



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 329 342**

51 Int. Cl.:
G01N 33/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02027762 .0**

96 Fecha de presentación : **11.12.2002**

97 Número de publicación de la solicitud: **1429142**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **16.06.2004**

54

Título: **Procedimiento para medir la cantidad de un componente absorbida por una pieza metálica en el curso de un tratamiento termoquímico.**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
25.11.2009

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
25.11.2009

73

Titular/es: **Ipsen International GmbH**
Flutstrasse 78
47533 Kleve, DE

72

Inventor/es: **Feichtinger, Heinrich**

74

Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 329 342 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 329 342 T3

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para medir la cantidad de un componente absorbida por una pieza metálica en el curso de un tratamiento termoquímico.

5

La invención se refiere a un procedimiento para medir en el curso de un tratamiento termoquímico de piezas metálicas, la cantidad de componente cedido desde la atmósfera total que rodea las piezas, así como la cantidad de un componente absorbida por las piezas.

10

Los procesos termoquímicos tales como por ejemplo la cementación, la nitruración o la carbonitruración tienen gran importancia ya que permiten conferirle a una pieza unas propiedades mecánicas, físicas y/o químicas especiales en la zona próxima a la superficie. Multitud de procesos termoquímicos tienen lugar por la acción de la temperatura mediante precipitación de un componente o varios componentes de la fase gaseosa, por lo que unos átomos solubles de los componentes, p.ej. carbono o nitrógeno, llegan a disolverse y forman compuestos con partes de los elementos de aleación, p.ej. carburos, nitruros o carbonitruros.

15

20

La obtención de las propiedades deseadas depende en primer lugar de la geometría y de la composición de la capa superficial producida, es decir del perfil de concentración y del tipo de enlace del componente en la zona próxima a la superficie. El perfil de la concentración es el resultado de la composición, de la temperatura, del tiempo durante el cual la atmósfera actúa sobre el componente, y se puede ajustar mediante la correspondiente elección de los parámetros de tiempo, temperatura, presión y composición del gas.

25

Sin embargo en muchos casos no se puede efectuar el ajuste de los parámetros antes citados con tanta exactitud como para poder hacer una afirmación suficiente respecto al resultado de un tratamiento termoquímico. Un motivo esencial de esto es que los procesos termoquímicos se desarrollan en fuertes condiciones de desequilibrio, y que su cinética depende entre otras cosas también del estado de la superficie del perfil de la pieza que se ha de tratar. A esto hay que añadir condiciones de convección en el reactor y la presencia de superficies reactivas extrañas con las que el gas de tratamiento llega a reaccionar de forma incontrolada.

30

Para poder eliminar al menos en parte y mediante cálculo las magnitudes interferentes antes citadas se han desarrollado especialmente para la cementación diferentes métodos de medición y evaluación que sin embargo no permiten efectuar una predicción exacta del desarrollo del proceso.

35

40

En la cementación, tomada como ejemplo, las piezas que se desean tratar se exponen a temperaturas del orden de 900 a 1100°C a una atmósfera que contiene carbono. Como suministrador de carbono pueden servir para ello los hidrocarburos tales como p.ej. metano o propano, que a la temperatura del proceso y con formación de hidrógeno ceden átomos de carbono a la superficie metálica. Debido a la absorción física y química se disocian los átomos de carbono y a continuación penetran mediante un proceso de difusión en el metal, formándose un perfil de concentración que después del enfriamiento forma el correspondiente perfil de dureza. Si además del hidrocarburo están también presentes portadores de oxígeno, p.ej. ácido carbónico y/o vapor de agua, entonces el proceso de carburación propiamente dicho tiene lugar por medio del monóxido de carbono que se forma por reacción con el portador de oxígeno. La reacción de carburación propiamente dicha tiene lugar entonces por la disociación de la molécula de monóxido de carbono absorbida en la superficie de la pieza, liberándose un átomo de oxígeno. Mediante la retirada de este oxígeno de la superficie se determina de modo importante la velocidad del proceso de disociación y con ello la carburación de la capa del borde. Esto puede suceder bien por reacción de la molécula de monóxido de carbono absorbida con otra molécula de monóxido de carbono para formar ácido carbónico o por reacción con una molécula de hidrógeno para formar vapor de agua, transcurriendo esta última reacción con gran rapidez. La nueva agua que se ha formado se puede regenerar otra vez para formar monóxido de carbono e hidrógeno mediante hidrocarburo nuevo aportado, con lo cual se cierra el circuito de reacción.

45

50

Conociendo la composición de la aleación y la temperatura de carburación se puede calcular, midiendo las presiones parciales, el contenido de carbono que se estabiliza en estado de equilibrio. Este contenido de carbono se denomina nivel C. Dentro del campo de la actividad del carbono del proceso de carburación el agua está casi completamente disociada, es decir que las proporciones en cantidad de monóxido de carbono e hidrógeno se pueden suponer constantes. Por este motivo se pueden suponer que los pequeños contenidos de hidrógeno residual son determinantes de la actividad del carbono, pudiendo determinarse con exactitud los contenidos de hidrógeno, p.ej. mediante el método de medición del punto de rocío.

55

60

En el sistema de carburación análogo de monóxido de carbono/ácido carbónico que corresponde al equilibrio de Boudouard, a diferencia de los demás gases, el ácido carbónico solamente está presente en una cantidad reducida, que es determinante de la actividad del carbono. La determinación de la reducida cantidad de ácido carbónico puede efectuarse mediante análisis del gas por rayos infrarrojos.

65

Otro método para determinar la actividad del carbono resulta de la utilización de los equilibrios con oxígeno, porque sucede por ejemplo para la proporción entre hidrógeno y vapor de agua que es determinante de la actividad del carbono, que a una determinada temperatura el vapor de agua está en equilibrio con la presión parcial de oxígeno. La presión parcial de oxígeno se puede determinar mediante la medición con una sonda de electrolito sólido.

ES 2 329 342 T3

En todos los procedimientos de medición antes descritos que intentan determinar el efecto carburante de la atmósfera se presupone que la atmósfera está en equilibrio con la superficie de la pieza que se ha de tratar. La concentración efectiva de carbono que en el curso de la realización del proceso se estabiliza efectivamente en la superficie del metal depende sin embargo por una parte de la velocidad de aportación del carbono desde la atmósfera y por otra de la velocidad con que este carbono se difunde en el interior del metal por difusión. Para ello es determinante la velocidad con la que se elimina de la superficie el oxígeno que va quedando libre durante el proceso de disolución del carbono. Además, para la carburación efectiva obtenida es importante si la retirada del oxígeno de la superficie tiene lugar por reacción con el monóxido de carbono o con hidrógeno. También juegan un papel influyente las condiciones de convección en el reactor.

La medición de la variación de la composición de los gases en el reactor es por lo tanto sólo una descripción indirecta, y en muchos casos de modo desfavorable sólo imprecisa de los procesos que efectivamente tienen lugar en la superficie de la pieza. Estos procesos pueden llegar a ser aún más complejos si en el horno de tratamiento térmico y por exceso de actividad del carbono llega a producirse la precipitación de hollín, o si una parte del gas de carburación se emplea para reducir los óxidos superficiales de la pieza.

Los procedimientos de medición y evaluación ya conocidos por el estado de la técnica por lo tanto no son adecuados para poder efectuar una predicción suficiente sobre el desarrollo de un proceso termoquímico.

Por el documento EP-A-O 558 130 se ha conocido también un dispositivo destinado a determinar la reactividad del aire, la reactividad del CO₂, del índice de hollín y de la concentración de la expansión térmica de un producto de carbono. Ahora bien, los problemas anteriores tampoco se pueden eliminar con este dispositivo ya conocido.

Partiendo de esta situación, el objetivo de la invención es describir un procedimiento de medida que ofrezca también durante el proceso de tratamiento en curso la posibilidad de poder dar una indicación lo más exacta posible sobre la cantidad de un componente cedido por la atmósfera de gas y absorbido por las piezas.

