

CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN  
MATERIALES

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



“Efecto de la temperatura y la densidad de corriente en el plasma sobre el desempeño tribológico de un acero herramienta nitrurado iónicamente”

TESIS

Para obtener el grado académico de

Maestra en Ciencia y Tecnología en Sistemas de Manufactura Avanzada

POR

ANA KAREN GONZALEZ MORAN

SALTILLO, COAHUILA.

08 de diciembre de 2021

Efecto de la temperatura y la densidad de corriente en el plasma  
sobre el desempeño tribológico de un acero herramienta nitrurado  
iónicamente

Por

Ana Karen Gonzalez Moran

TESIS

Presentada al programa Interinstitucional en Ciencia y Tecnología

Sede

**Corporación Mexicana de Investigación en Materiales S.A. de C.V.**

Como requisito parcial para obtener el grado académico de

**Maestra en Ciencia y Tecnología**

**en Sistemas de Manufactura Avanzada**

**Programa Interinstitucional en Ciencia y Tecnología**

**COMIMSA**

Saltillo Coahuila, 08 de diciembre de 2021

Efecto de la temperatura y la densidad de corriente en el plasma  
sobre el desempeño tribológico de un acero herramienta nitrurado  
iónicamente

Por

Ana Karen Gonzalez Moran

Comité Revisor

**Director de Tesis:**

Dr. Juan Carlos Díaz Guillén

CONACYT

Corporación Mexicana de Investigación en Materiales S.A. de  
C.V.

**Revisor No. 1:**

Dr. Sergio Eduardo Mancillas Salas

Instrumentación y Servicios Analíticos S.A. de C.V.

**Revisor No.2:**

Dr. Héctor Manuel Hernández García

Corporación Mexicana de Investigación en Materiales S.A. de  
C.V.

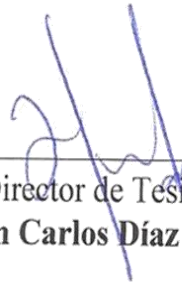
**Corporación Mexicana de Investigación en Materiales, S.A de C.V**

**Gerencia de Desarrollo Humano**

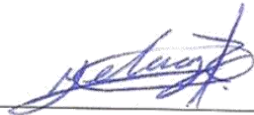
**División de Estudios de Posgrado**

Los abajo firmantes, miembros del Comité Tutorial recomendamos que la Tesis **“EFECTO DE LA TEMPERATURA Y LA DENSIDAD DE CORRIENTE EN EL PLASMA SOBRE EL DESEMPEÑO TRIBOLÓGICO DE UN ACERO HERRAMIENTA NITRURADO IÓNICAMENTE”**, realizada por el alumno **ANA KAREN GONZALEZ MORAN** matrícula No. **2006MA1148** sea aceptada para su defensa como Maestra en Ciencia y Tecnología en **SISTEMAS DE MANUFACTURA AVANZADA**

El Comité Tutorial



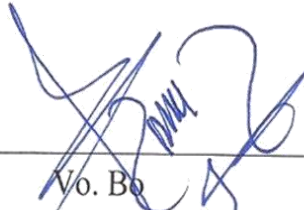
Director de Tesis  
**Dr. Juan Carlos Díaz Guillén**



Co-Director de Tesis  
**Dr. Melvyn Álvarez Vera**



Asesor  
**Dr. José Jorge Ruiz Mondragón**



Vo. Bo  
**Dr. Pedro Pérez Villanueva**  
Coordinación General de Estudios de Posgrado  
COMIMSA

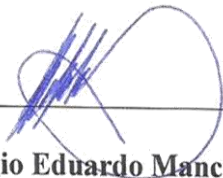
**Corporación Mexicana de Investigación en Materiales**

**Gerencia de Desarrollo Humano**

**División de Estudios de Posgrado**

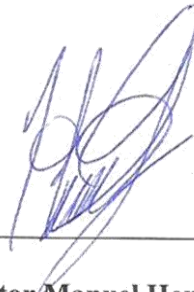
Los abajo firmantes, miembros del Jurado del Examen de Grado del alumno, **ANA KAREN GONZALEZ MORAN** una vez leída y revisada la tesis titulada “**EFFECTO DE LA TEMPERATURA Y LA DENSIDAD DE CORRIENTE EN EL PLASMA SOBRE EL DESEMPEÑO TRIBOLÓGICO DE UN ACERO HERRAMIENTA NITRURADO IÓNICAMENTE**”, aceptamos que la referida tesis revisada y corregida sea presentada por el alumno para aspirar al grado de Maestra en Ciencia y Tecnología en **SISTEMAS DE MANUFACTURA AVANZADA** durante el Examen de Grado correspondiente.

Y para que así conste firmamos la presente a los 08 días del mes de diciembre del año 2021.



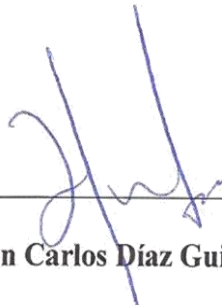
**Dr. Sergio Eduardo Mancillas Salas**

Presidente



**Dr. Héctor Manuel Hernández García**

Secretario



**Dr. Juan Carlos Díaz Guillén**

Vocal

## DECLARACIÓN DE ORIGINALIDAD

Yo, ANA KAREN GONZALEZ MORAN, estudiante con matrícula No. 2006MA1148, del Programa de Posgrado Maestría en Ciencia y Tecnología en Sistemas de Manufactura Avanzada de la Corporación Mexicana de Investigación en Materiales S.A. de C.V. (COMIMSA), declaro que el presente trabajo terminal con título EFEECTO DE LA TEMPERATURA Y LA DENSIDAD DE CORRIENTE EN EL PLASMA SOBRE EL DESEMPEÑO TRIBOLÓGICO DE UN ACERO HERRAMIENTA NITRURADO IÓNICAMENTE es original, de mi autoría y producto de mi contribución intelectual y de investigación.

Así mismo, manifiesto que los datos, imágenes y textos tomados de fuentes publicadas, como artículos y tesis, están debidamente citados y referenciados, dando el crédito a los investigadores y fuentes originales.



---

**Lic. Ana Karen Gonzalez Moran**

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco al Consejo Nacional en Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo económico brindado durante la realización de este proyecto de tesis (CVU 1037473).

Agradezco a la Corporación Mexicana de Investigación en Materiales (COMIMSA) que me brindó todo el apoyo en las instalaciones y personal que siempre dedicó tiempo para mi aprendizaje durante mi estancia en la maestría.

Un especial agradecimiento al Dr. Juan Carlos Díaz Guillén, mi director de tesis, por su paciencia y dedicación que siempre mostró hacia mi persona, además de sus valiosos conocimientos brindados para la conclusión de este trabajo. Su apoyo fue parte fundamental ya que, a pesar de los inconvenientes presentados estos últimos años, estuvo al pendiente en todo momento para que mi formación no se viera afectada y todo resultara de la mejor manera.

Agradezco también a mis asesores de tesis el Dr. José Jorge Ruiz Mondragón y el Dr. Melvyn Álvarez Vera por su tiempo y conocimientos compartidos en el trabajo final de tesis.

A mis compañeras en la maestría, Mónica, Ivette y Marlyn, muchas gracias por los momentos y conocimientos compartidos que sin duda han sido y serán muy valiosos en mi vida.

Agradezco profundamente a mis padres Humberto Gonzalez y Graciela Moran, quienes han estado en cada etapa de mi vida brindando su apoyo, comprensión y amor en todo lo que he realizado. Gracias por alentarme a cumplir mis objetivos, por ser ese

ejemplo de esfuerzo día con día para salir adelante y por siempre desear y anhelar lo mejor para mí, son el mayor motor para mi vida.

A mi hermana Cynthia Gonzalez, gracias por todo el cariño, motivación y confianza que me brinda incondicionalmente. Por ser también un gran ejemplo de responsabilidad y deseo de superación y por acompañarme, no sólo en este, sino en todos los logros que hasta ahora he tenido.

Agradezco a todos mis familiares y amigos que a pesar de la distancia me brindaron su apoyo, sus consejos siempre oportunos y por creer en mí para concluir este posgrado con éxito.

Y lo más importante, gracias a Dios por ponerme todos los medios en el camino para seguir adelante y brindarme una vida llena de experiencias y aprendizajes.



## ÍNDICE

RESUMEN	1
1. INTRODUCCIÓN	3
1.1. Descripción del problema	4
1.2. Preguntas de investigación	5
1.3. Hipótesis	6
1.4. Objetivo General	6
1.5. Objetivos Específicos	7
1.6. Justificación	7
1.7. Alcance y Delimitaciones	9
1.8. Aportación (científica, tecnológica y/o industrial)	10
2. MARCO TEÓRICO	11
2.1. Aceros	11
2.1.1. Aceros Grado Herramientas	14
2.1.2. Aceros Grado Herramienta para Trabajo en Caliente H13	15
2.2. Tratamientos Térmicos	16
2.3. Tratamiento Termoquímicos	17
2.3.1. Tipos de nitruración	20
2.3.2. Zona de difusión	24
2.3.3. Zona de compuestos o capa blanca	24

2.4. Propiedades Tribológicas	25
2.4.1. Mecanismo de desgaste	26
2.5. Técnicas de Caracterización	28
2.5.1. Difracción de Rayos X (DRX)	28
2.5.2. Microscopía Óptica	29
2.5.3. Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	30
2.5.4. Prueba de desgaste por deslizamiento (pin-on-disk)	31
2.5.5. Rugosidad Superficial	32
2.6. Estado del arte	33
3. METODOLOGÍA	41
3.1. Tratamiento térmico de endurecimiento	42
3.2. Nitruración iónica	42
3.3. Caracterización	45
4. RESULTADOS	48
4.1. Análisis químico y morfológico superficial mediante MEB	48
4.2. Evaluación Transversal Mediante Microscopía Óptica	54
4.3. Identificación de fases cristalinas mediante DRX	57
4.4. Evaluación del desempeño en desgaste (Pin-on-Disk)	62
4.5. Coeficiente de fricción	65
4.6. Volumen desgastado	68

4.7. Rugosidad Superficial	69
4.8. Evaluación de efectos principales	70
5. CONCLUSIONES	72
6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	74

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Esquema del sistema de proceso de nitrurado iónico	24
Figura 2. Esquema representativo de Ley de Bragg	30
Figura 3. Prueba de desgaste por deslizamiento pin-on-disk	33
Figura 4. Muestra cilíndrica de acero grado herramienta H13	42
Figura 5. Sistema de nitrurado iónico por plasma	46
Figura 6. Micrografías de las muestras de 460 °C: a) 0.5 mA/cm <sup>2</sup> , b) 1.0 mA/cm <sup>2</sup> , c) 1.5 mA/cm <sup>2</sup> , d) 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	50
Figura 7. Micrografías de las muestras de 480 °C: a) 0.5 mA/cm <sup>2</sup> , b) 1.0 mA/cm <sup>2</sup> , c) 1.5 mA/cm <sup>2</sup> , d) 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	50
Figura 8. Micrografías de las muestras de 500 °C: a) 0.5 mA/cm <sup>2</sup> , b) 1.0 mA/cm <sup>2</sup> , c) 1.5 mA/cm <sup>2</sup> , d) 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	51
Figura 9. Espectro EDS y Análisis químico semicuantitativo de la muestra nitrurada a 460 °C y 0.5 mA/cm <sup>2</sup>	52
Figura 10. Espectro EDS y Análisis químico semicuantitativo de la muestra nitrurada a 460 °C y 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	52
Figura 11. Espectro EDS y Análisis químico semicuantitativo de la muestra nitrurada a 480 °C y 0.5 mA/cm <sup>2</sup>	53
Figura 12. Espectro EDS y Análisis químico semicuantitativo de la muestra nitrurada a 480 °C y 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	53

Figura 13. Espectro EDS y Análisis químico semicuantitativo de la muestra nitrurada a 500 °C y 0.5 mA/cm <sup>2</sup>	54
Figura 14. Espectro EDS y Análisis químico semicuantitativo de la muestra nitrurada a 500 °C y 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	54
Figura 15. Gráfico de la variación del contenido de nitrógeno en función de la temperatura obtenido para las muestras nitruradas a 0.5 y 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	55
Figura 16. Micrografías del espesor de zona de difusión a 460 °C: a) 0.5 mA/cm <sup>2</sup> , b) 1.0 mA/cm <sup>2</sup> , c) 1.5 mA/cm <sup>2</sup> y d) 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	56
Figura 17. Micrografías del espesor de zona de difusión a 480 °C: e) 0.5 mA/cm <sup>2</sup> , f) 1.0 mA/cm <sup>2</sup> , g) 1.5 mA/cm <sup>2</sup> y h) 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	57
Figura 18. Micrografías del espesor de zona de difusión a 500 °C: i) 0.5 mA/cm <sup>2</sup> , j) 1.0 mA/cm <sup>2</sup> , k) 1.5 mA/cm <sup>2</sup> y l) 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	57
Figura 19. Gráfico de la variación del espesor en función de la densidad de corriente de la zona de difusión	58
Figura 20. Patrones de DRX para muestras nitruradas a 460°C	61
Figura 21. Patrones de DRX para muestras nitruradas a 480°C	61
Figura 22. Patrones de DRX para muestras nitruradas a 500°C	62
Figura 23. Micrografía del espesor de huella del metal base	63
Figura 24. Micrografías del espesor de huella de la muestra nitrurada a 460 °C: a) 0.5 mA/cm <sup>2</sup> , b) 1.0 mA/cm <sup>2</sup> , c) 1.5 mA/cm <sup>2</sup> y d) 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	64
Figura 25. Micrografías del espesor de huella de la muestra nitrurada a 480 °C: a) 0.5 mA/cm <sup>2</sup> , b) 1.0 mA/cm <sup>2</sup> , c) 1.5 mA/cm <sup>2</sup> y d) 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	64

Figura 26. Micrografías del espesor de huella de la muestra nitrurada a 500 °C: a) 0.5 mA/cm <sup>2</sup> , b) 1.0 mA/cm <sup>2</sup> , c) 1.5 mA/cm <sup>2</sup> y d) 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	65
Figura 27. Gráfico de barras del ancho de huella de las muestras nitruradas y el metal base	66
Figura 28. Coeficiente de Fricción para temperatura de 460 °C	67
Figura 29. Coeficiente de Fricción para temperatura de 480 °C	68
Figura 30. Coeficiente de Fricción para temperatura de 500 °C	68
Figura 31. Gráfico de barras del volumen desgastado de las muestras nitruradas en función de la densidad de corriente	69
Figura 32. Gráfico de barras de la rugosidad superficial de las muestras y el metal	70
Figura 33. Gráfico de barras de los efectos principales para la densidad de corriente	72
Figura 34. Gráfico de barras de los efectos principales para la temperatura	72

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Análisis Químico del Acero Grado Herramienta H13	42
Tabla 2. Composición Química del Acero Grado Herramienta H13 (AISI)	43
Tabla 3. Condiciones de Tratamiento	45
Tabla 4. Nivel de desplazamiento de reflexión de la martensita expandida	62

## RESUMEN

En este trabajo se evaluó el efecto de un tratamiento de modificación superficial de nitrurado iónico sobre el desempeño en desgaste del acero grado herramienta para trabajo en caliente H13. Se establecieron como variables de estudio la temperatura de tratamiento y la densidad de corriente en el plasma, dos parámetros directamente relacionados con la cantidad de iones de nitrógeno activos en el plasma. Las condiciones de nitrurado fueron definidas con el objetivo de promover una región modificada de alta resistencia al desgaste. Se plantea evitar la formación de la capa blanca (zona frágil constituida por nitruros de hierro) y generar una zona de difusión constituida por martensita expandida en nitrógeno, una solución sólida con nitrógeno intersticial y con elevadas propiedades mecánicas.

Se presentan los resultados del análisis y caracterización del material del sustrato y de forma comparativa de las muestras tratadas mediante nitrurado iónico. La caracterización contempla el empleo de técnicas de Microscopía Óptica y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) para la evaluación química y morfológica tanto superficial como en perfil transversal. Se incluye además el análisis mediante Difracción de Rayos X para la identificación de fases cristalinas y la consecuente validación de la presencia de martensita expandida en nitrógeno. Finalmente, a través de una Prueba de desgaste por deslizamiento Pin-on-Disk, se estableció la influencia de las variables de proceso sobre el nivel de desgaste de las muestras bajo estudio.

De acuerdo a las observaciones realizadas la zona de difusión (martensita expandida) se presentó como única fase en tres de las densidades de corriente analizadas ( $0.5 \text{ mA/cm}^2$ ,  $1.0 \text{ mA/cm}^2$  y  $2.0 \text{ mA/cm}^2$ ) a una temperatura de  $480 \text{ }^\circ\text{C}$ . Por el contrario, en las muestras tratadas a temperaturas de  $460$  y  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  fue evidente la presencia de una capa blanca constituida por nitruros de hierro tipo  $\text{Fe}_3\text{N}$  y  $\text{Fe}_4\text{N}$ . Del mismo modo, los resultados de la prueba de desgaste por deslizamiento permiten observar un incremento en la resistencia al desgaste de las muestras nitruradas, destacando las muestras que presentan la fase martensita expandida como fase única, procesadas a baja densidad de corriente ( $0.5 \text{ mA/cm}^2$ ) y una temperatura de  $480 \text{ }^\circ\text{C}$ .



## 1. INTRODUCCIÓN

La vida útil de las herramientas empleadas en la industria manufacturera es de suma importancia, ya que define en gran medida los costos de los procesos productivos y las actividades adicionales requeridas para lograr los objetivos en las diferentes áreas de trabajo. De esta manera, en función de la vida útil de los componentes se espera que las empresas cuenten con planes de mantenimiento y/o reemplazos apropiados que permitan conservar todos sus equipos en las mejores condiciones de funcionamiento y así garantizar la eficiencia en los procesos de producción.

Los aceros grado herramienta para trabajo en caliente generalmente presentan contenidos de carbono (C) y elementos de media a alta aleación que favorecen la tenacidad para obtener durezas de trabajo entre 40 y 55 HRC; gracias a sus contenidos de cromo (Cr) presentan una buena resistencia al ablandamiento en caliente, además de elementos formadores de carburos como molibdeno (Mo), tungsteno (W), los cuales incrementan la resistencia en caliente y vanadio (V) cuya función es la de aumentar la resistencia al desgaste erosivo a altas temperaturas. Incluyen silicio (Si) para mejorar la resistencia a la oxidación a temperaturas mayores a 800 °C.

El contenido relativamente bajo de carbono se presenta para proporcionar una buena tenacidad, sin embargo, su resistencia al desgaste es un aspecto susceptible de mejora, que puede resultar en ahorros importantes en los costos de los procesos productivos.

Existen diferentes tipos de tratamientos aplicados sobre aceros para mejorar sus propiedades tribológicas, destacando algunos tratamientos termoquímicos de

modificación superficial (carburación, nitruración, borurado) para aquellas aplicaciones industriales que requieren tener una superficie dura y resistente al desgaste.

La nitruración incorpora nitrógeno en la superficie del acero incrementando la dureza superficial. Se utilizan aceros aleados con molibdeno, tungsteno, cromo, vanadio y aluminio ya que éstos forman nitruros estables, los cuales dan la dureza necesaria al material. Un tipo de nitruración utilizada es la nitruración iónica o por plasma la cual destaca por reducir el tiempo de tratamiento y aumentar la velocidad de difusión del nitrógeno respecto a algunos procesos tradicionales. Los procesos con plasma representan técnicas modernas que utilizan gases ionizados para modificar las propiedades superficiales de un material.

El uso de los tratamientos termoquímicos de modificación superficial como alternativa para incrementar la resistencia al desgaste de diferentes aceros ha sido reportado en diferentes trabajos de investigación. Sin embargo, en el presente trabajo de tesis se plantea que la aplicación de uno de estos tratamientos puede resultar, por efecto de fenómenos difusivos, en la obtención de superficies modificadas con altas propiedades de desempeño tribológico.

## **1.1 Descripción del problema**

El acero grado herramienta para trabajo en caliente H13 se utiliza generalmente para la fabricación de herramientas para extrusión, forja, moldes, matrices de fundición o conformado de láminas. Este tipo de aceros es utilizado en la industria debido a que soportan temperaturas elevadas que son esenciales para la fabricación de diversas piezas

y componentes; se caracterizan por su alta templabilidad y tenacidad, pero también por presentar una resistencia al desgaste relativamente baja que limita su tiempo de vida útil.

Es por tanto mandatorio, trabajar en el desarrollo de procesos de manufactura que permitan de manera importante, incrementar las propiedades de este tipo de aleaciones y en consecuencia promover el incremento en la vida útil de los herramientas fabricados a partir de ellas.

