

# Propiedades mecánicas del acero AISI 4140 tratado térmicamente y nitrurado por plasma

## Mechanical properties of heat treated and plasma nitride AISI 4140 steel

José Solís Romero <sup>a</sup>, Jesús Valdés Ramírez <sup>b</sup>, Oscar A. Gómez Vargas <sup>c</sup>, Alejandro Rodríguez Molina <sup>d</sup>, Eduardo Jacinto García <sup>e</sup>

### Abstract:

In this work, a heat treated and plasma nitrided AISI 4140 steel has been investigated. The study involves a microstructural and mechanical properties with the aim of verifying certain improving of functional surface characteristics. The steel was subjected to heat treatment of normalised, quenched and tempering varying time and temperatures. Afterwards, a plasma nitriding was carried out by using different exposition times and temperatures. Optics microscopy and X ray diffraction were used to evaluate the microstructural features. On the other hand, Vickers microhardness was employed to characterised the mechanical properties.

### Keywords:

Plasma nitriding, AISI 4140 steel, heat treatment.

### Resumen:

En el presente trabajo se investigó el acero AISI 4140 con tratamiento térmico previo a la aplicación del proceso tecnológico de nitruración por plasma con respecto a su respuesta microestructural, y microdureza, a fin de verificar la posibilidad de mejora de sus características funcionales superficiales. Se realiza un tratamiento térmico de normalizado, temple/revenido y posterior nitrurado por plasma con diferentes tiempos de exposición a los gases y diferentes temperaturas. La evaluación microestructural es por medio de microscopía óptica y difracción de rayos X. Se empleó la microdureza Vickers para la evaluación mecánica.

### Palabras Clave:

Nitruración por plasma, acero AISI 4140, tratamientos térmicos

## Introducción

Los materiales metálicos ferrosos, se emplean en una amplia cantidad de sectores como componentes o partes de máquinas. Los aceros, continúan considerándose materiales estratégicos para la industria con más rápido desarrollo ingenieril como lo es la automotriz y otro tanto la de construcción, entre otras más (Ulewicz & Nový,

2017). La reducción en peso, la confiabilidad operacional y vida en servicio, combina otros indicadores, tales como reparabilidad, resistencia al desgaste, a la corrosión, fatiga, etc. continúa siendo fundamental para el impacto de operaciones tecnológicas en la calidad de los componentes. De esta manera, la investigación de materiales metálicos con mejores propiedades físicas, químicas y/o mecánicas es central para el desarrollo de

<sup>a</sup> Autor de Correspondencia, TecNM | Instituto Tecnológico de Tlalnepantla | Tlalnepantla de Baz-Estado de México | México, <https://orcid.org/0000-0002-2483-083X>, Email: jose.sr1@tlalnepantla.tecnm.mx

<sup>b</sup> Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo | Morelia-Estado de Michoacán | México, <https://orcid.org/0000-0002-2119-5746>, Email: jesus\_valdes\_ramirez@hotmail.com

<sup>c</sup> TecNM | Instituto Tecnológico de Tlalnepantla | Tlalnepantla de Baz-Estado de México | México, <https://orcid.org/0000-0003-3310-6605>, Email: oscar.gv@tlalnepantla.tecnm.mx

<sup>d</sup> TecNM | Instituto Tecnológico de Tlalnepantla | Tlalnepantla de Baz-Estado de México | México, <https://orcid.org/0000-0002-6901-3833>, Email: alejandro.rm@tlalnepantla.tecnm.mx

<sup>e</sup> TecNM | Instituto Tecnológico de Tlalnepantla | Tlalnepantla de Baz-Estado de México | México, <https://orcid.org/0009-0008-2437-2761>, Email: eduardo122505@gmail.com

estas industrias y, en consecuencia, para el bienestar humano.

