

FORMACIÓN DE UNA CAPA BORONITRURADA EN UN HIERRO PURO ARMCO

O. A. Gómez-Vargas^a, M. Ortiz-Domínguez^{b,c}, I. Campos-Silva^d, U. Figueroa-López^a, J. Oseguera-Peña^a, J. A. García-Macedo^a, V. A. Castellanos-Escamilla^c, J. Solís-Romero^e, E. Cardoso-Legorreta^c, A. Arenas-Flores^c, M. A. Abreu-Quijano^b, J. García-Serrano^c

^aDivisión de Estudios de Posgrado, ITESM Campus Edo. de México, Carr. Lago de Guadalupe Km. 3.5, Atizapán de Zaragoza CP. 5292, Estado de México, México.

^bUniversidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Escuela Superior de Ciudad Sahagún-Ingeniería Mecánica, Carretera Cd. Sahagún-Otumba s/n, Zona Industrial CP. 43990, Hidalgo, México.

^cUniversidad Autónoma del Estado de Hidalgo-AACTyM, Carretera Pachuca Tulancingo Km. 4.5, Mineral de la Reforma. CP. 42184. Hidalgo, México.

^dInstituto Politécnico Nacional, Grupo de Ingeniería de Superficies, SEPI-ESIME, U. P. Adolfo López Mateos, Zacatenco, 07738, D. F., México.

^eDivisión de Posgrado, Instituto Tecnológico de Tlalnepantla, Av. Instituto Tecnológico S/N, La Comunidad CP.54070 Tlalnepantla de Baz, Estado de México, México.

martin_ortiz@uaeh.edu.mx

RESUMEN

El presente trabajo estudia un proceso de endurecimiento superficial a través de la formación de una capa boronitrurada sobre la superficie de un hierro puro. La selección del hierro puro es para evadir la influencia de algún elemento de aleación que modifique el crecimiento de las capas. Los procesos fueron llevados a cabo de acuerdo a la siguiente secuencia: Para el proceso de borurización de pasta se sometieron diferentes muestras a temperaturas de 1173, 1223 y 1273 K con tiempos de 4, 6 y 8 horas para cada temperatura. Posteriormente, para el proceso de nitrurado empleando la técnica de empaquetamiento en caja se utilizaron temperaturas de 823 y 843K con tiempos de 4 y 6 horas. Las capas obtenidas fueron caracterizadas por microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, análisis por EDS así como evaluación por microdureza.

Palabras clave: Multicomponencial, borurización, nitruración, boronitrurado.

ABSTRACT

This work studies hardening process through the formation of a boronitriding layer on the surface of a pure iron. The selection of this material completely rules out the influence of the allowing elements in order to observe the growth of the layers without deviations. The process was carried out according to the following sequence: the paste-boriding treatment, which was held at temperatures of

1173, 1223 and 1273K, and treatment times of 4, 6 and 8 h for each of those temperatures. Afterwards, the nitriding treatment was performed at temperatures of 823 and 843 K for 4 and 6 h. The formed borides together with the nitrides were characterized by optical microscopy and scanning electronic microscopy (SEM) and microhardness.

Keywords: Multicomponential, Boriding, Nitriding, Boronitriding.

1. INTRODUCCIÓN

La necesidad por mejorar la resistencia al desgaste, la corrosión y en general el incremento de nuevas y mejores propiedades tribológicas, se han desarrollado nuevos tratamientos termoquímicos y en algunos casos mejoras de algunos ya existentes. El proceso de boronitrurado es relativamente reciente. Maragoudakis et. al [1], llevaron a cabo sobre un acero estructural un método de empaquetamiento para borurar a una temperatura de 1000°C por 8 h y posteriormente para el proceso termoquímico de nitrurado se realizó con gas de amoníaco a 500°C por 18 h, donde el resultado fue la obtención de una capa boronitrurada, como se puede observar en la Figura 1. Balandin [2], realizó la formación del multicomponential a través de una cama fluidizada con polvo de B₄C (5%) y con Cloruro de Amonio (NH₄Cl al 5%), así como corundum (Al₂O₃).