Para resolver este objetivo se propone con la invención un procedimiento para la medición continua de la cantidad de un componente cedido de la atmósfera de gas que rodea las piezas durante el tratamiento termoquímico de las piezas metálicas, y absorbida por las piezas, donde una probeta cuya extensión longitudinal rebasa notablemente su extensión transversal se expone al efecto de la atmósfera del gas, se mide la variación de longitud de la probeta en dirección longitudinal causada a lo largo del tiempo debido a la absorción del componente cedido por la atmósfera de gas, y se emplea la variación de longitud que se ha medido para determinar la cantidad de componente transferido al cuerpo de la probeta desde la atmósfera de gas.

El procedimiento conforme a la invención se basa en la doctrina técnica de que la probeta está sometida a una variación de volumen debido a la absorción de un componente procedente de la atmósfera de gas, manifestándose ésta como variación de longitud en la dirección longitudinal de la probeta, que se puede determinar directamente y emplear para determinar la cantidad de componente transferido. La variación de volumen se produce por ensanchamiento de la retícula de hierro durante la inclusión de los átomos del componente y/o por formación de una disgregación que forma el componente por uno o varios de los elementos de aleación de la probeta. El procedimiento propuesto conforme a la invención permite por lo tanto medir directamente la cantidad de un componente transferido desde la atmósfera de gas, lo que frente a los métodos de medición y evaluación conocidos por el estado de la técnica tiene la ventaja de que las magnitudes interferentes debidas a la presión, temperatura, superficies reactivas y similares no tienen influencia alguna en el resultado de la medición. El procedimiento conforme a la invención permite por lo tanto la determinación exacta de la cantidad de componente procedente de la atmósfera de gas transferida al cuerpo de la probeta, y por lo tanto también a las piezas. La determinación de la cantidad puede realizarse ventajosamente de forma continua, lo que abre la posibilidad de obtener una predicción considerablemente exacta, ya que debido a los desarrollos determinados a lo largo del tiempo se pueden calcular pronósticos que gracias a la alta precisión de medición del procedimiento conforme a la invención presentan sólo una reducida propensión a los errores.

Para determinar la variación de longitud de una probeta se amarra ésta en un alojamiento preparado para ello. El alojamiento se compone de dos contrasportes, estando uno de los contrasportes fijado en una posición exacta y estando dispuesto el otro contrasporte con movilidad relativa respecto al contrasporte fijo. Debido a una dilatación longitudinal de la probeta dispuesta entre los dos contrasportes se desplazará uno de los contrasportes con respecto al otro contrasporte. El desplazamiento total de los dos contrasportes entre sí debido a la variación de longitud de la probeta corresponde a la variación de longitud total surgida en el cuerpo de la probeta. La variación de longitud de la probeta se debe a la absorción de un componente procedente de la atmósfera de gas, difundiéndose el componente en la superficie de la probeta en dirección perpendicular al eje longitudinal de ésta. Junto con esta difusión de penetración del componente se provoca una variación de volumen del cuerpo de la probeta, que da lugar también a una variación del perfil de la superficie de las dos superficies frontales perpendiculares a la dirección longitudinal de la probeta. Al comienzo, las dos superficies frontales de la probeta están planas, por lo que una variación de altura a lo largo del tiempo del perfil de la superficie de las dos superficies frontales de la probeta da lugar en conjunto a una variación de longitud de la probeta a lo largo del tiempo. La variación de altura en función del tiempo del perfil de la superficie o la variación de longitud resultante de ello para la probeta se utiliza conforme al procedimiento para determinar la cantidad del componente cedido a la probeta. La variación de longitud medida puede utilizarse como magnitud directamente mensurable para determinar la cantidad de componente que ha sido absorbido por la probeta.

ES 2 329 342 T3

De acuerdo con otra característica preferente de la invención se exponen las probetas y las piezas al efecto de la atmósfera de gas, a una misma temperatura. Con esto se consigue que rijan unas condiciones iniciales iguales, tanto para la probeta como para las piezas, de modo que las condiciones medidas en la probeta se puedan aplicar a las piezas tratadas sin ningún cálculo de corrección. Esto es especialmente aplicable si para la probeta se elige una aleación idéntica a la de las piezas. La probeta se puede situar directamente en la cámara del horno de la instalación termoquímica de tratamiento térmico. Como sensor *in situ* o sensor de corriente C la probeta puede estar por lo tanto directamente incorporada en la instalación termoquímica de tratamiento. Alternativamente también puede estar previsto situar la probeta fuera de la instalación de tratamiento y aplicar sobre ella un flujo de gas extraído de la atmósfera del tratamiento.

De acuerdo con otra característica de la invención está previsto que la realización del proceso tenga lugar en condiciones isotérmicas. Esta realización del proceso tiene la ventaja de que la probeta está sujeta a una variación de longitud que no se ve influenciada por las temperaturas. La determinación de la cantidad de componente absorbido se puede realizar entonces de forma sencilla sin ningún cálculo de corrección. Como alternativa también puede estar previsto efectuar el procedimiento mientras van variando las temperaturas. Esto se precisa especialmente cuando la realización del proceso de tratamiento de las piezas metálicas no puede realizarse a una sola temperatura, condicionada por el proceso. Ahora bien, la realización del proceso mientras van variando las temperaturas hace necesario que debido a las variaciones de longitud adicionales resultantes causadas por la variación de temperaturas sea preciso compensar mediante cálculo las variaciones de longitud adicionales resultantes a causa de las variaciones de temperatura. Si bien esto supone una cierta complejidad en comparación con la realización isoterma del procedimiento, sin embargo ofrece la ventaja de poder aplicar el procedimiento conforme a la invención incluso en aquellas realizaciones del proceso en las que en el curso de la realización del proceso se van produciendo diferentes temperaturas.

De acuerdo con otra característica preferente de la invención está previsto que la magnitud de variación del perfil superficial que aparece en el curso de un enfriamiento definido de la probeta, preferentemente la variación de longitud de la probeta en dirección longitudinal y/o el campo de temperatura de esta variación se utilice para determinar la cantidad y distribución del componente transferido. Como es sabido, durante la conversión de fases de los materiales de base férrea, p.ej. durante la conversión de austenita en perlita, se producen variaciones de volumen o variaciones de longitud cuya magnitud y campo de temperatura está relacionado con la cantidad y distribución de un componente previamente absorbido de la fase gaseosa. A diferencia de los métodos de medición y evaluación conocidos por el estado de la técnica, el procedimiento conforme a la invención ofrece por lo tanto la posibilidad de determinar no sólo la cantidad sino también la distribución de la cantidad de componentes cedidos desde la atmósfera de gas a la pieza o a la probeta, o a predecirla. Especialmente en el caso de piezas de geometría compleja esto es ventajoso ya que el enriquecimiento de los componentes procedentes de la atmósfera de gas en la pieza se puede establecer también para aquellas zonas que sean difícilmente accesibles por su geometría. Naturalmente mediante la utilización del proceso conforme a la invención se puede determinar o predecir también un perfil de concentración.

De acuerdo con otra característica preferente de la invención está previsto que la transferencia de materia en la probeta tenga lugar de forma análoga a las piezas. Esto se puede conseguir disponiendo la probeta directamente en la cámara del horno en las proximidades de las piezas, o en el caso de que esté dispuesto fuera de la cámara del horno, porque se ajusten en la probeta unas condiciones de flujo y temperatura análogos.

De acuerdo con otra característica preferente de la invención la atmósfera de gas que contiene el componente fluye a lo largo de la probeta y/o de las piezas con una velocidad de flujo definida. Esta variante del proceso favorece ventajosamente la realización del proceso con la consecuencia de que se puede proceder a una medición de variación de longitud de la probeta comparativamente más precisa, y por lo tanto también a una indicación más exacta de la cantidad de componente transferido.

De acuerdo con otra característica preferente de la invención, al utilizar una probeta de forma tubular la absorción del componente solamente tiene lugar a través de la superficie envolvente exterior. Esto se puede conseguir por ejemplo sellando la superficie envolvente interior de la probeta de forma tubular, o dotándola de una capa de recubrimiento impermeable para el componente.

