



**Efecto del tiempo de nitruración en las propiedades mecánicas y microestructurales
del acero 4340**

Olga Lucia Hernández Dussán

Código: 204516321

Universidad Antonio Nariño

Programa Ingeniería Mecánica

Facultad de Ingeniería Mecánica, Electrónica y Biomédica

Bogotá D.C, Colombia

2023

**Efecto del tiempo de nitruración en las propiedades mecánicas y microestructurales
del acero 4340**

Olga Lucia Hernández Dussán

Proyecto de grado presentado como requisito parcial para optar al título de:

Ingeniero Mecánico

Director:

PhD. Hernando Augusto Jiménez Forero

Línea de Investigación:

Tecnología de materiales

Universidad Antonio Nariño

Programa Ingeniería Mecánica

Facultad de Ingeniería Mecánica, Electrónica y Biomédica

Bogotá D.C, Colombia

2023

NOTA DE ACEPTACIÓN

El trabajo de grado titulado

_____.

Cumple con los requisitos para optar

Al título de _____.

Firma del Tutor

Firma Jurado

Firma Jurado

*A Dios y a mi madre por ser el motor principal
de mi vida, por guiarme y enseñarme a ser resiliente
ante la adversidad.*

Agradecimientos

Agradezco a mi madre y a Dios por permitirme estudiar en la universidad Antonio Nariño en la facultad de ingeniería mecánica

Agradezco enormemente a mi familia por brindarme su incondicional apoyo, comprensión, conocimientos y aliento, los cuales han sido fundamentales para seguir avanzando en mi camino. Estoy sinceramente agradecido por la confianza que depositan en mí cada día y por respaldar cada elección que he hecho. Este proceso ha sido verdaderamente memorable, y su entusiasmo y alegría nunca han dejado de impulsarme.

Mi reconocimiento al ingeniero Hernando Jiménez, por su compromiso y apoyo en el desarrollo de este proyecto.

Contenido

Pág.

RESUMEN.....	13
Abstract.....	15
1. INTRODUCCIÓN.....	17
<i>1.1 ANTECEDENTES</i>	<i>18</i>
2. OBJETIVOS	23
3. JUSTIFICACIÓN.....	24
4. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	25
5. ALCANCE	26
6. MARCO TEÓRICO.....	26
6.1. <i>Tratamientos térmicos.....</i>	<i>26</i>
6.2. <i>Generalidades del acero AISI 4340</i>	<i>27</i>
6.3. <i>Propiedades mecánicas del acero AISI 4340.....</i>	<i>28</i>
6.4. <i>Difusión.....</i>	<i>29</i>
6.4.1. <i>Difusión por vacantes.....</i>	<i>29</i>
6.4.2. <i>Difusión intersticial.....</i>	<i>30</i>
6.4.3. <i>Difusión en estado estacionario.....</i>	<i>30</i>
6.4.4. <i>Difusión en estado no estacionario</i>	<i>31</i>
6.5. <i>Nitruración.....</i>	<i>34</i>
6.5.1. <i>Nitruración por baños de sal.....</i>	<i>34</i>
6.6. <i>Diagrama de fases Fe-N</i>	<i>37</i>
6.7. <i>Fases en la nitruración</i>	<i>39</i>
6.8. <i>Fase ternaria Fe C N</i>	<i>40</i>
6.9. <i>Capa de combinación o capa blanca.....</i>	<i>41</i>
6.10. <i>Propiedades de la nitruración y aplicaciones</i>	<i>42</i>
6.11. <i>Técnicas de Caracterización.....</i>	<i>43</i>
6.11.1. <i>Microscopia electrónica de barrido SEM.....</i>	<i>43</i>
6.11.2. <i>Dureza.....</i>	<i>45</i>
6.11.3. <i>Ensayo de tensión.....</i>	<i>45</i>

6.11.4.	<i>Muestra de tracción estándar o probeta tipo ASTM:</i>	46
6.11.5.	<i>Propiedades mecánicas obtenidas de la prueba de tracción y el diagrama de esfuerzo-deformación de ingeniería</i>	47
6.11.6.	<i>Difracción de Rayos X (DRX)</i>	48
7.	METODOLOGÍA	50
7.1.	<i>Selección del material de estudio</i>	50
7.2.	<i>Diseño experimental</i>	50
7.3.	<i>Preparación de muestras</i>	51
8.	RESULTADOS	54
8.1.	<i>Caracterización del acero AISI 4340</i>	55
8.1.1.	<i>Caracterización cristalográfica acero AISI 4340</i>	55
8.1.2.	<i>Caracterización mecánica del acero 4340</i>	57
8.1.3.	<i>Caracterización microestructural del acero 4340</i>	61
8.2.	<i>Caracterización del acero 4340 nitrurado</i>	63
8.2.1.	<i>Caracterización mecánica del acero 4340 nitrurado</i>	63
8.3.	<i>Aplicación de la ley de Fick</i>	80
9.	CONCLUSIONES	82
10.	BIBLIOGRAFÍA	85
11.	ANEXOS	90
	<i>ANEXO 1. FICHA TÉCNICA DEL ACERO AISI 4340</i>	90

Lista de Figuras

	<i>Pág.</i>
<i>Figura 1. Difusión de un gas A en un sólido B Extraído del libro de Callister, William D.- [19]</i>	<i>32</i>
<i>Figura 2. Aumento de la concentración de átomos de soluto en función del tiempo- Extraído del libro de Callister, William D. [19]</i>	<i>33</i>
<i>Figura 3: Horno Calentador con resistencia eléctrica, nitruración por baño de sal- Extraído del artículo tratamientos termoquímicos por difusión [23]</i>	<i>35</i>
<i>Figura 4: Esquema del baño de sal – extraído del artículo de Vinicius Timm Bonow a [22]</i>	<i>37</i>
<i>Figura 5: Diagrama de fases Fe-N – Extraído del libro de Rolinski [25]</i>	<i>38</i>
<i>Figura 6: Fases en la nitruración – extraído del artículo de Salazar, Carolina [27]</i>	<i>39</i>
<i>Figura 7: Diagrama de fase ternaria C N – extraído del artículo de Mittemeijer, E. J. [28]</i>	<i>40</i>
<i>Figura 8: Profundidad de penetración vs la temperatura de nitruración- extraído del artículo de Salazar, Carolina [27]</i>	<i>41</i>
<i>Figura 9. Esquema del diseño básico de un microscopio electrónico de barrido. - extraído del libro de Viacheslav, Kazmiruk [34].....</i>	<i>44</i>
<i>Figura 10: Registro fotográfico del ensayo de microscopia SEM – Elaboración propia..</i>	<i>45</i>
<i>Figura 11: Registro fotográfico del ensayo de dureza – elaboración propia</i>	<i>45</i>
<i>Figura 12: Ruptura del acero 4340 sometido a ensayo de tensión – elaboración propia.</i>	<i>46</i>
<i>Figura 13. Dimensiones para una Muestra estándar redonda con 2 in de longitud de calibre para ensayo de tracción. – Extraído del libro de W.F., Smith [17]</i>	<i>47</i>
<i>Figura 14. Punto de fluencia y resistencia a la tracción – extraído del libro de W.F., Smith [17]</i>	<i>47</i>
<i>Figura 15: Registro fotográfico de montaje y ejecución del ensayo de tensión- Elaboración propia.....</i>	<i>48</i>
<i>Figura 16. Difracción de Rayos X (XRD)- extraído del libro de W.F., Smith.....</i>	<i>49</i>
<i>Figura 17: Esquema del proceso metodológico</i>	<i>51</i>
<i>Figura 18: Probeta para ensayo de dureza y difracción – elaboración propia – elaboración propia.....</i>	<i>52</i>
<i>Figura 19: Muestra para ensayo de microscopia SEM- elaboración propia</i>	<i>53</i>
<i>Figura 20: Esquema de dimensionamiento de la probeta de tensión, norma ASTM E8M – elaboración propia.....</i>	<i>54</i>
<i>Figura 21: Patrón de difracción de las muestras de Acero AISI 4340 de suministro y con nitruración a 2,3,4 horas – elaboración propia</i>	<i>56</i>
<i>Figura 22: Valores registrados de dureza. – elaboración propia.....</i>	<i>59</i>
<i>Figura 23: Esfuerzo deformación del acero 4340 -elaboración propia.....</i>	<i>61</i>

<i>Figura 24: Microestructura del acero AISI 4340 en estado de suministro – elaboración propia.....</i>	<i>62</i>
<i>Figura 25: Microestructura del acero AISI 4340, FOV: 53,8 μm, Mode: 15kV – Point – elaboración propia.....</i>	<i>62</i>
<i>Figura 26: Tiempo de nitruración vs dureza de indentación superficial por probeta – elaboración propia.....</i>	<i>66</i>
<i>Figura 27: Gráfica de carga aplicada vs longitud al acero AISI 4340 nitrurado a 2 horas. – elaboración propia.....</i>	<i>68</i>
<i>Figura 28: Gráfica de carga aplicada vs longitud al acero AISI 4340 nitrurado a 3 horas – elaboración propia.....</i>	<i>69</i>
<i>Figura 29: Gráfica de carga aplicada vs longitud al acero AISI 4340 nitrurado a 4 horas- elaboración propia.....</i>	<i>70</i>
<i>Figura 30: Gráfica de % de elongación- elaboración propia.....</i>	<i>72</i>
<i>Figura 31: Gráfica de % de reducción de área- elaboración propia</i>	<i>73</i>
<i>Figura 32: Ruptura probeta acero AISI 4340 nitrurado- elaboración propia.....</i>	<i>74</i>
<i>Figura 33: Microestructura del acero 4340 nitrurado con baño de sales 580°C- elaboración propia.....</i>	<i>75</i>
<i>Figura 34: Capa blanca formada en el acero AISI 4340 nitrurado a 4 horas – elaboración propia.....</i>	<i>75</i>
<i>Figura 35: Capa compuesta punto 1: FOV: 53,7 μm, Mode: 15kV - Point, Detector: BSD Full – elaboración propia.....</i>	<i>76</i>
<i>Figura 36: Capa compuesta punto 2: FOV: 53,7 μm, Mode: 15kV - Point, Detector: BSD Full – elaboración propia.....</i>	<i>77</i>
<i>Figura 37: Sección transversal de la muestra Acero AISI 4340 nitrurado a 4 horas, 580°C FOV: 53,8 μm, Mode: 15kV - Point, Detector: BSD Full – elaboración propia</i>	<i>78</i>
<i>Figura 38: Perfil de composición del acero de la microestructura del acero AISI 4340 nitrurado- elaboración propia.....</i>	<i>80</i>

Lista de tablas

	Pág.
<i>Tabla 1: Tratamientos térmicos-tomado del libro Physical Metallurgy and Heat Treatment of Steel – extraído del artículo de Jose Ignacio Verdeja [2].....</i>	<i>17</i>
<i>Tabla 2: Propiedades mecánicas acero AISI 4340 – extraído del artículo Bohman, C. Ivan [18]</i>	<i>28</i>
<i>Tabla 3: Datos de la placa durómetro. – elaboración propia.....</i>	<i>52</i>
<i>Tabla 4: Datos de la máquina de nitruración – elaboración propia</i>	<i>54</i>

<i>Tabla 5: Datos de dureza de indentación del acero AISI 4340 – elaboración propia.....</i>	<i>58</i>
<i>Tabla 6: Datos del ensayo de tensión Acero 4340 – elaboración propia</i>	<i>60</i>
<i>Tabla 7: Composición química del Acero AISI 4340, FOV: 53.8 μm, Mode: 15kV – Point-elaboración propia.....</i>	<i>63</i>
<i>Tabla 8: Datos de dureza de indentación del acero 4340 nitrurado a 2 horas – elaboración propia.....</i>	<i>63</i>
<i>Tabla 9: Datos de dureza de indentación del acero 4340 nitrurado a 2 horas – elaboración propia.....</i>	<i>64</i>
<i>Tabla 10: Datos de dureza de indentación del acero 4340 nitrurado a 3 horas – elaboración propia.....</i>	<i>64</i>
<i>Tabla 11: Datos de tensión del acero 4340 nitrurado a 2 horas- elaboración propia</i>	<i>68</i>
<i>Tabla 12: Datos de tensión del acero 4340 nitrurado a 3 horas- elaboración propia</i>	<i>69</i>
<i>Tabla 13: Datos de tensión del acero 4340 nitrurado a 4 horas – elaboración propia.....</i>	<i>70</i>
<i>Tabla 14: Resumen de datos de tensión del acero 4340 nitrurado, elaboración propia ...</i>	<i>71</i>
<i>Tabla 15: Compuestos químicos de la muestra nitrurada - elaboración propia</i>	<i>78</i>
<i>Tabla 16. Distancia desde la superficie después de la nitruración – elaboración propia.</i>	<i>82</i>

Lista de ecuaciones

	Pág.
<i>Ecuación 1. Flujo de difusión.....</i>	<i>31</i>
<i>Ecuación 2. Segunda ley de Fick.....</i>	<i>31</i>
<i>Ecuación 3. Segunda ley de Fick simplificada</i>	<i>32</i>
<i>Ecuación 4. Solución a la segunda ley de Fick</i>	<i>33</i>
<i>Ecuación 5. Módulo de elasticidad.....</i>	<i>48</i>
<i>Ecuación 6. Ley de Bragg.....</i>	<i>49</i>
<i>Ecuación 7. Porcentaje de error.....</i>	<i>59</i>

RESUMEN

El presente proyecto tiene como objetivo analizar el efecto del tiempo de nitruración en las propiedades mecánicas y microestructurales del acero 4340. Este material es ampliamente usado en la industria dadas sus características mecánicas por ello se le realizaron diversos tratamientos para mejorar sus propiedades mecánicas tales como: dureza, resistencia al desgaste, resistencia a la corrosión y resistencia a la fatiga. Uno de estos tratamientos es el proceso de nitruración el cual permite un endurecimiento superficial del acero mediante la introducción de nitrógeno en su superficie.

Para realizar el análisis del efecto del tiempo de la nitruración en el acero AISI 4330 se realizó una caracterización del acero en su estado inicial, después de ser mecanizado, pulido y limpiado. Los resultados obtenidos en esta etapa se compararon con los valores establecidos en la ficha técnica proporcionada por el proveedor y la literatura confirmando la adecuada calidad del material suministrado. Después se realizó la nitruración al acero AISI 4340 en tiempos de 2, 3 y 4 horas, en intervalos regulares de 1 h de tratamiento, seguido de una caracterización del acero nitrurado.

La caracterización mecánica del material se realizó a partir de ensayos de microdureza Vickers de acuerdo con la norma ASTM E384-99 y ensayo de tensión bajo la norma ASTM E8. Para su análisis microestructural y morfológico, se realizaron los ensayos XRD, SEM y EDS.

Los resultados obtenidos del ensayo de dureza revelaron un notable aumento en la dureza del material realizado después del tratamiento de nitruración, atribuido a la formación de nitruros de la fase ϵ (Fe_{2-3}N). Estos nitruros también fueron identificados en las muestras nitruradas mediante análisis de difracción de rayos X (XRD).

A partir de los ensayos de tensión se observó una disminución en la ductilidad del material y una reducción de la elongación y el área de la probeta en estudio. Así mismo, se identificaron y caracterizaron la capa compuesta, capa de óxido y capa de difusión producidos durante la nitruración coincidiendo con lo mencionado en la literatura y lo reportado por los ensayos de SEM y EDS.

Los resultados obtenidos en este estudio arrojan luz sobre los cambios significativos en las propiedades mecánicas del acero AISI 4340 debido al proceso de nitruración. Estos hallazgos son de gran relevancia, ya que ofrecen perspectivas valiosas para mejorar y optimizar la aplicación del material en diversas industrias.

PALABRAS CLAVE: Nitruración, XRD, acero 4340, SEM.

Abstract

The following project proposes an analysis of the effect of nitriding time on the mechanical and microstructural properties of 4340 steel. The nitriding treatment consists of introducing nitrogen on the surface of the steel which allows a surface hardening. This thermal process takes place in a temperature range of 400 to 620° C.

Initially, the samples were machined, polished and cleaned in order to perform a characterization of the supplied material. The results obtained revealed that they match the values established in the technical data sheet provided by the supplier. The AISI 4340 steel was then nitrided at 2, 3 and 4 hour times, at regular 1 h treatment intervals. This was followed by a characterization of the nitrided steel. The Vickers microhardness data were analyzed according to ASTM E384-99 standard, for microstructural analysis and morphology, by means of XRD and SEM tests. Tensile testing was performed under ASTM E8 standard, in order to evaluate the mechanical behavior of the nitrided material. Finally, the samples before and after nitriding were studied in order to analyze the effects of time on the mechanical properties of AISI 4340 steel.

The results revealed a remarkable increase in the hardness of the material after nitriding treatment, attributed to the formation of ϵ -phase nitrides (Fe_{2-3}N). These nitrides were also identified in the microstructure by X-ray diffraction (XRD) analysis.

In addition, a decrease in the ductility of the material was observed, manifested by a reduction in elongation and reduction area as reported in tensile tests. Likewise, the composite layer, oxide layer and diffusion layer were identified and characterized, coinciding with what is mentioned in the literature.

The results obtained in this study shed light on the significant changes in the mechanical properties of AISI 4340 steel due to the nitriding process. These findings are of great relevance, since they offer valuable perspectives to improve and optimize the application of the material in various industries, taking advantage of its improved properties of hardness and strength.

KEYWORDS: Nitriding, XRD, 4340 steel, SEM.

1. INTRODUCCIÓN

El acero AISI 4340 es un metal estructural ampliamente utilizado en diversas industrias debido a sus destacadas propiedades mecánicas, templabilidad, tenacidad y resistencia a la fatiga. Su aplicación en componentes sometidos a grandes esfuerzos mecánicos, como tornillería de alta resistencia, discos de frenos, bielas, ejes de transmisión y trenes de aterrizaje para aeronaves, es testimonio de su versatilidad y demanda en el mercado industrial [1] En algunas situaciones específicas, es necesario que este acero exhiba una alta resistencia al desgaste, una mayor resistencia a la corrosión y una mayor dureza para cumplir con requisitos particulares de ciertas aplicaciones. Para lograr estas mejoras en sus propiedades, se emplean tratamientos térmicos que permiten optimizar su desempeño con procedimientos adecuados.

Tabla 1: Tratamientos térmicos-tomado del libro Physical Metallurgy and Heat Treatment of Steel – extraído del artículo de Jose Ignacio Verdeja [2]

Tratamiento térmico	Rangos de temperatura
Nitruración	400 a 550°C
Carburización	850 a 950°C
Boruración	550 a 1095°C
Nitrocarburación	450 a 590° C

El acero AISI 4340 ofrece un emocionante potencial para mejorar significativamente sus propiedades mecánicas y microestructurales a través de un tratamiento termoquímico cómo lo es la nitruración, la cual consiste en introducir nitrógeno en la superficie del acero y

permitir su difusión hacia el interior, lo que puede llevar a un considerable aumento en su dureza, resistencia al desgaste y resistencia a la corrosión.

Por ellos el objetivo de este trabajo es explorar y analizar el efecto que tiene el tiempo de nitruración en las propiedades mecánicas y microestructurales del acero AISI 4340. Para ello se utilizaron técnicas de caracterización cristalográfica mediante el ensayo de difracción XRD, caracterización mecánica mediante los ensayos de dureza y tensión y finalmente caracterización microestructural mediante los ensayos de microscopia SEM Y EDS.

