

Estudio de las capas FeB/Fe₂B formadas sobre la superficie de 2 tipos de aceros y caracterizando la superficie generada por SEM y EDS

Study of the FeB/Fe₂B layers formed on the surface of 2 types of steels and characterizing the generated surface by SEM and EDS

Jesús A. Hernández Ramos^a, Edith Flores Vázquez^b, Eduardo Coronel Guerra^c, Oscar A. Gómez Vargas^d, Martín Ortiz Domínguez^e, Ángel J. Morales Robles^f

Abstract:

The thermochemical treatment of boriding modifies the mechanical, physical and chemical properties on the surface of the metal and its alloys. The process consists of the diffusion of boron into the material to achieve greater hardness. This can be presented as a single-phase or two-phase layer. This work focuses on demonstrating the differences in growth activation energy of these layers for H13 and 52100 steels, using different time and temperature parameters in both samples. Metallographic characterization and scanning electron microscopy analysis were carried out. The interpretation of the graphs shows the result of the linear regression of the growth constants; subsequently, the activation energy of each steel was obtained respectively through the Arrhenius equation. The results show that H13 steel requires a greater amount of energy (199.1 kJ/mol·K) for the growth of the boride layer compared to Steel 52100 (95.5 kJ/mol·K), resulting in slower, controlled diffusion, obtaining more uniform layers with less fragility. It is worth noting that when processed simultaneously using the same parameters for both materials, costs and processing time are optimized.

Keywords:

Activation Energy, boride layers, linear regression, thermochemical treatment

Resumen:

El presente trabajo realiza de manera simultánea el tratamiento termoquímico de borurado de dos aceros totalmente diferentes; por un lado, se borura un acero grado herramienta como lo es el AISI H13 y por otro, parte de un acero para rodamientos como el 52100. Las temperaturas de los tratamientos para ambos aceros fueron de 850 y 950°C con tiempos de exposición de 4, 6 y 8 horas. Se llevó a cabo la caracterización metalográfica y el análisis por microscopía electrónica de barrido y se determinaron las energías de activación para cada uno y de forma general los resultados sirvieron para llevar a cabo un análisis desde un punto de vista científico (comparación y comportamiento), técnico (optimización de proceso) e industrial (reducción de costos y validación de aplicaciones).

Palabras Clave:

Energía de Activación, capas boruradas, regresión lineal, tratamientos termoquímicos

^a Tecnológico Nacional de México | IT de Tlalnepantla | Estado de México | México, <https://orcid.org/0009-0007-8694-297X>, Email: jesus.adrian.hernandez.ramos@gmail.com

^b Tecnológico Nacional de México | IT de Tlalnepantla | Estado de México | México, <https://orcid.org/0009-0009-0965-4776>, Email: edith.fv@tlalnepantla.tecnm.mx

^c Tecnológico Nacional de México | IT de Tlalnepantla | Estado de México | México, <https://orcid.org/0009-0008-0849-9906>, Email: eduardo.cg@tlalnepantla.tecnm.mx

^d Autor de Correspondencia, Tecnológico Nacional de México | IT de Tlalnepantla | Estado de México | México, <https://orcid.org/0000-0003-3310-6605>, Email: oscar.gv@tlalnepantla.tecnm.mx

^e Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo | Escuela Superior de Ciudad Sahagún | Ciudad Sahagún-Hidalgo | México, <https://orcid.org/0000-0003-4475-9804>, Email: martin_ortiz@uaeh.edu.mx

^f Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo | Área Académica de Ciencias de la Tierra | Pachuca de Soto-Hidalgo | México, <https://orcid.org/0009-0003-6810-6565>, Email: mo298963@uaeh.edu.mx

Introducción

El deterioro progresivo de las superficies metálicas en general es debido a diferentes tipos de desgaste y/o corrosión que puede conducir a la pérdida de eficiencia de la operación en un proceso industrial. El costo para la industria provocado por fallas por estos fenómenos (desgaste y corrosión) en los equipos es muy alta y el reconocimiento de este hecho se encuentra detrás de la continua evolución de la tecnología conocida para diseñar aleaciones o mecanismos capaces de soportar estos ambientes agresivos para mejorar su desempeño en condiciones de trabajo específicas.