Los resultados arrojaron capas con esfuerzos residuales que provocaron su desprendimiento en algunas áreas. Calik A, et. al. [3], trabajó con un acero 8620 el cual fue borurado y posteriormente carburizado para poder realizar pruebas de desgaste. La capa carburizada generada es muy pequeña del orden de 5 a 6 μm lo que reduce el tiempo de la vida útil de la misma en esta prueba. Man. W. D, et. al. [4], aplicó un pretratamiento utilizando un plasma boronitrurado a través de la adición de NH₃ y B₂O₃-H₂ sobre insertos con carburo de tungsteno cementados con cobalto. Estas herramientas tienen una película protectora de diamante para mejorar su rendimiento y vida útil. Sin embargo según Man, la deposición y adhesión de estas películas de diamante son obstaculizadas por la presencia de cobalto aglutinado. Para resolver este problema se desarrolló un método simple con un pre-tratamiento a través de un plasma boronitrurado, el diamante fue entonces depositado por CVD. Para el proceso de nitrurado hay una amplia variedad de tratamientos. Existe nitruración por medio de gas, nitruración líquida y por plasma, [5]. En el presente trabajo se ha utilizado polvo de cianamida de calcio para la formación de la capa nitrurada, Elias M., [6]. Para el desarrollo experimental se ha boronitrurado un hierro puro para inhibir los elementos de aleación. El proceso de fue llevado por etapas. El objetivo fue obtener una capa multicomponential con buena adherencia, elevada dureza y resistencia al desgaste.

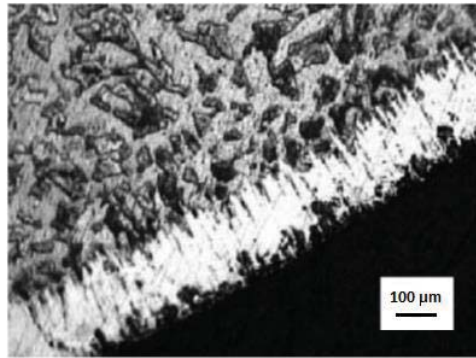


Figura 1. Fotomicrografía de una capa boronitrurada sobre un acero estructural. Maragoudakis et. al [1].

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se cortaron muestras cilíndricas de 25.4mm de diámetro y 7mm de espesor de un hierro ARMCO, con la siguiente composición: Mn 800ppm; C y P, 200ppm y S, 150ppm, [7]. En este proceso se realizaron los procesos de dos formas: inicialmente de manera simultánea, es decir, realizando los tratamientos sin sacar las muestras del horno y posteriormente por etapas donde los tratamientos fueron realizados por separado. Las temperaturas de los tratamientos fueron seleccionadas con base a los trabajos anteriores, [8-11]. Antes de llevar a cabo los procesos se realizó un rectificado sobre la superficie de las muestras con lijas de diferente granulometría, posteriormente se realizó un pulido fino con paños impregnados de pasta de diamante con diferentes tamaños de la partícula, esto con el objetivo de obtener una superficie limpia y libre de defectos que pudieran afectar el resultado. Para llevar a cabo los tratamientos se elevó la temperatura del horno con las muestras en su interior con las temperaturas y tiempos preestablecidos. Inicialmente, se realizó el proceso de nitrurado y en seguida el proceso de borurado para posteriormente invertir dichos procesos y a continuación se retiraron las muestras del horno para su caracterización. Una vez que se encontró la secuencia ideal para los tratamientos se realizó un diseño experimental para todos los tratamientos subsiguientes a diferentes temperaturas y tiempos de exposición, como se puede observar en la Figura 2.