Para respaldar nuestra investigación, también consideraremos las investigaciones más recientes en el campo de la nitruración y sus aplicaciones en acero 4340. Esto nos permitirá comprender mejor nuevas perspectivas en el tratamiento termoquímico de este material.

Mediante un estudio detallado de los efectos del tiempo en el proceso de nitruración, buscamos ampliar el conocimiento sobre el efecto que tiene el tiempo de nitruración en las propiedades mecánicas y microestructurales del acero AISI 4340. Con esta información, esperamos contribuir al desarrollo de materiales más resistentes y duraderos para diversas aplicaciones industriales, abriendo nuevas oportunidades para su implementación en diferentes sectores.

1.1 ANTECEDENTES

En los primeros años del siglo XX, Adolph Machlet el ingeniero metalúrgico descubrió que el proceso de cementación superficial provocaba problemas de distorsión debido a los largos periodos de temperatura, seguidas de procesos de enfriamientos rápidos en agua y aceite, durante una serie de experimentos, Machlet descubrió que el hierro tenía la capacidad de disolver

nitrógeno. La incorporación de nitrógeno en el hierro resultó en la formación de una capa superficial relativamente resistente en hierros simples y aceros de baja aleación, lo que mejoró significativamente su resistencia a la corrosión. Este proceso se llevó a cabo sin requerir un aumento significativo en la temperatura del material, es decir, por debajo de la temperatura de austenización. Lo más importante es que no fue necesario realizar un enfriamiento rápido, que suele causar distorsiones en el material durante el temple. [3]

En 1900 Adolph W. Machlet publico la patente que cubría el tratamiento de hierro y acero en amoniaco a temperaturas superiores a los 9000 F. Según su patente los elementos tenían las siguientes características:

“Los elementos examinados después del enfriamiento, se encuentran que están provistos de una piel, carcasa o revestimiento integral aleado o revestimiento que cuando se pule tiene un color plateado mate, y es muy compacto y de grano apretado y duro, y es capaz de tomar un pulido muy alto que se asemeja mucho a la plata pulida. Es tan duro que es difícil de pulir y de cortar con un cuchillo normal, difícil o imposible de cortar con una lima normal de maquinista. Este revestimiento es extremadamente reacio a empañarse, corroerse, herrumbre u oxidación, y en condiciones normales puede considerarse prácticamente a prueba de oxidación en interiores o cuando está en la intemperie. [3]

Finalmente, La solicitud inicial de la primera patente para el desarrollo del proceso de nitruración tuvo lugar en marzo de 1908 en Elizabeth, Nueva Jersey. Después de aproximadamente cinco años, la patente finalmente fue aprobada en junio de 1913. Machlet llevaba varios años trabajando en el proceso antes de solicitar la patente y continuó desarrollando

tanto el nuevo proceso como su comprensión de la metalurgia del proceso resultante. La patente se refería a la “The Nitrogenization of Iron and Steel in an Ammonia Gas Atmosphere into which an Excess of Hydrogen Has Been Introduced”

En Europa también se venía estudiando el proceso de nitruración, por lo que en 1921 Adolph Fry reconoció la solubilidad del nitrógeno en hierro a una determinada temperatura y que los elementos en aleación influían mucho en los resultados y el rendimiento del material nitrurado. Fry solicitó la patente en 1921, utilizó una técnica similar a la Machlet, Fry utilizó amoníaco como gas fuente, así se desarrolló el proceso de nitruración como se conoce hoy en día. Fry investigó los efectos de la nitruración en los elementos de aleación como Cromo, Molibdeno, Aluminio, Vanadio y Tungsteno dando como resultado una dureza superficial elevada. Fry también descubrió la naturaleza crítica de la temperatura en la nitruración ya que a una temperatura más alta se corre el riesgo de formar redes de nitruro, es decir una solución saturada de nitrógeno [3]

Las investigaciones continuaron en la empresa Firth Brown Steels, que se encargaba de comercializar una línea de aceros llamada LK designado por la British Standard 970 como En 40 A, En 40 B, En 40 C, En 41 A, y En 41 B. Los cuales eran aceros especializados para realizar nitruración. Estos tenían aleaciones de cromo, molibdeno, níquel, Silicio, entre otros. La serie En 41 contenía aluminio, produciendo una mayor dureza superficial mucho mayor que los aceros convencionales [3].

La diferencia entre los procesos estadounidenses y los europeos era que el proceso en Estados Unidos utilizaba hidrógeno como gas diluyente controlando así el potencial de nitruración

del gas y acero. Mientras tanto en Europa los alemanes manipulaban el proceso mediante aleaciones, mejorando así las propiedades mecánicas. El proceso alemán tuvo un gran éxito en toda Europa en las industrias aeronáutica, textil, ferroviaria, automovilística y de máquinas-herramienta.

En 1928 McQuaid y Ketcham llevaron a cabo una serie de investigaciones para evaluar los procesos de nitruración, en el que se evaluaron específicamente la temperatura del proceso que oscilaban entre 540 a 650°C (1000 a 1200 °F), concluyendo así que las temperaturas elevadas influían en la dureza del núcleo de los aceros aleados pero poco efecto sobre la capacidad para nitrurar. Adicional descubrieron también que las temperaturas elevadas forman redes de nitruro, éstas redes provocan fallos prematuros en la superficie del acero agrietándolo. Los estudios realizados por McQuaid y Ketcham incluyeron influencia de la temperatura en la formación y profundidad de la nitruración, influencias de los elementos aleados en los aceros, influencia del tiempo y la distorsión, efecto de la relación entre el amoníaco y el hidrogeno, efecto del enfriamiento lento y rápido, como el enfriamiento controlado. McQuaid y Ketcham fueron también los primeros metalúrgicos en estudiar la capa blanca o zona compuesta [3].

En 1929 Robert Sergeson trabajaba en la central Alloy Steel Corporation de Canton, Ohio, cuando llego a la conclusión de que química y el control del proceso de nitruración eran esenciales y mucho más sencillos que los procesos de carburación.

En 1932 físico alemán, el Dr. Wehnheldt y el empresario suizo, el Dr. Bernhard Berghaus desarrollaron el método de nitruración por descarga luminosa, es decir lo que hoy se conoce como nitruración iónica.

En 1950, después de la Segunda Guerra Mundial y hasta el final de la década de 1950, la Compañía General Electric de Lynn, Massachusetts, tenía un laboratorio conocido como la Unidad de Ingeniería Electromecánica y Física. En este laboratorio, el Dr. Claude Jones y el Dr. Derek Sturges, junto con Stuart Martin, desarrollaron la primera unidad de nitruración iónica en los Estados Unidos y la aplicaron en una variedad de materiales y piezas. Estas unidades de nitruración iónica cumplían con todos los estándares normales de nitruración y fueron aprobadas por la Marina de los Estados Unidos. En 1964 y 1973 se publicaron resúmenes de las propiedades, aplicaciones y ventajas asociadas con este proceso. [3]

En 1994, Elik y Karandeniz encontraron que la resistencia al esfuerzo de fatiga del acero 4140 aumento un 35%, tratado con un proceso de nitruración iónica. Además, descubrieron que el esfuerzo de fatiga depende de la dureza superficial de la capa nitrurada. Este proceso se varios rangos de temperatura de 500°-600°C y en tiempos de 1-12 h y mezclas de gases entre 50% H_2 – 50% N_2 . [4]

De acuerdo con David Pye en su libro *Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing*. Tanto los sistemas de gas como los sistemas de sal han progresado en paralelo desde principios del siglo XX. La nitruración ha encontrado aplicaciones tanto en campos de baja tecnología como en industrias de alta tecnología, y actualmente está siendo mejor comprendida por profesionales en la industria, metalurgistas, ingenieros de aplicaciones, diseñadores de hornos y académicos por ello las últimas investigaciones se basan en estudios sobre la optimización de los parámetros de nitruración para mejorar las propiedades mecánicas de diferentes aleaciones. Los avances en las técnicas de procesamiento están siendo impulsados por preocupaciones y regulaciones

ambientales. Como resultado, se han introducido métodos y equipos más efectivos, eficientes y económicos. Se pueden apreciar mejoras en el desarrollo de métodos gaseosos, métodos de baño de sal, métodos de lecho fluidizado y técnicas de procesamiento de plasma [3].

En el año 2021 R. Harikrishnan en su artículo *Effect of silicon nitride on physical properties of SBR* investigo el efecto del nitruro de silicio (Si_3N_4) sobre las propiedades físicas del caucho de estireno butadieno, donde se llevaron a cabo pruebas para evaluar y comparar la resistencia a la tracción, el tiempo de curado, la resistencia al desgarro y la resistencia al desgaste de diferentes mezclas de caucho con distintas cantidades de nitruro de silicio (Si_3N_4). Se encontró que, en general, las propiedades de tracción, resistencia al desgarro y resistencia al desgaste del caucho mejoraban en las mezclas compuestas con muchas de las composiciones de Si_3N_4 . [5]

En el año 2022 de acuerdo con Jr Jessy también se realiza un estudio *Effect of nitriding on mechanical and microstructural properties of Direct Metal Laser Sintered 17-4PH stainless Steel* en el cual se investiga el efecto del proceso de nitruración en acero 17-4PH fabricado aditivamente a tres temperaturas de nitruración diferentes (530 °C, 560 °C y 580 °C) durante una duración fija de 2 h. Las observaciones microestructurales ayudaron a racionalizar la mejora observada en las propiedades mecánicas [6].

2. OBJETIVOS

El objetivo principal de la tesis está definido de la siguiente manera “Analizar el efecto del tiempo de nitruración en las propiedades mecánicas y microestructurales del acero 4340” del cual se plantearon los siguientes objetivos específicos:

- Establecer la composición química, propiedades mecánicas y microestructurales del acero 4340 mediante los ensayos de tensión, micro dureza y análisis de SEM, EDS y XRD.
- Establecer la composición química, propiedades mecánicas y microestructurales del acero 4340 nitrurado en tiempos de 2, 3 y 4 horas, mediante los ensayos de tensión, micro dureza y análisis de SEM, EDS y XRD.
- Redactar documentación que compare la variación en las propiedades mecánicas, microestructurales, morfológicas y composición química de las probetas de acero 4340 antes y después del proceso de nitruración en los tiempos establecidos.

Con el cumplimiento de dichos objetivos se plantea como primera instancia el desarrollo de los fundamentos teóricos determinando el efecto del tiempo en la nitruración del acero 4340 variando los tiempos del tratamiento en 2,3 y 4 horas, para analizar los cambios en las propiedades mecánicas y su implementación en la industria.

3. JUSTIFICACIÓN

El acero AISI/4340 es un metal estructural que presenta alta resistencia mecánica, templabilidad, tenacidad y resistencia a la fatiga. Por lo que es utilizado donde se requiere altas resistencias a grandes esfuerzos mecánicos tales como la industria de fabricación de partes como tornillería de alta resistencia, discos de frenos, bielas, ejes de transmisión, trenes de aterrizaje para aeronaves entre otros. [1] Para algunos casos se requiere que el acero tenga una alta resistencia al desgaste, mayor resistencia a la corrosión, y mayor dureza, por lo que se emplean tratamientos térmicos que nos permiten alcanzar este objetivo con los procedimientos adecuados.

Los tratamientos termoquímicos son tratamientos en los que la difusión de varios elementos es el objetivo principal. Estos elementos deben tener radios atómicos pequeños para interactuar con el material huésped, provocando alteraciones superficiales en la superficie del material tratado sin alterar la microestructura del núcleo [7]. Actualmente los métodos más utilizados en la industria son la nitruración por plasma en el cual una capa de nitruro forma propiedades cerámicas en la superficie del metal y una zona de difusión que se forma justo debajo del compuesto, lo que mejora la resistencia al desgaste y la corrosión, mejora la durabilidad y las propiedades de fatiga. [8]. Por lo que para este proyecto se plantea estudiar el efecto que tiene el tiempo la nitruración por sales. Los reportes que se encuentran en la literatura son diversos, pocos relacionan el efecto del tiempo en las propiedades mecánicas en la nitruración y su efecto en la microestructura.

4. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La nitruración es un tratamiento térmico que se realiza a baja temperatura (generalmente alrededor de 620 °C/968 °F) y con baja distorsión. Este proceso resulta en la formación de una capa compuesta, conocida como capa blanca, que puede consistir en nitruros cúbicos o hexagonales. Además, se forma una capa de difusión inferior que contiene nitrógeno disuelto y precipitaciones de nitruros duros. [9].

Considerando que el proceso de nitruración mejora las características mecánicas del acero tales como su dureza superficial, mayor resistencia al desgaste, abrasión, corrosión, fatiga, entre otros, no se cuenta con la suficiente bibliografía del efecto que tiene el tiempo durante su aplicación [10].

Por lo cual nos lleva a formular la siguiente pregunta ¿Cuál es el efecto que tiene el tiempo sobre las propiedades mecánicas y microestructurales durante el proceso de nitruración en el acero 4340?

5. ALCANCE

El alcance de este proyecto se centra en analizar el efecto del tiempo de nitruración en las propiedades mecánicas y microestructurales del acero AISI 4340. El estudio incluirá seis (6) muestras con las que se realizarán ensayos de dureza y difracción XRD, y 4 muestras para realizar ensayos de tensión y finalmente dos (2) muestras para ensayo de microscopia SEM. Se realizó la evaluación de propiedades mecánicas como la dureza y resistencia a la tracción. Los resultados obtenidos permitirán identificar los cambios en las propiedades del acero 4340 en función del tiempo de nitruración, proporcionando información relevante para la optimización de este tratamiento en aplicaciones industriales y estructurales.

6. MARCO TEÓRICO

6.1. Tratamientos térmicos

El tratamiento térmico es un conjunto de procesos industriales que consiste en diferentes procesos de calentamiento y enfriamiento modificando así su estructura y propiedades mecánicas. Es decir que su principal propósito es dar a los materiales propiedades especiales que se adapten a su forma y/o necesidad del usuario final. En la mayoría de los casos, los tratamientos se realizan antes del proceso de formado, es decir que se realiza previamente un recocido para ablandar el material y en otros casos se usa para aliviar los efectos de endurecimiento por deformación. Un

tratamiento térmico costas casi siempre de tres etapas: Calentamiento a una temperatura fijada, que consiste en elevar la temperatura uniformemente en la pieza. Estancia de la temperatura, en esta etapa puede considerar alrededor de 2 minutos por milímetro de espesor. Y finalmente la etapa de enfriamiento, la cual debe estar controlada de acuerdo con el tipo de tratamiento. [11]

6.2.Generalidades del acero AISI 4340

El acero 4340 es un acero de aleación de níquel-cromo-molibdeno que se utiliza comúnmente en aplicaciones de alta resistencia y en industrias como la aeroespacial, la automotriz y la petrolera. Aquí hay algunas generalidades sobre el acero 4340: Composición química: El acero 4340 está compuesto principalmente por hierro (Fe), carbono (C), cromo (Cr), níquel (Ni) y molibdeno (Mo). Su composición típica es aproximadamente 0.38-0.43% de carbono, 0.60-0.80% de manganeso, 0.70-0.90% de cromo, 1.65-2.00% de níquel, 0.20-0.30% de molibdeno y trazas de otros elementos. La densidad del acero 4340 es de aproximadamente 7,85 g/cm³ (0,283 lb/in³) [12].

Por lo que se conoce que el acero 4340 es un tipo de acero de baja aleación al carbono que se destaca por su resistencia y tenacidad [13]. Se utiliza ampliamente en diversas aplicaciones que requieren propiedades mecánicas superiores. Por ejemplo, en la industria aeroespacial, el acero 4340 se emplea en componentes críticos como engranajes, ejes, bielas y trenes de aterrizaje [14]. En la industria automotriz, se utiliza para fabricar piezas de alta resistencia como ejes de transmisión, cigüeñales y bielas [15]. En la industria petrolera y del gas, se utiliza en herramientas y equipos de perforación, como ejes de bombas y vástagos de válvulas. En la industria de maquinaria, se utiliza en la fabricación de engranajes, ejes y componentes

estructurales. También se encuentra en la industria de defensa, donde se emplea en componentes estructurales y equipos militares [16]. Finalmente, en la industria marina, se utiliza en aplicaciones como ejes de hélice y componentes de sistemas de propulsión marina.

El tratamiento térmico más comúnmente utilizado para el acero 4340 es el temple y revenido. Adicional a esto el acero 4340 es soldable, pero puede requerir precauciones adicionales debido a su alta dureza y contenido de carbono. Se recomienda utilizar métodos de soldadura adecuados y realizar pruebas de calidad para garantizar la integridad de las juntas soldadas. [17] Se le pueden aplicar tratamientos térmicos como revenido, temple, revenido múltiple.

6.3. Propiedades mecánicas del acero AISI 4340

Este tipo de acero posee la mayor resistencia mecánica disponible en el mercado, además de una notable tenacidad como se indica en la *Tabla 2*. Se suministra en estado bonificado, lo que significa que no se necesita realizar un tratamiento térmico. Sin embargo, es posible mejorar sus propiedades mediante técnicas como el temple al aceite o el nitrurado [18].

Tabla 2: Propiedades mecánicas acero AISI 4340 – extraído del artículo Bohman, C. Ivan [18]

Resistencia a la tracción	90-110 kg/mm ²
Esfuerzo de cedencia	70 kg/mm ²
Elongación	min 12%
Reducción de área	min 45%
Dureza	270-330 HB

El acero 4340 tiene una **dureza** típica entre 20 y 30 HRC en estado templado y revenido, y puede alcanzar valores aún más altos con tratamientos adicionales, como la nitruración. También presenta una buena **templabilidad** debido a los elementos de aleación presentes, como

níquel, cromo y molibdeno. Su punto de fusión es de aproximadamente 1416 °C (2571 °F) y tiene una **conductividad térmica** moderada. Es resistente a la **corrosión** debido a su contenido de cromo y níquel, aunque en entornos corrosivos severos pueden requerirse tratamientos adicionales.

6.4. Difusión.

La difusión se basa en el movimiento de átomos de un sitio de la red a otro, y dado que los átomos en los materiales sólidos están constantemente en movimiento, cambiando rápidamente de posición, es necesario cumplir con las siguientes dos condiciones para que se produzca esta movilidad de átomos:

- Debe haber un lugar vecino vacío
- El átomo debe contar con suficiente energía (de naturaleza vibratoria) para romper los enlaces que se tienen con los átomos vecinos y distorsionar la red durante su movimiento.

Cuando se aplica calor a una temperatura específica, solo una pequeña fracción del número total de átomos tiene suficiente energía vibratoria para llevar a cabo la difusión. A medida que se aumenta la temperatura, la cantidad de átomos en difusión también aumenta. [19].

6.4.1. Difusión por vacantes.

Se denomina difusión por vacantes cuando implica el cambio de un átomo desde una posición reticular normal a una vacante o lugar reticular vecino que se encuentre vacío, de acuerdo con lo anterior es necesaria la presencia de vacantes en el material por lo cual la posibilidad de que el proceso de difusión ocurra está en función del número de estos defectos que existan. La cantidad de vacantes que podemos encontrar en los metales al someterlo a un aumento

determinado de temperatura es significativa debido a que en el movimiento difusivo los átomos y vacantes intercambian posiciones, durante la difusión el movimiento de los átomos va en sentido contrario al de las vacantes.

6.4.2. *Difusión intersticial.*

Los átomos se desplazan desde una posición intersticial hacia una posición adyacente desocupada. Este mecanismo ocurre debido a la interdifusión de solutos como hidrógeno, carbono, hidrógeno y oxígeno, que consisten en átomos pequeños que son adecuados para ocupar las posiciones intersticiales.