El borurado es un tratamiento termoquímico ampliamente utilizado para mejorar la dureza y resistencia a la corrosión de aceros de herramienta como el H13 y 52100. Este proceso consiste en la difusión de átomos de boro en la superficie del material, formando una capa endurecida compuesta principalmente de boruros de hierro (FeB y Fe_2B). Para garantizar la efectividad del tratamiento y comprender las características de la capa borurada, es fundamental realizar una caracterización detallada mediante técnicas avanzadas de microscopía y análisis químico.

La microscopía electrónica de barrido (SEM) permite examinar la morfología y la uniformidad de la capa borurada, identificando posibles defectos o irregularidades en su estructura. Complementariamente, la espectroscopía de dispersión de energía (EDS) proporciona información sobre la composición química, confirmando la presencia y distribución del boro en la superficie del acero tratado. Adicionalmente, el análisis metalográfico mediante técnicas ópticas permite medir el espesor de la capa y evaluar la microestructura resultante del proceso de borurado.

El presente trabajo se enfoca en la caracterización de las capas boruradas para los aceros H13 y 52100, con el objetivo de analizar su morfología, composición química y espesor. Esta caracterización es clave para establecer la relación entre las condiciones del tratamiento y las propiedades finales del material, contribuyendo al desarrollo de recubrimientos más eficientes en aplicaciones industriales.

Por otro lado, el impacto de los tratamientos superficiales en México se refleja en el continuo establecimiento de nuevas industrias, centros tecnológicos y grupos de investigación que tratan de cubrir las necesidades del mercado. Con base a la evidencia de trabajos anteriores se propone una metodología para el proceso de boruración por empaquetamiento en caja. Entre las

ventajas de utilizar este método destacan: la posibilidad de controlar las características de la capa (densidad, composición, espesor de capa y dureza) y por lo tanto sus propiedades (Keddam et al. 2022; Morales-Robles et al. 2022; Morgado-González et al. 2022; Ortiz et al., 2024; Ortiz-Domínguez et al. 2022).

Metodología

Inicialmente fueron seleccionados un acero para trabajo en caliente y un acero para rodamientos para poder tener una comparación:

1. Comparación de su Comportamiento ante el proceso de Borurado.

Borurar ambos aceros simultáneamente permitirá evaluar cómo influye la composición química de cada uno en la formación y propiedades de la capa borurada.

- El acero H13 tiene alto contenido de cromo ($\approx 5\%$) y molibdeno, lo que puede influir en la morfología y crecimiento de la capa borurada.
- El acero 52100 tiene alto contenido de carbono y cromo ($\approx 1.5\%$), lo que podría afectar la cinética de difusión del boro.
- Comparar estos dos aceros permite analizar la influencia de aleaciones sobre la dureza, la adhesión y la resistencia al desgaste.

2. Optimización de Parámetros de Borurado

Al procesarlos juntos o de manera simultánea, se puede determinar si los mismos parámetros (temperatura, tiempo y composición del medio borurante) son efectivos para ambos aceros. Esto puede ser útil para establecer un tratamiento térmico unificado en la producción industrial.

3. Evaluación del Desempeño en Diferentes Aplicaciones

Se pueden realizar estudios comparativos sobre:

- Dureza de la capa borurada en cada acero.
- Resistencia al desgaste mediante la prueba de "pin on disc".
- Resistencia a la corrosión en ambos materiales.

4. Reducción de Costos y Eficiencia del Proceso

- Al tratar ambos aceros en un mismo ciclo de boruración, se pueden optimizar costos energéticos y tiempos de procesamiento en entornos industriales.
- Permite validar si un solo proceso de boruración es suficiente para diferentes tipos de acero con aplicaciones en herramientas y rodamientos.

En resumen, borurar ambos aceros al mismo tiempo tiene sentido desde un punto de vista científico (comparación de comportamiento), técnico (optimización de proceso) e industrial (reducción de costos y validación de aplicaciones). Es por eso que también se seleccionó un acero con alto contenido de elementos aleación y el otro no.