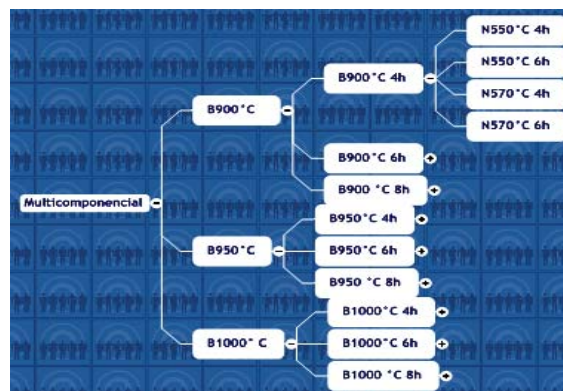


Figura 2. Diseño experimental para la formación de la capa multicomponencial.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados iniciales no presentan una estructura homogénea además de presentar baja dureza a la esperada. La Figura 3 corresponde a la microestructura de una muestra con un proceso de nitrurado y con un tratamiento posterior de borurado. Como se puede observar la microestructura está constituida por agujas de nitruro en una matriz ferrítica. La evaluación por microdureza da un resultado de 120 HV sobre la superficie.

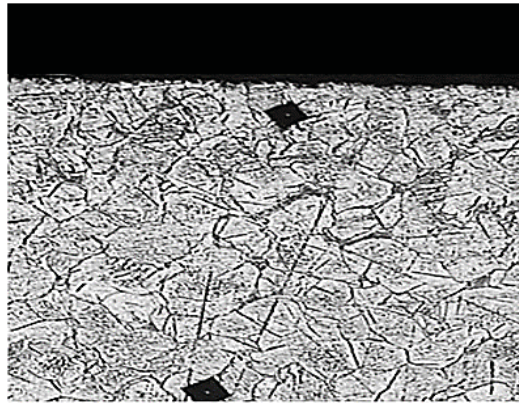


Figura 3. Muestra nitrurada y posteriormente borurada. La microestructura presenta agujas de nitruro en una matriz ferrítica, [12].

La Figura 4 corresponde al proceso de borurado y posteriormente el proceso de nitrurado. Como se puede observar solo se observa una capa de boro sobre una matriz ferrítica. No se observa una capa nitrurada ni tampoco una zona de difusión con agujas de nitruro.

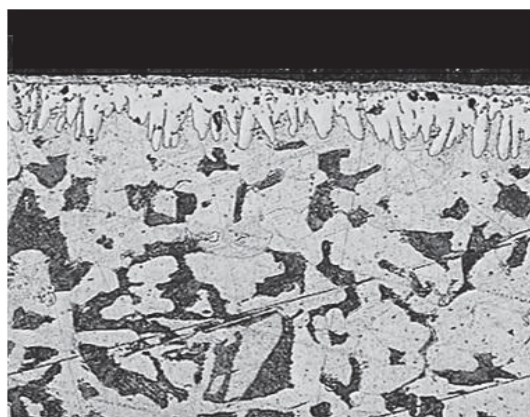


Figura 4. Capa borurada sobre la superficie del sustrato que presenta granos ferríticos y granos perlíticos, [12].

Posterior a los procesos simultáneos se llevaron a cabo los procesos por etapas. Estos resultados presentan una capa multicomponencial con una microestructura más homogénea que los procesos anteriores como la que se muestra en la Figura 5.

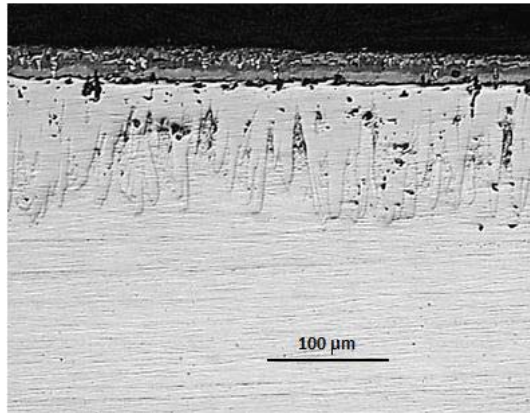


Figura 5. Fotomicrografía de la capa boronitrurada de aproximadamente 150 μm .

