

XIII- NITRURACION

Se trata de un tratamiento térmico realizado a temperaturas relativamente bajas (500-570° C), que proporciona nitrógeno en la superficie del acero y su difusión hacia el interior, consiguiéndose durezas elevadas. Se aplica normalmente en piezas de acero previamente templado y revenido para lograr un núcleo resistente, capaz de soportar las cargas externas a que están sometidas y que se tramiten a través de la capa dura. El nitrógeno que se incorpora al acero a 500-570°C, tiene, a esa temperatura, una velocidad de difusión mayor que el carbono, disminuyendo con el incremento de la temperatura.

La relación de la difusión a diferentes temperaturas, puede interpretarse aproximadamente

Temperatura, ° C	Relación de difusión, N/C
570	50
720	1
800	0,2

XIII.1. Ventajas de la nitruración

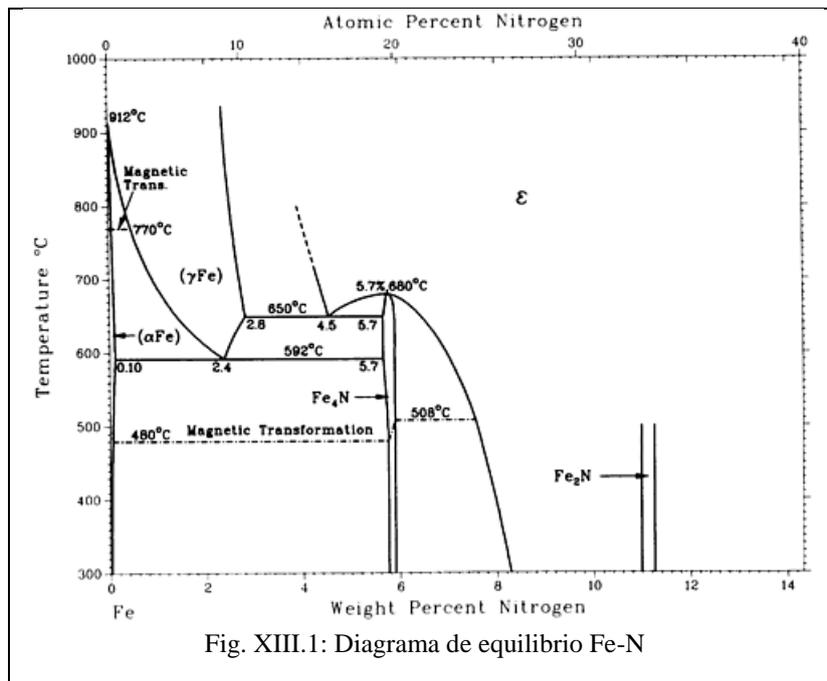
- Dureza elevada: pueden quedar valores de HV 650 a 1100 según el material que se utiliza. Las capas con dureza elevada son menos tenaces que las de menores valores de HV. La capa nitrurada confiere resistencia al desgaste.
- Resistencia a la corrosión: después del nitrurado, los aceros resisten mejor la acción corrosiva del agua dulce, agua salada y atmósferas húmedas, que los aceros ordinarios. Por eso se suele utilizar el nitrurado en piezas que deben sufrir ciertos agentes corrosivos. La resistencia está dada por la capa más superficial de nitrurado, la más externa.
- Ausencia de deformaciones: como la temperatura de proceso no es elevada y no es necesario enfriar rápidamente, se evitan los grandes inconvenientes por deformaciones.
- Nitrurado selectivo: se pueden proteger perfectamente de la nitruración las superficies que no se desean endurecer, dejando libres las áreas que desean tratarse.
- Retención de dureza a elevada temperatura: las capas nitruradas conservan la dureza hasta los 500° C, si no es muy prolongado el período de calentamiento. Esta retención de la dureza es superior a otros tratamientos térmicos como cementación, temple por inducción, etc. que, por tener estructura martensítica, la pierden muy rápidamente a partir de los 200° C.
- Incremento de resistencia a la fatiga: la distorsión de la red cristalina por la difusión del nitrógeno incrementa la resistencia a la fatiga. Además disminuye los efectos de entalla y corrosión.

El Fe puede formar con el N distintas combinaciones, tal como se muestra en el diagrama de equilibrio en la Fig. XIII.1. El Fe en estados líquido y sólido disuelve poco N, por ello el diagrama se preparó a temperaturas intermedias con ayuda de difusión. Se pueden observar las siguientes fases:

a) la fase α tiene la estructura cúbica de cuerpo centrado del Fe α (se la denomina α ferrita). Puede mantener en solución a 590° C, alrededor de 0,1 % N; esta solubilidad desciende al disminuir la temperatura para ser de sólo 0,001 % a 20° C.

b) la fase γ es cúbica de caras centradas, los átomos de N se encuentran entre los de Fe γ . Es una red semejante a la austenita, que se encuentra a temperaturas superiores a 590° C, el contenido máximo de N es 2,8 % a 650° C.

Para 2,4 % N existe un eutectoide que, por enfriamiento rápido pasa a braunita, un constituyente oscuro, que en el enfriamiento lento se descompone en una estructura laminar, similar a la perlita, constituida por las fases γ' y α .



c) La fase γ' también tiene red FCC con los átomos de N entre los de Fe. Es una combinación química de composición variable entre 5,7 y 6,1 % de N, que correspondería a la fórmula Fe_4N .

d) La fase ε es hexagonal y los átomos de N ocupan espacios entre los iones metálicos. Es una solución sólida de composición variable entre 8,15 y 11,0 % de N; se suele colocar Fe_xN , siendo x un valor cercano a 3. En el extremo máximo, de 11% de N, correspondería a Fe_2N .

e) Además hay otra estructura con 11,7 % N, que pertenece al sistema ortorrómbico y es la fase δ , normalmente no alcanzable en un nitrurado controlado.

XIII.2. Estructuras de nitruración

Cuando se nitruran los aceros al C a temperaturas de 700 a 800° C, se obtienen capas relativamente duras pero frágiles y no tienen aplicación industrial, debido a la aparición de braunita que se forma encima de 550° C.

En la sección transversal de un acero nitrurado a 600° C (superior a lo normal), se observa que la capa periférica está constituida por los siguientes componentes: una zona clara exterior de nitruros Fe_2N y Fe_4N , otra de braunita oscura, otra de carácter laminar (ferrítica o perlítica según el % de C del acero) con pequeña cantidad de Fe_4N entre los espacios del αFe y finalmente la capa interior con leve αFe y agujas de Fe_4N , después del núcleo inalterado del acero.

Cuando la nitruración se realiza a temperaturas correctas, como son 570° C para el caso de sales, o 500-570° C, si la nitruración se realiza con gases, la estructura de la capa nitrurada puede alcanzar las dos capas características:

Zona de compuestos: verdadera superficie de resbalamiento antifricción con un espesor de capa variable de 5 a 15 μm para sales, y 5 a 25 μm para nitruración gaseosa, y una dureza aproximada de $\text{HV}_{0,1}$ 650 a 1000. Está formada principalmente por el nitruro ε $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$, algo de γ' , leve % de α Ferrita. Para la nitruración en sales puede contener algo de Fe_3C . La observación al microscopio presenta un aspecto de capa blanca cuya principal característica es su elevada resistencia al desgaste y a la corrosión.