Materiales de ingeniería, tal como el acero AISI 4140, se utiliza normalmente en la industria automotriz, aeronáutica y petrolera, debido al comportamiento mecánico estático como, por ejemplo, su resistencia a la tensión y compresión, microdureza, vida en servicio, durabilidad de componentes, particularmente cuando es necesaria la buena respuesta a carga repetida. No obstante, este material es susceptible de extender sus capacidades más allá de sus límites convencionales, explorando el concepto de tratamiento superficial. El acero AISI 4140 se puede nitrurar (Koenig et al., 2019) para difundir materia desde la superficie y hasta cierta profundidad, con la finalidad de adicionar resistencia al desgaste y corrosión en esta zona, sin afectar las propiedades del material base. En este proceso, los componentes se exponen a una atmósfera que contiene nitrógeno a temperaturas que oscilan entre los 480-590 °C. Este nitrógeno reacciona con la superficie y se difunde hacia el núcleo del componente.

Es práctica común que los procesos de nitrurado los antecedan tratamientos térmicos como el templado y el revenido. Estos últimos, son llevados a cabo para satisfacer los requerimientos de propiedades mecánicas en el núcleo del componente y mejora de su maquinabilidad. Sin embargo, raramente se considera el posible efecto que tienen dichos tratamientos térmicos sobre la estructura y propiedades de la capa difundida que se logra con el nitrurado. El propio proceso de nitrurado pudiera inducir cierta pérdida de fortalecimiento estructural del material base por efecto de doble revenido.

El efecto del tratamiento térmico sobre la estructura y propiedades de aceros nitrurados se estudió por [Gerasimov et al., 2000] en términos de temple y revenido. No obstante, los datos que se presentan son algo contradictorios, debido a que la microdureza de las capas nitruradas disminuye con el incremento de la temperatura de revenido. Los resultados se explicaron por las diferentes dispersiones en la estructura antes del nitrurado. Por su parte, (Rodicheva, 1980), concluyó que la región endurecida de un acero 30Kh (equivalente con AISI 5130) nitrurado por sales y con tratamiento térmico previo de temple/revenido es ligeramente más grande que el acero normalizado.

La capacidad de carga del acero nitrurado depende de la dureza y resistencia de la capa nitrurada y del sustrato (Podgornik et al., 2000). Si el acero es templado y revenido antes que la nitruración, estos tratamientos térmicos pueden no solo afectar la resistencia, tenacidad y ductilidad del sustrato sino también modificar la

microestructura, la cual, puede influenciar en la difusividad del nitrógeno durante el proceso de nitrurado, haciendo que las capas de nitruros disminuyan su gradiente de dureza (Duan et al., 2019). La aplicación apropiada de tratamientos térmicos puede asegurar una alta resistencia y tenacidad del sustrato y, en consecuencia, buenas propiedades en la superficie del componente nitrurado.

En el presente trabajo se investiga la influencia que ejerce el tratamiento térmico de normalizado, temple y revenido en el acero AISI 4140 con tratamiento superficial de nitrurado.

### Metodología

La composición química del acero AISI 4140 [Pérez-Pérez et al., 2019] está dada en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química del acero AISI 4140. Fuente: Elaboración propia.

Componente	C	Si	Mn	Cr	Mo
% promedio	0.40	0.30	0.90	1.00	0.20

Las dimensiones de cada probeta fueron: 19 mm de diámetro y 5mm de espesor. El pulido del material se realizó en forma convencional (papeles con diferente granulometría y pulido con pasta) hasta alcanzar 0.08-1µm de rugosidad. Los tratamientos térmicos se llevaron a cabo en el siguiente orden:

- a) Normalizado. 650 °C durante 15 min. Se incrementó hasta 850 °C, durante 25 min. Enfriamiento con horno abierto.
- b) Temple. 850 °C durante 25 min. Enfriamiento rápido en aceite.
- c) Revenido. Este tratamiento se realizó en dos etapas. Primera, calentamiento hasta 200 °C durante 1hr. Segunda, calentamiento hasta los 400 °C durante 1 hr. Enfriamiento lento fuera del horno para ambas etapas.

La nitruración por plasma se llevó a cabo con dos diferentes experimentos. El primero, a 450 °C durante 2 hrs. El segundo a 350 °C durante 8 hrs. La mezcla de gases se conservó constante con 70 % Ni y 30% H. Se empleó gas Ar para limpieza de la atmósfera adentro de la cámara del reactor. Dicha cámara se evacuó 1.36x10<sup>-6</sup> Pa. En la Tabla 2 se exponen los parámetros de procesamiento para la nitruración por plasma.