Se cortaron muestras para cada tipo de acero de barras de 1 pulgada de diámetro, con espesores máximos de 7mm, ver Figura 1.

Los tiempos y temperaturas seleccionadas para los dos aceros fueron las siguientes y se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Tiempos y temperaturas de borurado para ambos aceros. Fuente: Elaboración propia.

Acero	4h	6h	8h
AISI H13		850°C	
AISI 52100		950°C	

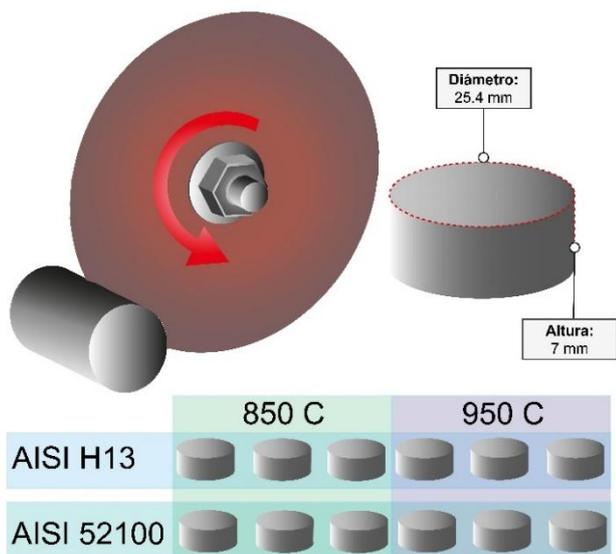


Figura 1. Corte de muestras de los aceros H13 y 52100. Elaboración propia.

Las muestras fueron preparadas con un pulido burdo (lijas abrasivas con un tamaño de la partícula de carburo de tungsteno del número 180 y 240) para eliminar cualquier tipo de discontinuidad sobre la superficie de las mismas. Posteriormente se sumergieron en el polvo de boro (B_4C) en un contenedor como se muestra en la Figura 2.

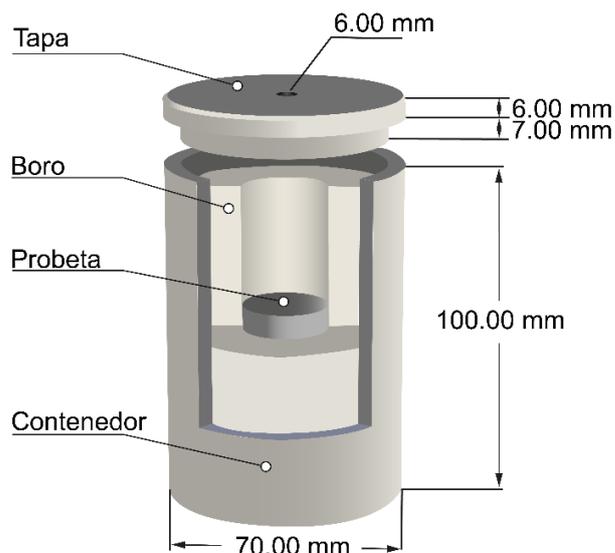
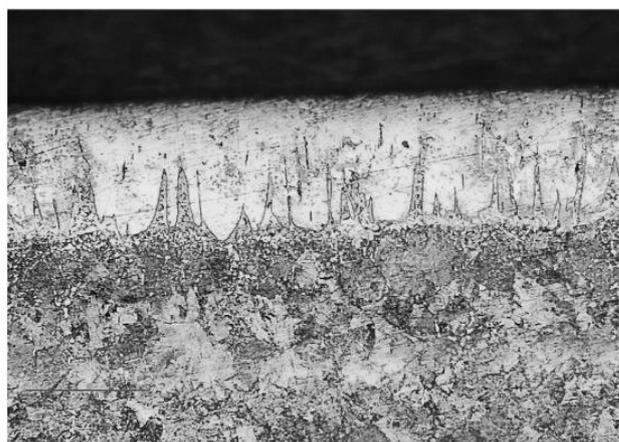