Los resultados sugirieron que la capa obtenida por etapas presentaba una capa multicomponencial con mejores propiedades mecánicas que fueron evaluadas. Para las muestras obtenidas con la capa multicomponencial fueron caracterizadas con varias técnicas como: Microscopía Óptica y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), microanálisis por EDS y evaluación por microdureza. La Figura 6, se observan las capas del multicomponenciales formadas sobre la superficie del hierro puro. Dichas capas están constituida por las fases Fe_xB_y y Fe_xN_y . Sobre las capas se realizó un microanálisis por EDS, se gráfica el número de cuentas por segundo contra kiloelectronvolts donde se observa la presencia de los elementos de B, N, C, O y Fe como se puede observar en la Figura 7 y 8. La presencia de oxígeno es por no contar con una atmósfera controlada para inhibirlo.

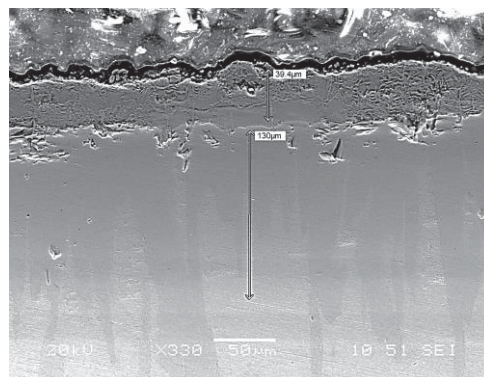


Figura 6. Imagen tomada en el MEB de la capa multicomponencial boronitrurada sobre la superficie de un hierro puro.

