

# Deposición de Carburo de Niobio por la Técnica de Deposición/Difusión Termorreactiva (TRD) en Aceros de Bajo Carbono

David Bernal Varas\*, Fabio Castillejo\*\* y Diana Marulanda\*\*\*

\*Grupo Ciencia e Ingeniería de Materiales (CIM), Universidad Santo Tomás,

[davidbernalvaras@hotmail.com](mailto:davidbernalvaras@hotmail.com), \*\* [fabio\\_castillejo@hotmail.com](mailto:fabio_castillejo@hotmail.com), \*\*\* [dmartizamc@gmail.com](mailto:dmartizamc@gmail.com)

**Resumen** — Esta investigación presenta la deposición de carburo de niobio en aceros de bajo carbono, sobre un sustrato de acero SAE 8620 por la técnica de deposición/difusión termorreactiva. Para obtener el contenido de carbono necesario para la deposición del carburo por la técnica de deposición/difusión termorreactiva, el sustrato fue cementado con permanencias de 2, 4, y 6 horas en el horno de cementación sólida, y se utilizó 60% de carbón vegetal y 40 % de carbonato de bario como cementante, con posterior recocido de homogenización. Se caracterizó la composición química, profundidad de cementación y microdureza del acero antes y después de la cementación. Con esta investigación se abre un nuevo campo de acción para la técnica TRD, en una gama de aceros de alta aplicabilidad en la industria metalmeccánica como son los aceros de bajo contenido de carbono, cuya aplicación se desarrolla en piñones y coronas del diferencial, engranajes de alta revolución, entre otras, en donde se busca aumentar la vida útil de estos elementos mecánicos por medio de la deposición de carburos por la técnica TRD.

**Palabras clave** — Carburo de niobio, deposición/difusión termorreactiva, cementación, NbC, TRD.

**Abstract** — This research presents the deposition of niobium carbide on low carbon steels by the thermo-reactive deposition / diffusion technique using a SAE 8620 steel substrate. In order to obtain the needed carbide content for performing the deposition by the thermo-reactive deposition / diffusion technique, the substrate was case hardened with stay intervals of 2, 4, and 6 hours in the solid case hardening oven, using 60% charcoal and 40% barium carbonate, with barium as case hardening material, and subsequent annealing for structure homogenization. The chemical composition, case hardening depth and microhardness were characterized before and after case hardening. A new action field is opened for the TRD technique in low carbon steels whose application is developed in the metal-mechanical industry for example in manufacturing fixed wheels, differential sprockets and high revolution gears, among others, where the main goal is to increase the life cycle of these mechanical elements using the TRD carbide deposition technique.

**Keywords** — Niobium Carbide, thermo-reactive deposition/diffusion, case hardening, NbC, TRD.

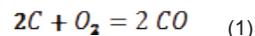
## I. INTRODUCCIÓN

La cementación es el proceso más antiguo de saturación de carbono en la superficie de un acero, cuya finalidad es obtener dureza y resistencia al desgaste en la superficie de diversos elementos mecánicos, conservando un núcleo blando y tenaz, el cual puede ser ejecutado en medio sólido, líquido y gaseoso. De los tres métodos anteriormente mencionados, la cementación en estado sólido, es una de la más utilizada en la industria, ya que no necesita de atmósferas controladas, ni genera vapores tóxicos como las técnicas de cementación en baño de sales y gases.

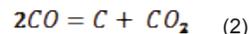
Para la ejecución de esta técnica se utiliza una mezcla de "carón" como cementante, compuesta por 60% de carbón

vegetal y 40% de carbonato de bario, carbonato de sodio o carbonato de calcio, como activadores de la mezcla. El carbonato de bario presenta una mayor aceleración de la penetración del carbono (carbono naciente) en la superficie del acero [1]

El proceso de cementación se produce de la siguiente forma: Las piezas a cementar son puestas en una caja sellada junto con la mezcla de carón. El carbón a elevadas temperaturas, en contacto con el oxígeno del aire presente en la caja de cementación, da como resultado óxido de carbono según la siguiente reacción [2]:

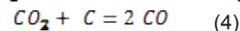
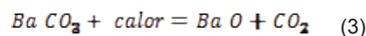


Luego el óxido de carbono formado se descompone a elevadas temperaturas en carbón naciente y dióxido de carbono:



En donde el carbón naciente es quien produce el proceso de cementación, combinándose con el hierro a alta temperatura ( $C + 3Fe = CFe_3$ ), formándose carburo de hierro o cementita, que se difunde hacia el interior de las piezas. Las condiciones de temperatura óptimas para el proceso de cementación se encuentran entre 850°C y 950°C, obteniendo contenidos de carbono de hasta 1.2 % [1].

El carbonato de bario como agente activador acelera la penetración del carbono naciente, el agente carburante, al facilitar la formación de óxido de carbono de acuerdo a la siguiente reacción [2].



El CO producido se descompone, produciéndose carbón naciente  $2CO = C + CO_2$  y el BaO que reacciona con el  $CO_2$ , se obtiene nuevamente  $BaCO_3$  [1].

### 1.1 Deposición/Difusión Termorreactiva (TRD)

Los recubrimientos duros de carburos, nitruros, o cabonitruros mediante la técnica TRD, pueden ser depositados en aceros por medio del proceso de baño en sales [3], lecho fluidizado o caja de polvos [4, 5]. Las capas de carburos mediante la inmersión en baño de sales fue desarrollada en Japón y usada industrialmente aproximadamente desde 1971 bajo el nombre Toyota Difusión (TD) Coating Process. El método TD se realiza usando bórax fundido con la adición de elementos formadores de carburos, como el vanadio, niobio, titanio o cromo, los cuales se combinan con el carbono proveniente desde el sustrato del acero para producir una deposición de capas de carburos [6]. Debido a que el crecimiento del recubrimiento depende de la difusión de carbono, el proceso es ejecutado a altas temperaturas, en el rango de 800 a 1250°C, para mantener una adecuada tasa de deposición. Dependiendo de la temperatura, pueden obtenerse capas

con espesores en el rango desde 2 hasta 20  $\mu\text{m}$  dependiendo de la temperatura del proceso, composición del baño y del tipo de acero, y durezas de hasta 3500 vickers, según el metal de transición formador del carburo, presentes en el baño, características finales del proceso reportadas por la industria TD Center [7, 8].

La mayoría de los materiales con contenidos de carbono mayores al 0,3 son aptos para ser sometidos al tratamiento. Materiales típicos son los aceros rápidos y otros aceros que tienen temperaturas de austenización superiores a 1050°C, que pueden ser calentados posteriormente al TRD y tratados en vacío, gas o en baño protector para realizar el endurecimiento total del sustrato [3, 9 - 11].

## 1.2 Deposición/Difusión Termoreactiva (TRD) en aceros de bajo carbono

La deposición de carburos por la técnica TRD sobre aceros de bajo contenido carbono (inferior al 0.3% de contenido de carbono) es un campo de la técnica que hoy se comienza a explorar. Para la obtención de recubrimientos exitosos en aceros de bajo contenido de carbono, es necesario incrementar su contenido superficial de carbono por medio de técnicas de tratamientos termoquímicos tradicionales, como lo son la cementación en estado sólido, baño de sales o por medio de gases, permitiendo de esta manera obtener el contenido de carbono necesario para obtención de recubrimientos exitosos por la técnica TRD de las mismas características obtenidas en aceros de medio y alto contenido de carbono depositados por esta técnica.