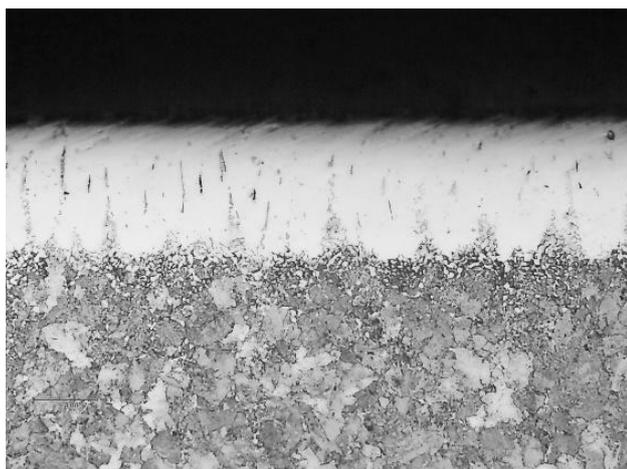
Figura 2. Contenedor para borurar las muestras de acero. Elaboración propia.

Resultados y discusión

Una vez realizado el proceso de borurado se cortaron las muestras y se midieron los espesores de capa para cada tipo de acero. La Figura 3 muestra la metalografía de los aceros H13 y 52100 previamente borurados, con la medición de la capa borurada para cada uno de ellos.



a) Espesor de capa de 57 micras a 850°C por 4h. Fotomicrografía a 500x.



b) Espesor de capa de 161.0 micras a 850°C por 4h. Fotomicrografía a 200x.

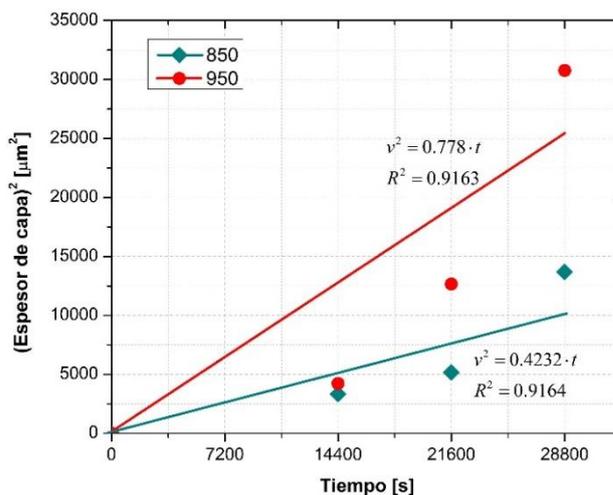
Figura 3. Imágenes de las muestras obtenidas por Microscopía Óptica. a) acero H13; b) acero 52100. Fuente: Elaboración propia.

La Tabla 2, muestra los resultados promedio obtenidos, se puede observar que hay un incremento en los espesores de mayor temperatura y sobre todo en los espesores tomados de la muestra del acero 52100.

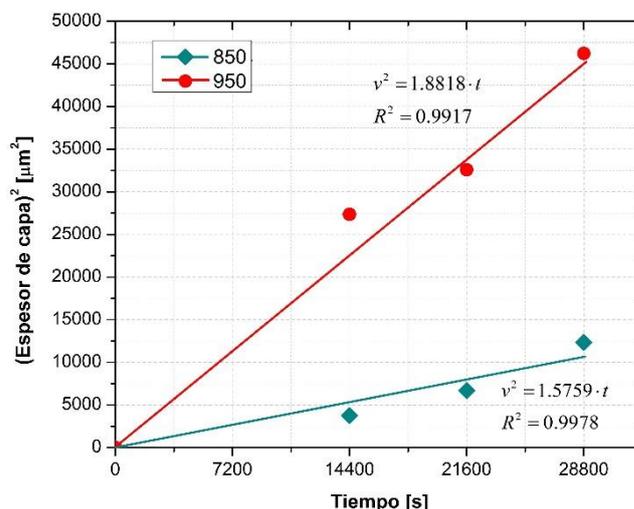
Tabla 2. Espesores obtenidos de las muestras de los aceros H13 y 52100. Fuente: Elaboración propia.

