-Defecto de masa 70x70 mm

A.4. RESUMEN CÁLCULOS DISTORSIONES FASE 2.

Se presentan las tablas resumen que incluyen las distorsiones obtenidas según las dos vías, con traducción de las pruebas estadísticas t-student en los siguientes términos:

-VERDADERO-existe evidencia estadística de diferencia entre las medias de las muestras. Por tanto, ha habido distorsión.

-FALSO- no existe evidencia estadística de diferencia entre las medias de las muestras. Por tanto, se considera como nula la distorsión.

Piezas Anillo

PIEZA	MATERIAL	ESTADO	Nitruración	DIÁMETRO EXTERIOR				
				CD		Prueba t-student	CDCE	
				Distorsión	Incer.		Distorsión	Incer.
1	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Sales	0,05	0,04	VERDADERO	0,05	0,04
2	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Gas	0,01	0,04	FALSO	0,00	0,00
3	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Sales	0,03	0,04	FALSO	0,00	0,00
4	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Gas	0,01	0,04	FALSO	0,00	0,00
5	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Sales	0,05	0,04	VERDADERO	0,05	0,04
6	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Gas	0,10	0,04	VERDADERO	0,10	0,04
7	42CrMo4	Martensítico-bonificado suministro	Sales	0,06	0,04	VERDADERO	0,06	0,04
8	42CrMo4	Martensítico-bonificado suministro	Gas	0,01	0,05	FALSO	0,00	0,00
9	42CrMo4	Estabilizado-martensítico	Sales	0,03	0,04	FALSO	0,00	0,00
10	42CrMo4	Estabilizado-martensítico	Gas	0,08	0,04	VERDADERO	0,08	0,04
11	42CrMo4	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Sales	0,01	0,04	FALSO	0,00	0,00
12	42CrMo4	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Gas	0,08	0,04	VERDADERO	0,08	0,04

Tabla A.4-1. Resumen Análisis de Distorsiones pieza Anillo-Dexterior.

PIEZA	MATERIAL	ESTADO	Nitruración	DIÁMETRO INTERIOR				
				CD		Prueba t-student	CDCE	
				Distorsión	Incer.		Distorsión	Incer.
1	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Sales	0,01	0,02	FALSO	0,00	0,00
2	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Gas	0,04	0,02	VERDADERO	0,04	0,02
3	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Sales	0,02	0,03	FALSO	0,00	0,00
4	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Gas	0,05	0,02	VERDADERO	0,05	0,02
5	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Sales	0,01	0,03	FALSO	0,00	0,00
6	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Gas	0,10	0,03	VERDADERO	0,10	0,03
7	42CrMo4	Martensítico-bonificado suministro	Sales	0,00	0,03	FALSO	0,00	0,00
8	42CrMo4	Martensítico-bonificado suministro	Gas	0,05	0,03	VERDADERO	0,05	0,03
9	42CrMo4	Estabilizado-martensítico	Sales	0,02	0,03	FALSO	0,00	0,00
10	42CrMo4	Estabilizado-martensítico	Gas	0,08	0,02	VERDADERO	0,08	0,02
11	42CrMo4	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Sales	0,00	0,03	FALSO	0,00	0,00
12	42CrMo4	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Gas	0,04	0,02	VERDADERO	0,04	0,02

Tabla A.4-2. Resumen Análisis de Distorsiones pieza Anillo-Dinterior.

Piezas Casquillo

PIEZA	MATERIAL	ESTADO	Nitruración	ALTURA DEFECTO DE MASA				
				CD		Prueba t- student	CDCE	
				Distorsión	Incer.		Distorsión	Incer.
1	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Sales	0,05	0,03	VERDADERO	0,05	0,03
2	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Gas	0,08	0,03	VERDADERO	0,08	0,03
3	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Sales	0,02	0,03	FALSO	0,00	0,00
4	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Gas	0,09	0,04	VERDADERO	0,09	0,04
5	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Sales	0,05	0,03	VERDADERO	0,05	0,03
6	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Gas	0,06	0,04	VERDADERO	0,06	0,04
7	42CrMo4	Martensítico-bonificado suministro	Sales	0,03	0,03	FALSO	0,00	0,00
8	42CrMo4	Martensítico-bonificado suministro	Gas	0,11	0,03	VERDADERO	0,11	0,03
9	42CrMo4	Estabilizado-martensítico	Sales	0,02	0,03	FALSO	0,00	0,00
10	42CrMo4	Estabilizado-martensítico	Gas	0,07	0,03	VERDADERO	0,07	0,03
11	42CrMo4	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Sales	0,03	0,04	FALSO	0,00	0,00
12	42CrMo4	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Gas	0,10	0,03	VERDADERO	0,10	0,03

Tabla A.4-3. Resumen Análisis de Distorsiones pieza Casquillo-altura defecto de masa.

