

**EVALUACIÓN EXPERIMENTAL DE LA RESISTENCIA A LA CORROSIÓN DE
UN ACERO AISI - SAE 4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO**

PAOLA FONTALVO CARÉ

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA
2007**

**EVALUACIÓN EXPERIMENTAL DE LA RESISTENCIA A LA CORROSIÓN DE
UN ACERO AISI - SAE 4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO**

PAOLA FONTALVO CARÉ

Tesis de Grado como requisito para optar el título de Ingeniera Metalúrgica

Director

DARÍO YESID PEÑA BALLESTEROS
Ingeniero Metalúrgico, Ph. D.

Codirector

ELY DANNIER V. NIÑO
Físico

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA
2007

Dedicatoria

A Dios por permitirme alcanzar uno de mis sueños, dándome salud y fortaleza.

A mis padres Manuel y Regina por su amor, apoyo y por tener sus esperanzas fijadas en mí. Le dedico este reto con todo el corazón a mi madre, quien siempre hizo lo posible y lo imposible para que saliera adelante. Algún día sus cosechas y esfuerzos darán fruto.

A mi más grande tesoro y luz de mi vida, a mi bebé Jesús Alberto por ser la fuerza que me mueve y porque llegó a darme a mi corazón la felicidad más grande del mundo. Te adoro mi bebecito lindo.

A Lenin Alberto, el amor de mi vida, por el amor que dice tenerme, por su tolerancia y por aportar muchas cosas en mi vida y en este proyecto.

A mis hermanos por ayudar con sus consejos a construir este pedacito de la escalera de mi vida. Especialmente a mis hermanas Meled y Mayonis, gracias hermanitas.

A mi sobrina Steffany simplemente por hacer parte de mi vida y a los otros chiquillos de la familia.

AGRADECIMIENTOS

El autor agradece a todas aquellas personas y a las instituciones que de alguna u otra forma contribuyeron para el logro de este proyecto.

A la Universidad industrial de Santander por ser el pilar de mi educación y formación.

A la escuela de Ingeniería metalúrgica por su apoyo y por su formación académica y personal.

A COLCIENCIAS por sus aportes.

A Acerías de Caldas S.A. (ACASA) por sus servicios.

Al doctor Darío Peña Ballesteros por su disposición y dirección.

Al Grupo de investigaciones en corrosión (GIC) y al laboratorio de Física y Tecnología del plasma (FITEK) por facilitar sus instalaciones para la elaboración de este proyecto.

Al Ingeniero Wilson Vesga por su ayuda, colaboración y asesoría.

Al Ingeniero Yesid García Portilla por brindar sus conocimientos e ideas y por su ayuda en el momento oportuno.

A mis amigos itistas, en especial a Danaies por aportar su granito de arena.

A mis compañeros de estudio: Farley, Richy y Felipe por pasar juntos tantos momentos de risa, de angustia y de satisfacción.

A todos mis maestros e instituciones de estudio por brindarme su conocimiento.

CONTENIDO

	Pág
INTRODUCCIÓN	1
1. MARCO TEÓRICO	2
IMPLANTACIÓN IÓNICA	2
Aspectos generales	2
Implantación Iónica Tridimensional (3DII)	5
Perfiles de concentración de iones por profundidad	7
CORROSIÓN	7
Definición	7
Técnicas Electroquímicas de Medición de la Corrosión	9
Resistencia a la polarización	9
Espectroscopia de Impedancia electroquímica	10
Extrapolación de Tafel	10
Cálculo de la velocidad de corrosión	12
ESTADO DEL ARTE	12
RUGOSIDAD SUPERFICIAL	14
Definición	14
Técnicas y métodos para medir la rugosidad	14
Los parámetros de la rugosidad.	16
ASPECTOS GENERALES DEL ACERO AISI 4140	18
Propiedades mecánicas y físicas	19
Tratamientos y procesos	19
Aplicaciones	21
2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	22
PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	23
Para implantación iónica	23
Para metalografía	24

