



MX0500225

XIV Congreso Técnico Científico ININ-SUTIN
24-26 de Noviembre, 2004

Influencia de la Densidad del Plasma de Microondas en la Nitruración de Acero AISI 4140

^{1,2}Chirino Ortega Serafín, ¹Camps Carvajal Enrique,
¹Escobar Alarcón Luis, ^{1,2,3}Mejía Hernández José Antonio.

¹Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares
Departamento de Física
Apdo. Postal 18-1027, México, D. F., 11801, México

²Universidad Autónoma del Estado de México
Facultad de Ingeniería
Toluca, Edo. de México, 50000, México

³Universidad Nacional Autónoma de México
Instituto de Investigaciones en Materiales
Departamento de Estado Sólido
Apdo. Postal 70-360, México, D. F., 04510, México

Resumen

Una fuente de plasma de microondas tipo ECR fue empleada para modificar las propiedades mecánicas de la superficie de piezas de acero AISI 4140. Los experimentos fueron llevados a cabo en un rango de presión entre 4×10^{-4} y 7×10^{-4} Torr usando una mezcla de gases 60/40 hidrógeno / nitrógeno y una potencia incidente de las microondas de 400 W. Previo al tratamiento de las muestras, el plasma fue estudiado usando una sonda de Langmuir para determinar la temperatura de los electrones y la densidad del plasma, las especies excitadas en el plasma fueron determinadas por medio de espectroscopia de emisión óptica. Todas las muestras fueron tratadas durante 50 min en un régimen de baja temperatura ($\sim 250^\circ\text{C}$), y la dureza superficial se incrementó arriba de un 100% de su valor inicial, con una profundidad de penetración del nitrógeno de $4.5 \mu\text{m}$. La mayor dureza y profundidad de penetración del nitrógeno fueron obtenidas cuando la mayor densidad del plasma fue usada para llevar a cabo los experimentos.

1. INTRODUCCIÓN

En la industria metal-mecánica se tiene la necesidad constante de mejorar el desempeño de algunas herramientas, por esto algunos tratamientos térmicos son aplicados a los metales. Sin embargo estos tratamientos no son suficientes para mejorar el desempeño de las herramientas. Es bien conocido que algunos tratamientos superficiales termo-químicos mejoran la resistencia a la fatiga de partes mecánicas. Estos procesos producen el incremento de la dureza superficial y la resistencia al desgaste del material, lo cual resulta en la formación de altos esfuerzos residuales compresivos sobre o cerca de la superficie de las herramientas, así como también esfuerzos

residuales de tensión en el núcleo del material. Los esfuerzos residuales afectan la distribución completa de la resistencia bajo cargas cíclicas, resultando consecuentemente en una disminución en los esfuerzos de tensión lo cual es efectivo en la superficie. La nitruración es uno de los métodos termo-químicos más ampliamente usado, el cual produce capas poco profundas pero resistentes, con altos esfuerzos residuales compresivos sobre la superficie del acero empleado en componentes tales como engranes, cigüeñales, troqueles, etc.[1]

Los procesos de nitruración por plasma o nitruración iónica están siendo preferidos actualmente en la mayoría de las aplicaciones de endurecimiento superficial, en lugar de las técnicas convencionales tales como la nitruración gaseosa o líquida, ya que este proceso tiene como características una rápida penetración del nitrógeno, simplicidad, el tratamiento se puede llevar a cabo sin ningún riesgo ambiental ya que no utiliza gases tóxicos y puede ser económicamente viable, así como un fácil control de la formación de la zona de compuestos y de la zona de difusión. El requerimiento de procesos a baja temperatura, periodos cortos del proceso y de evitar la formación de la capa de compuestos, son algunas de las ventajas que hacen que la técnica de nitruración iónica sea más eficiente que los métodos convencionales [2]. Sin embargo un mejor desempeño del proceso de nitruración por plasma es requerido y las investigaciones en esta área están enfocadas sobre el estudio de los parámetros del plasma a fin de mejorar el proceso. En el presente trabajo los parámetros del plasma de una descarga de microondas tipo ECR fueron estudiados y usados para nitrurar un acero AISI 4140.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

El plasma fue creado por excitación de microondas [3] ($f = 2.45$ GHz) en un campo magnético externo para establecer la resonancia ciclotrónica de los electrones (750 Gauss). La potencia usada en todos los experimentos fue de 400 W. La presión dentro de la cámara de trabajo fue variada de 4×10^{-4} a 7×10^{-4} Torr con una mezcla de gases H_2/N_2 de 60/40. El calor transferido por el plasma no es suficiente para calentar las muestras por lo que éstas fueron calentadas adicionalmente en el porta muestras. El valor de la temperatura fue calculado después de obtener la relación entre la temperatura medida con un termopar tipo K, conectado por la parte de atrás de la muestra y la temperatura que se midió en la cara de enfrente de la muestra. La temperatura durante los tratamientos se mantuvo a un valor constante de 250°C sobre la cara tratada de la muestra.