De acuerdo con otra característica preferente de la invención está previsto que como componente se utilice carbono. En ese caso, la probeta sirve entonces como "sensor C" o "sonda C" y permite determinar la cantidad de carbono que durante un proceso de carburación se transfieren desde un soporte de carbono existente en la atmósfera de gas, a la probeta y con ello también a las piezas que se trata de carburar.

Para la realización del proceso conforme a la invención puede utilizarse un dispositivo para la medición continua de la cantidad de un componente cedido por la atmósfera de gas que rodea las piezas y que es absorbida por las piezas en el curso de un tratamiento térmico de piezas metálicas, con un alojamiento para una probeta cuya extensión longitudinal rebasa considerablemente su extensión transversal, un dispositivo de medición de longitudes para determinar la variación de longitud de la probeta en dirección longitudinal a lo largo del tiempo así como una unidad de cálculo.

Por parte del dispositivo está previsto un alojamiento para la probeta. El alojamiento sirve para fijar la probeta en una posición segura dentro de la atmósfera de gas. A este alojamiento va conectado un sistema de medición de longitudes que sirve para determinar la variación de longitud de la probeta a lo largo del tiempo dentro del alojamiento. Para ello se mide la variación de longitud de la probeta en dirección longitudinal. La variación de longitud determinada

ES 2 329 342 T3

por el sistema de medición de longitudes se conduce a una unidad de cálculo que mediante el empleo de unos pasos de cálculo predeterminados determina a partir de la variación de longitud medida, la cantidad del componente transferido de la atmósfera de gas a la probeta. El empleo del procedimiento conforme a la invención permite de forma ventajosa determinar mediante una magnitud geométrica directamente mensurable de la probeta, la cantidad de componente transferido, de modo que con el empleo del dispositivo conforme a la invención se pueden eliminar en gran medida las magnitudes interferentes que en los procedimientos de medición y evaluación indirecta conocidos por el estado de la técnica provocan un falseamiento de los resultados de la medición. Mediante el empleo del dispositivo conforme a la invención se pueden obtener magnitudes de medida exactas y por lo tanto también se pueden hacer predicciones exactas respecto a la cantidad de un componente absorbido por la probeta o las piezas de la atmósfera de gas.

Por parte del dispositivo puede estar previsto además que el alojamiento para la probeta presente dos contrasoportes, estando inmovilizado uno de los contrasoportes en su posición con relación al sistema de medición de longitudes. Por lo tanto está previsto un primer contrasoporte no desplazable con respecto al sistema de medición de longitudes, así como un segundo contrasoporte que está situado de modo desplazable tanto con respecto al primer contrasoporte como también con respecto al sistema de medición de longitudes. Una probeta recibida en el alojamiento va sujeta por los extremos por los dos contrasoportes. Al comienzo de la realización del proceso termoquímico las caras frontales de la probeta son planas y asientan con toda la superficie en sus respectivos contrasoportes. En el curso de la realización del proceso y debido a la absorción del componente procedente de la atmósfera de gas llega a producirse una variación de volumen de la probeta, lo que también da lugar a una variación del perfil de la superficie en las dos superficies frontales de la probeta que asientan en los contrasoportes. La variación del perfil superficial se manifiesta a lo largo del tiempo por una variación de altura de las superficies frontales realizadas en un principio planas, de modo que debido al enriquecimiento del componente procedente de la atmósfera de gas en el cuerpo de la probeta se produce también una dilatación del cuerpo de la probeta en dirección longitudinal. Debido a esta variación de longitud en dirección longitudinal se desplaza el contrasoporte situado dispuesto con posibilidad de desplazamiento relativo. Este desplazamiento del contrasoporte es captado por el sistema de medición de longitudes y se transmite a la unidad de cálculo, que basándose en unas reglas de cálculo predeterminadas convierte la variación de longitud captada de la probeta para determinar la cantidad de componente absorbido.

Por lo menos una parte del alojamiento para la probeta está situada preferentemente en el interior de la atmósfera de gas. Con esta medida se asegura que la probeta está expuesta en su mayor parte a la misma atmósfera de gas que las piezas que se van a tratar. Por ello se debe prever preferentemente que todo el alojamiento y la probeta estén dispuestos en el interior de la atmósfera de gas.

El sistema de medición de la longitud está situado preferentemente en el exterior de la atmósfera de gas o por lo menos fuera de la zona calentada de la atmósfera de gas. Una disposición tal ofrece la ventaja de que no está expuesta a la temperatura existente en el interior de la atmósfera de gas o la presión que allí reina. De este modo se pueden evitar de forma ventajosa los falseamientos del resultado de la medición condicionados por influencias exteriores.

El sistema de medición de longitudes es preferentemente un sistema de medición de longitudes de carácter óptico. Preferentemente se emplea un sistema de medición de longitudes que trabaje mediante láser, y que da unos resultados de medición especialmente precisos. Alternativamente se puede prever también emplear un sistema de medición de longitudes de funcionamiento mecánico, que a diferencia de un sistema de medición de longitudes de carácter óptico ofrece la ventaja de ser menos propenso a averías debidas a influencias del exterior.

Preferentemente estará previsto un canal de flujo para la probeta. Como canal de flujo se puede emplear por ejemplo un tubo en cuyo interior esté situada una probeta. El empleo de un canal de flujo ofrece la ventaja de que se puede crear un entorno de flujo definido para la probeta, lo que permite determinar un resultado de medida más exacto.

Preferentemente está previsto un sensor de temperatura. Éste sirve para determinar la temperatura en el interior de las piezas y de la atmósfera que rodea la probeta que según las circunstancias varía en el curso de la realización del proceso. Las variaciones adicionales de longitud de la probeta resultantes de la variación de temperatura se pueden determinar así mediante los valores de temperatura medidos, y se pueden transmitir a la unidad de cálculo que está conectada para efectuar un cálculo de corrección. La determinación de la cantidad de componente transferido se puede determinar entonces a partir de la variación de longitud de la probeta que se ha medido, por una parte, así como de la variación de longitud adicional determinada por la variación de temperatura.

Como probeta se utiliza preferentemente una probeta para la medición continua de la cantidad de un componente transferido en el curso de un tratamiento termoquímico de piezas metálicas desde la atmósfera de gas que rodea las piezas y la cantidad de componente absorbido por las piezas, que tenga una extensión longitudinal que rebase considerablemente la extensión transversal.

Una configuración geométrica tal de la probeta tiene la ventaja de que la variación de volumen provocada por el componente absorbido de la atmósfera de gas se manifiesta especialmente en cuanto a la dilatación longitudinal, con la consecuencia ventajosa de simplificar la realización del proceso. Como probetas pueden utilizarse preferentemente una barra redonda o una probeta realizada como tubo. Para evitar que en el caso de una probeta realizada de forma tubular la superficie envolvente interior absorba el componente procedente de la atmósfera de gas, se puede dotar según necesidad de una capa de recubrimiento impermeable para el componente procedente de la atmósfera.

Otras ventajas y características de la invención se deducen de la descripción de las Figuras siguientes. Éstas muestran:

Fig. 1: un diagrama de la variación del perfil de concentración;

Fig. 2: un diagrama de la variación del perfil longitudinal;

Fig. 3: suponiendo un comportamiento plástico, un diagrama de la variación del perfil de concentración en un momento t_1 ;

Fig. 4: suponiendo un comportamiento plástico, un diagrama de la variación del perfil de concentración en un momento t_2 ;

Fig. 5: un diagrama de la variación del perfil de concentración conforme a un primer paso del proceso;

Fig. 6: un diagrama de la variación del perfil de concentración conforme a un segundo paso del proceso;

Fig. 7: en una representación esquemática, el dispositivo conforme a la invención según un primer ejemplo de realización;

Fig. 8: en una representación esquemática, el dispositivo conforme a la invención según un segundo ejemplo de realización;

Fig. 9: un diagrama de la variación de longitud de una probeta a lo largo del tiempo;

Fig. 10: un diagrama de la variación de la longitud en función de la temperatura, y

Fig. 11: en una representación esquemática, el dispositivo conforme a la invención según una tercera forma de realización.