MONTAJE DE LAS PROBETAS EN LA CÁMARA DE VACÍO DEL DISPOSITIVO JÚPITER	25	
Características del dispositivo Júpiter		25
Accesorios para el montaje en el equipo Júpiter		27
IMPLANTACIÓN IÓNICA DE LAS PROBETAS		29
CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL IMPLANTADO		31
Caracterización electroquímica		31
Etapa I	34	
Etapa II	34	
Etapa III	35	
Caracterización química		35
Caracterización morfológica		36
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS		37
CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL EN ESTADO DE ENTREGA		37
CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL IMPLANTADO		39
Caracterización electroquímica		39
Etapa I	39	
Etapa II	48	
Etapa III	69	
Caracterización química		71
EFFECTO DE LAS DOSIS DE IONES IMPLANTADOS EN FUNCIÓN DE LA POSICIÓN		72
4. CONCLUSIONES		78
RECOMENDACIONES		81
BIBLIOGRAFIA		82
ANEXOS		84

LISTA DE FIGURAS

	Pág
Figura 1.1. Efectos del bombardeo iónico dependiendo de la energía.	2
Figura 1.2. Formación sobre la superficie metálica de zonas anódicas y catódicas.	8
Figura 1.3. Diagrama esquemático de los 4 requisitos para corrosión.	9
Figura 1.4. Presentación de los datos obtenidos por EIS.	11
Figura 1.5. Curva potenciodinámica o curva Tafel	11
Figura 1.6. Rugosímetro o perfilómetro.	15
Figura 2.1. Dimensiones de las probetas a ensayar.	24
Figura 2.2. Dispositivo JUPITER.	25
Figura 2.3. Portamuestras en acero SAE 4140.	27
Figura 2.4. Cátodo de la cámara de vacío donde se ubica el portamuestras.	28
Figura 2.5. Montaje de las probetas en la cámara de vacío del dispositivo JUPITER antes del proceso de implantación.	28
Figura 2.6. Esquema de enumeración empleado en el desarrollo experimental.	29
Figura 2.7. Panel de control del JUPITER durante el proceso de implantación iónica.	30
Figura 2.8. Registro de los pulsos de voltaje y corriente en el osciloscopio para la implantación de las muestras a lija a) N° 320, b) N° 600 y c) N° 1200.	31
Figura 2.9. Montaje de la celda plana empleado para la realización de ensayos electroquímicos.	32
Figura 3.1. Microestructura del material en estado de entrega; a) 200x b) 500x	38

Figura 3.2. Curvas de Resistencia a la Polarización para muestras de acero AISI 4140. a) Muestras lijadas en papel abrasivo N° 320, b) Muestras lijadas en papel abrasivo N° 1200.	41
Figura 3.3. Curvas de Tafel para muestras de acero AISI 4140. a) Muestras lijadas en papel abrasivo N°320, b) Muestras lijadas en papel abrasivo N°1200	43
Figura 3.4. Diagrama de Nyquist para muestras de acero AISI 4140. a) Muestras lijadas en papel abrasivo N°320, b) Muestras lijadas en b) papel abrasivo N°1200.	46
Figura 3.5. Diagrama de Bode para muestras de acero AISI 4140. a) Muestras lijadas en papel abrasivo N°320, b) Muestras lijadas en papel abrasivo N°1200.	47
Figura 3.6. Curvas de Resistencia a la Polarización para muestras Implantadas de acero AISI 4140 lijadas en papel abrasivo N° 320 en posiciones longitudinales y radiales diferentes.	49
Figura 3.7. Curvas de Resistencia a la Polarización para muestras implantadas de acero AISI 4140 lijadas en papel abrasivo N° 600 en posiciones longitudinales y radiales diferentes.	52
Figura 3.8. Curvas de Resistencia a la Polarización para muestras implantadas de acero AISI 4140 lijadas en papel abrasivo N° 1200 en posiciones longitudinales y radiales diferentes.	53
Figura 3.9. Curvas potenciodinámicas para muestras implantadas de acero AISI 4140 lijadas en papel abrasivo N°320 en posiciones longitudinales y radiales diferentes.	56
Figura 3.10. Curvas potenciodinámicas para muestras implantadas de acero AISI 4140 lijadas en papel abrasivo N°600 en posiciones longitudinales y radiales diferentes.	57
Figura 3.11. Curvas potenciodinámicas para muestras implantadas de acero AISI 4140 lijadas en papel abrasivo N°1200 en posiciones longitudinales y radiales diferentes.	58
Figura 3.12. Diagrama de Bode para muestras de acero AISI 4140 implantado con nitrógeno a igual posición longitudinal y radial a diferentes rugosidades.	59