PIEZA	MATERIAL	ESTADO	Nitruración	ANCHURA DEFECTO DE MASA				
				CD		Prueba t- student	CDCE	
				Distorsión	Incer.		Distorsión	Incer.
1	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Sales	0,03	0,03	FALSO	0,00	0,00
2	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Gas	-0,03	0,02	VERDADERO	-0,03	0,02
3	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Sales	-0,02	0,04	FALSO	0,00	0,00
4	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Gas	-0,05	0,03	VERDADERO	-0,05	0,03
5	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Sales	-0,05	0,04	VERDADERO	-0,05	0,04
6	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Gas	-0,04	0,03	FALSO	0,00	0,00
7	42CrMo4	Martensítico-bonificado suministro	Sales	0,03	0,02	VERDADERO	0,03	0,02
8	42CrMo4	Martensítico-bonificado suministro	Gas	-0,03	0,03	FALSO	0,00	0,00
9	42CrMo4	Estabilizado-martensítico	Sales	0,00	0,02	FALSO	0,00	0,00
10	42CrMo4	Estabilizado-martensítico	Gas	-0,01	0,04	FALSO	0,00	0,00
11	42CrMo4	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Sales	0,04	0,03	FALSO	0,00	0,00
12	42CrMo4	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Gas	-0,04	0,02	VERDADERO	-0,04	0,02

Tabla A.4-4. Resumen Análisis de Distorsiones pieza Casquillo-anchura defecto de masa.

Piezas 3

PIEZA	MATERIAL	ESTADO	Nitruración	DIÁMETRO TALADRO 10 mm				
				CD		Prueba t- student	CDCE	
				Distorsión	Incer.		Distorsión	Incer.
1	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Sales	0,005	0,004	FALSO	0,000	0,000
2	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Gas	0,041	0,009	VERDADERO	0,041	0,009
3	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Sales	-0,004	0,004	FALSO	0,000	0,000
4	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Gas	-0,001	0,004	FALSO	0,000	0,000
5	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Sales	-0,004	0,006	FALSO	0,000	0,000
6	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Gas	0,011	0,005	VERDADERO	0,011	0,005
7	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Sales	0,019	0,006	VERDADERO	0,019	0,006
8	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Gas	0,026	0,006	VERDADERO	0,026	0,006
9	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Sales	0,002	0,004	FALSO	0,000	0,000
10	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Gas	-0,003	0,004	FALSO	0,000	0,000
11	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Sales	0,005	0,004	FALSO	0,000	0,000
12	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Gas	0,023	0,011	VERDADERO	0,023	0,011

Tabla A.4-5. Resumen Análisis de Distorsiones Pieza 3-taladro D10mm.

PIEZA	MATERIAL	ESTADO	Nitruración	DIÁMETRO TALADRO 30 mm				
				CD		Prueba t- student	CDCE	
				Distorsión	Incer.		Distorsión	Incer.
1	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Sales	0,010	0,015	FALSO	0,000	0,000
2	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Gas	0,020	0,015	VERDADERO	0,020	0,015
3	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Sales	0,015	0,015	FALSO	0,000	0,000
4	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Gas	0,010	0,015	FALSO	0,000	0,000
5	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Sales	0,015	0,015	FALSO	0,000	0,000
6	C45E	Martensítico-Templado y revenido	Gas	0,030	0,015	VERDADERO	0,030	0,015
7	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Sales	0,000	0,015	FALSO	0,000	0,000
8	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Gas	0,020	0,015	VERDADERO	0,020	0,015
9	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Sales	0,005	0,015	FALSO	0,000	0,000
10	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Gas	0,015	0,015	VERDADERO	0,015	0,015
11	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Sales	0,010	0,015	FALSO	0,000	0,000
12	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Gas	0,005	0,015	FALSO	0,000	0,000

Tabla A.4-6. Resumen Análisis de Distorsiones Pieza 3-taladro D30mm.