Zona de difusión: Mientras la absorción de carbono (en el caso de sales), queda limitada a la "zona de compuestos", el nitrógeno se difunde desde la superficie hacia el núcleo del material; su profundidad depende del tiempo de nitruración, de la temperatura y de la clase de acero a tratar.

La presencia de nitrógeno en un acero al carbono se pone de manifiesto mediante el enfriamiento al aire. Si la pieza es enfriada al agua, el nitrógeno queda en solución no siendo visible al microscopio, pero efectuando un revenido a 300° C durante una hora, parte del nitrógeno se precipita el nitruro γ' , Fe_4N , en forma de agujas. Fig. XIII.2.

En el caso de aceros aleados, la presencia de nitrógeno se revela mediante el ataque químico originando una zona oscura que corresponde a la difusión parcial del nitrógeno precipitado. Fig. XIII.3.

La característica principal de la zona de difusión, es la elevada resistencia a la fatiga que confiere a las piezas nitruradas, aumentando dicho valor en más de un 90%, lo que permite una mayor carga de trabajo especialmente en piezas que, por sus condiciones mecánicas, estén solicitadas a esfuerzos de flexión y torsión.

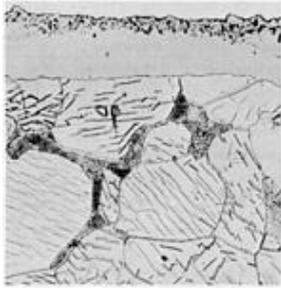


Fig. XIII.2: Capa nitrurada y zona de difusión producida en nitruración líquida en cianuro-cianato. La estructura de agujas característica sólo se observa luego de un revenido a 300 °C.

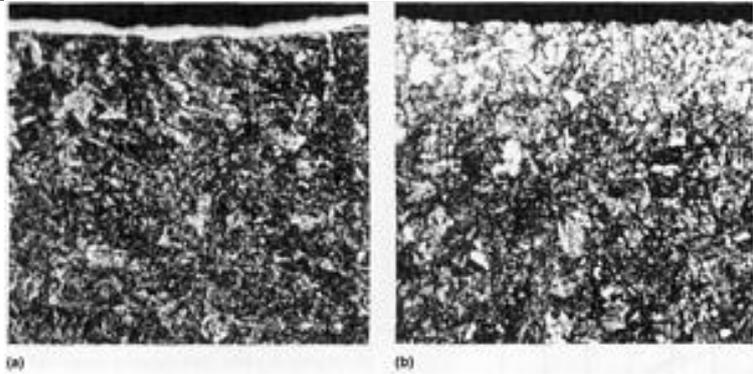


Fig. XIII.3: Microestructura de acero SAE 4140 templado y revenido luego de
 (a) nitruración gaseosa por 24 h a 525 °C con 20 a 30 % de disociación: capa blanca (Fe_2N) de 0.005 a 0.0075 mm, nitruros de hierro y martensita revenida.
 (b) nitruración gaseosa por 5 h a 525 °C con 20 a 30% de disociación seguido de una segunda etapa de 20 h a 565 °C con 75 a 80% de disociación: esta gran disociación provoca la ausencia de la capa blanca y la estructura final resulta una capa de difusión de nitruros en una matriz de martensita revenida.
 Las muestras fueron templadas en aceite desde 845 °C, revenidas por 2 h a 620 °C, y la superficie activada con fosfato de manganeso antes de nitrurar. Nital 2% 400×

XIII. 3. Aceros para nitruración

Normalmente se emplean aceros entre 0,2 y 0,60 % C, aleados con Al, Cr, Mo y V. El contenido de C no influye en la dureza y levemente en la profundidad de capa, disminuyendo ésta con el % de C.

El Al es el elemento más importante para lograr las máximas durezas, pero debe ir siempre acompañado de otros aleantes para evitar capas nitruradas muy frágiles.

El Mo aumenta la dureza de la capa, mejora la tenacidad del núcleo y evita la fragilidad de los aceros sin Mo, cuando permanecen mucho tiempo a temperaturas próximas a 500° C.

El Cr y el V aumentan la profundidad de capa dura.

En los aceros al carbono, a igualdad de tiempo, se obtiene una mayor profundidad de capa, ya que los aleantes forman nitruros y disminuyen la difusión hacia el interior, pero los valores de dureza son sensiblemente inferiores.

En la Tabla I se resumen los valores de dureza Vickers de la capa de compuestos para diferentes composiciones. En la Fig. XIII.4 se pueden observar los valores de dureza superficial logrados para diferentes composiciones en nitruración en sales y gaseosa; se nota que la dureza depende casi exclusivamente de la composición del acero y no del método de nitruración.

XIII.4. Métodos de nitruración

La nitruración se realiza sobre material previamente templado y revenido a una temperatura superior a la empleada en la nitruración; las piezas deben encontrarse en las dimensiones finales, ya que después del nitrurado no debe realizarse ninguna operación de maquinado, sólo un pulido, porque se reduciría la capa de compuestos.

XIII.4.1. Nitruración gaseosa.

Todos los tipos de aceros se pueden nitrurar con éxito a la presión atmosférica mediante nitrógeno atómico procedente de la descomposición de combinaciones nitrogenadas, por ejemplo, el amoníaco.

La nitruración por amoníaco se produce en 3 etapas:

- 1) Disociación térmica del amoníaco.
- 2) Absorción del N por el $Fe\alpha$ para formar primeramente solución sólida y después nitruro de hierro (Fe_4N).
- 3) Difusión del nitrógeno hacia el interior del acero. La reacción se interpreta como



El N no absorbido inmediatamente pasa a molecular y ya no actúa como nitrurante

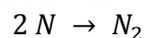


Tabla 1: Valores de dureza en la capa de compuestos para diferentes aceros

Tipos de aceros	N°	COMPOSICIONES %								Periferia	Núcleo central
		C	Si	Mn	Ni	Cr	Al	Mo	V	Dureza Vickers	Templado y revenido a 650° C, R (MPa)
Cr-Al-Mo	1	0,50	0,35	0,65	---	1,60	1,10	0,20	---	1.100	1235
	2	0,10	0,35	0,65	----	1,60	1,10	0,20	---	1.100	960
	3	0,30	0,35	0,65	----	1,60	1,10	0,20	---	1.100	890
Alto Cr, con Mo y V	4	0,25	0,35	0,65	—	1,60	1,10	0,20	---	1.100	745
	5	0,40	0,30	0,50	0,30	3,00	---	1,00	0,25	850	1300
	6	0,30	0,30	0,45	0,50	3,00	----	0,40	---	850	980
	7	0,25	0,30	0,45	0,50	3,00	---	0,40	---	850	774
Cr-Mo-V	8	0,35	0,30	0,50	--	2,00	--	0,25	0,15	750	960
	9	0,25	0,30	0,50	--	2,00	--	0,25	0,15	750	890
	10	0,22	0,30	0,50	--	2,00	--	0,25	0,15	750	815
Cr-Mo	11	0,30	0,30	0,60	0,60	1,00		1,20		650	900