Tabla 2. Condiciones del acero para la nitruración por plasma. Fuente: Elaboración propia.

Probeta	Tratamiento térmico previo	Temp. 1 (°C)	Temp. 2 (°C)	Tiempo 1 (hrs.)	Tiempo 2 (hrs.)
A	Sin	—	—	—	—
A'	Sin	450	350	2	8
B	Normalizado	—	—	—	—
B'	Normalizado	450	350	2	8
C	Templado	—	—	—	—
C'	Templado	450	350	2	8
D	Revenido 200 °C	—	—	—	—
D'	Revenido 200 °C	450	350	2	8
E	Revenido 400 °C	—	—	—	—
E'	Revenido 400 °C	450	350	2	8

Para caracterización microestructural se utilizó un difractor de rayos X. Es un equipo Bruker D8 advanced con colimador de salida de 2 y 0.2 mm de apertura y radiación de Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ ). Las muestras se analizaron bajo las siguientes condiciones de operación: Velocidad de Avance: 0.02°, Tiempo: 0.6 seg., Rango 2 $\theta$ : 25° a 90°. El análisis se realizó directamente sobre cada una de las caras pulidas posterior a los tratamientos térmicos de normalizado, templado y revenido.

Los ensayos de microdureza se llevaron a cabo utilizando un durómetro Mitutoyo modelo HM-200, atendiendo la norma ASTM E-384. Las cargas empleadas fueron de 100 gr. con un tiempo de aplicación de 15 seg.

### Resultados y discusión

La microestructura de la sección transversal del acero nitrurado por plasma se muestra en la Figura 1.

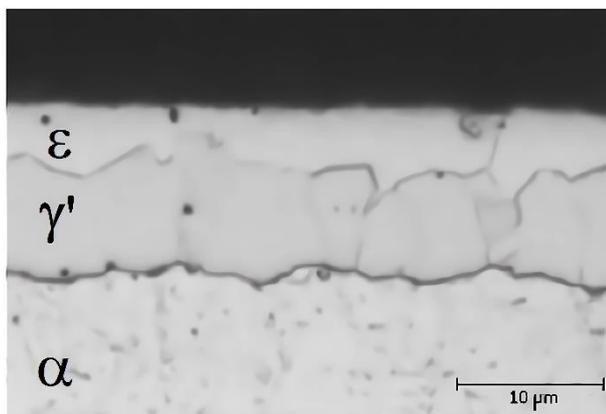


Figura 1. Microscopía óptica de la sección transversal de acero nitrurado, atacado con solución de nital al 2%.

Temperatura 350 °C durante 8 hrs. Sin tratamiento térmico previo. Fuente: Elaboración propia.

El sustrato se compone de martensita revenida de una probeta que fue templada y revenida. En la superficie se puede observar la capa nitrurada con la correspondiente región de difusión de nitrógeno, así como la capa compuesta. Con la finalidad de corroborar la presencia de las fases presentes en los productos que generó el proceso de nitrurado, se llevaron a cabo los análisis por difracción de rayos X para cada configuración de tratamiento térmico y superficial. Para contrastar, en la Figura 2 se muestra el contenido químico superficial del acero solamente con tratamiento térmico. Se puede observar que la estructura ferrítica (Fe- $\alpha$ ) cúbica centrada en el cuerpo (BCC) es la fase que prevalece, en el plano (110).

En la Figura 3 se ilustran las fases que se generaron en el acero normalizado y nitrurado bajo las condiciones que se indican. En cada uno de los patrones de difracción se presenta un pico que sobresale de los demás, el cual corresponde a la fase Fe- $\alpha$ . También se puede apreciar apenas la presencia de los nitruros  $\epsilon$  (●), así como  $\gamma'$  (■), con ausencia de la capa compacta ( $\epsilon$ -Fe $_2$ - $_3$ N y  $\gamma'$ -Fe $_4$ N). Este resultado es congruente debido al corto tiempo de nitruración de tan solo 2 hrs. aunque la temperatura fue de 450 °C. El tiempo de difusión del elemento nitrógeno en la matriz de hierro fue relativamente corto. Es notable la presencia de picos de la fase Fe $_2$ O $_3$  (▲), que es un óxido ferroso. Se puede atribuir esta aparición al control de la presión con valores relativamente altos en el reactor. Lamentablemente los óxidos se presentaron en prácticamente todo el material nitrurado.