En la mayoría de las aleaciones, la difusión intersticial ocurre de manera más rápida que la difusión a través de espacios vacantes. Esto se debe a que los átomos intersticiales son más pequeños y tienen una mayor movilidad que los espacios vacantes. Dado que hay más posiciones intersticiales vacías que espacios vacantes, la probabilidad de que ocurra el movimiento atómico a través de los espacios intersticiales es mayor que la difusión a través de espacios vacantes. [20]

6.4.3. *Difusión en estado estacionario.*

En términos macroscópicos, el proceso de difusión depende del tiempo, ya que es necesario determinar la velocidad a la que ocurre la transferencia de masa de un elemento hacia otro. Esta velocidad se conoce como flujo de difusión (J) y se puede expresar matemáticamente de la siguiente manera:

$$J = \frac{1}{A} \frac{dM}{dt} \quad 1$$

Ecuación 1. Flujo de difusión

Donde se tiene que:

$$J = \text{Flujo de difusión} \left[\frac{kg}{m^2s} \right] \text{ ó } \left[\frac{\text{átomos}}{m^2s} \right]$$

$$A = \text{Área del sólido} [m^2]$$

$$M = \text{Masa o número de átomo difundidos} [kg] \text{ ó } [\text{átomos}]$$

$$t = \text{Tiempo de difusión} [S]$$

6.4.4. Difusión en estado no estacionario

La mayoría de las situaciones en el ámbito práctico de difusión se realizan en estado no estacionario, debido a que la concentración del soluto, el gradiente y el flujo de difusión varían con el tiempo de un punto a otro dentro del material, lo cual genera una acumulación o agotamiento de las sustancias que se difunden.

En condiciones no estacionarias se debe implementar la siguiente ecuación de derivadas parciales:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad 2$$

Ecuación 2. Segunda ley de Fick

Esta ecuación es conocida como la segunda ley de Fick, la cual establece que la velocidad de cambio de composición es igual al coeficiente de difusión multiplicado por la velocidad de cambio del gradiente de concentración.

En algunas situaciones, si se logra comprobar que el coeficiente de difusión D_B es independiente de la composición, es posible simplificar la ecuación anterior como se puede observar a continuación:

$$\frac{\partial C_x}{\partial t} = D_B \left(\frac{d^2 C_x}{d^2 x} \right) \quad 3$$

Ecuación 3. Segunda ley de Fick simplificada

A pesar de que la ecuación de trabajo es una ecuación diferencial con soluciones infinitas, es posible obtener soluciones particulares partiendo del hecho que se tiene un gas A que se difunde en un sólido B como se ilustra a continuación:

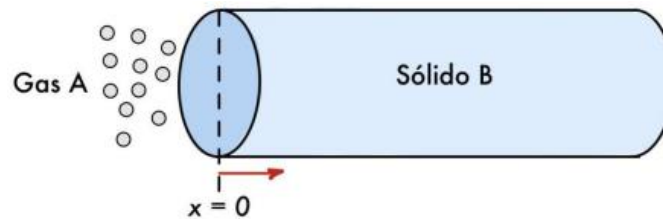


Figura 1. Difusión de un gas A en un sólido B Extraído del libro de Callister, William D.- [19]

La concentración de átomos que se tienen del soluto A en cualquier punto dentro del sólido B a lo largo de la dirección X va a aumentar conforme avance el tiempo de difusión, como se ilustra a continuación para los tiempos t_1 y t_2 .

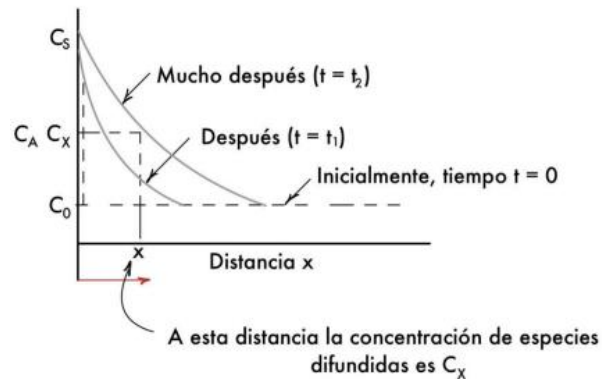


Figura 2. Aumento de la concentración de átomos de soluto en función del tiempo- Extraído del libro de Callister, William D. [19]

De acuerdo con lo anterior la solución a la segunda ley de Fick se determina a partir de la siguiente ecuación:

$$\frac{C_s - C_x}{C_s - C_0} = \text{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad 4$$

Ecuación 4. Solución a la segunda ley de Fick

En la cual se tiene:

C_s = Concentración del gas en la superficie [%]

C_x = Concentración del elemento a la distancia x en el tiempo t [%]

C_0 = Concentración inicial uniforme del gas en el sólido [%]

$\text{erf}(x)$ = Función de error gaussiana

x = Distancia desde la superficie [cm^2]

$$D = \text{Coeficiente de difusión} \left[\frac{\text{cm}^2}{\text{s}} \right]$$

$t = \text{Tiempo de difusión [s]}$

6.5. Nitruración

La nitruración termoquímica es un tratamiento que endurece la superficie de aceros al carbono y aleados, esto mejora la fatiga de las piezas tratadas. Existen varias formas de aplicar la nitruración, entre las cuales se encuentran: nitruración por gas, nitruración por plasma, nitruración por baño de sales, nitruración por láser [21]

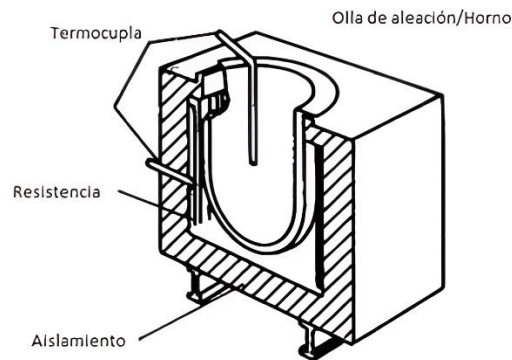
Para realizar este proceso normalmente se introduce nitrógeno atómico en la fase ferrítica, en un rango de temperaturas entre T 500 -590 °C por el cuál no se generen transformaciones en la fase. [21]

6.5.1. Nitruración por baños de sal

El proceso de tratamiento termoquímico de nitruración fue realizado en la empresa Thermal Connection SAS Bogotá D.C, empresa colombiana encargada de tratamientos térmicos para aceros.

El tratamiento se realizó usando el proceso TENIFER® normalmente el rango de temperaturas varía entre 480 y 620°C, para el nitrurado de nuestras probetas se manejó una temperatura de 580°C. Las ventajas de usar equipos de nitruración en baño de sal fueron: costo operativo relativamente bajo; bajo mantenimiento, operación fácil, requiere un nivel de habilidad más bajo, generalmente se usa un horno de tipo discontinuo pequeño, que ocupa menos espacio

en el piso, arranque fácil, apagado fácil, tiempos de ciclo de difusión ligeramente más rápidos [22].



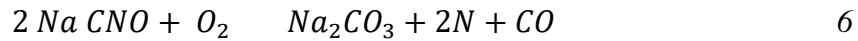
*Figura 3: Horno Calentador con resistencia eléctrica, nitruración por baño de sal-
Extraído del artículo tratamientos termoquímicos por difusión [23]*

En general, el inicio del baño se compone aproximadamente de un 60% de NaCN y un 40% de KCN, creando una mezcla que se funde a una temperatura de 500 °C. En la actualidad, los cianatos se incorporan a la combinación de sales previamente al inicio del proceso de nitruración. Normalmente la composición química varía entre un 25% carburos y 75% nitruros de hierro. [24]

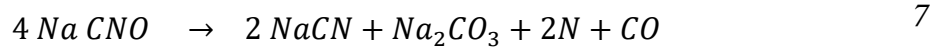
Proceso lento de conversión de los cianuros en cianatos en presencia de oxígeno



Los cianatos de sodio o potasio formados pueden convertirse en carbonato de sodio mediante una posterior reacción de oxidación



Los elementos de la reacción terminan separándose por reacción térmica, obteniendo carbonato de sodio, nitrógeno y monóxido de carbono



Debido a que el acero actúa como catalizador se muestran las siguientes reacciones de la difusión del nitrógeno:

Nitruros de hierro:



Nitruros de cromo:



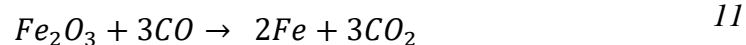
Nitruros de manganeso:



El nitrógeno en estado activo producido en las reacciones (9) se difunde fácilmente a través de la superficie de la pieza y forma nitruros con el hierro o con los elementos de aleación.

[3]

La siguiente reacción muestra la capa oxido cuando reacciona el monóxido de carbono liberado en el proceso de nitruración en baño de sales:



Cuando el proceso termoquímico finaliza se forma primariamente óxido de hierro (III) o magnetita en la superficie:



Óxido de hierro (II) en la superficie:



Descomposición a sales oxidantes:



Cuando una pieza de trabajo de acero se introduce en la sal y se calienta a una temperatura en la sal fundida, las reacciones comienzan a difundirse en la superficie del acero [3]

La Figura 4 muestra una construcción simple del mecanismo de formación de la caja nitrurada, donde la sal se disocia y el nitrógeno naciente se difunde en la matriz formando una capa gruesa. Este proceso de difusión se basa en la solubilidad del nitrógeno en el hierro. [3]

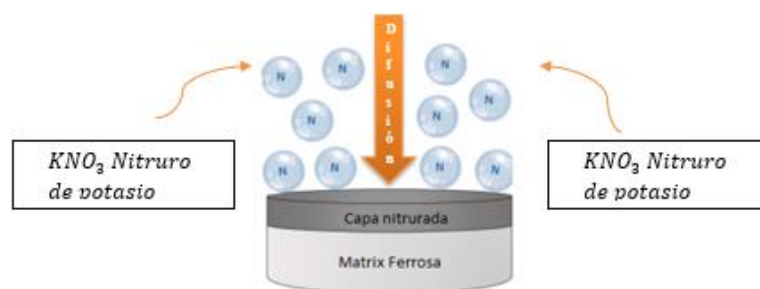


Figura 4: Esquema del baño de sal – extraído del artículo de Vinicius Timm Bonow a

[22]

6.6. Diagrama de fases Fe-N

El diagrama de fase Fe-N muestra la relación entre la temperatura, la composición y las fases presentes en aleaciones de hierro y nitrógeno.

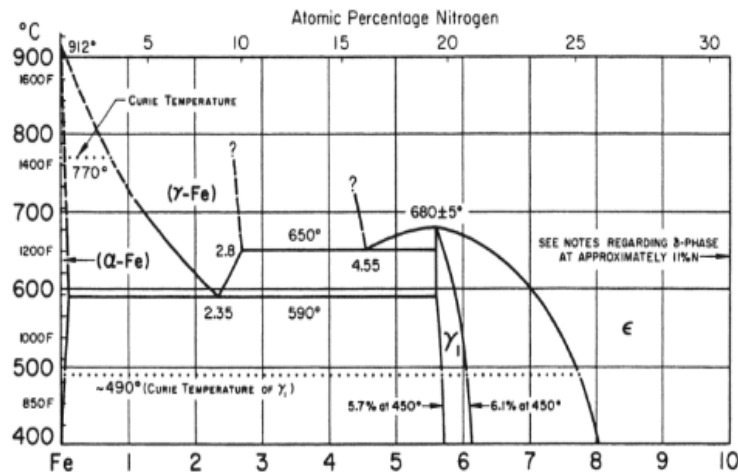


Figura 5: Diagrama de fases Fe-N – Extraído del libro de Rolinski [25]

El diagrama es importante para entender las propiedades de las aleaciones de hierro y nitrógeno y cómo estas propiedades cambian con la temperatura y la composición. A temperatura ambiente y en ausencia de nitrógeno, el hierro puro tiene una estructura cristalina bcc (cúbica centrada en el cuerpo) conocida como **ferrita α** , tiene una solubilidad del nitrógeno de 0,10%. Cuando se agrega nitrógeno al hierro, se pueden formar varias fases diferentes, dependiendo de la temperatura y la concentración de nitrógeno. A altas temperaturas y concentraciones de nitrógeno, la fase estable es la austenita de hierro-nitrógeno (Fe-N) con estructura centrada en las caras. (fcc). A medida que se enfría la aleación, la austenita se transforma en otras fases, como la ferrita alfa (bcc), el nitruro de hierro (Fe_4N) y la fase intersticial de hierro-nitrógeno ($Fe_{2-3} - N$). [26].

6.7. Fases en la nitruración

El nitrógeno se diluye en el hierro alfa conformando una solución Fe-alfa-N con un contenido máximo de ferrita del 0,11% N. Esta mezcla forma un eutectoide a 590°C del 2,35%N llamado braunita. Por lo que se observan las siguientes fases en el diagrama Fe-N. Por lo que se tienen las siguientes fases:

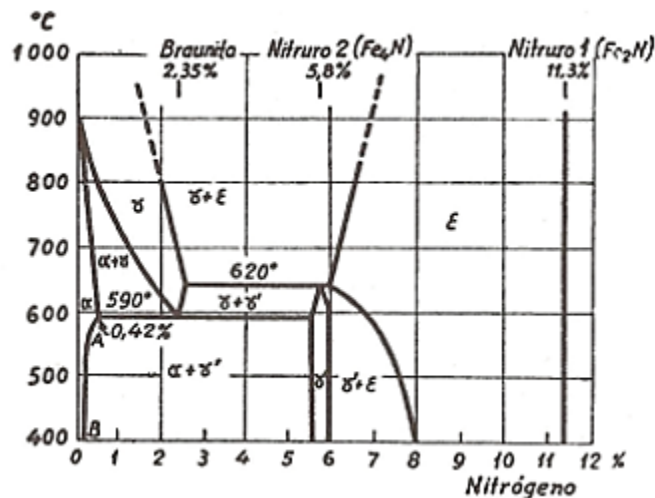


Figura 6: Fases en la nitruración – extraído del artículo de Salazar, Carolina [27]

Fe_4N , Se cristaliza en el sistema cubico centrado en las caras. Contiene 5,69% de Nitrógeno (Mezcla entre el hierro alfa más eutectoide $N=0,11 + 5,58$). No es frágil y se forma por precipitación en enfriamientos muy lentos.

Fe_2N , es un nitruro de gran fragilidad y es el principal formador de la capa blanca que puedes formarse con nitruración gaseosa. Este nitruro no esta presente en la nitruración por sales ya que nitrógeno difuso a través de los cianatos no alcanza porcentajes tan elevados para formar dicha fase, es decir $N=11,41\%$.

FeN , este nitruro se cristaliza en el sistema hexagonal compacto, se mantiene homogéneo desde 4,35 a 11%N. Este se muestra en la zona de compuestos (VZ) en procesos de nitruración por sales y en nitruración gaseosa se presenta como Fe_3N .

procesos de nitruración por sales y en nitruración gaseosa se presenta como Fe_3N .

6.8.Fase ternaria Fe C N

Durante la nitruración, se forma una sucesión de capas en la superficie del acero, en función de las condiciones de tratamiento. Estas capas están relacionadas con las fases del diagrama ternario Fe-C-N, que representa las posibles combinaciones de hierro (Fe), carbono (C) y nitrógeno (N) en el acero.

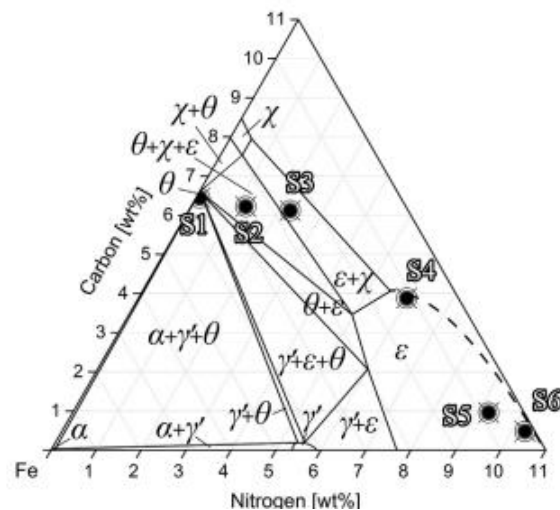


Figura 7: Diagrama de fase ternaria C N – extraído del artículo de Mittemeijer, E. J. [28]

Capa de ferrita (α -Fe): Es la capa más externa, compuesta principalmente por hierro. Esta capa proporciona protección contra la corrosión y mejora la adhesión de capas posteriores. Capa de nitruros de hierro (Fe_3N, Fe_4N) A medida que se introduce nitrógeno

en la superficie del acero, se forman nitruros de hierro. Estos nitruros son compuestos intersticiales ricos en nitrógeno y proporcionan una mayor dureza y resistencia al desgaste.

Capa de expansión de la austenita ($\gamma - Fe$) En algunas condiciones de nitruración, se puede formar una capa de expansión de austenita, que es una fase de hierro que tiene una mayor solubilidad de nitrógeno. Esta capa puede presentar mayor resistencia a la corrosión. [28]

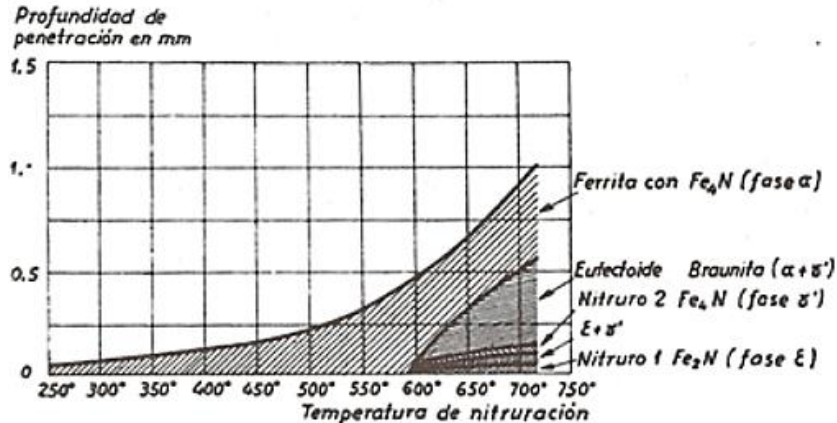


Figura 8: Profundidad de penetración vs la temperatura de nitruración- extraído del artículo de Salazar, Carolina [27]

6.9. Capa de combinación o capa blanca.

Una superficie que ha sido fortalecida mediante nitruración presenta dos áreas diferentes. En la región exterior, se encuentran los elementos que forman nitruros, incluyendo el hierro. Esta área, cuyo grosor varía hasta un máximo de aproximadamente 0,002 pulgadas, es conocida como capa blanca debido a su apariencia después de ser sometida a un proceso químico con nital. Por debajo de la capa blanca se encuentra la zona degradada, llamada capa de difusión, donde se han depositado de manera aislada los nitruros.

Se presentan dos eutectoides en el diagrama $Fe - N$, uno a $650^{\circ}C$ y el otro a $590^{\circ}C$, desde el campo de la nitruración el eutectoide que se presenta a los $590^{\circ}C$ es el mas importante debido a que forma parte activa en las fases intersticiales que se presentan en las capas nitruradas: Alfa α , Épsilon ϵ , Gamma prima γ' . Al aumentar la temperatura aparecen combinaciones de hierro – nitrógeno ($Fe - N$) que presentan características frágiles y no deseables causados principalmente por un eutectoide llamado braunita el cual se forma a temperaturas elevadas de nitruración ($>590^{\circ}C$).