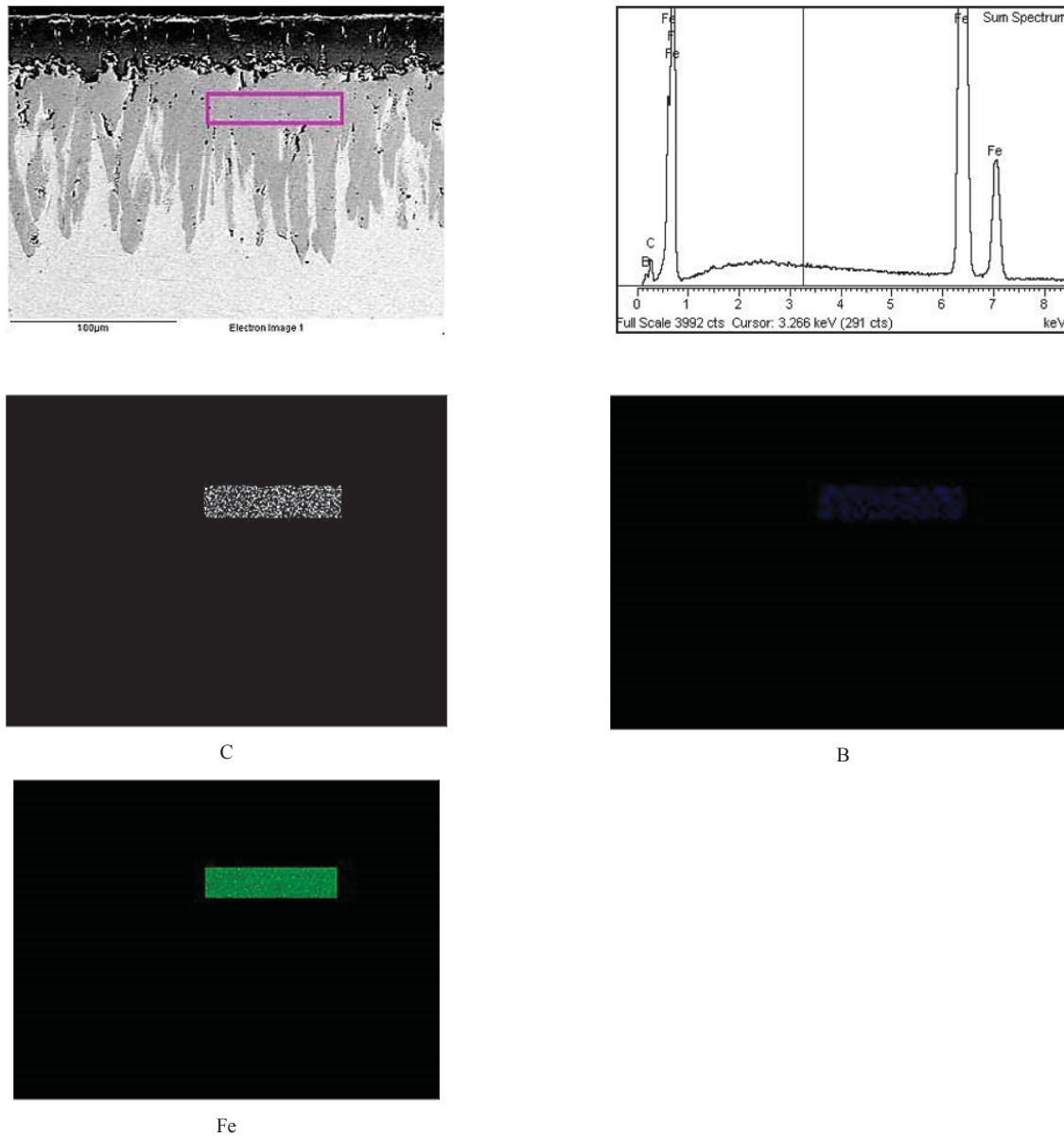


Figura 7. Microanálisis y mapeo por EDS sobre la capa de boro, se encuentran presentes los elementos B, C y Fe.