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

Se utilizaron muestras de acero SAE 8620 de 7/8 mm de diámetro y 5 mm de espesor, las cuales fueron pulidas usando lija N° 100 hasta N°1200 sin brillo especular. En la tabla 2.1 se muestra la composición química del acero utilizado

TABLA 2.1  
Composición química del acero SAE 8620, medida por medio del análisis químico

% C	% Mn	% Si	% Ni	% Cr	% Mo	% Fe
0,232	0,817	0,293	0,391	0,436	0,160	Balance

Las muestras fueron cementadas usando la mezcla de "carbón" con una composición de 60 % de carbón vegetal, exento de humedad y de granulometría de malla 20 (850 $\mu\text{m}$  de apertura), y 40 % de carbonato de bario en polvo, con permanencias de 2, 4 y 6 horas, en cajas de acero inoxidable, selladas con cemento refractario. Las cajas se introdujeron en un horno de mufla a temperatura ambiente y se calentó lentamente hasta llegar a 900 °C, y posteriormente se inició el tiempo para el proceso de cementación, enfriando las muestras dentro del mismo horno una vez finalizado el proceso para lograr el recocido de homogenización.

La curva térmica para el tratamiento de cementación se observa en la figura 2.1 para los tres tiempos de permanencia y su enfriamiento de las cajas de cementación dentro del horno para el recocido de homogenización

Posteriormente a la cementación se realizó la deposición de carburo de niobio por la técnica TRD, en baño de sales con bórax al 81%, ferriobio al 16 % como elemento formador del carburo, y 3 % de aluminio como elemento reductor, con una permanencia de 4 horas y una temperatura de 1000 °C y finalizado el proceso de TRD, la probetas fueron templadas en salmuera. La curva térmica para el tratamiento TRD se observa en la figura 2.2

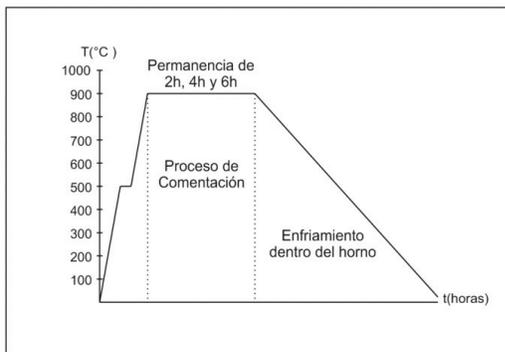


Fig. 2.1: Curva térmica para el proceso de cementación

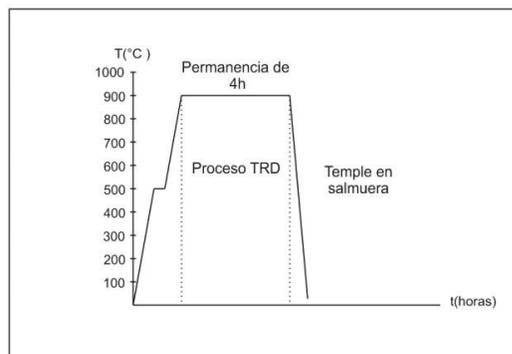


Fig. 2.2: Curva térmica para el proceso TRD

Se caracterizó la composición química del acero antes y después del proceso de cementación usando un Espectrofotómetro marca BAIRD con una descarga de 10.000 voltios y se midió la profundidad de cementación para cada caso utilizando microscopía óptica. Después del proceso TRD, se utilizó Difracción de Rayos X en equipo marca X-PertPro Panalytical system ( $\theta$ -2 $\theta$  configuration, 45 kV, 40 mA y radiación monocromatizada CuK $\alpha$  con longitud de onda de 1,56 amstrongs). El paso fue de 0,02° con 40 segundos entre pasos para evaluar la formación de fases de la capa de carburo de niobio, y se midió el espesor de la capa obtenida usando igualmente microscopía óptica. Se realizaron medidas de microdureza utilizando un microdurómetro marca LECO con una carga de 50 gramos y permanencia de la indentación de 12 segundos

## III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1 Cementación

El análisis químico del sustrato del acero SAE 8620 se realizó antes y después del proceso de cementación, tal como se muestra en la tabla 2.1 para los tres tiempos de cementación, donde se evidencia claramente el aumento de los porcentajes de carbono para los tres tiempos de permanencia de la cementación, obteniendo porcentajes de carbono mayores de 1% en la superficie, para las tres pruebas, logrando de esta forma aumentar ampliamente el porcentaje de carbono mínimo necesario para su posterior tratamiento por la técnica TRD el cual requiere un mínimo de 0.3% C.