PIEZA	MATERIAL	ESTADO	Nitruración	Zona medición	DIÁMETRO TALADRO 60 mm				
					CD		Prueba t- student	CDCE	
					Media	Incer.		Media	Incer.
1	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Sales	GLOBAL	0,013	0,007	VERDADERO	0,013	0,007
				D. marcado	0,02	0,02	FALSO	0,00	0,00
				D. perpendicular	0,01	0,01	FALSO	0,00	0,00
2	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Gas	GLOBAL	0,026	0,007	VERDADERO	0,026	0,007
				D. marcado	0,03	0,02	VERDADERO	0,03	0,02
				D. perpendicular	0,02	0,01	VERDADERO	0,02	0,01
3	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Sales	GLOBAL	0,010	0,028	FALSO	0,000	0,000
				D. marcado	0,02	0,01		0,00	0,00
				D. perpendicular	0,01	0,01		0,00	0,00
4	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Gas	GLOBAL	0,010	0,028	FALSO	0,000	0,000
				D. marcado	0,03	0,01		0,00	0,00
				D. perpendicular	0,02	0,01		0,00	0,00
5	C45E	Templado y revenido	Sales	GLOBAL	0,015	0,010	FALSO	0,000	0,000
				D. marcado					
				D. perpendicular					
6	C45E	Templado y revenido	Gas	GLOBAL	0,042	0,005	VERDADERO	0,042	0,005
				D. marcado					
				D. perpendicular					
7	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Sales	GLOBAL	0,010	0,006	VERDADERO	0,010	0,006
				D. marcado	0,01	0,02	FALSO	0,00	0,00
				D. perpendicular	0,01	0,01	FALSO	0,00	0,00
8	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Gas	GLOBAL	0,019	0,006	VERDADERO	0,019	0,006
				D. marcado	0,03	0,02	VERDADERO	0,03	0,02
				D. perpendicular	0,04	0,01	VERDADERO	0,04	0,01
9	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Sales	GLOBAL	0,010	0,028	FALSO	0,000	0,000
				D. marcado	0,01	0,02		0,00	0,00
				D. perpendicular	0,01	0,02		0,00	0,00
10	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Gas	GLOBAL	0,010	0,028	FALSO	0,000	0,000
				D. marcado	0,02	0,02		0,00	0,00
				D. perpendicular	0,03	0,01		0,00	0,00
11	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Sales	GLOBAL	0,010	0,006	VERDADERO	0,010	0,006
				D. marcado					
				D. perpendicular					
12	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Gas	GLOBAL	0,019	0,006	VERDADERO	0,019	0,006
				D. marcado					
				D. perpendicular					

Tabla A.4-7. Resumen Análisis de Distorsiones Pieza 3-taladro D60mm.

Varias aclaraciones adicionales hay que realizar sobre el estudio de distorsiones en el elemento geométrico taladro diámetro 60 mm:

- Los elementos de las piezas 3, 4, 9 y 10 no fueron medidos con el micrómetro interior de tres contactos. El valor que aparece como GLOBAL(sombreado en verde para estas piezas) se obtuvo como media de los valores de los obtenidos con el alexómetro, es decir, como media de diámetros perpendiculares.
- El contraste de hipótesis se realizó en dos fases. En la primera fase se analizaron los datos obtenidos con el micrómetro de tres contactos(GLOBALES, incluidos los anteriores), que al tener una incertidumbre menor y mayor resolución se les consideró preferentes. Los datos obtenidos con el alexómetro se les realizó contraste de hipótesis si el resultado correspondiente de la prueba anterior había

resultado VERDADERO. Realmente con estos datos lo que se evaluó fue la variación de ovalidad.