6.10. *Propiedades de la nitruración y aplicaciones*

La nitruración aumenta la resistencia a la fatiga por flexión de un acero al 3% Cr-Mo de 480 a 840 MPa, una mejora del 75%. El tiempo de fatiga por contacto rodante hasta la falla de los componentes de cojinetes de acero M50 aumenta en un factor de 10. La nitruración también reduce el coeficiente de fricción de una pieza. [25]

La nitruración conduce a una mejor resistencia a la corrosión sobre recubrimientos como el cromado duro y el niquelado. La capacidad de la capa nitrurada para resistir las tensiones térmicas mejora la estabilidad de la pieza, lo que prolonga la vida útil de la superficie de las herramientas y otros componentes expuestos al calor. Lo que es más importante, el nitrógeno recogido por la capa de difusión aumenta la resistencia a la fatiga por flexión rotatoria en algunas partes. [29] También se observó que la oxidación después de la nitrocarburation rara vez cambia el coeficiente de fricción, pero aumenta la resistencia al desgaste. Con tratamientos de oxidación más pulido y oxidación secundaria, la resistencia al desgaste de las muestras nitrocarbureadas se mejora aún más. [30]

Para aceros utilizados para la fabricación de herramientas de alto rendimiento (M50, M50 NiL), se sabe que la nitrocarburation ferrítica mejora la vida útil de fatiga por contacto rodante (RCF), especialmente en entornos de alta tensión y lubricación marginal (por ejemplo, rodamientos). La capa compuesta (carbonitruro de hierro) es perjudicial, mientras que la zona de difusión debajo de la superficie se considera beneficiosa. FNC tiene poco efecto en el rendimiento de desgaste por deslizamiento de M50, que es superior al M50 NiL nitrocarburation ferrítico o al M50 NiL sin tratar. La dureza de la zona de difusión y la generación de grandes tensiones residuales de compresión son los principales contribuyentes a la mejora de las propiedades mecánicas. [31] La resistencia al desgaste de los árboles de levas del motor nitrurados y otros componentes del motor (p. ej., pernos) se mejora en todos los casos. Esto incluye la resistencia a temperaturas elevadas, que es de particular interés para la industria de las carreras. [32]

6.11. Técnicas de Caracterización.

6.11.1. Microscopia electrónica de barrido SEM

El SEM se basa en el principio de la interacción de un haz de electrones con la muestra. Un cañón de electrones genera un haz altamente energético que se enfoca y se dirige hacia la muestra, que se coloca en una cámara de vacío. Al interactuar con la muestra, los electrones experimentan diferentes fenómenos, como dispersión elástica e inelástica, emisión de rayos X y retrodispersión de electrones secundarios y retrodispersión de electrones retro dispersados. Estos electrones retro dispersados y los secundarios son recogidos y analizados para generar la imagen de la muestra. [33]

Para realizar el procedimiento se debe preparar la superficie a probar para que sea plana y conductora. La *Figura 9*. muestra un diagrama con los principios de funcionamiento de SEM.

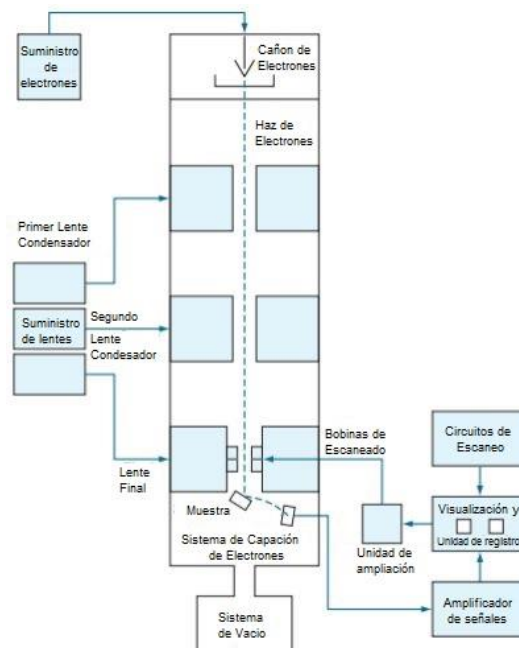


Figura 9. Esquema del diseño básico de un microscopio electrónico de barrido. - extraído del libro de Viacheslav, Kazmiruk [34]

Estudiar la microestructura de materiales metálicos con SEM le permite conocer la composición, distribución y tamaño de los granos, así como la presencia de fases y precipitados.

[34]



Figura 10: Registro fotográfico del ensayo de microscopia SEM – Elaboración propia

6.11.2. Dureza

La dureza se refiere a la resistencia de un material a sufrir deformaciones permanentes o a ser penetrado por otro material. Es una propiedad mecánica que puede medirse mediante diferentes escalas, como la escala de dureza Rockwell, la escala de dureza Vickers o la escala de dureza Brinell. La dureza está relacionada con la estructura y composición del material, así como con su capacidad para resistir la deformación plástica. [35] Se emplean dos tipos de indentadores: el indentador cónico-esferoidal fabricado con diamante y el indentador de bola hecho de acero o carbono de tungsteno, que presenta diferentes diámetros. Existe una relación específica entre el número de Rockwell y la profundidad de la impronta h , la cual establece la dependencia entre ambos valores.



Figura 11: Registro fotográfico del ensayo de dureza – elaboración propia

6.11.3. Ensayo de tensión.

El ensayo de tensión se utiliza para evaluar las propiedades mecánicas de los materiales, especialmente su resistencia y comportamiento frente a fuerzas de tracción uniaxial. Este ensayo

es ampliamente utilizado en la ingeniería y la industria para determinar la resistencia, la elasticidad, la ductilidad y la tenacidad de un material.

Durante el ensayo de tensión, se aplica una carga gradualmente creciente a una muestra del material y se registra la respuesta del material a medida que se deforma. Se miden la fuerza aplicada y la deformación resultante, lo que permite obtener una curva de tensión-deformación. Esta curva proporciona información importante sobre el comportamiento del material, incluyendo el límite elástico, el punto de fluencia, la resistencia a la tracción, la ductilidad y la fractura. Cuando una pieza es sometida a fuerzas de tracción uniaxial, se produce una deformación. Si el metal recupera sus dimensiones originales al eliminar la fuerza, se considera una deformación elástica. [33]



Figura 12: Ruptura del acero 4340 sometido a ensayo de tensión – elaboración propia

Existen diferentes tipos de muestras utilizadas para realizar el ensayo de tracción, dependiendo del material y los requisitos específicos [33]

6.11.4. Muestra de tracción estándar o probeta tipo ASTM:

Para metales con una sección transversal gruesa, como una placa, se usa comúnmente una muestra redonda como la relacionado en la *Figura 13.* Este tipo de muestra se utiliza ampliamente y sigue las normas y estándares establecidos por organizaciones como ASTM

International. La probeta tipo ASTM tiene una forma alargada con una sección transversal cilíndrica o rectangular uniforme.

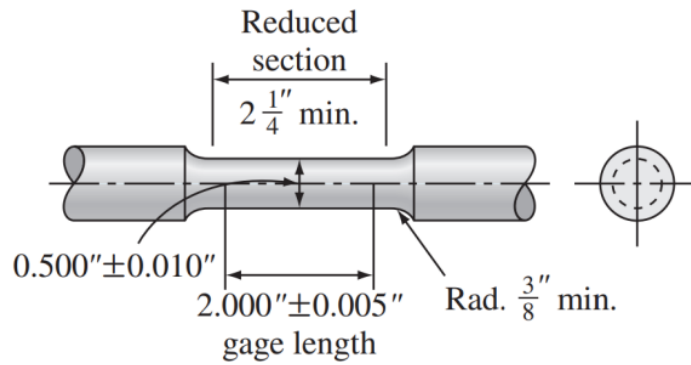


Figura 13. Dimensiones para una Muestra estándar redonda con 2 in de longitud de calibre para ensayo de tracción. – Extraído del libro de W.F., Smith [17]

6.11.5. Propiedades mecánicas obtenidas de la prueba de tracción y el diagrama de esfuerzo-deformación de ingeniería

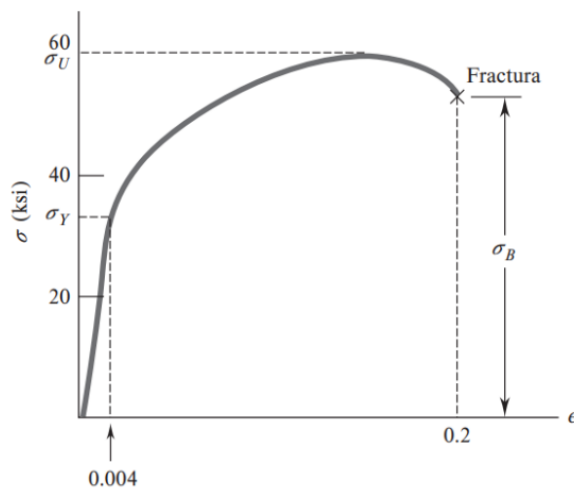


Figura 14. Punto de fluencia y resistencia a la tracción – extraído del libro de W.F., Smith [17]

La prueba de tracción y el diagrama de esfuerzo-deformación de ingeniería proporcionan información crucial sobre las propiedades mecánicas de un material [33]. Algunas de las propiedades que se pueden obtener de estos análisis son: límite elástico, resistencia a la tracción, módulo de elasticidad, elongación y reducción del área.

Módulo de elasticidad es definido a partir de la ley de Hooke como:

$$\sigma(\text{stress}) = E\varepsilon(\text{strain}) \quad 15$$

Entonces estaría descrita dada la siguiente expresión:

$$E = \frac{\sigma(\text{stress})}{\varepsilon(\text{strain})} [\text{unidades en psi o PA}] \quad 16$$

Ecuación 5. Módulo de elasticidad

A continuación, se muestra una fotografía en la *Figura 15*:



*Figura 15: Registro fotográfico de montaje y ejecución del ensayo de tensión-
Elaboración propia*

6.11.6. Difracción de Rayos X (DRX)

La difracción de rayos X es un método utilizado para la caracterización de materiales, en el cual los rayos X interactúan con una muestra cristalina, produciendo patrones de difracción

característicos. Cuando un haz de rayos X incide sobre un cristal, los átomos en la muestra actúan como fuentes secundarias de ondas de rayos X que interfieren entre sí. Si las ondas dispersadas están en fase, se produce una interferencia constructiva y se generan picos de difracción reforzados en el patrón resultante. [33]

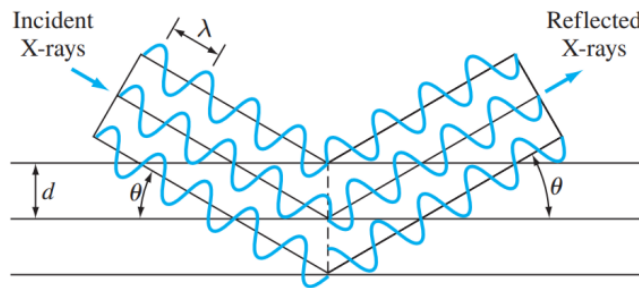


Figura 16. Difracción de Rayos X (XRD)- extraído del libro de W.F., Smith

La ley de Bragg es el principio fundamental para establecer la relación entre los ángulos de incidencia de los rayos X en una red cristalina y la interferencia constructiva de las ondas difractadas y es expresada como:

$$n\lambda = 2d \sin(\theta) \quad 17$$

Ecuación 6. Ley de Bragg

Donde:

n = número entero que representa el orden del pico de difracción.

λ = longitud de onda de los rayos X incidentes.

d = distancia entre los planos de átomos en la red cristalina.

θ = ángulo de incidencia de los rayos X en relación con los planos cristalinos.

7. METODOLOGÍA

7.1. Selección del material de estudio

La selección del material de estudio se llevó a cabo considerando la importancia de utilizar muestras representativas de alta calidad con propiedades y composición química bien definidas. Estas muestras deberán cumplir con los estándares y especificaciones relevantes para asegurar la consistencia y confiabilidad de los ensayos y resultados por ellos se seleccionó el acero 4340 y se realizó nitruración con la finalidad específica de mejorar su dureza y desgaste.

7.2. Diseño experimental

Para el proceso experimental se prepararon probetas de ensayo de acero AISI 4340 como se relacionan en el capítulo *Preparación de muestras* para proceder con su caracterización y nitruración, este procedimiento se describe en la *Figura 17*.

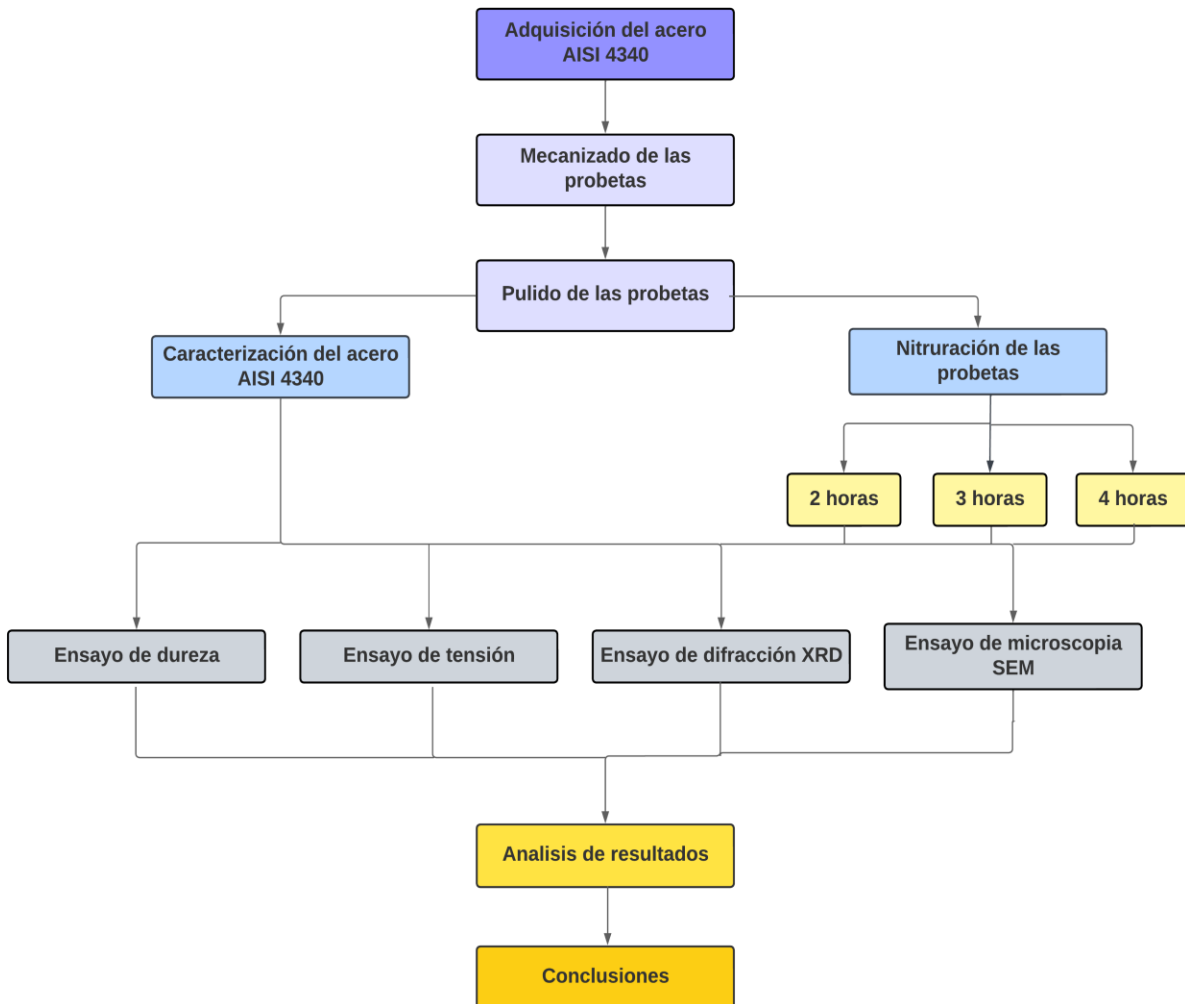


Figura 17: Esquema del proceso metodológico

7.3.Preparación de muestras

Las probetas de estudio se seleccionaron con diámetros de 38mm x 7mm de espesor, con la finalidad de realizar **ensayos de dureza y difracción**. Con el objetivo de lograr una superficie final de alta calidad en los discos, se llevó a cabo un proceso de preparación utilizando disco de pulido y lijas 1500, 1100 y 1000 para eliminar imperfecciones. Posteriormente, se procedió a pulir las superficies utilizando un paño y una solución compuesta de alúmina en el laboratorio,

asegurando así la eliminación de cualquier defecto presente. Estas probetas también se utilizarán posteriormente para realizar ensayos de desgaste en futuros trabajos.

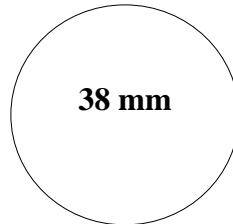


Figura 18: Probeta para ensayo de dureza y difracción – elaboración propia – elaboración propia

Para el ensayo de dureza el equipo utilizado se encuentra en la universidad Antonio Nariño cuya placa de características se relaciona en la *Tabla 3*, para el presente estudio se configuro la maquina a Rockwell C, con una carga estática aplicada de 150 Kg. Posterior a ello se posiciono el penetrador sobre la superficie de la muestra de acero 4340 bonificada y seguido se carga el sistema, el resultado de dureza se determinó midiendo la profundidad de penetración del penetrador en el material utilizando un dispositivo de medición.

Tabla 3: Datos de la placa durómetro. – elaboración propia

Datos de placa	
Carga aplicada	150 kg
Velocidad mínima	0.25 mm/min
Velocidad máxima	300 mm/min
Longitud de carrera	1220 mm

Para el ensayo de microscopia se realizaron muestras cubicas de 10mm x 10mm. Para éstas muestras también se llevó a cabo el proceso de pulido utilizando lijas de 1500, 1100 y 1000 para eliminar imperfecciones y finalmente se pasa al paño para un mejor acabado.

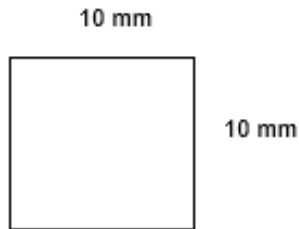


Figura 19: Muestra para ensayo de microscopia SEM- elaboración propia

Para el ensayo de tracción, se mecanizaron probetas cilíndricas de acero de acuerdo con la norma ASTM E8M. Dichas dimensiones son: diámetro de la sección de ensayo (d) igual a $6,25 \pm 0,12$ mm, longitud de la sección de ensayo de $12,5 \pm 0,2$ mm y radio de filete entre la sección de ensayo, el hombro de la probeta R igual a 12 mm.y longitud total de 190 mm.

Se variaron las dimensiones de las probetas de acuerdo con las condiciones de las mordazas de la máquina de tracción.