Figura 3.13. Diagrama de Nyquist para muestras de acero AISI 4140 implantado con nitrógeno a igual posición longitudinal y radial a diferentes rugosidades.	60
Figura 3.14. Modelo de circuitos equivalentes empleado para interpretar el comportamiento electroquímico del material implantado.	62
Figura 3.15. Perfiles aproximados de implantación para muestras implantadas lijadas en papel abrasivo a) N°320, b) N°600 y c) N°1200.	64
Figura 3.16. Gráfico de Pareto estandarizado para Rp.	66
Figura 3.17. Gráfica de interacción para Rp.	67
Figura 3.18. Gráfica de efectos principales para Rp.	68
Figura 3.19. Resistencia a la polarización para un acero AISI 4140 implantado con iones de nitrógeno en NaCl en función del tiempo de exposición.	69
Figura 3.20. Diagrama de Bode para un acero AISI 4140 implantado con iones de nitrógeno en NaCl en función del tiempo de exposición.	70
Figura 3.21. Superposición de los espectros obtenidos por la técnica de DRX para cada muestra implantada.	72
Figura 3.22. Área para cada sección de todo el conjunto, portamuestras y muestras.	73
Figura 3.23. Variación de la resistencia a la polarización en función del acabado superficial.	76

LISTA DE TABLAS

	Pág
Tabla 1.1. Composición química del acero AISI 4140.	18
Tabla 1.2. Propiedades mecánicas del acero AISI 4140.	19
Tabla 1.3. Propiedades físicas del acero AISI 4140.	20
Tabla 1.4. Características de algunos procesos en el acero AISI 4140.	20
Tabla 2.1. Condiciones de la implantación de iones de Nitrógeno en la superficie del acero AISI 4140.	30
Tabla 2.2. Parámetros de trabajo para la curva de EIS.	33
Tabla 2.3. Parámetros de trabajo para la curva de Rp.	33
Tabla 2.4. Parámetros de trabajo para la curva de Rp.	33
Tabla 2.5. Diseño experimental de la etapa II.	35
Tabla 2.6. Condiciones de trabajo para la técnica de DRX utilizada.	36
Tabla 3.1. Composición química de las muestras de acero AISI 4140.	38
Tabla 3.2. Medidas del perfil de rugosidad de las muestras de acero AISI 4140	39
Tabla 3.3. Resultados de la prueba Tafel para muestras de acero AISI 4140 implantadas y no implantadas, lijadas en papel abrasivo N° 320 y N° 1200.	44
Tabla 3.4. Medidas de impedancias para muestras de acero AISI 4140 implantadas y no implantadas, lijadas en papel abrasivo N° 320 y N° 1200.	45
Tabla 3.5. Resultados de la prueba de resistencia a la polarización para muestras de acero AISI 4140, lijadas en papel abrasivo N° 320.	48

Tabla 3.6. Resultados de la prueba de resistencia a la polarización para muestras de acero AISI 4140, lijadas en papel abrasivo N° 600.	50
Tabla 3.7. Resultados de la prueba de resistencia a la polarización para muestras de acero AISI 4140, lijadas en papel abrasivo N° 1200.	51
Tabla 3.8. Resultados de la prueba EIS para muestras de acero AISI 4140, lijadas en papel abrasivo N° 320.	62
Tabla 3.9. Resultados de la prueba EIS para muestras de acero AISI 4140, lijadas en papel abrasivo N° 600.	62
Tabla 3.10. Resultados de la prueba EIS para muestras de acero AISI 4140, lijadas en papel abrasivo N° 1200.	63
Tabla 3.11. Niveles de las variables independientes que optimizan el sistema	68
Tabla 3.12. Valores de resistencia a la polarización en función del tiempo de degradación.	71
Tabla 3.13. Valores para calcular las dosis de iones implantados.	75

RESUMEN

TÍTULO: EVALUACIÓN EXPERIMENTAL DE LA RESISTENCIA A LA CORROSIÓN DE UN ACERO AISI - SAE 4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO*

AUTOR: PAOLA FONTALVO CARÉ**

PALABRAS CLAVES: Implantación Iónica Tridimensional, corrosión, rugosidad, acero AISI-SAE 4140.

