

**EVALUACIÓN ELECTROQUÍMICA DE LAS PROPIEDADES SUPERFICIALES
DE UN ACERO AISI 420 MODIFICADO SUPERFICIALMENTE CON IONES DE
NITRÓGENO**

LUZ AMPARO REYES GARCIA

LEIDY SILVANA CHACON VELASCO

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA
2012**

**EVALUACIÓN ELECTROQUÍMICA DE LAS PROPIEDADES SUPERFICIALES
DE UN ACERO AISI 420 MODIFICADO SUPERFICIALMENTE CON IONES DE
NITRÓGENO**

LUZ AMPARO REYES GARCIA

LEIDY SILVANA CHACON VELASCO

Tesis de Grado para Obtener el Título de Ingeniera Metalúrgica

Director

DARIO YESID PEÑA BALLESTEROS

Ingeniero Metalúrgico, Ph. D.

Codirector

M.Sc. ELY DANNIER V. NIÑO

Profesor Asistente Universidad Pontificia Bolivariana

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA
2012**

DEDICATORIA

Primero doy gracias a Dios y a la Virgen por iluminarme en cada etapa de mi vida y permitirme culminar mi carrera.

Gracias a una mujer maravillosa, amorosa y trabajadora, mi madre Amparo García, por ser un ejemplo de entrega incondicional, por su apoyo durante toda mi vida, siempre esta ahí para alegrarse con mis triunfos y levantarme cuando tropiezo. A ella le dedico este logro de mi vida.

A mi padre Gustavo Reyes, gracias por apoyarme y enseñarme que con esfuerzo y dedicación todo es posible.

A Jan Carlos, por estar siempre a mi lado, brindándome su apoyo, paciencia y lo más importante su amor, que ha sido vital para continuar este largo camino.

Le doy infinitas gracias a mi mamá Elisa, mi tía Leonor, mis primas hermanas Claudia, Marisol, Yomara, Paula y Elvia, mis primos Donny, Yhon, Ramiro, Carmelo y demás familiares, por su apoyo y ejemplo de unión, amor y colaboración.

Finalmente agradezco a mis grandes amigas, Leidy, Yuly, Elvia y Janine, porque junto a ellas he vivido momentos muy especiales y aprendí el valor de la amistad, además han sido una parte importante de mi vida, espero contar siempre con su apoyo y cariño. Las quiero mucho.

LUZ AMPARO REYES GARCIA

DEDICATORIA

“Más a...DIOS GRACIAS, el cual nos lleva siempre en triunfo en Cristo Jesús, y por medio de nosotros manifiesta en todo lugar el olor de su conocimiento”. 2 Corintios 2:14

Siempre has estado a mi lado, brindándome paciencia, sabiduría, y guiándome en cada paso que doy.

*A mis Padres **Maritza** y **Hernando** que han creído en mí, con Amor y bondad me han esperado, siendo una fuente de ánimo y compañía.*

Madre Te Amo... Papi... Te Admiro.

*A mis Hermanos **Alba**, Paola y Elvis que con su cariño y amistad siempre me han apoyado. A los Bebes hermosos Andrés & Keren, mis sobrinos, ustedes son los motores de mi vida con sus sonrisas y abrazos me brindan cada día un motivo para seguir.*

A Mis abuelitas Ligia y Carmen, quienes siempre me llevan en sus oraciones; gracias tía Esperanza has sido un gran apoyo durante mi carrera. Y a toda mi familia.

***Luz & Yuly** el Logro es de las tres, son mis mejores amigas, mis hermanas, las amo con todo mi corazón han estado en las alegrías y tristezas de este camino que juntas iniciamos y aunque nadie nos dijo que sería fácil hoy doy gracias a Dios por tenerlas en mi vida.*

A todos mis amigos y compañeros quienes con sus palabras de ánimo me dieron aliento para nunca desfallecer: Mono, Mope, Moní, Mauro, floren, Janine, Kty, Yura, Alexandra, Lili, Ilse, Roger, Xime, Adri.

A todos mis alumnos que formaron parte de mi trabajo y significaron un gran apoyo en mi carrera.

A los que ya no están Key aquí les dedico este logro por risas compartidas, apoyo y compañía en esos buenos y malos momentos, siempre los recuerdo y los extraño. A tí D.J.

Leidy Silvana Chacón Velasco

AGRADECIMIENTOS

A nuestro profesor y director Darío Yesid Peña Ballesteros, por su apoyo y colaboración durante el desarrollo del proyecto.

A Ely Dannier Niño nuestro codirector por su paciencia, sus enseñanzas, por dedicarnos parte de su tiempo y colaborarnos en todo momento.

Al grupo de Investigación en Tecnología del Plasma y Corrosión (FITEK), por sus servicios prestados, en especial a Fredy Parada por su ayuda.

Al Grupo de Investigaciones en Corrosión (GIC), al Grupo de Investigación de Óptica y Tratamiento de Señales (GOTS), a su director, el Profesor Arturo Plata, y a Carolina por su colaboración.

A los profesores Luis Orlando Aguirre, Custodio Vásquez, Arnaldo Vaquero, Hugo Estupiñan, Luz Amparo Quintero, Iván Uribe, Orlando José Gómez, y a todos los profesores que nos dieron sus conocimientos y enseñanzas durante nuestra vida universitaria.

A los técnicos de la escuela de Ingeniería Metalúrgica Ambrosio, Mario, Javier y Domingo quienes siempre nos colaboraron y nos prestaron su ayuda.

A todos nuestros compañeros y amigos con los que compartimos buenos y malos momentos durante nuestra carrera. En especial a Edwin Mauricio Macabeo y Martha Sofía Reyes por ayudarnos incondicionalmente.

TABLA DE CONTENIDO

Pág.		
	INTRODUCCIÓN	22
1	OBJETIVOS	23
1.1	GENERAL	23
1.2	ESPECÍFICOS	23
2	MARCOREFERENCIAL	24
2.1	ACEROS INOXIDABLES	24
2.1.1	CLASIFICACIÓN DE LOS ACEROS INOXIDABLES	24
2.2	ACEROS INOXIDABLES MARTENSÍTICOS	25
2.2.1	DESCRIPCIÓN DEL ACERO AISI 420	25
2.3	IMPLANTACIÓN IÓNICA	27
2.3.1	BOMBARDEO IÓNICO	27
2.3.2	IMPLANTACIÓN IÓNICA 3-DIMENSIONAL	28
2.3.3	IMPLANTACIÓN IÓNICA DE NITRÓGENO	29
2.3.4	SUPERFICIES IMPLANTADAS	30
3.	ESTADO DEL ARTE	31
4.	DISENO METODOLÓGICO	35
4.1	REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	36
4.2	MUESTRAS ANALIZADAS	36
4.2.1	PREPARACIÓN METALOGRAFICA	37
4.3	MODIFICACIÓN SUPERFICIAL	37
4.3.1	LIMPIEZA POR BOMBARDEO IÓNICO (SPUTTERING)	38

4.3.2	IMPLANTACIÓN IÓNICA TRIDIMENSIONAL (3DII)	38
4.4	DISEÑO EXPERIMENTAL ESTADÍSTICO	39
4.5	CARACTERIZACIÓN DE LAS PROBETAS	40
4.5.1	ANÁLISIS METALOGRÁFICO	40
4.5.2	DUREZA	40
4.5.3	PERFIL DE MICRODUREZA	41
4.5.4	MEDIDAS ELECTROQUÍMICAS	42
4.5.4.1	ESPECTROSCOPÍA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA	43
4.5.4.2	RESISTENCIA A LA POLIZACIÓN LINEAL (RP)	44
4.5.4.3	EXTRAPOLACIÓN DE TAFEL	45
4.5.5	MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)	46
4.5.6	DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)	47
5.	RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	50
5.1	ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL	50
5.2	MEDIDA DE LA DUREZA	50
5.3	MEDIDA DE LA MICRODUREZA	52
5.4	MEDIDAS ELECTROQUÍMICAS	53
5.4.1	RESISTENCIA A LA POLIZACIÓN	53
5.4.2	ESPECTROSCOPÍA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA	55
5.4.3	EXTRAPOLACIÓN DE TAFEL	59
5.4.4	CIRCUITOS EQUIVALENTES PROPUESTOS	62
5.4.5	CAMBIO EN LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN DE LAS PROBETAS TRANSCURRIDOS LOS DÍAS	64
5.5	MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	66

5.6	DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)	71
6	CONCLUSIONES	73
	RECOMENDACIONES	75
	BIBLIOGRAFÍA	76
	ANEXOS	78

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Clasificación de los aceros inoxidable	25
Figura 2 Efectos del bombardeo iónico dependiendo de la energía	29
Figura 3. (a)Dispositivo JUPITER, (b) Cámara de descarga del reactor JUPITER	29
Figura 4. Diagrama de flujo del diseño metodológico utilizado en la Investigación	35
Figura 5. Dimensiones de la probeta AISI 420	36
Figura 6. Durómetro Wilson Rockwell Hardness Tester	41
Figura 7. Microdurómetro Indentec Zwick/Roell ZHV VG-109T	42
Figura 8. Disposición de las probetas inmersas en solución electrolítica de NaCl al 3%, implantadas y no implantadas	43
Figura 9. (a)Equipo utilizado en el desarrollo de las pruebas electroquímicas, (b) celda electroquímica	43
Figura 10. Curva de extrapolación de Tafel	45
Figura 11. Microscopio electrónico de barrido	47
Figura 12. Difractómetro BRUKER modelo D8 ADVANCE	49
Figura 13. Montaje de las muestras en el equipo	49
Figura 14. Micrografía a 40x revelada con acético gliceregía	50
Figura 15. Diagrama de dureza con respecto a la superficie implantada y no implantada	51
Figura 16. Diagrama de microdureza con respecto a la superficie implantada y no implantada	52

Figura 17.	Curvas RP para las probetas sin implantar, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días	53
Figura 18.	Curvas Rp para las probetas Implantadas a 30 minutos, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días	54
Figura 19.	Curvas Rp para las probetas Implantadas a 90 minutos, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días	54
Figura 20.	Curvas Nyquist para las probetas sin implantar, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7 14 y 21 días	56
Figura 21.	Curvas Nyquist para las probetas Implantadas a 30 minutos, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días	57
Figura 22.	Curvas Nyquist para las probetas Implantadas a 90 minutos, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días	58
Figura 23.	Curvas Tafel para las probetas sin implantar, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días	59
Figura 24.	Curvas Tafel para las probetas Implantadas a 30 minutos, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días	60
Figura 25.	Curvas Tafel para las probetas Implantadas a 90 minutos, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días.	61
Figura 26.	Circuito equivalente en paralelo propuesto en probetas implantadas y no implantadas	63
Figura 27.	Tiempo de inmersión Vs Vcorrosión probeta implantada a 30 minutos	65
Figura 28.	Tiempo de inmersión Vs Vcorrosión probeta implantada a 90 minutos	65
Figura 29.	Tiempo de inmersión Vs Vcorrosión probeta no implantada	66
Figura 30.	Micrografía de las probetas (a) no implantada, (b) implantada a 30 minutos, (c) implantada a 90 minutos, expuestas a 14 días de inmersión.	67

Figura 31.	Espectro y composición de los elementos presentes en la superficie de las probetas (a)No Implantadas, (b) Implantadas a 30minutos (c) Implantadas a 90 minutos, expuestas a 14 días de inmersión.	69
Figura 32.	Superposición de los perfiles de difracción de las muestras metálicas	72
Figura 33.	Micrografía de la Probeta implantada a 30 minutos, expuesta a 0 días de inmersión	78
Figura 34.	Espectro y composición de la superficie de la probeta implantada a 30 minutos, expuesta a 0 días de inmersión	78
Figura 35.	Micrografía de laProbeta implantada a 90 minutos, expuesta a 7 días de inmersión	79
Figura 36.	Espectro y composición de la superficie de la probeta implantada a 90 minutos, expuesta a 7 días de inmersión	79
Figura 37.	Micrografía de laProbeta no implantada, expuesta a 21 días de inmersión	80
Figura 38.	Espectro y composición de la superficie de la probeta no implantada, expuesta a 21 días de inmersión	80
Figura 39.	Circuito equivalente probeta implantada a 30 minutos; 0 días de inmersión	80
Figura 40.	Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 30 minutos; 0 días de inmersión	81
Figura 41.	Circuito equivalente probeta implantada a 30 minutos; 7 días de inmersión	82
Figura 42.	Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 30 minutos; 7 días de inmersión	82
Figura 43.	Circuito equivalente probeta implantada a 30 minutos; 14 días de inmersión	83

Figura 44.	Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 30 minutos; 14 días de inmersión	83
Figura 45.	Circuito equivalente probeta implantada a 30 minutos; 21 días de inmersión	84
Figura 46.	Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 30 minutos; 21 días de inmersión	84
Figura 47.	Circuito equivalente probeta implantada a 90 minutos; 0 días de inmersión	85
Figura 48.	Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 90 minutos; 0 días de inmersión	85
Figura 49.	Circuito equivalente probeta implantada a 90 minutos; 7 días de inmersión	86
Figura 50.	Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 90 minutos; 7 días de inmersión	86
Figura 51.	Circuito equivalente probeta implantada a 90 minutos; 14 días de inmersión	87
Figura 52.	Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 90 minutos; 14 días de inmersión	87
Figura 53.	Circuito equivalente probeta implantada a 90 minutos; 21 días de inmersión	88
Figura 54.	Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 90 minutos; 21 días de inmersión	88
Figura 55.	Circuito equivalente probeta no implantada; 0 días de inmersión	89
Figura 56.	Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta no implantada; 0 días de inmersión	89
Figura 57.	Circuito equivalente probeta no implantada; 7 días de inmersión	90
Figura 58.	Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental,	90

probeta no implantada; 7 días de inmersión

Figura 59. Circuito equivalente probeta no implantada; 14 días de 91
inmersión

Figura 60. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, 91
probeta no implantada; 14 días de inmersión

Figura 61. Circuito equivalente probeta no implantada; 21 días de 92
inmersión

Figura 62. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, 92
probeta no implantada; 21 días de inmersión

LISTA DE TABLAS

		Pág.
Tabla1.	Propiedades mecánicas del acero AISI 420	26
Tabla2.	Composición química del acero AISI 420	26
Tabla 3.	Composición química del acero AISI 420 en porcentaje enPeso	37
Tabla 4.	Parámetros de limpieza para el sputtering	38
Tabla 5.	Parámetros de la descarga para la implantación con iones de Nitrógeno	39
Tabla 6.	Distribución de las probetas implantadas y no implantadas superficialmente	39
Tabla 7.	Parámetros utilizados en pruebas EIS según norma ASTM G106	42
Tabla 8.	Parámetros utilizados en pruebas de Resistencia a la Polarización Lineal basados en la norma ASTM G5	45
Tabla 9.	Parámetros utilizados en pruebas de extrapolación Tafel según la norma ASTM G3-99	46
Tabla 10.	Parámetros utilizados para la técnica de DRX	48
Tabla 11.	Velocidad de corrosión obtenida mediante los ensayos de RP	55
Tabla 12.	Velocidad de corrosión obtenida mediante los ensayos de Tafel	62
Tabla 13.	Valores obtenidos por medio del circuito equivalente para el aceroimplantado a 30 y 90 minutos y sin implantar	64
Tabla 14.	Resultados cuantitativos obtenidos mediante la microscopia electrónica de barrido	71

ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	78
ANEXO B. CIRCUITOS EQUIVALENTES (SIMULACION ZVIEW)	81

RESUMEN

TITULO: EVALUACIÓN ELECTROQUÍMICA DE LAS PROPIEDADES SUPERFICIALES DE UN ACERO AISI 420 MODIFICADO SUPERFICIALMENTE CON IONES DE NITRÓGENO*

AUTORES: REYES GARCIA, Luz Amparo, CHACON VELAZCO, Leidy Silvana**

PALABRAS CLAVES: Acero AISI 420, Implantación Iónica tridimensional (3DII), Implantación con iones de nitrógeno, Velocidad de corrosión, Pruebas electroquímicas, Microscopia electrónica de barrido.

DESCRIPCIÓN:

Los aceros inoxidables martensíticos son utilizados en diferentes aplicaciones como la industria del petróleo y para uso quirúrgico, en este caso el acero AISI 420 se ha empleado en la fabricación de instrumental quirúrgico, el cual presenta problemas de corrosión uniforme y picadura.

Por ello, se somete el acero AISI 420 a una implantación iónica utilizando el método 3DII (Three-Dimensional Ion Implantation), para mejorar las propiedades de superficies metálicas, y comprender los mecanismos básicos que producen estas modificaciones. La implantación iónica tridimensional, consiste en una descarga pulsada de alto voltaje a bajas presiones. Los pioneros en el estudio de este tipo de descarga fueron Klarfeld, Pokrovskaya-Soboleva y McClure

La presente investigación busca evaluar las propiedades electroquímicas del acero AISI 420 no implantado e implantado con iones de Nitrógeno, después de ser sumergidos por 21 días en solución electrolítica de NaCl al 3%, utilizando pruebas de dureza y microdureza, microscopía electrónica de barrido y técnicas electroquímicas como: Extrapolación de Tafel, Rp, y EIS.

Los resultados indican que las muestras con menor velocidad de corrosión fueron las implantadas a 30 y 90 minutos, siendo inferiores en un 80% respecto a las muestras sin tratamiento superficial después de 21 días en la solución.

*Trabajo de grado.

**Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica. Director: Darío Yesid Peña Ballesteros, Codirector: Ely Dannier Niño.

ABSTRACT

TITLE: ELECTROCHEMICAL EVALUTATION OF THE SURFACE PROPERTIES IF AISI 420 STEEL SUPERFICIALLY MODIFIED WITH NITROGEN IONS*

AUTHORS: REYES GARCIA, Luz Amparo; CHACON VELASCO, Leidy Silvana**

KEYWORDS: Steel AISI 420, three-dimensional ion implantation (3DII), ion implantation of nitrogen, corrosion rate, electrochemical test, scanning electron microscopy.

DESCRIPTION:

Martensitic stainless steels are used in various applications such as oil and for surgical use; in this case the steel AISI 420 steel was used in the manufacture of surgical instruments, which presents problems of uniform corrosion and pitting.

Therefore, the steel AISI 420 steel is subjected to an ion implantation using the method 3DII (Three-Dimensional Ion Implantation) to improve the properties of metal surfaces, and understand the basic mechanisms that produce these modifications. The three-dimensional ion implantation is a high-voltage pulsed discharge at low pressures. The pioneers in the study of this discharge type were Klarfeld, Pokrovskaya-Soboleva and McClure.

This study intends to evaluate the electrochemical AISI 420 steel properties not implanted and implanted with ions of nitrogen, after being submerged in electrolyte solution 21 days in 3% NaCl, using hardness testing and micro hardness, scanning electron microscopy and electrochemical techniques such as Tafel extrapolation, R_p , and EIS.

The results indicate that the samples with smaller speed of corrosion were the implanted at 30 and 90 minutes, being inferior in 80% with respect to the sample without surface treatment after 21 days in the solution.

*WorkDegree.

**Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica. Director: Darío Yesid Peña Ballesteros, Codirector: Ely Dannier V. Niño.

INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidable martensíticos^[1], en particular el acero AISI 420, son aleaciones de uso masivo en la industria por su buen desempeño de trabajo en condiciones corrosivas; sin embargo, este grupo de materiales aleados presentan deficientes propiedades tribológicas. Por tal motivo, en las últimas dos décadas se han desarrollado numerosas técnicas tendientes a incrementar la resistencia al desgaste y a la corrosión; y una de ellas es la técnica de implantación iónica, la cual busca incrementar la dureza de estos materiales mediante la difusión de nitrógeno en las capas superficiales y sub-superficiales.

El proceso de implantación iónica, consiste en modificar (sin cambio en las dimensiones geométricas) las propiedades físicas y químicas que suceden en las capas superficiales y sub-superficiales de los materiales. Con tales modificaciones se busca el mejoramiento de algunas de sus características, convirtiéndose en un tema de gran interés para la industria petroquímica, médica, aeroespacial, automovilística, de alimentos, electrónica y en el estudio de las ciencias de los materiales.

En 1997 se presenta una nueva técnica de implantación iónica que se fundamenta en las descargas pulsadas de alto voltaje a bajas presiones denominada implantación iónica tridimensional (3DII).

De acuerdo a lo anterior, en el presente trabajo de grado se evalúan la dureza, la microdureza y las propiedades electroquímicas mediante los ensayos de Resistencia a la Polarización (R_p), Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS) y Extrapolación de Tafel del acero AISI 420, no implantado e implantado superficialmente con iones de nitrógeno.

^[1]www.soldador.org/soldadura/aceros-inoxidables-martensiticos/

1. OBJETIVOS

1.1. General

- Evaluar las propiedades electroquímicas de un acero AISI 420 implantado con iones de nitrógeno.

1.2. Específicos

- Determinar la dureza y micro dureza del acero AISI 420 modificado y no modificado superficialmente con iones de nitrógeno.
- Determinar la velocidad de corrosión del acero AISI 420 no modificado y modificado superficialmente con iones de nitrógeno por medio de lastécnicas electroquímicas de Rp, EIS y Tafel, en una solución electrolítica de cloruro de sodio (NaCl) al 3% y $27\pm 2^{\circ}\text{C}$.

2. MARCO REFERENCIAL

Los aceros inoxidable son aleaciones complejas compuestas por múltiples elementos. El elemento principal en el acero es el hierro y los elementos aleantes son el cromo, el carbono y el níquel, que dependiendo del porcentaje da lugar a los aceros inoxidable austeníticos, ferríticos, martensíticos y dúplex^[1].

2.1. Aceros inoxidable

Los aceros inoxidable son aleaciones a base de hierro, cromo, carbono y otros elementos, principalmente, níquel, molibdeno, manganeso, silicio y titanio, entre otros, que les confieren una resistencia particular a algunos tipos de corrosión en determinadas aplicaciones industriales.

Naturalmente, la presencia de cada elemento en determinados porcentajes produce variaciones distintas de las características intrínsecas de los diversos tipos. Según la norma EN 10088 se define a los aceros inoxidable como aquellas aleaciones férricas que contienen cromo en una proporción mínima del 10.5 %.

Esta característica de buena resistencia a la corrosión se debe a la propiedad de estas aleaciones de pasivarse en un ambiente oxidante. La formación de una película superficial de óxido de cromo sirve para la protección del acero inoxidable.