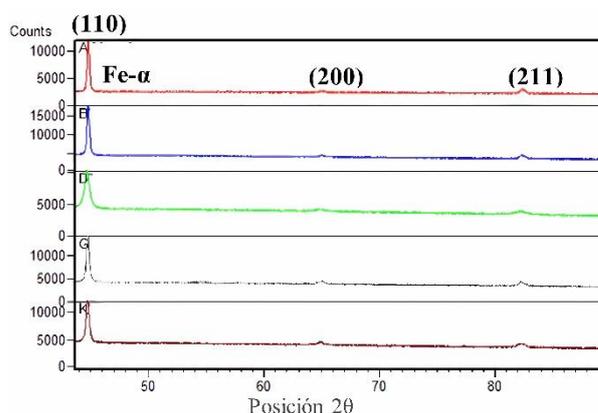


Figura 2. Patrón de difracción de rayos X del acero sin tratamiento térmico (A), normalizado (B), templado (D'), revenido a 200 °C (G) y revenido a 400 °C (K'). Fuente: Elaboración propia.

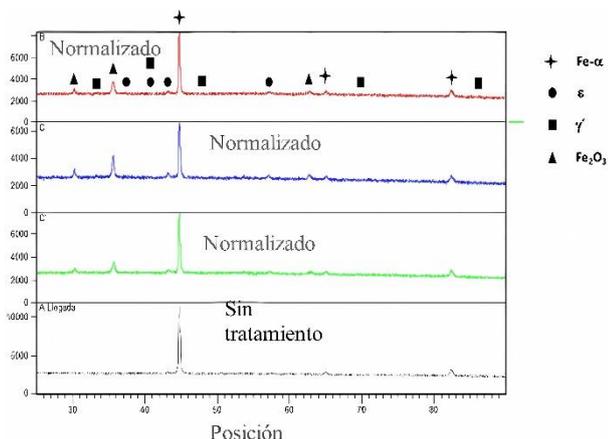


Figura 3. Difracción de rayos X del acero normalizado y nitrurado a 450 °C durante 2 hrs. Fuente: Elaboración propia.

Los aceros solamente templados y luego nitrurados, prácticamente mantuvieron la misma generación de productos, como se muestra en la Figura 4. La única excepción fue el cambio de fase Fe-α ferrítica, por la fase α' (♦) martensítica. Esta última transformación es muy usual cuando existe temple en el acero. En la Figura 5, se presenta el patrón de difracción para el acero revenido a 200 °C.

Cuando se emplearon los tiempos de exposición largos, los patrones de difracción difieren principalmente en el decremento de los picos de óxidos. Por ejemplo, en la Figura 6, se puede observar que la fase ferrítica (Fe-α) sobresale del resto de los productos. Es un resultado congruente cuando solo se tiene normalizado como tratamiento térmico previo al nitrurado.

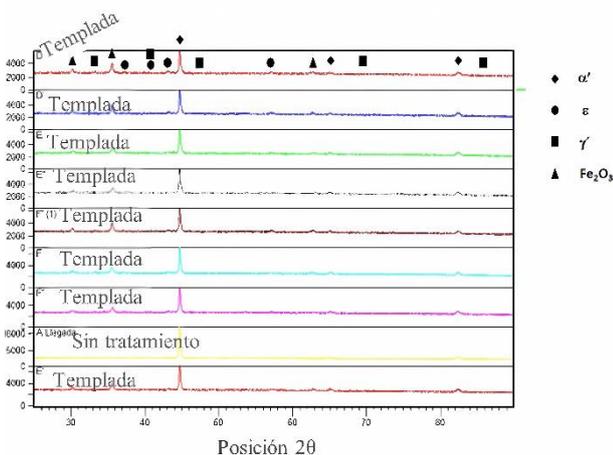


Figura 4. Difracción de rayos X del acero templado y nitrurado a 450 °C durante 2 hrs. Fuente: Elaboración propia.