La implantación iónica empleada como técnica para el tratamiento superficial avanzado mejora la resistencia a la corrosión de algunos materiales, motivo por el cual se ha intensificado su uso en herramientas especializadas. Sin embargo, estas herramientas y demás piezas para maquinaria cuando son fabricadas no presentan un tipo de rugosidad específico; por tal motivo, se estudió su influencia en la resistencia a la corrosión del acero industrial AISI 4140 implantado con iones de Nitrógeno mediante Implantación Iónica Tridimensional (3DII).

Utilizando una descarga pulsada de alta voltaje a bajas presiones, se implantaron iones de nitrógeno en muestras circulares con 20Kev de energía, 30Hz de frecuencia, 1,4Pa de presión y tiempo de exposición de 1h; para obtener una dosis de aproximadamente $4 \times 10^{17} \text{ N}^+/\text{cm}^2$.

A muestras implantadas a tres rugosidades se le realizaron ensayos electroquímicos en una solución de Cloruro de Sodio (NaCl) al 3%, mediante las técnicas electroquímicas de Rp, EIS y Tafel y se obtuvo una mayor resistencia a la corrosión para el material implantado a una menor rugosidad.

Finalmente se evaluó la degradación del material a las condiciones donde se obtuvo un mayor valor de Rp; con el objetivo de verificar la ausencia o presencia de una capa protectora en la superficie del material estudiado. Para tal fin la muestra fue sumergida en el electrolito de trabajo a un tiempo de 14 días aplicando pruebas electroquímicas de Rp, EIS y Tafel. Los resultados mostraron que al inicio de exposición de la muestra, la superficie del material tendía a formar una capa protectora semiestable, la cual se disolvió; a tiempos intermedios se observó la presencia y ausencia de capas de baja estabilidad electroquímica. Finalmente, la capa protectora formada podría ser estable a tiempos mayores de 240 horas, según la tendencia a aumentar del valor de la resistencia a la polarización.

* Trabajo de Grado

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

ABSTRACT

TITLE: EXPERIMENTAL EVALUATION OF THE RESISTANCE TO THE CORROSION OF A STEEL AISI - SAE 4140 IMPLANTED WITH NITROGEN IONS*

AUTHOR: PAOLA FONTALVO CARÉ**

Keywords: three-dimensional ionic implantation, corrosion, ruggedness, steel AISI-SAE 4140.

The ionic implantation used like technical for the superficial advanced treatment improves the resistance to the corrosion of some materials, motive by which his use has been intensified in specializing tools. Nevertheless, these tools and other pieces for machinery when they are made do not present a specific type of ruggedness; for such reason, his influence studied in the resistance to the corrosion of the industrial steel AISI 4140 implanted with ions of Nitrogen by means of Ionic Three-dimensional Implantation (3DII).

Using an unload touched of discharge voltage to low pressures, ions of Nitrogen were implanted in circular samples with 20Kev of energy, 30Hz of frequency, 1,4Pa of pressure and time of exhibition of 1h; in order to obtain a amount of approximately $4 \times 10^{17} \text{ N}^+/\text{cm}^2$.

At samples implanted to three roughness were realized electrochemical tests in a Sodium Chloride solution (NaCl) to 3 %, by means of the electrochemical techniques of Rp, EIS and Tafel and obtained a greater resistance to the corrosion for the material implanted to a smaller roughness.

Finally the degradation of the material was evaluated to the conditions where a greater value of Rp was obtained; with the aim to verify the absence or presence of a protective layer in the surface of the studied material. The sample was immersed in the electrolyte of work to a time of 14 days applying electrochemical tests of Rp; EIS; and Tafel. The results showed that to the beginning of exhibition of the sample, the surface of the material was tending to form a semistable protective layer, which dissolved; to intermediate times observed the presence and absence of layers of low electrochemical stability. Finally, the formed protective layer could be stable to greater times of 240 hours, according to the trend to increase from the value of Rp.

* Work Degree

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

INTRODUCCIÓN

La corrosión es principalmente un fenómeno superficial, por tal razón su estabilidad electroquímica está relacionada con la composición y estructura de las capas superficiales en metales. En este sentido la implantación iónica es una técnica de modificación superficial capaz de conseguir propiedades únicas que por los tratamientos metalúrgicos estándares no se pueden obtener. Esta técnica puede ser controlada con precisión y es usada particularmente cuando las dimensiones de la pieza tratada no pueden ser modificadas (Martínez L., 2005).