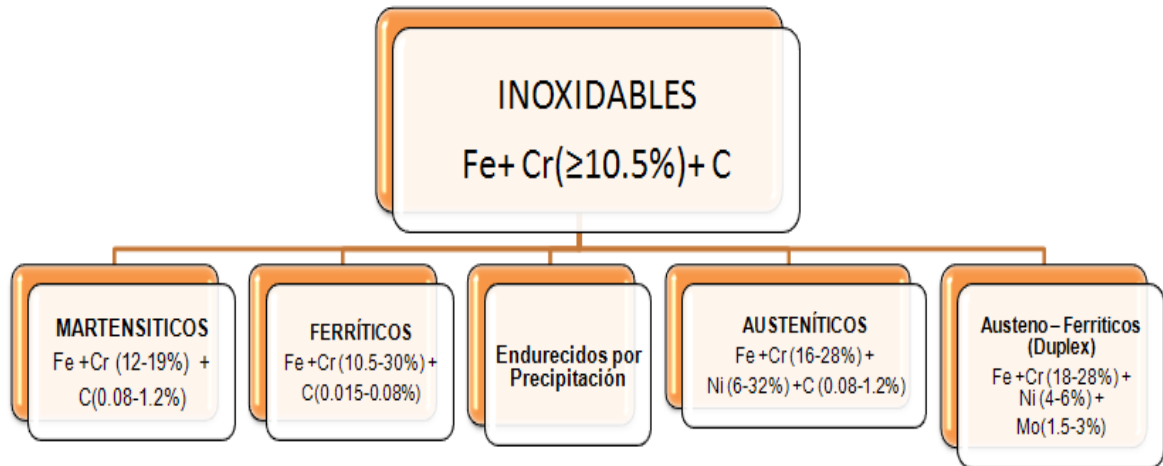
2.1.1. Clasificación de los aceros inoxidable

Los aceros inoxidable se clasifican en cinco grupos tal y como se muestra en la figura 1. Cuatro de ellos están asociados según las características cristalográficas de su estructura: ferrítica, martensítica, austenítica y dúplex (austenita y ferrita).

^[1]Comportamiento al desgaste por deslizamiento en aceros inoxidable: Ferríticos, Austeníticos, Dúplex y Martensíticos.

El quinto grupo son los aceros que pueden ser endurecidos por precipitación, que se basan en el tipo de tratamiento térmico utilizado.

Figura 1. Clasificación de los aceros inoxidable.



Fuente: Comportamiento al desgaste por deslizamiento en aceros inoxidables: Ferríticos, Austeníticos, Dúplex y Martensíticos

2.2. Aceros inoxidables martensíticos^[1]

Los aceros inoxidables martensíticos son similares a los aceros hierro-carbono que han sido austenitizados, endurecidos, y luego templados incrementando la ductilidad y la tenacidad. Estos aceros son magnéticos, y su estructura es tetragonal. En el estado templado, poseen un límite elástico de 275 MPa y son generalmente mecanizados en frío.

La resistencia mecánica obtenida mediante tratamiento térmico depende del contenido en carbono del acero. El aumento en el contenido de carbono incrementa la resistencia pero disminuye la ductilidad y la tenacidad.

^[1]Comportamiento al desgaste por deslizamiento en aceros inoxidables: Ferríticos, Austeníticos, Dúplex y Martensíticos.

2.2.1. Descripción del acero AISI 420^[2]

El acero inoxidable AISI 420 tiene buena ductilidad en la condición de recocido con una dureza entre 49 y 53 HRC. La mayor resistencia a la corrosión se logra cuando el metal es endurecido y luego rectificado o pulido; y es muy baja en condiciones de recocido. El acero AISI 420 no se recomienda utilizarlo a temperaturas mayores de los 370 °C. A continuación se mencionan algunas de sus propiedades:

- Elevada dureza (se puede incrementar por tratamiento térmico)
- Gran facilidad de maquinado.
- Magnéticos.
- Buena tenacidad.
- La resistencia a la corrosión, es mayor cuando están templados y pulidos.
- Temperatura en la que empiezan a formarse capas es de 820° C.
- Densidad 7.8 g/cm³ (0.28 lb/in³).

La importancia de este acero, además de las características mecánicas y amplio uso en diferentes ramas de la industria que se extiende desde aplicaciones de la vida cotidiana hasta industrias muy complejas (química, petrolífera, nuclear, etc), se debe a su alta producción en el planeta.

En las tablas 1 y 2 se muestran las propiedades mecánicas y la composición química del acero AISI 420.

Tabla 1. Propiedades mecánicas del acero AISI 420

Resistencia a la fluencia MPa	Resistencia a la tracción MPa	Elongación %	Reducción de área %	Dureza RHC
1480	1720	8	25	52

Fuente: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys

^[2]www.sumiteccr.com/Aplicaciones/Articulos/pdfs/AISI%20420.pdf.

Tabla 2. Composición química del acero AISI 420

Acero	C	Cr	Mn	Si	Mo	S	P
AISI 420	0.15	12.0-14.0	1.00	1.00	0.072	0.03	0.04

Fuente: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Properties and Selection: Irons, Steels, and HighPerformance Alloys

2.3. Implantación Iónica^[1]

La necesidad de encontrar materiales capaces de trabajar en condiciones cada vez más extremas y agresivas (desgaste, corrosión, oxidación, fatiga) ha hecho que desde comienzos de los 80 se hayan desarrollado toda una serie de técnicas de modificación superficial encaminadas a cambiarla superficie de los materiales, con propiedades diferentes a las del material base o imposibles de obtener por métodos tradicionales. Entre estas técnicas se destaca la implantación iónica, que consiste en la aceleración de iones contra una superficie por medio de la energía cinética del ion. Cuando el ion se incrusta en la red cristalina, produce una alteración superficial en el comportamiento mecánico, químico y en las propiedades eléctricas, ópticas, e incluso magnéticas.

2.3.1. Bombardeo iónico^[2]

Un creciente número de tratamientos avanzados se fundamenta en el bombardeo iónico. Los iones no son otra cosa que átomos cargados eléctricamente, normalmente mediante el arranque de uno de sus electrones. Dependiendo de la energía con la que estos átomos llegan a una superficie se pueden dar tres procesos diferentes:

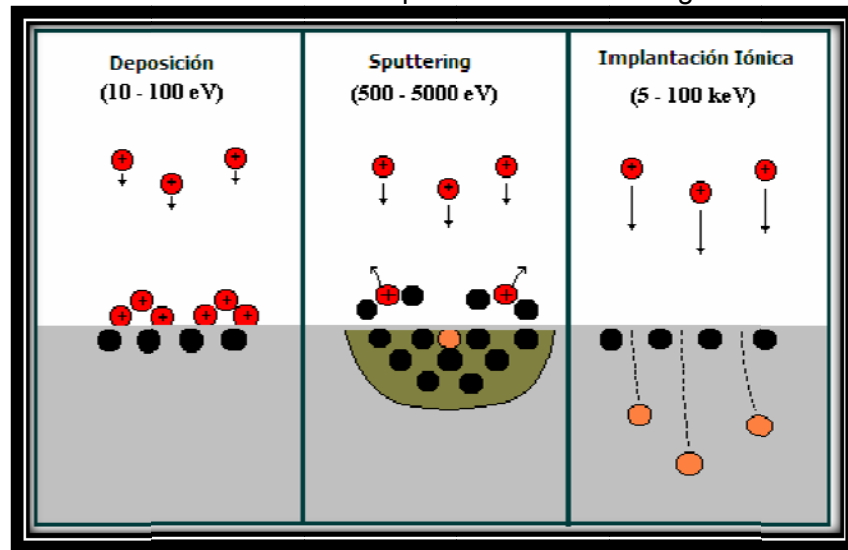
- Si la energía es muy baja (10 Voltios de aceleración) los átomos se depositan en superficie, creándose un recubrimiento.

^[1]www.ain.es/que_hacemos/servicio_actividad.aspx?ms=1&

^[2]V. NIÑO, Ely Dannier; "Comportamiento del Acero SAE- 4140 Implantado con Iones de Nitrógeno en Ambientes Hidrogenados"; Tesis de Pregrado en Física; Universidad Industrial de Santander; Bucaramanga (2004).

- Si la aceleración es mayor (500 Voltios) predomina un proceso de pulverización de la superficie conocido como Sputtering. Puede ser útil para limpieza superficial o para evaporar materiales para recubrimientos.
- Finalmente, a energías mucho mayores (100.000 Voltios), los átomos penetran dentro de la superficie incrustándose a una profundidad de muchas capas atómicas. En la figura 2 se presenta el efecto del bombardeo iónico.

Figura 2. Efectos del bombardeo iónico dependiendo de la energía



Fuente: NIÑO D., 2004

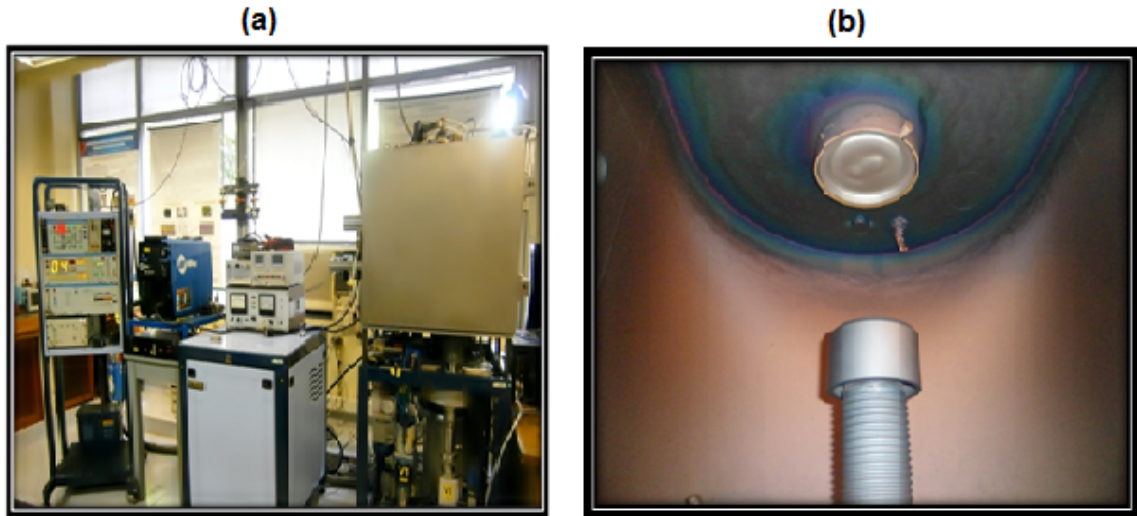
2.3.2. Implantación Iónica III-Dimensional^[1]

En los últimos años V. Khevsyuky P. Tsygankov, dieron a conocer un nuevo dispositivo de implantación iónica, el cual se fundamenta en las descargas pulsadas de alto voltaje a bajas presiones, donde se tiene una descarga auto sostenida que se caracteriza por un espesor pequeño en la región de caída catódica y por la gran estabilidad del plasma durante el proceso de descarga. El dispositivo recibe el nombre de JUPITER (Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor).

^[1]TORRES E. Simulación de implantación de nitrógeno en hierro policristalino por el método de dinámica molecular (2005).

En la figura 3 (a) se observa el reactor JUPITER, en la figura 3 (b), el interior de la cámara de descarga, el cual se encuentra en el laboratorio de Física del plasma de la Escuela de Física de la Universidad Industrial de Santander.

Figura 3. (a) Dispositivo JUPITER, (b) Cámara de descarga del reactor Júpiter



Fuente: Autoras

2.3.3. Implantación Iónica de Nitrógeno^{[1][2]}

La mayor parte de los problemas de desgaste se resuelven mediante la implantación con iones de Nitrógeno (14N^+ ó 14N^{2+}), la cual produce los siguientes efectos:

- Creación de esfuerzos compresivos en las primeras capas superficiales.
- Formación de precipitados de Nitruros duros.
- Inhibición del movimiento de dislocaciones.
- Estabilización de las capas finas superficiales de óxido metálico.

^[1]TOWNSEND, P.D. AND NUNN, P.J.T. Optical Effects of Ion Implantation.

^[2] V. NIÑO, Ely Dannier; "Comportamiento del Acero SAE- 4140 Implantado con Iones de Nitrógeno en Ambientes Hidrogenados"; Tesis de Pregrado en Física; Universidad Industrial de Santander; Bucaramanga (2004).

2.3.4. Superficies implantadas

La implantación iónica produce en las superficies cambios de composición y estructura que son el origen de su aumento de resistencia al desgaste, fricción y corrosión.

Los iones implantados se distribuyen en una profundidad que oscila entre 200 y 2000 capas atómicas ($0.05\mu\text{m}$ y $0.5\mu\text{m}$) dependiendo del tipo de ion, del material base y de la energía del bombardeo. Las superficies implantadas con iones tipo boro, carbono, nitrógeno, etc., se endurecen como consecuencia de la formación de finos precipitados (Nitruros, etc.). También la introducción de dosis elevadas de estos elementos crea esfuerzos compresivos importantes que contribuyen al bloqueo de microfisuras y al cierre de los canales de corrosión. La capa de óxido superficial presente en muchos metales puede cohesionarse contribuyendo también a una mejor protección contra la corrosión y a una reducción de los coeficientes de fricción.

Existen tres parámetros que caracterizan cada implantación (tipo de ion, energía de implantación y dosis implantada) y hay diferentes soluciones para los distintos problemas, aunque en el caso de los aceros, que es el material más tratado, las implantaciones de nitrógeno, seguidas de las de cromo, carbono o titanio constituyen el 90% de las soluciones empleadas.

3. ESTADO DEL ARTE

Existen diversos artículos y tesis que tratan el tema de la implantación iónica y como esta técnica ha mejorado el comportamiento de muchos materiales. A continuación se hace mención de algunos estudios de corrosión en diversos aceros implantados:

CORENGIA, P. et al (2002). "COMPORTAMIENTO FRENTE A LA CORROSIÓN DE ACEROS NITRURADOS POR PLASMA". En la investigación se nitruró por vía plasma un acero de baja aleación (AISI 4140) y un acero inoxidable martensítico (AISI 410), con el objeto de evaluar su comportamiento frente a la corrosión, encontrando que los nitruros de hierro formados disminuyen la velocidad de corrosión.

DULCE, H.; et al (2002). "IMPLANTACIÓN IÓNICA TRIDIMENSIONAL MEDIANTE DESCARGAS DE ALTO VOLTAJE A BAJAS PRESIONES DEL DISPOSITIVO JÚPITER". En esta investigación se realizó el estudio de las descargas eléctricas pulsadas de alto voltaje a bajas presiones en el dispositivo JUPITER y el tratamiento superficial de metales mediante la técnica 3DII. Los resultados preliminares de modificación superficial en aceros al carbono con iones de nitrógeno, mostraron ser una alternativa para mitigar el fenómeno de corrosión en metales.

SILVA, M. (2004) "ESTUDIO DE LA IMPLANTACIÓN IÓNICA TRIDIMENSIONAL (3DII) EN DESCARGAS A BAJA PRESION COMO PROTECCION DE ACEROS A LA PERMEACIÓN DE HIDRÓGENO". En esta investigación las láminas de acero AISI/SAE 1010 fueron implantadas con iones de nitrógeno y ensayadas en pruebas de permeación electroquímica para establecer su comportamiento como barrera o como catalizador a la entrada y salida de nitrógeno, encontrando una razón crítica entre el espesor de la zona implantada y el espesor de la muestra,

para el cual la permeabilidad del hidrógeno en estado estacionario es igual tanto para el sustrato como para el acero implantado.

V. NIÑO, D. et al (2004) “COMPORTAMIENTO DEL ACERO AISI SAE 4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO EN AMBIENTES HIDROGENADOS”. Se aplicó la tecnología de implantación iónica tridimensional para buscar la solución del problema de fragilidad de un acero industrial que es causado por disolución de hidrógeno y procesos de oxidación, determinaron que el grado de fragilidad de las muestras implantadas por nitrógeno en las descargas de 10 y 20 kV disminuyó significativamente.

MARTINEZ, L. et al (2005) “EL EFECTO DE LA IMPLANTACIÓN IÓNICA DE NITRÓGENO EN EL COMPORTAMIENTO DE LA CORROSIÓN DE ACEROS INOXIDABLES EN EL MEDIO DE CLORUROS”. En este trabajo, el efecto de la implantación de nitrógeno en el comportamiento de la corrosión de un acero inoxidable austenítico (AISI 304) y ferrítico (AISI 430). Las dosis implantadas fueron probadas por medio de las pruebas de Resistencia a la polarización y de extrapolación de Tafel. Los resultados demostraron que, en términos generales, la implantación de Nitrógeno mejora la resistencia a la corrosión aumentando la resistencia a la polarización y polarizando la reacción anódica del proceso de la corrosión.

RUEDA, A. et al (2006) “ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO DE LA CORROSIÓN NITRÓGENO”. Donde a muestras de acero AISI SAE 1020 implantadas y no implantadas se le realizaron ensayos de corrosión, obteniendo velocidades de corrosión a partir de las pendientes de Tafel. Los resultados reportados muestran un cambio significativo de los parámetros de corrosión, ya que la velocidad de corrosión calculada para la muestra implantada resulta ser cuatro veces menor que la obtenida para la muestra no implantada.

FONTALVO, P. et al (2007) “.EVALUACION EXPERIMENTAL DE LA RESISTENCIA A LA CORROSION DE UN ACERO AISI SAE 4140 IMPLANTADO

CON IONES DE NITROGENO“. En la investigación llevada a cabo de la implantación iónica de Nitrógeno en un acero industrial de tipo AISI-SAE 4140 para tres tipos de rugosidad superficial a la cual se le realizaron pruebas electroquímicas de EIS, Rp y Tafel en una solución de Cloruro de Sodio al 3% con el objeto de evaluar la influencia de la rugosidad de dicho acero implantado frente a la corrosión.

SALINAS D. V. & CHINCHILLA L.F.; et al (2010). “DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA A LA CORROSIÓN DE UN ACERO AISI SAE 1045 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO Y TITANIO”. Por medio de la técnica de implantación iónica tridimensional (3DII) por descargas pulsadas de alto voltaje a bajas presiones se modificó la superficie de un cupón de acero AISI SAE 1045 con iones de Nitrógeno y Titanio, donde se realizaron mediciones mediante técnicas electroquímicas de EIS, LPR y Tafel en una solución de cloruro de sodio 3%w durante 28 días. Las probetas implantadas con iones de Ti presentaron una menor velocidad de corrosión en comparación con los demás cupones implantados y un cambio sustancial respecto a los cupones sin implantar, estableciendo finalmente que la implantación con este tipo de iones, es un procedimiento eficaz para a la protección contra el deterioro de aceros de bajo carbono en caso que estos se expongan a medios agresivos o ambientes marinos.

NARANJO D.I. & LOZANO E.G.; et al (2011). “EVALUACIÓN DEL ENDURECIMIENTO SUPERFICIAL DEL ACERO AISI 420 EMPLEADO PARA FABRICAR HERRAMIENTAS DE CORTE QUIRÚRGICO PARA LA EMPRESA QUIRÚRGICOS ESPECIALIZADOS S.A.”. Mediante un endurecimiento superficial por nitruración gaseosa en alta temperatura del acero AISI 420 usado para fabricar instrumental quirúrgico, en esta investigación se logró minimizar el desgaste (corrosión-desgaste) del material obteniéndose también un detrimento en la resistencia a la corrosión. Estos resultados encaminan futuras investigaciones a consolidar el proceso de nitruración gaseosa en alta temperatura como una

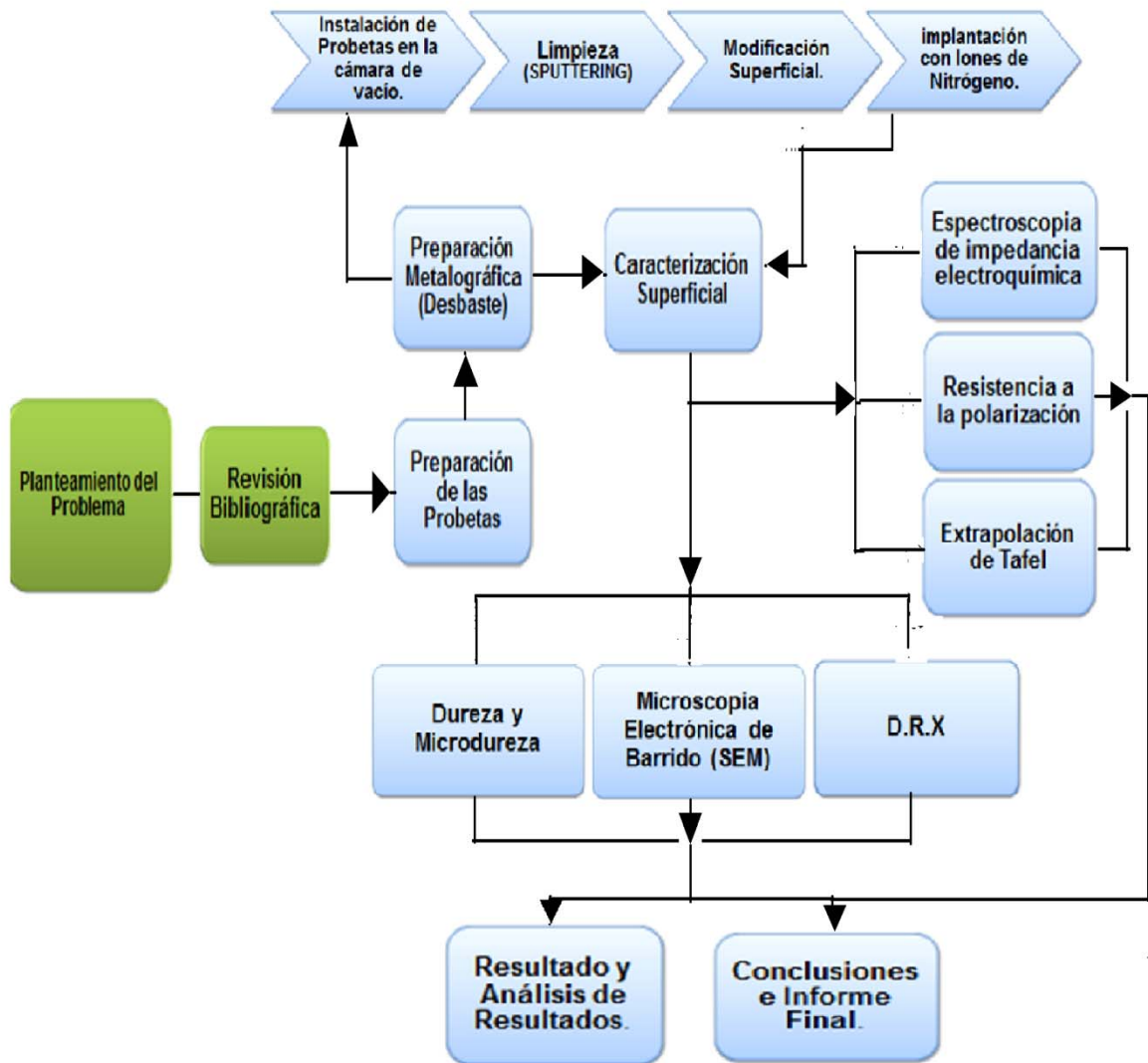
solución a la pérdida de la capacidad de corte del instrumental quirúrgico fabricado en acero AISI 420.

PACHÓN A.L.&VEGA A.P.; et al (2011). “CRECIMIENTO DE ÓXIDOS EN ACEROS AISI 420 NITRURADO Y AISI 316L POR LA TÉCNICA DE CORRIENTE PULSANTE TRIANGULAR PARA FINES QUIRÚRGICOS”. En este trabajo se obtuvieron recubrimientos de óxido de cromo sobre la aleación 316L y la aleación 420 nitrurado mediante la técnica de corriente pulsante triangular en electrolito de $H_2SO_4 + CrO_3$; y posteriormente fueron caracterizados físico-químicamente mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), espectrometría de energía dispersa (EDS), caracterización cromática, donde se encontró que las películas anódicas obtenidas eran compactas y adherentes. Además se realizaron pruebas electroquímicas para evaluar su estabilidad frente a un fluido simulado Ringer's.