La Figura 1 muestra en forma de gráfico la variación del perfil de concentración 16 de una probeta en una sección perpendicular a la dirección longitudinal de la probeta. Aquí la referencia 13 designa la coordenada del lugar y la 14 es la coordenada de la concentración. La intersección entre la coordenada del lugar 13 y la coordenada de la concentración 14 está designada por 131, y con respecto a la coordenada del lugar 13 corresponde al borde, es decir a la superficie envolvente de la probeta.

Tal como se puede ver claramente en la variación del perfil de concentración 16, el perfil parte de la concentración máxima en el borde 16a y según progresa la coordenada del lugar 13 desciende hasta el valor 16c, que corresponde esencialmente a la concentración inicial de la probeta antes de llevar a cabo el proceso termoquímico. El punto 16b designa el punto de intersección entre la curva de variación del perfil de concentración 16 y el valor medio 16d del perfil de concentración 16 referido a la concentración del borde 16a y a la concentración inicial 16c.

Dentro del marco de la realización de un proceso termoquímico para el tratamiento de piezas metálicas hay un componente, por ejemplo carbono, que pasa de la atmósfera de gas a la pieza metálica. La aportación de átomos en puestos de retícula intermedios dentro de la retícula metálica de la pieza da lugar a un ensanchamiento de la retícula que a nivel macroscópico da lugar a un aumento de volumen. Este aumento de volumen tiene lugar aproximadamente de forma proporcional a la concentración que ha sido absorbida. En una probeta cuya extensión longitudinal rebasa de forma importante la extensión transversal se puede percibir este aumento de volumen como alargamiento lineal en dirección longitudinal. Si se compara este alargamiento longitudinal con la longitud inicial se obtiene el alargamiento relativo de la probeta en función de la variación de concentración aportada.

Suponiendo un comportamiento elástico lineal de la probeta según la curva 161, la Figura 2 muestra el perfil longitudinal de la probeta a lo largo de la coordenada del lugar 13, tal como se produciría en una probeta al suponer que sus distintas capas se pudieran mover libremente unas respecto a las otras. Debido a la proporcionalidad entre el alargamiento relativo por un lado y la absorción del componente por otro se obtiene un perfil longitudinal 161 que transcurre de modo proporcional al perfil de concentración 162. En el borde, es decir en la zona exterior de la superficie envolvente de la probeta es donde se establece la longitud relativa máxima 161a, mientras que en el interior de la probeta se mantiene invariable la longitud inicial 161c. La recta trazada de líneas y puntos 161d corresponde al valor medio de la variación relativa de longitud.

La variación representada en la Figura 2 parte del supuesto hipotético de que las distintas capas de la probeta tienen libertad de movimiento mecánico entre sí. En realidad sin embargo las distintas capas están unidas entre sí, es decir que no pueden ajustar su longitud libremente de acuerdo con la concentración local de un componente absorbido, de modo que se producen unas tensiones de cortadura. El lugar designado en la Figura 2 por 161b identifica la fibra neutra, es decir aquella línea de la probeta en la que las tensiones de compresión de la zona del borde más enriquecida pasan a las tensiones de tracción del interior de la probeta. Por el efecto de estas tensiones de cortadura el perfil de la variación relativa de longitud 161 representado hipotéticamente en la Figura 2 se deforma dando lugar al perfil efectivo

ES 2 329 342 T3

de variación de longitud 162, es decir que el alargamiento máximo 161a se reduce por la influencia de las tensiones de compresión hasta el valor de alargamiento 162a, mientras que el alargamiento relativo mínimo 161c aumenta hasta el valor 162b debido a la tensión de tracción.

5 Con relación a las Figuras 3 a 4 se supone un comportamiento plástico total. En este caso la Figura 3 muestra el perfil de concentración 16 en un momento t1, y el perfil de concentración 17 en un momento posterior t2. 16a designa la concentración constante en el borde del perfil y 16c corresponde al valor inicial antes de comenzar la difusión de absorción, que en el interior de la probeta está igualmente presente en estos dos momentos. 16b y 17b designan respectivamente el lugar en el que se ha establecido la concentración media correspondiente a los gráficos de trazos 10 16d y 17d en estos dos momentos. La coordenada 132 corresponde al lugar de máxima variación de concentración 17e entre los dos momentos t1 y t2.

El diagrama según la Figura 4 muestra la variación de concentración local según el eje 141 entre los dos momentos t1 y t2 a lo largo del eje de coordenadas del lugar 13, es decir en la dirección de difusión transversal a la dirección 15 longitudinal de la probeta. Aquí la línea de trazos 17f corresponde al aumento de concentración media entre estos momentos.

Para entender el diagrama según la Figura 5, en el que el eje 711 designa a la variación de longitud relativa, se supone que el perfil de partida de la longitud de la probeta en el momento t1 es plano, es decir que a diferencia del ejemplo que se mostró en el caso plenamente elástico de las Figuras 1 y 2, el perfil se va aplanando constantemente durante la difusión de absorción, por la influencia de las tensiones de cortadura. Si se “congelase” este proceso de relajación entre los momentos t1 y t2, se obtendría un perfil de variación de longitud conforme a la curva 18 de la Figura 5, produciéndose la variación de longitud relativa máxima 18e en el valor 132 de la coordenada, y que da lugar a que se forme una zona de tensiones de compresión. En los puntos 18g y 18h la tensión de cortadura negativa pasa 25 a ambos lados a las zonas de la tensión de cortadura positiva. Las zonas de tensión de cortadura de compresión y las dos zonas de tensiones de tracción se han representado con un rayado diferente.

El diagrama según la Figura 6 muestra el segundo paso ideal de la relajación del perfil de longitud relativa 18 según la Figura 5. Aquí se han bajado las zonas del perfil sometidas a tensión de compresión mientras que se han elevado las 30 otras zonas, con lo cual se establece un nivel final común correspondiente al valor medio 18h del perfil longitudinal a lo largo de la superficie común.

En realidad, los pasos de proceso que de modo ideal se han supuesto independientes entre sí en las Figuras 5 y 6, tienen lugar de forma simultánea, es decir que la relajación se superpone a la variación de longitud local diferencial del perfil. Como resultado de este proceso se obtiene entonces un incremento de longitud uniforme de la probeta 35 que es proporcional a la totalidad de la cantidad de componente que ha sido absorbida o al valor medio del perfil de concentración en ese momento. En la práctica, la variación del perfil del extremo frontal de la probeta o su variación de longitud durante los procesos termoquímicos, que se desarrollan a altas temperaturas igual que la carburación, se aproxima a un comportamiento enteramente plástico. En los procesos termoquímicos que tienen lugar a temperaturas 40 más bajas, como p.ej. la nitruración, aumenta la proporción de comportamiento elástico.

La Figura 7 muestra a título de ejemplo un dispositivo para realizar el procedimiento conforme a la invención, empleando para ello un dispositivo mecánico de medición de longitudes 4. En este caso la probeta 1 se encuentra dentro de la atmósfera y a la temperatura del proceso termoquímico en una zona 21. La atmósfera de gas que emite 45 el componente actúa sobre la superficie envolvente de la probeta 1 desde todas las direcciones, de acuerdo con las flechas 2. La probeta descansa con su superficie frontal inferior 12 sobre una placa de contrasoporte 31, que a través de una sujeción 32 está unida al dispositivo de medición de longitudes 4 de tal modo que se impide un desplazamiento relativo entre la placa de contrasoporte y el dispositivo de medición de longitudes 4. En el curso de la difusión de absorción del componente tiene lugar una variación de longitud de la probeta 1 en dirección longitudinal. La variación 50 de longitud se transmite a través de los puntos más altos del perfil de la superficie de los extremos frontales 11 y 12 a la barra 33, quien las retransmite al dispositivo de medición de longitudes 4.

El dispositivo de medición de longitudes 4 puede ser por ejemplo un sistema de medición capacitivo o inductivo, que retransmite los valores medidos a un sistema de tratamiento de datos electrónico que no está representado en las 55 Figuras. El dispositivo de medición de longitudes 4 está situado en una zona 22 que se encuentra fuera de la zona 21.