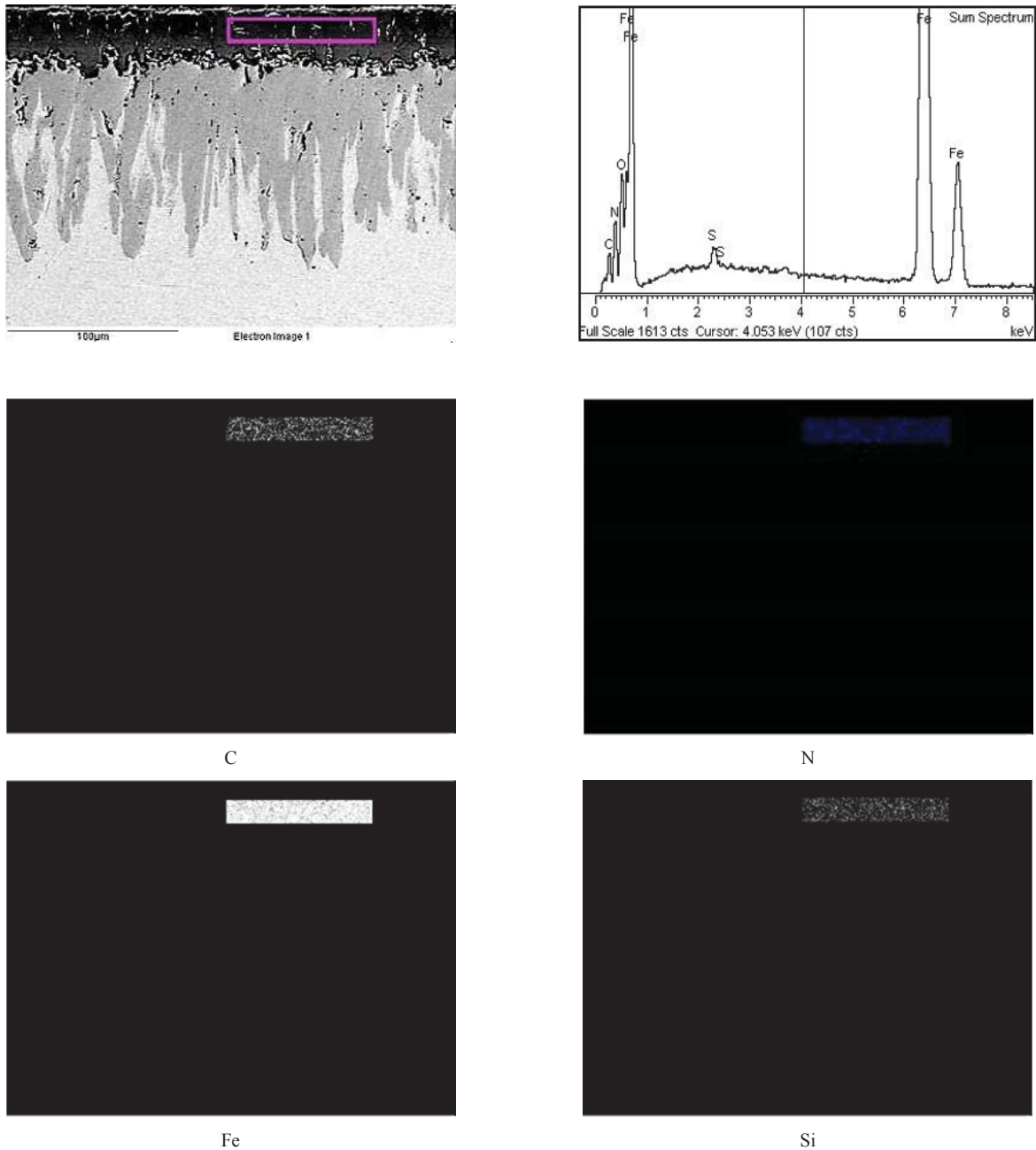


Figura 8. Microanálisis y mapeo por EDS sobre la capa nitrurada, se encuentran presentes los elementos N, C, Si y Fe. La presencia de oxígeno puede ser debida a que no se cuenta con una atmósfera controlada.

También se realizó la caracterización mecánica a través de la evaluación por microdureza Knoop. Las Figura 9 y 10, se presenta la prueba realizada con una carga de 200 g, desde la superficie a una profundidad de 150 µm, la cual fue realizada a través de la capa multicomponental (el tratamiento

de borurización se llevó a cabo a la temperatura de 1223 K y el tratamiento de nitruración se llevó a cabo a la temperatura de 823 K, para un tiempo de 6 h de tratamiento).

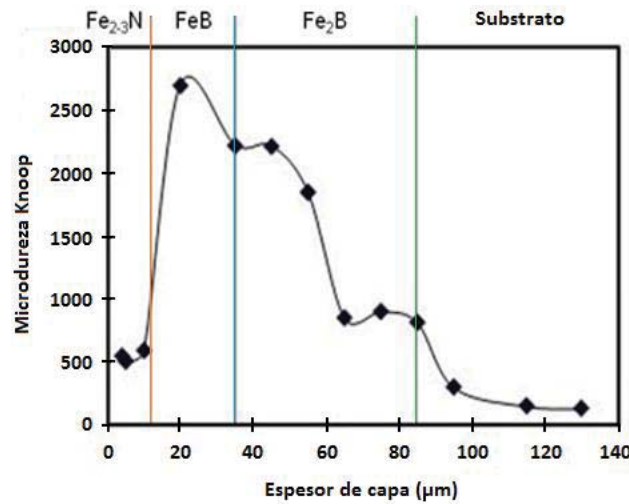


Figura 9. Perfil de microdureza en la escala Knoop a través de la capa multicomponeñal formada a una temperatura de 1223 K para el tratamiento de borurización y de 823 K para el tratamiento de nitruración, para un tiempo de tratamiento de 6 h.