Los recubrimientos y tratamientos superficiales utilizados en la industria juegan un papel muy importante en el avance del alto nivel de rendimiento de materiales como los aceros grado herramienta, específicamente en el acero H13. Sin embargo, aún es limitado el número de estudios realizados referentes a nitruración iónica de acero H13, cuyo objetivo sea el de incorporar átomos de nitrógeno intersticiales en la estructura martensítica para la generación de una fase expandida identificada como “martensita expandida”. En ese sentido, en este estudio se pretende dar una alternativa tecnológica importante en el campo del incremento en la vida al desgaste de componentes y herramientas fabricados de acero grado herramienta H13, a través de la obtención de una zona superficial modificada constituida principalmente por martensita expandida.

## **1.2 Preguntas de Investigación**

- ¿Cuál es el efecto de la densidad de corriente sobre las características superficiales y el desempeño en desgaste de un acero grado herramienta H13 nitrurado iónicamente?

- ¿Cuál es el efecto de la temperatura sobre las características superficiales y el desempeño en desgaste de un acero grado herramienta H13 nitrurado iónicamente?
- ¿Cuáles son las condiciones de tratamiento que permiten obtener la fase martensita expandida libre de capa blanca, en un acero H13 nitrurado iónicamente?

### **1.3 Hipótesis**

La aplicación de un tratamiento de nitrurado iónico permitirá, a través del control de la densidad de corriente y la temperatura, la formación de una región modificada constituida por martensita expandida en nitrógeno, que promoverá el incremento de la resistencia al desgaste de un acero grado herramienta H13.

### **1.4 Objetivo General**

Analizar la influencia de la temperatura y densidad de corriente en el plasma durante el nitrurado iónico de un acero grado herramienta H13, sobre las fases cristalinas presentes, la morfología superficial y el desempeño en desgaste de la superficie modificada.

### **1.5 Objetivos Específicos**

- Establecer el efecto de la densidad de corriente sobre las características superficiales (fases cristalinas, espesor de capa modificada y rugosidad) y el desempeño en desgaste de un acero grado herramienta H13 nitrurado iónicamente.
- Establecer el efecto de la temperatura sobre las características superficiales (fases cristalinas, espesor de capa modificada y rugosidad) y el desempeño en desgaste de un acero grado herramienta H13 nitrurado iónicamente.
- Identificar los parámetros de procesamiento que promueven la obtención de la fase martensita expandida libre de capa blanca (nitruros de hierro) sobre el acero grado herramienta H13 nitrurado iónicamente.

### **1.6 Justificación**

La industria manufacturera requiere, en un gran número de procesos industriales, el empleo de moldes, troqueles y herramientas, los cuales juegan un papel muy importante en la cadena productiva. Estos accesorios trabajan bajo condiciones extremas, por lo que se requiere el uso de materiales de alto desempeño para su fabricación. Dichos materiales deben contar con características mecánicas que permitan minimizar los paros en producción para reparación o reemplazo, lo que puede resultar en pérdidas económicas importantes.

En los últimos años se han empleado los aceros grado herramienta para trabajo en caliente en la industria de fabricación de moldes. Sin embargo, el costo de fabricación es usualmente alto, por lo que en la actualidad existen diferentes frentes de investigación focalizados en el incremento de su vida útil a través de la mejora en dichas propiedades.

Estudios recientes han reportado que tratamientos superficiales de modificación superficial como el nitrurado iónico pueden contribuir, bajo ciertas condiciones de procesamiento, al incremento en las propiedades tribológicas de estos materiales.

El nitrurado iónico permite la incorporación superficial de nitrógeno por difusión y la formación de una capa blanca, también conocida como zona de compuestos, formada por nitruros de hierro tipo  $\text{Fe}_3\text{N}$  y/o  $\text{Fe}_4\text{N}$ . Debajo de la capa blanca se forma una región nombrada como zona de difusión, la cual es una solución sólida en donde el nitrógeno ocupa espacios intersticiales generando una estructura distorsionada. Adicionalmente, a más alta temperatura pueden precipitar en la zona de difusión algunos nitruros de los elementos de aleación (Zagonel et al., 2012). Una de las desventajas del nitrurado iónico, cuando se aplica sobre moldes para forja, es la formación de una frágil capa de compuestos, que puede fracturarse y ocasionar problemas de desgaste adicional (Alsaran et al., 2004; Das et al., 2017). Por ello, en este tipo de aplicaciones es necesario un paso adicional para remover química o mecánicamente la capa de compuestos, hecho que trae consigo dificultades técnicas por la propia configuración de los moldes y consecuentes costos adicionales (Lee & Park, 2007; Wang et al., 2008). Sobre esta base y considerando que se ha establecido que la composición de la capa blanca y las características de la zona de difusión son determinadas por parámetros de nitrurado como tiempo, temperatura,

mezcla gaseosa y densidad de corriente en el plasma (Jacobsen et al., 2016), es posible definir las condiciones que generen o no la capa blanca (Díaz-Guillén et al., 2018).

La obtención de superficies nitruradas sin zona de compuestos sobre aceros grado herramienta H13 es un tópico que demanda la definición de las condiciones de tratamiento adecuadas que permitan obtener las mejores propiedades superficiales. Así, en el presente trabajo se analiza la influencia de la temperatura y densidad de corriente en el plasma sobre el desempeño en desgaste y las características de la fase martensita expandida en nitrógeno. Cabe resaltar que la martensita expandida se ha definido como una solución sólida intersticial con una estructura cristalina distorsionada (Jacobsen et al., 2015; Karamis, 1991), y que la densidad de corriente es un parámetro relativamente poco estudiado (Díaz-Guillén et al., 2018) que está estrechamente vinculado a la cantidad de iones de nitrógeno activos en el plasma y al consumo energético del proceso.

### **1.7 Alcance y delimitaciones**

En este trabajo se llevará a cabo el procesamiento a nivel laboratorio de muestras cilíndricas de una aleación comercial tratada térmicamente. El análisis físico y morfológico de las muestras tratadas incluye su evaluación mediante técnicas de Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Óptica y, Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y, Rugosidad (Ra). Así mismo, la evaluación del desempeño en desgaste involucra el ensayo de desgaste por deslizamiento pin-on-disk y la determinación del volumen desgastado de modo dimensional mediante el método establecido en la norma ASTM G99.

## **1.8 Aportación (científica, tecnológica y/o industrial)**

- Científica

Identificación de la influencia de los parámetros de procesamiento durante un tratamiento de nitrurado iónico, sobre las características morfológicas y microestructurales de un acero grado herramienta para trabajo en caliente H13, que permitan la obtención de la fase martensita expandida sin presencia de capa blanca.

- Tecnológica

Determinación del volumen desgastado que ocurre en un acero H13 para trabajo en caliente modificado mediante un tratamiento de nitrurado iónico y análisis comparativo contra el desempeño del material sin tratamiento.



## 2. MARCO TEÓRICO

### 2.1 Aceros

Una aleación es una sustancia que tiene propiedades metálicas y está compuesta por dos o más elementos químicos, de los cuales al menos uno, el principal, es un metal (Singh, 2016). El acero se define como una aleación de hierro y carbono con otros elementos que determinan sus propiedades fundamentales. La familia de los aceros es una parte muy importante de los materiales de ingeniería, ya que cuenta con las aplicaciones prácticas más grandes a diferencia de cualquier otro material de ingeniería utilizado en varios sectores. Los aceros se utilizan ampliamente como materiales estructurales debido a varias propiedades deseables que poseen, algunas de las cuales incluyen alta resistencia, bajo costo, buena resistencia a la corrosión y al desgaste, así como buenas propiedades magnéticas (Abdulkareem et al., 2019).

Los aceros se clasifican en cuatro grupos principales: aceros al carbono, aceros herramienta, aceros de aleación y aceros inoxidables.

Los aceros al carbono son el mayor grupo de aceros producidos; contienen hasta 1% en peso de carbono y un total de 2% en peso de elementos de aleación (Singh, 2016). Los tratamientos térmicos específicos y ligeras variaciones en la composición conducirán a aceros con propiedades mecánicas variables. El carbono es el principal elemento de endurecimiento y fortalecimiento en el acero, además aumenta la dureza y la resistencia y disminuye la soldabilidad y la ductilidad.

La clasificación de los aceros es:

✓ Aceros al carbono: Estos aceros apenas tienen elementos de aleación y los pequeños contenidos de algunos elementos presentes en su composición química son consecuencia del proceso de fabricación utilizado en la fabricación del acero. Tienen microestructuras ferrítico-perlíticas y sus propiedades mecánicas dependen principalmente de su contenido en carbono y, en menor medida, de su contenido en manganeso (Belzunce, 2001). Estos aceros se han clasificado en aceros de bajo, suaves, medio y alto contenido de carbono en función de la cantidad de contenido de carbono que poseen. Un aumento en el contenido de carbono da como resultado un metal más duro y resistente.

- Aceros de bajo carbono: Estos aceros contienen muy poco carbono (menos de 0.15% de carbono) para beneficiarse del endurecimiento y se utilizan con frecuencia en el estado recocido, para una máxima ductilidad.
- Aceros suaves: con menos del 0.25% de carbono (a menudo denominados acero dulce) se obtienen mayores resistencias mecánicas y son endurecidos superficialmente por tratamientos termoquímicos superficiales hasta el rango de composición máximo de 0.20% de carbono.
- Aceros de medio carbono: Se encuentran en el rango entre 0.25 a 0.55% de carbono y son tratados térmicamente (templado y revenido) para lograr una resistencia aún mayor.
- Aceros de alto carbono: en el rango de 0.65%-1.75% (Gandy, 2007).

- ✓ Aceros aleados: Los aceros aleados son aquellos que contienen cantidades o porcentajes específicos de otros elementos en una composición química como son: níquel, cromo, molibdeno, vanadio y tungsteno.
  - Aceros de baja aleación: hasta 5% de elementos aleantes totales.
  - Aceros de mediana aleación: elementos aleantes totales entre 5%-10%.
  - Aceros de alta aleación: elementos aleantes totales por encima del 10%.
  
- ✓ Aceros inoxidable: Son aleaciones a base de hierro, carbono y cromo. Así mismo, se adicionan elementos químicos de níquel, molibdeno, manganeso, silicio y titanio, con el fin de mejorar la resistencia a la corrosión en determinadas aplicaciones industriales. Esta característica se debe a la propiedad de estas aleaciones de pasivarse en un ambiente oxidante. La formación de una película superficial de óxido de cromo sirve para la protección del acero inoxidable. Los cuatro tipos de aceros inoxidable son (Belzunce, 2001):
  - Aceros inoxidable austeníticos
  - Aceros inoxidable ferríticos
  - Aceros inoxidable martensíticos
  - Aceros inoxidable dúplex
  
- ✓ Aceros grado herramienta: Son aceros aplicados en componentes o herramientas en la industria de la construcción, automotriz y minería, además, se manufacturan aceros aleados conocidos como aceros de alta velocidad que son empleados en herramientas de perforación (como son las brocas). Por otro lado, se emplean en

componentes de conformado mecánico o en frío, así como herramental de corte de otras aleaciones ferrosas y no ferrosas (Roberts et al., 1998).

### **2.1.1 Aceros Grado Herramienta**

Los aceros grado herramienta son, por lo general, al alto carbono, y obtienen gran dureza mediante un tratamiento térmico de templado y revenido. Entre sus aplicaciones se incluyen, herramientas de corte para operaciones de maquinado, dados para fundición a presión, y para conformado metálico, además de otros usos donde se requiere una combinación de gran resistencia, dureza, tenacidad tanto a temperatura ambiente como a temperatura de trabajo. Los elementos de aleación mejoran la templabilidad y la estabilidad a alta temperatura de los aceros para herramienta (Askeland et al., 2004).

Se fabrican principalmente para responder a ciertos requerimientos especiales, ya sea para herramientas manuales o mecánicas, además de aplicaciones donde sea importante la resistencia al desgaste (Villa Escudero, 2017).

La clasificación de los aceros herramienta es:

- ✓ Templables en agua W
- ✓ Resistentes al impacto S
- ✓ Para trabajo en frío O, A, D
- ✓ Para trabajo en caliente H
- ✓ Alta velocidad T, M
- ✓ Para moldes P
- ✓ Propósitos específicos L, F

### **2.1.2 Acero Grado Herramienta para Trabajo en Caliente H13**

Los aceros grado herramienta de trabajo en caliente deben poseer excelentes propiedades mecánicas que cumplan con los requisitos de acuerdo a sus campos de aplicación, principalmente se utilizan en moldes de procesamiento de aleación ligera, moldes de fundición a presión, equipos de extrusión en caliente y matrices de moldeo de plástico.

El acero grado herramienta H13 se utiliza en herramientas de trabajo en caliente y contiene elementos como cromo, molibdeno y vanadio. Es conocido por su alta resistencia al endurecimiento y excelente tenacidad. Es ampliamente utilizado en aplicaciones industriales debido a sus características mecánicas. Entre las aplicaciones principales incluyen troqueles, herramientas para tuercas, herramientas de corte, mandriles de extrusión, moldes de plástico, núcleos, bloques porta matrices y punzones de trabajo en caliente.

El tratamiento de nitruración es un tratamiento termoquímico para el acero H13 que introduce nitrógeno atómico en la fase ferrítica en el rango de temperatura de 500 a 900 °C. Es uno de los tratamientos comúnmente utilizados para mejorar las propiedades mecánicas y tribológicas de aceros (Aditya & Bharat, 2015).

## 2.2 Tratamientos Térmicos

En la actualidad existen muchas clases de aceros aleados y aceros para herramienta, cada uno de los cuales requiere a menudo tratamientos térmicos especiales en su proceso de manufactura para darles las cualidades necesarias. El cambio o modificación de las propiedades de un material con calentamiento y enfriamiento controlados se denomina tratamiento térmico y es un término genérico que incluye los procesos de reblandecimiento, endurecimiento y tratamiento de superficies. El tratamiento térmico, incluye calentar y enfriar la pieza de trabajo para alterar su estructura.

*Endurecimiento:* El acero, con la excepción de algunos tipos especiales, es endurecido por calentamiento a temperatura elevada y rápido enfriamiento posterior. Al proceso mediante el cual el acero se incrementa a su máxima dureza también se le conoce como temple o templado. Es cierto que cada acero requiere su temperatura particular de calentamiento para temple, pero las experiencias demuestran que la temperatura para conseguir el máximo de endurecimiento es afectada, de manera regular, por el contenido de carbono en el acero. Otro factor importante en el temple o en cualquier tratamiento térmico es la velocidad de calentamiento y de enfriamiento. La dureza obtenida de un tratamiento dado depende de la velocidad del temple, del contenido de carbono y del tamaño de la pieza.

*Revenido:* El revenido consiste en un calentamiento dentro de un amplio intervalo de temperaturas, aproximadamente desde 120 a 675 °C. Elimina la fragilidad y las tensiones

ocasionadas en el temple. Consiste en un calentamiento a una temperatura inferior a  $A_1$ , para lograr que la martensita se transforme en una estructura más estable. El proceso termina con un enfriamiento más bien rápido. Aunque destruye parte del temple, el acero es más blando, pero menos frágil (Czerwinski, 2012).

Los aceros grado herramienta H13 se precalientan a  $816\text{ }^\circ\text{C}$ . Luego, se calientan directamente aumentando la temperatura hasta  $1020\text{ }^\circ\text{C}$  manteniéndolos durante 15 a 40 minutos. Seguido de esto, se temple al aire. El revenido se lleva a cabo a temperaturas que van desde  $538$  hasta  $649\text{ }^\circ\text{C}$  para obtener una dureza Rockwell de 44 a 52. También se puede realizar un doble revenido. Estos aceros se forjan a  $1079\text{ }^\circ\text{C}$  y no es conveniente forjar por debajo de  $898\text{ }^\circ\text{C}$  (Straffelini, 2015).

El acero grado herramienta para trabajo en caliente H13, generalmente utilizado en estado templado y revenido, muestra una matriz martensítica con la dispersión de carburos finos secundarios (Deirmina et al., 2019). La microestructura, el tamaño de grano y el tamaño de partícula de carburo después del tratamiento térmico también tienen un gran impacto en las propiedades mecánicas del acero H13 (Guanghua et al., 2010).

### **2.3 Tratamientos termoquímicos**

La ingeniería de superficies representa un método viable económicamente y una técnica atractiva que permite mejorar la capa superficial de los materiales. El objetivo es que se desarrolle una amplia gama de propiedades que sean diferentes del sustrato base.

Los tratamientos termoquímicos introducen mediante difusión átomos de metales o no metales para modificar la química y la microestructura de la superficie de la pieza tratada.

El proceso se realiza en medios sólidos, líquidos o gaseosos, con uno o varios elementos químicos activos. En el mecanismo de estos tratamientos se lleva a cabo la descomposición de especies sólidas, líquidas o gaseosas, división de moléculas gaseosas para formar átomos, absorción de átomos, difusión en una red metálica y reacciones dentro de la estructura del sustrato para modificar las fases existentes o nuevas.

Entre los procesos clave abarcan la nitruración, la carburación y sus combinaciones, sin embargo, se incluyen otros procesos como boronización, aluminización, cromización y otros elementos formadores de carburos.

Los tipos de tratamientos termoquímicos son:

*Cementación:* El tratamiento está indicado para aceros que contienen menos de 0.20% de carbono, para asegurar una alta tenacidad a la fractura en el núcleo. Es muy adecuado para resistir el desgaste adhesivo y tribo-oxidativo, y el desgaste por abrasión de bajos esfuerzos. El objetivo es enriquecer las capas superficiales de acero u otras aleaciones con carbono. El tratamiento se lleva a cabo a temperaturas relativamente altas de 900-950 °C.

*Boronización:* En este tratamiento la capa superficial del material está saturada de boro. El proceso se realiza en medio sólido, líquido o gaseoso y principalmente se basa en la mejora de la resistencia en el porcentaje de carbono. Es aplicable en aleaciones de Ni, Co o Ti. En el caso del acero, se lleva a cabo a temperaturas entre 840 y 1050 °C por 10 h (máximo), para la creación y nucleación de boruros ( $\text{FeB-Fe}_2\text{B}$ ), los cuales alcanzan una microdureza de 1200 HV. Mejora la resistencia al desgaste, a la corrosión y la



resistencia a la oxidación a temperaturas de 850 °C. La principal desventaja es la fragilidad de la capa compuesta, especialmente la fase de FeB.

*Cromización:* Su propósito principal es enriquecer las capas superficiales de una aleación con cromo. Puede llevarse a cabo mediante un paquete de polvo, baño de sal o lecho fluidizado. La capa compuesta superficial se forma por una reacción entre el formador de carburo, como el Cr depositado en la superficie y el carbono en el sustrato. El resultado muestra propiedades similares a los recubrimientos producidos por CVD y PVD. Una de las desventajas de este proceso es la poca profundidad de penetración del cromo en el sustrato. Esta característica es causada por la cinética de difusión del cromo en el acero.

*Carbonitruración:* Es un proceso similar a la carburación, sin embargo, se agrega una fuente de nitrógeno a la atmósfera de carburación, lo cual resulta en la incorporación simultánea de carbono y nitrógeno en la superficie de la aleación. Se realiza a temperaturas de 800 a 940 °C en un ambiente que contiene carbono y nitrógeno, seguido de enfriamiento. Después del tratamiento la presencia de nitrógeno en el acero carburado aumenta la dureza, la resistencia al desgaste y retrasa el temple (Czerwinski, 2012).

*Nitruración:* La nitruración es un tratamiento termoquímico que consiste en la difusión de nitrógeno atómico en la superficie del acero, normalmente en estado de temple y revenido, para conseguir una mayor dureza superficial mediante la formación de compuestos duros denominados nitruros. La finalidad de la nitruración es incrementar la

dureza superficial respetando la dureza original en el núcleo de la pieza. Con ello se consigue aumentar la resistencia al desgaste y a la fatiga, mejorar la resistencia a la corrosión y retener la dureza aportada incluso a temperaturas de 500 °C. Este tratamiento no produce deformaciones en la pieza. La nitruración se realiza a temperaturas comprendidas entre los 490 y los 580 °C. Es preferible que las piezas a nitrurar estén previamente templadas y revenidas para que el núcleo ofrezca una resistencia elevada y la estructura martensítica ayude a la obtención de una capa nitrurada más compacta. El endurecimiento de la superficie se obtiene por difusión de nitrógeno, que endurece el acero mediante una solución sólida para la formación de una fina dispersión de nitruros. Por lo tanto, los aceros de nitruración contienen elementos formadores de nitruros como cromo, molibdeno o aluminio.