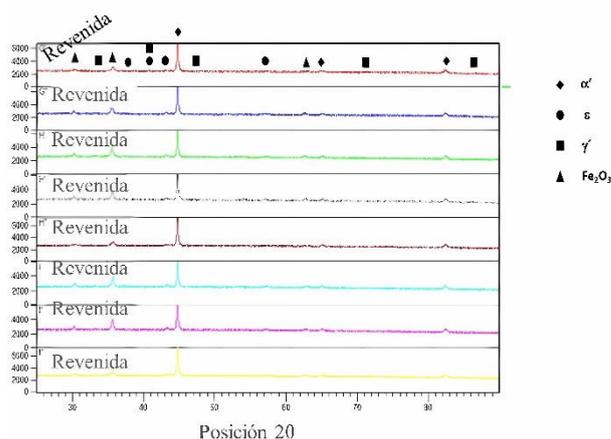


Figura 5. Difracción de rayos X del acero revenido y nitrurado a 450 °C durante 2 hrs. Fuente: Elaboración propia.

Sin embargo, resalta a la vista la disminución de los picos de óxidos de hierro. Estos óxidos que se generaron fuertemente en la nitruración con duración de 2 hrs. Este comportamiento se relaciona con la duración del nitrurado (8h), es decir, la difusión del nitrógeno tuvo mayor penetración, y en forma más homogénea con el nitrógeno e hidrógeno. La gran mayoría de las especies vibracionalmente se excitaron a un nivel fundamental en la del reactor. Estas moléculas se absorbieron en la superficie del hierro y posteriormente se disociaron y disolvieron en la matriz del acero. Por otra parte, la ausencia de capa blanca puede explicarse por el hecho de que para el tipo de plasma que se trabajó, se logró llevar a cabo el proceso a baja temperatura y baja concentración de nitrógeno en el gas de trabajo.

Para el temple y nitrurado de larga duración el comportamiento es análogo al normalizado, con la excepción de la transformación ferrítica Fe-α a martensítica α'. También se observa la presencia muy ligera de los nitruros (ε + γ'), que es un indicativo de la difusión del nitrógeno en la matriz de acero.

La dureza superficial del acero nitrurado por plasma con y sin tratamiento térmico previo se presenta en la Figura 6. Aunque la dureza superficial del templado sin nitrurar alcanzó el valor más alto, no significa que es lo mejor. La intención del tratamiento superficial de nitrurado es otorgar mayor resistencia, pero en un perfil que va desde la superficie del acero y hacia el centro del sustrato.

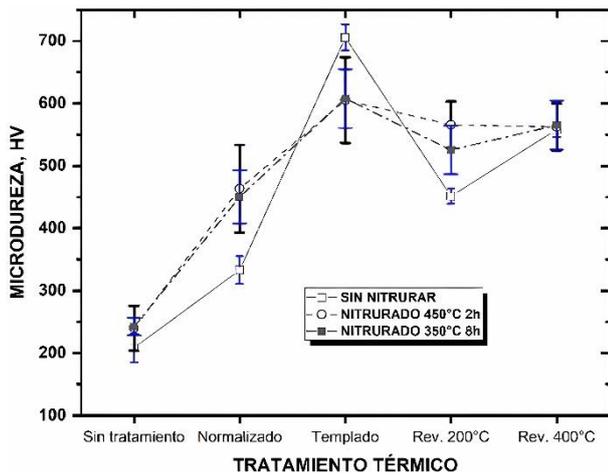


Figura 6. Comportamiento mecánico en términos de microdureza del acero y los tratamientos que se investigaron en este estudio. Fuente: Elaboración propia.