4. DISEÑO METODOLÓGICO

En el siguiente diagrama se muestra la distribución de las etapas en las que se llevó a cabo la investigación del presente documento.

Figura 4.Diagrama de flujo del diseño metodológico utilizado en la investigación



Fuente: Autoras

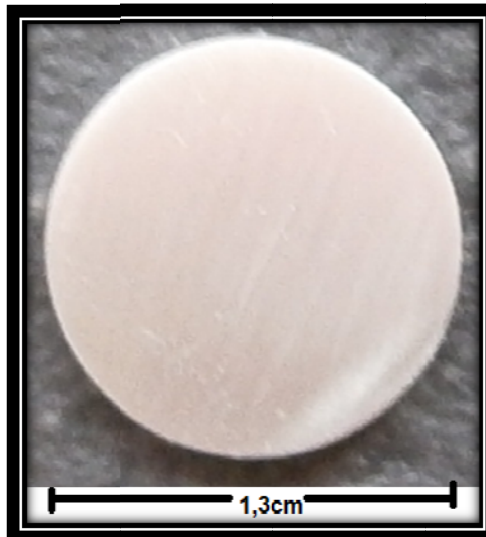
4.1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

Para el desarrollo del proyecto de investigación se consultó la información necesaria basada en las propiedades del acero a estudiar, la técnica de implantación iónica, las propiedades mecánicas como dureza y microdureza, las pruebas electroquímicas para medir la velocidad de corrosión, el uso adecuado de los equipos y las normas específicas para analizar los resultados; donde se utilizaron diversas fuentes de información tales como: artículos de revistas, normas ASTM, libros, tesis publicadas y páginas web.

4.2. MUESTRAS ANALIZADAS

Las muestras circulares planas con diámetro de 13 mm y un espesor de 2mm en acero inoxidable martensítico de tipo AISI 420 fueron suministradas por la empresa Quirúrgicos Especializados S.A.. En la Figura 5 se observa la forma de las probetas utilizadas y la composición química se encuentra reportada en la tabla 3.

Figura 5. Dimensiones de la probeta AISI 420



Fuente: Autoras

Tabla 3. Composición química del acero AISI 420 en porcentaje en peso

Acero	C	Cr	Mn	Si	S	P
AISI 420	0.3	13,56	0,5	1.00	0.03	0.04

Fuente: GIC. Evaluación del endurecimiento superficial del acero AISI 420 empleado para fabricar herramientas de corte quirúrgico para la empresa quirúrgicos especializados s.a

4.2.1. PREPARACIÓN METALGRÁFICA

Antes de realizar la implantación iónica con nitrógeno y las pruebas de caracterización superficial, se realizó la respectiva preparación metalográfica que consta de los siguientes pasos:

- **Pulido y limpieza:** Antes de implantar las muestras, se realizó una preparación metalográfica según la norma ASTM E3, mediante un desbaste húmedo con papel abrasivo de carburo de silicio (SiC) de grado No.60, 80, 120, 240, 320, 400 hasta 600.
- **Secado:** Las probetas fueron secadas al aire y se guardaron herméticamente para evitar su contaminación.
- **Análisis microestructural:** Finalmente se realizó un análisis microestructural del acero AISI 420 en estado de entrega para conocer sus fases iniciales.

4.3. MODIFICACIÓN SUPERFICIAL

Para la implantación con iones de nitrógeno del acero AISI 420 se utilizó el reactor JUPITER y consta de una cámara de descargas, un sistema de vacío, compuesto por una bomba Turbo molecular y una mecánica, un generador de pulsos de alto voltaje y la unidad de control y monitoreo. (Ver figura 3).

4.3.1. LIMPIEZA POR BOMBARDEO IÓNICO (SPUTTERING)

Las probetas AISI 420 se ubicaron en la cámara de descarga sobre la superficie del cátodo; cuando se alcanzaron las condiciones de vacío, se introdujo argón y se

produjo una descarga eléctrica, que dio lugar a que los iones de argón bombardeen la superficie de la probeta causando el efecto de decapado iónico para la eliminación de impurezas presentes, es decir, los óxidos que se encuentran en la superficie del material. La descarga eléctrica se controló por medio de la presión del gas con el fin de que el proceso se desarrollara en las mejores condiciones. En la tabla 4 se describen los parámetros utilizados para el proceso de Sputtering.

Tabla 4. Parámetros de limpieza para el sputtering

PARÁMETROS	
Tipo de Gas	Argón
Voltaje (kV)	5
Frecuencia del Pulso (Hz)	30
Duración del Pulso (ms)	0,25
Presión de la Descarga (Pa)	1,5 > P > 1,8
Tiempo de Exposición (min)	20

Fuente: Autoras

4.3.2. IMPLANTACIÓN IÓNICA TRIDIMENSIONAL (3DII)

Una vez realizada la limpieza por sputtering, se procedió con la implantación iónica con gas de nitrógeno en una sola cara de la probeta. La información sobre los parámetros utilizados en la modificación superficial de las probetas se encuentra registrada en la tabla 5.

El plasma generado por este tipo de descarga permite que los iones adquieran una alta energía (decenas de keV) que es proporcional al potencial suministrado. De esta forma se tiene una implantación perpendicular a la superficie con un flujo de iones cuasimonoenergéticos.

Tabla 5. Parámetros de la descarga para la implantación con iones de nitrógeno

PARAMETROS	Probeta 1	Probeta 2
Tipo de Gas	N ₂	N ₂

Voltaje (kV)	10	10
Frecuencia del Pulso (Hz)	30	30
Duración del Pulso (ms)	0,25	0,25
Presión de la Descarga (Pa)	1,60>P>1,80	0,80>P>1,1
Tiempo de Exposición (min)	30	90

Fuente: Autoras

4.4. DISEÑO EXPERIMENTAL ESTADÍSTICO

Con el fin de determinar cómo influye cada una de las variables independientes y la interacción entre ellas y la variable dependiente (velocidad de corrosión), se realizó un diseño experimental de 2^k donde 2 es el número de niveles y k es el número de variables (tiempo de exposición durante la implantación, sustancia a implantar y tiempo de exposición al electrolito). Según este diseño se estableció realizar 8 ensayos ($2^3=8$), y se logro obtener la mayor información posible sobre el proceso.

En la tabla 6 se muestra la distribución de las probetas, los días de inmersión y las medidas electroquímicas a realizar.

Tabla 6. Distribución de las probetas implantadas y no implantadas superficialmente

PROBETA	TIEMPO DE EXPOSICIÓN A SOLUCIÓN ELECTROLÍTICA DE NaCl 3% (DIAS)				ENSAYOS ELECTROQUÍMICOS		
	0	7	14	21	RP	EIS	TAFEL
BLANCO	X	X	X	X	X	X	X
IMPLANTADA A 30 MINUTOS	X	X	X	X	X	X	X
IMPLANTADA A 90 MINUTOS	X	X	X	X	X	X	X

Fuente: Autoras

4.5. CARACTERIZACIÓN DE LAS PROBETAS

Con el propósito de ratificar la efectividad de la implantación de iones de nitrógeno en la superficie del acero inoxidable AISI 420, se realizó la evaluación de la

superficie no implantada e implantada mediante, análisis metalográfico, mediciones de dureza y microdureza, ensayos electroquímicos, microscopia electrónica de barrido y DRX. A continuación se describen los detalles de cada una de las caracterizaciones superficiales realizadas.

4.5.1. ANÁLISIS METALGRÁFICO

El análisis metalográfico se realizó en las probetas antes de la implantación, con el fin de analizar la microestructura, el color y las fases presentes en el acero. Este análisis se realizó en el Microscopio metalográfico (cámara JVC y lente Carl Zeiss) en el laboratorio de metalografía de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencias de los materiales (UIS).

4.5.2. DUREZA

El análisis de dureza para las muestras en estado de entrega e implantadas, se realizó en el durómetro Wilson Rockwell Hardness Tester (ver figura 6), que se encuentra en el laboratorio de preparación de materiales II ubicado en la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales (UIS), bajo el estándar de la norma ASTM E 18.

Figura 6. Durómetro WILSON ROCKWELL HARDNESS TESTER



Fuente:Autoras

4.5.3. PERFIL DE MICRODUREZA

La microdureza es un ensayo de precisión que consiste en generar una huella muy pequeña en zonas con un tamaño menor. Las medidas de microdureza se hacen aplicando cargas muy pequeñas y fueron realizadas en el microdurómetro SHIMADZU V6-043T (ver figura 7), con una carga de 10 kg, tolerancia de 752 ± 29 HV (HANS VICKER), indentador para vicker fijo (no removible) y punta de diamante de la empresa Transejes de Colombia. La escala de microdureza que se utilizó fue HRC. Las mediciones fueron realizadas en la superficie de las probetas implantadas y no implantadas.

Figura 7. Microdurómetro INDENTEC ZWICK/ROELL ZHV VG-109T



Fuente:Autoras

4.5.4. MEDIDAS ELECTROQUÍMICAS

Las medidas electroquímicas de OPC, EIS, R_p y Extrapolación de Tafel para determinar la velocidad de corrosión en la superficie de las probetas no implantadas e implantadas fueron realizadas en el potencióstato/galvanostato GAMRY 600, del Laboratorio del GIC de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales de la UIS. En las figuras 8 y 9 se observan la disposición de las probetas inmersas en la solución electrolítica, el equipo y el montaje utilizado para el desarrollo de las pruebas electroquímicas.

Figura 8. Disposición de las probetas inmersas en solución electrolítica de NaCl al 3%, implantadas y no implantadas



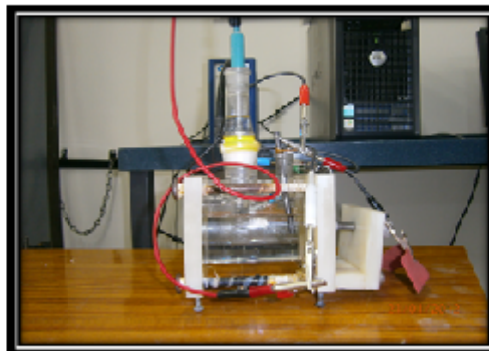
Fuente: Autoras

Figura 9. (a) Equipoutilizado en el desarrollo de las pruebas electroquímicas, (b) celda electroquímica

(a)



(b)



Fuente: Autoras

4.5.4.1. ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA (EIE)

La técnica de Espectroscopia de Impedancia Electroquímica, es una técnica electroquímica utilizada en estudios de corrosión, la cual se basa en el uso de una señal de corriente alterna (CA) que es aplicada a un electrodo (metal en corrosión).

El procedimiento experimental más comúnmente usado, se aplica una pequeña señal de potencial (E) a un electrodo y se mide su respuesta en corriente (I) a diferentes frecuencias. El equipo electrónico usado procesa las mediciones de potencial - tiempo y corriente - tiempo, dando como resultado una serie de valores

de impedancia correspondientes a cada frecuencia estudiada. Esta relación de valores de impedancia y frecuencia se denomina “espectro de impedancias”^[1]. En la tabla 7 se presentan los parámetros utilizados en la prueba EIS.

Los espectros de impedancia obtenidos suelen ser analizados mediante circuitos eléctricos, compuestos por componentes tales como resistencias (R), capacitancias (C), inductancias (L), tal como se muestra en la figura 4(a). Combinados de tal manera que reproduzcan los espectros de impedancia medidos. Estos circuitos eléctricos son denominados “circuitos eléctricos equivalentes”.

Tabla 7. Parámetros utilizados en pruebas EIS según norma ASTM G106

PARÁMETRO	VALOR
Frecuencia inicial (Hz)	30000
Frecuencia final (Hz)	0.005
Voltaje AC (mV/min)	10
Tiempo estabilización mínimo (seg)	300
Puntos	7

Fuente: Autoras

4.5.4.2. RESISTENCIA A LA POLARIZACIÓN LINEAL (Rp)^[2]

El ensayo electroquímico llamado Resistencia a la Polarización es el resultado de la aproximación de bajo campo a la ecuación de Butler-Volmer y por este motivo, se debe aplicar solamente cuando exista control activacional o por transferencia de carga.

En la tabla 8 se observan los parámetros utilizados para la realización de la prueba Rp.

Durante muchos años de investigación científicos observaron experimentalmente el grado de polarización en una determinada corriente aplicada fue mayor a una velocidad de corrosión. Además se observó una aparente linealidad en el origen

^[1]MENDOZA FLORES, Juan. DURÁN ROMERO, Rubén. GENESCÁ LLONGUERAS, JOAN. Espectroscopia de impedancia electroquímica en corrosión.

^[2]Técnicas electroquímicas de corriente directa para la medición de la velocidad de corrosión.

de la curva de polarización por lo tanto, la pendiente de la curva lineal es inversamente proporcional a la velocidad de corrosión.

Tabla 8. Parámetros utilizados en pruebas de Resistencia a la Polarización Lineal basados en la norma ASTM G5

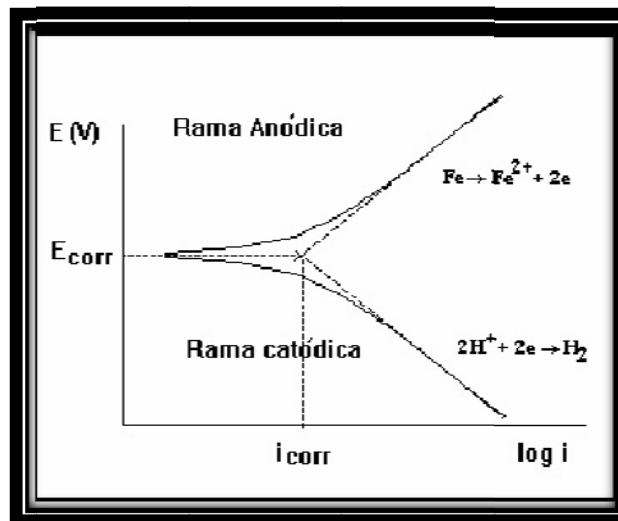
<i>PARÁMETRO</i>	<i>VALOR</i>
Potencial inicial (V)	-0,025
Potencial final (V)	0,025
Velocidad de barrido (mV/s)	0,11

Fuente:Autoras

4.5.4.3. EXTRAPOLACIÓN DE TAFEL

Es una polarización de alto campo, en la que se aplican sobrepotenciales de 250 a 300 mV tanto en sentido catódico, como anódico. La Figura 10 muestra una curva de polarización, con la extrapolación al potencial de corrosión.

Figura 10. Curva de extrapolación de Tafel



Fuente:Autoras

Con esta técnica se obtiene la densidad de corriente por la extrapolación de las regiones catódica y anódica en el potencial de corrosión. Además, es posible

calcular las pendientes de Tafel, que son parámetros cinéticos útiles en el cálculo de la densidad de corriente con Rp. El principal inconveniente de la extrapolación de Tafel es el desplazamiento de la interface de sus condiciones naturales, con la posibilidad de que no se establezca el estado estacionario inicial, o que tarde mucho tiempo.

Los parámetros utilizados para realizar la prueba se encuentran reportados en la tabla 9.

Tabla 9. Parámetros utilizados en pruebas de extrapolación Tafel según la norma ASTM G3-99.

PARÁMETRO	VALOR
Potencial inicial (V)	-0,25
Potencial final (V)	0,25
Tiempo estabilidad (s)	300
Velocidad de barrido (mV/s)	1

Fuente: Autoras

4.5.5 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)^[1]

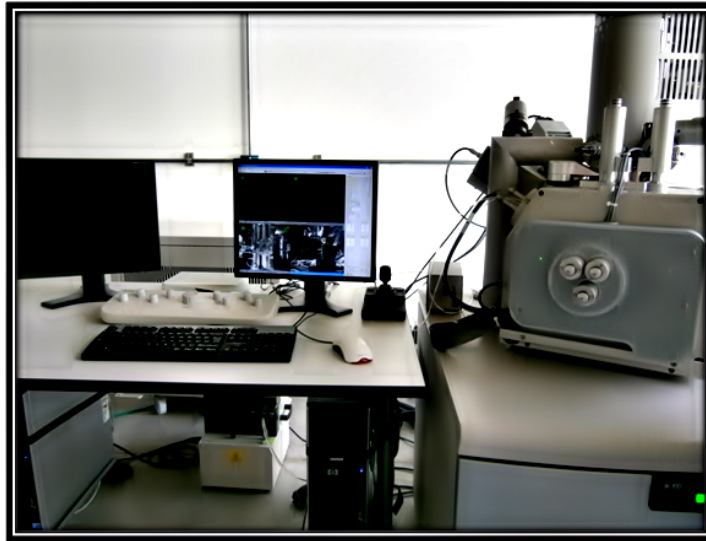
La técnica de microscopía electrónica de barrido se utiliza para la observación y análisis de superficies suministrando información de relieve, textura, tamaño y forma de grano de muestras biológicas y minerales.

A partir del SEM se producen distintos tipos de señal que se generan desde la muestra y se utilizan para examinar muchas de sus características. Con esta técnica se pueden realizar estudios de los aspectos morfológicos de zonas microscópicas de los distintos materiales con los que trabajan los investigadores de la comunidad científica y las empresas privadas, además del procesamiento y análisis de las imágenes obtenidas.

^[1] Adabache Ortiz, Araceli. Silva Briano, Marcelo y Galván de la Rosa, Ricardo. El microscopio electrónico de barrido un instrumento útil para la ciencia.

La realización de esta prueba tuvo lugar en el laboratorio de Microscopia Electrónica de Barrido de la Universidad Industrial de Santander Sede Guatiguará. Utilizándose un Microscopio Electrónico de Barrido QUANTAFEG 650. En la figura 11 se registra el microscopio electrónico de barrido utilizado.

Figura 11. Microscopio electrónico de barrido



Fuente: Autoras

4.5.6 DIFRACCION DE RAYOS X (DRX)^[1]

La Difracción de Rayos X está basada en las interferencias ópticas que se producen cuando una radiación monocromática atraviesa una rendija de espesor comparable a la longitud de onda de la radiación. Los Rayos X tienen longitudes de onda de angstroms, del mismo orden que las distancias interatómicas de los componentes de las redes cristalinas. Al ser irradiados sobre la muestra a analizar, los Rayos X se difractan con ángulos que dependen de las distancias interatómicas.

El DRX es un método de alta tecnología no destructivo para el análisis de una amplia gama de materiales, incluso fluidos, metales, minerales, polímeros,

^[1]www.ua.es/es/investigacion/sti/servicios/analisis_instrumental/rayosx/drx.html.

catalizadores, plásticos, productos farmacéuticos, recubrimientos de capa fina, cerámica y semiconductor. La aplicación fundamental de la Difracción de Rayos X es la identificación cualitativa de la composición mineralógica de una muestra cristalina.

El espécimen seleccionado de cada muestra fue montado en un porta-muestra de Polimetilmetacrilato (PMMA) mediante la técnica de llenado frontal y se utilizó un Difractómetro BRUKER modelo D8 ADVANCE con geometría DaVinci (Ver figura 12 y 13). Los parámetros utilizados para la aplicación de la técnica de DRX se encuentran registrados en la tabla 10.

Tabla 10. Parámetros utilizados para la técnica de DRX

PARAMETRO	VALOR
Voltaje	40(kV)
Corriente	30(mA)
Rendija de Divergencia	0.6mm
Rendijas Soller Primario	2.5°
Muestreo	0.01526° 2theta
Rango de Medición	10-90° 2theta
Radiación	CuK α 1
Filtro	Níquel
Detector Lineal	LynxEye
Tipo de barrido	A pasos
Tiempo de muestreo	0.4 segundos

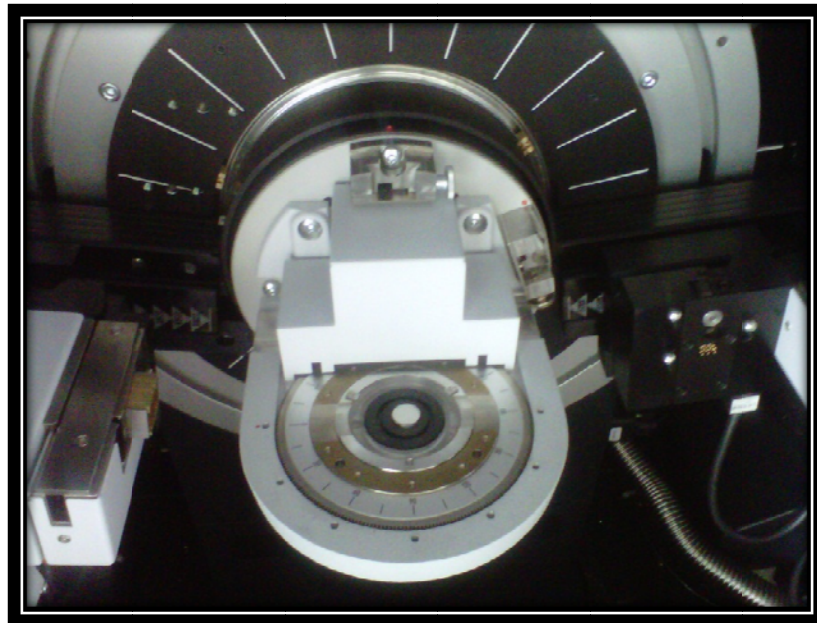
Fuente: Laboratorio de Difracción de Rayos-X

Figura 12. Difractómetro BRUKER modelo D8 ADVANCE



Fuente: Autoras

Figura 13. Montaje de las muestras en el equipo



Fuente: Autoras

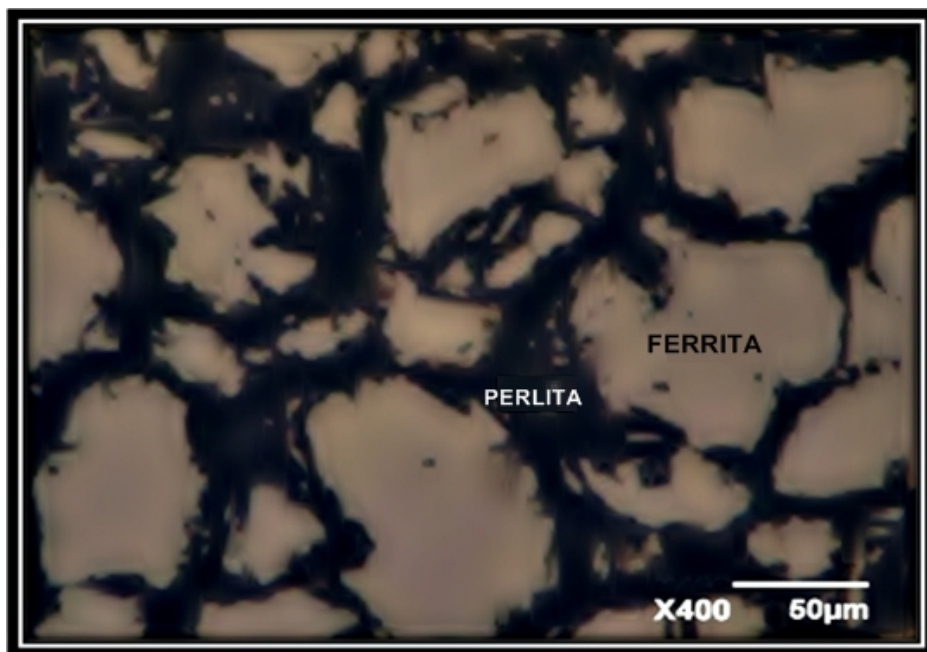
5. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

Los resultados y análisis de las pruebas de caracterización realizadas a las muestras implantadas y sin implantar se presentan a continuación.