La tecnología 3DII (Implantación Iónica Tridimensional) proporciona una corriente iónica con energía suficiente para implantar aceros y modificar su superficie produciendo cambios en propiedades tales como: dureza, resistencia a la corrosión, resistencia al desgaste, fricción, etc. (SILVA M., 2004).

Por otro lado, hasta el momento no se han realizado estudios que muestren la influencia de la rugosidad superficial en el proceso de la implantación de iones de nitrógeno y por ende en el comportamiento electroquímico. De lo anterior nace la necesidad de estudiar mediante técnicas electroquímicas el efecto de la rugosidad superficial en el proceso de implantación iónica, evaluando la resistencia a la corrosión del material una vez implantado.

En este estudio se evalúa por las técnicas electroquímicas de EIS, Rp y Tafel el comportamiento electroquímico en el acero AISI 4140 implantado con iones de Nitrógeno a tres rugosidades diferentes, encontrando que la resistencia a la corrosión se ve aumentada en las muestras implantadas a menores rugosidades.

1. MARCO TEÓRICO

1.1. IMPLANTACIÓN IÓNICA

1.1.1. Aspectos Generales

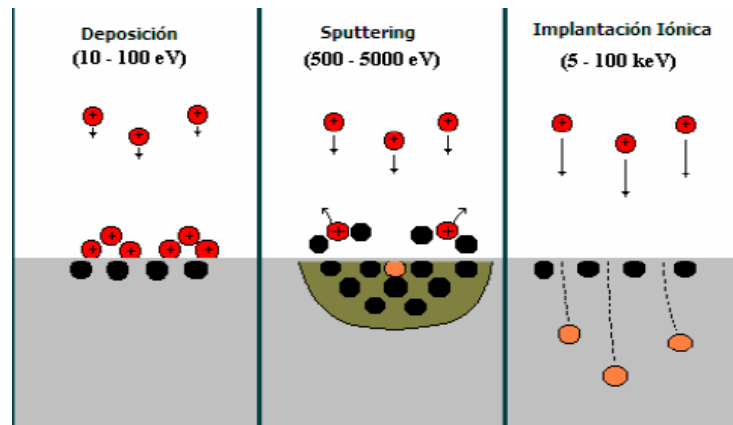
Dependiendo de la energía con la que iones llegan a una superficie se pueden dar tres procesos diferentes (ver figura 1.1). Si la energía es muy baja (hasta decenas de electrón-voltios) los átomos se depositan en la superficie, creándose un recubrimiento – películas delgadas. Si la aceleración es mayor (algunas centenas de electrón-voltios) predomina un proceso de chisporroteo de la superficie conocido como sputtering. Puede ser útil para limpieza superficial o para evaporar materiales para recubrimientos. Finalmente, a energías mucho mayores (desde 10 kilo-electrón-voltios hasta algunos Mega-electrón-voltios), los iones penetran dentro de la superficie sólida incrustándose a una profundidad de muchas capas atómicas. Este proceso es conocido como implantación iónica (SILVA M., 2004).

La implantación iónica consiste en la aceleración de iones contra la superficie del sólido. Debido a la energía cinética del ion, éste penetra en la red cristalina, generando una serie de procesos mutuamente ligados, entre los cuales los principales son los siguientes (NIÑO D., 2004):

- Dispersión superficial y volumétrica de iones incidentes (incluso con cambios de carga eléctrica).
- Emisión desde el medio condensado de partículas cargadas y neutras y sus complejos (emisión ion-ion, emisión ion-electrón, sputtering, adsorción estimulada por iones de los átomos de la superficie del sólido).

- Emisión de radiación electromagnética con un rango amplio de frecuencias.
- Creación de defectos tanto en la superficie como en el volumen del sólido (vacancias, intersticios, cascada, dislocaciones).

Figura 1.1. Efectos del bombardeo iónico dependiendo de la energía: deposición (izquierda), sputtering (centro), implantación (derecha), (NIÑO D., 2004).



En el proceso de implantación de iones acelerados tiene lugar la modificación en las capas superficiales y sub-superficiales del material original sin cambio en las dimensiones geométricas de la pieza tratada, y no se presenta como en el caso de chisporroteo una frontera bien definida capa – material original con diferentes características físicas (por ejemplo, el coeficiente de expansión térmica). En este sentido este método es próximo a los procesos tradicionales de saturación de superficies de materiales sólidos con adición de aleados tales como nitruración, carbonización, cementación con boro etc (NIÑO D., 2004).