PIEZA	MATERIAL	ESTADO	Nitruación	Zona medición	DIMENSIÓN DEFECTO DE MASA				
					CD		Prueba t- student	CDCE	
					Media	Incer.		Media	Incer.
1	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Sales	GLOBAL	0,08	0,04	VERDADERO	0,08	0,04
				P1 Esquina interior	0,05	0,04	VERDADERO	0,05	0,04
				P1 Eje	0,09	0,04	VERDADERO	0,09	0,04
				P1 Extremo	0,11	0,04	VERDADERO	0,11	0,04
2	C45E	Ferrítico/perlítico-suministro	Gas	GLOBAL	0,02	0,03	VERDADERO	0,02	0,03
				P2 Esquina interior	0,03	0,03	VERDADERO	0,03	0,03
				P2 Eje	0,02	0,03	FALSO	0,00	0,00
				P2 Extremo	0,02	0,03	FALSO	0,00	0,00
3	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Sales	GLOBAL	0,08	0,04	VERDADERO	0,08	0,04
				P3 Esquina interior	0,03	0,04	VERDADERO	0,03	0,04
				P3 Eje	0,06	0,04	VERDADERO	0,06	0,04
				P3 Extremo	0,11	0,04	VERDADERO	0,11	0,04
4	C45E	Estabilizado-ferrítico/perlítico	Gas	GLOBAL	0,03	0,03	FALSO	0,00	0,00
				P4 Esquina interior	0,04	0,03	VERDADERO	0,04	0,03
				P4 Eje	0,03	0,03	FALSO	0,00	0,00
				P4 Extremo	0,02	0,03	FALSO	0,00	0,00
5	C45E	Templado y revenido	Sales	GLOBAL	0,12	0,04	VERDADERO	0,12	0,04
				P5 Esquina interior	0,03	0,04	VERDADERO	0,03	0,04
				P5 Eje	0,11	0,04	VERDADERO	0,11	0,04
				P5 Extremo	0,18	0,04	VERDADERO	0,18	0,04
6	C45E	Templado y revenido	Gas	GLOBAL	0,05	0,04	VERDADERO	0,05	0,04
				P6 Esquina interior	0,09	0,04	VERDADERO	0,09	0,04
				P6 Eje	0,04	0,04	FALSO	0,00	0,00
				P6 Extremo	0,01	0,04	FALSO	0,00	0,00
7	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Sales	GLOBAL	0,08	0,04	VERDADERO	0,08	0,04
				P7 Esquina interior	0,05	0,04	VERDADERO	0,05	0,04
				P7 Eje	0,07	0,04	VERDADERO	0,07	0,04
				P7 Extremo	0,09	0,04	VERDADERO	0,09	0,04
8	40CrMnMo7	Martensítico-bonificado suministro	Gas	GLOBAL	0,04	0,04	FALSO	0,00	0,00
				P8 Esquina interior	0,06	0,04	VERDADERO	0,06	0,04
				P8 Eje	0,04	0,04	FALSO	0,00	0,00
				P8 Extremo	0,02	0,04	FALSO	0,00	0,00
9	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Sales	GLOBAL	0,04	0,04	VERDADERO	0,04	0,04
				P9 Esquina interior	0,04	0,04	VERDADERO	0,04	0,04
				P9 Eje	0,03	0,04	FALSO	0,00	0,00
				P9 Extremo	0,05	0,04	FALSO	0,00	0,00
10	40CrMnMo7	Estabilizado-martensítico	Gas	GLOBAL	0,04	0,03	VERDADERO	0,04	0,03
				P10 Esquina interior	0,05	0,03	VERDADERO	0,05	0,03
				P10 Eje	0,02	0,03	FALSO	0,00	0,00
				P10 Extremo	0,05	0,03	VERDADERO	0,05	0,03
11	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Sales	GLOBAL	0,00	0,03	FALSO	0,00	0,00
				P11 Esquina interior	0,03	0,03	VERDADERO	0,03	0,03
				P11 Eje	0,01	0,03	FALSO	0,00	0,00
				P11 Extremo	-0,02	0,03	FALSO	0,00	0,00
12	40CrMnMo7	Ferrítico/perlítico-recocido reg.	Gas	GLOBAL	0,01	0,03	FALSO	0,00	0,00
				P12 Esquina interior	0,03	0,03	VERDADERO	0,03	0,03
				P12 Eje	-0,02	0,03	FALSO	0,00	0,00
				P12 Extremo	-0,01	0,03	FALSO	0,00	0,00

Tabla A.4-8. Resumen Análisis de Distorsiones Pieza 3-Defecto de masa 70x70 mm

A.5. COMPARATIVA DOE ESTADO ESTRUCTURAL FASE 2.