Tipo de Acero	4h	6h	8h
H13 a 850°C	57.7	71.9	117
H13 a 950°C	65	112.5	175.4
52100 a 850°C	61.2	81.7	111
52100 a 950°C	165.4	180.5	215

Se obtuvieron las gráficas que muestran el resultado de la regresión lineal para la obtención de las constantes de crecimiento para cada tipo de acero y posteriormente obtener la energía de activación Q utilizando la ecuación de Arrhenius, (Keddam, M. 2017; Ortiz-Domínguez et al. 2020; Ortiz et al. 2024). Los resultados de la energía de activación se muestran en la Tabla 3.



Gráfica 1. Crecimiento parabólico del acero H13 a 850°C y 950°C con 4, 6 y 8h respectivamente. Fuente: Elaboración propia.



Gráfica 2. Crecimiento parabólico del acero 52100 a 850°C y 950°C con 4, 6 y 8h respectivamente. Fuente: Elaboración propia.

Tabla 3. Energía de Activación de los diferentes tipos de aceros. Fuente: Elaboración propia.

Nombre de la variable	Tipo de acero	Valor [kJ/mol]
Energía de activación	H-13	181.8
Energía de activación	52100	92.6

La caracterización por Microscopía Electrónica de Barrido permite que a través de una fuente de energía como lo es

el filamento que emite un haz de electrones y que viajan a través del cañón para chocar con la superficie de la muestra disipándose parte de la energía absorbida. El haz de electrones proporciona la energía suficiente para expulsar los electrones del núcleo y generar la emisión por rayos X los cuales tienen un espectro característico basado en su átomo de origen. Esto nos permite determinar la composición de un volumen o superficie de la muestra excitada por la fuente de energía generando a su vez el espectro correspondiente con ayuda del detector de energía dispersiva de rayos X (EDS). Cada espectro EDS registrado se asigna a una posición específica de la muestra. La posición de los picos en el espectro identifica el elemento, mientras que la intensidad de la señal corresponde a la concentración del elemento. Newbury, D. (2015).

Los espectros obtenidos sobre las capas muestran la presencia del boro para ambos aceros, como se puede observar en las Figuras 6 y 7. También se muestran los mapeos para cada material y surgen los elementos principales de la aleación para cada uno de ellos, es evidente que para el caso de boro y el carbono se observan muy poco, esto es debido a que posiblemente es necesario aumentar el voltaje. Si bien el EDS tiene muchas fortalezas, también tiene límites analíticos como, por ejemplo, el rango de energía básico detectable de rayos X por lo general se ve limitado a 20keV y la sensibilidad se ve reducida aproximadamente a 1000 ppm, lo que significa que sobre los espectros los picos elementales a menores niveles de concentración por lo regular se pierden en el fondo de la excitación de electrones y se ven también reflejados en el mapeo de elementos.

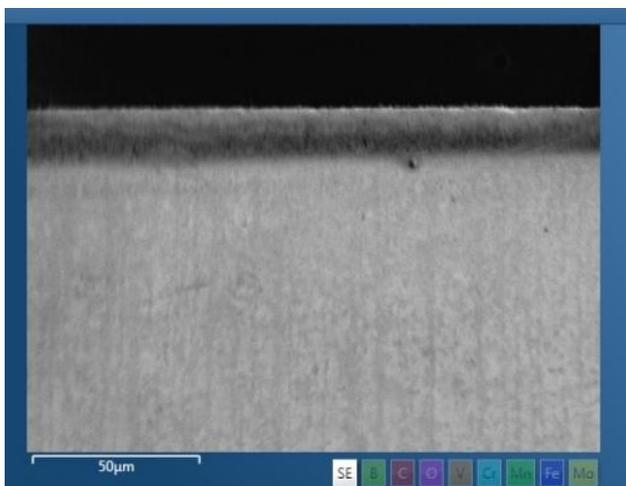


Figura 4. Imagen obtenida con el detector EDS, acero H13. Microscopio Electrónico de Barrido, Laboratorio de Materiales de la DEPI, ITTLA.