Es muy importante tener en cuenta que el mecanismo de adición difiere radicalmente ya que la concentración de aditivo se determina, no por las constantes de difusión del proceso en equilibrio de saturación de la superficie, sino por las interacciones cinéticas del ion acelerado hasta decenas kilo-electrón-voltios con la red cristalina del material a tratar. Una consecuencia de esta

diferencia es que la concentración de elemento implantado puede alcanzar un 20-70 % en comparación con 3-7% que es común para los procesos de difusión (SILVA M., 2004).

El tratamiento por implantación no se acompaña por calentamiento significativo del material tratado que es una gran ventaja frente a otros métodos, donde la temperatura del tratamiento es alta, alcanzándose en algunos casos la temperatura de transformación de fase. Esto puede producir la deformación de piezas tratadas. La implantación iónica en las superficies produce deformaciones de estructura y composición que son el origen de su aumento de resistencia al desgaste, fricción y corrosión. Los aceros son los materiales más tratados, pero se considera que las aleaciones de Aluminio o de Titanio responden todavía mejor a este tipo de técnica (DULCÉ J., 2002).

Los iones implantados se distribuyen en una profundidad que oscila entre 200 y 2000 capas atómicas (0.05 μ m, 0.5 μ m) dependiendo del tipo de ion, del material base y de la energía del bombardeo. La máxima concentración para los iones ligeros como Carbono o Nitrógeno supera el 50% (DULCÉ J., 2002).

De otra parte es claro que los iones que penetran en una capa sub-superficial provocan cambios estructurales en la escala atómica desplazando los átomos de red cristalina y formando aleaciones. Como la implantación es un proceso en no-equilibrio, la composición de las aleaciones no se somete a las reglas que dicta el diagrama de fases en equilibrio. Este procedimiento puede producir aleaciones con propiedades extraordinarias y/o meta-estables (DULCÉ J., 2002).

Todos estos procesos producen una alteración superficial en el comportamiento mecánico y químico, así como también en las propiedades tribológicas del material. Es necesario anotar que la tecnología de implantación iónica para la modificación de propiedades superficiales en los aceros de diferentes tipos,

usados ampliamente en la industria metalmeccánica no ha tenido toda la atención que merece. La situación por la cual ésta tecnología casi no se aplique a tratamientos de metales puede ser atribuida por dos razones (NIÑO D., 2004):

1. Para cambiar significativamente las propiedades de los metales tales como microdureza, resistencia al desgaste, fricción, resistencia a la corrosión y fragilidad de hidrógeno; la dosis implantada debe ser muchas veces mayor que en el dopaje de semiconductores.
2. La configuración geométrica de los artículos industriales en la mayoría de los casos es muy compleja para tratamientos homogéneos (la misma dosis en toda la superficie) y para la incidencia normal del haz sobre toda la superficie expuesta.

1.1.2. Implantación Iónica Tridimensional (3DII), (NIÑO D., 2004)

El método 3DII (Tree-dimensional ion implantation), se plantea como una alternativa a las técnicas de implantación iónica vía plasma la cual está basada en la descarga de alto voltaje (pulso de voltaje de forma rectangular) y baja presión.

El nivel moderno de conocimiento sobre procesos físicos muestra que las propiedades específicas de este tipo de descarga son las siguientes:

- La descarga se enciende y se mantiene bajo la diferencia de potencial entre los electrodos en el rango desde decenas hasta centenas de kev.
- La descarga es auto-sostenida; es decir, no necesita de un plasma de soporte.
- El voltaje de mantenimiento de la descarga coincide con el voltaje de encendido.
- La descarga tiene estructura estacionaria durante todo el período después de su formación (período de mantenimiento de la descarga) con una capa

catódica de grosor pequeño donde se cae prácticamente todo el voltaje aplicado. Este capa adquiere la forma del cátodo (un artículo metálico).

El plasma generado en este tipo de descarga se comporta como una fuente de iones que adquieren una alta energía (decenas de keV) proporcional al potencial suministrado, acolisionalmente en la zona de caída catódica hacia la superficie de la muestra. De esta forma se tiene una implantación perpendicular a la superficie con un flujo de iones cuasi-mono-energéticos. Esto resulta ser muy importante si se tiene en cuenta que la máxima dosis retenida por una muestra implantada está determinada por el ángulo de incidencia de los iones. Adicionalmente el rango de bajas presiones (menos de 4Pa), disminuye significativamente la posibilidad de contaminación de las muestras.