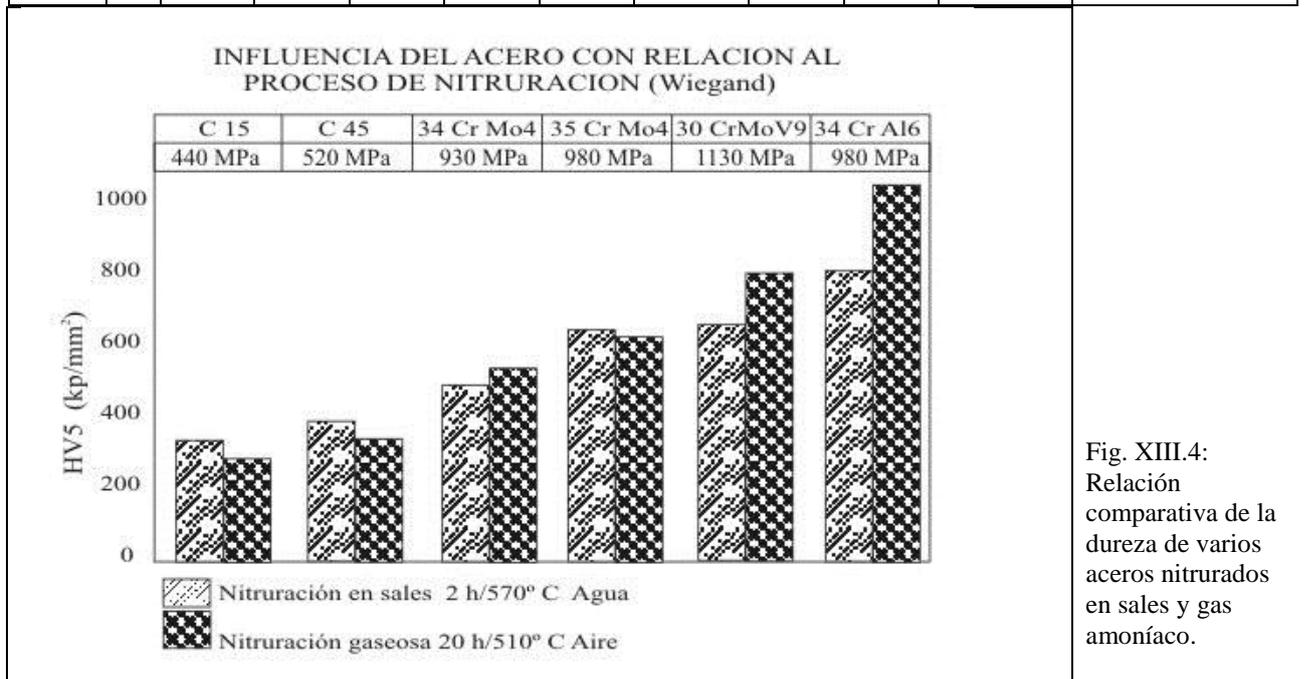
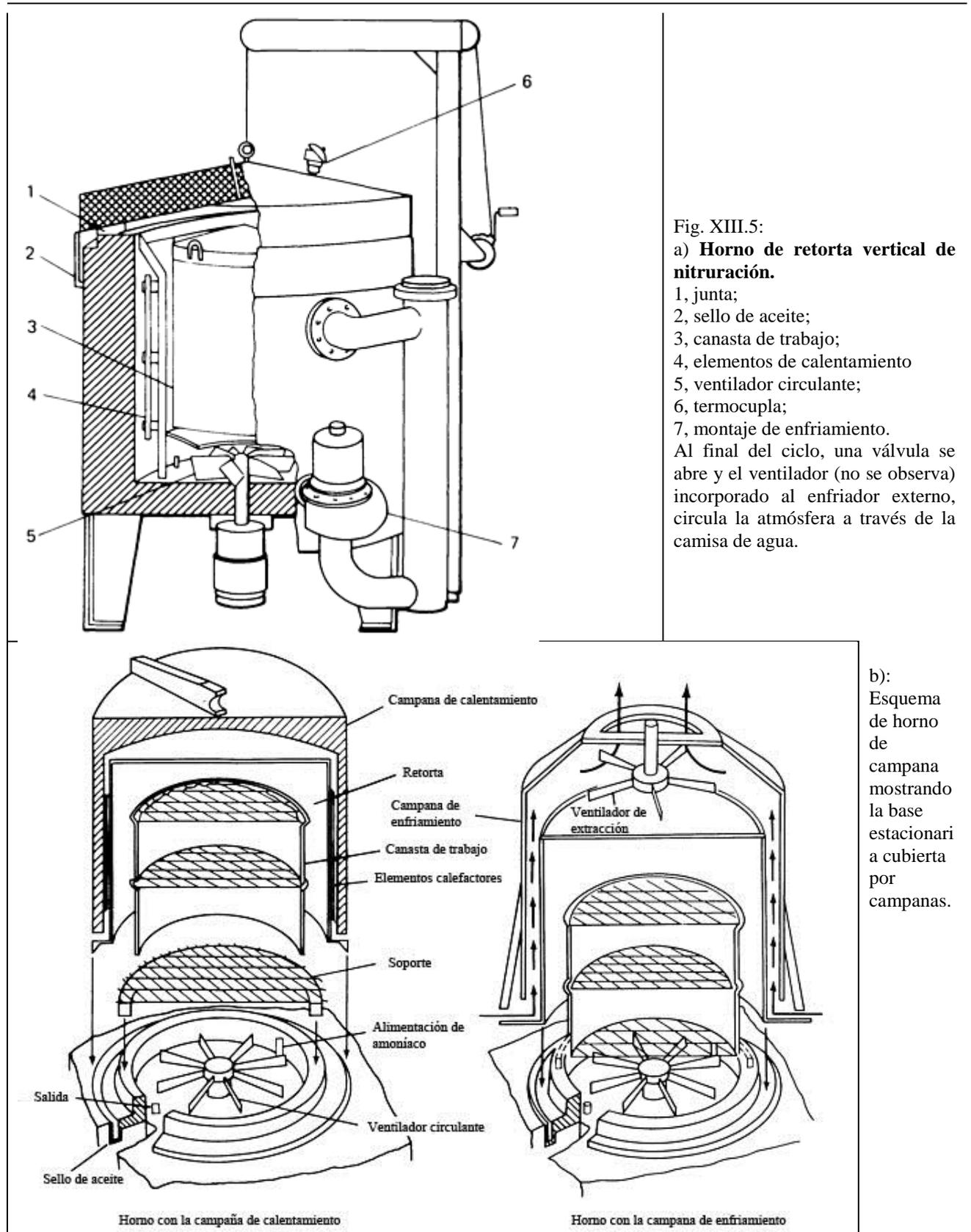


Fig. XIII.4: Relación comparativa de la dureza de varios aceros nitrurados en sales y gas amoníaco.