La nitruración también es adecuada para aplicaciones tribológicas caracterizadas por el desgaste abrasivo, en particular la abrasión de baja tensión (Straffelini, 2015). Generalmente, los procesos industriales de nitruración se llevan a cabo mediante técnicas gaseosas, asistidas por plasma o baños de sales. Entre estos, la nitruración iónica es particularmente atractiva, debido a su relativa alta eficiencia con bajo costo (Aditya & Bharat, 2015).

### **2.3.1 Tipos de nitruración**

*Nitruración gaseosa:* Este tipo de nitruración se lleva a cabo a temperaturas de 550-580 °C en un horno de caja en una atmósfera llena de amoníaco parcialmente dissociado.

La reacción fundamental es la descomposición catalítica del amoníaco para formar el nitrógeno atómico. Los parámetros de control incluyen tiempo, temperatura y velocidad de disociación de gases.

*Nitruración en sales fundidas:* Se realiza en un baño de sal fundida que contiene una fuente rica en nitrógeno (cianuros o cianatos). Un baño comercial típico se compone de una mezcla de 60-70% de sales de sodio y 30-40% de sales de potasio. Si se aplica calor desde una fuente interna o externa, la sal se funde liberando nitrógeno al acero para su difusión. Cuando una pieza de acero se introduce en la sal y se calienta hasta una temperatura en la sal fundida, las reacciones comienzan por difusión en la superficie del acero. El proceso se lleva a cabo de 400 a 600 °C, utilizando tiempos de 60 a 90 minutos (Pye, 2003).

*Nitruración por plasma:* Utiliza el fenómeno de descarga luminiscente para introducir nitrógeno atómico en la superficie de una aleación y su posterior difusión en capas subsuperficiales. El plasma se forma en una atmósfera de bajo vacío utilizando una energía eléctrica de alto voltaje para acelerar los iones de nitrógeno que bombardean la superficie de la aleación. Las principales ventajas de la nitruración por plasma sobre los procesos de nitruración convencionales son: tiempo de ciclo reducido, crecimiento controlado de la capa superficial, eliminación de la capa blanca, distorsión reducida, sin necesidad de acabado y superficies libres de poros. La ventaja única es el sputtering de activación de superficie. Debido al efecto de pulverización catódica con iones positivos en la descarga luminiscente, se elimina el óxido protector, inherente a las superficies de

aceros inoxidable, aleaciones de aluminio o titanio. Por lo tanto, los átomos de nitrógeno se pueden mover del plasma a la superficie del material. En el sistema convencional de corriente continua, el componente nitrurado está sujeto al alto potencial del cátodo y el plasma se forma directamente en la superficie del componente (Czerwinski, 2012).

En los últimos años ha sido muy importante en la industria tener una mejora en las herramientas y piezas mecánicas mediante modificaciones superficiales. Las propiedades que pueden presentar estas modificaciones son: buena tenacidad, excelente resistencia al desgaste, estabilidad térmica y química, buena adhesión sobre el sustrato, entre otras (He et al., 2020).

Debido a que el hierro forma diferentes combinaciones con el nitrógeno dentro de la nitruración se forma tres fases importantes:

La fase  $\alpha$ , esta fase se conoce como la ferrita nitrogenada cuya estructura cristalina es cúbica centrada en el cuerpo de acuerdo al contenido de nitrógeno.

La fase  $\gamma'$ , la cual se describe como la solución sólida a base de  $\text{Fe}_4\text{N}$  con estructura cristalina cúbica centrada en las caras. Su dureza es más alta que la del hierro puro.

La fase  $\epsilon$ , la cual se describe como la solución intersticial a base de  $\text{Fe}_2\text{N}$  y  $\text{Fe}_3\text{N}$  con estructura cristalina hexagonal.

Observando dichas fases en un microscopio óptico se pueden distinguir como una capa superficial blanca. El mecanismo de las capas nitruradas se obtiene mediante la difusión del nitrógeno, ya que los átomos al estar en constante movimiento emigran de un sitio de la red a otro. Esta movilidad se puede realizar de dos formas:

- 1) El átomo ocupa un lugar vecino vacío
- 2) El átomo debe contar con suficiente energía con el fin de romper enlaces con los átomos vecinos y de esta manera distorsionar la red durante el desplazamiento (Cordova Valencia, 2003).

En este método de nitruración por plasma, la muestra colocada dentro del reactor y puesta sobre un cátodo al centro se cargan negativamente a unos 1000 voltios y el gas nitrógeno o la mezcla de gases se suministra por medio de los controladores de flujo másico monitoreándose a baja presión (102 Pa). En la descarga luminiscente y el gradiente de potencial eléctrico, el gas se ioniza y los iones de nitrógeno se aceleran hacia la superficie cargada negativamente. La superficie de la pieza calentada se calienta adicionalmente mediante el plasma (Schaaf et al., 2014). A continuación, se observa un esquema del sistema para el proceso de nitruración (Figura 1)

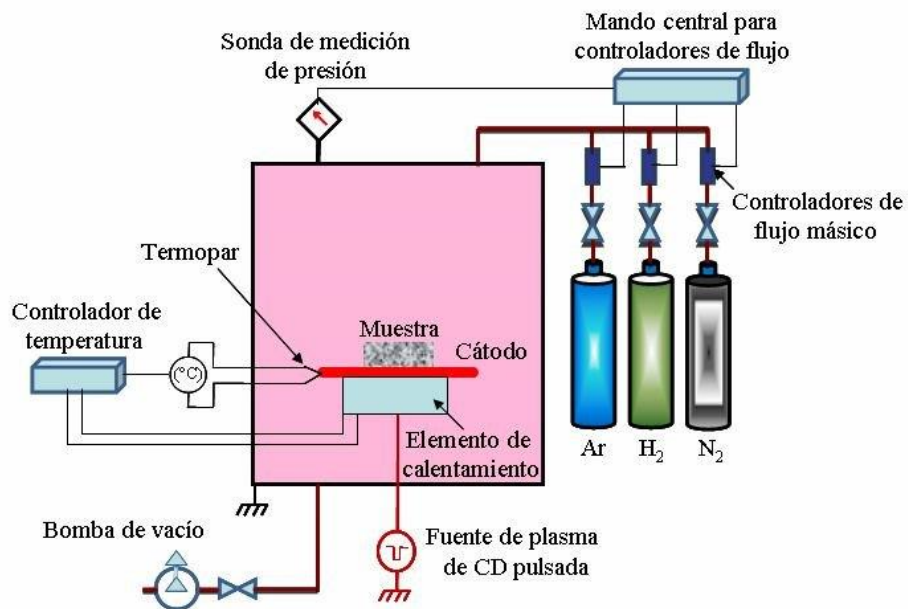


Figura 1. Esquema del sistema del proceso de nitrurado iónico (Díaz-Guillén, 2009).

### **2.3.2 Zona de difusión**

En el hierro puro, o acero sin alear, el nitrógeno se difunde en solución sólida, durante el proceso de nitruración, produciendo endurecimiento que varía según el enriquecimiento del nitrógeno. La solución sólida se conserva si el metal se enfría rápidamente a partir de la temperatura de nitruración. Por el contrario, si el enfriamiento es lento, los nitruros precipitan y condicionan una segunda oportunidad de endurecimientos a la mayor o menor precipitación de los mismos. Los elementos de aleación presentan una mayor afinidad para formar nitruros cuanto más elevada sea la temperatura de formación de los mismos. El endurecimiento de la zona de difusión está relacionado por la presencia de elementos de aleación que tienen afinidad por el nitrógeno y que son en su totalidad, los mismos elementos formadores también de carburos (cromo, molibdeno, vanadio, aluminio, etc) el resto de elementos no genera endurecimiento en el proceso de nitruración porque tampoco forman nitruros. La zona de difusión consiste en nitruros de elementos de aleación (por ejemplo, CrN y AlN) o una solución intersticial sobresaturada de nitrógeno en una matriz metálica.

### **2.3.3 Zona de compuestos o Capa blanca**

Una superficie endurecida por nitruración consta de dos zonas distintas. En la zona exterior, los elementos que forman nitruros, incluyendo el nitrógeno. Esta región, que varía en espesor de hasta un máximo de unos 50.8  $\mu\text{m}$ . Comúnmente se conoce como capa blanca, debido a su apariencia después de un ataque químico con nital. Las capas que son

demasiado gruesas o que son sometidas a fluctuaciones de temperatura durante servicio son especialmente propensas a fallar (Elwar & Hunger, 2013). La capa compuesta consta de nitruros de hierro (carbono)  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N<sub>1-x</sub> y  $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>(N, C)<sub>1-z</sub>. La capa de compuesto proporciona resistencia al desgaste y, particularmente después de la post-oxidación, mejora el rendimiento con respecto a la corrosión atmosférica (Somers, 2013).

## 2.4 Propiedades Tribológicas

La tribología es la ciencia y tecnología que estudia las interacciones en la superficie en movimiento relativo. Abarca los campos de fricción, desgaste incluyendo la lubricación.

La fricción hace referencia a las interacciones entre las zonas de los cuerpos que están en contacto o en movimiento uno en relación de otro. Se puede clasificar de acuerdo a diferentes características, teniendo tres tipos de fricción:

- Fricción de deslizamiento
- Fricción de rodadura
- Fricción de giro

La lubricación se emplea para minimizar o prevenir el desgaste y la fricción. Otra tarea importante es prevenir la corrosión y en el caso de grasa lubricante sellar los puntos de fricción.

El desgaste es una pérdida progresiva de material de la superficie de un sólido, provocada por diferentes factores, especialmente fatiga en la superficie, abrasión, adhesión o, reacción triboquímica (Deters, 2009).

Se pueden tener diferentes definiciones de desgaste, el que se produce cuando hay pérdida de material, que se produzca un movimiento de material sin pérdida de masa, es decir sólo cambio en la dimensión o geometría, y el daño en la superficie que no da lugar a una pérdida de masa, ni cambio dimensional, por el ejemplo el desarrollo de grietas.

Los tipos de desgaste más comunes son: desgaste por deslizamiento, rodadura, impacto, oscilación y flujo.

#### **2.4.1 Mecanismos de desgaste**

- Desgaste por adherencia: Las interacciones existentes entre el material es algo importante. Si se ponen en contacto dos cuerpos sólidos, experimentarán las fuerzas de Van der Waals, denominadas de rango largo. En distancias de aproximadamente 1 nm, entran en acción fuerzas superficiales de rango corto, cuyo tipo depende de la naturaleza de las superficies de contacto. Así, pueden formarse uniones adhesivas fuertes cuando la superficie de unión crece y se eliminan contaminantes superficiales. El desgaste adhesivo puede producirse de forma rápida, siendo el mecanismo principal por el que se produce el fenómeno de desgaste.



- **Desgaste por abrasión:** En este mecanismo el arranque de partículas es causado principalmente por contacto con deformación. Se considera como el responsable del 50% del desgaste en la industria. El efecto de abrasión se produce por el contacto físico de dos superficies, considerándose una más dura que la otra. Para reducir la componente abrasiva del desgaste, la dureza del material debe ser mayor que la dureza de las partículas abrasivas.
- **Desgaste por fatiga:** En este desgaste, el deslizamiento, rodadura o impacto repetido hace que el material próximo a la superficie experimente una carga cíclica, el resultado son grietas que se inician en estas regiones. Las grietas se propagan e interseccionan con la superficie y consigo mismas. Si se sigue aplicando carga el proceso continúa dando lugar a la pérdida progresiva del material de la superficie. Este mecanismo es más evidente en situaciones de desgaste por rodadura o impacto.
- **Desgaste por oxidación:** El aspecto vidrioso que se muestre en la superficie se asocia a la formación de una capa de óxido. El desgaste aparece al arrancarse la capa de óxido resultado del contacto con las asperezas. Se puede decir que el punto más desgastado está en la interfase entre el metal y el óxido y que es el resultado de despegarse la capa oxido durante el deslizamiento (García Díaz, 2007).

## **2.5 Técnicas de Caracterización**

A continuación, se muestra una breve explicación de las técnicas de caracterización empleadas en este proyecto:

### **2.5.1 Difracción de Rayos X (DRX)**

Una forma de producir rayos X es acelerando electrones desde un cátodo, por medio de alto voltaje y hacerlos incidir sobre un blanco metálico (ánodo). Los electrones acelerados que poseen suficiente energía, chocan con los átomos del metal utilizado como blanco removiendo electrones de los niveles internos, ocasionando que los electrones de los niveles superiores cubran los lugares vacantes, emitiendo fotones de rayos X. Debido a que los rayos X tienen una frecuencia correspondiente a la diferencia de energía entre los dos niveles, también son llamados radiación característica. Los rayos X generados, se utilizan para bombardear una muestra para obtener su patrón de difracción de rayos X. Los rayos X incidentes en una muestra cristalina, cuyos átomos se encuentran agrupados de forma periódica y ordenada, son dispersados en todas direcciones, produciendo fenómenos de interferencia. Debido al orden periódico de los átomos, puede ocurrir que las ondas dispersadas se encuentren en fase y se refuercen mutuamente dando origen al fenómeno de difracción. Esto se cumple cuando los rayos X difractados por planos paralelos separados por una distancia “d”, presentan una diferencia de camino recorrido igual a un entero de la longitud de onda del haz incidente. Esto se traduce matemáticamente como la ley de Bragg (Figura 2). El difractómetro de rayos X tiene un

arreglo entre la fuente de rayos X, la muestra y el detector. Cada vez que se satisface la ley de Bragg, el haz primario se difracta desde la muestra hacia el detector, el cual, junto con los elementos electrónicos mide la intensidad de dicha radiación y la posición angular de la reflexión se despliega en el controlador (Rivero, 2014).

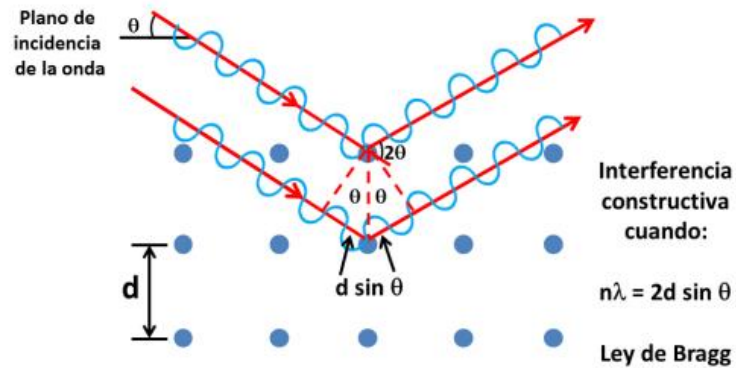


Figura 2. Esquema representativo de Ley de Bragg (Rivero, 2014)

### 2.5.2 Microscopía Óptica

Los microscopios de tipo óptico se basan en la ampliación de la imagen de un objeto mediante el uso de lentes convergentes. Este es el tipo de microscopio más antiguo y más utilizado. La sonda en estos microscopios es la radiación visible que ilumina la muestra que queremos estudiar. Poseen una óptica doble (objetivo y ocular), a diferencia de las lupas, que presentan una sola lente. La resolución máxima de este tipo de microscopios viene dada por fenómenos de difracción en el borde del objetivo (Martín Gago, 2009).

### **2.5.3 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)**

Los microscopios ópticos presentan una gran sencillez y versatilidad, sin embargo, muchas estructuras, principalmente en el área de materiales presentan dimensiones inferiores a la micra y por tanto para su caracterización morfológica es necesario utilizar microscopios con mayor poder resolutivo que los ópticos. La resolución máxima en el microscopio óptico depende del ‘tamaño’ de la sonda. En los microscopios electrónicos la sonda que interacciona con la muestra es un haz de electrones de dimensiones nanométricas. La idea básica consiste en acelerar a altas energías un haz de electrones y focalizarlo de manera a irradiar la muestra en un punto de unos 10 nm. Durante la interacción de este haz con la muestra se producen una infinidad de procesos: generación de electrones secundarios, electrones elásticos, rayos X, etc. El microscopio detecta y ‘cuenta’ el número de partículas de un determinado tipo emitidas en cada uno de los puntos irradiados. En el SEM (“Scanning Electron Microscope”) un haz de electrones, la sonda del microscopio, es generado por un filamento incandescente. Los electrones emitidos son acelerados por una rejilla cercana polarizada positivamente. Este haz de electrones, en su viaje a través del vacío, tiende a separarse debido a las fuerzas de repulsión electrostáticas que actúan entre ellos. Un campo eléctrico, generado por unas placas, se encarga de focalizar el haz y condensarlo. Por último, en su camino hacia la muestra, el haz es deflectado hacia un punto mediante bobinas electromagnéticas, de manera que estas permiten realizar un barrido en la zona que se quiere estudiar. El haz incide sobre un punto y produce un número de electrones secundarios. El número de electrones producidos en el proceso de interacción depende tanto del material (cuanto

mayor es el número atómico mayor es la emisión: contraste por diferente elemento químico) como de su forma (la emisión sobre una zona rugosa, borde o arista es mayor debido entre otras cosas a la mayor concentración de carga en esos puntos: contraste topográfico). La principal ventaja de este microscopio es la facilidad en su manejo combinada con una buena resolución (Martín Gago, 2009).

#### **2.5.4 Prueba de desgaste por deslizamiento (pin-on-disk)**

El ensayo pin-on-disk (bola o perno sobre disco) es un procedimiento de prueba común (ASTM G-99), utilizado para medir el coeficiente de desgaste por deslizamiento de un determinado material. Este es un ensayo de desgaste adhesivo y se lleva a cabo en un tribómetro, el cual consiste en un aparato mediante el cual se pueden medir variables o parámetros relacionados con lubricación, fricción o desgaste, así como cualquier variación de estos en función de algún parámetro que se considere de importancia. Para el ensayo se requieren de dos especímenes: una bola o perno (Pin) y un disco (Disk). La bola se construye de un determinado material que puede ser carburo de tungsteno, óxido de aluminio, zafiro, acero inoxidable, etc., mientras que el disco es del material a ensayar. Accionando el disco y empujando la espiga contra él se simula una situación de deslizamiento (Figura 3) (Medina & Peralta, 2010). Para realizar la medición de huellas tanto los pernos (pin) como los discos pueden someterse a un análisis de rugosidad de la superficie (perfilometría). Se pueden también realizar comparaciones estadísticas de los parámetros de desgaste (pérdida de peso acumulada, rugosidad superficial promedio y

tasa de desgaste) entre los grupos de muestras. Y finalmente se pueden hacer correlaciones para los resultados de desgaste frente a los grupos de muestras (tamaño de pin, tensión de contacto, número de ciclos, etc.) para determinar diferentes factores (Zdero et al., 2017).

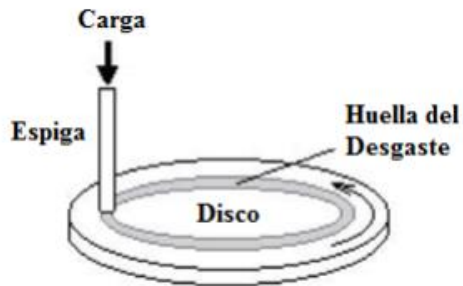


Figura 3. Prueba de desgaste por deslizamiento pin-on-disk (Zdero et al., 2017).

### 2.5.5 Rugosidad Superficial

Se define como rugosidad superficial al conjunto de las irregularidades superficiales de paso relativamente pequeño, correspondiente a las huellas dejadas en la superficie real por el procedimiento de elaboración u otras influencias. Es el parámetro más representativo para describir la textura superficial debido a su influencia directa en la fricción, fatiga y resistencias electrónica y térmica. Existen diversos parámetros para definir la rugosidad superficial de un material, algunos de los más relevantes son:  $R_t$ ,  $R_y$ ,  $R_v$ ,  $R_{max}$ ,  $R_z$ ,  $R_a$ ,  $R_q$ .

$R_a$  es una media aritmética (MA) basada en los valores absolutos de la desviación, y a este valor de la rugosidad se le denomina rugosidad promedio (Reyes Carreño & López Alzate, 2010).

## 2.6 Estado del arte

La influencia de la aplicación de tratamientos superficiales termoquímicos, sobre las propiedades y características de diversas aleaciones metálicas ha sido tema de interés científico y tecnológico desde hace varios años. Recientemente y a raíz del empleo de procesos de manufactura más agresivos, el incremento en las propiedades superficiales de aceros herramienta para trabajo en caliente ha llamado mucho la atención. En los siguientes párrafos se presenta la revisión de trabajos de investigación relacionados con el tema que aborda esta tesis, con el objetivo de establecer el estado del arte y fundamentar el trabajo.