La forma del pulso de voltaje y de la corriente en la dependencia del tiempo son criterios de estabilidad de la descarga y consecuentemente caracterizan parámetros importantes de implantación iónica tales como grado de mono-energicidad y ángulo de incidencia de iones sobre la superficie a tratar. El carácter mono-energético de los iones que inciden sobre el cátodo es útil para el desarrollo de técnicas efectivas de implantación iónica con ventajas significativas con respecto a las existentes (alta dosis homogénea).

Al utilizar las tecnologías de la implantación iónica, los límites de las concentraciones de las sustancias que se van a insertar dentro del volumen de las muestras, se determina por la interacción cinética de iones de alta energía con la red cristalina, y no a partir de las constantes de difusión de los procesos equilibrados de saturación de la superficie, como se hace en los métodos tradicionales plasmotérmicos para el tratamiento superficial de materiales (SILVA M., 2004).

1.1.3. Perfiles de Concentración de Iones por Profundidad, (DULCÉ J., 2002)

La forma más adecuada y utilizada para caracterizar muestras implantadas es a través de la determinación de los perfiles a profundidad o perfiles de concentración de elementos por profundidad (depth profile). Para obtener estos perfiles existen varias técnicas de análisis superficial, sin embargo las más comunes son: espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS o ESCA), espectroscopia electrónica Auger (AES), espectrometría de masas de iones secundarios (SIMS).

Las técnicas de análisis de superficial se basan en un principio elemental: cuando se hace incidir un haz (de fotones, electrones o iones) sobre la superficie de una muestra se produce una interacción con los átomos de las capas superiores generando procesos de emisión de haces (de fotones, electrones o iones) que son analizados. Del tipo de haz incidente y de la energía que posea dependerá la profundidad y el tipo de emisión que se presente en cada caso.

Actualmente se encuentra en exploración un método para la determinación de los perfiles de concentración de iones por profundidad. En este método se analizan las curvas de polarización catódica y anódica de la muestras sin implantar e implantadas mediante el cociente de sus densidades de corriente (densidad de corriente de la muestra no implantada sobre densidad de corriente sobre la muestra implantada) en función del sobrepotencial (J. Dulcé et al, Revista Colombiana de Física, Vol. 38, No 2. 2006).

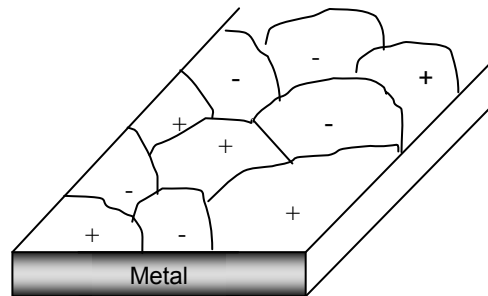
1.2. CORROSIÓN

1.2.1. Definición.

Corrosión es la destrucción o alteración gradual de un material y de sus propiedades mecánicas causado por un ataque de naturaleza química que se inicia en la superficie (UHLIG, 1979).

Los procesos de corrosión generalmente son de carácter electroquímico, es decir, procesos espontáneos que denotan siempre la existencia de una zona anódica (la que sufre la corrosión), una zona catódica y un electrolito. La corrosión más frecuente siempre es de naturaleza electroquímica y resulta de la formación sobre la superficie metálica de múltiples zonas anódicas y catódicas (UHLIG, 1979), figura 1.2.

Figura 1.2. Formación sobre la superficie metálica de múltiples zonas anódicas y catódicas.