5.1. ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

La microestructura del acero inoxidable martensítico AISI 420 en estado de entrega recocido se observa en la figura 14, se puede ver la presencia de granos de ferrita y pequeñas colonias de perlita.

Figura 14. Micrografía óptica del acero AISI 420 a 40x revelada con acético gliceregía



Fuente: GIC. Evaluación del endurecimiento superficial del acero AISI 420 empleado para fabricar herramientas de corte quirúrgico para la empresa quirúrgicos especializados s.a.

5.2. MEDIDA DE LA DUREZA

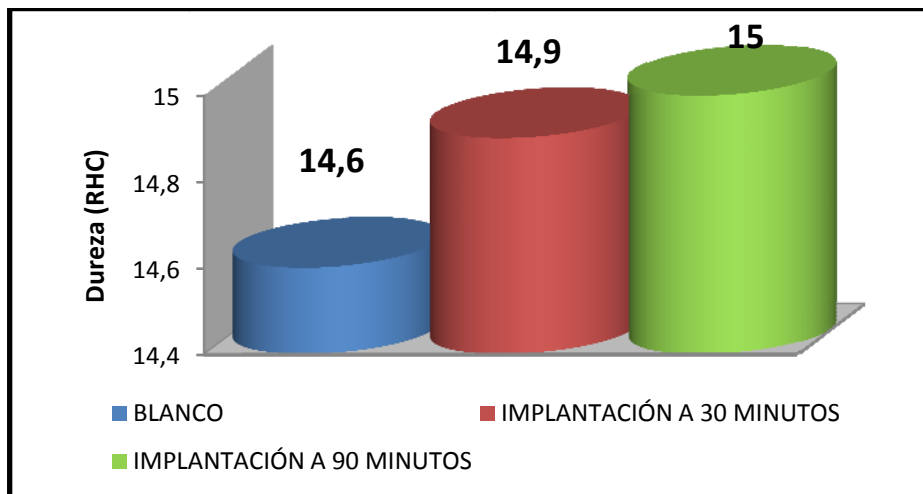
El análisis de dureza en las muestras se midió a las probetas sin implantar e implantadas a 30 minutos y a 90 minutos. Durante la prueba se utilizó una carga

de 150 Kg y cono de diamante. Según la norma ASTM F899 (especificaciones para instrumental quirúrgico), los valores de dureza obtenidos en el acero sin implantar son adecuados para un acero recocido observando cambio en la dureza de los aceros implantados a 30 y 90 minutos.

Al realizar la implantación iónica con átomos de nitrógeno esos tienden a formar algunos nitruros de hierro en la sub-superficie del material mejorando su dureza^[1]

Los valores presentados en la figura 15, son un promedio de 3 medidas realizadas a cada muestra, al realizar un análisis superficial al material se registró un parcial aumento en cuanto a la dureza de las probetas implantadas a 30 y 90 minutos respecto a la no implantada, este aumento no fue muy significativo teniendo en cuenta que la diferencia de una medida respecto a la otra no fue mayor, sin embargo no se descarta la presencia de nitruros de hierro en las muestras que pueden encontrarse en poca proporción y por esta razón no se registró un gran aumento en la dureza.

Figura 15. Diagrama de dureza con respecto a la superficie implantada y no implantada.



Fuente: Autoras

Para los aceros inoxidable la dureza es importante y el acero AISI 420 ha sido elaborado con fines de uso en herramientas de corte quirúrgico, fabricación de

^[1]Xi, Yun-Tao.Improvement of corrosion and wear resistances of AISI 420 martensitic stainless steel using plasma nitriding at low temperature (2007).

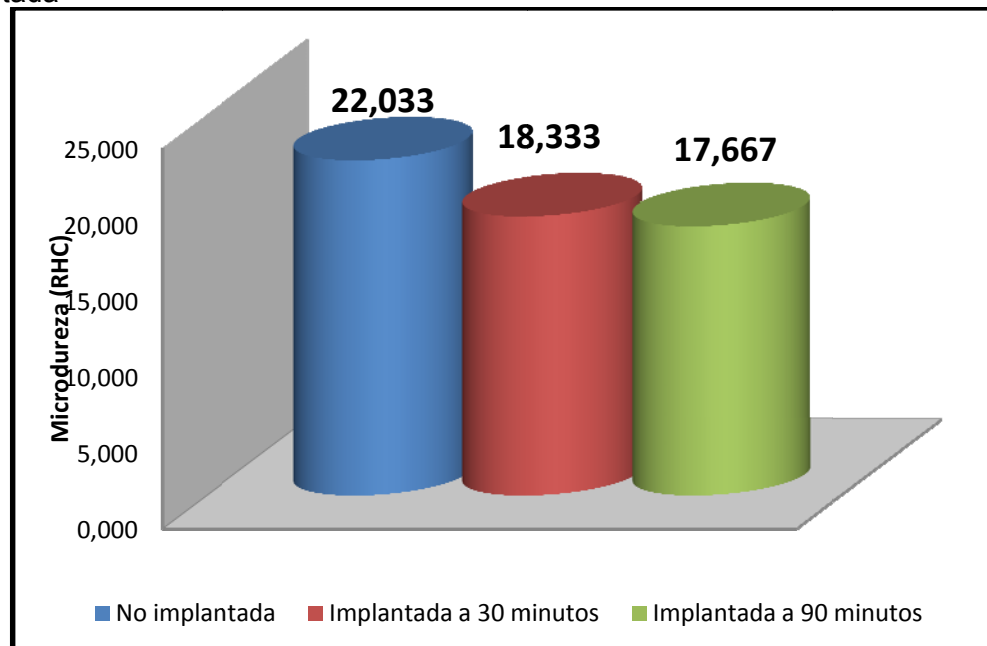
brocas donde su dureza y resistencia debe ser primordial para el buen desempeño durante su vida útil.

5.3. MEDIDA DE LA MICRODUREZA

Teniendo en cuenta que la dureza y microdureza de los materiales se encuentran relacionada con su resistencia al desgaste, se evaluó el perfil de microdureza en las probetas sin implantar e implantadas a 30 y a 90 minutos.

En la figura 16 se presenta un esquema del promedio de las medidas de microdureza realizadas en 3 puntos de la superficie, donde el sustrato no implantado presenta mayor microdureza que los implantados. Se observa una tendencia a disminuir la microdureza en la superficie del acero AISI 420 pasando de un valor de 22 RHC^[1] en la muestra no implantada hasta un valor de 17,66 RHC en las muestras implantadas.

Figura 16. Diagrama de microdureza con respecto a la superficie implantada y no implantada



Fuente: Autoras

^[1]Dureza Rockwell C (Aceros tratados térmicamente)

La disminución de la microdureza en las muestras implantadas durante 30 y 90 minutos, posiblemente se atribuye a la formación de una película de nitrógeno muy delgada adherida a la superficie del material que no genera compuestos de nitruro de hierro durante el proceso de implantación.

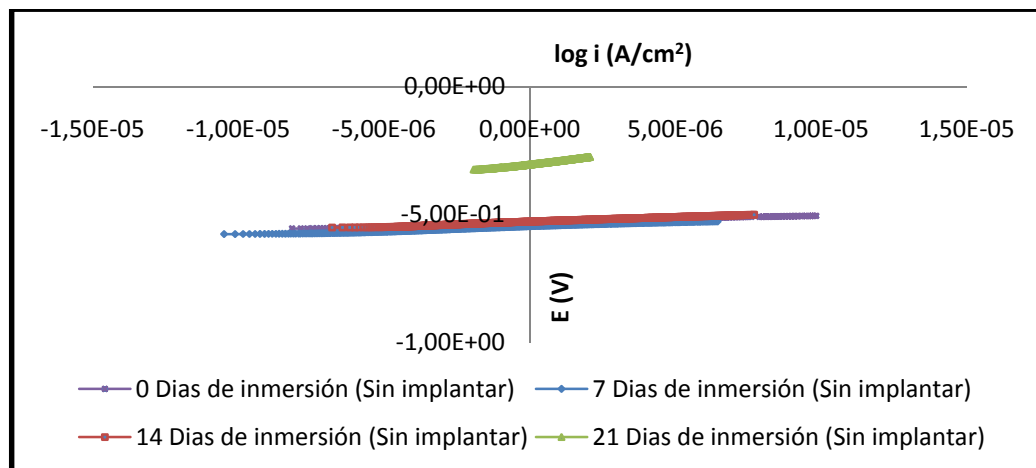
5.4. MEDIDAS ELECTROQUÍMICAS

La medición de la velocidad de corrosión se realizó mediante los ensayos electroquímicos (R_p , EIS y Tafel) en las muestras no implantadas e implantadas sumergidas en solución electrolítica de NaCl 3%. Los resultados obtenidos en los ensayos se muestran a continuación.

5.4.1. RESISTENCIA A LA POLARIZACIÓN

El ensayo R_p , es una prueba no destructiva que permite obtener la velocidad de corrosión por medio de la pendiente de las curvas de potencial en función de la corriente. Los resultados obtenidos después de realizar los ensayos de resistencia a la polarización en la solución electrolítica de NaCl 3% se muestran en las figuras 17, 18 y 19.

Figura 17. Curvas RP para las probetas sin implantar, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días.



Las graficas mostradas en las figuras 17, 18 y 19, demuestran que a mayor tiempo de implantación menor es la velocidad de corrosión, y en las muestras sin tratamiento se observa la mayor velocidad de corrosión.

Figura 18.Curvas RP para las probetas implantadas a 30 minutos,inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días.

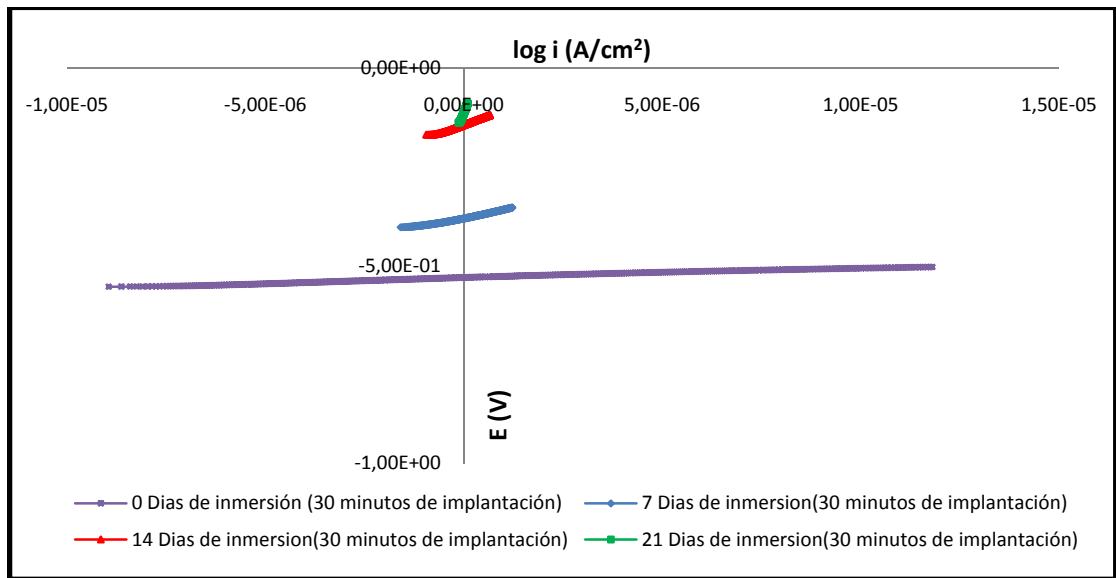
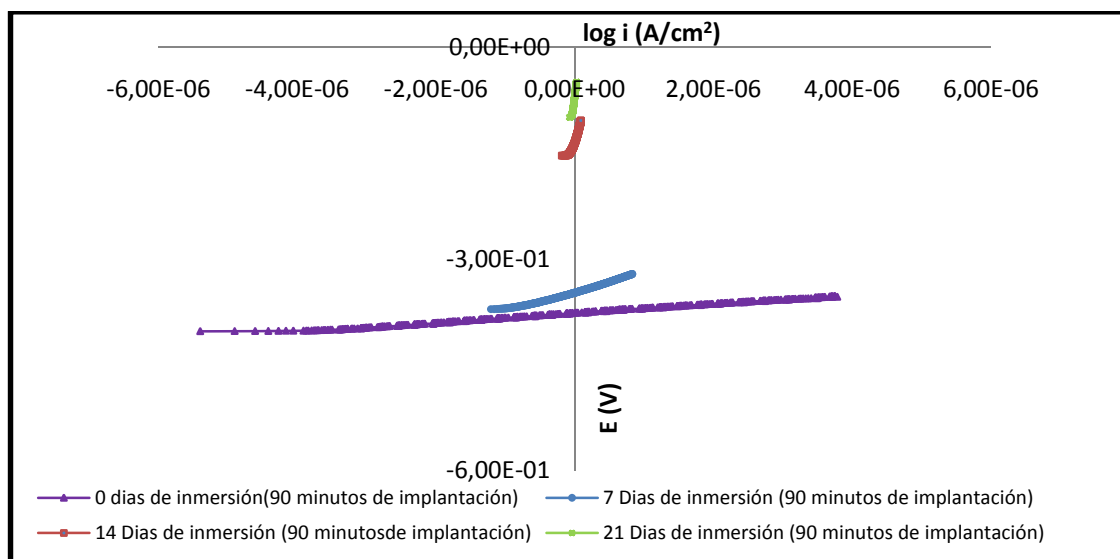


Figura 19.Curvas RP para las probetas implantadas a 90 minutos,inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días.



Se comprueba por medio de esta técnica el efecto favorable que tiene la implantación iónica sobre el material disminuyendo el paso de la corriente en el sustrato, contribuyendo a que el material se haga más resistente a la corrosión a medida que pasa el tiempo de inmersión, debido a que el sustrato alcanza un estado pasivo por la formación de una capa superficial de óxido que lo protege.

En la tabla 11 se muestran los valores obtenidos y la velocidad de corrosión en todos los días.

Tabla 11. Velocidad de corrosión obtenida mediante los ensayos de RP.

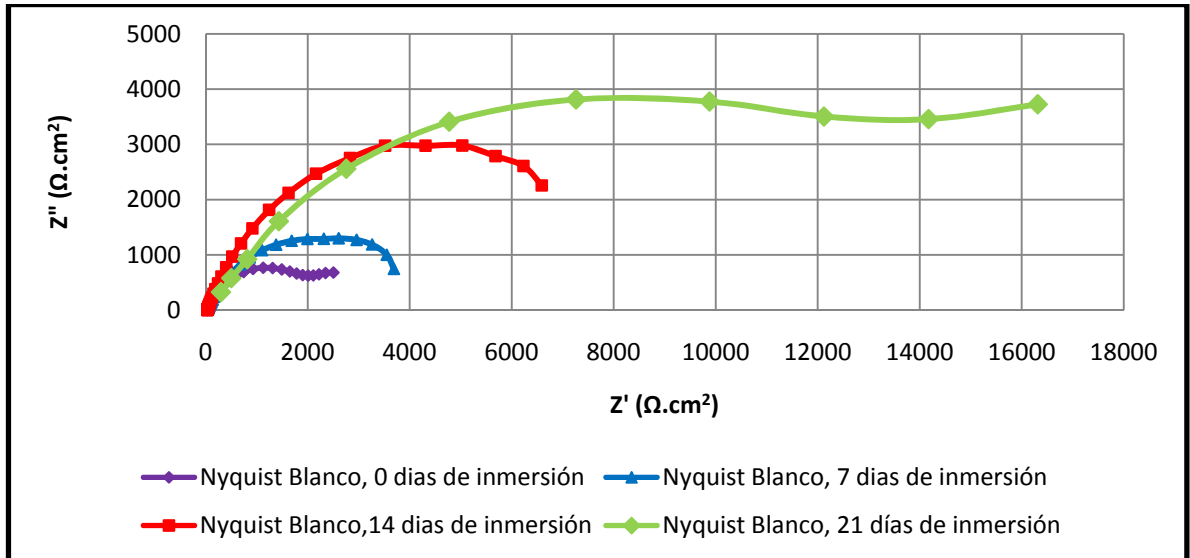
PROBETA	Tiempo de inmersión (días)	R _p (Ω.cm ²)	I _{corr} (μA/cm ²)	B (mv/ década)	V _{corr} (mpy)
No Implantada	0	3364,2	3,12E-03	1,05E+01	1,50E-03
	7	3632,8	2,93E-03	1,06E+01	1,41E-03
	14	3937,6	2,81E-03	1,11E+01	1,35E-03
	21	12810,0	7,24E-04	9,27E+00	3,48E-04
Implantada A 30 minutos	0	2812,1	4,32E-03	1,21E+01	2,07E-03
	7	19562,0	5,41E-04	1,06E+01	2,60E-04
	14	36455,0	3,33E-04	1,21E+01	1,60E-04
	21	248905,0	4,12E-05	1,02E+01	1,98E-05
Implantada A 90 minutos	0	6553,3	1,38E-03	9,05E+00	6,63E-04
	7	28030,0	2,99E-04	8,39E+00	1,44E-04
	14	269228,0	3,46E-05	9,32E+00	1,66E-05
	21	812510	1,01E-05	8,22E+00	4,86E-06

Fuente: Autoras

5.4.2. ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA

Los ensayos de EIS son no destructivos y muestran la respuesta de un electrodo medido a una pequeña amplitud con señales de potencia alterna y un amplio rango de frecuencias. Las curvas de impedancia imaginaria en función de la impedancia real obtenidas mediante EIS se analizaron utilizando las curvas de Nyquist y se presentan en las figuras 20, 21 y 22.

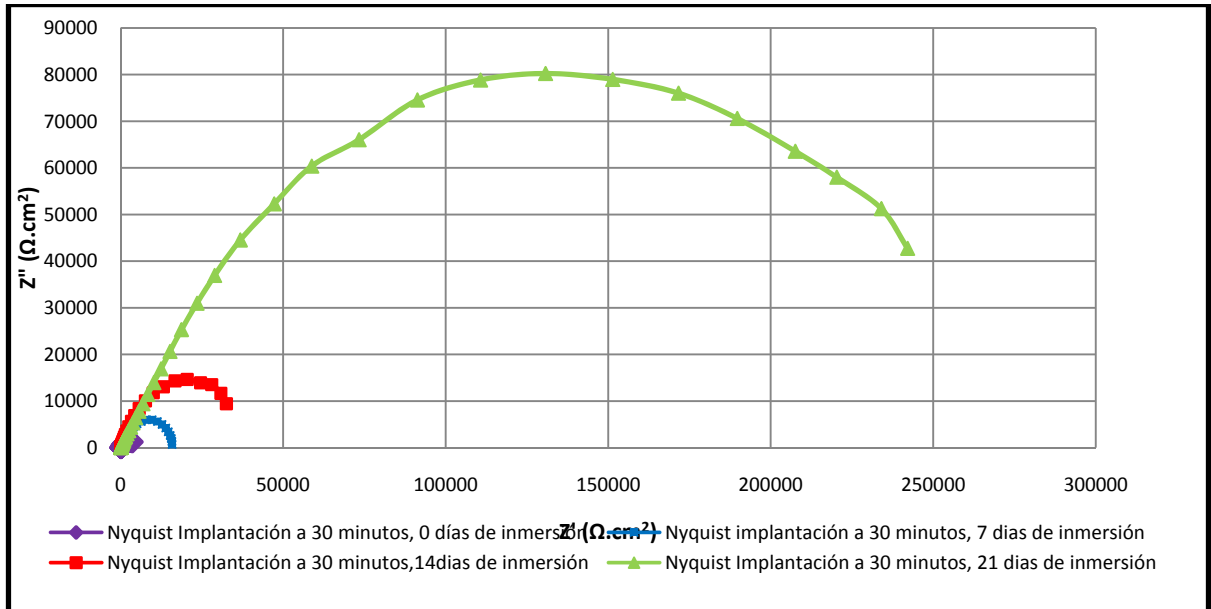
Figura 20. Curvas Nyquist para las probetas sin implantar, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días.



Los diagramas Nyquist obtenidos para las muestras no implantadas e implantadas figuras 20, 21 y 22, registran la presencia de un doble domo en algunos tiempos de inmersión, demostrando que no son del todo círculos ideales, debido a la presencia de capas de óxidos que no se encuentran totalmente homogéneos.

Para las muestras implantadas (figuras 21 y 22), se aprecia que a medida que pasa el tiempo de exposición al electrolito, el diámetro de la curva se hace mayor, es decir, su resistencia a la polarización aumenta, lo que indica una disminución en la velocidad de corrosión.

Figura 21. Curvas Nyquist para las probetas implantadas a 30 minutos, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7 14 y 21 días.

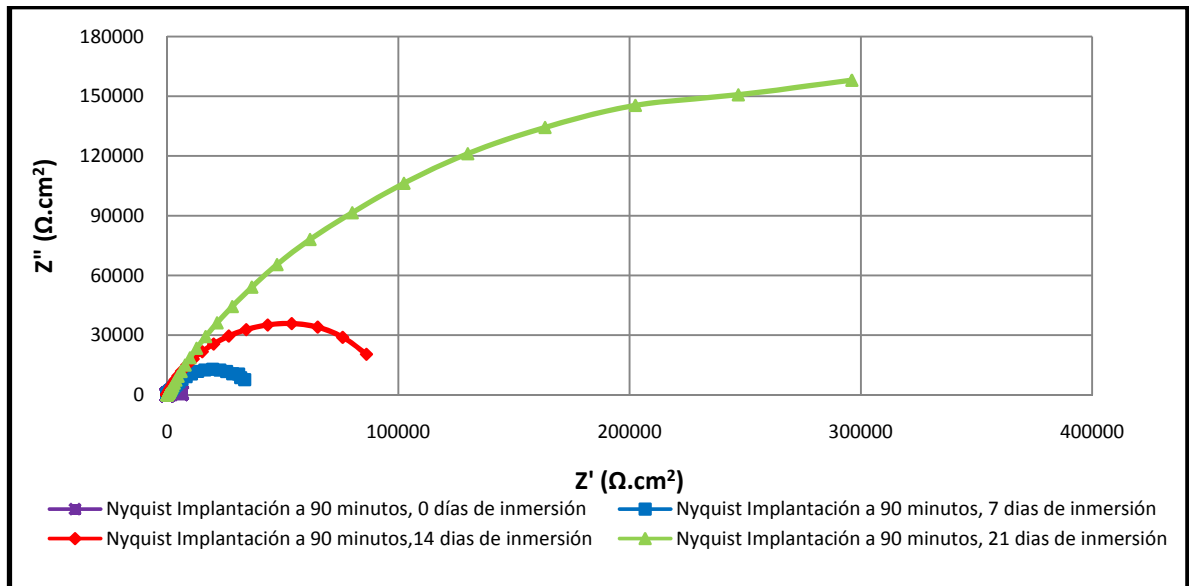


En las muestras implantadas (figuras 21 y 22) se observa que a 0 días de inmersión en la solución la resistencia a la polarización es menor en comparación con los otros días, los valores de impedancia de esta curva son tan pequeños que no alcanzan a verse dentro del rango en el que se encuentran las demás curvas. La diferencia se encuentra comparando los resultados a 21 días de inmersión en el electrolito, donde la resistencia a la polarización es mayor debido a la presencia de una capa de óxido en la superficie de la muestra que hace que el material se pasive.