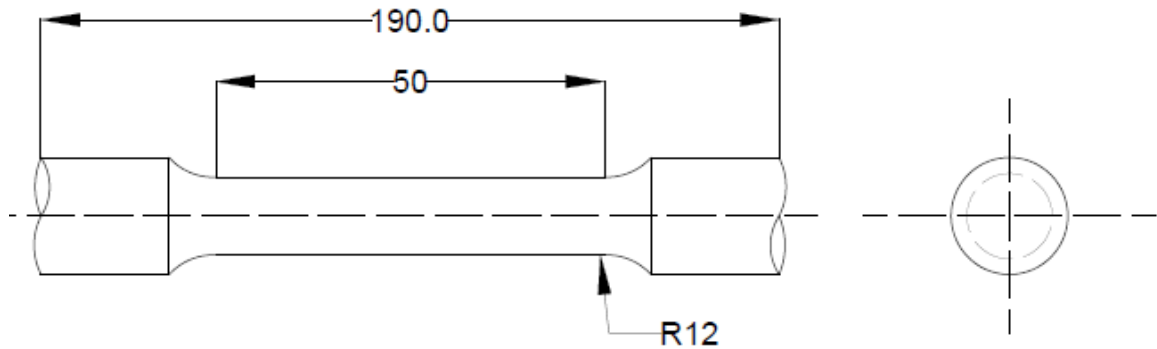


Figura 20: Esquema de dimensionamiento de la probeta de tensión, norma ASTM E8M – elaboración propia

Para la nitruración el equipo utilizado se encuentra en la sede del Servicio de Nacional de Aprendizaje SENA, cuyos datos técnicos se relacionan en la *Tabla 4*.

Tabla 4: Datos de la máquina de nitruración – elaboración propia

Datos de la máquina	
Tipo de Horno	Calentador con resistencia térmica
Potencia nominal	20 HP, radio de operación 125 PSIG
Equipo de nitrógeno	Tanque
Equipo de amoniaco	Tanque
Temperatura de nitruración	580°C

8. RESULTADOS

A continuación, se presentan de manera sistemática los resultados obtenidos de los ensayos realizados, en los cuales se incluyen tablas, gráficos y fotografías de las pruebas realizadas en el laboratorio para facilitar la comprensión y complementar el análisis de cada uno

de los estudios realizados. En primer lugar, se examinaron los valores obtenidos al realizar las pruebas de las muestras de probetas de acero 4340 y en segundo lugar se analizaron las muestras de acero 4340 después del proceso de nitruradas.

8.1. Caracterización del acero AISI 4340

La caracterización del acero AISI 4340 se realizaron mediante ensayos específicos, para obtener una comprensión completa de sus propiedades y comportamiento, se realizaron pruebas mecánicas como ensayo de dureza, tracción y difracción, buscando similitudes a la ficha técnica del material.

8.1.1. Caracterización cristalográfica acero AISI 4340

A continuación, se presenta la caracterización cristalográfica del acero AISI 4340 a 2, 3, y 4 horas. Se colocaron la muestra a temperatura ambiente en el difractor **BRUKER D2 PHASER**, en geometría Bragg-Bretano con radiación Cu K α radiación de longitud de onda de $\lambda = 0,15406$ nm, con un paso de $0,5^\circ$ y un tiempo de 5 segundos por paso, con un rango de 2θ con ángulo de 30° hasta 90° . Para el análisis de datos se utilizó el software de **X'Pert HighScore Plus**.

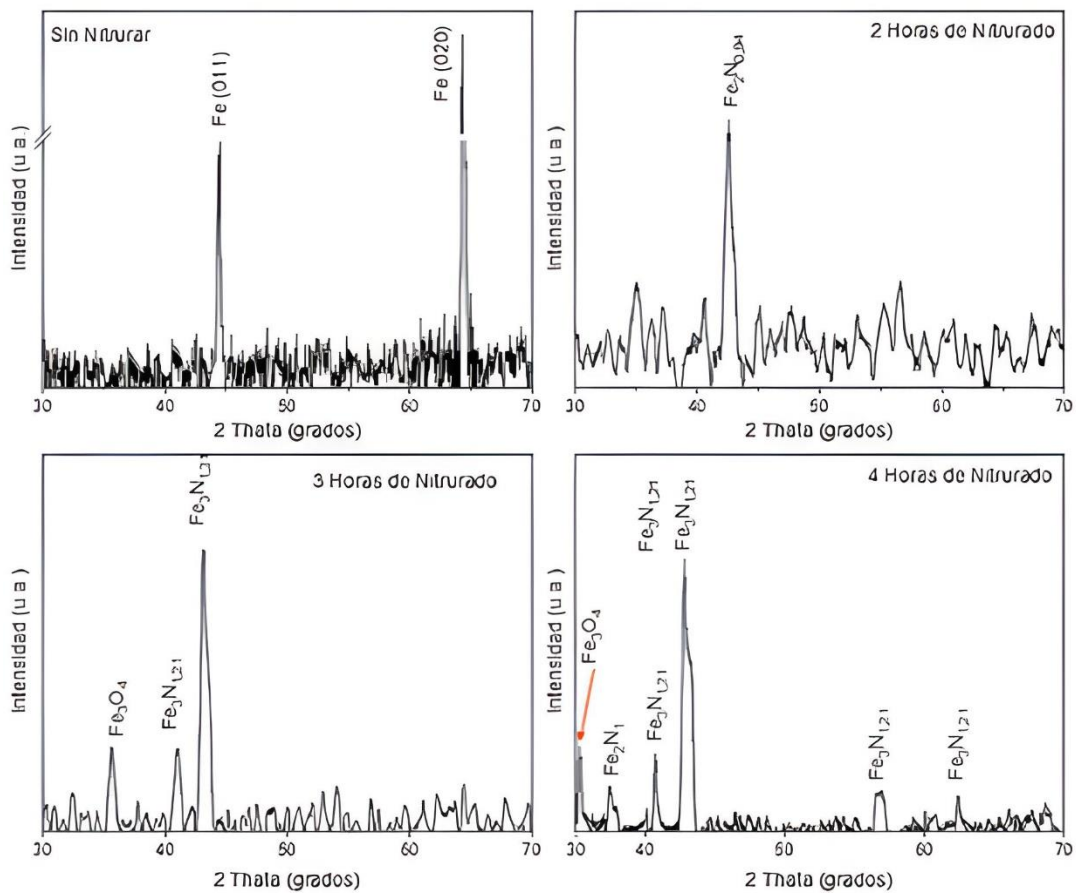


Figura 21: Patrón de difracción de las muestras de Acero AISI 4340 de suministro y con nitruración a 2,3,4 horas – elaboración propia

8.1.1.1. Resultados y análisis de difracción XRD al acero AISI 4340 en suministros y sin nitrurar.

Los difractogramas obtenidos de la muestra sin nitrurar muestra como está constituido principalmente por hierro en los planos (011) y (020) acorde con la carta 96-901-3476 tomadas del X'Pert HighScore Plus. la cual reporta una estructura cubica. Los resultados obtenidos están en línea con los Mencionados por Ben D. [36]. En la Figura 21 también se aprecia los resultados de las muestras nitruradas a 2, 3 y 4. Los cuales a dos horas se observa el plano (121) de nitruro de hierro $Fe_2N_{0,94}$ con referencia 98-008-1732 tomada del X'Pert HighScore Plus, a tres horas se

observan los planos (002) y (111) de nitruro de hierro $Fe_3N_{1.21}$ con referencia 98-009-3200 tomada del X'Pert HighScore Plus, a cuatro horas se observan los planos (002)(111)(112) y (121) de nitruro de hierro $Fe_3N_{1.21}$ y el plano (110) de nitruro de hierro Fe_2N_1 con referencia 98-009-3191.

En el difractograma del acero AISI nitrurado a 4 horas se observa un menor nivel de ruido en comparación con las muestras nitruradas a 2 y 3 horas en las cuales se muestra la cristalización. Esto resultados nos muestran que el tiempo favorece la cristalización de nitruros de hierro.

Para el difractograma a 3 y 4 horas ya se empieza a observar magnetita (Fe_3O_4) o ($2Fe_2O_3$) en el plano (113) con referencia 98-008-2442 tomada del X'Pert HighScore Plus, esta característica es nombrada por David Márquez [37] el cual menciona que el efecto del enfriamiento es importante ya que dependiendo del medio aire o sales oxidantes el material nitrurado tendrá mayor resistencia a corrosión gracias a la capa de oxido debido al monóxido de carbono liberado en el proceso de nitruración por baño de sales.

Cabe resaltar que no se han encontrado picos correspondientes a nitruros de hierro $\gamma'Fe_4N$ como menciona la literatura, sin embargo, esto tiene que ver por el tiempo de nitruración segúnlo menciona Leonardo Bellas [38] lo cual menciona que este nitruro aparece a una temperatura de 500°C y después de 570°C empieza aparecer la fase épsilon.

8.1.2. Caracterización mecánica del acero 4340

8.1.2.1. Ensayo de dureza

El equipo se utilizado se encuentra en la universidad Antonio Nariño. Para el ensayo de dureza se configuro la maquina a Rockwell C, con una carga estática aplicada de 150 Kg. Posterior a ello se posiciono el penetrador sobre la superficie de la muestra de acero 4340 bonificada y seguido se carga el sistema. La dureza se determina midiendo la profundidad de la penetración del penetrador en el material utilizando un dispositivo de medición.

Se realizaron 9 repeticiones sobre una muestra y se promediaron las durezas registradas. A continuación, se muestran los datos obtenidos de las muestras de dureza del acero 4340 en condiciones normales:

Tabla 5: Datos de dureza de indentación del acero AISI 4340 – elaboración propia

Carga Aplicada Kg	Acero 4340 Bonificado	Dureza Rockwell HRc
Ficha técnica		24 ± 38
150	Medida 1	32,1
	Medida 2	32,7
	Medida 3	30,1
	Medida 4	31,6
	Medida 5	27,9
	Medida 6	33,7
	Medida 7	28,6
	Medida 8	35,4
	Medida 9	33,7
Media		31,8
Desviación estándar		2,49

De acuerdo con la información proporcionada por la ficha técnica del material Jailaxmi Special Steel la dureza varía entre 24 y 38 HRc, a continuación, se puede observar en la Figura 22 como los valores obtenidos de dureza se encuentran dentro del rango máximo y mínimo establecido según ficha técnica.

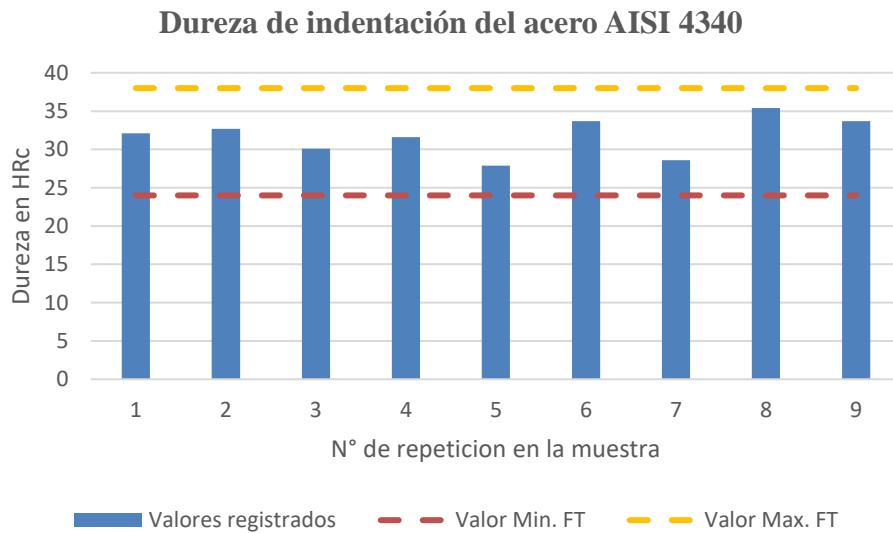


Figura 22: Valores registrados de dureza. – elaboración propia

Cómo se puede observar la desviación estándar de 2,49 indica que hay una dispersión moderada en las mediciones de dureza del acero 4340. Después de analizar los datos obtenidos, se observa que los valores de dureza promedio de 31,8 HRC de las muestras ensayadas presentan una discrepancia significativa en comparación con los datos proporcionados en la ficha técnica, que se encuentran en un rango de 28-34 HRC. Este hallazgo revela un error promedio del 6%.

Para los resultados también se calculó el porcentaje de error para cada repetición que se calcula de la siguiente manera:

$$\% \text{ Error} = \frac{\text{Valor teórico} - \text{Valor real}}{\text{Valor real}} * 100$$

18

Ecuación 7. Porcentaje de error

8.1.2.2. Ensayo de tensión

Inicialmente se fija la muestra en la máquina de ensayo de tensión, cabe resaltar que la muestra debe estar libre de tensiones residuales o deformaciones previas. Durante este procedimiento, se realiza una adaptación de la probeta en los extremos al aplicar una carga, lo que provoca la deformación y posterior fractura del material en su punto medio. La disminución de la sección como la subsiguiente ruptura del material a medida que se ejerce la carga y transcurre el tiempo hasta el fallo de la probeta.

La gráfica obtenida del ensayo de tensión se muestra en la *Figura 23*, para el ensayo de tensión de obtuvieron los siguientes datos del acero 4340:

Tabla 6: Datos del ensayo de tensión Acero 4340 – elaboración propia

Parámetro	Símbolo	Unidad	Magnitud
díametro inicial	D_0	mm	12,500
área inicial	A_0	mm ²	122,718
longitud inicial	L_0	mm	80,000
longitud final	L_f	mm	96,100
díametro final	D_f	mm	0,957
área final	A_f	mm ²	0,719
Límite Elástico	Y_S	Mpa	844,490
resistencia a la tensión	σ_u	MPa	1157,930
módulo de elasticidad	E	MPa	12870,251
porcentaje de elongación	%Elongación	%	20%
porcentaje de reducción de área	%área	%	59%
Punto de rotura	σ_f	Mpa	1123,990
módulo de resiliencia	U	MPa	27,706

Se obtuvo la curva de esfuerzo deformación con los datos en el anexo 1:

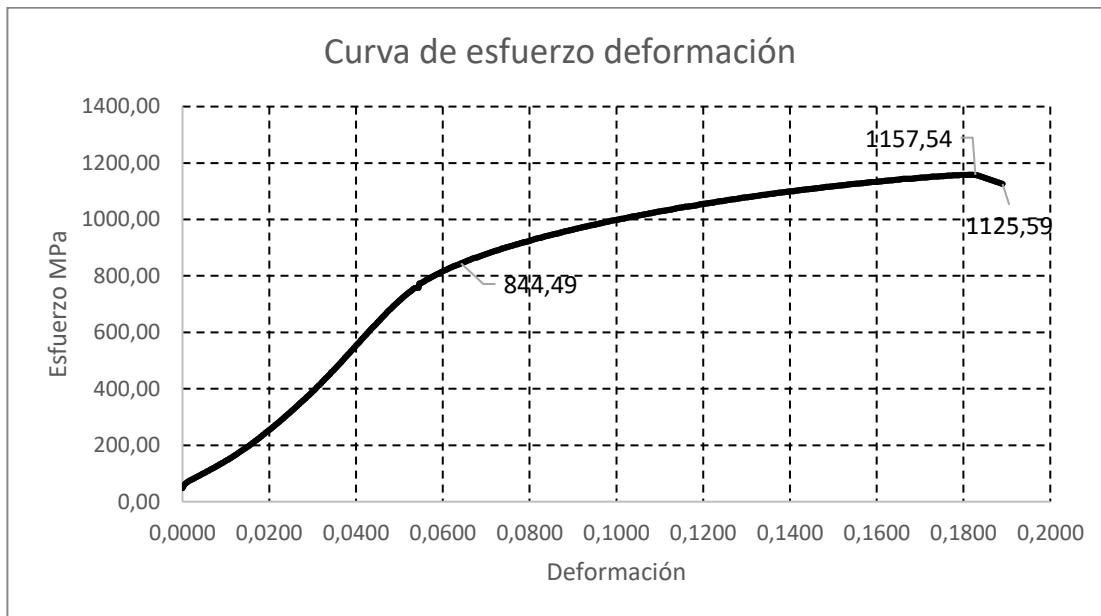


Figura 23: Esfuerzo deformación del acero 4340 -elaboración propia

En comparación con los datos de la ficha técnica del acero 4340 por Jailaxmi Special Steel el límite elástico (YS) es de 845 MPa y el esfuerzo máximo (UTS) 950 MPa, se tiene que el límite elástico tiene un error promedio del 0,1% mientras que el esfuerzo máximo obtenido es de 15,6%. Esto puede deberse a varios factores, como la variabilidad en el material, las condiciones de prueba o las técnicas de medición utilizadas.

8.1.3. Caracterización microestructural del acero 4340

En la *Figura 24*, se puede observar la microestructura del acero AISI 4340 tomada en el centro del Servicio Nacional de Aprendizaje **SENA**.

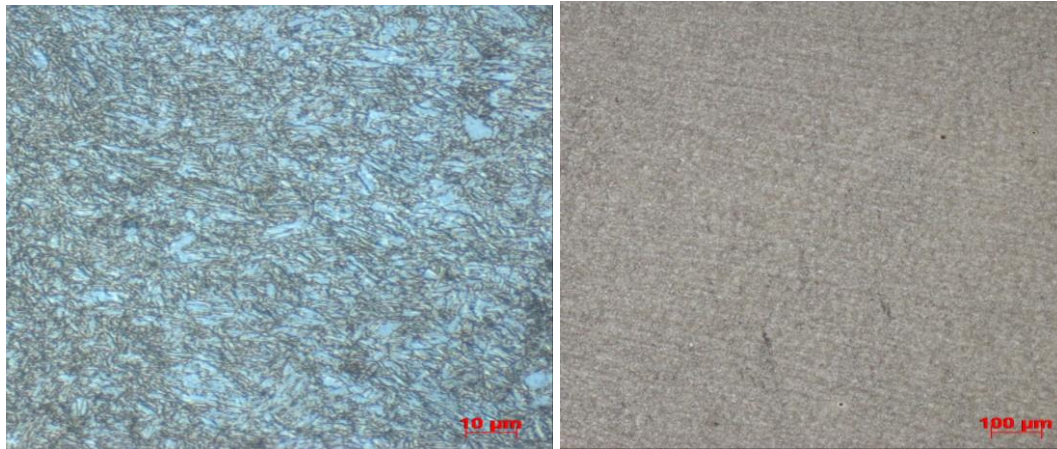


Figura 24: Microestructura del acero AISI 4340 en estado de suministro – elaboración propia

En la *Figura 25* se puede apreciar el proceso de transformación de la martensita a una estructura de cementita (Fe_3C) tal como se menciona Jungbin Park [39] , dicha cementita está compuesto por un 6,67% de carbono y un 93,33% de hierro, y se encuentra dispersa en la ferrita, la cual posee una estructura cristalina BCC [40].

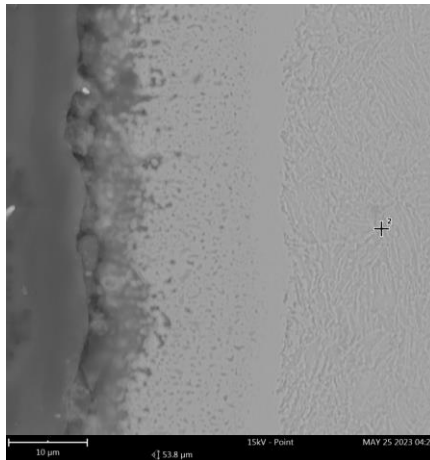


Figura 25: Microestructura del acero AISI 4340, FOV: 53,8 μm , Mode: 15kV – Point – elaboración propia

La composición química encontrada en el punto que se marca en la *Figura 25* arroja los siguientes datos:

Tabla 7: Composición química del Acero AISI 4340, FOV: 53.8 μm , Mode: 15kV – Point-elaboración propia

Elemento	Nombre	Conc. Atómica	Peso conc.
Fe	Hierro	95,82	96,37
Ni	Níquel	1,32	1,39
Cr	Cromo	0,89	0,83
Mn	Manganeso	0,84	0,83
Si	Silicio	1,13	0,57

La información de la *Tabla 7* coincide con los elementos que se encuentran en la ficha técnica del material, tal como se puede verificar [41]. Anexo 1

8.2. Caracterización del acero 4340 nitrurado

8.2.1. Caracterización mecánica del acero 4340 nitrurado

Para el ensayo de dureza, se seleccionaron dos probetas por cada período de nitrurado: 2, 3 y 4 horas, lo que resultó en un total de nueve repeticiones para cada muestra obtenida.