La Figura 8 muestra una correspondiente disposición del dispositivo conforme a la invención empleando un dispositivo de medición de longitudes 40 de carácter óptico. En comparación con la Figura 7, las piezas que sean de igual construcción llevan los mismos números. La flecha 34 corresponde a la barra de medida 33 de la Figura 7 y representa el rayo de medición del sistema óptico, que puede estar realizado por ejemplo como rayo láser.

Otro método de medición para determinar la variación de longitud de la probeta 1 resulta del empleo de galgas extensométricas. Éstas se aplican en la dirección longitudinal de la probeta, sobre ésta, y a continuación sufren al mismo tiempo la variación de longitud de la superficie envolvente de la probeta. En este caso, el valor de dilatación 65 compensado con la temperatura se puede retransmitir entonces también a un sistema de tratamiento de datos para la evaluación de la variación de longitud que se ha medido.

ES 2 329 342 T3

La Figura 9 muestra un diagrama típico de la variación de longitud de una probeta a lo largo del tiempo tal como se mide por ejemplo con una disposición de proceso conforme a la Figura 7 durante la carburación de una probeta de acero Ck 15. En este caso la flecha 70 representa el eje de tiempos y la flecha 71 el eje de variación de longitud. El trozo de curva 73 designa la variación de longitud que aparece durante el proceso de calentamiento bajo una atmósfera de gas inerte, y que va a continuación de la conversión de la estructura inicial, donde según el punto 74 la estructura se convierte en austenita. El trozo de curva 75 corresponde a la dilatación hasta alcanzar un régimen de temperatura constante. Hasta este momento, la curva de dilatación se corresponde con una curva de medición dilatométrica convencional.

En el punto 76 se sustituye la atmósfera de gas inerte por una atmósfera carburante, p.ej. una mezcla de monóxido de carbono, hidrógeno y propano. Inmediatamente se observa un alargamiento de la probeta, que si el tiempo de tratamiento es suficientemente largo pasa a la saturación del trozo de curva 77a. En este estado, la concentración en el conjunto de la probeta se encuentra en equilibrio con la actividad del carbono de la atmósfera de gas. En el ejemplo representado se ha supuesto que esta saturación se encuentra cerca del límite de solubilidad del carbono en la austenita, es decir en la línea Azm del diagrama hierro-carbono metaestable.

El trozo de curva 78a corresponde al enfriamiento de la probeta, iniciándose en el punto 79 la segregación de cementita secundaria y en el punto 79b la segregación de perlita. En el presente ejemplo se ha supuesto que el valor de saturación se encuentra en la zona hipereutectoide. Si la saturación de la probeta en cambio se encuentra en el campo hipoeutectoide entonces el punto 79a correspondería a la segregación de ferrita.

En los ensayos de carburación que no se han llevado hasta el equilibrio de saturación con la atmósfera de gas, al sustituir por ejemplo la atmósfera de gas carburante por gases inertes, el trozo de curva se corta súbitamente después del punto 76 para alcanzar el nivel de saturación 77a, y casi inmediatamente pasa a una línea horizontal. Dado que en este momento existe en la probeta un perfil descendente desde el exterior hacia el interior, la variación de longitud de la curva tal como se produce durante el enfriamiento de forma análoga a los puntos 79a y 79b, corresponde a la superposición de las conversiones de diferentes aleaciones que contienen carbono.

La Figura 10 muestra los ensayos antes descritos en un diagrama de variación de longitud en función de la temperatura. Aquí la flecha 72 representa el eje de temperaturas y la flecha 71 la variación de longitud relativa.

El trozo de curva 731 al 761 representa el calentamiento de la probeta en atmósfera inerte, estando terminada la conversión en austenita en el punto 741. Entre los puntos 761 y 771a tiene lugar a continuación la variación de longitud isotérmica, que se debe al proceso de carburación. El trozo de curva 771a - 781a - 791a - 791 b corresponde al enfriamiento de la probeta después de la carburación, con las conversiones en los puntos 791a y 791b.

La Figura 11 muestra un ejemplo de dispositivo para medir la variación de longitud de una probeta de acuerdo con el procedimiento según la invención. En este caso el cuerpo de la probeta 1 descansa con una superficie frontal 12 sobre una placa de contrasoporte 31, y con la otra superficie frontal 11 hace tope contra una barra 331 que representa un segundo contrasoporte con respecto a la probeta 1. Durante el proceso termoquímico, la probeta está expuesta a altas temperaturas, mientras que el dispositivo de medición de longitudes propiamente dicho, que opcionalmente puede estar montado sobre una brida enfriada 324 y que a su vez va adosada de forma estanca a los gases con la pared 5 respecto al reactor termoquímico, está expuesta esencialmente a un nivel de temperaturas próximo a la temperatura ambiente, formándose un gradiente de temperatura de fuerte pendiente. Por este motivo las variaciones de longitud de la probeta quedan superpuestas por las variaciones de longitud de la barra 331 y del soporte de la placa de contrasoporte 31. Para que estos efectos interferentes se mantengan en un nivel reducido se fabrica la barra 331 de material cerámico, p.ej. de cuarzo. Parar ello es de gran importancia que la superficie frontal de la barra de cuarzo que está en contacto con la superficie frontal 11 de la probeta esté rectificadas completamente plana y que su diámetro sea superior al de la probeta con el fin de tener la seguridad de que todos los puntos de la superficie frontal 11 están en contacto con la superficie frontal de la barra de cuarzo.

Con el fin de compensar en el gradiente de temperatura las variaciones de longitud de la barra 31, que si bien son reducidas sin embargo todavía siguen existiendo a causa de su longitud, se ajusta igualmente la distancia de la placa de contrasoporte 31 respecto a la brida 324 por medio de una barra 322, que es preferentemente del mismo material cerámico que la barra 331. Dado que en caso de carga mecánica los materiales cerámicos tienen un comportamiento de acritud se sitúa la placa de contrasoporte 31 en un tubo metálico 321 resistente a altas temperaturas, que con el anillo metálico 323 aprieta contra un muelle de compresión 325 que se encuentra en un orificio 325 del bloque 324. La barra cerámica 322 que por abajo está firmemente unida a la placa de contrasoporte 31 por medio del tubo metálico 321 se adapta de este modo contra el bulón metálico unido por el extremo frontal con el bloque 324. La gran dilatación del tubo metálico 321 que tiene lugar durante la variación de temperatura se manifiesta por lo tanto únicamente en una variación de la compresión del muelle 325, mientras que la distancia entre la placa de contrasoporte 31 y el bloque metálico 324 viene determinada por la longitud de la barra cerámica 322, que ha sufrido menor alteración.

La medición de longitud propiamente dicha tiene lugar en el ejemplo según la Figura 11 por un método inductivo, al llevar la barra cerámica 331 en la parte superior un cuerpo metálico cilíndrico 411 cuyo desplazamiento es percibido por la bobina de medición inductiva 421 a través de la pared 420.

ES 2 329 342 T3

Está previsto también un sensor de temperatura 6, tal como por ejemplo un termoelemento de envolvente que a través de un orificio de paso 61 pasa a través de la brida 324 y está conectado al sistema de captación de datos por medio de la conexión 62. Los valores medidos, tanto del dispositivo de medición de longitudes como del sensor de temperatura se conducen a un sistema de tratamiento de datos que no está representado en la Figura, y a continuación se convierten mediante el correspondiente programa electrónico de cálculo en un perfil de concentración del componente en la probeta.

Una ventaja esencial del procedimiento es la circunstancia de que la geometría de difusión se puede variar dentro de amplios límites y por lo tanto se puede adaptar a la actividad y duración del proceso termoquímico que se trata de controlar, p.ej. desde un tubo con un espesor de pared de 0,1 mm hasta un cuerpo macizo cilíndrico con un diámetro de 6 mm y superior. Además se puede elegir también la aleación de la probeta para que coincida con el material de las cargas que se trata de controlar, de modo que los resultados de la medición se puedan aplicar directamente al comportamiento de la carga.