La influencia de parámetros de procesamiento de nitrurado iónico como temperatura y tiempo, sobre el desempeño en corrosión y la microestructura de un acero grado herramienta H13 nitrurado por plasma pulsado fue analizado por Basso y colaboradores en 2010, en dos ensayos diferentes. El primero variando el tiempo (1, 4, 9, 16 y 36 h) a baja temperatura (400 °C) y el segundo variando la temperatura (360, 400, 440, 480 y 520 °C) manteniendo tiempo fijo (4 h). Sus resultados destacan que la mejor protección contra la corrosión se observó para las muestras nitruradas a 480 y 520 °C. Ellos concluyeron que la microestructura y composición de las capas de nitruro producidas por la modificación de la superficie del acero H13 se puede controlar seleccionando adecuadamente la temperatura y el tiempo de nitruración durante el procesamiento por plasma pulsado. Mencionando que estos parámetros tienen un efecto directo sobre el desempeño en corrosión por picadura en soluciones de NaCl al 0.9%. Sus resultados indicaron que  $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$  es la fase principal obtenida a temperaturas de nitruración por

debajo de 400 °C. Y que la precipitación de esta fase en la superficie, así como en la capa de difusión cerca de la región de la superficie, puede mejorar significativamente la resistencia a la corrosión por picadura del acero grado herramienta H13 (Basso et al., 2010).

Por otro lado, Leite M.V. y colaboradores (2010) investigaron los mecanismos de fricción y desgaste del acero grado herramienta H13 nitrurado por plasma pulsado durante diferentes tiempos (4, 9, 16 y 36 h) a baja temperatura (400 °C). En muestras nitruradas durante 4 y 9 h, se produjo delaminación, delaminación plástica y desgaste abrasivo. Para las muestras nitruradas durante 16 y 36 h, se obtuvo desgaste abrasivo. Los resultados mostraron que los tiempos de nitruración más largos reducen los volúmenes de desgaste. El coeficiente de fricción fue de  $0.20 \pm 0.05$  para todas las condiciones probadas y dependió en gran medida de la presencia de escombros de desgaste (debris). Los mecanismos de desgaste cambiaban de fatiga de ciclo bajo a fatiga de ciclo largo, los cuales se correlacionaron con la microestructura y dureza de la capa nitrurada (Leite et al., 2010).

Zagonel y colaboradores (2012) estudiaron el mecanismo de difusión de nitrógeno a baja temperatura (400 °C), pero considerando tiempos de procesamiento más largos (1, 9, 16 y 36 h). Dado que la temperatura no afectó significativamente a la estructura del plasma en sí, este régimen de temperatura mantuvo la efectividad de la nitruración, pero modifica la cinética de los procesos dentro del material, como la difusión de nitrógeno y, la formación y disolución de los precipitados formados con los elementos de aleación.



Sus resultados revelaron que, a pesar de la baja temperatura del proceso, un compuesto enriquecido en nitrógeno ( $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$ ) se formó en la superficie durante la primera hora del proceso. Debajo de la superficie, la espectroscopía dispersiva de longitud de onda de rayos X (WDS) en un microscopio electrónico de barrido (SEM) indicó concentraciones de nitrógeno relativamente más altas (hasta 12%) dentro de la capa de difusión, mientras que no se forman nitruros y los carburos existentes no se disolvieron. Además, en la capa de difusión, se encontró que el nitrógeno se dispersa en la matriz y forma precipitados nanométricos. Los perfiles de nitrógeno mostraron una profundidad de aproximadamente 43  $\mu\text{m}$  después de nueve horas de proceso de nitruración. Estos resultados indicaron que la nitruración por plasma pulsado es muy eficaz incluso a temperaturas bajas ya que a esta temperatura de proceso es posible formar capas nitruradas gruesas y duras con propiedades mecánicas satisfactorias. Ellos concluyeron que este proceso puede ser particularmente interesante para mejorar la dureza de la superficie de los aceros herramienta sin exponer la pieza de trabajo a altas temperaturas y alterar su microestructura general (Zagonel et al., 2012).

En 2014, Mohammadzadeh R. y colaboradores estudiaron el efecto de la nitruración por plasma de RF en diferentes mezclas de gases  $\text{N}_2 - \text{H}_2$  (25, 50 y 75 sccm) sobre el acero AISI M2 templado. La nitruración por plasma se realizó a 450 °C durante 8 h. Ellos encontraron que el espesor de la capa nitrurada incrementó al aumentar el contenido de nitrógeno en la mezcla de tratamiento. El análisis DRX y los resultados de una prueba de desgaste por deslizamiento revelaron la formación preponderante de una zona de difusión cuando emplearon un flujo de gas de 25 sccm de  $\text{N}_2$  y 75 sccm de  $\text{H}_2$  y de la formación

de una capa de compuestos monofásica  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N a concentraciones más altas de N<sub>2</sub> (50 y 75 sscm). Reportaron también que la nitruración por plasma aumenta la dureza cercana a la superficie hasta en un 50% independientemente de la relación N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> y que, dependiendo del contenido de nitrógeno, la resistencia al desgaste por deslizamiento se puede mejorar entre un 20 y un 90% con respecto al sustrato no nitrurado (Mohammadzadeh et al., 2014).

Jacobsen S.D. y colaboradores (2015) determinaron el perfil de profundidad de dureza sobre un acero H13 nitrurado en una condición específica, así como las distribuciones de profundidad de nitrógeno y fases cristalográficas formadas en la zona de difusión, investigando las relaciones entre estos parámetros. El proceso se llevó a cabo en una condición específica de nitruración (450 °C con una duración de 5 horas). En las condiciones de nitruración de su estudio se observó una correlación entre la cantidad de martensita nitrogenada y la dureza en profundidad. El perfil de dureza presenta dos regiones distintas, una donde la dureza es aproximadamente constante y otra donde disminuye. El exceso de N en la capa de difusión junto a la capa de compuesto, se atribuyó en parte al aumento de nitrógeno dentro de las celdas unitarias martensíticas. Finalmente mencionaron que los nitruros de elementos de aleación que forman nanoprecipitados, no parecen controlar el comportamiento de la dureza lo que concuerda con el contenido de martensita en toda la capa de difusión (Jacobsen et al., 2015).

También Jacobsen y colaboradores, pero en 2016, investigaron los efectos de la densidad de corriente en el plasma sobre la formación de fases y las propiedades tribológicas del acero H13 nitrurado por plasma. Esto se realizó comparando los

resultados de las pruebas de muestras tratadas en combinaciones de tres temperaturas diferentes (400, 430 y 480 °C) y seis densidades de corriente diferentes (3.7, 5, 5.5, 7.2, 8.8, y 10.9 mA/cm<sup>2</sup>), en una atmósfera con alto contenido de nitrógeno. La combinación de la densidad de la corriente en el plasma y la temperatura de la muestra formó varias fases diferentes, cuya abundancia relativa influyó en los comportamientos de fricción y desgaste. La reducción del coeficiente de fricción en las etapas iniciales de las pruebas se atribuyó a la presencia de cementita, formada en determinadas condiciones de procesamiento. La nitruración a bajas temperaturas (400 y 430 °C) formó solo la fase  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3.2</sub>N en la capa de compuestos, mientras que a 480 °C se observó una mezcla de  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3.2</sub>N y  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N. A 480 °C, reportaron que el coeficiente de fricción no se vio afectado por las diferentes densidades de corriente. El desgaste se vio influenciado por las densidades de corriente a través de los diferentes espesores alcanzados por los modos Alta Densidad de Corriente o Baja Densidad de Corriente. Ellos mencionaron que todas las combinaciones de densidad de corriente y temperatura estudiadas fueron efectivas para reducir el desgaste de las muestras nitruradas por plasma, en comparación con la del acero H13 sin recubrimiento (Jacobsen et al., 2016).

La aplicación de recubrimientos posteriores al tratamiento de nitrurado iónico, ha sido también objeto de estudio debido a que plantea un incremento adicional de las propiedades superficiales. Das K. y colaboradores (2017) estudiaron la influencia de la condición inicial del material y el tiempo de tratamiento de nitruración por plasma (6, 12 y 24 h) sobre la microestructura del acero H13, las propiedades mecánicas posteriores al nitrurado y la estructura de un recubrimiento de TiN aplicado de forma posterior mediante la técnica

de Deposición Física de Vapor (PVD). Observaron que el estado de la superficie inicial y el espesor de la capa de compuestos juegan un papel importante en el control de las propiedades finales del material con recubrimiento. A 12 h de tratamiento, el nitrurado exhibió una rugosidad superficial máxima. Se realizó una prueba de desgaste de todas las muestras y los resultados obtenidos más significativos fueron pérdida de peso para la muestra nitrurada a 6 h debido a una mejor adhesión entre el compuesto delgado y la capa de difusión. La resistencia al desgaste también mostró mejoras en condiciones de tratamiento térmico para muestras tratadas con nitrurado iónico y deposición física de vapor en comparación con las muestras de la condición inicial (Das et al., 2017).

En 2019, Miyamoto y Abraha implementaron un método novedoso para controlar los iones de nitrógeno durante la nitruración de acero grado herramienta H13 utilizando especies de nitrógeno neutro y iones de nitrógeno. Se investigaron los efectos de varios tiempos de tratamiento (1.5, 3 y 6 h) a temperatura fija de 500 °C para iones de nitrógeno y para especies de nitrógeno neutro utilizaron variaciones de tiempo 3, 6 y 12 h a la misma temperatura sobre la formación de una capa compuesta dura pero quebradiza, y se determinaron las características tribológicas de la capa nitrurada formada. Los resultados mostraron que el acero para herramientas nitrurado por especies de nitrógeno neutro durante 6 h y 500 °C produjo una capa nitrurada constituida por zona de difusión (hasta 60  $\mu\text{m}$ ) sin alterar el acabado de la superficie de pretratamiento ( $R_a = 14 \text{ nm}$ ), y hubo una tasa de desgaste específica menor ( $4.3 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ ) en comparación con la muestra no tratada ( $2.9 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ ). También se obtuvo que la velocidad de tratamiento del proceso de nitruración neutra implementado en esta investigación es menor que la de la

nitruación iónica convencional. La razón fue que el primer proceso suprime la incidencia de iones de nitrógeno en la superficie. Por tanto, el proceso de nitruación iónica es eficaz cuando el objeto a tratar es solo la capa nitruada profunda. Durante la nitruación neutra de las muestras durante 3 y 6 h, se detectó el pico de soluto del átomo de nitrógeno en la fase  $\alpha$ -Fe. Cuando la muestra se trató mediante nitruación iónica y nitruación neutra durante 12 h, se detectaron picos de  $\text{Fe}_4\text{N}$ ,  $\text{Fe}_3\text{N}$  y  $\text{CrN}$ . El coeficiente de fricción de las muestras nitruadas con iones y nitruadas neutras tratadas durante 12 h disminuyó debido a la presencia de la capa de compuesto (Miyamoto & Abraha, 2019).

Fernandes y colaboradores en 2020 abordaron los efectos de la temperatura y presión durante la nitruación por plasma sobre la microestructura, las propiedades de desgaste y corrosión del acero grado herramienta H13. El acero fue nitruado en estado templado a tres temperaturas (450, 550 y 650 °C) y presiones diferentes (4, 5 y 6 mbar) durante 5 h. A 450 °C se observa principalmente una zona de difusión, mientras que se produce una capa de compuesto a 550 y 650 °C. En un trabajo previo realizado en 2010 encontraron que la presencia de una capa blanca, durante la nitruación del acero H13, conduce a un coeficiente de fricción más bajo en comparación con una zona de difusión solamente (Zhao et al., 2006). Desde la perspectiva del desgaste y la corrosión, concluyeron que la nitruación por plasma a 450 o 550 °C conduce a mejores propiedades de corrosión, mientras que la nitruación a 650 °C produce un mejor rendimiento frente al desgaste. Por lo tanto, en circunstancias tales como el procesamiento de polímeros mediante moldeo por inyección, por ejemplo, la nitruación a baja temperatura podría ser más adecuada. Y, en una operación de forjado donde diferentes tipos de mecanismos de desgaste operan, la

nitruación por plasma a temperaturas más altas parece ser la elección correcta (Fernandes et al., 2020).

Realizando un análisis final de la literatura consultada podemos decir que los parámetros típicos y que presentan mejoras en las propiedades tribológicas del material de estudio son los utilizados a bajas temperaturas sin embargo éstos requieren largos periodos de tratamiento (hasta 36 h). Por otro lado, se pueden también obtener buenos resultados a temperaturas que van de los 480 a 500 °C con periodos de tiempo más bajos (4 a 6 h). En todos los estudios revisados se utilizó mezcla gaseosa de N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> con una relación 80%:20% y presiones altas que van desde los 400 a 800 Pa. Los resultados obtenidos exhibieron la formación de nitruros de hierro ( $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N y  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N) depositados en la zona de compuestos y la zona de difusión. La nitruación por plasma produjo cambios significativos en propiedades de microestructura y desgaste. Además, se indicó que el aumento de temperatura de tratamiento provoca un aumento en la señal de fase  $\alpha$ -Fe(N) y en la resistencia al desgaste.

### 3. METODOLOGÍA

Para el presente trabajo se utilizaron como probetas, muestras cilíndricas de acero comercial AISI H13 en estado recocido, con dimensiones de 4 mm de espesor y 38.1 mm de diámetro (Figura 4).

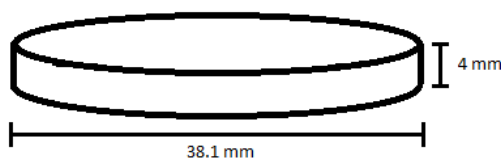


Figura 4. Muestra cilíndrica de acero grado herramienta H13.

Se realizó el análisis químico de la muestra de acero grado herramienta H13 con un espectrómetro de emisión óptica Oxford Instruments (PMI MASTER PRO).

A continuación, se observan los resultados obtenidos en el análisis químico (Tabla 1) de la muestra de acero grado herramienta H13 por triplicado, mostrando el promedio de cada elemento encontrado en dicho análisis, determinando la composición química del material base y realizando una comparación con la Tabla 2 de la composición del acero H13 de acuerdo con la especificación AISI.

Tabla 1. Análisis Químico del Acero Grado Herramienta H13

Elemento	Fe	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Al	Co	Cu	Nb	Ti	V	W	Pb
% en peso	90.1	0.2	0.9	0.3	5.9	1.2	<5	0.03	0.15	0.4	0.005	< 0.005	0.6	< 0.05	0.02

Tabla 2. Composición Química del Acero Grado Herramienta H13 (AISI)

Elemento	C	Mn	Si	Pb	S	Cr	Mo	V
% en peso	0.32- 0.45	0.2- 0.5	0.8- 1.2	0.03 máx.	0.03 máx.	4.75- 5.5	1.1- 1.75	0.8- 1.2

### 3.1 Tratamiento térmico de endurecimiento

Las muestras de acero H13 en condición de recepción se calentaron hasta una temperatura de 1020 °C la cual se mantuvo durante 25 min. Una vez concluidos los 25 min, las muestras fueron sometidas a un proceso de temple al aire para posteriormente llevarse a cabo un tratamiento de doble revenido a una temperatura de 540 °C por 120 minutos cada uno, lo que resultó en dureza promedio de 50 HRC.

### 3.2 Nitruración iónica

El tratamiento de nitrurado iónico se realizó en un reactor nivel laboratorio desarrollado en las instalaciones de COMIMSA. Previo al tratamiento las muestras fueron desbastadas con lijas de SiC (80, 120, 240, 320, 600 y 800), pulidas en paño de terciopelo con pasta de diamante hasta obtener un acabado espejo y finalmente limpiadas en un baño ultrasónico con alcohol. Se introdujeron en pares en la cámara de nitruración, la cual se evacuó hasta obtener una presión base de  $2.7 \times 10^{-2}$  Torr. Durante la etapa de calentamiento (aproximadamente 40 minutos) y dentro del mismo reactor, se realizó un proceso de limpieza por bombardeo iónico, utilizando un plasma con una mezcla gaseosa de 50% H<sub>2</sub> / 50% Ar a una presión de 1.5 Torr y una densidad de corriente de 1.5 mA/cm<sup>2</sup>. El nitrurado



por plasma se realizó inmediatamente después de la limpieza bajo las condiciones que se muestran en la Tabla 3. Se observan valores fijos en los parámetros de tiempo, mezcla gaseosa y presión y valores diferentes en los parámetros de temperatura y densidad de corriente, los cuales son el objeto de este estudio.

Tabla 3. Condiciones de Tratamiento

<b>Muestra ID</b>	<b>Tiempo (h)</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Densidad de Corriente (mA/cm<sup>2</sup>)</b>	<b>Mezcla Gaseosa %</b>	<b>Presión (Pa)</b>
H1319-1	4	480	1	50% N <sub>2</sub> - 50% H <sub>2</sub>	266
H1319-2		480	2		
H1319-4		480	0.5		
H1319-5		480	1.5		
H1319-6		500	0.5		
H1319-7		500	1		
H1319-8		500	1.5		
H1319-9		500	2		
H1319-10		460	0.5		
H1319-11		460	1		
H1319-12		460	1.5		
H1319-13		460	2		

En la Figura 5 se observa un diagrama del equipo el que se llevó a cabo el proceso de nitrurado iónico, el cual consiste básicamente, de una cámara al vacío, una fuente de poder para generación de plasma y un sistema de control de inyección de gases. Es necesario contar con una platina para soporte de las piezas de trabajo, la cual debe estar aislada eléctricamente del reactor (ánodo) pues corresponde, junto con las piezas bajo proceso, al

cátodo del sistema. De la misma forma, el equipo incluye un sistema de calentamiento para mantenimiento y control de la temperatura del proceso, el cual se realiza a través de un termopar tipo K en contacto directo con una muestra “testigo” y conectado en circuito cerrado a un controlador de temperatura. Una vez que el proceso fue completado las muestras bajo tratamiento se enfriaron dentro del reactor en una atmósfera inerte.

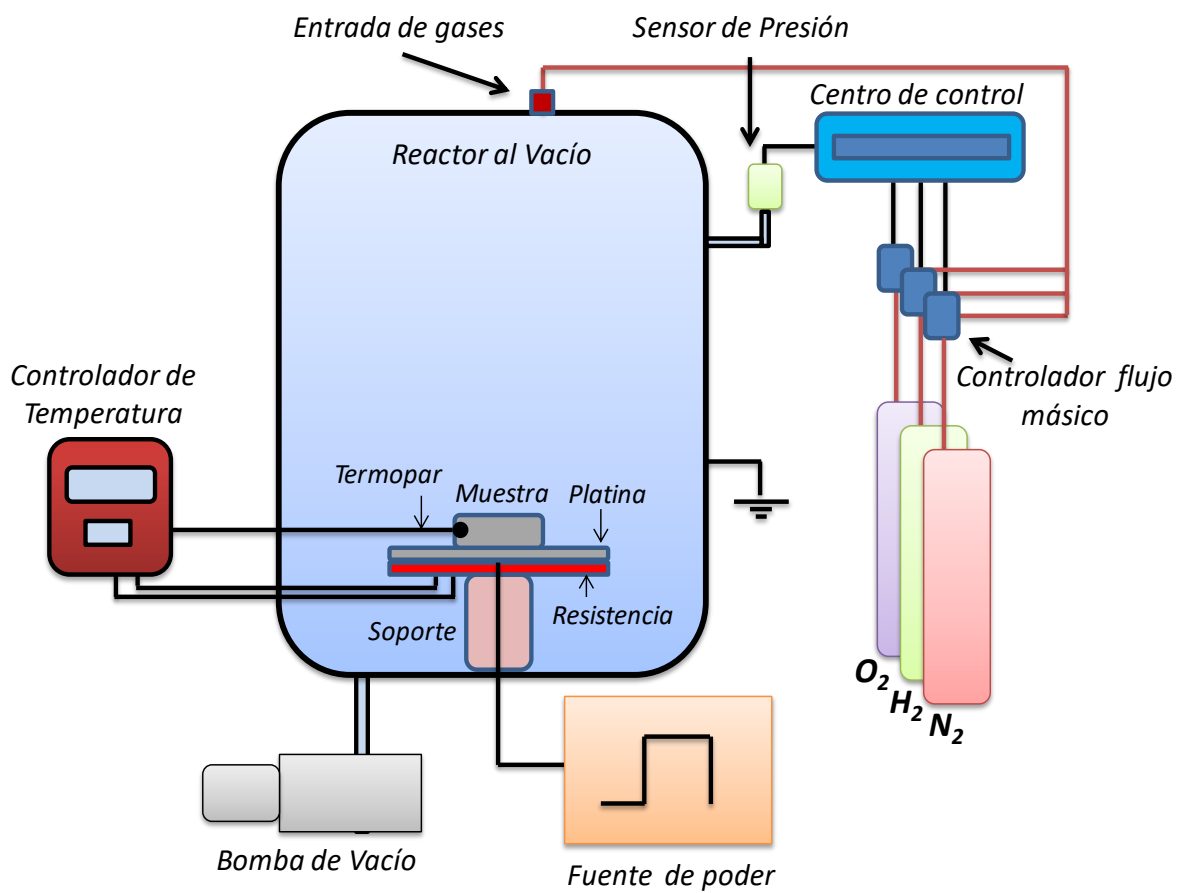


Figura 5. Sistema de nitrado iónico por plasma.