Por eso es necesario enviar a través del horno una corriente de NH_3 para garantizar un grado de disociación adecuado, cuyo equilibrio depende del producto a nitrurar. Si el grado de disociación es muy alto, la absorción de nitrógeno por el metal se frena. Este hecho sólo puede explicarse admitiendo que existe entonces demasiado hidrógeno que es absorbido por los microporos del acero, de allí que debe mantenerse el grado de disociación de 18 a 25% en la nitruración a 500° C, y de 25 a 40% en la nitruración a 550° C.



Hornos para nitruración gaseosa

Se utilizan hornos de diferentes diseños; la mayoría son de retorta con ciertas características esenciales:

- Un sellado de la carga para excluir aire y otros contaminantes, manteniendo la atmósfera controlada.
- Una línea de entrada para introducir la atmósfera y una de salida para extraer la atmósfera utilizada
- Un sistema de calentamiento y control apropiado de temperatura

- Un sistema para circular la atmósfera y uniformar la temperatura en toda la carga de trabajo, como puede ser un ventilador.

El horno de retorta vertical (Fig. XIII.5a) es estacionario; las piezas a nitrurar se cargan en una canasta que se baja dentro de la cámara de calentamiento. La tapa se sella con una junta de amianto y se sumerge en una cubeta llena de aceite. La atmósfera entra por la parte superior y sale por la parte inferior del horno. La refrigeración se logra con un ventilador y abriendo una válvula de una camisa colectora de agua. Hornos de diseño similar, pero sin la camisa de agua, se utilizan cuando no se requiere un enfriamiento rápido; la calidad de nitruración lograda es equivalente a la de los hornos de tubo colector.

La nitruración también ha sido satisfactoria en retortas verticales sin ventiladores. Flujos y presiones apropiados en la línea de salida, son críticos para proveer el amoníaco suficiente. La no utilización del ventilador, elimina un espacio común de fugas de gas y/o entrada de aire.

El horno de tipo campana móvil (Fig. XIII.5b) tiene una base estacionaria y está equipado con entrada y salida de atmósfera, termocupla de control, ventilador circulante, y salidas para potencia eléctrica y controles. Las piezas a nitrurar se cargan en canastas, que se colocan sobre un soporte en la base del horno. Una retorta reducida en la base se sumerge en aceite, que hace de sello. El calentamiento es provisto por una campana calefactora que baja y descansa en la parte superior de la retorta. El calor pasa a través de las paredes de la misma y se transfiere a la carga por radiación y convección mientras la atmósfera circula. El enfriamiento se logra reemplazando la campana calefactora por una enfriadora que extrae el aire alrededor de las paredes de la retorta y lo saca por la parte superior de la campana. Este movimiento de aire se lleva a cabo por un ventilador en la parte superior.

Es usual proveer más bases que campanas de calentamiento y enfriamiento, lo que permite el uso más eficiente de las mismas. La campana de enfriamiento no es esencial si no se requiere enfriamiento rápido para aumentar la productividad de la base; la calidad de nitruración alcanzada es equivalente pero el calor irradiado por la retorta puede provocar discomfort a las personas que trabajan en el área cercana.

Hornos de caja. También se utilizan hornos de nitruración del tipo de caja móvil con dos puestos estacionarios. Cada puesto está equipado con entrada y salida de atmósfera, termocupla de control, ventilador circulante y controles separados. Las piezas se cargan en canastas que se ubican sobre pesadas placas metálicas en cada puesto. Se coloca una tapa sobre la carga, que se ubica en una ranura en la placa, llena de finos de mineral de cromo que actúan de sello. Se ajusta de modo seguro y luego el horno se coloca sobre la carga. El calor pasa a través de las paredes de la cubierta y se transfiere a la carga por radiación y convección por la atmósfera circulante. Cuando el horno se corre sobre la segunda placa, el enfriamiento de la primera se logra por transferencia al exterior o por circulación forzada de aire. Normalmente la circulación natural es suficientemente rápida para permitir el enfriamiento y la recarga, antes que el horno esté nuevamente disponible.

Medida de la disociación:

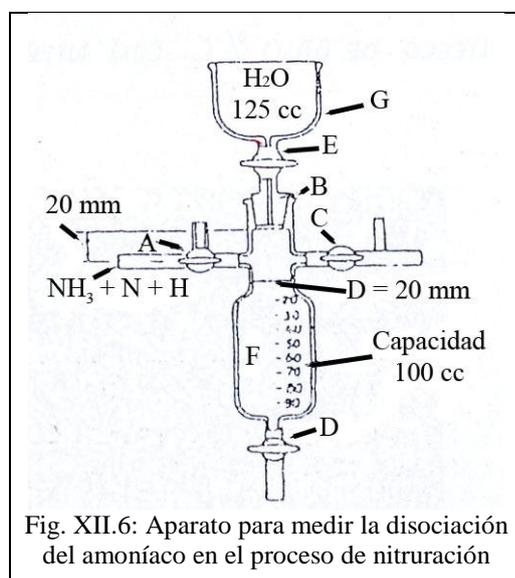


Fig. XII.6: Aparato para medir la disociación del amoníaco en el proceso de nitruración

Un aparato utilizado para determinar la cantidad de amoníaco disociado puede verse en la Fig. XII.6. Tiene 4 llaves que dejan libre, cuando conviene, el paso del gas, aire o agua entre los diferentes conductos. Cuando se va a efectuar la determinación del grado de disociación del amoníaco, se conecta el aparato en la tubería de salida de la caja y se opera en la siguiente forma: se cierra la llave y se llena el depósito G con agua. Luego se conecta el tubo de salida de gas del horno, al tubo de entrada, se abren las llaves A, C y D, y comenzará a circular el gas que sale del horno a través del aparato, y al cabo de un rato se cierra la llave C, luego la D y finalmente la A, con lo que el recipiente estará lleno de una mezcla de hidrógeno, nitrógeno y amoníaco sin disociar. Entonces se abre la llave E y caerá cierta cantidad de agua a la cámara F.

El amoníaco que está sin disociar es inmediatamente absorbido por el agua y encima de ella quedará un gas compuesto de hidrógeno y nitrógeno; la escala de la cámara F

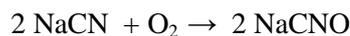
marca directamente el porcentaje de la disociación. Si el agua llegara a la línea 30 se ha disociado un 30%. De acuerdo con estas lecturas, la corriente de amoníaco debe regularse para que el grado de disociación esté comprendido entre 25 y 30 %. Durante el proceso de nitruración conviene examinar el grado de disociación cada 2 ó 4 horas, regulando el paso del amoníaco de acuerdo con el porcentaje de disociación.

XIII.4.2. Nitruración en baño de sales

Se realiza sumergiendo las piezas o herramientas en un baño de sales que contiene cianuros y cianatos a una temperatura entre 520 y 580° C. Generalmente el baño tiene en su comienzo aproximadamente 60% de NaCN y 40 % de KCN, mezcla que funde a 500° C. Para conseguir una buena nitruración es necesario envejecerlo varios días. Esto se debe a que sólo empieza a dar buenos resultados cuando se forma suficiente proporción de cianatos. Actualmente el cianato se añade antes a la mezcla de sales.