Aunque en las muestras no implantadas (figura 20), también se observa un aumento en la resistencia a la polarización con el transcurso de los días de exposición al electrolito, estas resistencias son menores comparadas con las resistencias para las muestras implantadas. Se puede confirmar que las probetas implantadas presentan un mejor comportamiento frente a la corrosión en comparación con las no implantadas, se comprueba la efectividad de la implantación con iones de nitrógeno cuando se quiere aumentar la resistencia del

acero a la corrosión debido a que se disminuye la transferencia de masa a través de los sitios de red donde el nitrógeno se incrustó, además el valor de la capacitancia aumenta a medida que aumenta el tiempo de implantación^[1].

Figura 22. Curvas Nyquist para las probetas implantadas a 90 minutos, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días.



Relacionando la velocidad de corrosión con la dureza y la microdureza después de la implantación iónica se pueden presentar dos escenarios; que aumente la dureza, la microdureza y la velocidad de corrosión del material o que aumente la dureza y disminuya la microdureza y la velocidad de corrosión. De acuerdo a los resultados obtenidos se comprueba que la implantación de nitrógeno aumentó la dureza, disminuyó la microdureza y efectivamente disminuyó la velocidad de corrosión, verificando una de las dos hipótesis planteadas.

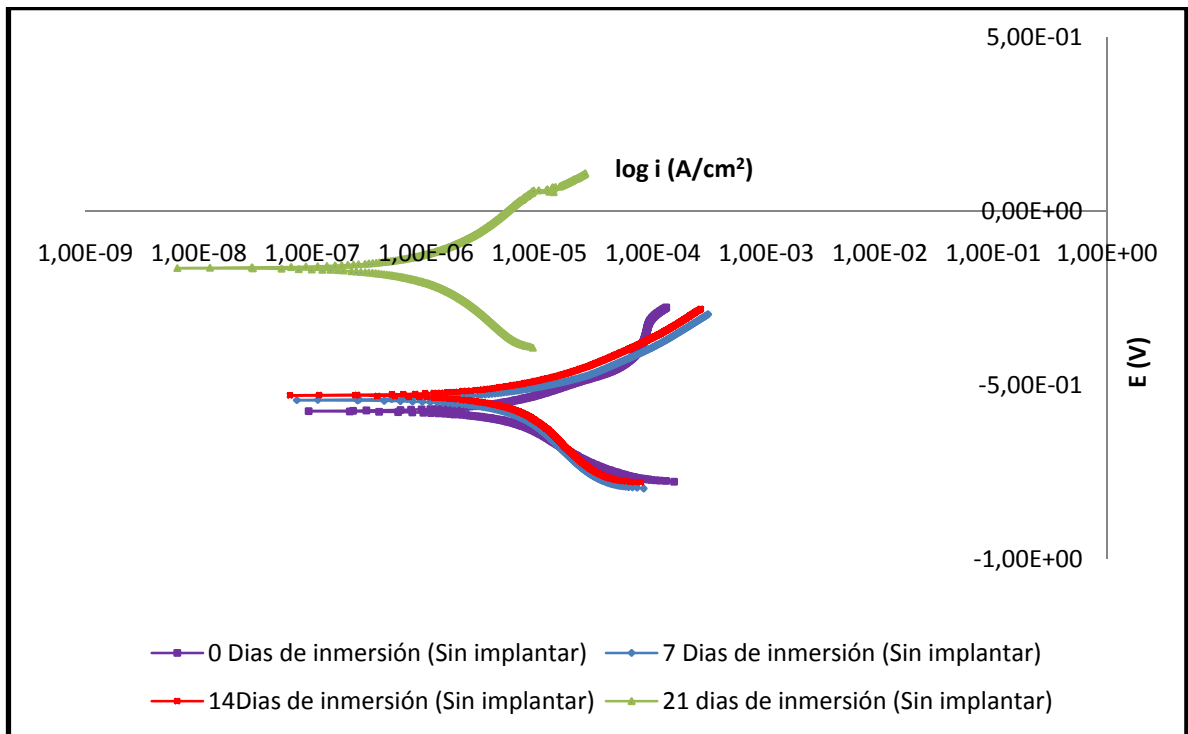
^[1]Xi, Yun-Tao.Improvement of corrosion and wearresistances of AISI 420 martensiticstainlesssteelusing plasma nitriding at lowtemperature.(2007)

5.4.3. EXTRAPOLACIÓN DE TAFEL

Los ensayos de extrapolación de Tafel son de carácter destructivo, por tal motivo fueron realizados después de las pruebas Rp y EIS. Una vez trazadas las curvas Rp, se determinaron las pendientes de Tafel por extrapolación de las zonas catódica y anódica de las curvas resultantes.

Las curvas Tafel obtenidas para las probetas no implantadas e implantadas a 30 y 90 minutos, inmersas en solución NaCl 3% se registran en las figuras 23, 24 y 25.

Figura 23. Curvas Tafel para las probetas sin implantar, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días.



En las figuras 23, 24 y 25 se muestran las curvas tafel para las probetas no implantadas e implantadas a 30 y 90 minutos, de 0 a 21 días de inmersión en NaCl, en las cuales se puede observar un aumento de aproximadamente 70 % en el potencial de corrosión, es decir el potencial se ha desplazado hacia el régimen

más noble con una disminución en la densidad de corriente, notándose un evidente descenso en la velocidad de corrosión a medida que avanza el tiempo de inmersión, indicando una pasivación del material, puede ser atribuido al efecto de la preparación metalográfica, la dosis implantada y al tiempo de inmersión en el electrolito, creándose en las muestras una capa de óxido protectora.

En los casos estudiados, las muestras implantadas a 90 minutos revelaron un valor de velocidad de corrosión menor que aquellas muestras implantadas a 30 minutos y no implantadas a 0, 7, 14 y 21 días de inmersión en el electrolito.

Figura 24. Curvas Tafel para las probetas implantadas a 30 minutos, inmersas en NaCl 3%wt, a 0, 7, 14 y 21 días.

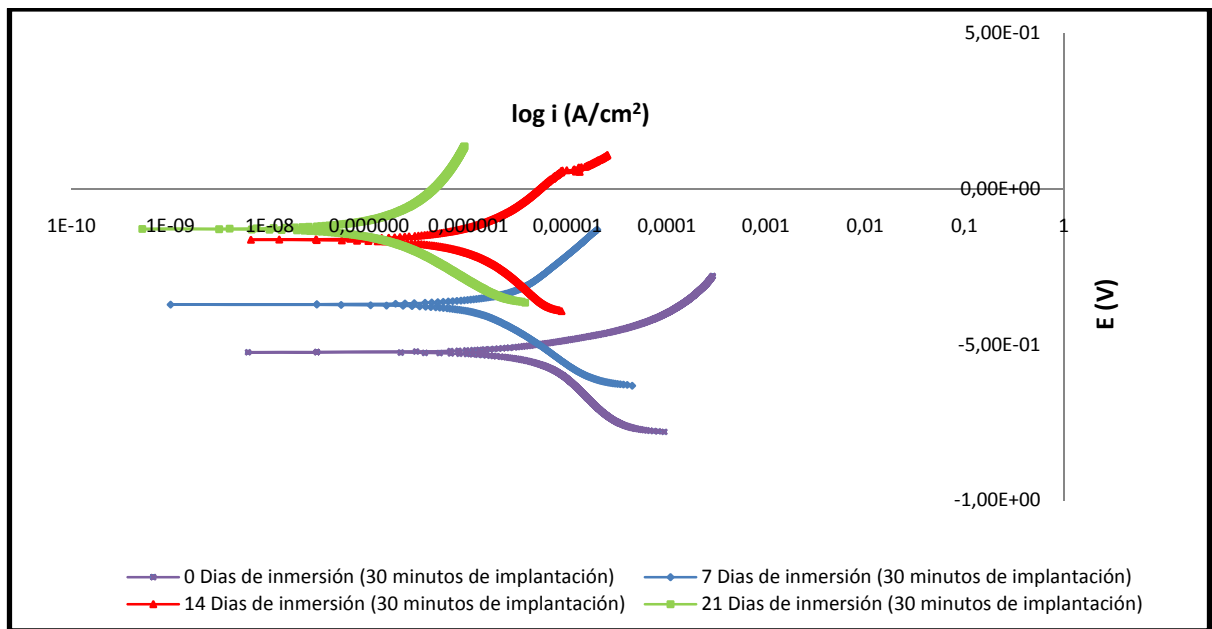
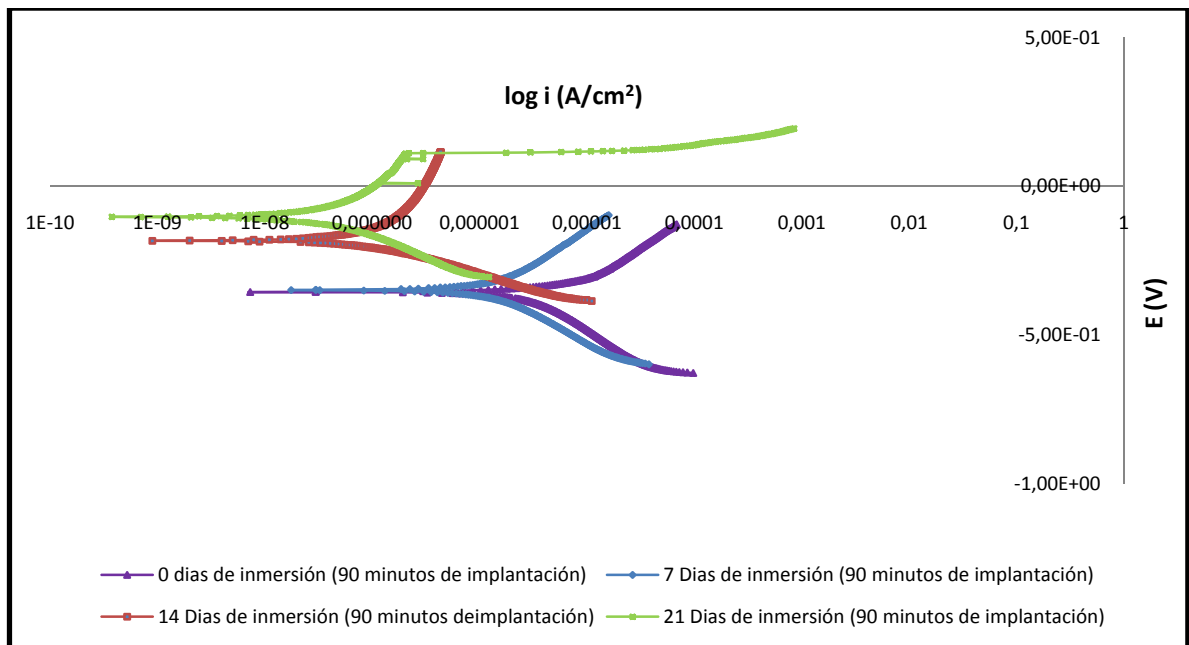


Figura 25.Curvas Tafel para las probetas implantadas a 90 minutos, inmersas en NaCl 3%wt., a 0, 7, 14 y 21 días.



Con el transcurrir del tiempo de inmersión los potenciales de corrosión se hacen más nobles en cada uno de los sistemas, lo cual podría asumir que se está presentando una pasivación del material atribuido al efecto del nitrógeno, por la formación de una capa protectora en la superficie del material hacia adentro la cual impide su reacción anódica en menor orden^[1].

En la tabla 12 se presentan las velocidades de corrosión obtenidas mediante los ensayos de Tafel, comprobándose así que para las muestras que se han implantado con nitrógeno la velocidad de corrosión disminuye en comparación con la muestra no implantada, presentando un comportamiento termodinámicamente estable en la interfase metal-solución^[2]

^[1]Hirvonen, JP. Corrosion resistance of N-, Cr- or Cr + N-implanted AISI 420stainless steel (1999)

^[2]R.K.Y. Fu. Enhancement of corrosion resistance of AISI 420 Stainless steels by nitrogen and silicon plasma immersion ion implantation.

Tabla 12. Velocidad de corrosión obtenida mediante los ensayos de Tafel.

PROBETA	Tiempo de inmersión (días)	Ecorr (V)	Icorr($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	B (mv/ década)	Vcorr (mpy)
No Implantada	0	-573,9	3,16E+00	1,11E+01	1,52E+00
	7	-543,6	2,51E+00	1,06E+01	1,21E+00
	14	-530,0	2,95E+00	1,05E+01	1,42E+00
	21	-164,0	3,55E-01	9,27E+00	1,70E-01
Implantada A 30 minutos	0	-524,5	2,51E+00	1,21E+01	1,21E+00
	7	-371,7	6,31E-01	1,06E+01	3,03E-01
	14	-163,7	3,98E-01	1,21E+01	1,91E-01
	21	-128,9	6,31E-02	1,02E+01	3,03E-02
Implantada A 90 minutos	0	-355,8	1,78E+00	9,05E+00	8,54E-01
	7	-348,7	6,31E-01	8,39E+00	3,03E-01
	14	-183,2	5,89E-02	9,32E+00	2,83E-02
	21	-104,0	2,00E-02	8,22E+00	9,58E-03

Fuente: Autoras

5.4.4. CIRCUITOS EQUIVALENTES PROPUESTOS

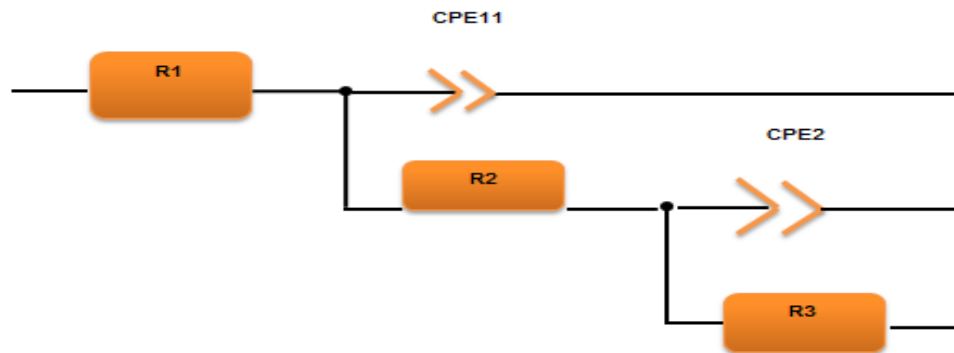
Los circuitos equivalentes se utilizan para interpretar los datos obtenidos en los ensayos de impedancia, en la figura 26 se muestra el circuito equivalente propuesto para las probetas implantadas y no implantadas.

Los datos se simularon en diferentes tipos de interfase electrodo – electrolito, utilizando el software Zview (ScribnerAssociates, Inc). Con el fin de encontrar un circuito que describa con exactitud el proceso dentro el sistema y generar los valores reales determinados por el simulador que unidos con los datos experimentales demuestren que el circuito equivalente escogido es similar al sistema que se analizó.

Se utilizó un circuito equivalente compuesto por elementos simples como resistencias y elementos complejos (elementos de fase constante - CPE). El circuito equivalente propuesto consta de una resistencia R1 que corresponde a la

solución electrolítica (NaCl 3%), la cual está en serie con un elemento de fase constante CPE1 que es la interfase que existe entre el electrolito y los productos de corrosión; esta a su vez se encuentra en paralelo con una resistencia R2 que representa la capa pasiva y en paralelo se observa una capacitancia CPE2 que corresponde a la doble capa electroquímica y una resistencia R3 que equivale a la resistencia a la polarización. Los resultados del software Zview se muestran en el anexo B.

Figura 26. Circuito equivalente en paralelo propuesto en probetas implantadas y no implantadas.



Fuente: Autoras

En la tabla 13 se registran los valores obtenidos mediante la simulación en el software Zview y la velocidad de corrosión para cada sistema, donde se ratifica que las velocidades de corrosión de las muestras implantadas es menor en comparación con las no implantadas.

Tabla 13. Valores obtenidos por medio del circuito equivalente para el aceroimplantado a 30 y 90 minutos y sin implantar.

PROBETA	Tiempo Inmersión (días)	R1 (Ω)	R2 (Ω)	R3 (Ω)	CPE1 (F/cm ²)	CPE2 (F/cm ²)	I _{corr} (μA/cm ²)	V _{corr} (mpy)
No Implantada	0	42,0	2334,0	990,0	1,86E-04	9,38E-03	1,12E-02	5,38E-03
	7	34,3	246,3	3986,0	4,31E-04	1,25E-04	2,66E-03	1,28E-03
	14	34,3	15,6	8764,0	3,86E-05	1,17E-04	1,20E-03	5,75E-04
	21	130,6	5,03E-05	22516,0	4,97E-07	9,70E-06	4,12E-04	1,98E-04
Implantada a 30 minutos	0	117,1	3772,0	842,7	2,00E-04	2,64E-03	1,44E-02	6,90E-03
	7	58,8	720,6	16824,0	2,76E-05	1,56E-05	7,19E-04	3,45E-04
	14	35,2	2191,0	40211,0	4,55E-05	9,19E-06	2,64E-04	1,27E-04
	21	33,1	8448,0	2,6E+05	3,914E-06	6,59E-06	3,81E-05	1,83E-05
Implantada a 90 minutos	0	45,6	1407,0	5557,0	1,74E-04	3,39E-04	1,63E-03	7,82E-04
	7	33,5	6190,0	36392,0	5,79E-05	1,54E-05	2,31E-04	1,11E-04
	14	31,3	122,8	104700,0	6,64E-06	7,42E-07	7,85E-05	3,77E-05
	21	34,8	2230,0	463780,0	1,47E-05	8,59E-06	2,01E-05	9,65E-06

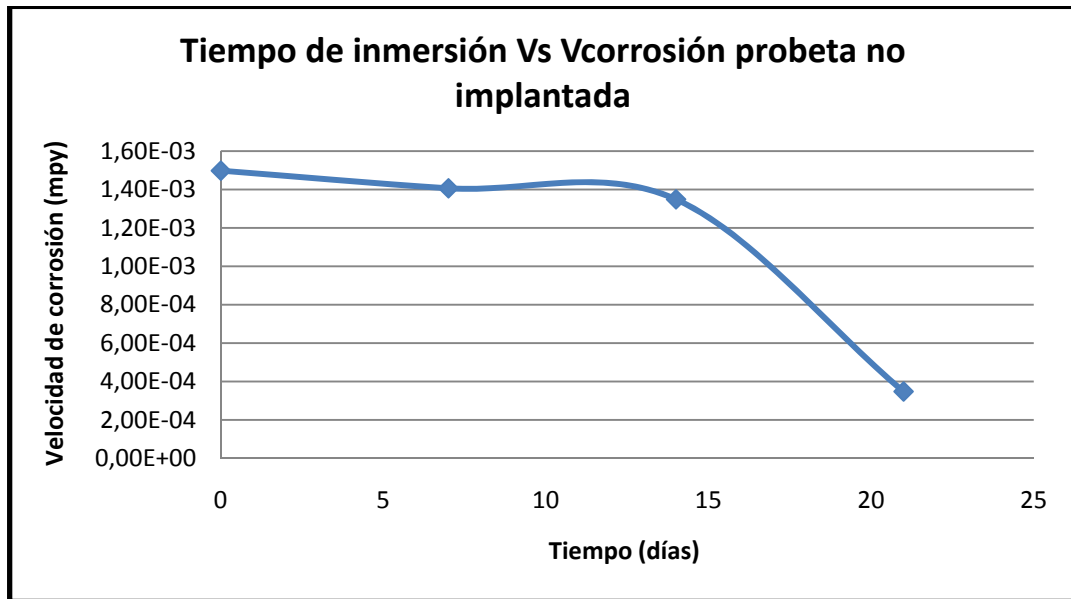
Fuente: Autoras

5.4.5. CAMBIO EN LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN DE LAS PROBETAS EN EL TRANCURSO DE LOS DÍAS

Con el propósito de observar el comportamiento en la velocidad de corrosión durante los días de inmersión en la solución electrolítica de las muestras no implantadas e implantadas se presentan las figuras 27, 28 y 29 en las cuales se confirma la buena resistencia a la corrosión de las probetas implantadas.

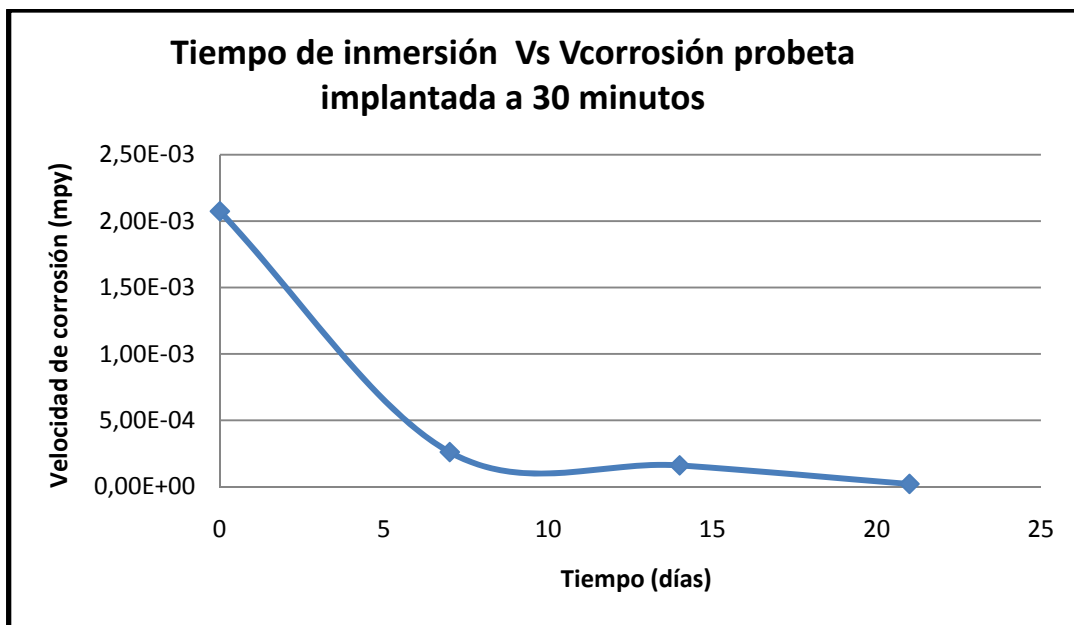
Comparando la curva de la figura 27 con las anteriores curvas, en los días de inmersión en la solución electrolítica 0, 7 y 14 se observa que la velocidad de corrosión disminuye y la diferencia entre cada día es poca, a los 21 días de inmersión al electrolito la disminución de la velocidad de corrosión es mayor adquiriendo un valor aproximado de 4,00E-04 (mpy), aunque en comparación con los valores obtenidos en la velocidad de corrosión de las probetas implantadas es menor, debido a que las muestras implantadas registran valores cercanos a 0 (mpy).

Figura 27. Tiempo de inmersión Vs Vcorrosión probeta no implantada.