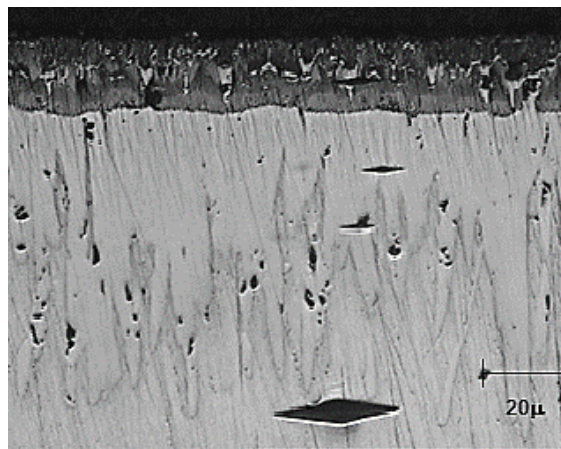
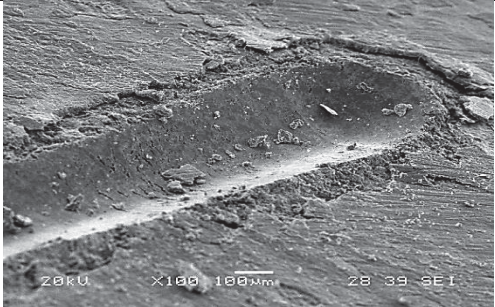
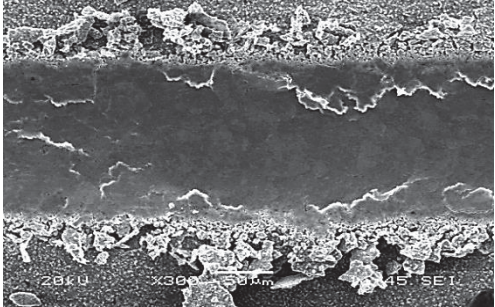
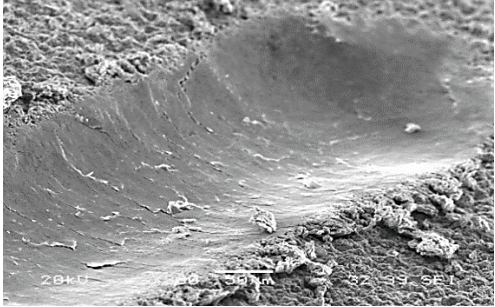
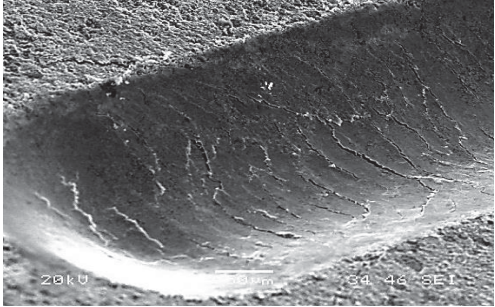


Figura 10 Pruebas de microdureza Knoop a través de la capa multicomponeñal formada a una temperatura de 1223 K para el tratamiento de borurización y de 823 K para el tratamiento de nitruración, para un tiempo de tratamiento de 6 h.

La capa Fe_3N presenta una microdureza promedio de 500 HV (dureza Vickers (HV)) a 16 μm de profundidad en promedio. Posteriormente a una profundidad promedio de 35 μm se eleva el valor de la microdureza a 2000 HV en promedio y que corresponde a la capa FeB . A un promedio de 80 μm de profundidad se tiene un valor promedio de 1700HV sobre la capa Fe_3B para después caer a 100

HV que corresponde al sustrato. Se realizó una prueba de scratch sobre la superficie de la capa multicomponental. Los modos de falla observados en la prueba dependen de varios factores y se caracterizan en términos de dureza del sustrato y del recubrimiento, [13]. Las pruebas fueron realizadas sobre muestras que fueron más representativas o que presentaron una mejor estructura y son expuestas en la Tabla 1. La carga crítica (Lc) en la prueba de rayado está dada por un nivel de daño (nivel N) y esta correlacionada por un tipo de daño específico.

Tabla 1. Modos de falla de una prueba de scratch sobre la superficie de la capa multicomponental.

Tratamiento	Figura	Terminología	Lc
Borurado a 950°C a 6h Nitrurado 550°C a 4h		Gross spallation Ductile Tensile Cracking	10N
Borurado 950°C a 6h Nitrurado 550°C a 6h		Conformal cracks Tensile cracks	15N
Borurado 950°C a 8h Nitrurado 570°C a 4h		Buckle spallation Cracks	15N
Borurado 950°C a 4h Nitrurado 570°C a 6h		Buckle spallation Cracks	---

4. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se desarrolló una metodología para producir un sistema multicomponencial base Boro-Nitrógeno. De las dos metodologías no fue posible producir la capa B-N a través del método simultáneo. Esto quiere decir, que no fue posible realizar el tratamiento térmico de borurado y nitrurado sin sacar la muestra del horno. Por el proceso por etapas se pudo formar un sistema constituido por capas Fe₃N, FeB y Fe₂B sobre la superficie de un hierro puro. Las pruebas por MEB y EDS corroboraron la presencia de estas fases. La evaluación de microdureza de las capas es similar a la reportada en trabajos previos. Es importante mencionar que los tratamientos se llevaron a cabo en hornos sin atmosfera controlada, se sugiere en los experimentos posteriores utilizar hornos que puedan inhibir la presencia de oxígeno. Los resultados de la prueba de scratch exhibieron que tres de las muestras presentaron deformación plástica sobre el multicomponente. Como la carga se va incrementando en la prueba, un recubrimiento suave se deforma plásticamente de manera progresiva hasta el punto en donde puede quedar al descubierto el sustrato o la capa subsecuente.

AGRADECIMIENTOS

El trabajo descrito en el presente artículo fue financiado por la beca otorgada por PRODEP y CONACyT.

BIBLIOGRAFÍA

- MARAGOUDAKIS, N. E., STERGIOUDIS, G., OMAR, H., PAVLIDOU, H., TSIPAS, D. N. Boron-nitriding of steels US-731. *Materials Letters*, 2002, vol. 57. p. 949–952. ISSN: 0167-577X.
- BALANDIN, Y. A. Boronitriding of Die Steels in fluidized bed. *Metal Science and Heat Treatment*. vol. 46, p. 385–387. ISSN: 0026-0673.
- CALIKA, A., DUZGUNB, A., EKINCIC, A. E., KARAKASD, S., UCARE, N. Comparison of hardness and wear behaviour of boronized and carburized AISI 8620 steels. *Acta Physica Polonica*, vol. 116. p. 1029–1032. ISSN: 0587-4246.
- MAN, W. D., WANG, J. H., MA, Z. B., WANG, C. X. Plasma boronitriding of WC (Co) substrate as an effective pretreatment process for diamond CVD. *Surface and Coatings Technology*, 2003, vol. 171. p. 241–246. ISSN: 0257-8972.
- PYE, D. Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing, First ed. USA: ASM International, 2003, Section 1, p. 1–12. ISBN: 087-170-7918.
- ELIAS, Milton. Caracterización Mecánica y Cinética de crecimiento de fases Nitruradas obtenidas por el proceso de Nitruración en polvo. Tesis de Doctorado, Instituto Politécnico Nacional, México, 2013.
- CAMPOS, I., TORRES, R., BAUTISTA, O., RAMÍREZ, G., ZUÑIGA, L. Evaluation of the diffusion coefficient of nitrogen in Fe₄N_{1-x} nitride layers during microwave post-discharge nitriding. *Applied Surface Science*, 2005, vol. 249, p. 54–59. ISSN: 0169-4332.
- BERNAL, J. L., OSEGUERA, J., CASTILLO, F. Growth kinetics of nitride layers during microwave post-discharge nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 2005, vol. 200, p. 1458–1463. ISSN: 0257-8972.

9. SALAS, O., FIGUEROA, U., OSEGUERA, J. Nitride nucleation and growth during plasma and post-discharge nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 2003, vols. 163-164, p. 339–346. ISSN: 0257-8972.
10. KEDDAM, M. Surface modification of the pure iron by pulse plasma nitriding: application of a kinetic model. *Materials science and engineering A*, 2007, vol. 462, p. 169–173. ISSN: 0921-5093.
11. MASSALSKI, T. B. Binary Alloys Phase diagrams, Second ed. USA: ASM International, 1990, vol. 1, p. 211–213. ISBN: 9780-87170-4030.
12. BRAMFITT, B. L., BENSCOTER, A. O. Heat Treater's Guide. Practices and procedures for Irons and Steel. First ed. USA: ASM International, 1994, p. 1–354. ISBN: 978-0-87170-748-2.
13. BULL, S. J., BERASETEGUI, E. G. An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing. *Tribology International*, 2006, vol. 39, p. 99–114. ISSN: 0301-679X.