A continuación se expondrá la realización del procedimiento de control conforme a la invención sirviéndose del ejemplo del proceso de cementación:

En el caso de tiempos de carburación cortos se puede suponer con amplia independencia de la forma de la pieza, un proceso de difusión no estacionario unidimensional. Si la probeta tiene suficiente espesor de pared, p.ej. si es un cilindro macizo con diámetro exterior suficientemente grande, esto también es aplicable para la probeta. El coeficiente de difusión para un material determinado es una constante del material para una temperatura conocida, mediante la cual se puede calcular de forma sencilla el perfil de difusión conociendo la concentración de carbono en el borde. En estado de equilibrio, la concentración en el borde es función de la actividad del carbono de la atmósfera de gas, que se puede calcular a partir de la composición del gas y convertir en una concentración de carbono mediante la característica de solubilidad del acero y empleando los coeficientes de actividad de la aleación. Ahora bien, la magnitud del coeficiente de transferencia del material de carbono desde la atmósfera de gas a la superficie de la retícula metálica, no se conoce. El perfil se puede calcular en la forma siguiente: Basándose en el procedimiento conforme a la invención se conoce en todo momento la cantidad de carbono que ha penetrado en conjunto en la probeta. De ahí se deduce directamente el flujo de masa de carbono referido a la unidad de tiempo y de superficie. El dispositivo conforme a la invención es por lo tanto un sensor de flujo C que mide directamente. Basándose en datos de difusión conocidos y por medio de la ecuación de Arrheius se calcula el coeficiente de difusión del carbono en la aleación, para la temperatura empleada. Sirviéndose de una solución de la ecuación de difusión no estacionaria para coordenadas cilíndricas se determina la concentración en el borde que con el coeficiente de difusión conocido da lugar durante el tiempo transcurrido al contenido medio de carbono que se ha medido. Esta concentración del borde se convierte por medio de la ecuación no estacionaria en un perfil de concentración dentro del marco de la geometría de la pieza.

Los procesos antes descritos para el caso de cementación se pueden aplicar debidamente también para otros procesos termoquímicos, p.ej. proceso de nitruración.

Si dentro del marco de un proceso de carburación se varía la temperatura entonces se puede determinar a pesar de ello exactamente la variación de contenido de carbono. Para este fin se resta la variación de longitud que resulta dentro del campo de temperatura considerado, debido al coeficiente de dilatación lineal de la austenita, de la variación de longitud total. La cantidad restante de variación de longitud corresponde a la cantidad relativa del carbono absorbido por la probeta.

REIVINDICACIONES

5 1. Procedimiento para la medición continua de la cantidad de un componente cedido por la atmósfera de gas que rodea las piezas durante el tratamiento termoquímico de piezas metálicas, y absorbida por las piezas, donde una probeta cuya extensión longitudinal que rebasa notablemente su extensión transversal se expone al efecto de la atmósfera de gas, se mide la variación de longitud de la probeta a lo largo del tiempo en dirección longitudinal causada debido a la absorción del componente cedido por la atmósfera de gas, y se emplea la variación de longitud que se ha medido para determinar la cantidad del componente transferido desde la atmósfera de gas a la probeta.

10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la probeta y las piezas se exponen al efecto de la atmósfera de gas a una misma temperatura.

3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado** porque éste tiene lugar de forma isotérmica.

15 4. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado** porque se realiza durante temperaturas variables, compensándose mediante cálculo las variaciones adicionales de longitud de la probeta que han sido originadas por las variaciones de temperatura.

20 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque para determinar la cantidad y distribución del componente transferido se utiliza la magnitud de variación del perfil superficial que se produce en el curso de un enfriamiento definido de la probeta, preferentemente la variación de longitud de la probeta en dirección longitudinal y/o el campo de temperatura de esta variación.

25 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque en el caso de emplearse una probeta de forma tubular la absorción del componente solamente tiene lugar a través de la superficie envolvente exterior.

30 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque en el caso de utilizarse una probeta de forma tubular la absorción del componente tiene lugar a través de la superficie envolvente exterior y la interior.

8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque como componente se emplea carbono.

35

40

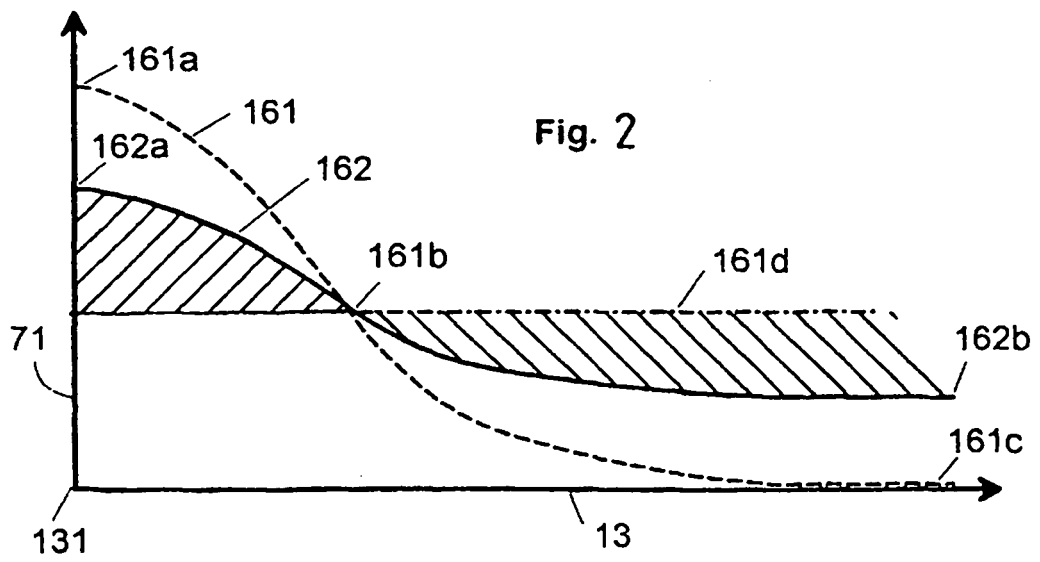
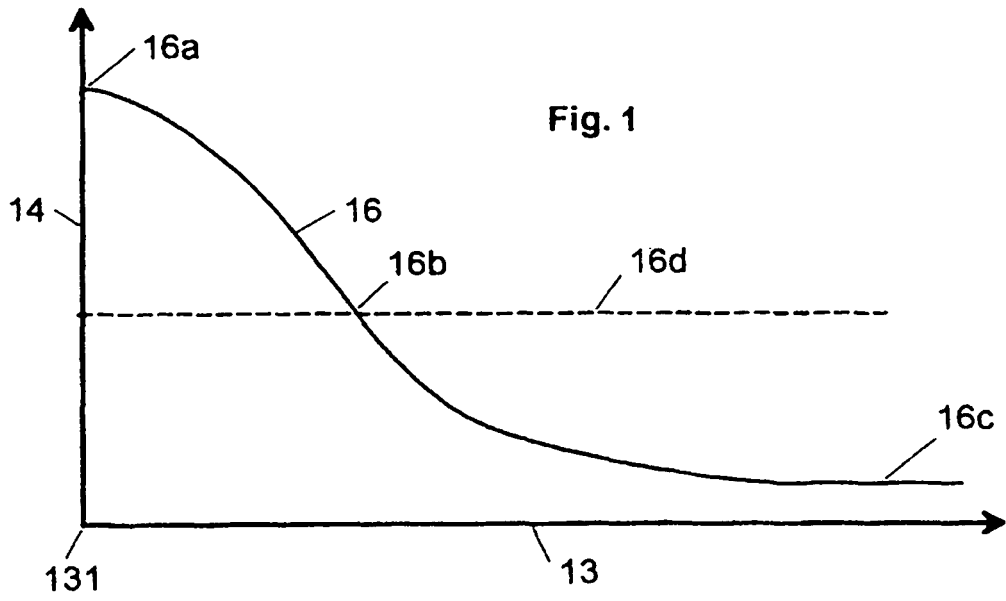
45