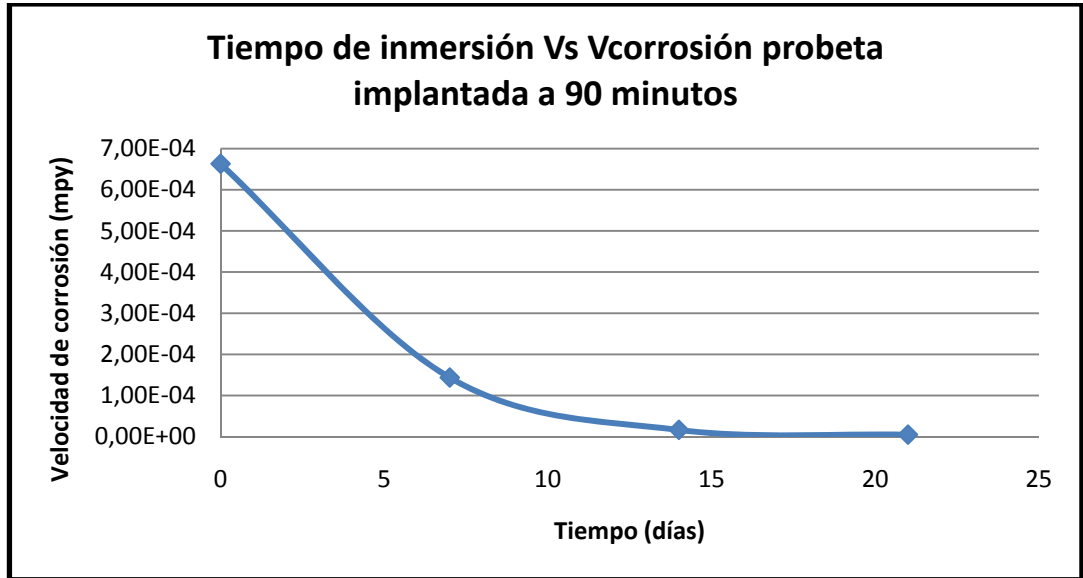
Fuente: Autoras

Figura 28. Tiempo de inmersión Vs Vcorrosión probeta implantada a 30 minutos.



Fuente: Autoras

Figura 29. Tiempo de inmersión Vs Vcorrosión probeta implantada a 90 minutos.



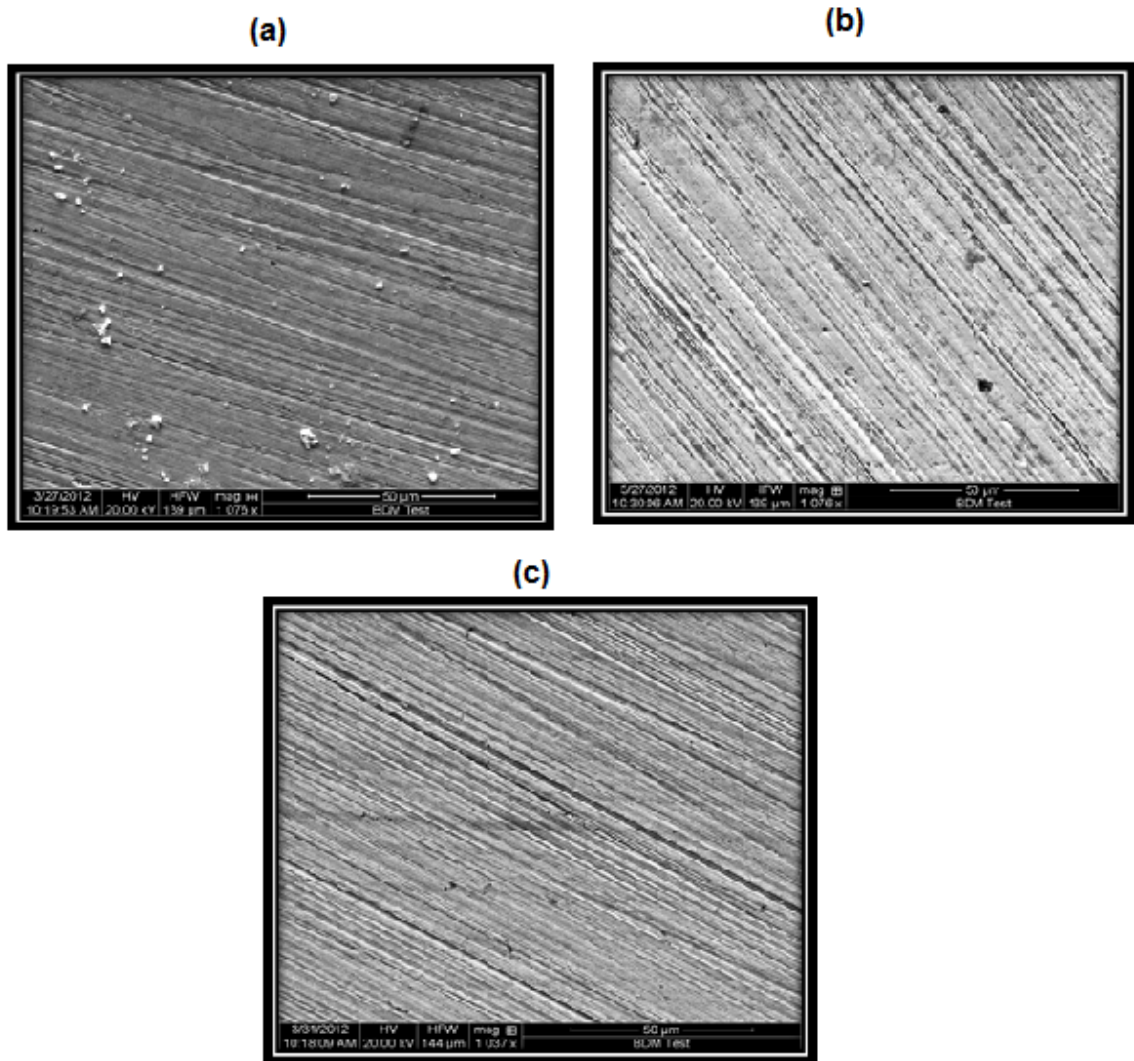
Fuente: Autoras

Analizando las curvas en las figuras 28 y 29 se observa que a 0 días de inmersión al electrolito, se presenta mayor velocidad de corrosión y a medida que transcurren los días de exposición en la solución la velocidad de corrosión disminuye significativamente.

5.5. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Los registros obtenidos por medio de la técnica de microscopia electrónica de barrido para el día 14 de inmersión de las muestras implantadas y no implantadas; se presentan en la figura 30, con el fin analizar la superficie del acero después de terminadas las pruebas electroquímicas.

Figura 30. Micrografía de las probetas (a) no implantada, (b) implantada a 30 minutos, (c) implantada a 90 minutos, expuestas a 14 días de inmersión.



Se presenta una micrografía homogénea sin alteración superficial y con mínima cantidad de óxidos presentes, siendo más a fondo este análisis si se compara visualmente concluyendo que en ciertas regiones del blanco existen capas de óxido sobre la superficie; se observó que las muestras estaban en buenas condiciones físicas con su color característico brillante, en algunas regiones un poco corroídas por efecto del electrolito utilizado (NaCl al 3%) factor que predominó en las muestras sin implantar (Blancos).

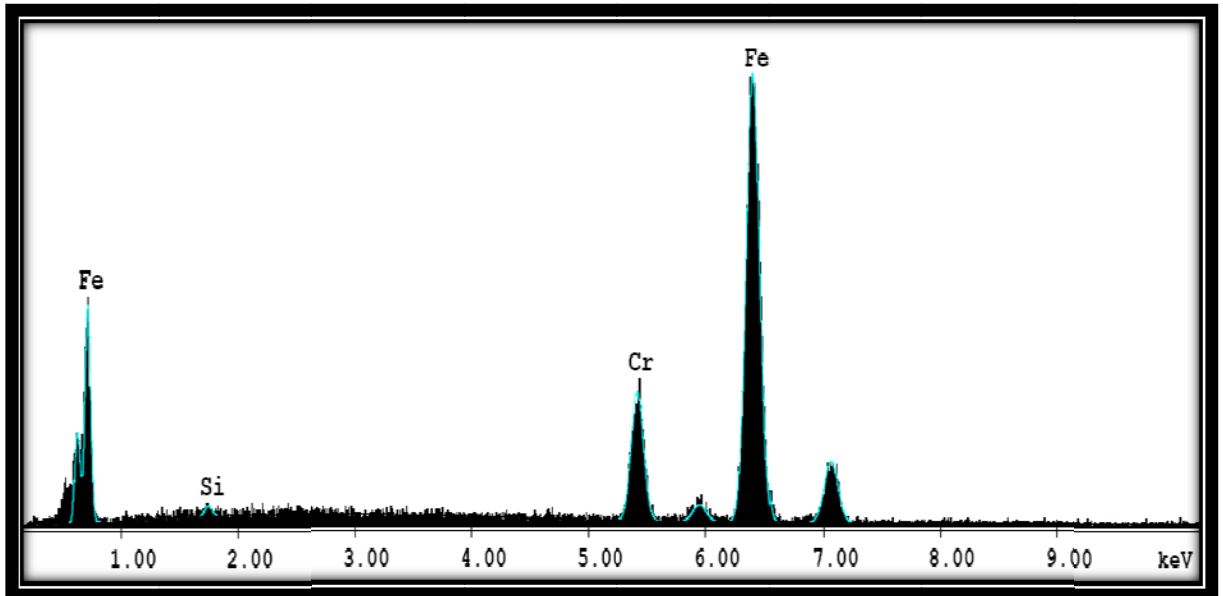
Se puede evidenciar el efecto de la implantación iónica en la disminución de la velocidad de corrosión del material, y además la ausencia de otros productos a simple vista u otra microestructura o alteración superficial que afecten el aspecto del material.

Las micrografías, el espectro y composición de las superficies obtenidas para las muestras implantadas y sin implantar expuestas a la solución electrolítica de NaCl por 0, 7 y 21 días se encuentran registradas en el anexo A.

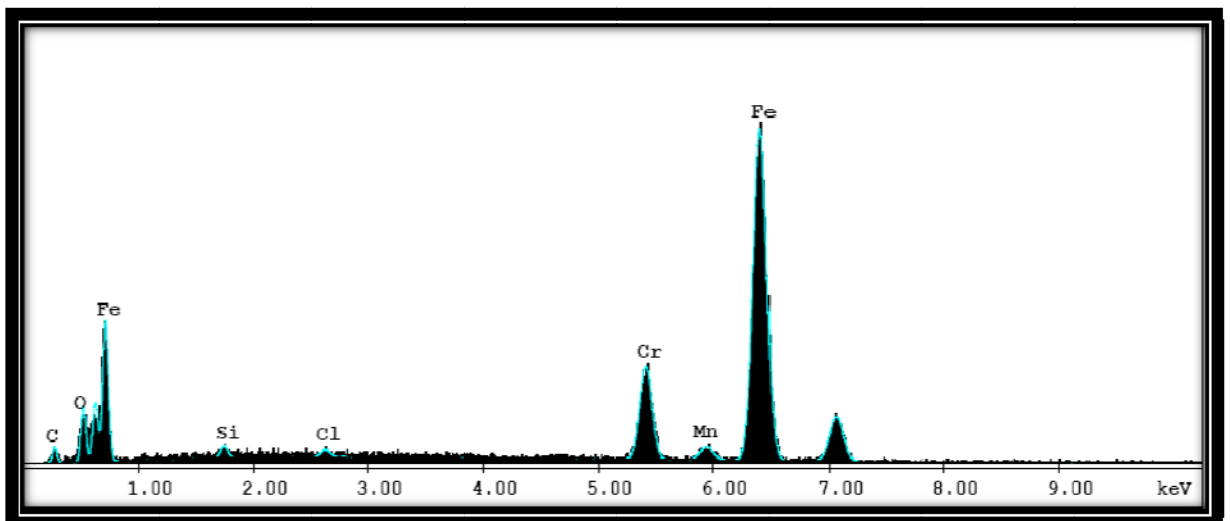
El espectro correspondiente a la micrografía de la muestra no implantada expuesta a 14 días de inmersión se observa en la figura 31 (a), dando como resultado una disminución cuantitativa del porcentaje en peso del cromo debido a la formación de algunos óxidos de cromo en la muestra sin implantar expuesta a una corrosión que puede ser general o localizada, tal que no existe ningún tratamiento para estas muestras expuestas.

Figura 31. Espectro y composición de los elementos presentes en la superficie de las probetas(a) No Implantadas,(b)Implantadas a 30minutos (c) Implantadas a90 minutos, expuestas a 14 días de inmersión.

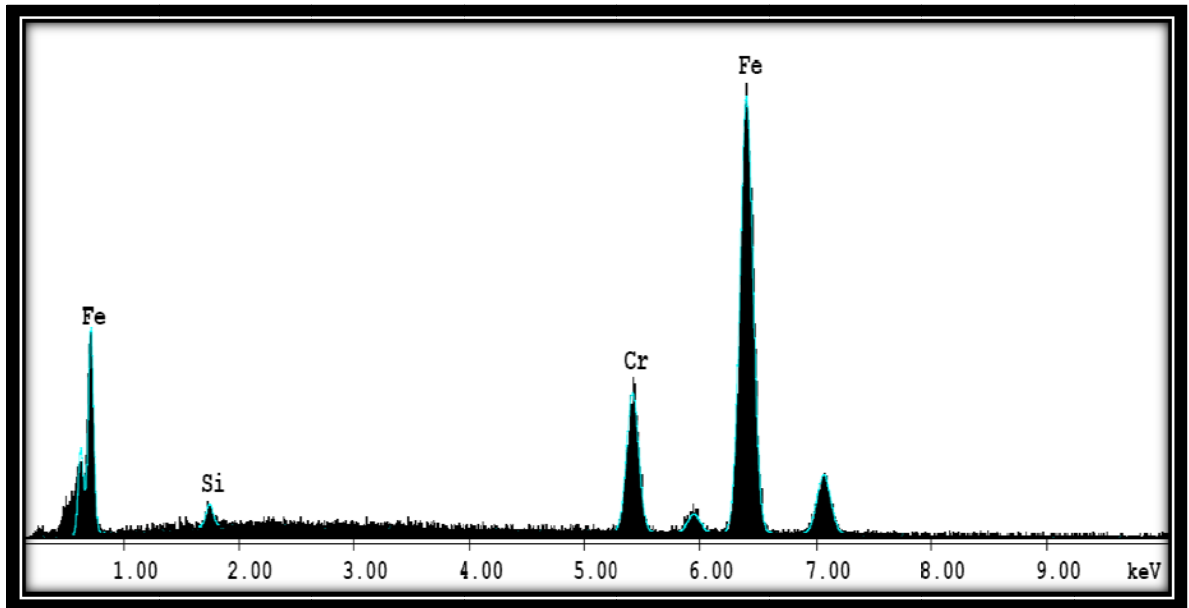
(a)



(b)



(c)



En la figura 31 (b) y (c) se analiza los espectros y composición para las muestras implantadas a 30 y 90 min observándose una disminución en la composición del hierro debido a que cuando se implanta el nitrógeno este forma nitruros de hierro, pero el espectro no logró identificarlos, posiblemente por el tiempo y dosis de implantación, o porque estos compuestos podrían encontrarse en poca cantidad sin embargo se observó la presencia de oxígeno en la figura 31 (b) que corresponde a la muestra implantada a 30 minutos. En la tabla 14 se registran los resultados cuantitativos obtenidos mediante la microscopia electrónica de barrido.

Sin embargo el logro obtenido mediante el proceso de implantación permite comprobar el efecto del nitrógeno en el material y se evidencia como un proceso exitoso para disminuir los niveles de corrosión a aquellos materiales expuestos a ciertos ambientes agresivos y que exigen cierta resistencia de ellos.

Tabla 14. Resultados cuantitativos obtenidos mediante EDX.

PROBETAS	RESULTADOS CUANTITATIVOS		
	ELEMENTO	% EN PESO	% MASA
No Implantadas	Si	0.69	1.34
	Cr	14.39	15.19
	Fe	84.92	83.47
Implantadas a 30 minutos	C	3.37	12.70
	Si	0.9	1.47
	Cr	12.97	11.28
	O	3.62	10.23
	Fe	78.31	63.42
Implantadas a 90 minutos	Si	1.45	2.80
	Cr	15.66	16.40
	Fe	82.89	80.80

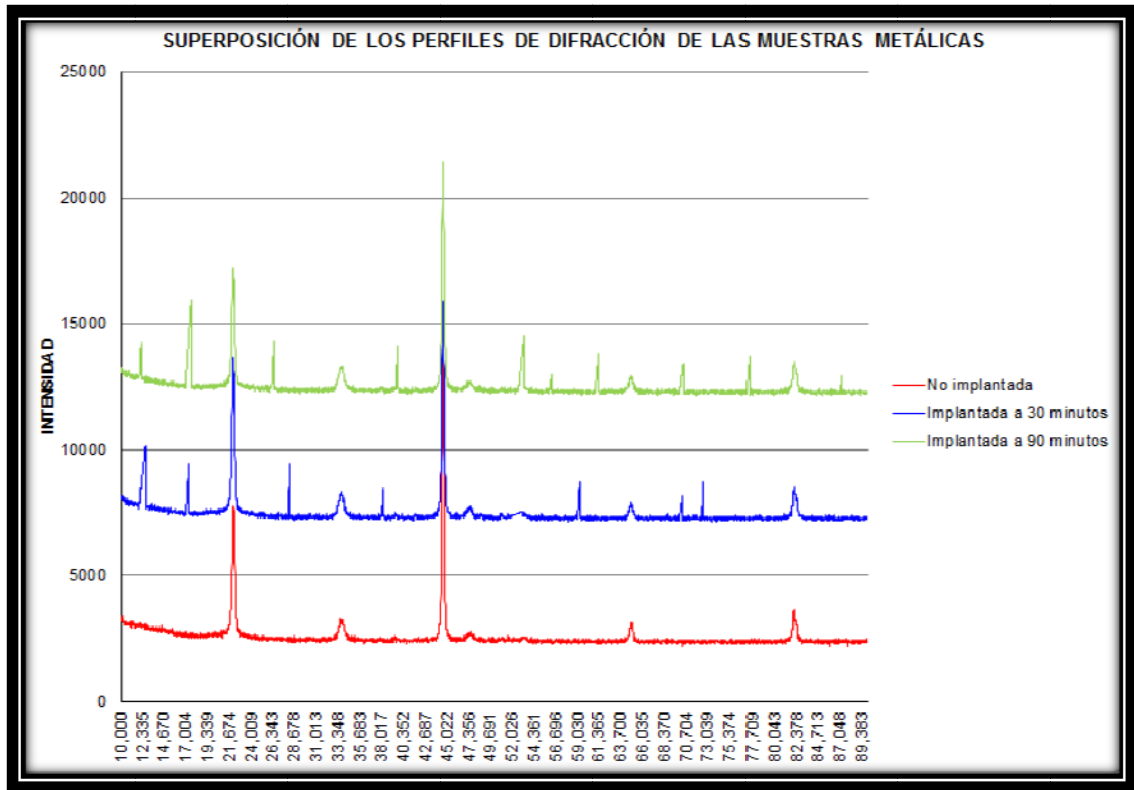
Fuente: Autoras

5.6. DIFRACCION DE RAYOS X (DRX)

Mediante la técnica de Difracción de Rayos X (DRX), se evaluó químicamente las fases presentes o compuestos en las muestras implantadas.

En la figura 32 se muestra los patrones de difracción para las muestras identificadas como Implantada a 30 minutos, Implantada a 90 minutos y no Implantada. Se comprobó mediante Difracción de Rayos-X y utilizando la técnica de llenado frontal donde se uso un tiempo de muestreo de 0.4 segundos que los valores de referencia correspondientes a la muestra no implantada varia en los perfiles de difracción con respecto a las muestras implantadas a 30 y 90 minutos, mostrando para los puntos de dispersión con las líneas de tendencia una diferencia muy pequeñas correlacionándola con un patrón donde se pueda identificar las distintas fases formadas.

Figura 32. Superposición de los perfiles de difracción de las muestras metálicas.



Fuente: Laboratorio de Difracción de Rayos-X

Después de realizar el análisis a los resultados de DRX, se concluye que la sensibilidad de la técnica no fue suficiente para determinar la formación de algún compuesto presente en el material implantado y se atribuye a que el nitrógeno o algún nitruro que se formó se encuentra en poca proporción, en forma amorfa o apantallado, sin embargo analizando los patrones de difracción se visualiza ciertas alteraciones en la intensidad de señal que pueden corresponder a ciertos puntos donde el haz golpea para un determinado ángulo obteniéndose una intensidad de señal diferente a la de la muestra no implantada, lo cual se puede atribuir a una alteración en la red cristalina debido al nitrógeno implantado.

6. CONCLUSIONES

- La implantación iónica tridimensional (3DII) se establece como una alternativa efectiva contra el deterioro del acero AISI 420 inmerso en medios agresivos, mejorando las propiedades electroquímicas y superficiales del acero.
- Los resultados obtenidos por medio de la microscopía electrónica de barrido (SEM) mostraron que la implantación con iones de nitrógeno no genera cambios en las dimensiones ni en la forma de las probetas.
- Las técnicas electroquímicas aportan información importante para determinar el grado de avance de la corrosión en las probetas de acero inoxidable AISI 420, con lo que es posible realizar diagnósticos confiables que permitan tomar medidas adecuadas para la protección y mantenimiento de materiales hechos con este acero.
- Con la aplicación de las pruebas electroquímicas RP, EIE Y TAFEL, se concluyó que la velocidad de corrosión en las probetas implantadas a 30 y 90 minutos inmersas en la solución electrolítica de NaCl por 21 días fue menor en comparación con las probetas que no se implantaron, además se verificó que las medidas de RP y EIE presentaron mas eficiencia en cuanto a la disminución de la velocidad de corrosión, encontrando una similitud en sus resultados.
- Basados en los datos obtenidos según la los ensayos de EIE, se observa que la implantación de iones de nitrógeno en las muestras influye en la doble capa electroquímica, haciendo evidente que a mayor tiempo de

implantación la capa de óxido se hace mas resistiva, protegiendo el acero e la corrosión.

- Se puede afirmar que durante la implantación iónica se forman nitruros de hierro los cuales le confieren al material mayor dureza, sin embargo los resultados obtenidos en esta investigación no dieron un aumento en la dureza probablemente por la poca proporción en la que se encuentran estos compuestos
- El uso de técnicas como microscopia electrónica de barrido y DRX, utilizadas para confirmar la presencia o la formación de compuestos, no fue efectivo, ya que no se pudo apreciar con claridad el nitrógeno implantado, esto se puede atribuir a que la cantidad del elemento implantado pudo ser baja, o a la preparación metalográfica, ya que el acabado superficial no fue muy fino.
- La implantación iónica le proporcionó mayor resistencia a la corrosión al acero AISI 420, una vez sometidas a las pruebas electroquímicas donde el acero se pasivó, sin embargo los perfiles de microdureza fueron disminuyendo en función del tiempo de implantación, por efecto del nitrógeno implantado que formó una capa superficial en el sustrato.

RECOMENDACIONES

- Realizar un acabado superficial más fino en el acero AISI 420, con el fin de observar la diferencia en la implantación, dureza, microdureza y en el comportamiento del acero frente a la corrosión, debido a que una superficie más fina puede mejorar el desempeño del acero durante su vida útil.
- Hacer un estudio sobre la ubicación de los átomos de nitrógeno en la red cristalina y como se modifica.
- Realizar un estudio tribológico a las muestras antes y después de la implantación.