Interacción Estado Microestructural-Tipo de Nitruración:

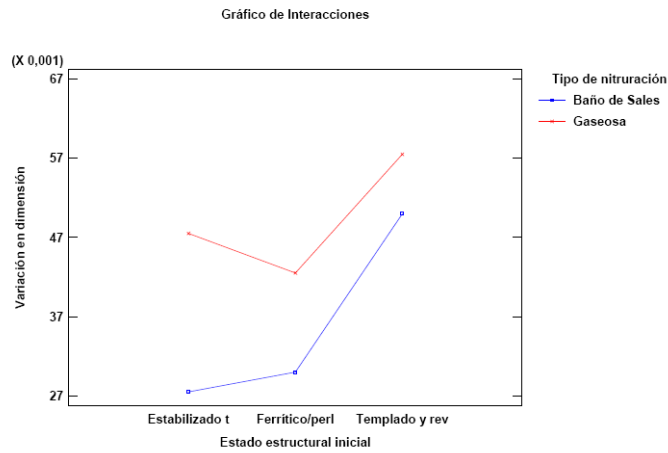


Fig A.5-1. Gráfico inter Dext Anillo

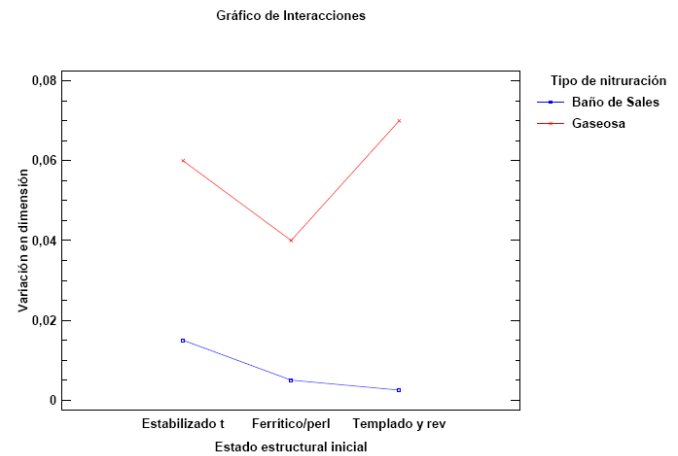


Fig A.5-2. Gráfico inter Dint Anillo

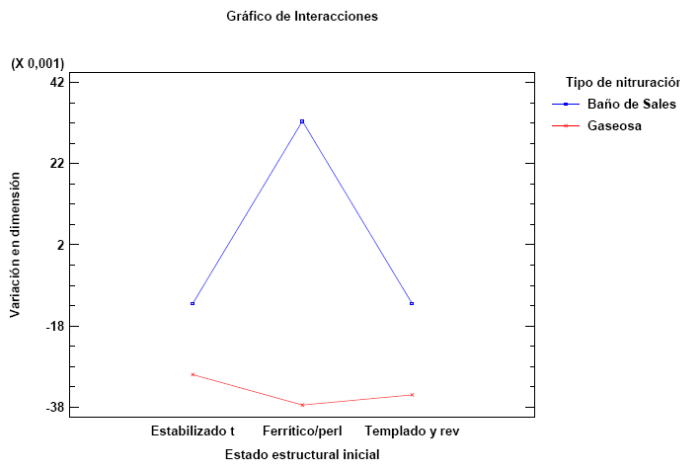


Fig A.5-3. Gráfico inter Anchura Casquillo

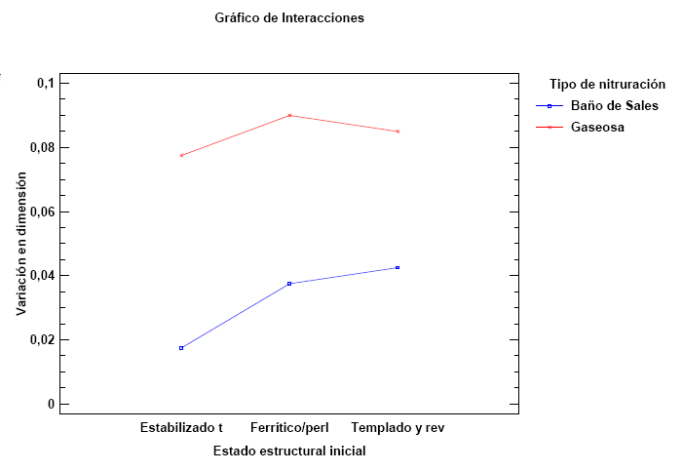


Fig A.5-4. Gráfico inter Altura Casquillo

Gráfico de Interacciones