En los baños de sales se pueden nitrurar también aceros no aleados, mientras que la nitruración con gas exige incondicionalmente el empleo de aceros de nitruración. En los aceros no aleados o de baja aleación no se produce un aumento notable de la dureza luego de la nitruración, por lo que se ha conocido este proceso con el nombre de "nitruración blanda".

Reacciones en el baño de nitrurar: el baño se descompone lentamente por oxidación durante su funcionamiento:



Los cianatos de sodio o potasio formados pueden formar carbonato sódico por oxidación posterior:



o por descomposición térmica:



De acuerdo con el equilibrio de Boudouard se forma dióxido de carbono a partir del monóxido:



y el CO₂ formado reacciona a su vez con el cianuro para formar cianatos de sodio o de potasio.



Los temores de que, como resultado de las reacciones anteriores, se produjese una descomposición rápida del baño, con pérdida de su poder nitrurante, no se han confirmado, porque en el intervalo de trabajo, con contenidos de KCNO entre 25 % y 35 % son suficientemente estables. Solamente es peligroso un fuerte sobrecalentamiento porque produce una descomposición intensa. El nitrógeno en estado naciente se difunde muy fácilmente a través de la superficie de la pieza y forma nitruros con el hierro o con los elementos aleantes.

Condiciones operativas del proceso:

El encendido de los crisoles calentados externamente debe iniciarse con bajo fuego (bajo ingreso de calor) de acuerdo con el método de calentamiento. Una vez que la sal aparece fundida alrededor de la superficie, el calor puede incrementarse gradualmente hasta fuego alto para completar la fusión. Debe tenerse la siguiente precaución: un excesivo calentamiento de las paredes o la parte inferior del crisol durante el encendido, puede crear presiones suficientes para proyectar sal violentamente fuera del pote. Para mayor seguridad, el pote debería cubrirse durante la fusión de las sales.

1º) Tratamiento previo: en la mayoría de los casos, la nitruración se realiza en aceros templados y revenidos a una temperatura superior a la del baño de nitrurado, para evitar las variaciones dimensionales de las piezas después del tratamiento. De esta forma no hay posibilidad de un cambio estructural que pueda afectar a las tolerancias de la pieza acabada.

2º) Limpieza: Para conseguir una zona de compuestos compacta y regular, es necesario que las piezas entren al baño de nitrurado libres de residuos aceitosos, óxidos o sales que hayan permanecido impregnados de operaciones anteriores. Además de las dificultades que entraña en la mecánica de la nitruración una deficiente limpieza de superficies, existe el riesgo de contaminación del baño y dejarlo parcialmente inutilizado.

3º) Precalentamiento: es conveniente precalentar el material a nitrurar a temperaturas inferiores a 380° C, evitando el peligro de oxidación. Esta precaución se apoya en tres principios: a) seguridad de que las piezas, al ser introducidas en el baño, estén libres de humedad; b) evitar la caída de temperatura del baño; c) tener una mínima distorsión en el material por diferencia de temperaturas.

4º) Control de temperatura: Debe ser eficaz y preciso; para ello los crisoles serán muy profundos y calentados preferentemente con resistencias eléctricas para una mayor uniformidad de temperatura. En el

caso de nitrurar piezas de grandes dimensiones en crisoles superiores a los 2,5 m, se dispondrá de varios termopares colocados a distintos niveles del crisol, de forma que regulen automáticamente, por zonas, la totalidad del baño, para mantener constante la temperatura de 570° C.

5°) Tiempo de nitruración: se dispone de una constante que es la temperatura (570° C), la penetración del nitrógeno dependerá entonces del tiempo y de la clase de material. En los aceros aleados la profundidad de capa siempre es inferior que en los aceros al C. Ensayos de laboratorio o industriales han demostrado que las penetraciones de nitrógeno logradas en tiempos superiores a 4 horas no mejoran la resistencia mecánica de las piezas tratadas. De aquí que los tiempos normales de nitruración oscilan entre 90 y 180 minutos, hasta un máximo de 4 horas.

6°) Enfriamiento: Las piezas nitruradas deben enfriarse en agua en la mayoría de los casos. En los aceros de alta aleación, como los de matricería, así como elementos mecánicos de fundición, camisas de cilindros, etc., debe procederse a un enfriamiento mixto a fin de evitar la formación de grietas: al aire hasta que la temperatura disminuya a 250-180° C y luego sumergirlos en agua corriente.

Control del baño: En cada jornada de trabajo debe controlarse el % de cianuros y cianatos del baño de nitrurado. El cianuro, cuya principal misión es sostener y regular el equilibrio entre los cianatos, debe oscilar entre un 40 y 45 %, mientras que los cianatos, que son los únicos elementos activos para la nitruración, deben mantenerse entre 30 y 35 %. Semanalmente se debe controlar la parte de carbonatos. Es muy importante que este porcentaje no sea superior al 8 % de CO_3Na_2 , ya que en la zona de compuestos empiezan a detectarse ligeras porosidades, que se incrementan con el % de carbonatos.

Para eliminar los carbonatos del baño se procederá a enfriarlo a unos 470° C, temperatura a la que el carbonato disuelto en el baño precipita al fondo del crisol; bastará entonces efectuar un drenaje de los fondos para tenerlo de nuevo en condiciones.

Para que los porcentajes de cianuro y cianato permanezcan dentro de las tolerancias, se realizan los agregados necesarios de estas sales.

El % de Fe disuelto en forma de ferrocianuro alcalino, también influye en la porosidad que se forma en la zona de compuestos, aunque es bastante inestable a la temperatura de nitruración. No obstante debe mantenerse en un máximo de 0,2; para eliminarlo se debe mantener el baño durante unos 8 minutos a 620-630° C y luego volver a eliminar meticulosamente el lodo superficial a la temperatura normal de 570° C; con esta operación se puede mantener el contenido de Fe dentro del margen admisible. La porosidad porcentual frente a los contenidos de Fe, luego de una duración de la nitruración de 90 minutos en un acero SAE 1015, se muestra en la Fig. XIII.7.