Esa es exactamente la difusión de las especies, lo que se busca como resistencia al desgaste o a la corrosión. Aunque existe una diferencia en el tiempo de exposición de los procesos de nitrurado que se investigan en este trabajo, no se presentó una discrepancia significativa en la respuesta mecánica a la penetración. Sin embargo, cuando se compara la microdureza del acero nitrurado con tratamiento térmico, en promedio, se encuentra por encima del acero que no recibió nitruración (debido a la generación de nitruros  $\epsilon$  así como  $\gamma'$  en la zona de difusión), teniendo como única excepción al acero templado. Esta situación puede explicarse en relación con el proceso de nitruración, ya que, a la temperatura tanto de 450 como 350 °C, se pudo presentar una liberación de esfuerzos lo que condujo a la disminución de la microdureza.

### Conclusiones

En este trabajo se reporta el comportamiento microestructural y mecánico del acero AISI 4140 tratado térmicamente y nitrurado por plasma. De los resultados que se alcanzaron, se pueden hilvanar las siguientes conclusiones:

- La nitruración por plasma produce diferentes estructuras desde la superficie y en la profundidad. Es común que se desarrolle una capa compuesta y una zona de difusión. En esta investigación se generó la zona de difusión dada la presencia de los nitruros  $\epsilon + \gamma'$ .

- Quedó demostrado que la microestructura de la capa superficial y hacia el núcleo se afecta por los cambios que ocurran en los parámetros de la nitruración, tales como la temperatura, el tiempo y la relación de mezcla de gases.
- Si la microestructura de la capa superficial se modifica, entonces se afectan las propiedades mecánicas.
- La nitruración por plasma con tiempos cortos (para esta investigación fueron 2h) produce óxidos debido a la corta posibilidad de difusión de las especies. Por el contrario, la nitruración con duración de 8h favoreció el decremento de dichos óxidos.
- La producción de  $\epsilon + \gamma'$  benefició a la dureza en la superficie. Específicamente en el acero sin tratamiento térmico pero nitrurado, normalizado + nitrurado, y templado + revenido a 200°C.
- La nitruración por plasma genera productos sobre la superficie y hacia el núcleo del acero AISI 4140, los cuales modifican las propiedades mecánicas tal que son superiores a las propiedades del acero con tratamiento térmico, pero sin la aplicación de la nitruración por plasma.

### Referencias

Duan, Y., Qu, S., & Li, X. (2019). Effect of quench-tempering conditions prior to nitriding on microstructure and fretting wear mechanism of gas nitrided X210CrW12 steel. *Surface and Coatings Technology*, 360, 247-258. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.12.066>

Gerasimov, S. A., Zhikharev, A. V., Golikov, V. A., Gress, M. A., & Zubarev, G. I. (2000). Effect of prior heat treatment on the structure and properties of nitrided steels. *Metal Science and Heat Treatment*, 42(6), 226-227. <https://doi.org/10.1007/BF02471316>

Koenig, J., Hoja, S., Tobie, T., Hoffmann, F., & Stahl, K. (2019). Increasing the load carrying capacity of highly loaded gears by nitriding. *MATEC Web Conf.*, 287, 02001. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201928702001>

Pérez-Pérez, A., Téllez-Martínez, J., Hortelano-Capetillo, G., & Barraza-Fierro, J. (2019). Dimensionamiento de un horno de fundición por inducción electromagnética y cálculo de los parámetros eléctricos. *Revista de Ingeniería Eléctrica*, 1-15. <https://doi.org/10.35429/JEE.2019.8.3.1.15>

Podgornik, B., Vizintin, J., Ronkainen, H., & Holmberg, K. (2000). Friction and wear properties of DLC-coated plasma nitrided steel in unidirectional and reciprocating sliding. *Thin Solid Films*, 377-378, 254-260. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(00\)01302-X](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0040-6090(00)01302-X)

Rodicheva, I. B. (1980). Effect of preliminary heat treatment on the properties of the nitrided case on aluminum-free structural steels. *Metal*

Science and Heat Treatment, 22(6), 390-392.  
<https://doi.org/10.1007/BF00693638>

Ulewicz, R., & Nový, F. (2017). Fatigue Resistance and Influence of Cutting Technology on the Mechanical Properties of Modern Steels Used in the Automotive Industry. *Procedia Engineering*, 192, 899-904.  
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.06.155>