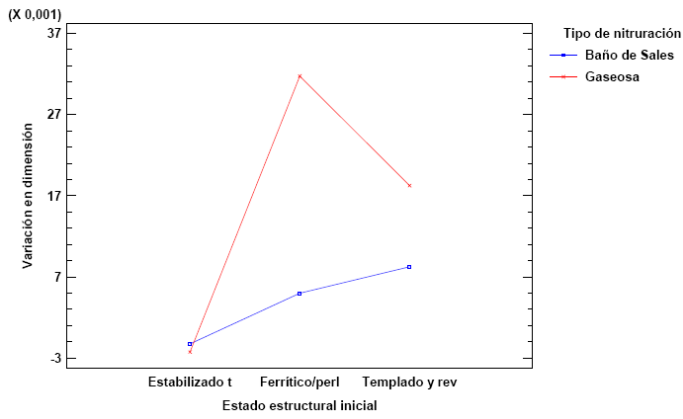


Fig A.5-5. Gráfico inter D10mm P3

Gráfico de Interacciones

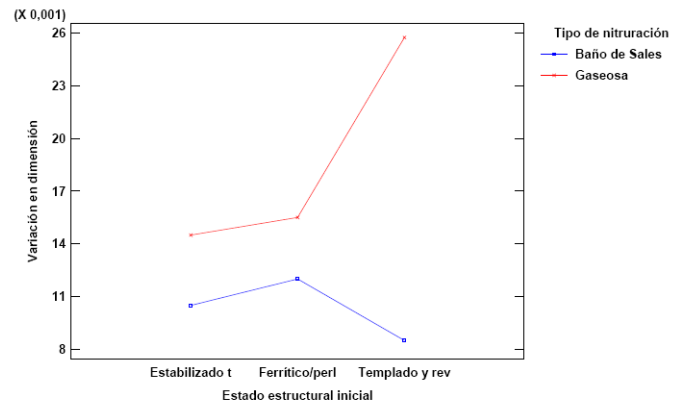


Fig A.5-6. Gráfico inter D30mm P3

Gráfico de Interacciones

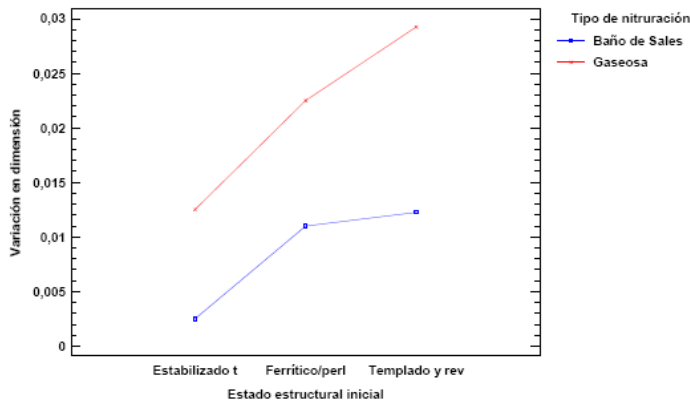


Fig A.5-7. Gráfico inter D60mm P3

Gráfico de Interacciones

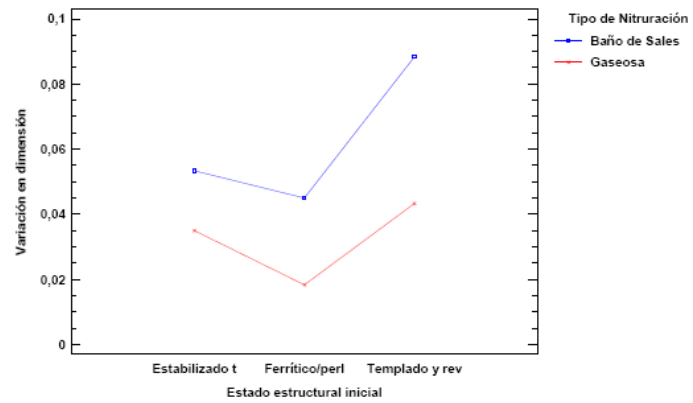


Fig A.5-8. Gráfico inter Def Masa P3

Interacción Estado Microestructural-Tipo de material:

Gráfico de Interacciones

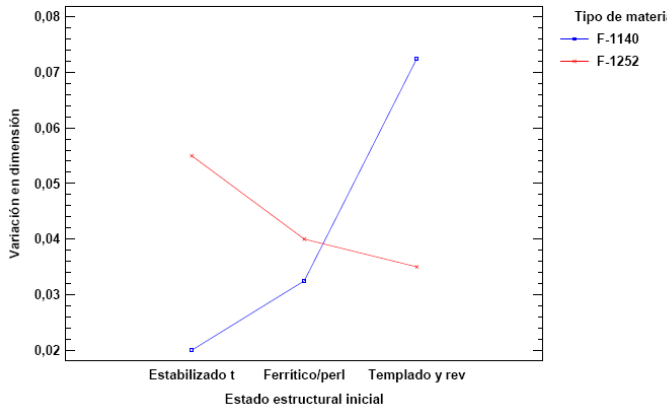


Fig A.5-9. Gráfico inter Dext Anillo

Gráfico de Interacciones

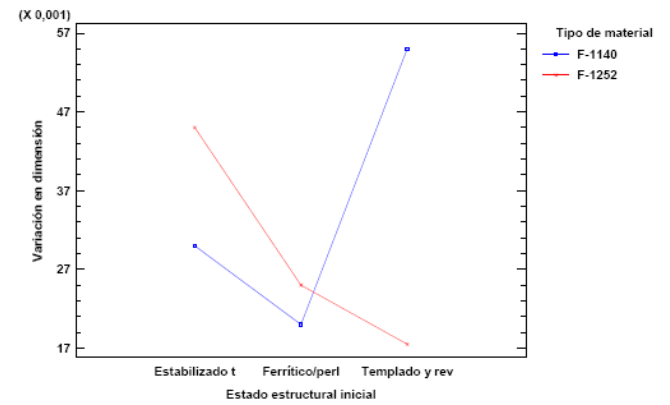


Fig A.5-10-. Gráfico inter Dint Anillo

Gráfico de Interacciones

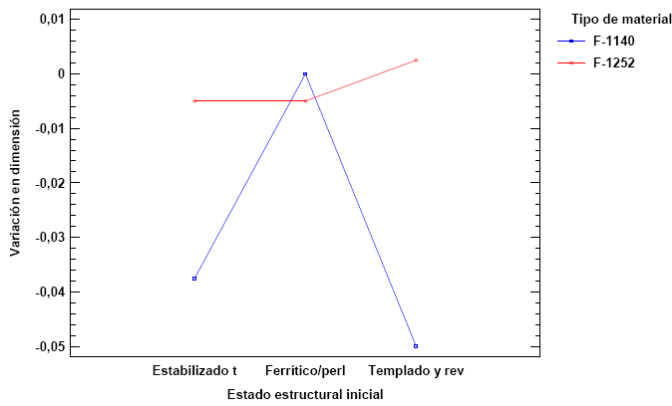


Fig A.5-11. Gráfico inter Anchura Casquillo

Gráfico de Interacciones

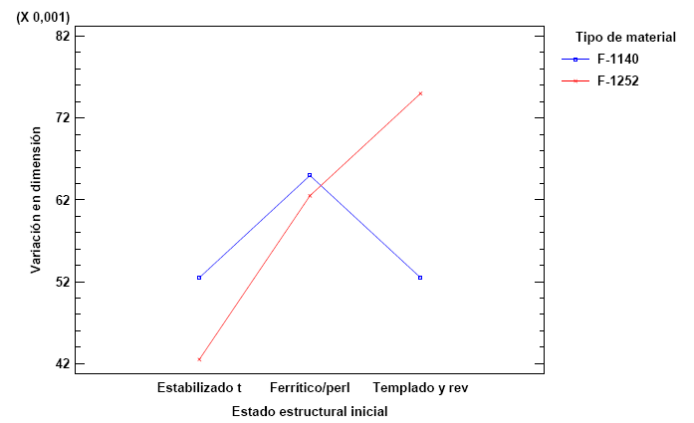


Fig A.5-12. Gráfico inter Altura Casquillo