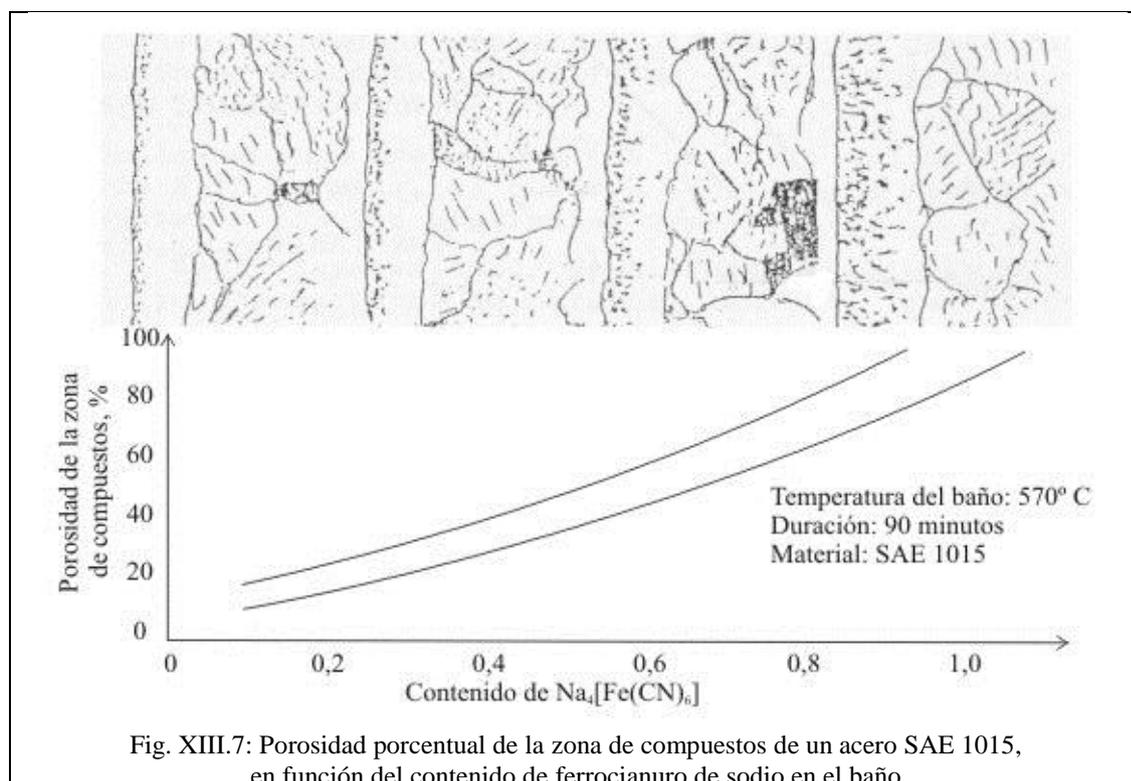


Fig. XIII.7: Porosidad porcentual de la zona de compuestos de un acero SAE 1015, en función del contenido de ferrocianuro de sodio en el baño

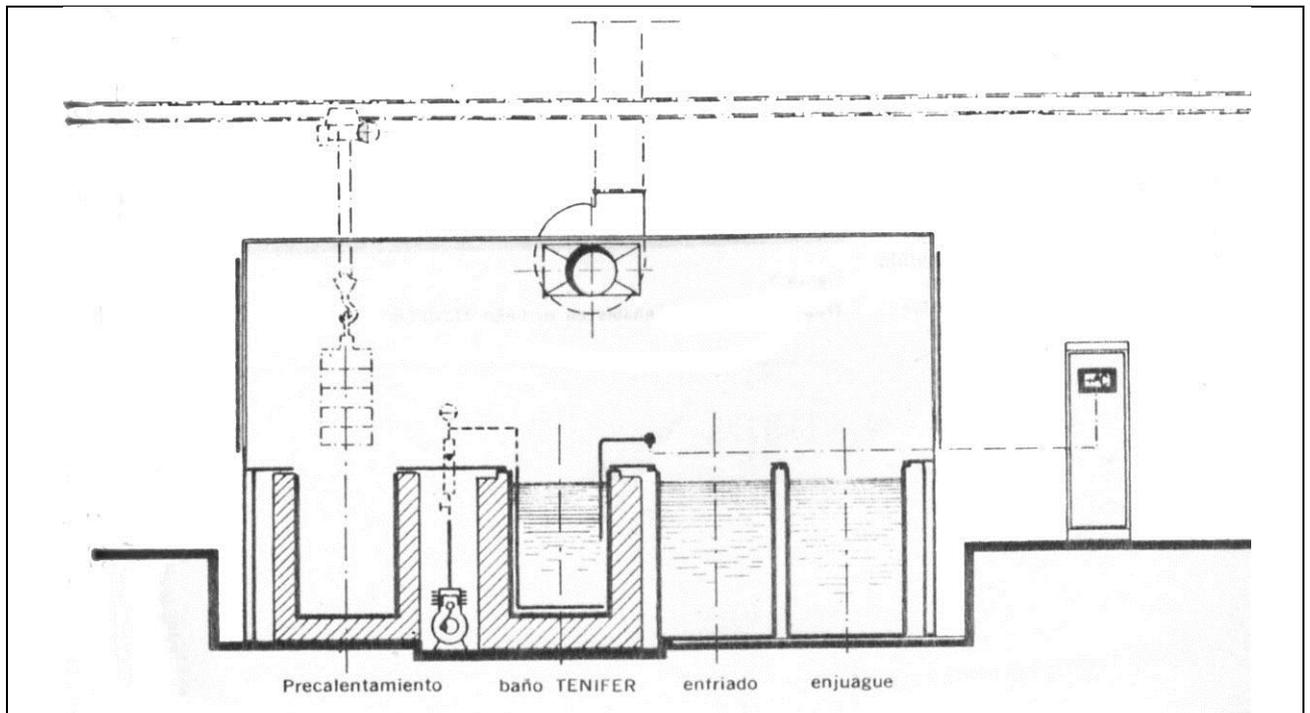


Fig. XIII.8: Esquema de una instalación de nitrurado aireado

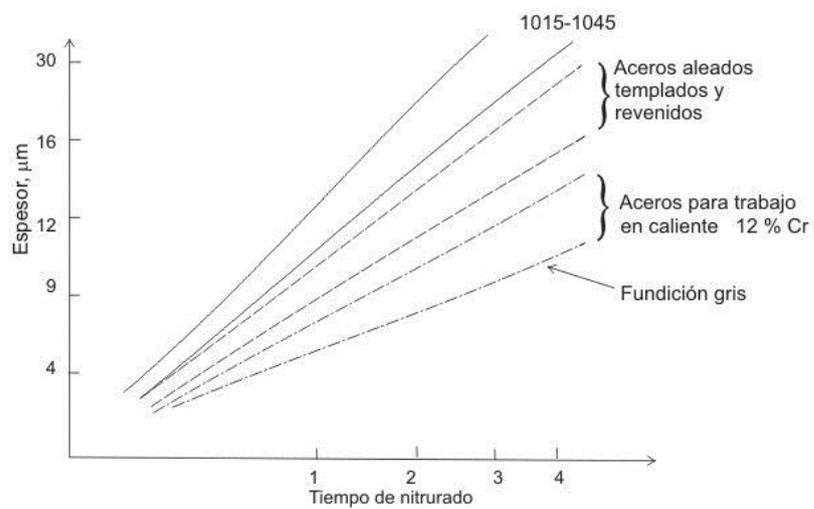


Fig. XIII.9: Espesor de la capa de compuestos en relación al material y tiempo de tratamiento