BIBLIOGRAFÍA

- [1]. DULCE M., Héctor J.; “Implantación Iónica Tridimensional mediante Descargas de Alto Voltaje a Bajas Presiones del Dispositivo JUPITER” [Tesis doctoral]. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. 2002.
- [2]. FONTALVO, Paola et al. “Evaluación experimental de la resistencia a la corrosión de un Acero AISI SAE 4140 Implantado con iones de Nitrógeno”. En: Dyna. Colombia Vol. 76, No. 159, Septiembre 2009. P. 43-52.
- [3]. PEÑA, Darío et al. Evaluación Experimental de la Resistencia a la Corrosión de un Acero AISI SAE 4140 Implantado con Iones de Nitrógeno. En: Dyna. Medellín Vol.76, No.159, Sept. /Dic. 2009.
- [4]. CORENGIA, P., EGIDI, D.; QUINTEIRO, M. Comportamiento frente a la corrosión de aceros nitrurados por plasma. Materiales: 4º Jornadas de Desarrollo e Innovación, Noviembre 2002.
- [5]. V. NIÑO, Ely Dannier. Comportamiento del Acero AISI SAE 4140 Implantado con Iones de Nitrógeno en Ambientes Hidrogenados; [Tesis de Pregrado]; Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga; 2004.
- [6]. SILVA P., Miguel Ángel, “Estudio de la Implantación Iónica Tridimensional (3DII) en descargas a baja presión como protección de aceros a la permeación de Hidrógeno” [Tesis de Maestría]. Bucaramanga; Universidad Industrial de Santander, 2004.
- [7]. ASTM E3-01, “Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens”.
- [8]. ASTM G1-90, “Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens”(1999).
- [9]. ASTM G3-89, (Reapproved 2004) Standard Practice for Conventions Applicable to Electrochemical measurements in Corrosion Testing.
- [10]. ASTM G5-94, (Reapproved 2004) Standard Reference Test Method for Making potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements.
- [11]. ASTM G59-97, (Reapproved 2009) Standard Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements.
- [12]. ASTM G102-89, (Reapproved 2004). Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements.
- [13]. ASTM G106-89, (Reapproved 2004) Standard Practice for Verification of Algorithm and Equipment for Electrochemical Impedance Measurements.

- [14]. JONES, Denny A.; Principles and Preventions of Corrosion. Prentice Hall: USA, 1996.
- [15]. KELLY, R. Electrochemical techniques in corrosion science and engineering. Marcel Dekker: USA, 2002.
- [16]. MARTÍNEZ, L. y PÉREZ F. The effect of nitrogen ion implantation on the corrosion behaviour of stainless steels in chloride media. Surface y coatings technology 200, 2005, pp. 1606-1615.
- [17]. M. ANDRADE, M. C. ALONSO AND J. A. GONZALEZ, Corrosion Rates of Steel in Concrete, ASTM STP 1065, N. S. Berke, V. Chaker, and W. D Whiting Eds., American Society of Testing and Materials, Philadelphia, 29, 1990.
- [18]. MELLO, C.B. Surface modification of SAE 1070 by chromium using plasma immersion ion implantation and deposition. Surface & coatings technology 204, 2010, pp. 2971-2975.
- [19]. MOHAN, R. Plasma immersion ion implantation of nitrogen on austenitic stainless steel at variable energy for enhanced corrosion resistance. Surface & Coatings Technology 201, 2007, pp. 4919-4921.
- [20]. MUÑOZ, Castro Arturo. Tratamiento superficial de aceros Inoxidables por implantación iónica. Revista Contacto Nuclear. Departamento de Física. 4.
- [21]. RODRIGUEZ, t. al; "Presente y futuro de la implantación iónica",(1998).
- [22]. ROJAS, L. Modificación de la superficie de los aceros AISI SAE 4140 y 4340 por acción de un plasma de nitrógeno creado en una descarga luminiscente de radiofrecuencia. [Tesis de Maestría], Universidad Industrial de Santander; Bucaramanga; 1996.
- [23]. RUEDA, A. comportamiento de la corrosión de un acero de bajo Carbono implantado con nitrógeno. En: Revista Colombiana de Física, Vol. 38, No. 2, 2006.
- [24]. XI, Yun-Tao.Improvement of corrosion and wear resistances of AISI 420 martensitic stainless steel using plasma nitriding at low temperature. (2007)
- [25]. TORRES A. Estudio de la Implantación de Iones de Nitrógeno en α -Hierro en Aproximaciones de Colisiones Elásticas; [Tesis de Maestría]; Escuela de Física, Universidad Industrial de Santander; Bucaramanga;(2002).
- [26]. HIRVONEN, J-P. Corrosion resistance of N-, Cr- or Cr + N-implanted AISI 420 stainless steel (1999).
- [27]. R.K.Y. Fu. Enhancement of corrosion resistance of AISI 420 Stainless steels by nitrogen and silicon plasma immersion ion implantation (2007).

ANEXOS

ANEXO A. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Figura 33. Micrografía de la Probeta implantada a 30 minutos, expuesta a 0 días de inmersión.

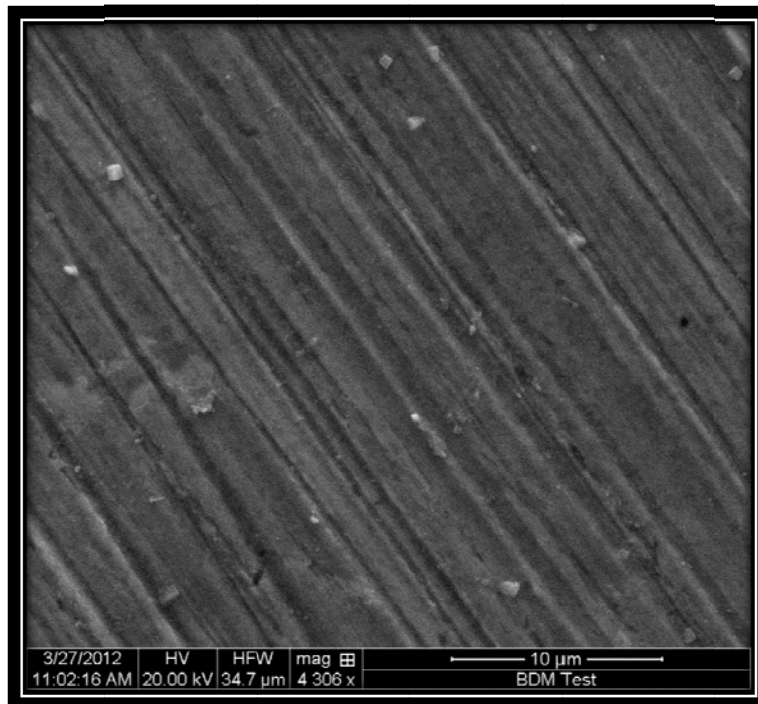


Figura34. Espectro y composición de la superficie de la probeta implantada a 30 minutos, expuesta a 0 días de inmersión.

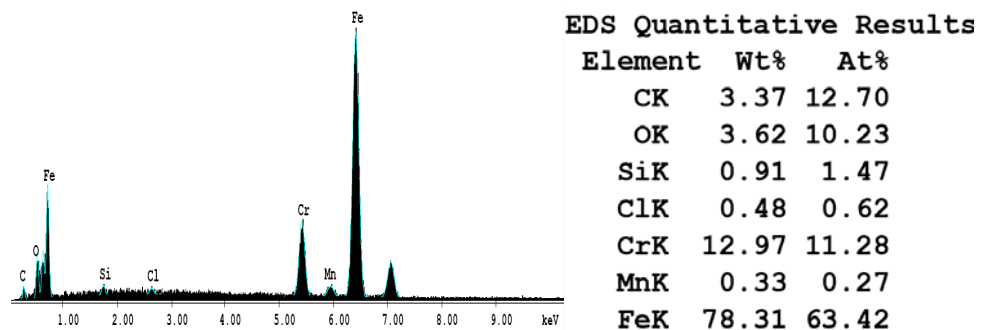


Figura 35. Micrografía de la Probeta implantada a 90 minutos, expuesta a 7 días de inmersión.

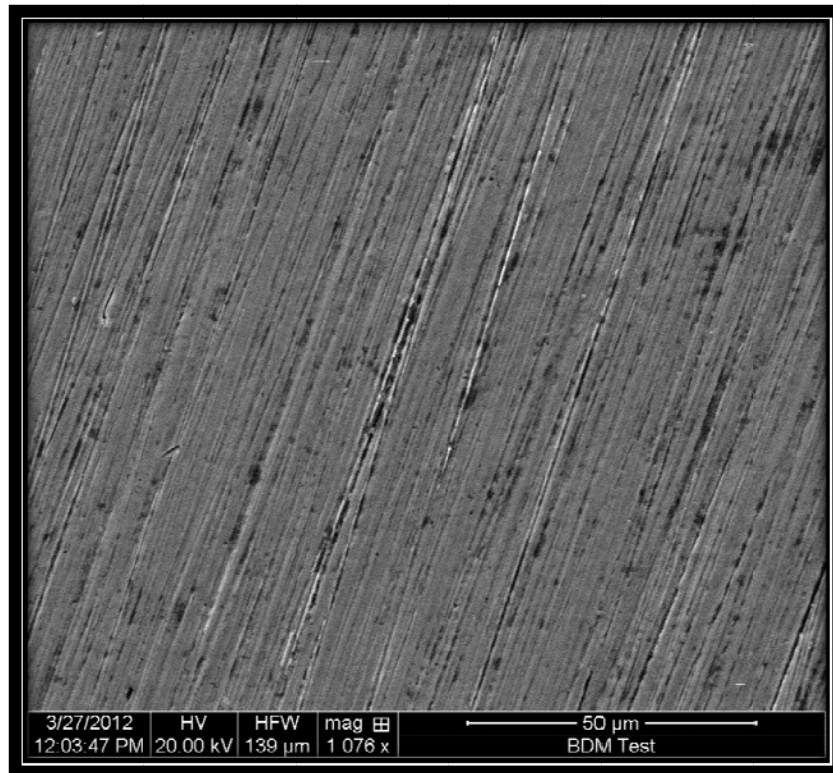


Figura 36. Espectro y composición de la superficie de la probeta implantada a 90 minutos, expuesta a 7 días de inmersión.

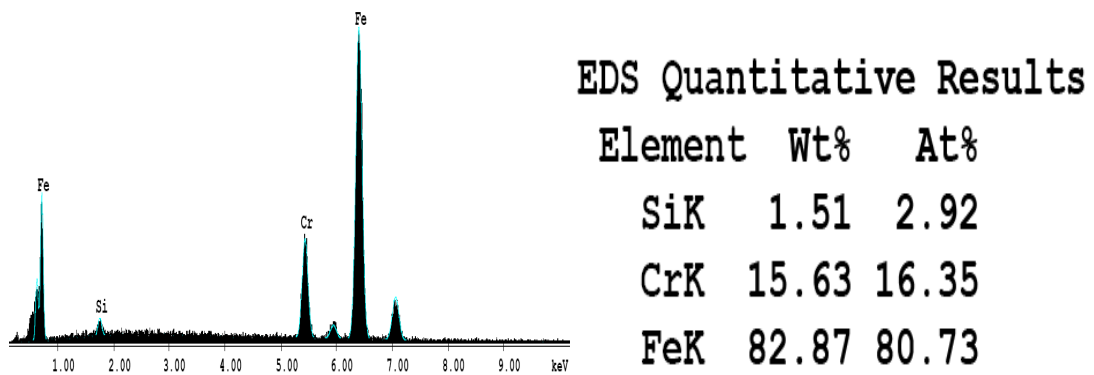


Figura 37. Micrografía de la Probeta no implantada, expuesta a 21 días de inmersión.

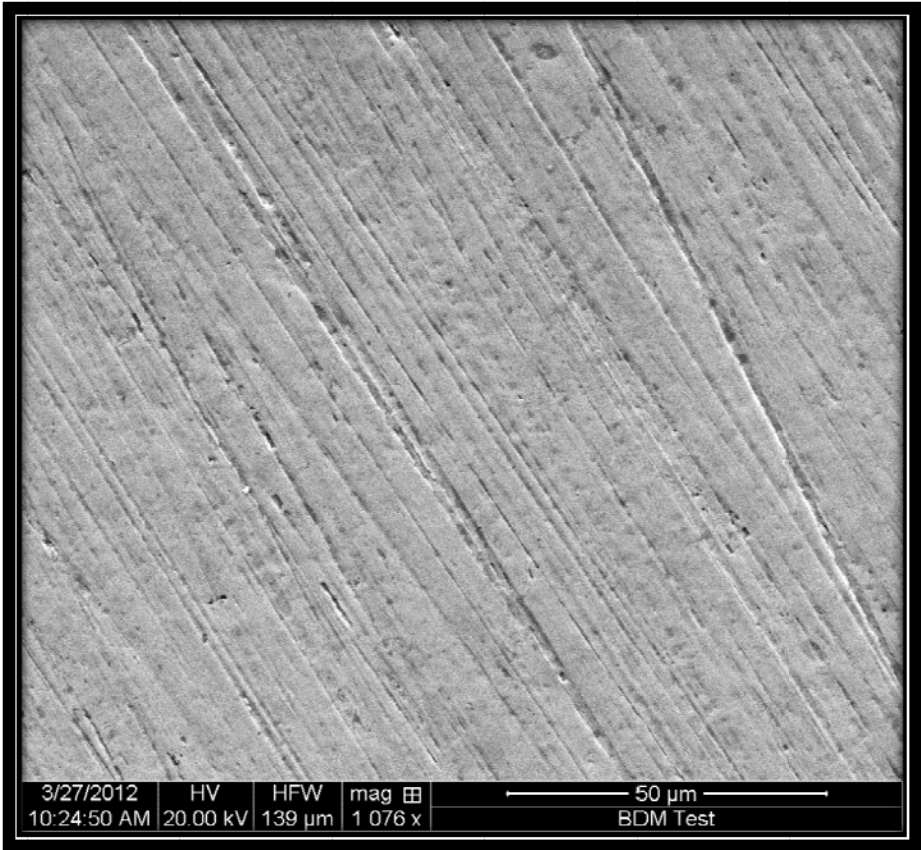
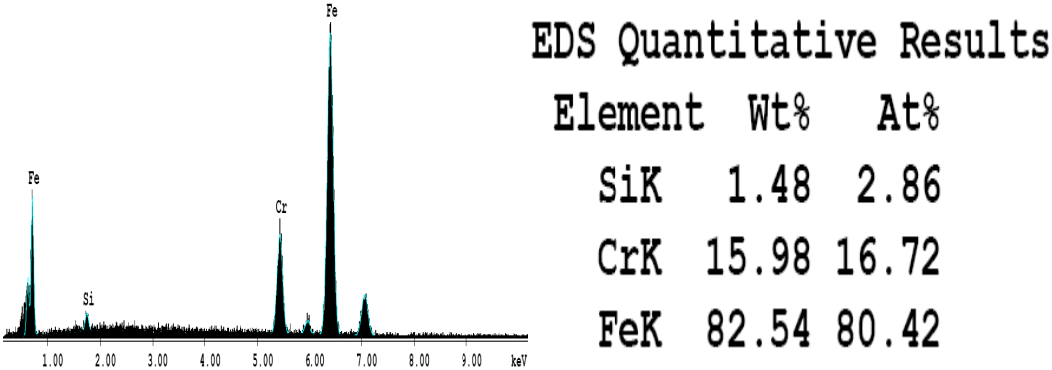
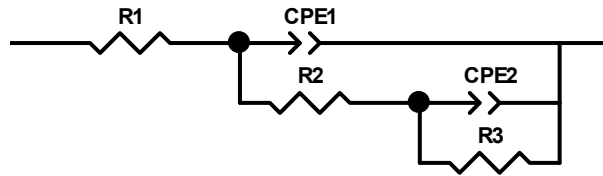


Figura38. Espectro y composición de la superficie de la probeta no implantada, expuesta a 21 días de inmersión.



ANEXO B. CIRCUITOS E QUIVALENTES (SIMULACION ZVIEW)

Figura 39. Circuito equivalente probeta implantada a 30 minutos; 0 días de inmersión.



<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	117,1	0,32993	0,28175
CPE1-T	Free(+)	0,00020089	8,374E-07	0,41685
CPE1-P	Fixed(X)	0,74635	N/A	N/A
R2	Free(+)	3772	44,508	1,18
CPE2-T	Free(+)	0,0026442	0,00036372	13,755
CPE2-P	Fixed(X)	0,94344	N/A	N/A
R3	Free(+)	842,7	63,002	7,4762

Figura 40. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 30 minutos; 0 días de inmersión.

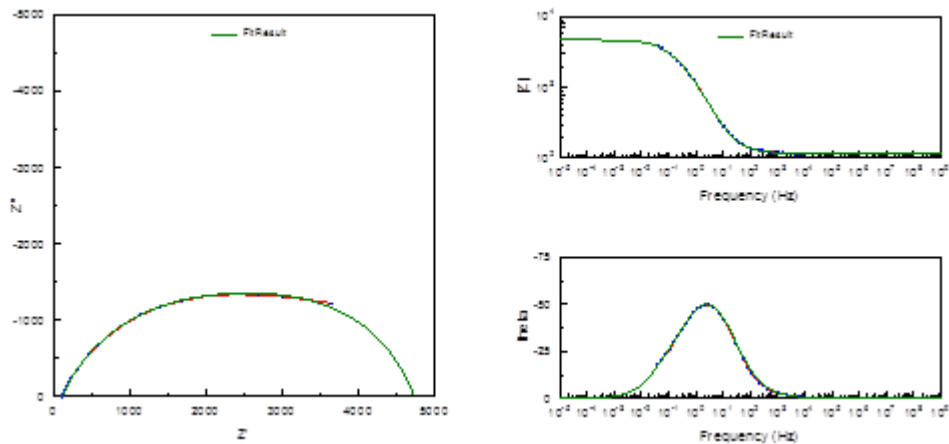
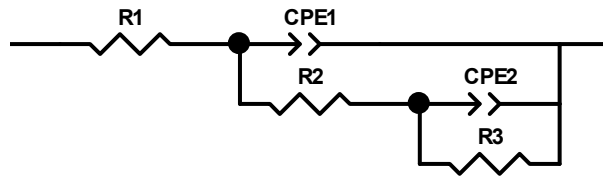


Figura 41. Circuito equivalente probeta implantada a 30 minutos; 7 días de inmersión.



<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	58,82	0,94853	1,6126
CPE1-T	Free(+)	2,7572E-05	6,9935E-07	2,5365
CPE1-P	Fixed(X)	0,68662	N/A	N/A
R2	Free(+)	720,6	63,945	8,8739
CPE2-T	Free(+)	1,5628E-05	1,0708E-06	6,8518
CPE2-P	Free(+)	0,81818	0,016397	2,0041
R3	Free(+)	16824	285,05	1,6943

Figura 42. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 30 minutos; 7 días de inmersión.

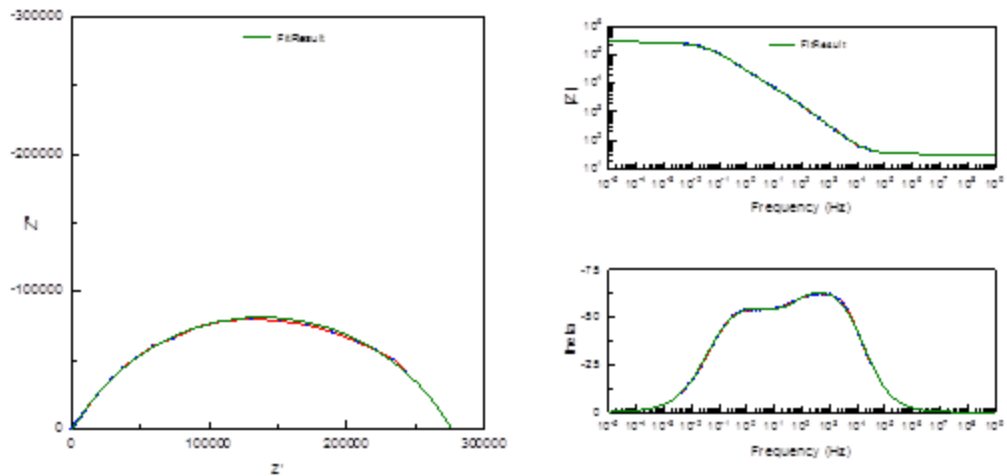
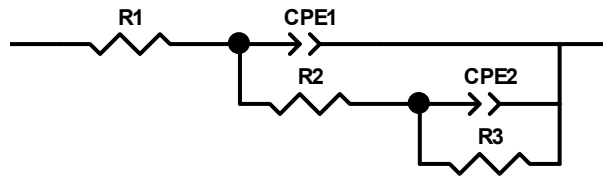


Figura 43. Circuito equivalente probeta implantada a 30 minutos; 14 días de inmersión.



<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	35,23	0,14712	0,4176
CPE1-T	Free(+)	4,5466E-05	2,7796E-07	0,61136
CPE1-P	Fixed(X)	0,74756	N/A	N/A
R2	Free(+)	2191	200,81	9,1652
CPE2-T	Free(+)	9,1911E-06	3,7299E-07	4,0582
CPE2-P	Free(+)	0,81007	0,012418	1,533
R3	Free(+)	40211	422,24	1,0501

Figura 44. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 30 minutos; 14 días de inmersión.

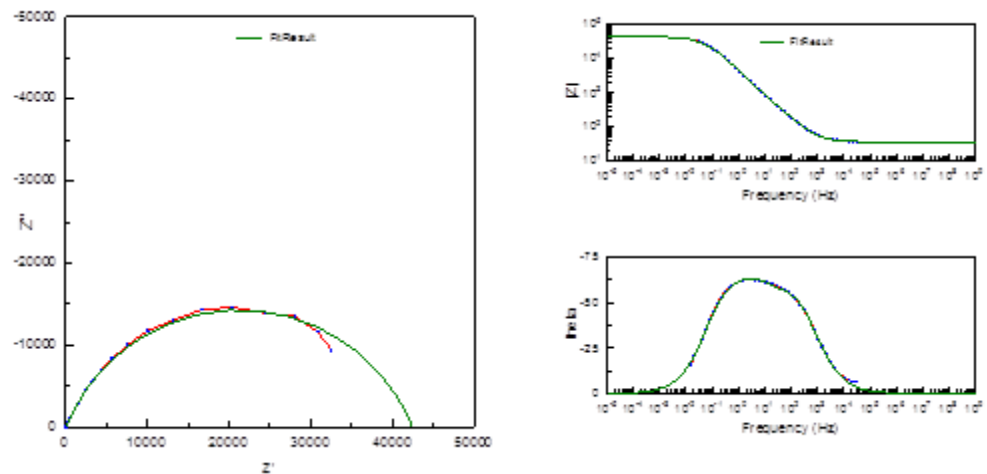
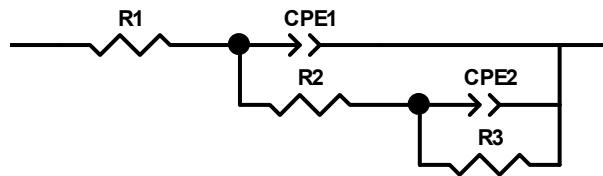


Figura 45. Circuito equivalente probeta implantada a 30 minutos; 21 días de inmersión.