Los rangos de voltaje empleados para el tratamiento fueron de 426 hasta 430 V. La densidad de corriente se determinó calculando el cociente de corriente en el plasma entre el área total del cátodo (ecuación 1):

$$\text{Densidad de corriente} = \frac{I}{A} \quad \text{ecuación 1}$$

En donde I representa la intensidad de corriente (amperes) y A el área (cm<sup>2</sup>) de las muestras colocadas en conjunto con la platina porta muestras y una muestra testigo. La mezcla de gases utilizadas es una mezcla másica de gases de ultra alta pureza de nitrógeno e hidrógeno para el tratamiento de nitrurado iónico. La presión dentro del reactor se controla mediante el flujo de gases y en este estudio se mantuvo constante en 2 Torr.

### **3.3 Caracterización**

- Difracción de Rayos X (DRX)

La validación de la presencia de la fase martensita expandida y la presencia o ausencia de una zona de compuestos y su composición de fases, se llevó a cabo mediante Difracción de Rayos X en modo normal, utilizando un equipo Malvern Panalytical modelo Empréan. El análisis se llevó a cabo utilizando una radiación K $\alpha$ Cu a 45 kV y 40 mA en un rango de 30°- 90° 2 theta empleando, 0.013° por paso a una velocidad de 14 s por paso. Las fases cristalinas fueron identificadas mediante el software HighScore Plus y la base de datos del ICDD.

- Prueba de desgaste por deslizamiento (pin-on-disk)

La evaluación de la respuesta al desgaste del material sin tratamiento y las muestras nitruradas se realizó utilizando la técnica pin-on-disk en modalidad de bola sobre disco. Se utilizó un tribómetro pin-on-disk de pesos muertos marca Anton Paar modelo TBR con capacidad para registrar la carga de deslizamiento y reportar el coeficiente de fricción ( $\mu$ ). La prueba se realizó utilizando una bola de alúmina de 6 mm de diámetro, carga de prueba de 4 N, radio de desgaste de 3.5 mm y 15,000 ciclos a una velocidad de 10 cm/s, siguiendo el procedimiento de la norma ASTM G99-17. Las pruebas fueron realizadas a temperatura ambiente y sin ningún tipo de lubricante. Se obtuvieron las gráficas de número de vueltas contra coeficiente de fricción mediante el software InstrumX ver. 6.1.18.

Para realizar el cálculo del volumen desgastado se utilizó la siguiente fórmula obtenida de la norma ASTM-G99-17 (ecuación 2).

$$V = \frac{\pi(\text{Radio huella de desgaste, mm})(\text{Ancho de huella, mm})^3}{6(\text{radio de la esfera, mm})} \quad \text{ecuación 2}$$

- Microscopía Electrónica de Barrido

El análisis se realizó en un microscopio electrónico de barrido marca Tescan modelo Mira 3 acoplado con un detector de Espectroscopía de Energía Dispersiva marca Bruker modelo X Flash 630. Las morfologías se caracterizaron de forma superficial, realizando también un análisis semicuantitativo. Para validar la existencia de capa blanca se analizaron de forma transversal sólo ciertas muestras realizando primero el corte, preparación metalográfica y ataque con nital de dichas muestras.

- Microscopía Óptica

La observación de las muestras nitruradas se realizó con un microscopio Nikon Eclipse MA-200. Para realizar el análisis las muestras fueron cortadas y preparadas metalográficamente mediante desbaste y pulido para su observación en modo transversal. Seguido de esto se llevó a cabo un ataque químico con nital 5% con el objetivo de revelar su microestructura, la zona de difusión y capa blanca, y de esta manera obtener las micrografías de cada una de las muestras. Se realizó primero la medición del espesor de la zona de difusión y de la misma manera, mediante microscopía óptica se realizó, posterior a la prueba de desgaste la medición del ancho de las huellas de desgaste utilizando el software NIS-Elements y realizando tres mediciones en cuatro zonas diferentes de cada muestra para después obtener un promedio de cada valor.

## 4. RESULTADOS

### 4.1 Análisis químico y morfológico superficial mediante MEB

Una vez que las muestras fueron procesadas se realizó su análisis morfológico en un Microscopio Electrónico de Barrido. Las figuras 6, 7 y 8 presentan vistas a 50,000 aumentos de la morfología superficial de las muestras tratadas bajo diferentes condiciones. Considerando que se partió de muestras con un acabado espejo, se observa que el tratamiento promueve un cambio morfológico importante, mostrando superficies erosionadas y en algunos casos la presencia de partículas con apariencia de aglomerados. Este fenómeno ha sido reportado con anterioridad y relacionado con el fenómeno de erosión catódica (Zhao et al., 2006). El nivel de erosión aparenta ser mayor conforme se incrementaba la densidad de corriente. Esto se nota con mayor facilidad en la figura 7, correspondiente a la temperatura de 480 °C, en la cual a densidad de 0.5 mA/cm<sup>2</sup> se aprecia baja erosión, al incrementar la densidad a 1.5 mA/cm<sup>2</sup> se pueden observar límites de grano. Así mismo, a la densidad de corriente más alta el grado de erosión aparenta ser mayor. Adicionalmente se presentan partículas aglomeradas que pueden corresponder a un proceso de desprendimiento y redeposición del material nitrurado (Zhao et al., 2006). En las figuras correspondientes a 460 y 500 °C, si bien es evidente el fenómeno de erosión, no se observa una tendencia lineal.

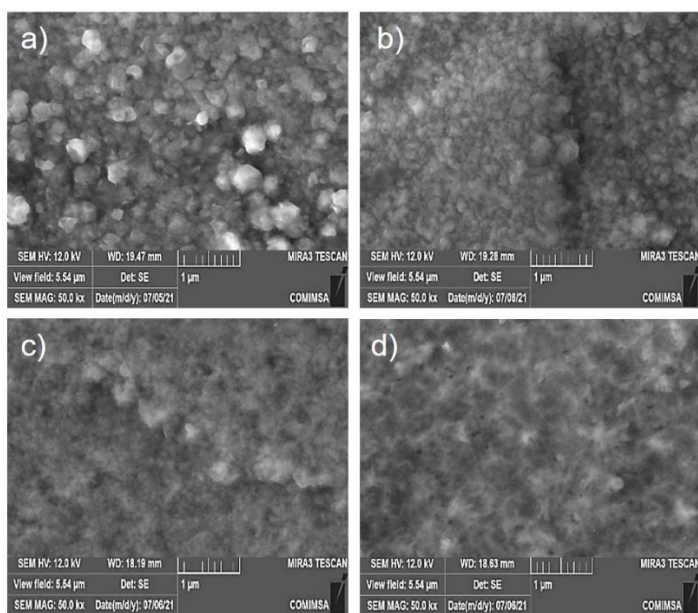


Figura 6. Micrografías de las muestras de 460 °C: a) 0.5 mA/cm<sup>2</sup>, b) 1.0 mA/cm<sup>2</sup>, c) 1.5 mA/cm<sup>2</sup>, d) 2.0 mA/cm<sup>2</sup>.

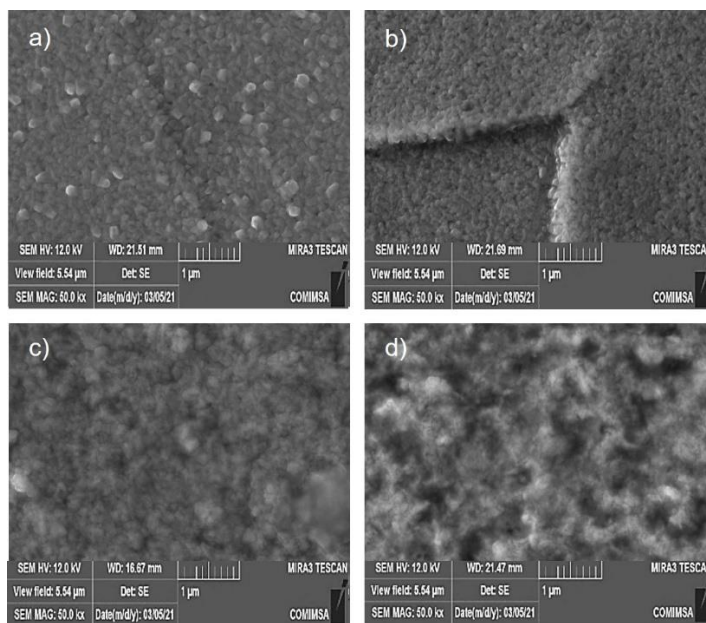


Figura 7. Micrografías de las muestras de 480 °C. a) 0.5 mA/cm<sup>2</sup>, b) 1.0 mA/cm<sup>2</sup>, c) 1.5 mA/cm<sup>2</sup>, d) 2.0 mA/cm<sup>2</sup>.

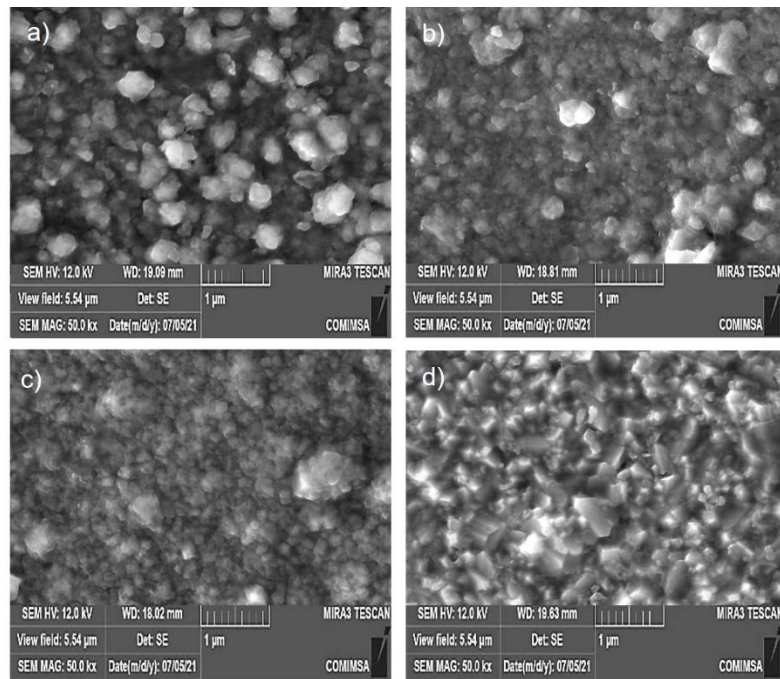


Figura 8. Micrografías de las muestras de 480 °C. a) 0.5 mA/cm<sup>2</sup>, b) 1.0 mA/cm<sup>2</sup>, c) 1.5 mA/cm<sup>2</sup>, d) 2.0 mA/cm<sup>2</sup>.

En las figuras 9, 10, 11, 12, 13 y 14 se observa el análisis elemental obtenido mediante análisis EDS en el microscopio electrónico de barrido de muestras representativas del estudio (0.5 y 2.0 mA/cm<sup>2</sup>) para las tres temperaturas (460, 480 y 500 °C). Se aprecia que los elementos más significativos son los correspondientes al acero H13 como molibdeno, cromo, hierro y silicio. Además, se aprecia en el Figura 15 la cantidad de nitrógeno en temperaturas bajas de 460 °C y densidades de corriente de 2.0 mA/cm<sup>2</sup> (6.81 %) es mayor que a 480 y 500 °C (5.99 y 1.33%, respectivamente), por esta razón se puede decir que la formación de capa blanca es más común a temperaturas bajas y altas densidades de corriente. De la misma forma, para bajas densidades de corriente la cantidad de nitrógeno



es menor en las muestras nitruradas a temperaturas de 480 y 500 °C (1.25 y 3.37 %, respectivamente) en comparación con la muestra nitrurada a temperatura de 460 °C (3.84 %).

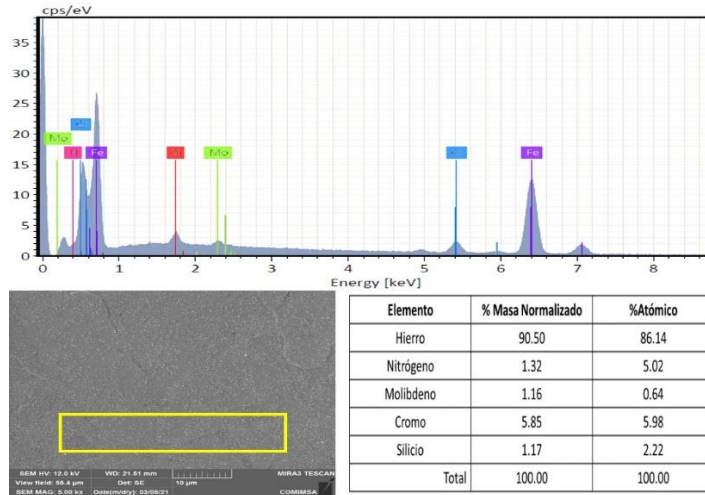


Figura 9. Espectro EDS y Análisis químico semicuantitativo de la muestra nitrurada a 460 °C y 0.5 mA/cm<sup>2</sup>.

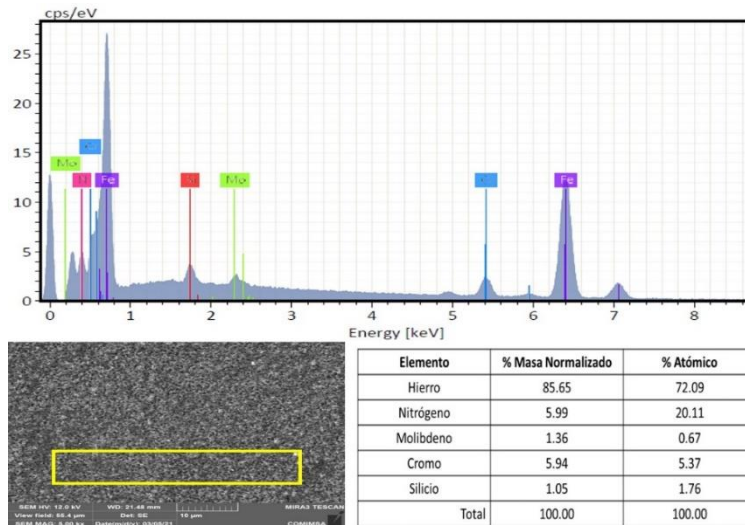


Figura 10. Espectro EDS y Análisis químico semicuantitativo de la muestra nitrurada a 460 °C y 2.0 mA/cm<sup>2</sup>.

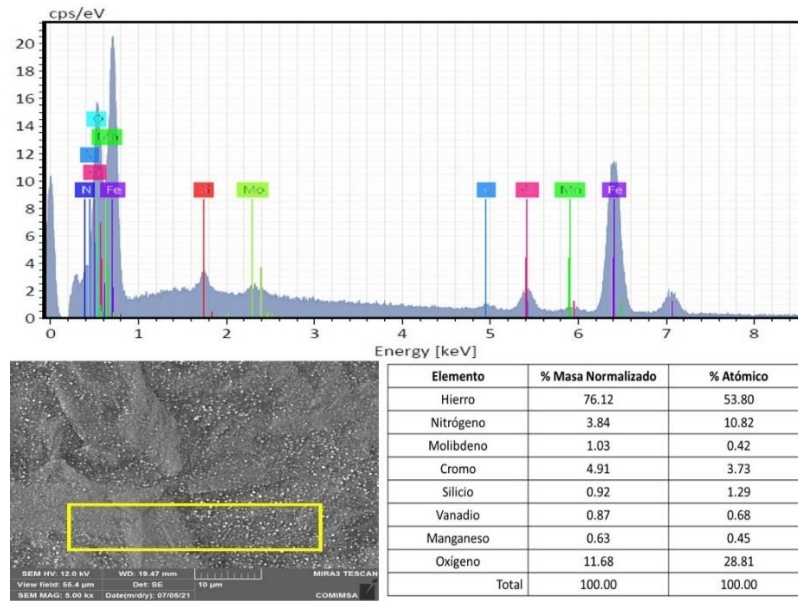


Figura 11. Espectro EDS y Análisis químico semicuantitativo de la muestra nitrurada a 480 °C y 0.5 mA/cm<sup>2</sup>.

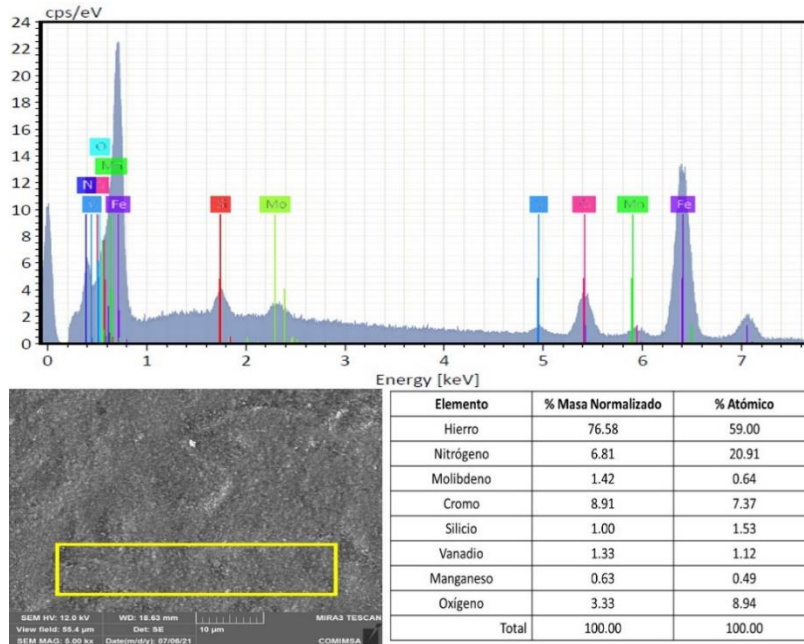


Figura 12. Espectro EDS y Análisis químico semicuantitativo de la muestra nitrurada a 480 °C y 2.0 mA/cm<sup>2</sup>.

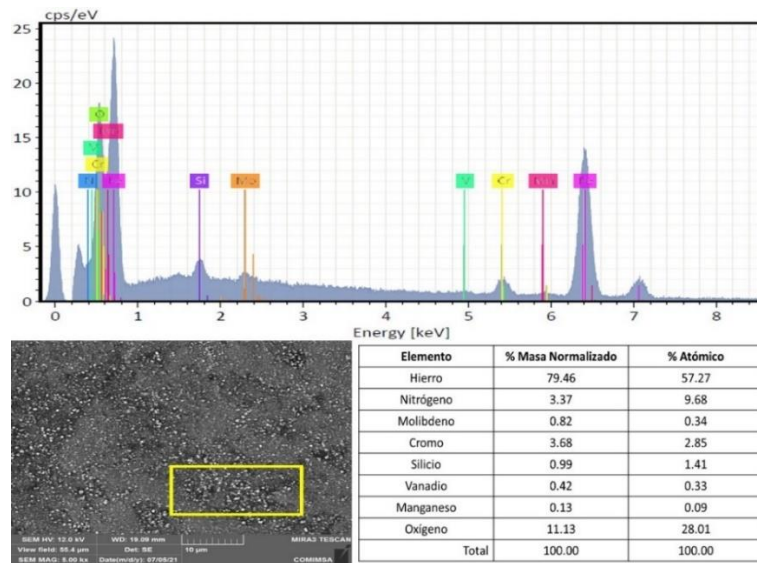


Figura 13. Espectro EDS y Análisis químico semicuantitativo de la muestra nitridada a 500 °C y 0.5 mA/cm<sup>2</sup>.