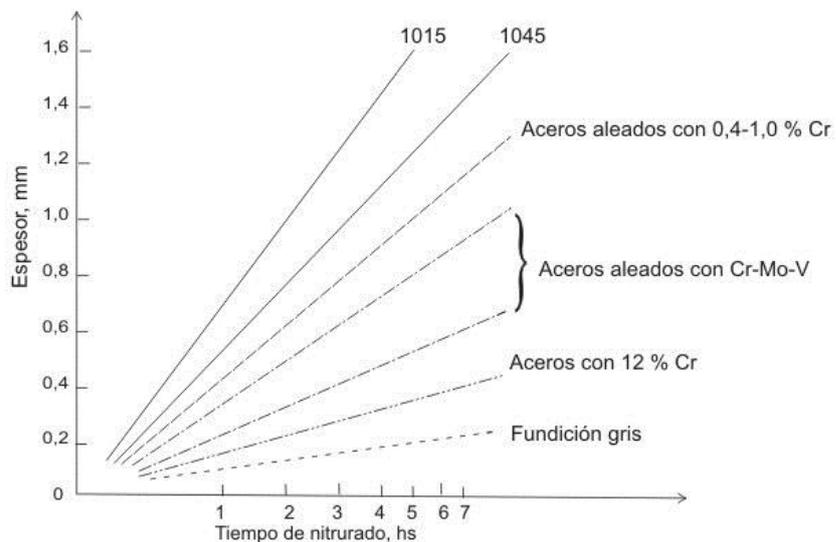


Fig. XIII.10: Espesor de la capa de difusión en relación al material y tiempo de tratamiento

Proceso de baño de nitruración aireado: Es un proceso patentado en 1962, en el cual una cantidad medida de aire es bombeada a través del baño. La introducción de aire provee agitación y estimula la acción química.

Posee de 50 a 60 % de CNNa y de 32 a 38 % de NaCNO ; el remanente es CO_3Na_2 y sales de potasio.

Se produce una capa de compuestos de 5 a 12 μm , formada por el compuesto Fe_3N y un componente ($\text{N-Fe}_3\text{C}$); la capa de difusión del N alcanza a 0,30 mm aproximadamente en aceros al C y de baja aleación. La capa nitrurada no contiene el constituyente frágil Fe_2N . Las piezas procesadas por este método deben ser maquinadas a su dimensión final antes del nitrurado.

La capa de compuestos exterior provee resistencia al desgaste, mientras la capa de difusión aumenta la resistencia a la fatiga.

En la Fig. XIII.8 se muestra el esquema de una instalación de nitrurado aireado.

Dureza de la capa nitrurada en baño de sales: En la Fig. XIII.4 se muestran los valores de dureza en la superficie de los aceros debidos a nitruración en sales y gas, en función del tipo de aleación.

Profundidad de capa: En las Fig. XIII.9 y XIII.10 se muestran los espesores de las capas de compuesto y de difusión que se producen en los diferentes tipos de aleaciones ferrosas, en función del período de nitrurado. Se puede observar que las mayores profundidades se logran en los aceros al carbono, luego los aceros aleados, disminuyendo la profundidad para aceros de alta aleación y fundición de hierro.

Control de piezas nitruradas en baños de sales

1) Ensayo de la gota: Consiste en volcar una gota de una solución acuosa de cloruro de cobre y amonio sobre la superficie nitrurada previamente desengrasada. Esta gota debe mantener su color celeste al menos durante 2 minutos si la capa de compuestos es de espesor correcto y sin porosidades. En zonas de compuestos muy delgadas o no totalmente desarrolladas se produce en forma inmediata un intercambio del ion cobre por hierro y la gota se torna de color rojo.

Si bien esta prueba simple, extraordinariamente rápida y no destructible, no permite determinar el espesor absoluto de la capa de compuestos, prueba sin duda alguna la existencia de una zona de compuestos óptimamente generada, sobre todo en aquellas superficies pulidas después del nitrurado. Puede realizarse fácilmente en líneas de producción.

2) Ensayo de dureza superficial: Debido al relativamente bajo espesor de la capa y al hecho de que la dureza determinada es un valor medio de la alta dureza de la zona de compuestos y de la baja dureza de una parte de la zona de difusión, el ensayo sólo es realizable con cargas muy bajas de 0,1, 1,0 y 10 Kg. por los métodos Vickers o Knoop. Deben tenerse en cuenta las premisas requeridas para estos ensayos, como una superficie prolijamente pulida. Puede determinarse que en los aceros al C y de media aleación, los valores de dureza con $\text{HV}_{0,1}$ son superiores a HV_1 y éstos mayores a HV_{10} . La dependencia de la dureza con la carga de ensayo, demuestra claramente que la misma es compuesta, por lo tanto no deberían efectuarse comparaciones entre valores obtenidos con distintas cargas.

En todos los aceros la dureza aumenta con la duración del nitrurado hasta los 120 minutos aproximadamente. A mayores duraciones los valores pueden decaer nuevamente, presumiblemente por una porosidad mayor que se establece en la zona marginal externa.

3) Ensayo metalográfico: La determinación más exacta de la profundidad de la zona de compuestos se obtiene por medio de la probeta metalográfica, que permite comprobar al mismo tiempo el espesor y la estructura de la capa de difusión. Si para estos ensayos se usan probetas de acero SAE 1015, el espesor de la zona de difusión puede determinarse luego de un revenido de 30 minutos a 300° C, en el que parte del nitrógeno difundido segrega, y se presenta en forma de agujas (Fe_4N).

La profundidad hasta la cual se presentan estas agujas, como así mismo su forma, depende del modo de enfriamiento luego del nitrurado salino. A bajas velocidades de enfriamiento, por ejemplo al aire, se segregan pocas agujas, de tamaño mayor que en el caso de un enfriamiento en agua. Por otro lado el espesor de la zona de agujas es menor si se enfría al aire que si se enfría el agua. Por esta razón las probetas siempre deben enfriarse al agua inmediatamente después de la nitruración salina.

Otra forma de determinar la profundidad de la capa de difusión es controlar microdureza en gradiente desde la superficie hacia el interior sobre el corte transversal de una probeta metalográfica. La profundidad de capa es la distancia desde la superficie hasta el interior, donde la dureza alcanza el valor del núcleo.

XIII.5. Ion-nitruración o nitrurado iónico

Es un tratamiento termoquímico que consiste en incorporar N en la superficie del acero por bombardeo iónico a presión reducida (sub-atmosférica).

Los procesos de tratamiento de materiales por plasma representan un grupo de técnicas modernas que utilizan gas ionizado para generar recubrimientos o modificar las propiedades superficiales de un material. Las técnicas de recubrimientos más conocidas son CVD y PVD asistidas por plasma, de amplio uso en microelectrónica, óptica y recubrimientos duros sobre herramientas de corte (nitruro de titanio, por ejemplo). No generan recubrimientos sino que difunden elementos, como el nitrógeno, dentro del material, quedando como intersticiales o formando compuestos (como nitruro de hierro) que proveen dureza y resistencia al desgaste y a la fatiga. También se pueden generar barreras contra la corrosión o la difusión de ciertos elementos (de uso en semiconductores).