Las características del plasma fueron determinadas por medio de una sonda unitaria de Langmuir, a fin de determinar los valores de densidad del plasma, la temperatura de los electrones y el potencial del plasma. La espectroscopia de emisión óptica fue usada para determinar las especies químicas excitadas presentes en la descarga.

En los experimentos presentes las muestras de acero AISI 4140 de 1cm de diámetro y 0.5 cm de espesor fueron expuestas al plasma durante 50 minutos. Las muestras fueron previamente tratadas térmicamente (temple y revenido), con lo cual adquirieron una dureza superficial de 540 HV. La composición del acero se muestra en la Tabla 1.

Las muestras fueron aisladas eléctricamente de la cámara, con lo cual alcanzan el potencial flotante del plasma o se les puede aplicar un voltaje negativo.

Tabla 1. Composición del acero AISI 4140 (%wt)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0.47	0.30	0.71	0.035	0.04	1.01	0.18

A fin de determinar las condiciones óptimas del experimento se llevó a cabo el proceso de nitruración y la dureza superficial fue medida, lo cual se hizo con un microindentador Vickers. Los detalles microestructurales de las capas nitruradas fueron estudiados por difracción de rayos X, trabajando con la línea de cobre Cu-K α , con una longitud de onda de 0.15406 nm, a fin de asegurar la presencia de los compuestos nitrurados.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La nitruración en una descarga de microondas se llevó a cabo usando una mezcla de gases 60/40 H₂/N₂. La mayoría de las especies son excitadas vibracionalmente. Estas moléculas son adsorbidas sobre la superficie del metal y subsecuentemente disociadas y disueltas dentro de la matriz del acero. Debido a la baja presión de la descarga de microondas hay poca probabilidad de la formación de nitrógeno atómico, debido a que este proceso requiere de una alta excitación del gas y un proceso de recombinación de tres cuerpos. Esto es acompañado por la formación de nitrógeno molecular con una emisión de fotones correspondiente al primer sistema positivo de N₂, que no se logra observar en este experimento. Por otro lado como se muestra en la Figura 1 los picos más intensos vienen del segundo sistema positivo, correspondiente a la excitación de las moléculas de nitrógeno por colisiones electrónicas. Junto con estos picos, un pico intenso asociado a la emisión de moléculas NH estuvo presente. Desde el punto de vista espectroscópico el mecanismo de excitación iónica en la descarga de microondas es debido a colisiones electrónicas, contrario al caso de descargas funcionando a altas presiones y bajas frecuencias.

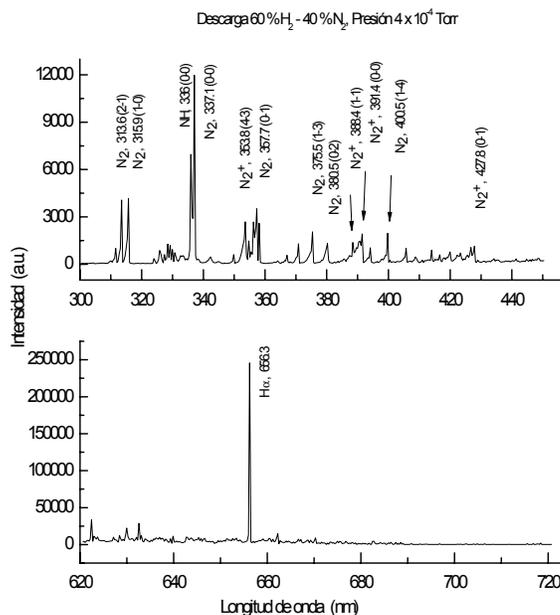


Figura 1. Espectro de emisión óptica para una descarga de microondas a 4×10^{-4} Torr

Las mediciones con la sonda de Langmuir mostraron que la densidad del plasma alcanza su máximo valor de $6 \times 10^{10} \text{ cm}^{-3}$ a una presión de $4.5 \times 10^{-4} \text{ Torr}$. La temperatura electrónica permanece prácticamente constante en el rango de presiones usado y es igual a 6 eV. Mediciones radiales de la densidad mostraron una alta variación de estos parámetros, y únicamente en los dos centímetros centrales la densidad es casi constante, a cuatro centímetros de la parte central la densidad decae. Estos resultados se muestran en la Figura 2.

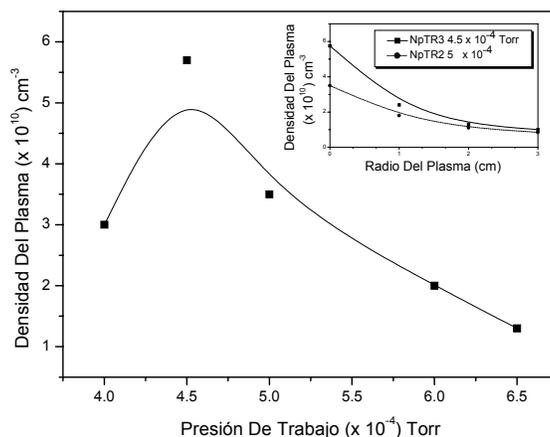


Figura 2. Comportamiento de la densidad de plasma como función de la presión de trabajo. En el recuadro se muestra la variación de la densidad para varios puntos del radio del plasma.