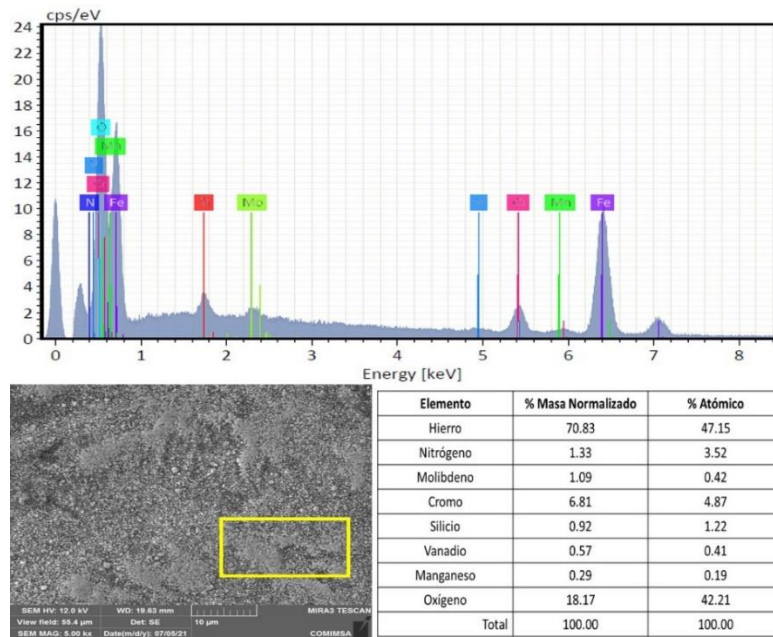


Figura 14. Espectro EDS y Análisis químico semicuantitativo de la muestra nitridada a 500 °C y 2.0 mA/cm<sup>2</sup>.

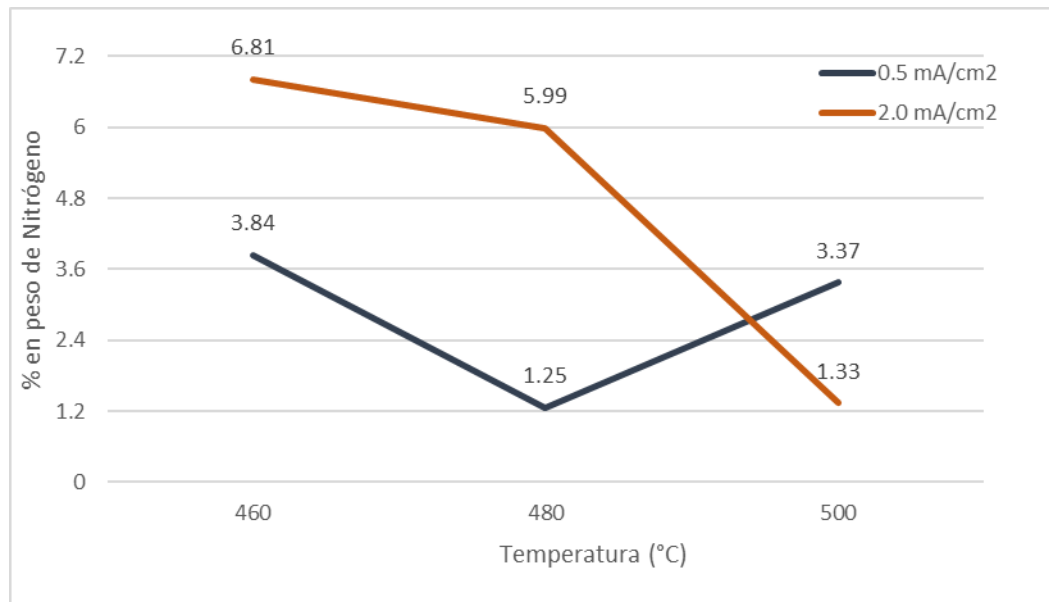


Figura 15. Gráfico de la variación del contenido de nitrógeno en función de la temperatura obtenido para las muestras nitruradas a 0.5 y 2.0 mA/cm<sup>2</sup>.

#### 4.2 Evaluación Transversal Mediante Microscopía Óptica

Como fue mencionado con anterioridad, las muestras nitruradas fueron cortadas y preparadas metalográficamente para su análisis transversal. Se obtuvieron las micrografías transversales que se presentan en las figuras 16, 17 y 18 y se determinó el espesor de la zona de difusión como la región oscura por debajo de la superficie. Se realizaron 12 mediciones de cada una de las muestras obteniendo un promedio, el cual se presenta en la Figura 19. Los valores de espesor de la zona de difusión van desde 21 hasta 81  $\mu\text{m}$ , encontrando los más altos en las muestras tratadas a 500 °C en una densidad de corriente de 0.5 mA/cm<sup>2</sup> (81  $\mu\text{m}$ ), mientras que a 480 °C con la misma densidad de corriente se obtuvo el valor de espesor más bajo (21.8  $\mu\text{m}$ ). Se aprecia variación en el

espesor de la zona de difusión como una función de la temperatura y de la densidad de corriente sin embargo no se presenta tendencia lineal por lo que se puede hablar de comportamiento como máximos y mínimos.

De acuerdo a la ley de Fick se esperaría que a mayores temperaturas se obtuvieran mayores niveles de difusión y en consecuencia capas más gruesas, sin embargo, fenómenos como la formación de capa blanca (que inhibe el proceso difusivo) o el fenómeno de sputtering podrían influir en el crecimiento de la zona de difusión, ya que la profundidad en las zonas de compuestos o zona de difusión se determina por la rapidez de difusión del nitrógeno, por lo tanto para conservar la capa blanca sería necesario mantener suficiente nitrógeno activo en la nitruración.

Cabe señalar que se puede notar que en ninguna micrografía se logró apreciar capa blanca con esta técnica, únicamente la zona de difusión.

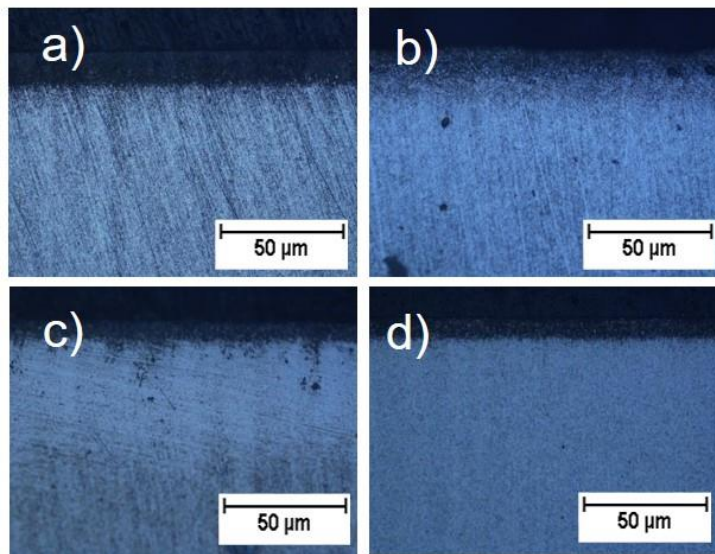


Figura 16. Espesor de zona de difusión a 460 °C: a) 0.5 mA/cm<sup>2</sup>, b) 1.0 mA/cm<sup>2</sup>, c) 1.5 mA/cm<sup>2</sup> y d) 2.0 mA/cm<sup>2</sup>.

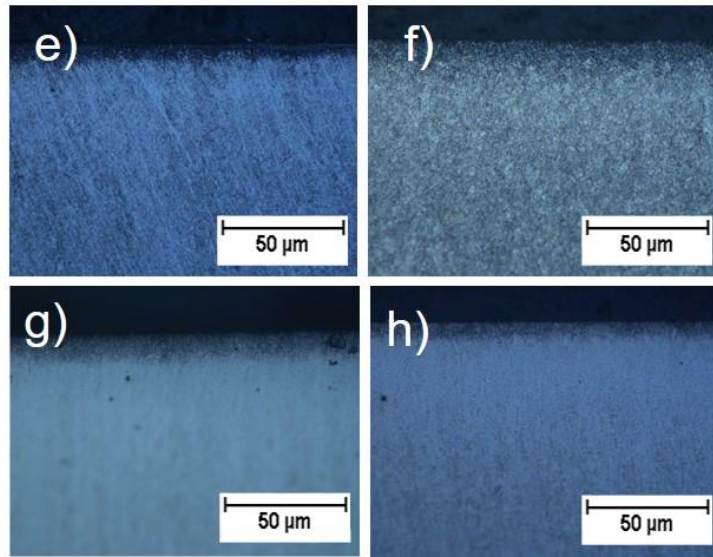


Figura 17. Espesor de zona de difusión a 480 °C: e) 0.5 mA/cm<sup>2</sup>, f) 1.0 mA/cm<sup>2</sup>, g) 1.5 mA/cm<sup>2</sup> y h) 2.0 mA/cm<sup>2</sup>.

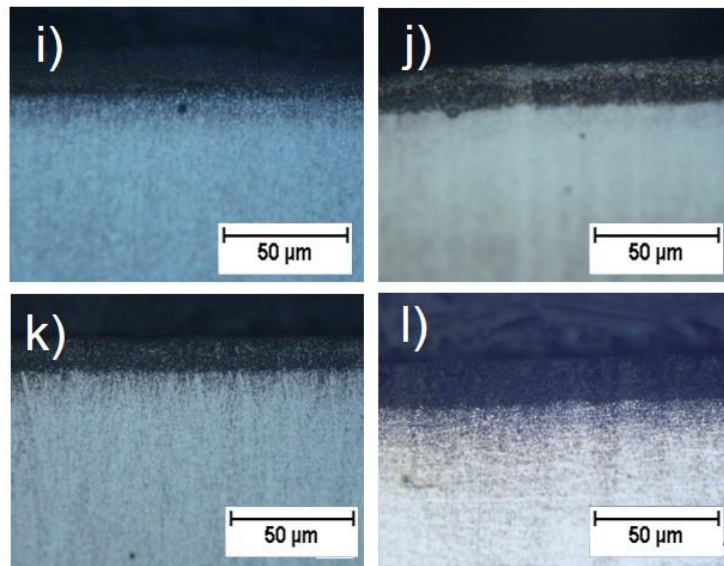


Figura 18. Espesor de zona de difusión a 500 °C: i) 0.5 mA/cm<sup>2</sup>, j) 1.0 mA/cm<sup>2</sup>, k) 1.5 mA/cm<sup>2</sup> y l) 2.0 mA/cm<sup>2</sup>.

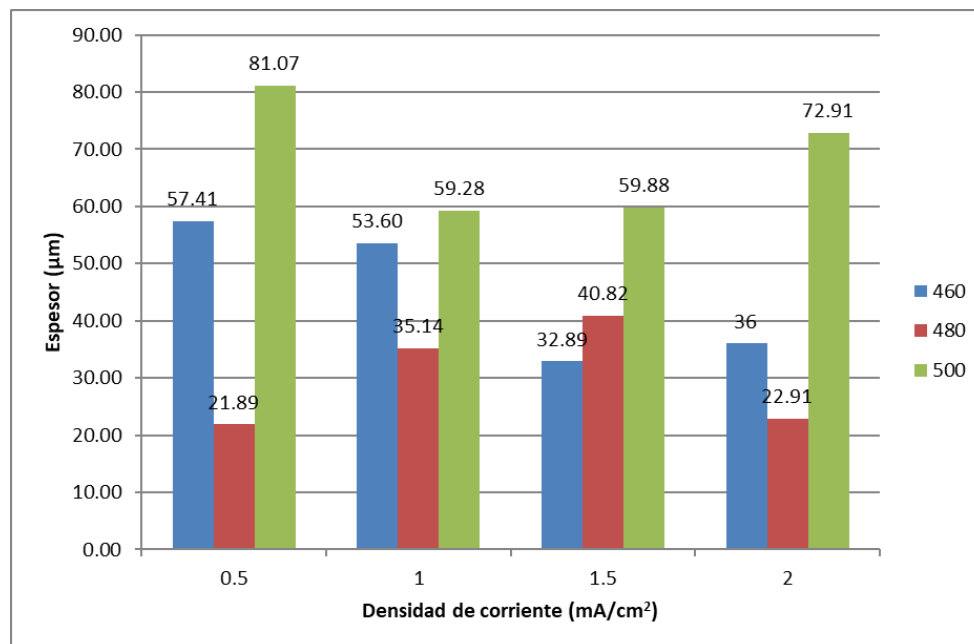


Figura 19. Gráfico de la variación del espesor en función de la densidad de corriente de la zona de difusión

### 4.3 Identificación de fases cristalinas mediante Difracción de Rayos X

Con el objetivo de identificar las fases cristalinas presentes en la superficie de las muestras analizadas, se realizó un análisis mediante difracción de rayos x para las muestras nitruradas iónicamente y el metal base. En las figuras 20, 21 y 22 se muestran los patrones de DRX para las temperaturas analizadas en este estudio de 460, 480 y 500 °C, respectivamente, incluyendo cada una de las cuatro densidades de corriente utilizadas en la nitruración. Se incluye también el espectro correspondiente al sustrato sin tratamiento. El metal base presenta los picos característicos que corresponde a la fase  $\alpha$ -Fe (martensita), los cuales se localizan en los ángulos  $2\theta$   $44.51^\circ$  y  $64.67^\circ$ .

Las reflexiones correspondientes a la fase martensita expandida en nitrógeno ( $\alpha$ -Fe(N)) se puede identificar como aquellos picos de la fase martensita con cierto nivel de desplazamiento hacia ángulos  $2\theta$  menores. Así, el ligero desplazamiento a la izquierda de los picos correspondiente a la martensita (metal base) puede considerarse como la expansión de la red cristalina debido a la introducción del nitrógeno en los espacios intersticiales de dicha estructura.

Diversos estudios han observado que el nitrógeno difundido en la superficie de aceros inoxidables austeníticos difunde como átomos intersticiales en solución sólida, y así la superficie nitrurada consiste en una fase S o austenita expandida con nitrógeno ( $\gamma$ 'N) de una sola fase. De esta misma manera los aceros con estructura martensítica conservan su estructura, pero con un parámetro de red mayor que el inicial, por lo que se denomina martensita expandida (Li & Bell, 2006). El nitrógeno provoca una expansión de la red cristalina del material y facilita la difusión de nuevos átomos en la misma. Esta tendencia se cumple siempre que la temperatura de la pieza de trabajo sea inferior a la temperatura de precipitación de los componentes del acero (López-Callejas et al., 2010). En 2019 se concluyó que los picos correspondientes a la martensita expandida es producto de la sobresaturación del nitrógeno en los intersticios del acero lo que ocasiona un aumento en el parámetro de red de la martensita y como consecuencia se produce una mejora en sus propiedades (Umemura et al., 2019).

En acuerdo con los espectros obtenidos, se puede evidenciar que en todas las condiciones de tratamiento analizadas existe la formación de la fase martensita expandida, lo cual se valida con la presencia de un pico localizado entre 43.37 y 44.35 Theta. La tabla 4 presenta el nivel de desplazamiento de la reflexión correspondiente a la martensita



expandida respecto a la reflexión original del sustrato, para cada una de las condiciones analizadas. Puede observarse que el valor mayor de expansión (mayor nivel de desplazamiento hacia ángulos menores de la reflexión de la martensita) ocurre en las muestras tratadas a 460° para todas las densidades de corriente.

El análisis de los espectros DRX permite también evidenciar la presencia del nitruro de hierro correspondientes a la fase  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N en el ángulo  $2\theta = 38.27^\circ$  para todas las densidades de corriente analizadas en las temperaturas de 460 y 500 °C. Se identificó también la fase cristalina  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N ( $2\theta = 40.92^\circ$ ), la cual ocurre adicional a la fase  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N en las muestras tratadas a 460 °C con densidad de corriente de 0.5 mA/cm<sup>2</sup> y en las muestras tratadas a 500 °C cuando se utilizan densidades de corriente de 0.5, 1 y 1.5 mA/cm<sup>2</sup>.

Como resultados destacables en este punto, se identifica la obtención exclusiva de la reflexión correspondiente a la fase martensita expandida en las muestras tratadas a 480 °C utilizando densidades de corriente de 0.5, 1.0 y 2.0 mA/cm<sup>2</sup>. Mientras que para el caso de la muestra tratada a 480 °C y 1.5 mA/cm<sup>2</sup>, se observa la aparición del pico correspondiente a la fase  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N. Este resultado permite dar un paso sólido hacia el cumplimiento a uno de los objetivos específicos del trabajo, el cual consiste en establecer las condiciones de tratamiento que promueven la obtención de la fase martensita expandida libre de capa blanca.

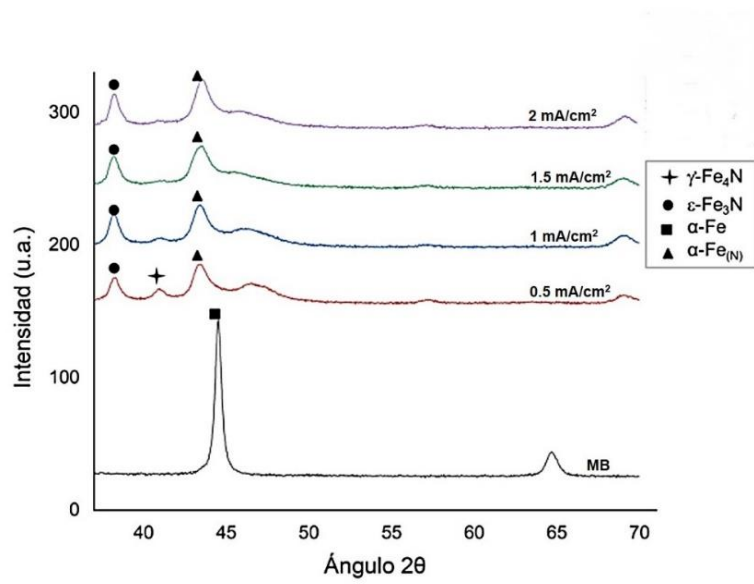


Figura 20. Patrones de DRX para muestras nitruradas a 460°C.

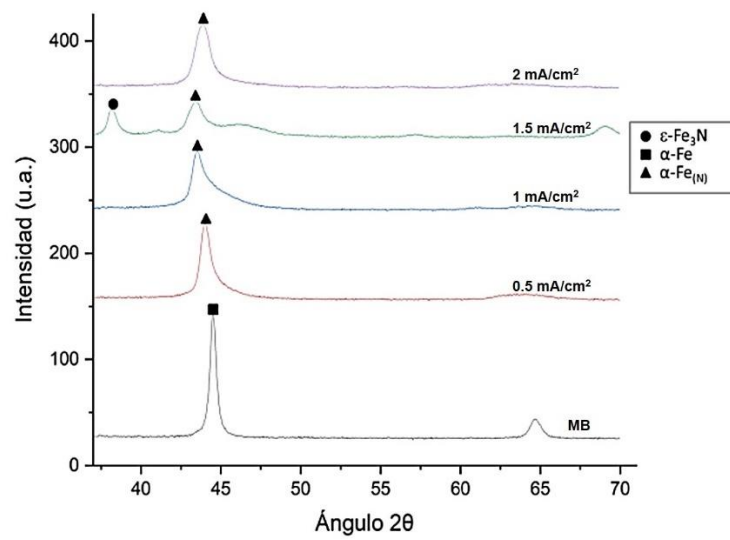


Figura 21. Patrones de DRX para muestras nitruradas a 480°C.

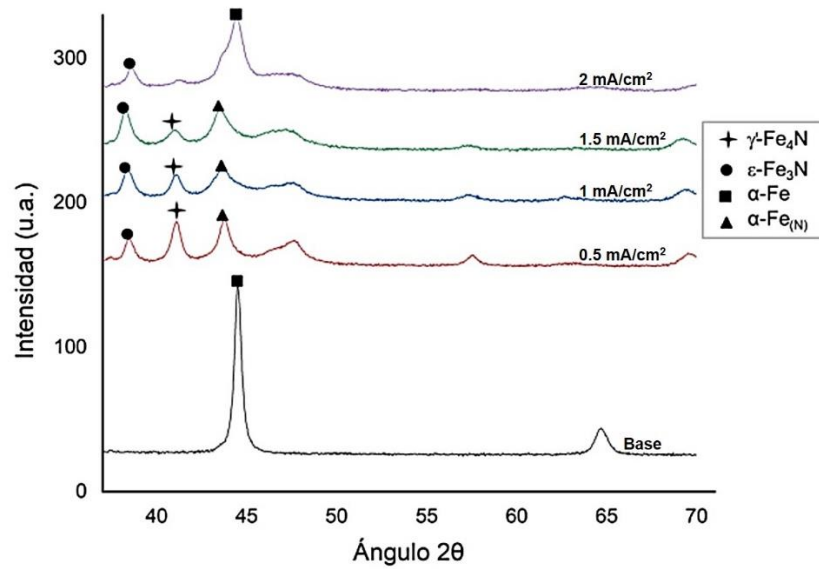


Figura 22. Patrones de DRX para muestras nitruradas a 500°C.