La nitruración por plasma o nitruración iónica se presenta como un proceso alternativo a los métodos tradicionales en atmósfera gaseosa o en baño de sales fundidas, y tiene como ventaja principal una reducción en el tiempo de proceso y energía consumida y un mejor control de la microestructura de la capa nitrurada, manejando los parámetros de la descarga eléctrica.

Consiste en colocar la o las piezas a nitrurar en una cámara refrigerada (tipo de horno de pared fría). Se hace vacío, luego se introduce una mezcla controlada de gases. Se crea una diferencia de potencial entre pieza (cátodo (-)) y pared del horno (ánodo (+)). Bajo condiciones del proceso, temperatura, presión, tiempo, diferencia de potencial y atmósfera, se produce la capa nitrurada con las características de los procesos anteriores más las siguientes ventajas:

- Posibilidad de menores temperaturas
- Menores tiempos
- Despasivación
- Capas de compuestos y difusión metalúrgicamente superiores

XIII.5.1. Proceso

Se realiza un desengrase previo de la pieza (o una despasivación de la superficie del acero en el mismo horno de nitrurado iónico, como en los aceros inoxidables).

Las piezas se colocan en el horno, se realiza un vacío a una presión de 1 a 16 mbar (1 a 12 torr), manteniendo esa presión se introduce un mezcla de N_2/H_2 o $N_2/H_2/CH_4$. Al crear la diferencia de potencial el gas se ioniza y se forma una descarga luminosa alrededor de la pieza, convertida en cátodo. La diferencia de potencial puede utilizarse, según las circunstancias, entre 300 y 1100 V. Durante el tratamiento el voltaje cae entre cátodo y ánodo, debido a la diferencia de velocidad de los iones dentro de la cámara. Los iones positivos más pesados se mueven hacia el cátodo mucho más lentamente que los electrones, que van hacia el ánodo, esto hace que la caída de potencial ocurra directamente frente al cátodo y produzca un espacio positivo alrededor de la pieza (ánodo proyectado). Dentro de la región de caída del potencial, aparece el fenómeno de luminiscencia debido a que ocurre toda la ionización y excitación del gas. El efecto del ánodo proyectado es la producción de un halo brillante incandescente o fosforescente alrededor de las piezas cargadas catódicamente. Toda la energía requerida para calentar las piezas es provista por la liberación de la energía cinética de los iones que bombardean. Esta energía de los iones es adquirida al ser acelerados a través de la región de caída de voltaje del cátodo. En el impacto con el cátodo estos iones causan una evaporación local de los átomos en la superficie, esto se denomina chisporroteo (sputtering). El resto del componente es calentado a la temperatura requerida del proceso (en el rango de 350-570°C) por conducción térmica de esta superficie calentada. A temperaturas superiores a 350°C, el ion N^+ se incorpora en la superficie del acero ferrítico y adquiere suficiente movilidad para comenzar su difusión hacia el interior del material. Dentro del acero, el nitrógeno se combina con el Fe y con los elementos aleantes como Al, Cr, Mo, V, produciendo un incremento de la dureza de la superficie; todo esto va acompañado por la formación nitruros γ' (Fe_4N), ϵ ($Fe_{2-3}N$), o carbonitruros ($Fe_{2-3}C_xN_y$) en la capa de compuestos.

Un esquema del equipo de nitruración iónica se muestra en la Fig. XII.11, donde se destaca la cámara con el alojamiento catódico para la pieza, el equipo de bombeo para alcanzar la presión requerida, la fuente de potencia, termocupla colocada en la superficie de la pieza para el control continuo de temperatura, y la fuente de gas nitrurante.

Las condiciones principales del proceso de nitruración iónica pueden resumirse en:

Equipo:	Cámara refrigerada
Pieza:	Cátodo (-)
Cámara:	Ánodo (+)
Presión de trabajo:	1 a 6 mbar (1 a 20 torr)

Atmósfera: N_2/H_2 o $N_2/H_2/CH_4$
 Diferencia de potencial: 300 a 1100 V
 Potencia del equipo: 20 kW (tamaño de 0,6 m de alto y 0,45 m de diámetro)
 150 kW (tamaño de 3,1 m de alto y 1,1 m de diámetro)

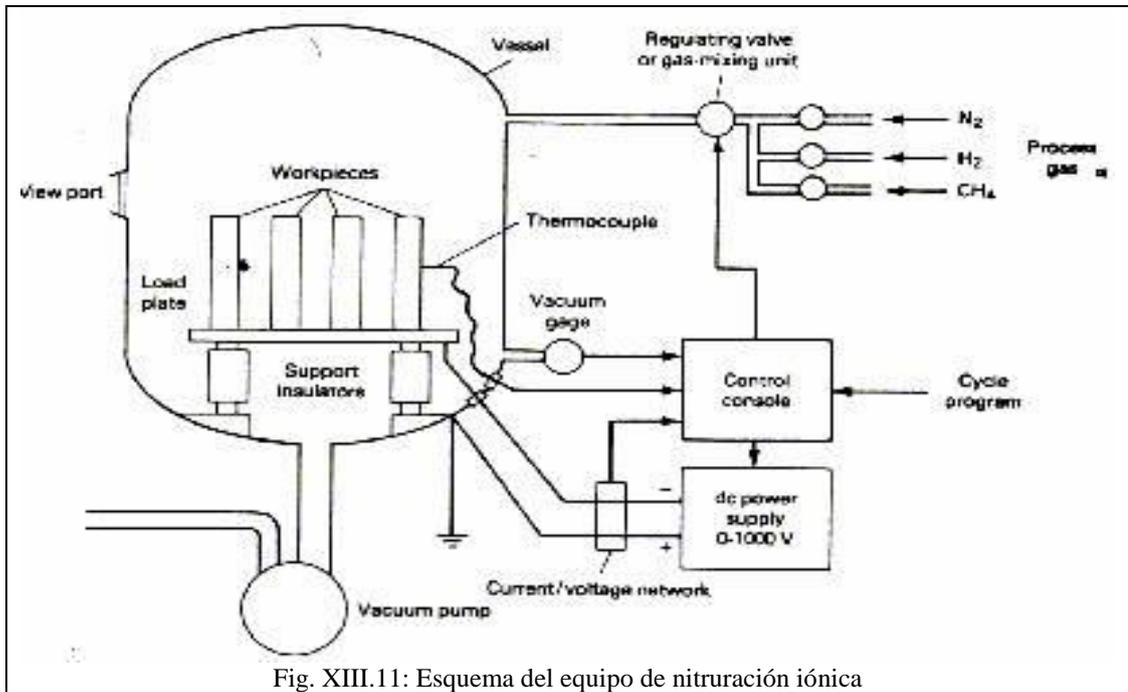


Fig. XIII.11: Esquema del equipo de nitruración iónica

Consumo de energía y costo anual para plasma y nitrocarburoción líquida en sales

	Duración (hr)	Ciclos día	Pot. Nom(Kw)	E. Consumida(kw/h)	Costo/Día(\$)	Costo/Año (\$)
Plasma GSW 150	7	3	10	210	54.600	17.089.800
Tenifer TS/40/30	3	7	33	693	180180	56.396.340
Ahorro					125.580	39.306.540