8.2.1.1. Ensayo de dureza a la muestra nitrurada 2 horas del acero AISI 4340

Se realizó el ensayo de dureza a 2 probetas nitruradas en tiempo de 2 horas, a continuación, se muestran los resultados obtenidos en la *Tabla 8*:

Tabla 8: Datos de dureza de indentación del acero 4340 nitrurado a 2 horas – elaboración propia

Carga Aplicada Kg	Acero 4340 Nitrurado	Dureza Rockwell HRC		Dureza MPa	
		Probeta 1	Probeta 2	Probeta 1	Probeta 2
150	Medida 1	35,6	34,5	1127,73	1097,73
	Medida 2	34,2	37,8	1088,64	1192,73
	Medida 3	37	36,6	1167,73	1155
	Medida 4	37,8	38,2	1192,73	1203,64

	Medida 5	39,1	37,4	1230,5	1180,45
	Medida 6	32,3	35,4	1032,73	1122,27
	Medida 7	36,4	37,2	1149,55	1174,09
	Medida 8	35,6	38,2	1127,73	1203,64
	Medida 9	37,5	36	1183,64	1138,64
Media			36,5	1153,8	
Desviación estándar			1,69	49,0	

8.2.1.2. Ensayo de dureza a la muestra nitrurada 3 horas del acero AISI 4340

Se realizó el ensayo de dureza a 2 probetas nitruradas en tiempo de 3 horas, a continuación, se muestran los resultados obtenidos en la *Tabla 9*

Tabla 9: Datos de dureza de indentación del acero 4340 nitrurado a 2 horas – elaboración propia

Carga Aplicada Kg	Acero 4340 Nitrurado	Dureza Rockwell HRC		Dureza MPa	
		Probeta 3	Probeta 4	Probeta 3	Probeta 4
150	Medida 1	36,2	38,9	1144,09	1138,64
	Medida 2	35,7	39	1130,45	1227
	Medida 3	34	36,5	1082,27	1152,27
	Medida 4	37,8	40	1192,73	1262
	Medida 5	34,6	37,6	1100,45	1186,82
	Medida 6	38	37,2	1198,18	1174,09
	Medida 7	36,2	35,2	1144,09	1116,82
	Medida 8	38,1	39,5	1200,91	1244,5
	Medida 9	36	38	1138,64	1198,18
Media			37,1	1168,5	
Desviación estándar			1,70	49,2	

8.2.1.3. Ensayo de dureza a la muestra nitrurada 4 horas del acero AISI 4340

Se realizó el ensayo de dureza a 2 probetas nitruradas en tiempo de 3 horas, a continuación, se muestran los resultados obtenidos en la *Tabla 10*

Tabla 10: Datos de dureza de indentación del acero 4340 nitrurado a 3 horas – elaboración propia

Carga Aplicada Kg	Acero 4340 Nitrurado	Dureza Rockwell HRc		Dureza MPa	
		Probeta 5	Probeta 6	Probeta 5	Probeta 6
150	Medida 1	43,2	40	1369,44	1262
	Medida 2	40,1	45,6	1265,5	1466,25
	Medida 3	39,2	43,2	1234	1369,44
	Medida 4	45	39,5	1441,88	1244,5
	Medida 5	38,9	41,6	1223,5	1314
	Medida 6	43,2	37,9	1369,44	1195,45
	Medida 7	36,5	41,3	1152,27	1305
	Medida 8	38	45,2	1198,18	1450,63
	Medida 9	47,6	43	1550,63	1361,67
Media			41,6	1320,8	
Desviación estándar			3,1	109,3	

8.2.1.4. Resultados y análisis del ensayo de dureza al acero AISI 4340 en suministros y sin nitrurar.

En la *Figura 26* se presentan los valores de dureza superficial obtenidos en la superficie de las probetas de acero AISI 4340 nitruradas a una temperatura de 580°C durante diferentes tiempos de 2, 3 y 4 horas.

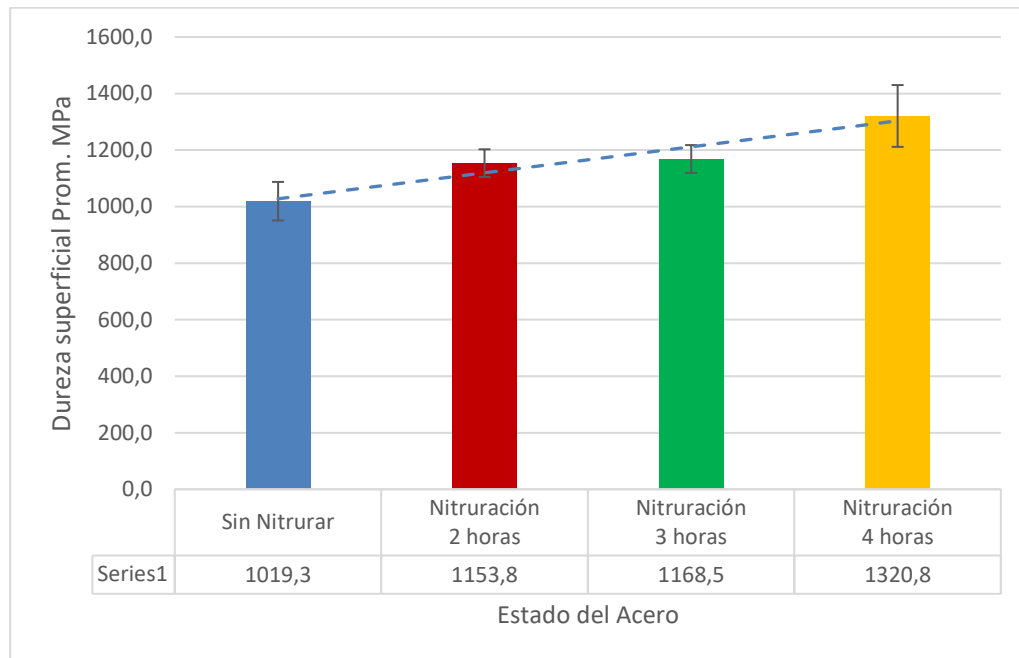


Figura 26: Tiempo de nitruración vs dureza de indentación superficial por probeta – elaboración propia

Con base en los resultados de dureza obtenidos en la *Tabla 8*, *Tabla 9* y *Tabla 10* se determina que el valor promedio de dureza encontrado es directamente proporcional al tiempo de nitruración, esto se puede ver representados gráficamente en la *Figura 26* en la donde se ve que la dureza aumenta considerablemente en un 30% respecto a la muestra sin nitrurar, para las muestras nitruradas por 2 y 3 horas se obtuvieron incrementos del 17% y 15% respectivamente. El valor más alto registrado fue de 1550 MPa para un tiempo de nitruración de 4 horas, seguido por valores de 1244 MPa y 1203 MPa para tiempos de 3 y 2 horas respectivamente. En comparación con el material base, los valores de dureza superficial aumentaron en un 19% para un tiempo de tratamiento de 4 horas, que fue el tiempo máximo de nitruración realizado en este estudio.

Según Dong Cherng Wen [42] la intensidad de la fase $\varepsilon - Fe_{2-3}N$ disminuye a medida que aumenta el tiempo de nitruración, mientras que la fase $\gamma' - Fe_4N$ experimenta un incremento, también nos dice que la fase $\gamma' - Fe_4N$ es una fase dura y frágil. Se le atribuye a que el incremento de esta fase está directamente relacionada proporcionalmente a la dureza del material.

La dureza superficial aumenta debido a la creación de una capa compuesta principalmente por nitruros de hierro y la difusión del nitrógeno provoca cambios en la superficie y la microestructura, generando capas duras con propiedades mecánicas alteradas, así lo menciona E.A Ochoa [43]. Mejorando así las propiedades de superficie, esta capa compuesta es resistente al desgaste y la fatiga de acuerdo con lo mencionado por JR Jessy [6], también hace referencia a la temperatura y el tiempo cómo factores claves que determinan las características de la zona nitrurada. Estas variables tienen un impacto directo en la dureza superficial, la profundidad de la zona endurecida y el espesor de la capa formada. A medida que se incrementa el tiempo de tratamiento, se observa una disminución en la velocidad de formación debido a cambios en las constantes de difusión.

8.2.2. *Ensayo de tensión*

Las probetas fueron sometida a un esfuerzo axial de tracción creciente hasta producir su rotura, se realizó una repetición por cada muestra nitrurada a 2 hora, 3 horas y 4 horas.

8.2.2.1. *Ensayo de tensión a la muestra nitrurada 2 horas del acero AISI 4340*

Los resultados obtenidos del ensayo de tensión se observan en la *Figura 27* donde se ve la carga aplicada vs longitud

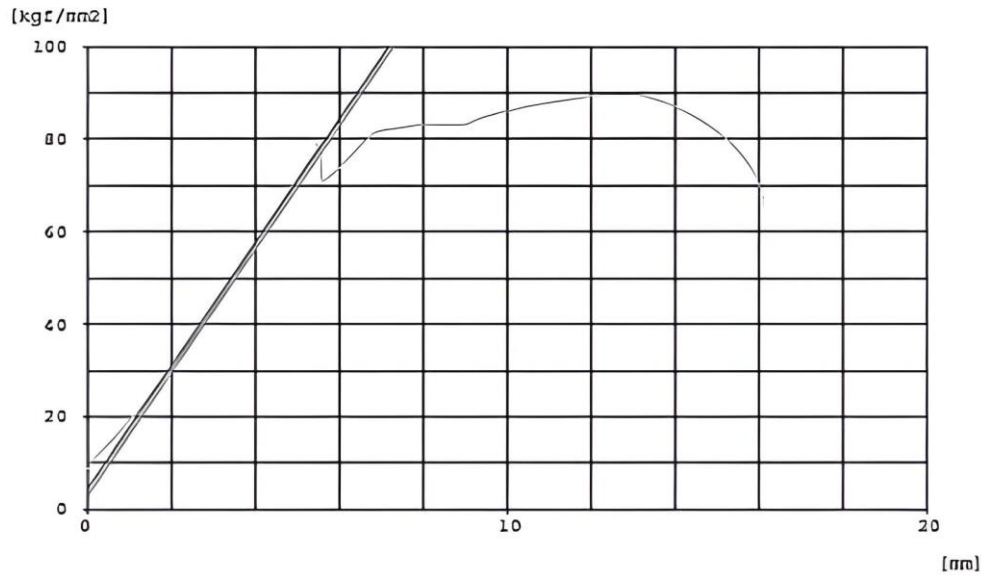


Figura 27: Gráfica de carga aplicada vs longitud al acero AISI 4340 nitrurado a 2 horas. – elaboración propia

Tabla 11: Datos de tensión del acero 4340 nitrurado a 2 horas- elaboración propia

Parámetro	Símbolo	Unidad	Magnitud
díametro inicial	D_0	mm	12,500
área inicial	A_0	mm ²	122,718
longitud inicial	L_0	mm	80,000
longitud final	L_f	mm	96,100
díametro final	D_f	mm	7,859
área final	A_f	mm ²	48,515
Límite Elástico	Y_S	Mpa	752,258
resistencia a la tensión	σ_u	MPa	880,000
módulo de elasticidad	E	MPa	9972,167
porcentaje de elongación	%Elongación	%	17%
porcentaje de reducción de área	%área	%	40%
Punto de rotura	σ_f	Mpa	640,000
módulo de resiliencia	U	MPa	28,374

8.2.2.2. Ensayo de tensión a la muestra nitrurada 3 horas del acero AISI 4340

Los resultados obtenidos del ensayo de tensión se observan en la *Figura 28* donde se ve la carga aplicada vs longitud

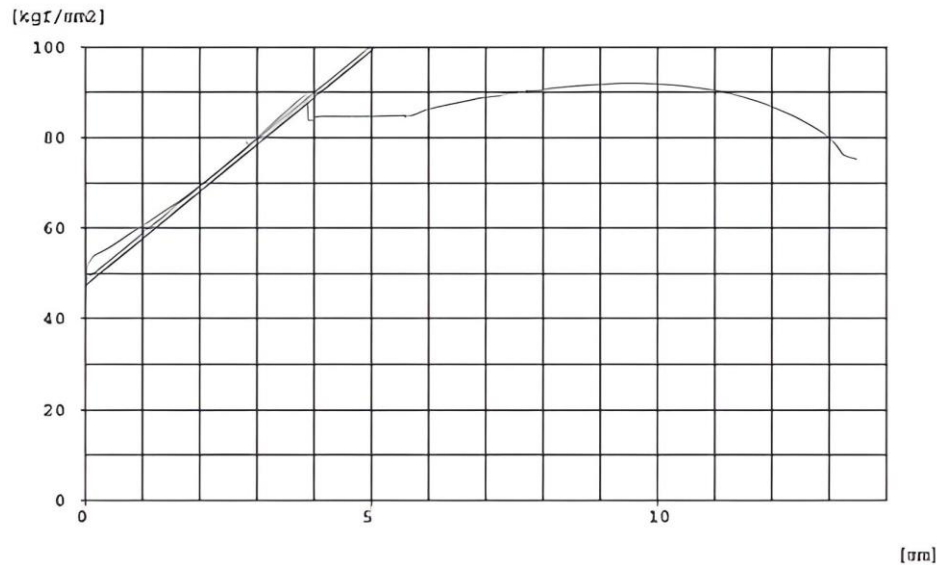


Figura 28: Gráfica de carga aplicada vs longitud al acero AISI 4340 nitrurado a 3 horas – elaboración propia

Tabla 12: Datos de tensión del acero 4340 nitrurado a 3 horas- elaboración propia

Parámetro	Símbolo	Unidad	Magnitud
diametro inicial	D_0	mm	12,500
área inicial	A_0	mm ²	122,718
longitud inicial	L_0	mm	80,000
longitud final	L_f	mm	96,100
diametro final	D_f	mm	7,859
área final	A_f	mm ²	48,515
Limite Elástico	Y_s	Mpa	874,440
resistencia a la tensión	σ_u	MPa	903,990
módulo de elasticidad	E	MPa	151,511
porcentaje de elongación	%Elongación	%	15%
porcentaje de reducción de área	%área	%	28%
Punto de rotura	σ_f	Mpa	872,000
módulo de resiliencia	U	MPa	2523,397

8.2.2.3. Ensayo de tensión a la muestra nitrurada 4 horas del acero AISI 4340

Los resultados obtenidos del ensayo de tensión se observan en la *Figura 29* donde se ve la carga aplicada vs longitud

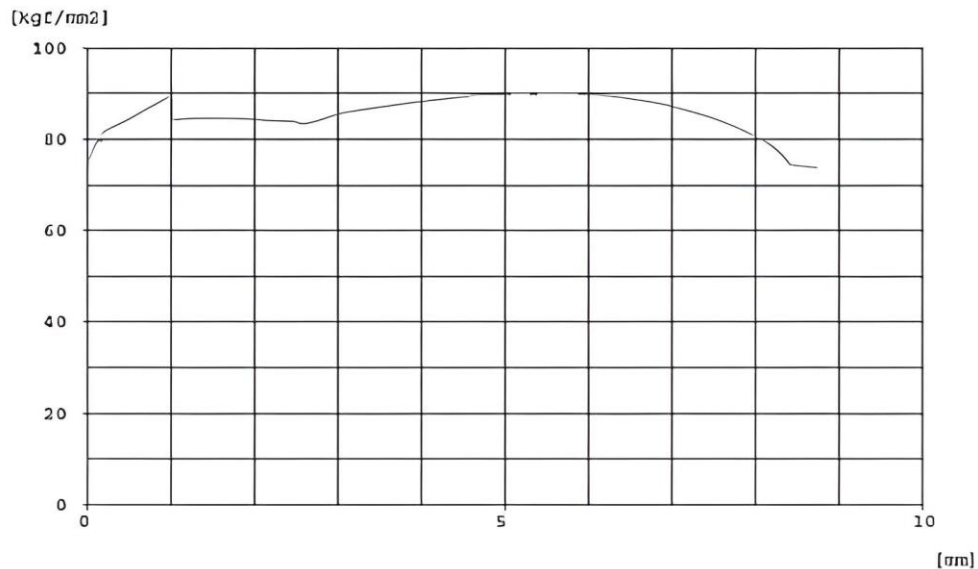


Figura 29: Gráfica de carga aplicada vs longitud al acero AISI 4340 nitrurado a 4 horas- elaboración propia

Tabla 13: Datos de tensión del acero 4340 nitrurado a 4 horas – elaboración propia

Parámetro	Símbolo	Unidad	Magnitud
díametro inicial	D_0	mm	12,500
área inicial	A_0	mm ²	122,718
longitud inicial	L_0	mm	80,000
longitud final	L_f	mm	96,100
díametro final	D_f	mm	7,859
área final	A_f	mm ²	48,515
Límite elástico	Y_S	Mpa	739,480
resistencia a la tensión	σ_u	MPa	891,470
módulo de elasticidad	E	MPa	562,838
porcentaje de elongación	%Elongación	%	12%
porcentaje de reducción de área	%área	%	27%
Punto de rotura	σ_f	Mpa	872,440
módulo de resiliencia	U	MPa	485,780

En la Tabla 14 se relaciona el resumen de los resultados obtenidos durante el ensayo de tensión realizado:

Tabla 14: Resumen de datos de tensión del acero 4340 nitrurado, elaboración propia

Parámetro medido	Unidades	Resultados: Tiempos de nitruración		
		2 horas	3 horas	4 horas
Reducción de área	%	39,53	28,20	26,60
Elongación	%	17,28	15,41	12,09
Carga Máxima	N	108902,54	111815,21	107865,53
Esfuerzo máximo	MPa	887,42	909,41	891,48

8.2.2.4. Resultados y análisis del ensayo de tensión al acero AISI 4340 en suministros y sin nitrurar.

A partir de estos datos, se realizaron algunas observaciones:

Reducción de área: Se observa una disminución gradual de la reducción de área a medida que aumenta el tiempo de nitruración. El valor más alto se encuentra a las 2 horas 39%, seguido de 28,2% a las 3 horas y 26,5976% a las 4 horas.

Elongación: Al igual que la reducción de área, la elongación tiende a disminuir a medida que aumenta el tiempo de nitruración. El valor más alto se encuentra a las 2 horas 17% seguido de 15,4078% a las 3 horas y 12,0878% a las 4 horas.

Carga máxima: Se observa una ligera variación en la carga máxima a lo largo del tiempo de nitruración. El valor más alto se encuentra a las 3 horas (111815,208), seguido de 108902,5356 a las 2 horas y 107865,5316 a las 4 horas.

Esfuerzo máximo: Al igual que la carga máxima, el esfuerzo máximo también muestra una ligera variación. El valor más alto se encuentra a las 3 horas (909,4053), seguido de 887,4176 a las 2 horas y 891,4752 a las 4 horas.

Márquez Sánchez [37] menciona que el esfuerzo último incrementa considerablemente en los aceros nitrurados, así como la zona de difusión afecta la velocidad de crecimiento de grieta generando que sea más lenta la difusión que a su vez es causada por presencia de nitruros, esto hace que se incremente la ductilidad del material conforme se acerca al núcleo.