<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	33,08	0,36289	1,097
CPE1-T	Free(+)	3,9141E-06	9,0201E-08	2,3045
CPE1-P	Free(+)	0,76921	0,0025216	0,32782
R2	Free(+)	8448	423,9	5,0178
CPE2-T	Free(+)	6,5925E-06	9,1694E-08	1,3909
CPE2-P	Free(+)	0,64231	0,0041637	0,64824
R3	Free(+)	2,6766E05	2230,4	0,8333

Figura 46. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 30 minutos; 21 días de inmersión.

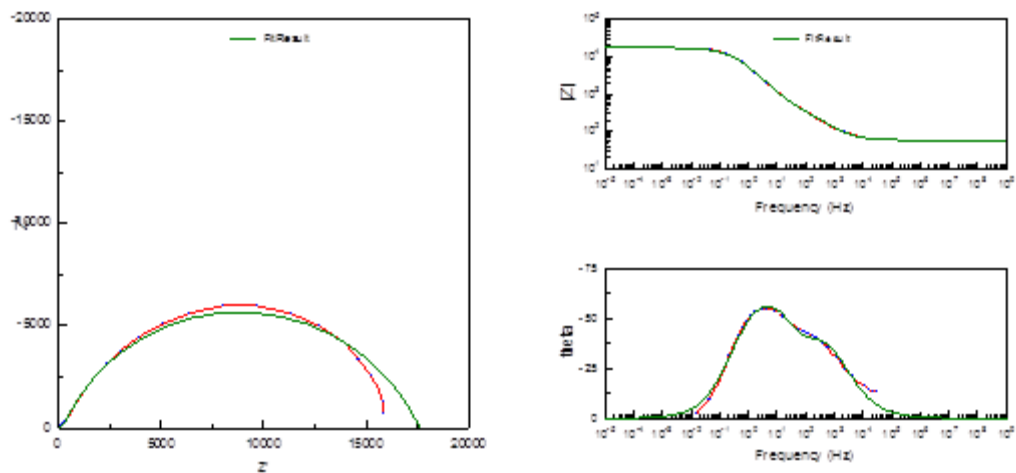
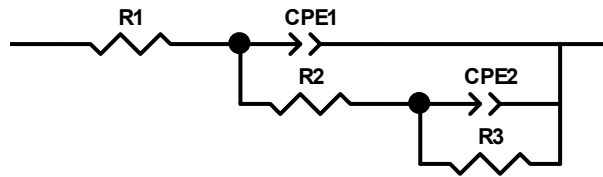


Figura 47. Circuito equivalente probeta implantada a 90 minutos; 0 días de inmersión.



Element	Freedom	Value	Error	Error %
R1	Free(+)	45,6	N/A	N/A
CPE1-T	Free(+)	0,00017415	N/A	N/A
CPE1-P	Free(+)	0,72352	N/A	N/A
R2	Free(+)	1407	N/A	N/A
CPE2-T	Free(+)	0,00033898	N/A	N/A
CPE2-P	Free(+)	0,88535	N/A	N/A
R3	Free(+)	5557	N/A	N/A

Figura 48. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 90 minutos; 0 días de inmersión.

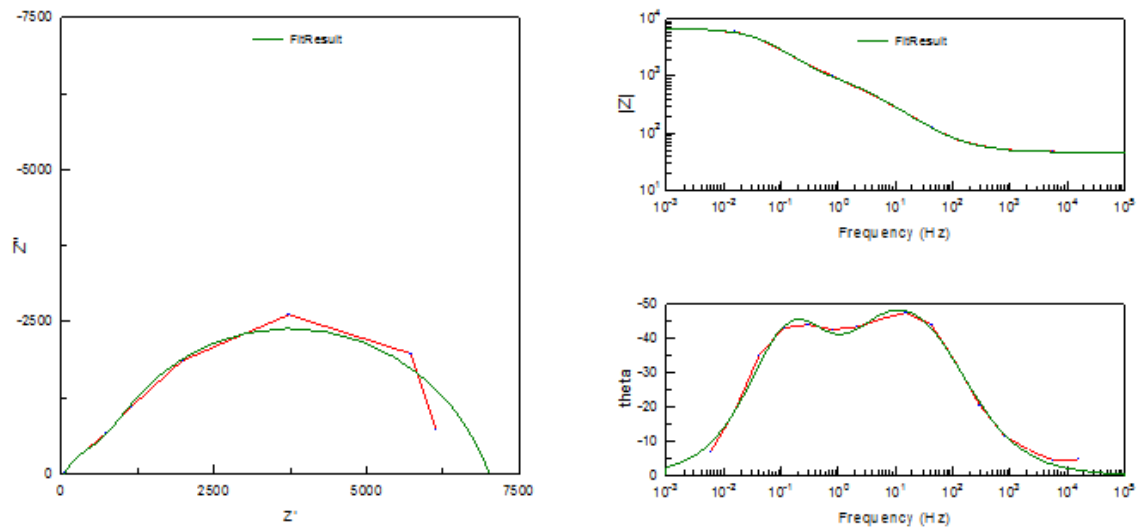
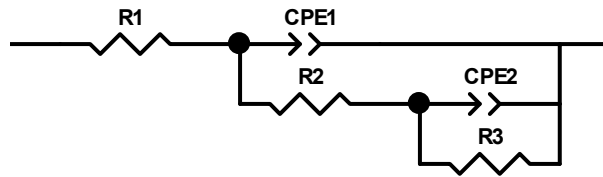


Figura 49. Circuito equivalente probeta implantada a 90 minutos; 7 días de inmersión.



<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	33,52	0,32191	0,96035
CPE1-T	Free(+)	5,7937E-05	1,6582E-06	2,8621
CPE1-P	Free(+)	0,64226	0,0036656	0,57073
R2	Free(+)	6190	741,1	11,973
CPE2-T	Free(+)	1,537E-05	1,7619E-06	11,463
CPE2-P	Free(+)	0,92031	0,04027	4,3757
R3	Free(+)	36392	613,36	1,6854

Figura 50. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 90 minutos; 7 días de inmersión.

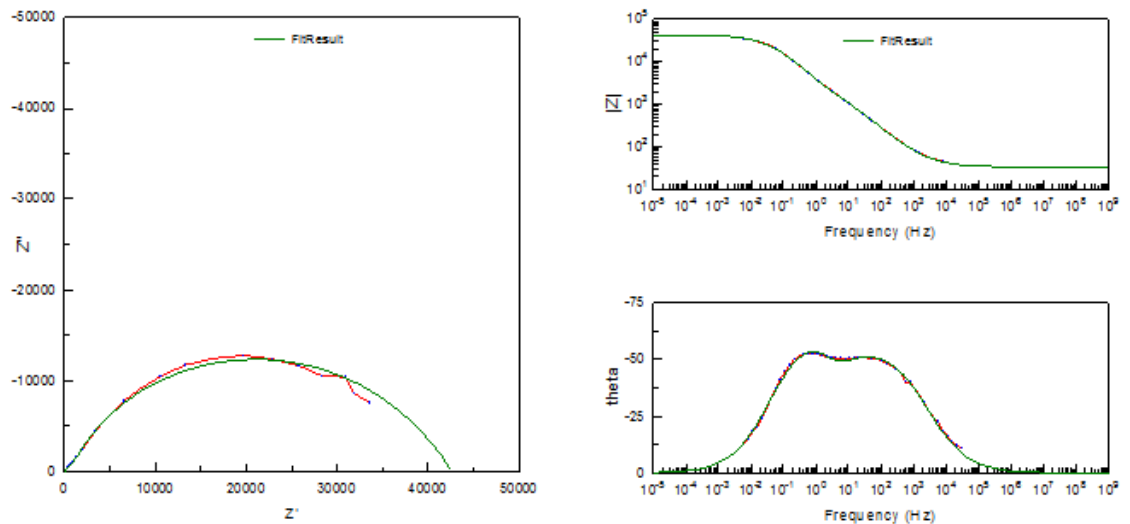
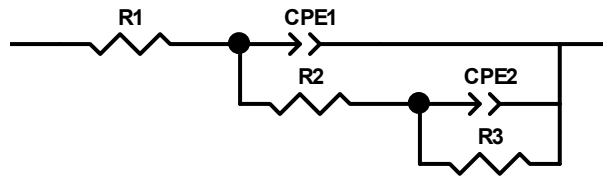


Figura 51. Circuito equivalente probeta implantada a 90 minutos; 14 días de inmersión.



Element	Freedom	Value	Error	Error %
R1	Free(+)	31,27	0,66671	2,1321
CPE1-T	Free(+)	6,6372E-06	2,8073E-07	4,2296
CPE1-P	Fixed(X)	0,76614	N/A	N/A
R2	Fixed(X)	122,8	N/A	N/A
CPE2-T	Free(+)	7,4185E-07	2,9702E-07	40,038
CPE2-P	Fixed(X)	0,76087	N/A	N/A
R3	Free(+)	1,047E05	1240,4	1,1847

Figura 52. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 90 minutos; 14 días de inmersión.

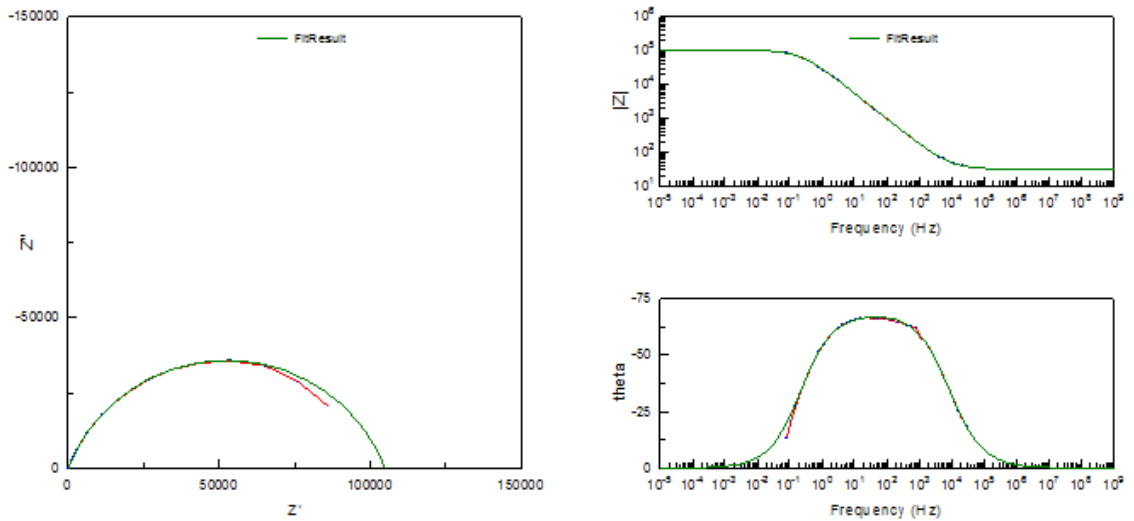
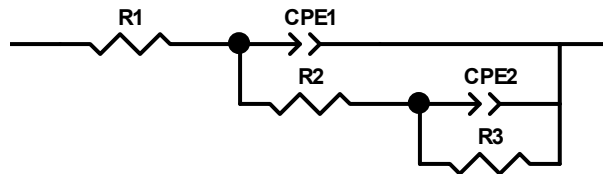


Figura 53. Circuito equivalente probeta implantada a 90 minutos; 21 días de inmersión.



Element	Freedom	Value	Error	Error %
R1	Free(+)	34,84	0,49946	1,4336
CPE1-T	Free(+)	1,4748E-05	9,0232E-07	6,1183
CPE1-P	Free(+)	0,69987	0,0065159	0,93102
R2	Free(+)	2230	245,62	11,014
CPE2-T	Free(+)	8,5883E-06	9,2395E-07	10,758
CPE2-P	Free(+)	0,7735	0,016163	2,0896
R3	Free(+)	4,6378E05	7663,9	1,6525

Figura 54. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta implantada a 90 minutos; 21 días de inmersión.

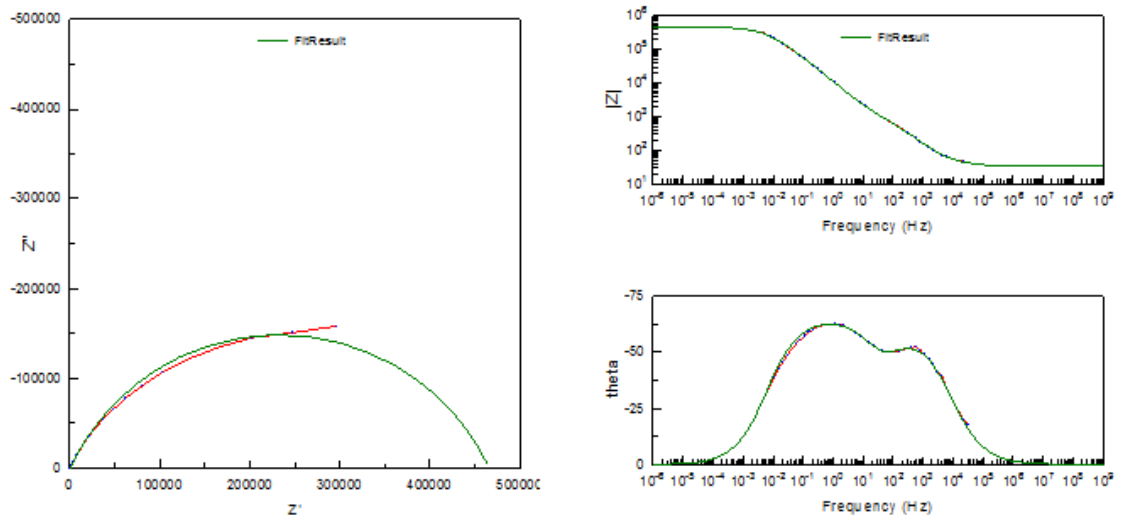
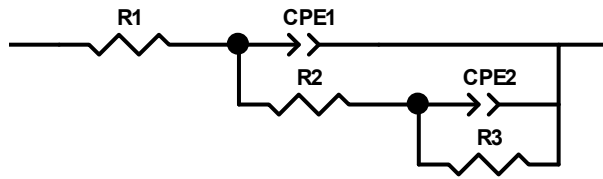


Figura 55. Circuito equivalente probeta no implantada; 0 días de inmersión.



<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	42,05	0,19448	0,4625
CPE1-T	Free(+)	0,00018631	2,4063E-06	1,2916
CPE1-P	Free(+)	0,73393	0,0027161	0,37008
R2	Free(+)	2334	31,485	1,349
CPE2-T	Free(+)	0,0093822	0,0017713	18,879
CPE2-P	Free(+)	0,98688	0,079713	8,0773
R3	Free(+)	990	160,74	16,236

Figura 56. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta no implantada; 0 días de inmersión

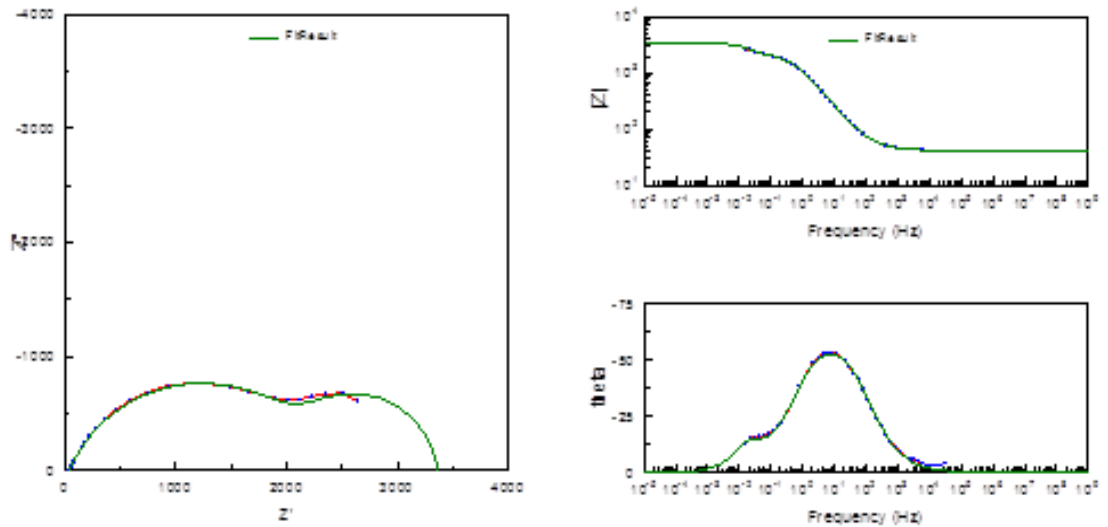
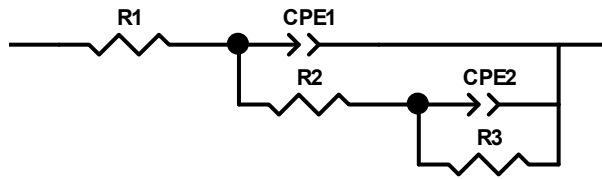


Figura 57. Circuito equivalente probeta no implantada; 7 días de inmersión.



<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	34,27	0,36967	1,0787
CPE1-T	Free(+)	0,00043138	1,5515E-05	3,5966
CPE1-P	Fixed(X)	0,73172	N/A	N/A
R2	Free(+)	246,3	96,198	39,057
CPE2-T	Free(+)	0,00012493	1,1971E-05	9,5822
CPE2-P	Fixed(X)	0,69596	N/A	N/A
R3	Free(+)	3986	104,63	2,6249

Figura 58. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta no implantada; 7 días de inmersión

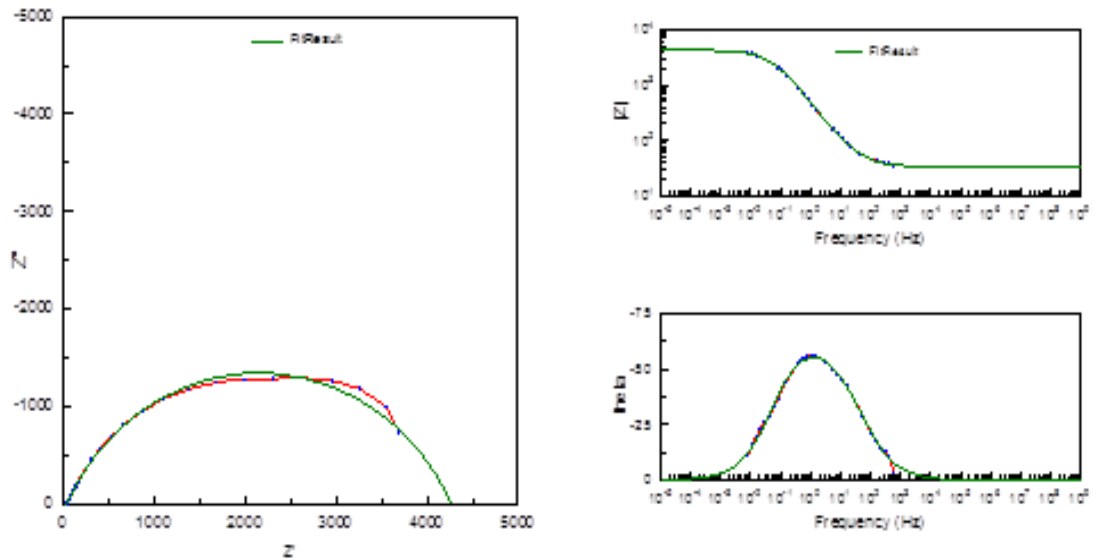
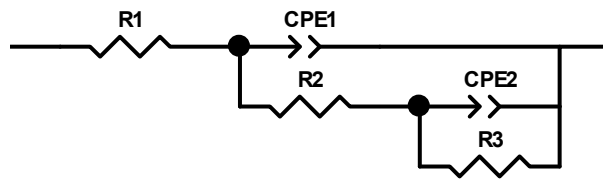


Figura 59. Circuito equivalente probeta no implantada; 14 días de inmersión.



<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	34,33	0,12453	0,36274
CPE1-T	Free(+)	3,8574E-05	1,2359E-06	3,204
CPE1-P	Fixed(X)	0,89412	N/A	N/A
R2	Free(+)	15,65	2,6779	17,111
CPE2-T	Free(+)	0,00011694	1,8967E-06	1,6219
CPE2-P	Fixed(X)	0,71274	N/A	N/A
R3	Free(+)	8764	72,285	0,82479

Figura 60. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta no implantada; 14 días de inmersión

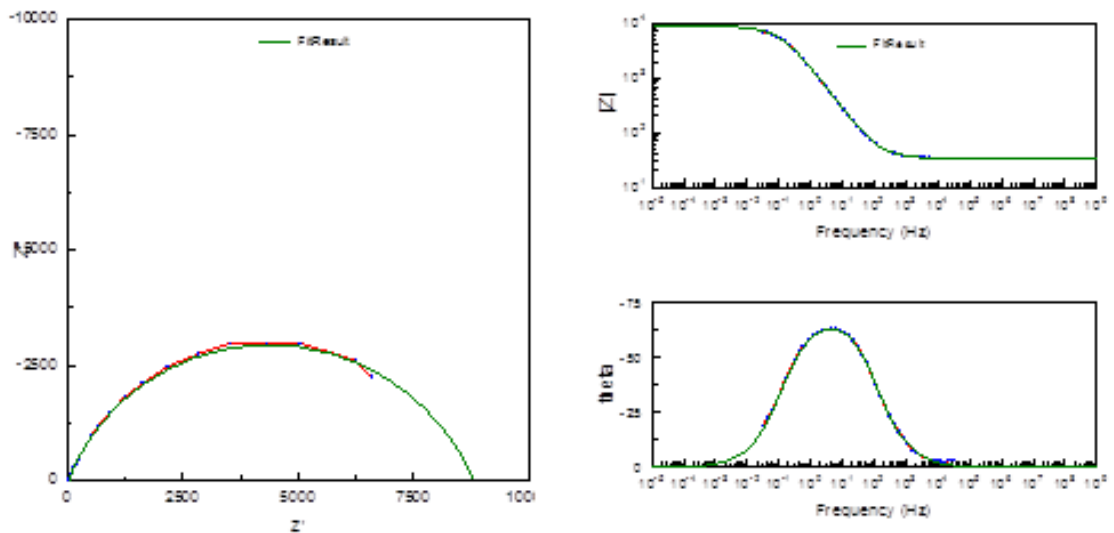
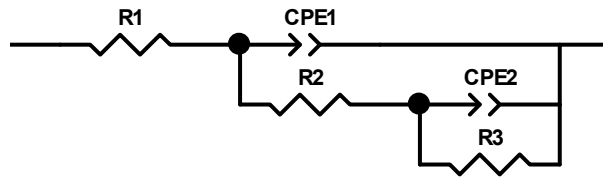


Figura 61. Circuito equivalente probeta no implantada; 21 días de inmersión.



<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	130,6	19,918	15,251
CPE1-T	Free(+)	4,9683E-07	4,4408E-08	8,9383
CPE1-P	Fixed(X)	0,74298	N/A	N/A
R2	Fixed(X)	5,0335E-05	N/A	N/A
CPE2-T	Free(+)	9,7001E-06	2,902E-06	29,917
CPE2-P	Free(+)	0,33632	0,046733	13,895
R3	Free(+)	22516	2407	10,69

Figura 62. Diagramas Nyquist/Bode simulación Zview vs. Experimental, probeta no implantada; 21 días de inmersión