TABLA 3.1  
Composición química del acero antes y después del proceso de cementación

Tiempo cementación	% C	% Mn	% Si	% Ni	% Cr	% Mo	% Fe
Original	0,23	0,81	0,29	0,39	0,43	0,16	Bal.
2 horas	>1,0	0,81	0,28	0,34	0,44	0,15	Bal.
4 horas	>1,0	0,80	0,28	0,38	0,42	0,14	Bal.
6 horas	>1,0	0,82	0,28	0,32	0,45	0,17	Bal.

Posteriormente se verificó la profundidad de cementación para cada uno de los casos, obteniendo valores de  $685 \pm 8 \mu\text{m}$  (2 horas),  $1050 \pm 10 \mu\text{m}$  (4 horas), y  $1417 \pm 10 \mu\text{m}$  a una distancia desde la superficie del sustrato de  $350 \pm 50 \mu\text{m}$  para cada uno de los ensayos. En la figura 3.1 se muestra una micrografía de la capa cementada con permanencia de 4 horas.

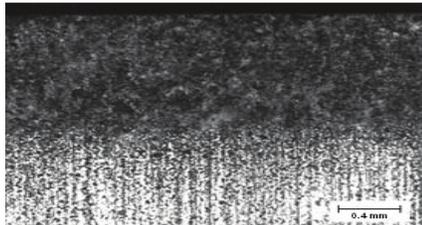


Fig. 3.1: Micrografía de la capa cementada del acero SAE 8620 recocido con permanencia de 4 horas.

Los valores de microdureza obtenidos para las capas cementadas en cada uno de los casos fueron  $18 \pm 1 \text{ HV}_{0,050}$  (2 horas)  $\text{HV}_{0,050}$   $19 \pm 1$  (4 horas) y  $20 \pm 1 \text{ HV}_{0,050}$  (6 horas).

### 3.2 Caracterización de las capas obtenidas por TRD

Posterior al proceso de cementación se realizó la deposición de carburo de niobio (NbC) usando la técnica TRD. Para verificar la formación de una capa de NbC, se obtuvieron los patrones de XRD, y en la figura 3.2 se muestra el patrón obtenido sobre el acero cementado con un tiempo de 4 horas. Se obtuvieron patrones similares para los otros dos casos. En el patrón puede observarse la formación de una capa de carburo de niobio con orientación en las direcciones (111), (200), (220), (311) y (222). También se observa la formación de Boruro de hierro (FeB) en una proporción muy baja, debido a la presencia de Boro en el baño de sales (Boro).

Usando microscopía óptica se obtuvieron imágenes de la capa formada y se midió el espesor. En la figura 3.3 se muestra la micrografía obtenida para la capa de NbC depositada sobre el acero con un tiempo de cementación de 4 horas. El espesor obtenido para cada una de las capas fue  $7 \pm 0.1 \mu\text{m}$  (cementación = 2 horas),  $7.5 \pm 0.3 \mu\text{m}$  (cementación = 4 horas),  $11.3 \pm 0.3 \mu\text{m}$  (cementación = 6 horas).

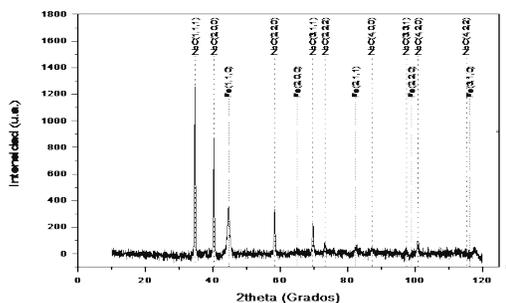


Fig. 3.2: Patrón XRD para la capa depositada sobre el acero con tiempo de cementación de 4 horas

Se midió la microdureza para cada una de las capas obteniéndose valores de  $1840 \pm 64 \text{ HV}_{0,050}$  (cementación= 2 horas),  $1970 \pm 30 \text{ HV}_{0,050}$  (cementación= 4 horas),  $2000 \pm 90 \text{ HV}_{0,050}$  (cementación= 6 horas). De los valores obtenidos puede observarse que la microdureza es similar para las capas obtenidas con los tres tiempos de permanencia de cementación, y son similares a los valores de dureza

reportados en otros trabajos donde las durezas para el carburo de niobio presentan durezas del orden de 2300 vickers en capas depositadas en aceros para herramientas AISI H13 y M2 realizados bajo las mismas condiciones experimentales, permanencia de 4 horas,  $1000^\circ\text{C}$  y ferriobio al 16 % [7, 12].