La Figura 3 muestra una comparación de, las mediciones de rayos-X, para una muestra sin tratamiento y dos muestras tratadas bajo diferentes condiciones. Se puede observar la presencia de picos que corresponden a los nitruros formados, cabe hacer notar que no hay picos que indiquen la presencia de la capa blanca, de tal forma que en las condiciones experimentales actuales la capa blanca no se forma. Las mediciones de dureza se llevaron a cabo con diferentes cargas y los resultados se muestran en la Figura 4. Como se puede observar las muestras tratadas en plasmas de alta densidad muestran valores altos de dureza y una capa de difusión gruesa. Vale la pena mencionar que el tiempo de tratamiento fue el mismo para todas las muestras y fue de 50 minutos. Durezas de hasta 950 HV fueron obtenidas con cargas de 50 gf. A partir del tamaño de la indentación es posible estimar el grosor de la capa de difusión, cuando la penetración del indentador es $1/7$ del tamaño de la diagonal. Para la carga mayor el tamaño de la diagonal fue $10 \mu\text{m}$, el indentador penetró $1.43 \mu\text{m}$ y la dureza todavía se mantuvo al doble del valor inicial, así que no hay influencia del sustrato. El grosor de la capa de difusión por lo tanto será el triple de la penetración del indentador es decir al menos $4.3 \mu\text{m}$.

4. CONCLUSIONES

La nitruración de muestras de acero AISI 4140 fue llevada a cabo en una descarga de microondas. Los valores más altos de dureza fueron obtenidos a los valores más altos de la densidad del plasma, el tratamiento de nitruración se hizo a bajas temperaturas y en un tiempo corto (50 min). Con estos parámetros del plasma es posible obtener capas de difusión de

nitrógeno hasta de 4.5 μm sin la formación de capa blanca y durezas de hasta 100% del valor inicial.

El siguiente paso en este trabajo será llevar a cabo la nitruración de herramientas con el fin de medir su desempeño en una aplicación real.

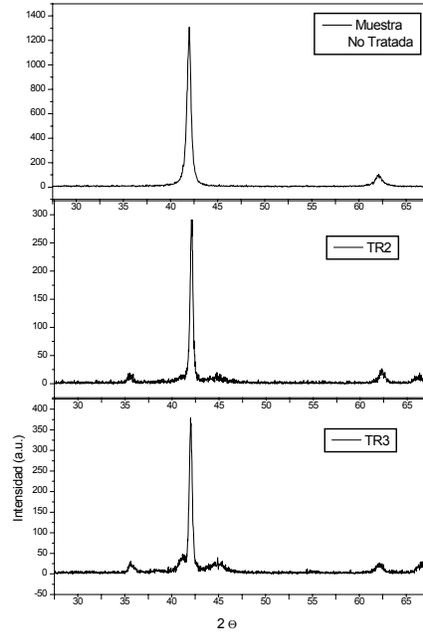


Figura 3. Patrones de difracción de rayos X para una muestra no tratada y dos muestras tratadas.

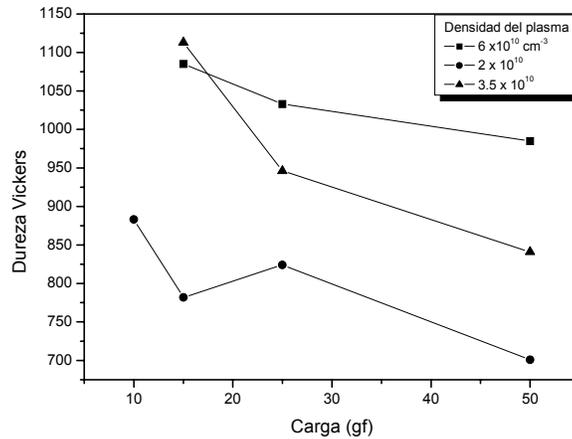


Figura 4. Mediciones de microdureza de muestras nitruradas bajo diferentes condiciones de plasma. La temperatura de las muestras se mantuvo constante a 250 °C.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos la colaboración de Ma. Juana Medina Rodríguez para la preparación de las muestras, así como a Jorge Pérez del Prado e Isidoro Martínez Mera por su apoyo para la caracterización de las muestras nitruradas.

REFERENCIAS

- [1] Kenan Genel, Mehmet Demirkal. Turgut Gulmaz. Mater. Sci. Eng. A288 (2000) 91-100
- [2] K. Ozbaysal, O. T. Inal, A. D. Roming, Mater. Sci. Eng. 78 (1986) 179.
- [3] B. Edenhofer, Heat Treatment of metals, vol. 1, 23 (1974).
- [4] Ru-Juan Zhan, et. al., Surf. & Coat. Technol. Vol. 105, 72 (1998).
- [5] Enrique Camps, Stephen Muhl, Saúl Romero. Vacuum , vol. 51, 385 (1998).
- [6] Enrique Camps, Fernando Becerril, Stephen Muhl, O. Alvarez-Fregoso, M. Villagrán. Thin Solid Films 373 (2000) 293 – 298.