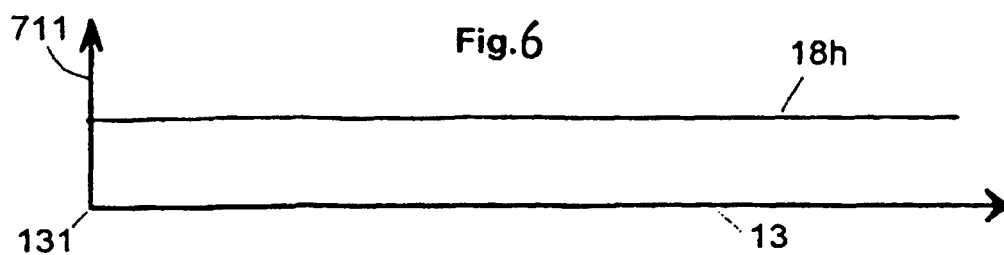
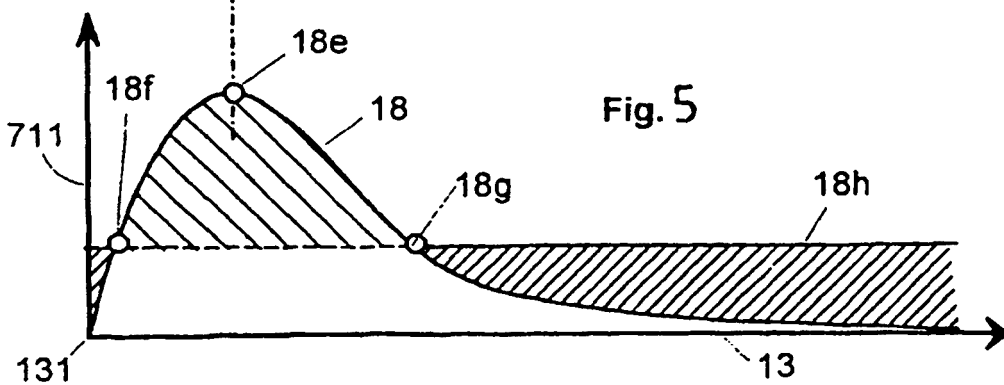
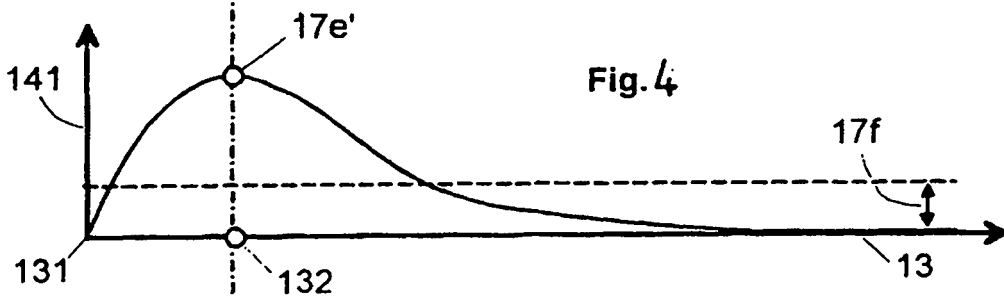
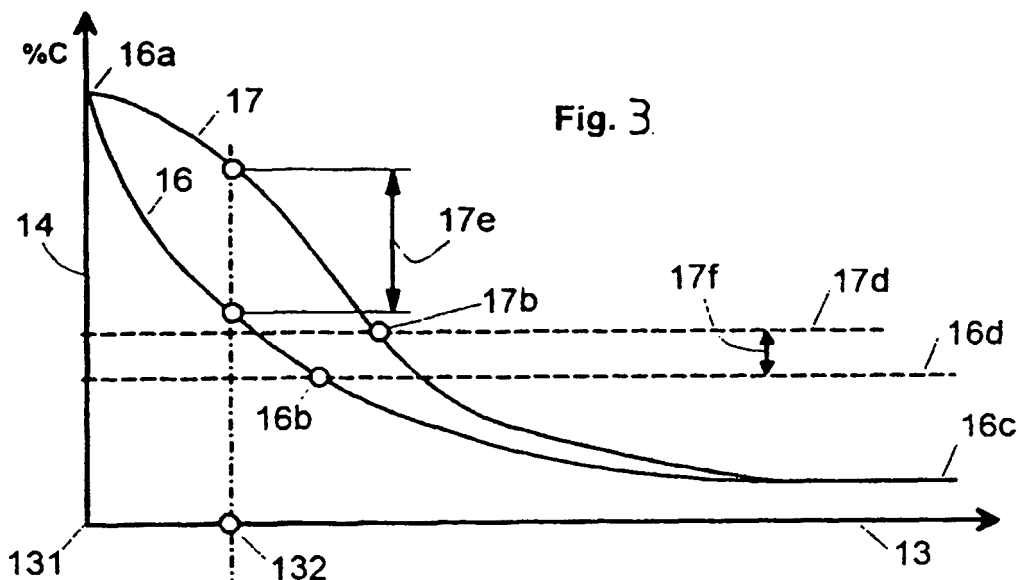
50