Gráfico de Interacciones

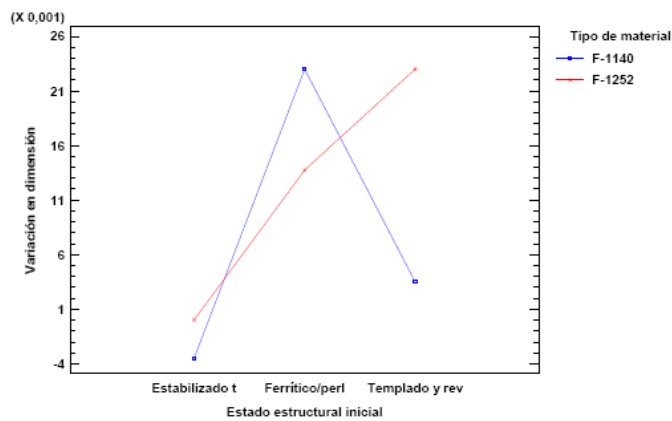


Fig A.5-13. Gráfico inter D10mm P3

Gráfico de Interacciones

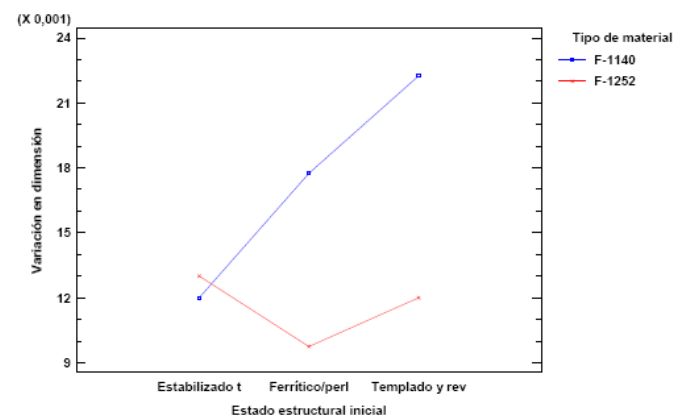


Fig A.5-14. Gráfico inter D30mm P3

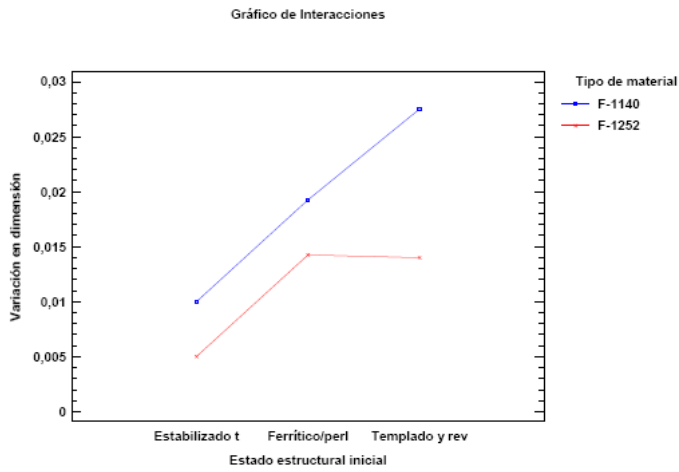


Fig A.5-15. Gráfico inter D60mm P3

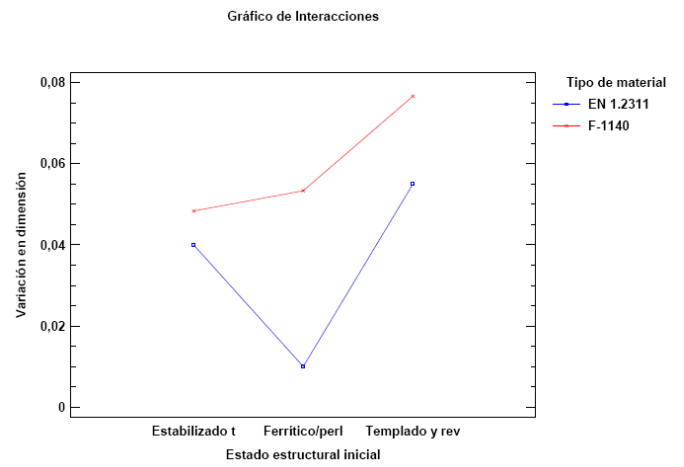


Fig A.5-16. Gráfico inter Def Masa P3

B. APÉNDICES COMPLEMENTARIOS.