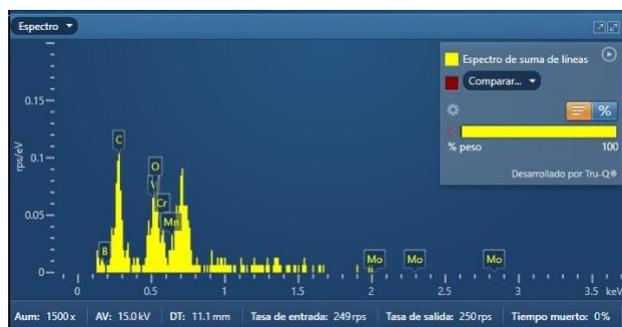


Figura 6. EDS de la capa superficial del H13. Fuente: Elaboración propia.

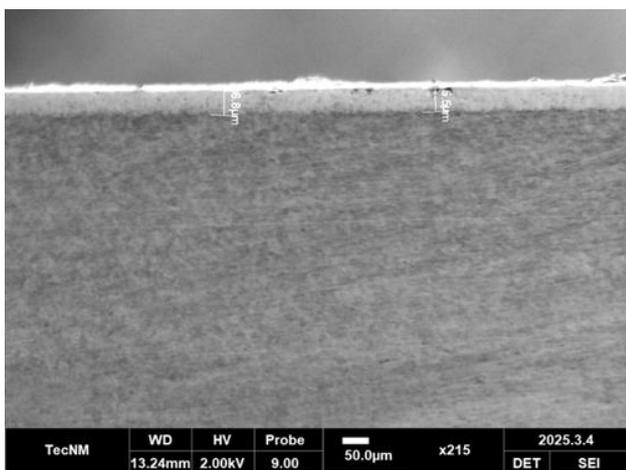


Figura 5. Imagen obtenida por SEM con electrones secundarios, acero 52100. Fuente: Elaboración propia.

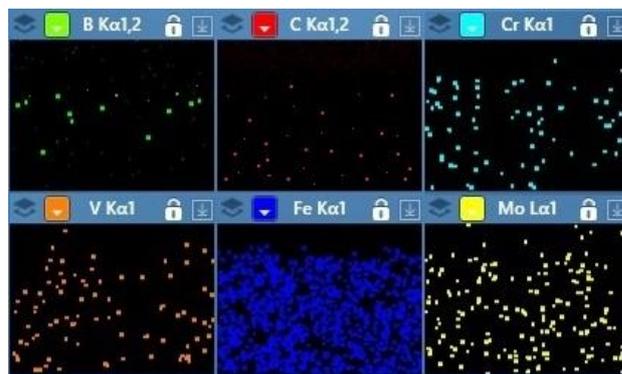


Figura 7. Mapeo sobre la zona de difusión de la muestra de acero H13. Fuente: Elaboración propia.

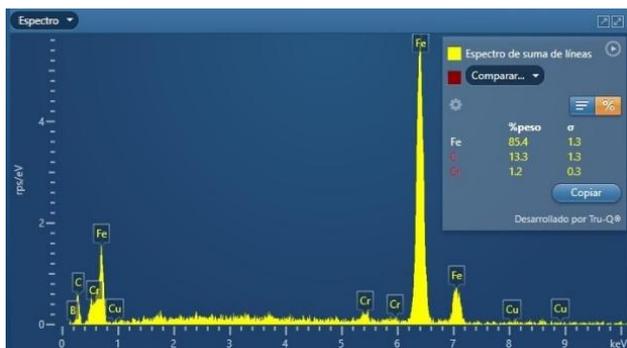


Figura 8. EDS de la capa superficial del 52100. Fuente: Elaboración propia.

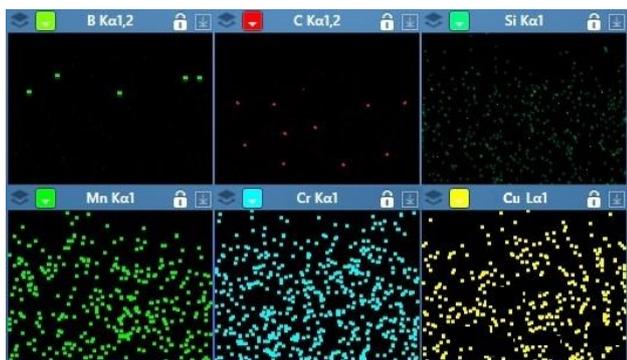


Figura 9. Mapeo sobre la zona de difusión de la muestra de acero 52100. Fuente: Elaboración propia.