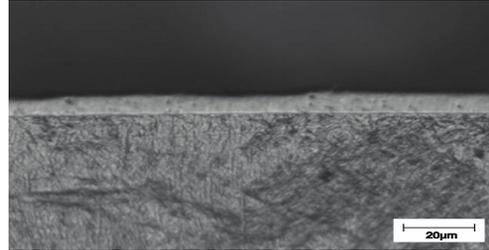


Fig. 3.3: Micrografía de la capa de NbC obtenida sobre el acero con un tiempo de cementación de 4 horas.

## IV. CONCLUSIONES

- Es posible obtener recubrimientos de carburos de niobio por la técnica TRD en aceros con contenidos inferiores al 0.3% de carbono, cementados previamente.
- El tiempo de permanencia de las probetas en el proceso de cementación, no cambian significativamente los resultados de la deposición del carburo de niobio (microdureza, espesor de capa, XRD).
- Las propiedades físico-mecánicas obtenidas son similares a las reportadas por los artículos y la industria.
- La deposición de carburos de niobio por la técnica TRD abre un nuevo campo de aplicación no solo para los aceros de bajo contenido de carbono, sino para la técnica TRD en donde la técnica no había sido explorada.

## V. REFERENCIAS

- [1] Fco. Javier Esclapes, Mercedes Llorens, Manual de difusión. Ed. Editorial Club Universitario, 2008
- [2] José Apraiz Barreiro. Tratamientos Térmicos de los Aceros. Ed. Dossat, S. A. 8ª Edición. 1981.
- [3]. T. Arai, J. Endo, and H. Takeda, *Chromizing and Boriding by Use of a Fluidized Bed, in Proceedings of the International Congress' 5th Heat Treatment of Materials Conference, 20-24 Oct 1986, p 1335-1341.*
- [4]. Z. Glowachi and K. Jastrzebski, *Karbidbildungen und-umwandlungen beim Vanadieren, Neue Hütte, Vol 29 (No. 6), 1984, p 220-222.*
- [5]. F. Hoffmann and O. Schaaber, *Erzeugung von Schutzschichten auf Eisenwerkstoffen durch Eindiffusion von Niob, Här.-Tech. Mitt., Vol 32 (No. 4), 1977, p 181-191.*
- [6]. ASM Handbook, *Heat Treating, Volumen 4, 1991, p. 1000.*
- [7] C.K.N. Oliveira, R.M. Muñoz Riofano, L.C. Casteletti. Micro-abrasive were test of niobium carbide layers prodeded on AISI H13 and M2 steels. *Surface & Coatings Technology, 2006 Phys.*
- [8] <http://www.tdcoating.com>
- [9] AGHAIE-KHAFRI, M., FAZLALIPOUR, F. J. *Phys. Chem. Solids* 69 (2008) 2465–2470.
- [10] X.S. Fana, Z.G. Yanga, Z.X. Xiaa, C. Zhanga, H.Q. Che, *Journal of Alloys and Compounds* 505 (2010) L15–L18.
- [11] K. Nakanishi, H. Takeda, H. Tachikawa, T. Arai, *Fluidized bed carbide coating process-development and its application, The 8th International Congress on Heat Treatment of Materials, Heat and Surface '92, Kyoto Nagoya, Japan, 1992.*
- [12] Fabio Castillejo, Diana Marulanda, Olivo Rodríguez, Jhon Olaya, *Electrical Furnace for Producing Carbide Coatings Using the Thermoreactive Deposition/Diffusion Technique, Revista Dyna, aceptado para publicación, 2011.*