55

60

65





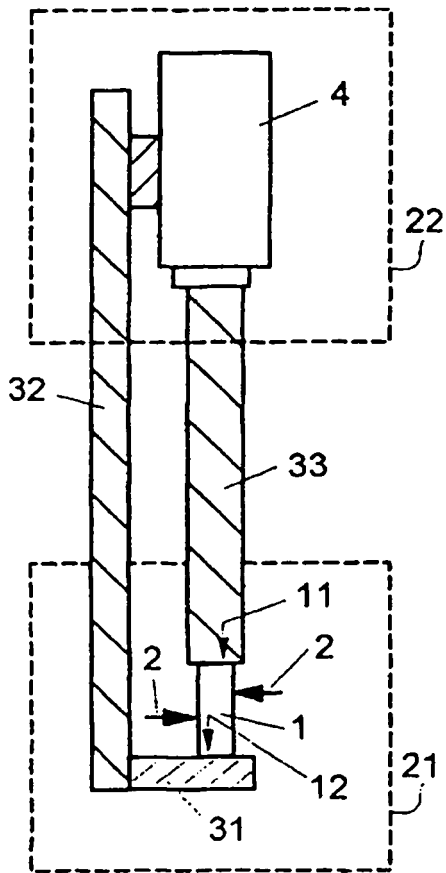


Fig. 7

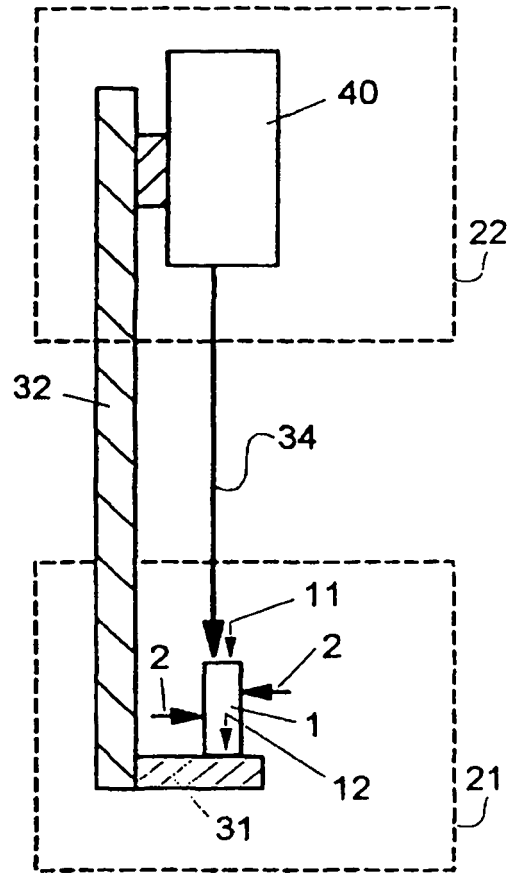


Fig. 8

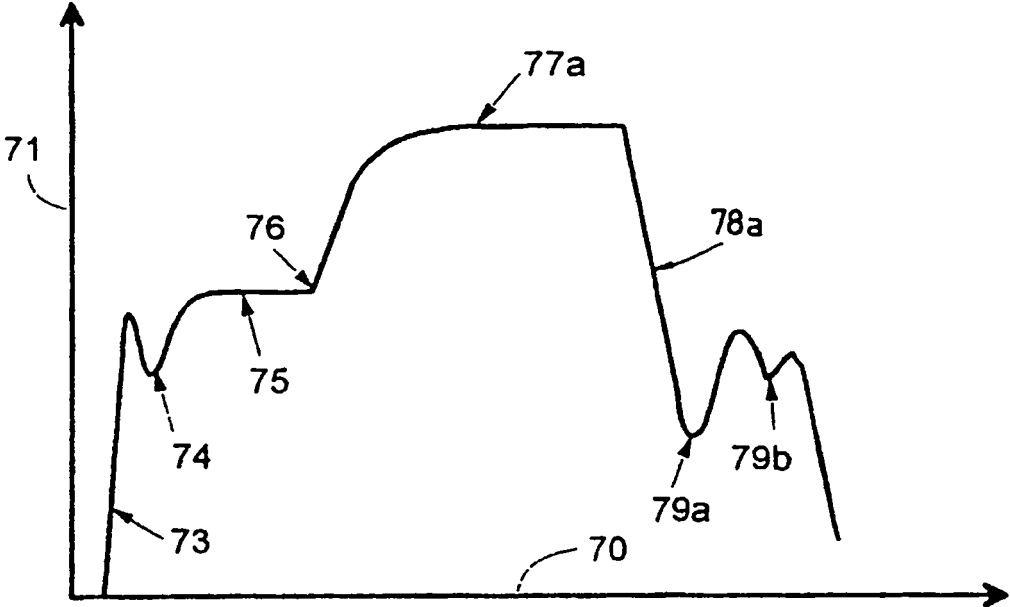


Fig. 9

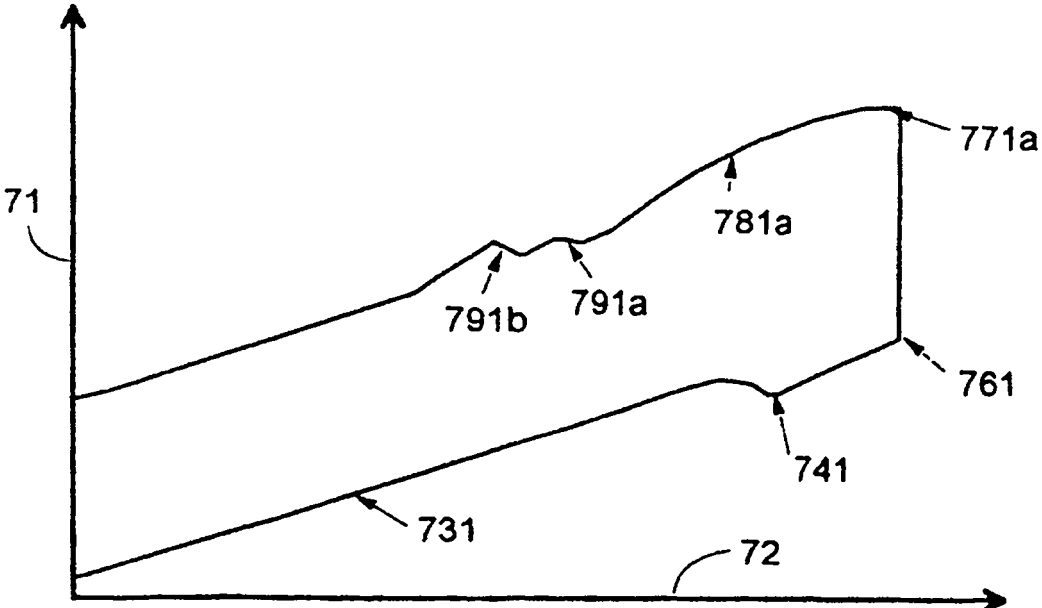


Fig.10

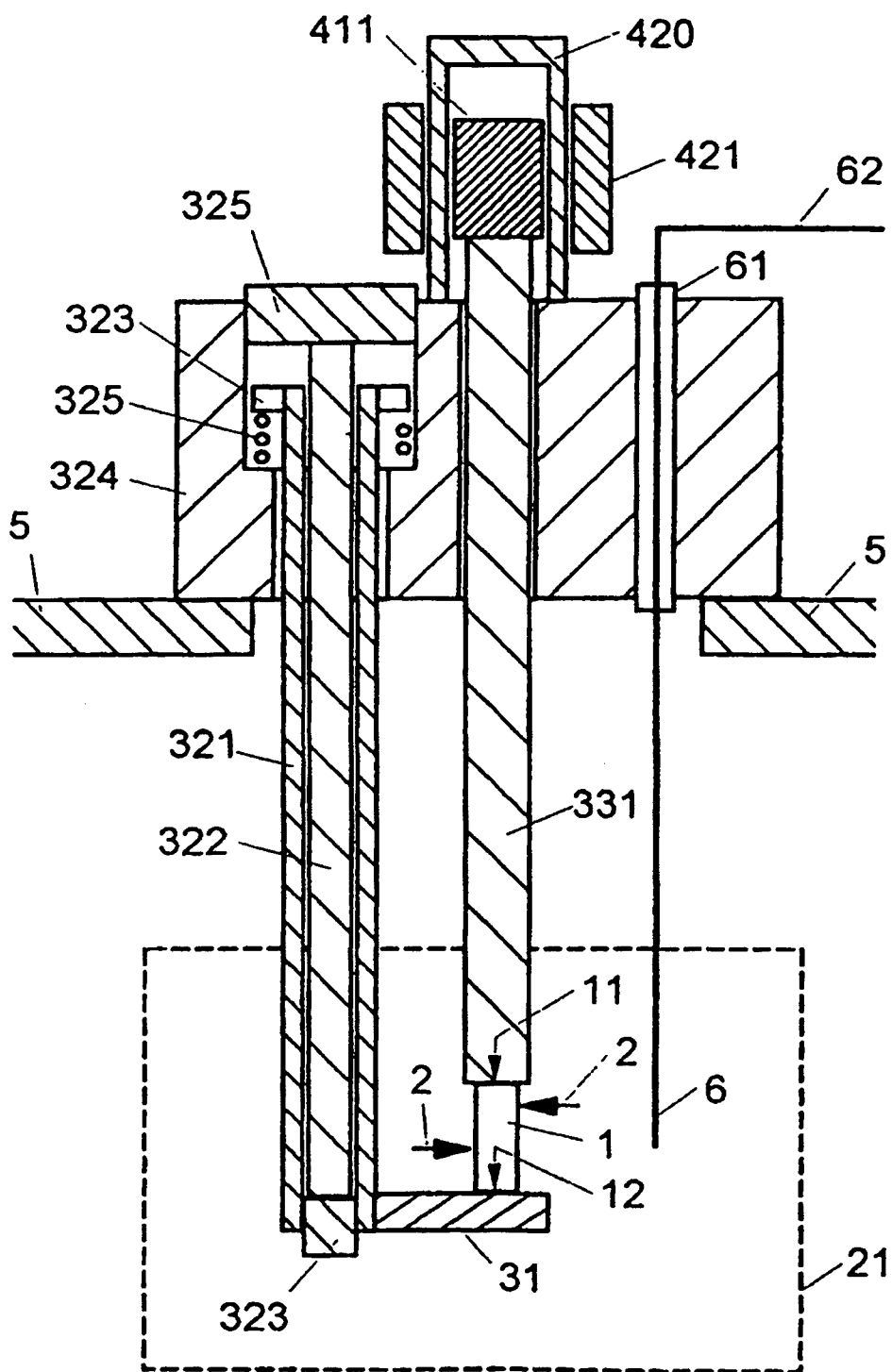


Fig. 11