La reducción de área y la elongación son parámetros que indican la ductilidad del material. En este caso, se observa que tanto la reducción de área como la elongación disminuyen a medida que aumenta el tiempo de nitruración. Esto sugiere que la ductilidad del acero nitrurado puede verse afectada negativamente con un tiempo de nitruración prolongado. Esta relación se observa en la

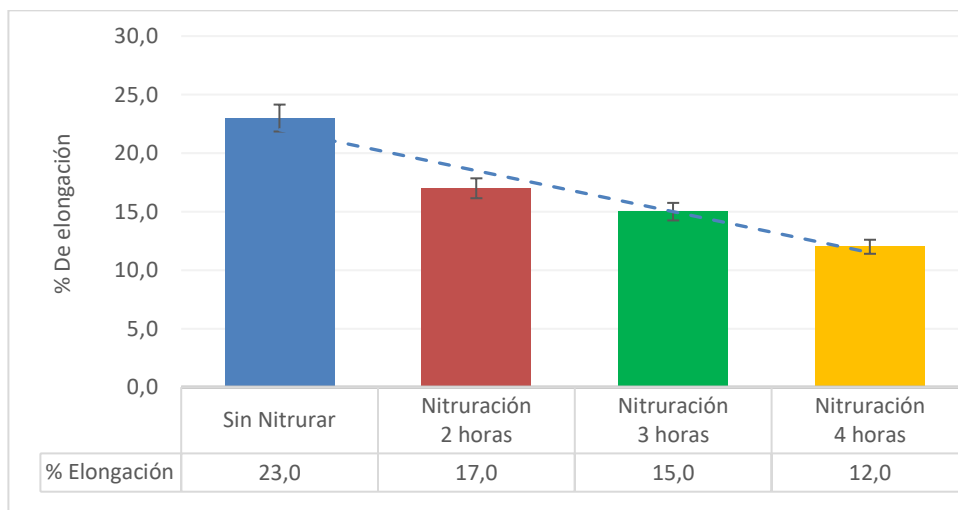


Figura 30: Gráfica de % de elongación- elaboración propia

En la Figura 30, a medida que transcurre el tiempo, se puede observar una disminución en la elongación del acero AISI 4340 nitrurado, lo que resulta en una reducción del área en un 40% en un periodo de 4 horas

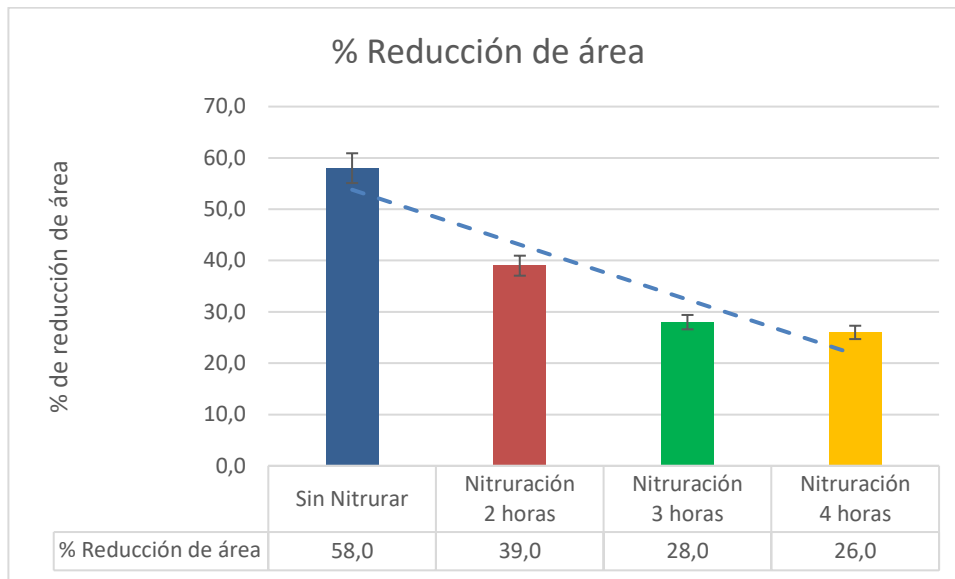


Figura 31: Gráfica de % de reducción de área- elaboración propia

También se observa en la *Figura 31* que a medida que pasa el tiempo de nitruración se observa como reduce en área en un 56%.

De acuerdo con Jr. Jessy [6] el límite elástico tiende a incrementar con el tiempo y la temperatura de nitruración, es decir que el material puede soportar mayores tensiones sin sufrir una deformación permanente.

8.2.2.5. Ruptura del acero nitrurado

En la *Figura 32* se puede observar la deformación plástica y estricción del material acero AISI 4340 nitrurado. De acuerdo con la literatura su ruptura es frágil.



Figura 32: Ruptura probeta acero AISI 4340 nitrurado- elaboración propia

De acuerdo con David Márquez [18] cuando los esfuerzos no pudieron ser disturbios perpendicularmente a la aplicación de la carga, los esfuerzos cortantes se distribuyeron iniciándose el proceso de estricción. Inmediatamente el material comenzó a fragilizarse debido al proceso de endurecimiento por deformación plástica y termino teniendo una fractura súbita de apariencia semi frágil. Caracterización de la microestructura del acero 4340 nitrurado.

Esto también corresponde a los nitruros $\varepsilon - Fe_{2-3}N$ de alta dureza en la superficie del material, lo que hace menos dúctil, mayor resistencia al desgaste y a la corrosión, según lo mencionado por Leonardo Bellas [38].

La *Figura 33* muestra los resultados obtenidos del acero nitrurado en un tiempo de 4 horas. En dicha figura, se puede observar una capa blanca que guarda una gran similitud con la mencionada en la sección descrita anteriormente (sección 222). Acorde con la literatura investigada, se ha determinado que esta capa está compuesta principalmente por nitruros de la fase $\varepsilon (Fe_{2-3}N)$ y la fase $\gamma' (Fe_4N)$ [43]

Lo que concuerda con los resultados obtenidos en el análisis de difracción XRD el cual se refleja los nitruros de la fase $\varepsilon (Fe_{2-3}N)$

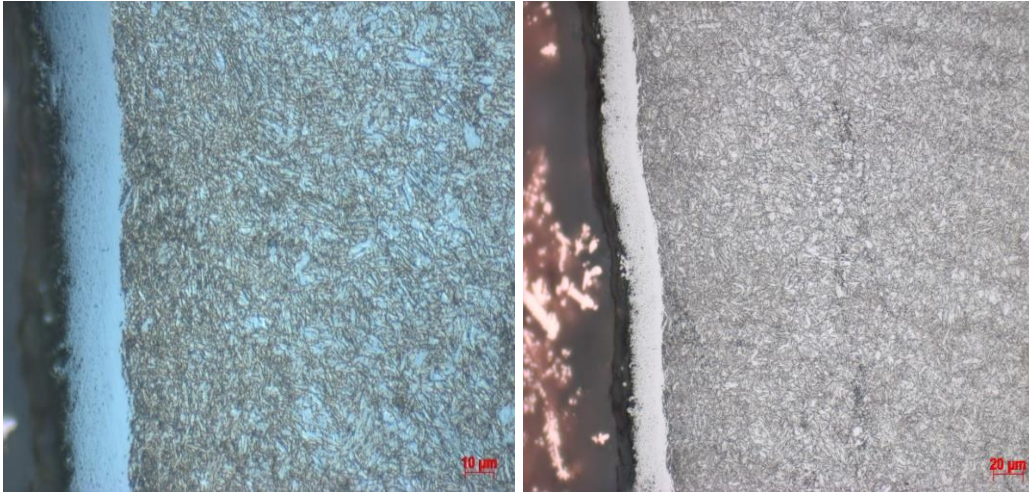


Figura 33: Microestructura del acero 4340 nitrurado con baño de sales 580°C- elaboración propia

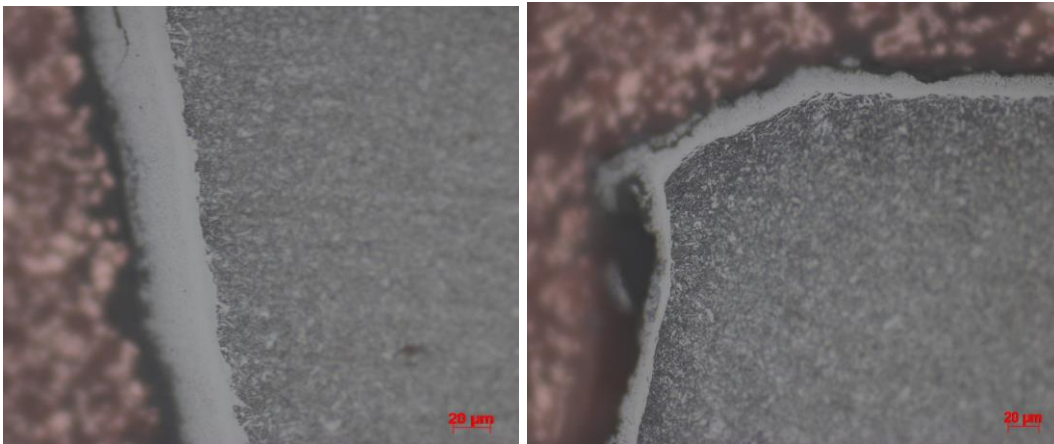
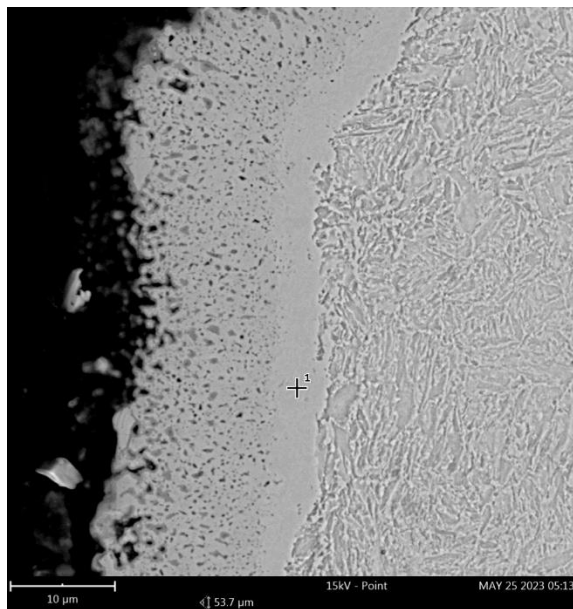


Figura 34: Capa blanca formada en el acero AISI 4340 nitrurado a 4 horas – elaboración propia

En las imágenes, se puede observar la presencia de martensita revenida. La razón detrás de este fenómeno está relacionada con la difusión del nitrógeno dentro de la estructura del material. Esta difusión provoca una distorsión en la estructura, ya sea volviéndola más fina o gruesa, dependiendo del tiempo y la temperatura de exposición al tratamiento. Como resultado de esta difusión, se forma la martensita revenida que se aprecia en las imágenes.

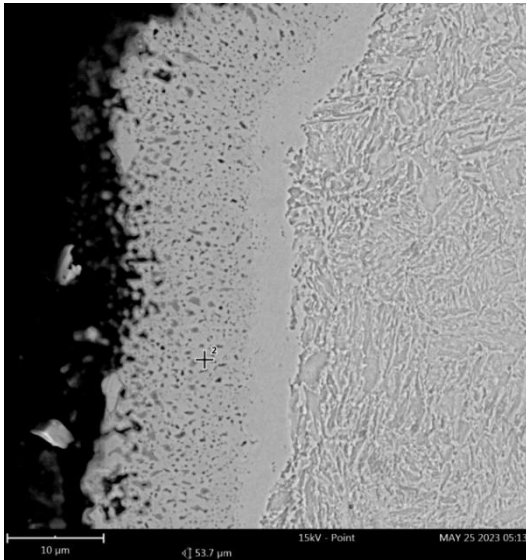
La capa de óxido formada en la superficie del acero es debido a la exposición al ambiente o algún proceso de oxidación durante la fabricación. Esto podría indicar la presencia de óxidos metálicos, como óxido de hierro, en la superficie del acero. Esto se corrobora con los resultados obtenidos en el ensayo de difracción XRD, en el cual se puede observar la magnetita (Fe_3O_4) o ($2Fe_2O_3$) en el plano (113) con referencia 98-008-2442, en los tiempos de 3 y 4 horas para el acero AISI 4340 nitrurado.

En la *Figura 35* y *Figura 36* se muestran los puntos 1 y 2 en los cuales se puede ver la concentración de elementos para la capa blanca en diferentes zonas, también se puede observar la aparición de líneas blancas de acuerdo con Jr. Jessy [6] esto indica la formación de nitruros de hierro $Fe_{3-4}N$ en la superficie durante la nitruración.



Número elemento	Símbolo	Nombre	Atómica Con	Peso Con.
26	Fe	Hierro	80,09	91,94
7	N	Nitrógeno	16,47	4,74
28	Ni	Níquel	1,04	1,25
24	Cr	Cromo	0,73	0,78
25	Mn	Manganeso	0,58	0,65
14	Si	Silicio	1,10	0,64

Figura 35: Capa compuesta punto 1: FOV: 53,7 µm, Mode: 15kV - Point, Detector: BSD Full – elaboración propia

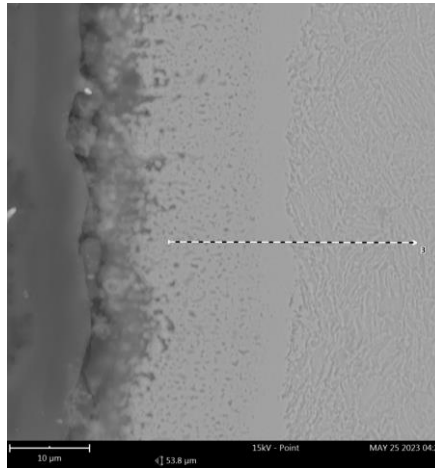


Número elemento	Símbolo	Nombre	Atómica Con	Peso Con.
26	Fe	Hierro	53,07	78,78
8	O	Oxígeno	29,38	12,50
7	N	Nitrógeno	15,36	5,72
28	Ni	Níquel	1,11	1,74
24	Cr	Cromo	0,56	0,78
14	Si	Silicio	0,37	0,28
25	Mn	Manganeso	0,15	0,21

Figura 36: Capa compuesta punto 2: FOV: 53,7 μm , Mode: 15kV - Point, Detector: BSD Full – elaboración propia

En la Figura 36 se puede observar la capa de óxido, el elemento Oxígeno con una concentración en peso del 12%, Dalibon E. L [44] menciona que esto hace parte de la post oxidación que se encuentra en aceros nitrurados, compuesta principalmente de Fe_3O_4 , lo cual esta acorde con los resultados obtenidos de cristalografía durante los tiempos de 3 y 4 horas para el acero AISI 4340 nitrurado.

Márquez Sánchez [37] también hace referencia a las condiciones del proceso de nitruración en baño de sales y el efecto de enfriamiento, puesto que son sumamente importante ya que el material tendrá unas propiedades. Principalmente se incluye la resistencia a la oxidación, debido a que las sales oxidantes ayudan a promover el llenado de porosidades en la capa compuesta presente en la nitruración.



*Figura 37: Sección transversal de la muestra Acero AISI 4340 nitrurado a 4 horas, 580°C
FOV: 53,8 μm, Mode: 15kV - Point, Detector: BSD Full – elaboración propia*

A continuación, se presenta la Tabla 15 que detalla los compuestos químicos encontrados en la sección transversal de muestra.

Tabla 15: Compuestos químicos de la muestra nitrurada - elaboración propia

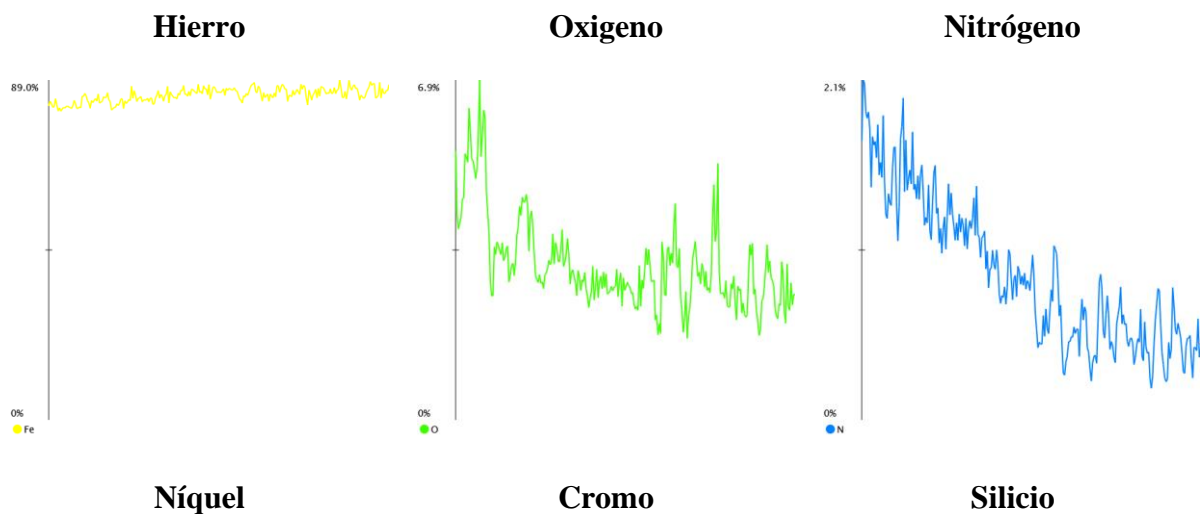
Número elemento	Símbolo	Nombre	Atómica Con	Peso Con.
26	Fe	Hierro	70,14	87,61
8	O	Oxígeno	20,02	7,16
7	N	Nitrógeno	7,13	2,23
28	Ni	Níquel	1,01	1,32
24	Cr	Cromo	0,65	0,76
14	Si	Silicio	0,43	0,53
25	Mn	Manganeso	0,61	0,38

Se tiene la concentración más alta en el hierro Fe, con un 87,61% en peso. Siendo este el elemento principal en la muestra. Seguido del oxígeno que tiene una concentración del 7,16%, el oxígeno es importante en muchas reacciones químicas y puede estar presente como óxidos en la muestra. El nitrógeno tiene una concentración de 2,23% de peso el cuál se utilizó previamente en

la nitruración para mejorar las propiedades del acero AISI 4340. Mientras que los elementos aleantes como el níquel, cromo silicio y manganeso tiene concentraciones bajas de 1,32%, 0,76%, 0,53%, y 0,38%.

Estos elementos pueden influir en las propiedades y características del material, como la resistencia, la dureza y la resistencia a la corrosión.