Tabla 4. Nivel de desplazamiento de reflexión de la martensita expandida

Muestra	Metal base (2θ)	Martensita expandida (2θ)	Nivel de desplazamiento
460 °C - 0.5 mA/cm <sup>2</sup>	44.51	43.41	1.10
460 °C - 1.0 mA/cm <sup>2</sup>	44.51	43.37	1.14
460 °C - 1.5 mA/cm <sup>2</sup>	44.51	43.50	1.01
460 °C - 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	44.51	43.51	1.00
480 °C - 0.5 mA/cm <sup>2</sup>	44.51	44.01	0.50
480 °C - 1.0 mA/cm <sup>2</sup>	44.51	43.51	1.00
480 °C - 1.5 mA/cm <sup>2</sup>	44.51	43.43	1.08
480 °C - 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	44.51	43.85	0.66
500 °C - 0.5 mA/cm <sup>2</sup>	44.51	43.76	0.75
500 °C - 1.0 mA/cm <sup>2</sup>	44.51	43.60	0.91
500 °C - 1.5 mA/cm <sup>2</sup>	44.51	43.54	0.97
500 °C - 2.0 mA/cm <sup>2</sup>	44.51	44.35	0.16

#### 4.4 Evaluación del desempeño en desgaste por deslizamiento (pin-on-disk)

Seguido de realizar la nitruración de las muestras y la caracterización de las mismas con las técnicas anteriores se llevó a cabo la prueba de desgaste por deslizamiento pin-on-disk con las condiciones ya mencionadas. Posterior a esto se realizaron mediciones, en tres zonas diferentes de la muestra, del ancho de huella mediante un microscopio óptico obteniendo un promedio para cada una reflejados en la Figura 27. Con respecto al metal base todas las muestras nitruradas presentaron una disminución en el ancho de huella de desgaste (Figuras 23, 24, 25 y 26), siendo la muestra de 480 °C a una densidad de corriente de 0.5 mA/cm<sup>2</sup> la que presenta una disminución mayor.



Figura 23. Micrografía del ancho de huella del metal base.

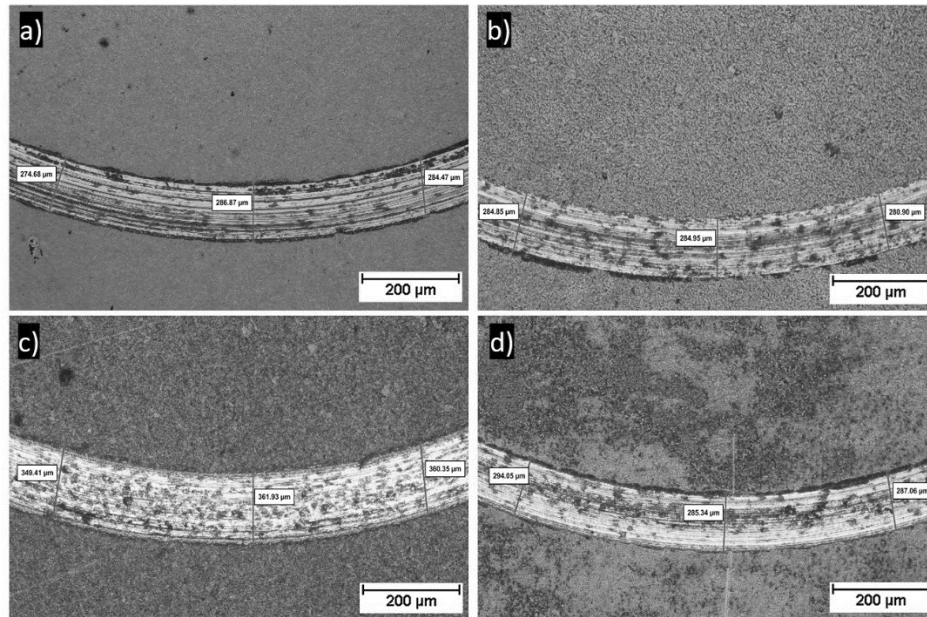


Figura 24. Micrografías del ancho de huella de la muestra nitrurada a 460 °C: a) 0.5 mA/cm<sup>2</sup>, b) 1.0 mA/cm<sup>2</sup>, c) 1.5 mA/cm<sup>2</sup> y d) 2.0 mA/cm<sup>2</sup>.

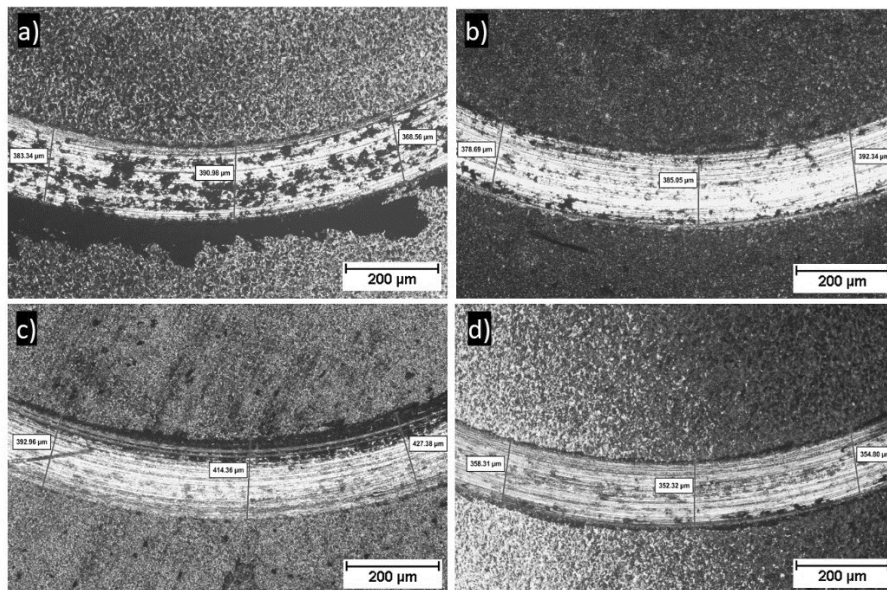


Figura 25. Micrografías del ancho de huella de la muestra nitrurada a 480 °C: a) 0.5 mA/cm<sup>2</sup>, b) 1.0 mA/cm<sup>2</sup>, c) 1.5 mA/cm<sup>2</sup> y d) 2.0 mA/cm<sup>2</sup>.

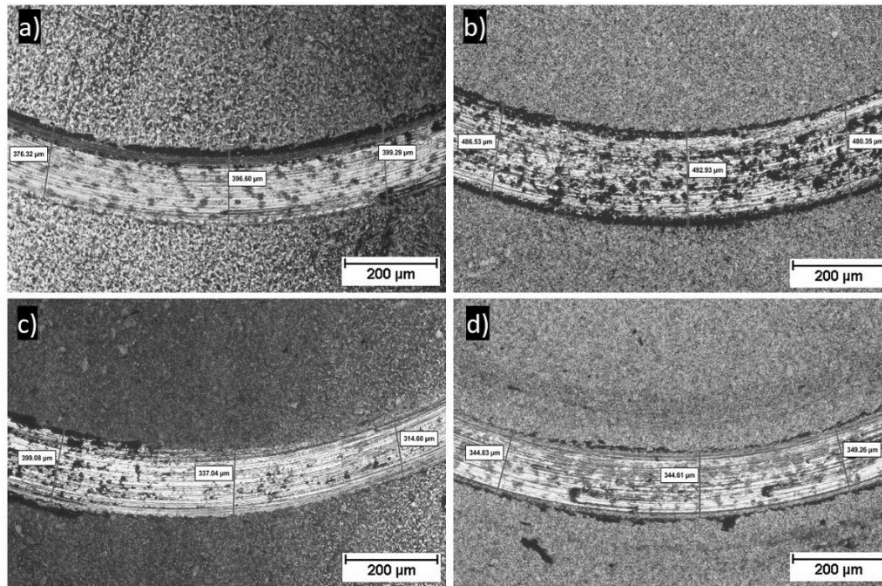


Figura 26. Micrografías del ancho de huella de la muestra nitrurada a 500 °C: a) 0.5 mA/cm<sup>2</sup>, b) 1.0 mA/cm<sup>2</sup>, c) 1.5 mA/cm<sup>2</sup> y d) 2.0 mA/cm<sup>2</sup>.

Como se observa en la Figura 27, los valores presentan un error típico poco dispersos, es decir, son más precisos. Con esto se confirma que las muestras tratadas a 480 °C presentan menor desgaste en las densidades de corriente de 0.5, 1 y 2 mA/cm<sup>2</sup>. Se puede decir también que las muestras a temperaturas de 500 °C no presentan influencia en la densidad de corriente ya que se observa un espesor similar en cada una, sin embargo, se observa menor desgaste con respecto al del metal base. El menor desgaste observado para las muestras de 460 y 500 °C fue en una densidad de corriente de 2 mA/cm<sup>2</sup>.

Los análisis mostrados hasta este punto, permiten establecer que el mejor comportamiento en desgaste (muestras tratadas a 480 °C y diferentes densidades de corriente) ocurre para aquellas muestras en las que se obtuvieron únicamente las

reflexiones correspondientes a la fase martensita expandida en nitrógeno. Este hecho permite validar la hipótesis de que la generación exclusiva de la martensita expandida como zona de compuestos promueve el incremento en el desempeño en desgaste del acero grado herramienta H13.

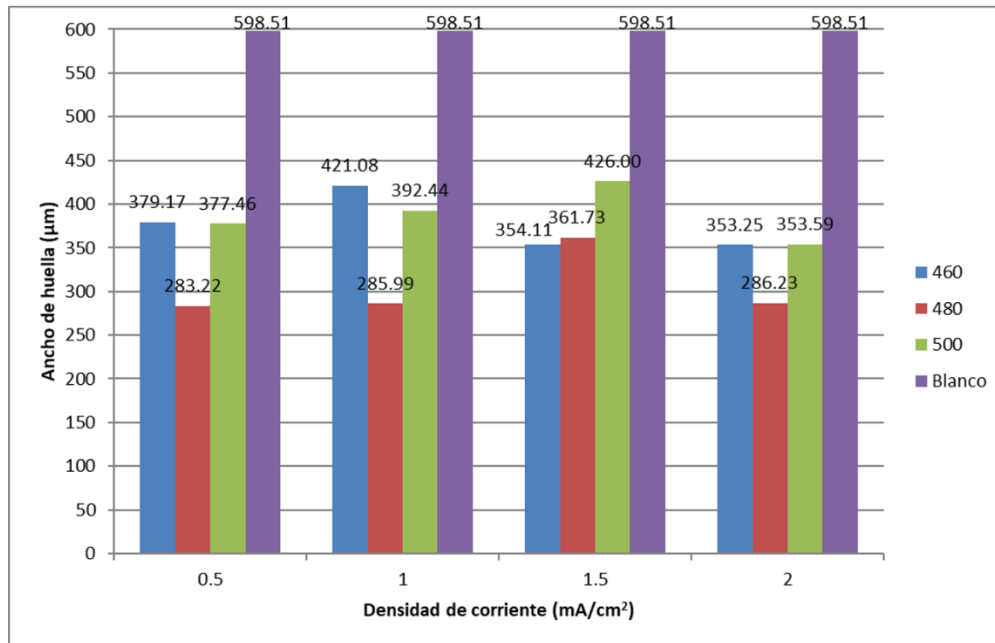


Figura 27. Gráfico de barras del ancho de huella de las muestras nitruradas y el metal base.

#### 4.5 Coeficiente de fricción

En las figuras 28, 29 y 30 se observan los coeficientes de fricción obtenidos para las muestras nitruradas a 460, 480 y 500 °C, respectivamente y marcadas con diferente color cada una de las densidades de corriente. En todas las muestras se observa un incremento en el coeficiente de fricción al incrementar el número de vueltas, sin embargo, al llegar

aproximadamente al ciclo número 2000 se presenta cierta estabilidad obteniendo un promedio en el coeficiente de  $0.8 \mu$  aproximadamente para todos los casos evaluados. Este hecho permite establecer que no existe un efecto significativo del tratamiento de nitrurado, la densidad de corriente y/o la temperatura de tratamiento sobre en el coeficiente de fricción con respecto al metal base.

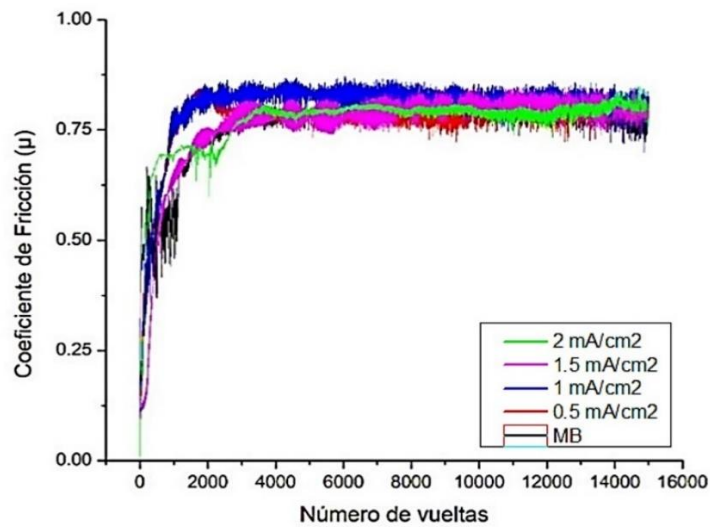


Figura 28. Coeficiente de Fricción para temperatura de 460 °C.



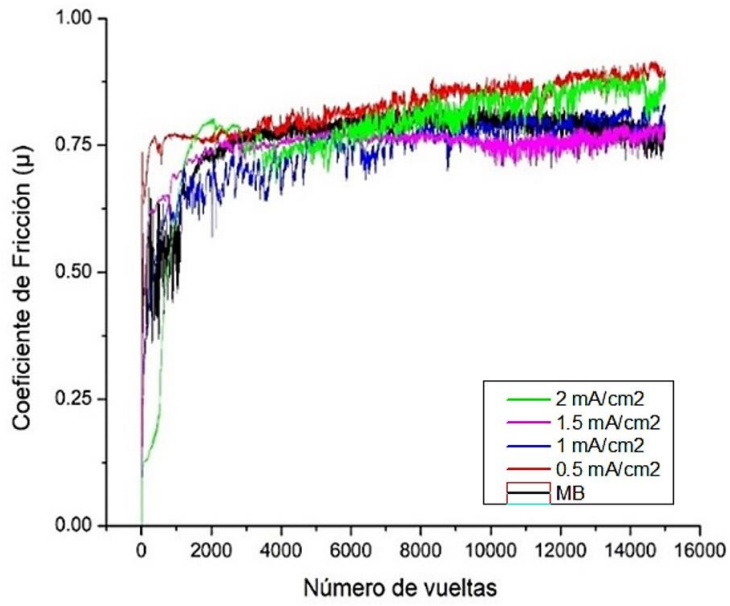


Figura 29. Coeficiente de Fricción para temperatura de 480 °C.

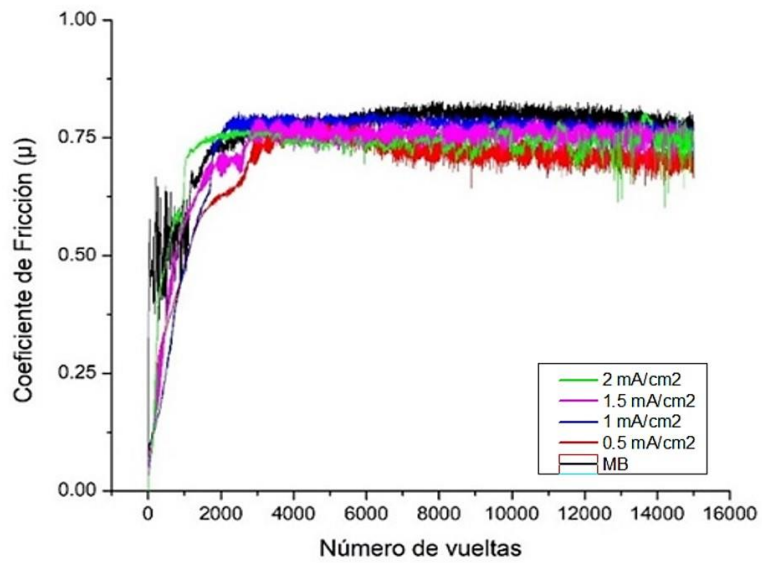


Figura 30. Coeficiente de Fricción para temperatura de 500 °C.

## 4.6 Volumen desgastado

Como fue mencionado previamente, el volumen desgastado fue determinado en base a las mediciones del ancho de las huellas de desgaste y en acuerdo con el procedimiento establecido en la norma ASTM G99. Como se observa en Figura 31, hubo un menor volumen perdido ( $0.01 \text{ mm}^3$ ) con respecto al metal base ( $0.10 \text{ mm}^3$ ) a  $480 \text{ }^\circ\text{C}$  con densidades de corriente de  $0.5, 1$  y  $2 \text{ mA/cm}^2$ . Las temperaturas de  $460$  y  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  presentaron mayor volumen desgastado que van desde  $0.02$  hasta  $0.04 \text{ mm}^3$ , sin embargo, también se observan buenos resultados con referencia al metal base. Por lo tanto, se confirma también que a una temperatura media y con bajas densidades de corriente es posible obtener una mejora en las propiedades de desgaste.

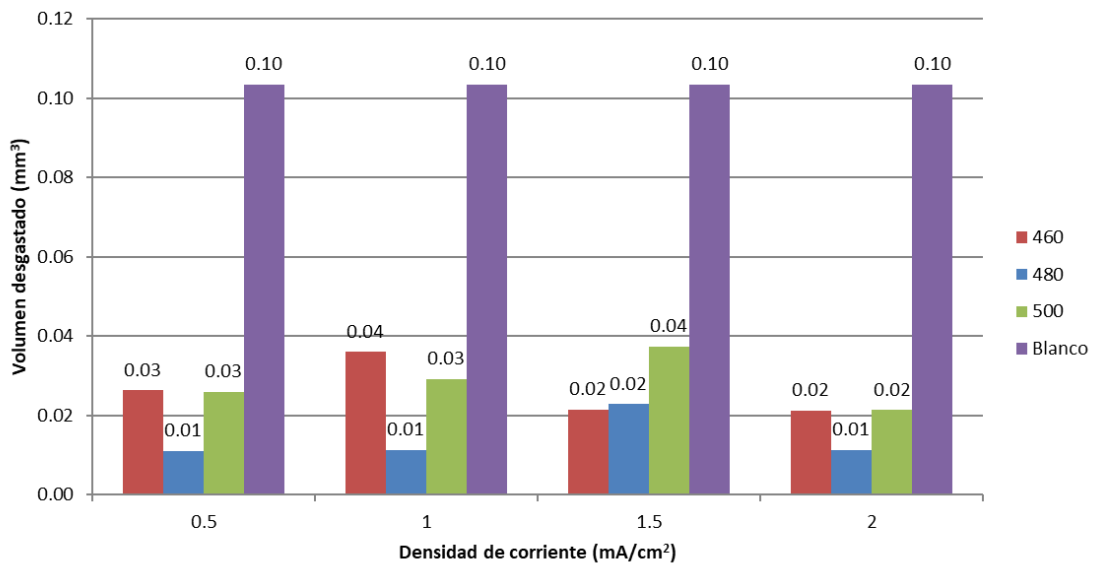


Figura 31. Gráfico de barras del volumen desgastado de las muestras nitruradas en función de la densidad de corriente.

## 4.7 Rugosidad Superficial

En el Figura 32 de rugosidad superficial, se puede observar que las superficies que presentan menor erosión y aglomeraciones son las muestras correspondientes a bajas densidades de corriente en temperatura de 480 °C. La muestra que presenta mayor grado de rugosidad es la correspondiente a una densidad de corriente de 1 mA/cm<sup>2</sup> en una temperatura de 500 °C. Se observa que los valores de rugosidad más bajos se obtienen para el caso de las muestras en las que se obtuvo exclusivamente la fase martensita expandida. Por el contrario, los valores más altos observados hacen referencia a las fases cristalinas de nitruros de hierro encontradas en las muestras correspondientes a temperaturas de 460 y 500 °C y al fenómeno de redepositación mencionado en el análisis anterior.