Conclusiones

Se realizaron los tratamientos termoquímicos de manera simultánea y se obtuvieron los espesores de capa de las muestras para ser medidas, esto sirvió para determinar la energía de activación y con base a estos resultados podemos resaltar que el acero H13 requiere una mayor energía para el crecimiento de la capa borurada en comparación con el 52100.

Los resultados obtenidos en este estudio evidencian diferencias significativas en la energía de activación (Q) del crecimiento de capas boruradas en los aceros H13 y 52100. Se determinó que el acero H13 presenta una energía de activación de 199.1 kJ/mol·K, mientras que en el acero 52100 este valor es de 95.5 kJ/mol·K. Esta diferencia indica que el mecanismo de difusión del boro en el H13 requiere una mayor cantidad de energía para su progreso, lo que sugiere una difusión más lenta y controlada, favoreciendo la formación de capas uniformes y con menor riesgo de fragilización.

Por el contrario, la menor energía de activación en el acero 52100 implica una mayor facilidad para la difusión del boro, lo que puede resultar en capas más gruesas en

menor tiempo. Sin embargo, esta rapidez en la difusión podría estar asociada a un incremento en la fragilidad de la capa formada. Estas diferencias en el comportamiento difusivo afectan directamente las propiedades finales de los aceros borurados, como su resistencia a la corrosión y su desempeño mecánico, aspectos que deben considerarse al seleccionar un material para aplicaciones específicas.

Referencias

Keddam, M. (2017). Caracterización and diffusion kinetics of the plasma paste borided AISI 440C steels. *Transactions of the Indians Institute of Metals*. <https://doi.org/10.1007/s12666-016-0934-4>

Keddam, M.; Ortiz-Domínguez, M.; Cruz-Avilés, A.; Morgado-González, I.; Gómez-Vargas, O.A.; Cardoso-Legorreta, E.; Zuno-Silva, J. (2022) Kinetic investigation, metallurgical and tribological properties of diiron boride layers on ASTM A572 steel. *Met. Sci. Heat Treat.*

Morales-Robles, Á.J.; Ortiz-Domínguez, M.; Gómez-Vargas, O.A.; Moreno-González, M.d.l.L., (2024) Boronize Coatings Studied with a NewMassTransfer Model. *Materials*, 17, 5309. <https://doi.org/10.3390/ma17215309>

Morgado-González, I.; Ortiz-Dominguez, M.; Keddam, M. (2022). Characterization of Fe2B layers on ASTM A1011 steel and modeling of boron diffusion. *Mater. Test*, 64, 55–66.

Newbury, D. (2015). Quantitative electron-excited X-ray microanalysis of borides, carbides, nitrides, oxides, and fluorides with Scanning Electron Microscopy/Silicon Drift Detector Energy-Dispersive Spectrometry (SEM/SDD-EDS) and NIST DTSA-II. Vol. 21. (pp. 1327-1340). *Microscopy and Microanalysis*. <https://doi.org/10.1017/S1431927615014993>

Ortiz-Domínguez, M.; Morales-Robles, Á.J.; Gómez-Vargas, O.A.; Moreno-González, G., (2024). Surface Growth of Boronize Coatings Studied with Mathematical Models of Diffusion. *Metals*, 14, 670. <https://doi.org/10.3390/met14060670>

Ortiz-Domínguez, M.; Gómez-Vargas, O.A.; Bárcenas-Castañeda, M.; Castellanos-Escamilla, V.A., (2022). Comparison and Analysis of Diffusion Models: Growth Kinetics of Diiron Boride Layers on ASTM A283Steel. *Materials*, 15, 8420. <https://doi.org/10.3390/ma15238420>

Ortiz-Domínguez, M., Morales-Robles, Á., Gómez-Vargas, O., & Solís-Romero, J. (2020). Recycling of the powder-pack boriding mixture: Microstructural characterization of Fe2B Layers on ASTM A36 Steel. *Microscopy and Microanalysis*, 26(S2), 2220-2222. [doi:10.1017/S143192762002084X](https://doi.org/10.1017/S143192762002084X)