A continuación, se presenta en la Figura 27 las gráficas de colores con la composición química el que se puede observar cómo se difunde los elementos. Cómo se puede observar el nitrógeno absorbido por la superficie difunde hacia el interior haciendo referencia a lo mencionado en la Ley de Fick de difusión:



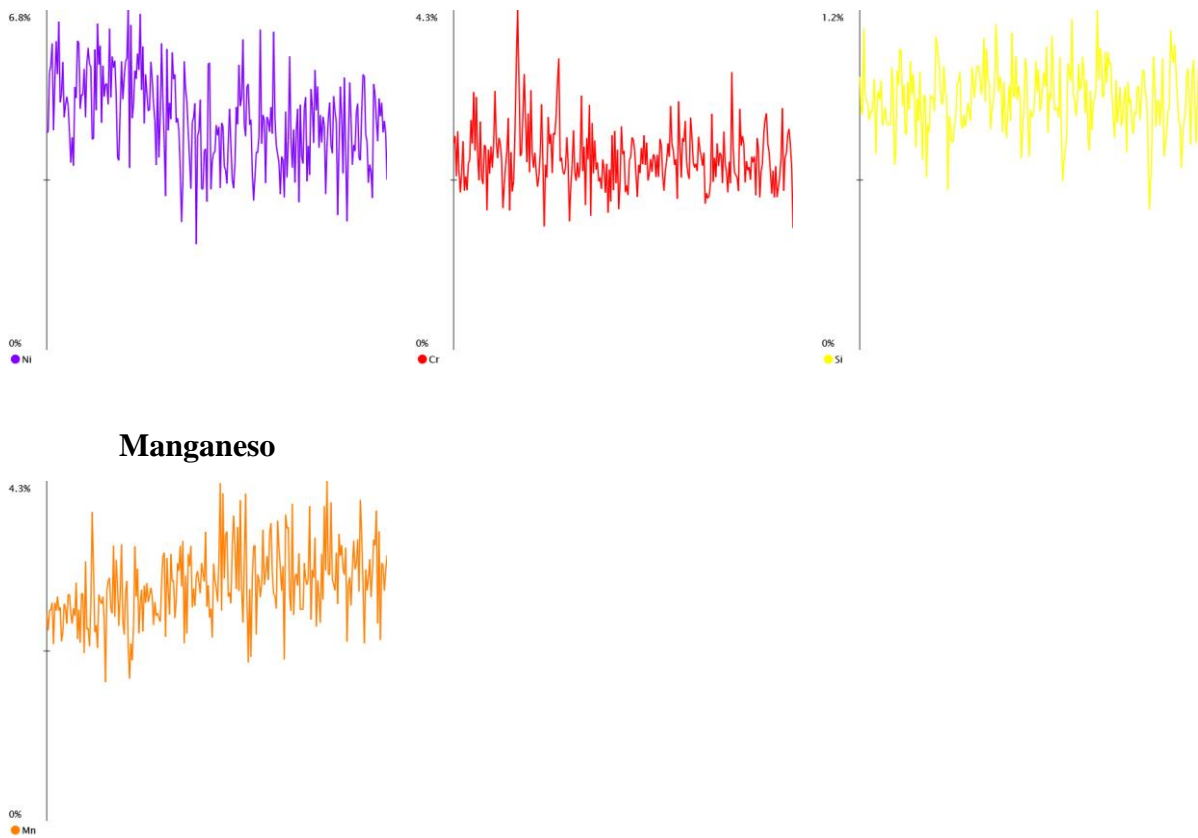


Figura 38: Perfil de composición del acero de la microestructura del acero AISI 4340 nitrurado-elaboración propia

8.3. Aplicación de la ley de Fick

Ecuación de difusión

$$\frac{C_s - C_x}{C_s - C_0} = erf\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad 19$$

$C_s = 0,28\%$ (Diagrama Fe N)

$C_x = 0,1$ (Concentración del elemento a la distancia x en el tiempo t [%])

$C_0 = 0$ (Concentración del nitrógeno In)

$ferr(x) =$ Función de error gaussiana

$x =$ Distancia desde la superficie [cm^2]

$D = 7,4 \times 10^{-8}$ Coeficiente de difusión $\left[\frac{cm^2}{s}\right]$

$t = 4 [h] = 14400 [s]$

Donde Z se puede definir de la siguiente forma:

$$Z = \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \quad 20$$

$$\frac{0,28\% - 0,1\%}{0,28\% - 0} = 1 - ferr\left(\frac{x}{2\sqrt{7,4 \times 10^{-8}(14400)}}\right) \quad 21$$

$$0,3571 = ferr\left(\frac{x}{0,06528 \text{ cm}}\right) \quad 22$$

Interpolación de la fórmula:

Z	$Ferr(z)$
0,30	0,3286
Z	0,3571
0,35	0,3794

$$\frac{z - 0,30}{0,35 - 0,30} = \frac{0,3571 - 0,3286}{0,3794 - 0,3286} \quad 23$$

$$z = 0,3281 \quad 24$$

$$0,3281 = \left(\frac{x}{0,06528 \text{ m}}\right) \quad 25$$

$$x = 0,0214 \text{ cm} = 0,214 \text{ mm} \quad 26$$

Se realizó el procedimiento anterior para los tiempos de 2 y 3 horas con lo cual se obtuvieron los siguientes resultados.

Tabla 16. Distancia desde la superficie después de la nitruración – elaboración propia

<i>Distancia desde la superficie [mm]</i>	<i>Tiempo de nitruración [h]</i>
0,15147011	2
0,18551224	3
0,21421109	4

9. CONCLUSIONES

Según los resultados obtenidos del tratamiento de nitruración a 580°C en el acero AISI 4340, se observaron los siguientes hallazgos:

La dureza superficial de la probeta nitrurada por 4 horas alcanzó un incremento del 31% respecto a la muestra sin nitrurar, para las muestras nitruradas por 2 y 3 horas se obtuvieron incrementos del 17% y 15% respectivamente.

Los ensayos de tensión demostraron que el tiempo de nitruración del material resulta en una reducción del 40% en la elongación y del 56% en el área del material. Estos resultados indican que un mayor tiempo de nitruración puede generar fragilidad en el material.

Con este trabajo se determinó que el tiempo de nitruración de las muestras del acero AISI 4340 favorece el incremento en la dureza del material principalmente por la cristalización de los nitruros de la fase ϵ ($Fe_{2-3}N$) detectado por la técnica de difracción de rayos X. Esto, sin embargo, conlleva a una disminución en la ductilidad del material determinada mediante ensayo de tensión, por análisis del porcentaje de elongación y reducción de área en las probetas observadas las cuales se redujeron en un 40% y 56%.

En todas las muestras tratadas, se ha observado una microestructura consistente en una capa compuesta que se forma sobre el material base, compuesto por martensita revenida, esta capa nitrocarburada se compone de tres capas distintas: una capa de óxidos en la parte superior, seguida por una capa blanca y, por último, una zona de difusión. Se ha observado que el espesor de estas capas aumenta a medida que incrementa el tiempo de nitruración: a las 2 horas, el espesor es de 0,15 mm; a las 3 horas, el espesor es de 0,18 mm; y a las 4 horas, el espesor es de 0,21 mm. Estos resultados indican una relación directa entre el tiempo de nitruración y el espesor de las capas formadas en el proceso.

Las técnicas de difracción XRD, SEM y EDS, permitieron el análisis químico y microestructural de las muestras y el efecto del tiempo de nitruración en las mismas. Los análisis de difracción evidenciaron que el tiempo de nitruración favorece la cristalización de nitruros de hierro $Fe_2N_{0,94}$ con referencia 98-008-1732, hierro $Fe_3N_{1,21}$ con referencia 98-009-3200, $Fe_3N_{1,21}$, Fe_2N_1 con referencia 98-009-3191 los cuales han reportado un incremento en la dureza en las muestras nitruradas. Estos resultados se corroboraron con los análisis químicos realizados por EDS los cuales muestran una capa superficial de óxido los cuales pueden ser Fe_3O_4 o $2Fe_2O_3$. después de 3 horas de nitruración y una clara difusión del nitrógeno hacia la matriz de hierro, estos resultados están de acuerdo con lo reportado por Leonardo Bellas en su artículo *Nitruración mediante el proceso TENIFER de aceros inoxidable austenicos* [38] y por Jessi M de en su artículo *Effect of nitriding on mechanical and microstructural properties of direct metal laser sintered.*

Se concluye que el aumento del tiempo de nitruración tiene dos efectos principales en el acero AISI 4340. Incremento en la profundidad de endurecimiento, ya que a medida que aumenta el tiempo de nitruración, la capa compuesta y la capa blanca se extiende hacia la superficie del acero, lo que resulta en un mayor espesor de la zona endurecida y el cambio microestructural puesto que con el aumento del tiempo de nitruración también provoca cambios en la microestructura del acero en la parte superficial, estos cambios pueden incluir una mayor densidad de nitruros y posibles modificaciones en la estructura de grano.

10. BIBLIOGRAFÍA

- [1] S. E. P. B. O. M. P. I., «ESTUDIO DE LA VIDA DE LA FATIGA AL AIRE DEL ACERO SAE,» Universidad Central de Venezuela, Caracas, 2014.
- [2] D. F. Jose Ignacio Verdeja, *Physical Metallurgy and Heat Treatment of Steel*, Suiza: Springer Nature .
- [3] D. Pye, «Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing,» *ASM International*, 2003.
- [4] C. A. Medina Flores, «Electrochemicals corrosion tests of an AISI-SAE 4140 steel nitrided by post-discharge microwave plasma,» *ELSEVIER*, 2004.
- [5] T. A. M. a. R. Harikrishnan a, «Effect of silicon nitride on physical properties of SBR,» 2021.
- [6] B. R. JR Jessy Michla, «Effect of nitriding on mechanical and microstructural properties of Direct Metal Laser Sintered 17-4PH stainless steel,» *Elsevier*, 2022.
- [7] M. Rubira y L. Alameda, «Study of the influence of a gradient gas flow as an alternative to improve the adhesion of Diamond-Like Carbon film in the wear and corrosion resistance on the nitrided AISI 4340 steel,» *ELSEVIER*, São Carlos, 2023.
- [8] J. N. Pecina y L. M. Lover, «INFLUENCIA DE LA NITRURACIÓN POR PLASMA SOBRE EL,» *Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal, URUGUAY; ARGENTINA*, 2016.
- [9] BodyCote, «BodyCote,» 2022. [En línea]. Available: <https://www.bodycote.com/es/servicios/tratamiento-termico/carburizado-y-carbonitrurado-sin-operacion-de-temple-posterior/nitruracion-gaseosa/#:~:text=Si%20se%20incorpora%20un%20gas,y%20precipitaciones%20de%20nitruros%20duros..>
- [10] *Térmicos, Metalografía y Tratamientos*, «Metalografía y Tratamientos Térmicos,» 2019.
]

- [11 INGENIERÍA, ESCUELA COLOMBIANA DE INGENIERIA, TRATAMIENTOS
] TÉRMICOS PROTOCOLO, Colombia: FACULTAD INGENIERIA INDUSTRIAL, 2008.
- [12 Ferrocortes, *BARRAS DE BAJA Y MEDIA ALEACIÓN*.
]
- [13 ASM, International, Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys.,
] ASM International: ASM Handbook: Volume 1, 1990.
- [14 G. Roberts, «Cold War: Building for Nuclear Confrontation 1946-1989,» *UCL Press*, 2008.
]
- [15 J. Verhoeven, «Steel Metallurgy for the Non-Metallurgist,» *ASM International*, 2007.
]
- [16 G. Krauss, «Steels: Processing, Structure, and Performance.,» *ASM International*, 2007.
]
- [17 W. F. Smith, « Fundamentals of Materials Science and Engineering.,» *McGraw-Hill*
] *Education*, 2005.
- [18 C. I. Bohman, «Aceros bonificados para maquinari,» 2018.
]
- [19 W. D. Callister, Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales. Volumen I,
] Barcelona: Reverté S.A., 2020.
- [20 S. Cordova Valencia, Proceso de Ntruración Gaseosa en los aceros SAE 4340, SAE 4140,
] SAE 0-1, SAE 1045, Lima: Universidad Nacional Mayor de San Marcos , 2003.
- [21 Federación de enseñanza de CC.OO de Andalucía, «TRATAMIENTOS
] TERMOQUÍMICOS,» *Federación de enseñanza de CC.OO de Andalucía*, p. 10, 2008.
- [22 D. S. M. a. N. L. F. Vinicius Timm Bonow a, «Nitriding in non-toxic salts bath: An approach
] to implement cleaner production in the metallurgic industry,» *Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul (IFRS)*, 2021.
- [23 C. Salazar, «Tratamientos termoquímicos por difusión,» 2016.
]

- [24 R. C. Sharma, «Principles of heat treatment of steels,» *New Age International*, 2003.
]
- [25 E. y. W. M. Rolinski, *Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing*, ASM International,
] 2003, p. 47.
- [26 A. M. Handbook, *Tratamientos térmicos*, Ed. A.S.M, 1991.
]
- [27 C. Salazar, «Tratamientos termoquímicos por difusión,» 2016. [En línea]. Available:
] <https://docplayer.es/49266633-Tratamientos-termoquimicos-por-difusion-ano-2016.html>.
- [28 E. J. Mittemeijer, «Phase Transformations in Steels: Diffusionless Transformations, High
] Strength Steels, Modelling and Advanced Analytical Techniques.,» *CRC Press.*, 2005.
- [29 M. Yari, *Nitriding for Corrosion and Wear Fatigue Resistance*, Corrosionpedia, 2016.
]
- [30 Materia, Total, *Quench Hardening of Steel*, Total Materia, 2000.
]
- [31 S. a. H. B. Ooi, *Duplex Hardening Steels for Aeroengine Bearings*, ISIJ International, Vol.
] 52 (2012), No. 11, pp, 1934.
- [32 W. Kimbrough, «Camshaft Technology: What is the Nitriding Process,» *Corvetteonline*,
] 2010.
- [33 S. W.F., H. J., C. G.N. y G.-C. P.A., *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales*,
] Mexico : McGraw-Hill, 2006.
- [34 K. Viacheslav, *SCANNING ELECTRON MICROSCOPY*, Rijeka: InTech, 2012.
]
- [35 W. D. & R. D. G. Callister, «Materials Science and Engineering: An Introduction,» *John
] Wiley & Sons*, 2014.
- [36 H. Y. D.D. Bena, «Rapid hardening of AISI 4340 steel induced by electropulsing
] treatment,» *Elsevier*, 2018.

- [37 D. M. Sanche, «Efecto del nitrurado y modos de enfriamiento en la resistencia a la fatiga de un acero grado de herramienta,» *Gráfica de carga aplicada vs longitud al acero AISI 4340 nitrurado a 3 horas*, 2016.
- [38 L. Bellas, «Nitrocarburation mediante el proceso TENIFER®QPQ de aceros inoxidables austeníticos estabilizados: caracterización química y estudio de su comportamiento frente al desgaste y la corrosión,» *Universidad DA coruña*, 2015.
- [39 J. J. a. Jungbin Park, «Microstructure and mechanical behavior of AISI 4340 steel fabricated via,» *Elsevier*, 2022.
- [40 J. Carrillo, «Diagrama de Hierro Carbono».
- [41 HAILAXMI, «Ficha tecnica del acero 4340».
- [42 D.-C. Wen, «Plasma nitriding of plastic mold steel to increase wear- and corrosion properties,» *Elsevier*, 2009.
- [43 D. W. E.A. Ochoa, «Microstructure and properties of the compound layer obtained by pulsed plasma,» *Elsevier*, 2008.
- [44 D. E. L. y V. P., «Influencia de la rugosidad superficial en el tratamiento de nitruración y post,» *CADI Congreso Argetino de Enseñanza*.
- [45 H. E. & G. T. L. Boyer, «Metals Handbook Desk Edition,» *ASM International*, 1998.
- [46 J. R. Davis, «Alloy Digest Sourcebook: Stainless Steels,» *ASM International*, 1993.
- [47 S. Bose, «Materials Science and Engineering: An Introduction,» *Elsevier*, 2015.
- [48 J. R. Davis, «Handbook of Materials for Product Design,» *McGraw-Hill Professional.*, 2002.
- [49 M. Handbook, «Machine Desing Materials Reference Issue,» *Penton Publishing, Cleveland*.

[50 A. M. R. y. R. M. Kurny, «A study on the nature of the compound layer formed during the ion nitriding of EN48B steel,» 1986.

[51 L. S. Miguel Rubira Danelon, «Study of the influence of a gradient gas flow as an alternative to improve the adhesion of Diamond-Like Carbon film in the wear and corrosion resistance on the nitrided AISI 4340 steel,» *Elsevier*, 2022.

[52 EUROPER, «Ficha tecnica del acero AISI 4340».

]

[53 Grupo Acura, «Tratamientos de superficie,» Mexico, 2022.

]

11. ANEXOS.

ANEXO 1. FICHA TÉCNICA DEL ACERO AISI 4340

JAILAXMI CASTING & ALLOYS PVT. LTD.

An IATF 16949:2016, ISO - 9001-2015 Certified Company

Regd. Office/Factory : Gut No. 75, Village Pharola, Tq. Paithan, Dist. Aurangabad, 431 107, (Maharashtra) India.
www.jailaxmispecialsteel.com | mail ID : jailaxmicasting@yahoo.com, qs@jailaxmicasting.com

Test Certificate

No: E564	Date: 10.01.2022
BUYER: SUMINOX ACEROS SAS CALLE 17A NO.69-73 ZONA INDUSTRIAL MONTEVIDEO BOGOTA, COLOMBIA	STANDARD: EN 10204 - 3.1
---	---

Heat no: E564	Grade: SAE 4340	ROUND bar size: 1-1/2"	Invoice No: EXP/2021-22/110 Dt: 10.01.2022	Quantity 57 PCS	Weight 2.887 MT
------------------	--------------------	---------------------------	---	--------------------	--------------------

Manufacturing route: EIF-LRF-VD-CCP-EMS	Billet size: 115X115 mm	Reduction ratio: 11.6:1	Colour code: GREEN BASE+ 1 ORANGE STRIP
--	----------------------------	----------------------------	--

CHEMICAL COMPOSITION:

Elements ▶		%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Ni	%Mo	%Al	%Cu	%Sn
Specified Range	Min	0.37	0.15	0.60	--	--	0.70	1.65	0.20	--	--	--
	Max	0.43	0.30	0.80	0.035	0.040	0.90	2.00	0.30			
Observed		0.415	0.24	0.725	0.022	0.028	0.86	1.73	0.25	0.035	0.115	0.006
Gas levels		OXYGEN:13.9 PPM			NITROGEN:73.8 PPM			HYDROGEN:1.27 PPM				

MECHANICAL PROPERTIES: (In Quenched & Tempered Condition)

QT Hardness (BHN)	UTS (Mpa)	YS (Mpa)	EL (%)	RA (%)	Length (5000-6000 mm)
295-300	950	845	19.0	53.07	OK

METALLURGICAL PROPERTIES:

Grain Size: (ASTM E-112): 6½-7½	Inclusion rating (ASTM E-45)								Macro Structure (ASTM E-381): OK Within C2R2S2
	A		B		C		D		MicroStructure: Tempered martensite
	T	H	T	H	T	H	T	H	Surface Quality: OK
	1.0	0.5	1.0	-	0.5	-	1.0	0.5	Straightness : 1 mm/meter : OK
Supply Condition: Quenched & Tempered Cold drawn / peeled Bright surface round bars				Dia Tolerance : h11 OK				Ultra Sonic Test : acc to (SEP 1921-84 Group-3 Class C/c SPECS.): OK Spark & Spectra 100% : OK	

ISO DOCUMENT:FM/QA/01- DATE OF ISSUE : 01/10/2007- Rev : 00- PAGE 10f1

Remarks: " WE HERE BY CERTIFY THAT THE MATERIAL SHIPPED UNDER THIS TEST CERTIFICATE DID NOT COME IN DIRECT CONTACT WITH ANY MERCURY, CADMIUM, AND HEXAVALENT CHROMIUM CONTAINING DEVICES, FREE FROM RADIO ACTIVE CONTAMINATION EMPLOYING A SINGLE BOUNDARY OF CONTAINMENT DURING THE MANUFACTURING, TESTS, INSPECTION AND STORAGE."


Lab incharge


Manager (QC)