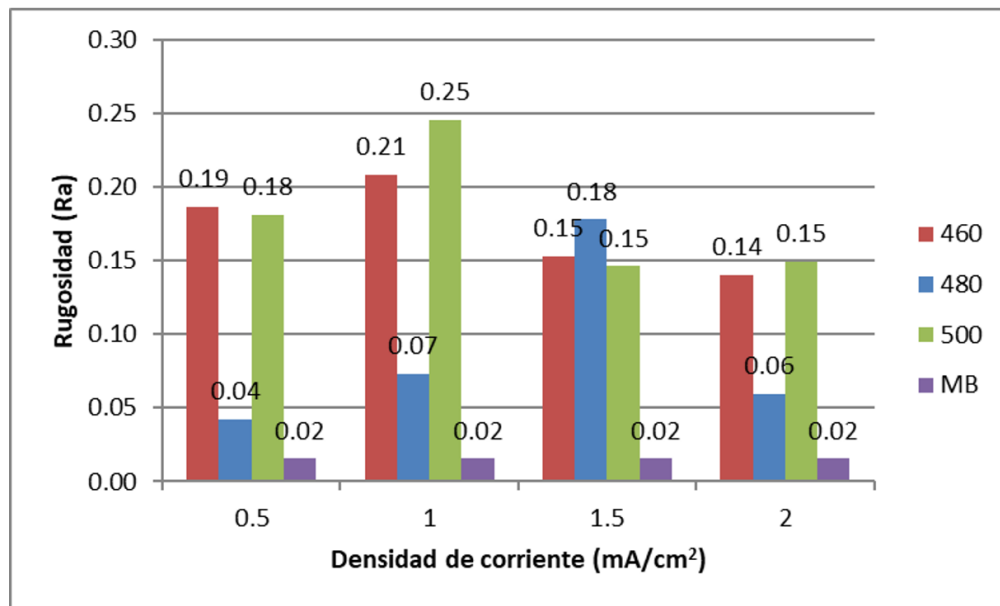


Figura 32. Gráfico de barras de la rugosidad superficial de las muestras nitruradas y el metal base.

#### 4.8 Evaluación de Efectos principales

Se realizó un análisis estadístico mediante desviación estándar (12 muestras y 12 mediciones por cada muestra) de las mediciones realizadas para el ancho de huella de cada una de las muestras, obteniendo un promedio para cada una de las temperaturas y densidades de, esto con el objetivo de obtener graficas de efectos principales. Un efecto principal se define como el cambio en la respuesta producida por un cambio en el nivel del factor.

En la Figura 33 se pueden observar los valores del promedio de ancho de huella de las tres temperaturas estudiadas con respecto a la densidad de corriente utilizada en el proceso. Comparativamente con el resultado obtenido para el metal base (598.51  $\mu\text{m}$ ) los valores de media más bajo para la densidad de corriente se localizan a 0.5 y 2  $\text{mA}/\text{cm}^2$  (346.61 y 331.02  $\mu\text{m}$ , respectivamente).

En la Figura 34 se aprecian los valores de media para las cuatro densidades de corriente con respecto a la temperatura estudiada. El valor obtenido más bajo se observa en las muestras tratadas a 480 °C (304.29  $\mu\text{m}$ ).

Con estos resultados se puede reafirmar que se obtiene mejores propiedades de resistencia al desgaste utilizando temperatura de 480 °C y densidad de corriente de 0.5  $\text{mA}/\text{cm}^2$ . Así mismo, se puede evidenciar el hecho de que no se requiere incrementar la densidad de corriente más allá de 0.5  $\text{mA}/\text{cm}^2$  para obtener anchos de huella de alrededor de 350  $\mu\text{m}$ , lo que puede reflejarse en ahorros energéticos en el proceso. También se puede vislumbrar

que la temperatura de tratamiento óptima en el rango analizado es 480°C, en donde se obtienen promedios de ancho de huella de alrededor de 304  $\mu\text{m}$ .

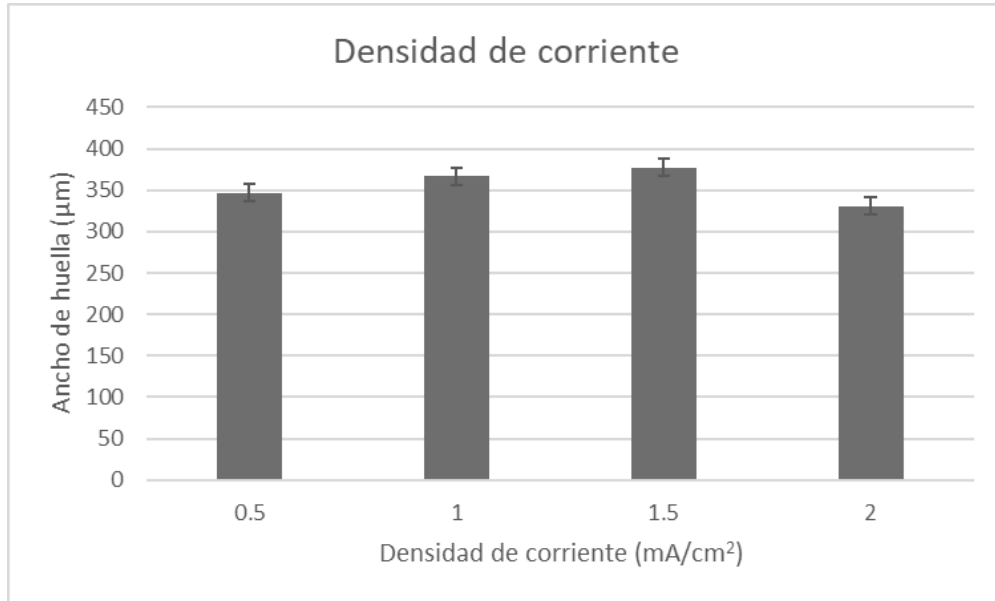


Figura 33. Gráfico de barras de los efectos principales para la densidad de corriente.

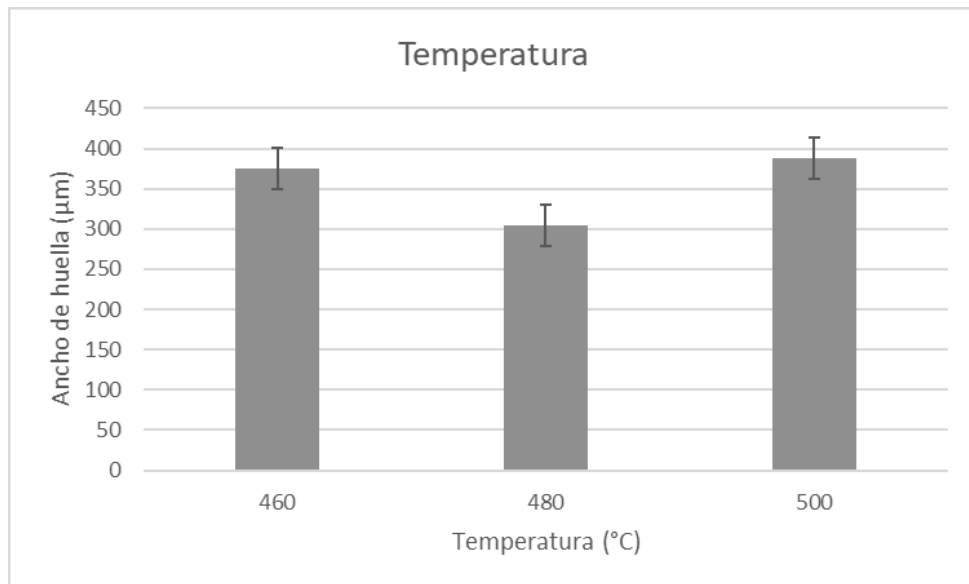


Figura 34. Gráfico de barras de los efectos principales para la temperatura.

## 5. CONCLUSIONES

En este trabajo se analizó el efecto de la densidad de corriente en el plasma y la temperatura de tratamiento durante el nitrurado iónico de un acero grado herramienta para trabajo en caliente H13. Se planteó establecer condiciones que permitan la obtención exclusiva de la fase martensita expandida en la superficie del acero modificado. La caracterización de las muestras tratadas bajo diferentes condiciones y el análisis de los resultados obtenidos permiten concluir lo siguiente:

- Es posible obtener capas nitruradas libres de zona de compuestos y constituidas superficialmente por martensita expandida mediante el control de la temperatura y densidad de corriente en el plasma durante el nitrurado iónico.
- Se observó mediante el ensayo de pin-on-disk que la nitruración iónica mejora el desempeño en desgaste de las muestras tratadas en todas las condiciones analizadas en referencia al material sin tratamiento.
- De forma general las muestras sin capa blanca, cuya superficie está compuesta por martensita expandida presentaron los menores niveles de desgaste.
- Las muestras nitruradas que presentaron los mejores resultados fueron aquellas tratadas a temperatura de 480 °C y densidad de corriente de 0.5 mA/cm<sup>2</sup>, consistentes con las muestras libres de capa blanca.
- En todos los casos, y en acuerdo con la intensidad de su reflexión DRX, la fase principal obtenida fue la martensita expandida, sin embargo, se observaron también en varios experimentos nitruros de hierro tipo Fe<sub>3</sub>N o Fe<sub>4</sub>N (Capa blanca).

Finalmente, como trabajo futuro del presente proyecto se plantea la posibilidad de:

- Evaluar el nivel de deformación de la red cristalina con el objetivo de comprobar si la red cristalina tetragonal presenta algún cambio.
- Realizar la identificación de los mecanismos de desgaste presentes en las muestras nitruradas.

## 6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Abdulkareem, S., Ogedengbe, T. S., Aweda, J. O., Ajiboye, T. K., Khan, A. A., & Babatunde, M. A. (2019). Investigation on Effect of Material Compositions on Machinability of Carbon Steels. *Journal of Physics: Conference Series*, 1378(2), 20–46. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1378/2/022046>
- Aditya, K., & Bharat, B. (2015). Nanomechanical, nanotribological and macrotribological characterization of hard coatings and surface treatment of H-13 steel. *Tribology International*, 81, 149–158. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2014.08.010>
- Alsaran, A., Altun, H., Karakan, M., Celik, A., & Celik, C. (2004). Effect of post-oxidizing on tribological and corrosion behaviour of plasma nitrided AISI 5140 steel. *Surface and Coatings Technology*, 176(3), 344–348. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(03\)00770-9](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(03)00770-9)
- Askeland, D., Fulay, P., & Wright, W. (2004). Tratamiento Térmico de Aceros y Hierros Colados. In *Ciencia e Ingeniería de Materiales* (Sexta, pp. 1–953).
- Basso, R. L. O., Pastore, H. O., Schmidt, V., Baumvol, I. J. R., Abarca, S. A. C., de Souza, F. S., Spinelli, A., Figueroa, C. A., & Giacomelli, C. (2010). Microstructure and corrosion behaviour of pulsed plasma-nitrided AISI H13 tool steel. *Corrosion Science*, 52(9), 3133–3139. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2010.05.036>
- Belzunce, F. J. (2001). *Aceros y Fundiciones: Estructuras, Transformaciones, Tratamientos Térmicos y Aplicaciones*. Universidad de Oviedo, España (pp. 1-215)
- Cordova Valencia, S. (2003). *Proceso de nitruración gaseosa en los aceros SAE 4340, SAE 4140, SAE 0-1, SAE 1045*. Tesis para obtener el grado de Ingeniero Metalúrgico. Universidad Nacional Mayor de San Marcos (pp. 1-89)
- Czerwinski, F. (2012). Thermochemical Treatment of Metals. In F. Czerwinski (Ed.), *Heat Treatment - Conventional and Novel Applications*. InTech. <https://doi.org/10.5772/51566>
- Das, K., Alphonsa, J., Ghosh, M., Ghanshyam, J., Rane, R., & Mukherjee, S. (2017). Influence of pretreatment on surface behavior of duplex plasma treated AISI H13 tool steel. *Surfaces and Interfaces*, 8, 206–213. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2017.06.009>



- Deirmina, F., Peghini, N., Al-Mangour, B., Grzesiak, D., & Pellizzari, M. (2019). Heat treatment and properties of a hot work tool steel fabricated by additive manufacturing. *Materials Science and Engineering: A*, 753, 109–121. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.03.027>
- Deters, L. (2009). Tribology. In K.-H. Grote & E. K. Antonsson (Eds.), *Springer Handbook of Mechanical Engineering* (pp. 295–326). Springer Berlin Heidelberg. [https://doi.org/10.1007/978-3-540-30738-9\\_5](https://doi.org/10.1007/978-3-540-30738-9_5)
- Díaz-Guillén, J. C. (2009, October). Fuente de plasma de CD pulsada para nitruración iónica. *Congreso Internacional En Innovación y Desarrollo Tecnológico*.
- Díaz-Guillén, J. C., Alvarez-Vera, M., Díaz-Guillén, J. A., Acevedo-Davila, J. L., Naeem, M., Hdz-García, H. M., Granda-Gutiérrez, E. E., & Muñoz-Arroyo, R. (2018). A Hybrid Plasma Treatment of H13 Tool Steel by Combining Plasma Nitriding and Post-Oxidation. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 27(11), 6118–6126. <https://doi.org/10.1007/s11665-018-3669-z>
- Elwar, J., & Hunger, R. (2013). Plasma (Ion) Nitriding and Nitrocarburizing of Steels. In J. L. Dosset & G. E. Totten (Eds.), *ASM Handbook: Steel Heat Treating Fundamentals and Processes* (ASM International, Vol. 4A, pp. 690–703). <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v04a.a0005791>
- Fernandes, F. A. P., Heck, S. C., Picone, C. A., & Casteletti, L. C. (2020). On the wear and corrosion of plasma nitrided AISI H13. *Surface and Coatings Technology*, 381, 125–216. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.125216>
- Gandy, D. (2007, March). *Carbon Steel Handbook*. Electric Power Research Institute. [www.epri.com](http://www.epri.com) (pp. 1-172)
- García Díaz, J. (2007). *Desgaste de cobre nanoestructurado obtenido por mecanizado por extrusión bajo gran deformación*. Tesis para obtener el grado de Ingeniero Industrial. Universidad Politécnica de Cartagena (pp. 1-158)
- Guanghua, Y., Xinmin, H., Yanqing, W., Xingguo, Q., Ming, Y., Zuoming, C., & Kang, J. (2010). Effects of Heat Treatment on Mechanical Properties of H13 steel. *Metal Science and Heat Treatment*, 53(7–8), 46–48.
- He, Q., DePaiva, J. M., Kohlscheen, J., Beake, B., & Veldhuis, S. C. (2020). An integrative approach to coating/carbide substrate design of CVD and PVD coated cutting tools during the machining of austenitic stainless steel. *Ceramics International*, 46(4), 5149–5148. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.10.259>

- Jacobsen, S. D., Hinrichs, R., Aguzzoli, C., Figueroa, C. A., Baumvol, I. J. R., & Vasconcellos, M. A. Z. (2016). Influence of current density on phase formation and tribological behavior of plasma nitrided AISI H13 steel. *Surface and Coatings Technology*, 286, 129–139. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.12.025>
- Jacobsen, S. D., Hinrichs, R., Baumvol, I. J. R., Castellano, G., & Vasconcellos, M. A. Z. (2015). Depth distribution of martensite in plasma nitrided AISI H13 steel and its correlation to hardness. *Surface and Coatings Technology*, 270, 266–271. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.02.046>
- Karamis, M. B. (1991). An investigation of the properties and wear behaviour of plasma-nitrided hot-working steel (H13). *Wear*, 50(1–2), 331–342.
- Lee, I., & Park, I. (2007). Microstructures and mechanical properties of surface-hardened layer produced on SKD 61 steel by plasma radical nitriding. *Materials Science and Engineering A*, 448–451, 890–893. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.02.412>
- Leite, M. v., Figueroa, C. A., Gallo, S. C., Rovani, A. C., Basso, R. L. O., Mei, P. R., Baumvol, I. J. R., & Sinatora, A. (2010). Wear mechanisms and microstructure of pulsed plasma nitrided AISI H13 tool steel. *Wear*, 269(5–6), 466–472. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2010.04.037>
- Li, C. X., & Bell, T. (2006). Corrosion properties of plasma nitrided AISI 410 martensitic stainless steel in 3.5% NaCl and 1% HCl aqueous solutions. *Corrosion Science*, 48(8), 2036–2049. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.corsci.2005.08.011>
- López-Callejas, R., Valencia-Alvarado, R., Mercado-Cabrera, A., Peña-Eguiluz, R., Muñoz-Castro, A., Barocio, S., & Rodríguez-Méndez, B. (2010). *Aplicaciones de los plasmas en la modificación de materiales, en medio ambiente y en medicina*. Instituto Tecnológico de Toluca.
- Martín Gago, J. A. (2009). *La microscopía para el estudio de materiales y láminas delgadas*. (pp. 1–22) [https://wp.icmm.csic.es/esisna/wp-content/uploads/sites/26/2009/02/gago\\_cap19.pdf](https://wp.icmm.csic.es/esisna/wp-content/uploads/sites/26/2009/02/gago_cap19.pdf)
- Medina, L., & Peralta, G. (2010). *Evaluación de las Propiedades Tribológicas en el Acero Dúplex*. Tesis para obtener el grado de Ingeniero Mecánico. Universidad de Carabobo, Venezuela. (pp. 1–70)
- Miyamoto, J., & Abraha, P. (2019). The effect of plasma nitriding treatment time on the tribological properties of the AISI H13 tool steel. *Surface and Coatings Technology*, 375, 15–21. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.07.001>

- Mohammadzadeh, R., Akbari, A., & Drouet, M. (2014). Microstructure and wear properties of AISI M2 tool steel on RF plasma nitriding at different N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub> gas compositions. *Surface and Coatings Technology*, 258, 566–573. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.08.036>
- Pye, D. (2003). Chapter 6: Salt Bath Nitriding. In *Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing* (ASM International, pp. 53–64).
- Reyes Carreño, J. L., & Lopez Alzate, J. H. (2010). *Factores que influyen en la rugosidad superficial en un proceso de mecanizado para el acero AISI 4140: Cilindrado*. Tesis para obtener el grado de Ingeniero Industrial. Universidad del Magdalena, Colombia (pp. 1-73)
- Rivero, B. (2014). *Manual de Operación del difractor de rayos X*. Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica (pp. 1-30)
- Roberts, G., Crauss, G., & Kennedy, R. (1998). Chapter 1: Introduction. In *Tool Steels* (5th ed., pp. 1–6). ASM International. [www.asminternational.org](http://www.asminternational.org)
- Schaaf, P., Kaspar, J., & Höche, D. (2014). Laser Gas-Assisted Nitriding of Ti Alloys. In S. Hashemi & B. Yilbas (Eds.), *Comprehensive Materials Processing* (Vol. 9, pp. 261–278). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-096532-1.00912-2>
- Singh, R. (2016). Alloys. In *Applied Welding Engineering* (pp. 7–11). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-804176-5.00002-5>
- Somers, M. A. J. (2013). Nitriding and Nitrocarburizing; Current Status and Future Challenges. *Heat Treat & Surface Engineering Conference & Expo 2013*, 1–11.
- Straffelini, G. (2015). Surface Engineering for Tribology. In G. Straffelini (Ed.), *Friction and Wear* (pp. 201–235). Springer International Publishing. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-05894-8\\_7](https://doi.org/10.1007/978-3-319-05894-8_7)
- Umemura, M. T., Varela, L. B., Pinedo, C. E., Cozza, R. C., & Tschiptschin, A. P. (2019). Assessment of tribological properties of plasma nitrided 410S ferritic-martensitic stainless steels. *Wear*, 426–427, 49–58. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2018.12.092>
- Villa Escudero, H. (2017). *Aceros para piezas y herramientas de corte*. Curso de Troquelado. Tomo I (pp. 1-56)
- Wang, B., Zhao, X., Li, W., Qin, M., & Gu, J. (2018). Effect of nitrided-layer microstructure control on wear behavior of AISI H13 hot work die steel. *Applied Surface Science*, 431, 39–43. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.03.185>

- Zagonel, L. F., Bettini, J., Basso, R. L. O., Paredez, P., Pinto, H., Lepienski, C. M., & Alvarez, F. (2012). Nanosized precipitates in H13 tool steel low temperature plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 207, 72–78. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.05.081>
- Zdero, R., Guenther, L. E., & Gascoyne, T. C. (2017). Chapter 19: Pin-on-Disk Wear Testing of Biomaterials Used for Total Joint Replacements. In R. Zdero (Ed.), *Experimental Methods in Orthopaedic Biomechanics* (pp. 299–311). Academic Press. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803802-4.00019-6>
- Zhao, C., Li, C. X., Dong, H., & Bell, T. (2006). Study on the active screen plasma nitriding and its nitriding mechanism. *Surface and Coatings Technology*, 201(6), 2320–2325. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.03.045>