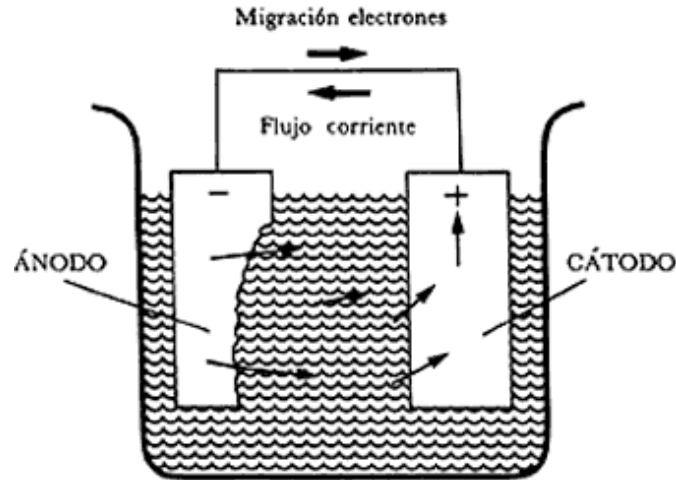


Hay cuatro requisitos para la corrosión: un ánodo (donde ocurre la oxidación del metal), un cátodo (donde ocurre la reducción de una especie diferente), un camino electrolítico para la conducción iónica entre las reacciones que tienen lugar y un camino eléctrico para la conducción de electrones entre las reacciones que tienen lugar (KELLY R. et al, 2002). Estos requisitos son ilustrados esquemáticamente en la figura 1.3.

El fenómeno de la corrosión es causante de la destrucción total de un material, lo cual significa pérdidas cuantiosas para la gran mayoría de los países. Aun más, da lugar a otros problemas perjudiciales y potencialmente peligrosos en la seguridad de las personas.

Figura 1.3. Diagrama esquemático de los 4 requisitos para corrosión.

(<http://omega.ilce.edu.mx:3000/sites/ciencia/menu.htm>)



1.2.2. Técnicas Electroquímicas de Medición de la Corrosión.

1.2.2.1. Resistencia a la Polarización (LOPEZ L. y OCHOA M., 2005).

Ésta técnica electroquímica de corriente directa permite determinar la resistencia que presenta la superficie metálica a la transferencia de carga en la solución de prueba. La pendiente es el origen de la curva de polarización, y es inversamente proporcional a la velocidad de corrosión:

$$R_p = \frac{\beta_a \beta_c}{2.3 \times i_{corr} \times (\beta_a + \beta_c)} = \frac{B}{i_{corr}} \quad (1.1)$$

Donde:

R_p: Resistencia a la polarización (Ωcm²); B_a: Pendiente anódica (v/década); B_c: Pendiente catódica (v/década); i_{corr}: Densidad de corriente de corrosión (A/cm²); B: Constante de proporcionalidad de Stern-Geary determinada a partir de las pendientes de Tafel del sistema por la ecuación:

$$B = \frac{\beta_a \beta_c}{2.3 \times (\beta_a + \beta_c)} \quad (1.2)$$

1.2.2.2. Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS), (NIÑO C. y DIAZ W, 2005)

Esta técnica de corriente alterna, permite modelar las reacciones de corrosión por medio de un circuito eléctrico teórico facilitando la caracterización del proceso corrosivo, figura 1.4(a).

El comportamiento de la impedancia de un electrodo puede ser expresado en un gráfico de Nyquist (Z' vs. Z''), Figura 1.4(b), el cual está representado por un semicírculo en donde la frecuencia aumenta de forma anti-horaria. A altas frecuencias la componente imaginaria de la impedancia desaparece dejando solamente la resistencia de la solución, mientras que a bajas frecuencias deja una suma de la resistencia de la solución y la resistencia a la polarización R_p .

El gráfico de Bode ($\text{Log}(f)$ vs. $\text{Log}(Z)$), Figura 1.4(c y d), brinda resultados análogos. A frecuencias intermedias, la capacitancia aparece graficada linealmente con una pendiente de -1 y un ángulo de fase máximo. Es evidente que la resistencia óhmica medida a altas frecuencias puede ser sustraída de la suma del valor obtenido a bajas frecuencias y obtener un valor de R_p libre.

1.2.2.3. Extrapolación de Tafel, (NIÑO C. y DIAZ W., 2005)

La prueba de Tafel consiste en monitorear al electrodo de trabajo a través de un rango de potenciales y medir la respuesta en corriente, finalmente se obtiene una gráfica de la densidad de corriente en función del barrido de potencial, figura 1.4; esta gráfica es bastante útil para observar el control por activación de la reacción anódica y el control por concentración en la zona catódica para obtener el valor de la densidad de corriente límite i_L . Además, ésta técnica de corriente directa permite determinar las pendientes anódicas y catódicas de Tafel que junto con la resistencia a la polarización, permiten calcular la velocidad de corrosión.

Figura 1.4. Presentación de los datos obtenidos por EIS. (a) circuito equivalente. (b) Gráfico de Nyquist. (c y d) Gráfico de Bode, (NIÑO C. y DIAZ W., 2005)

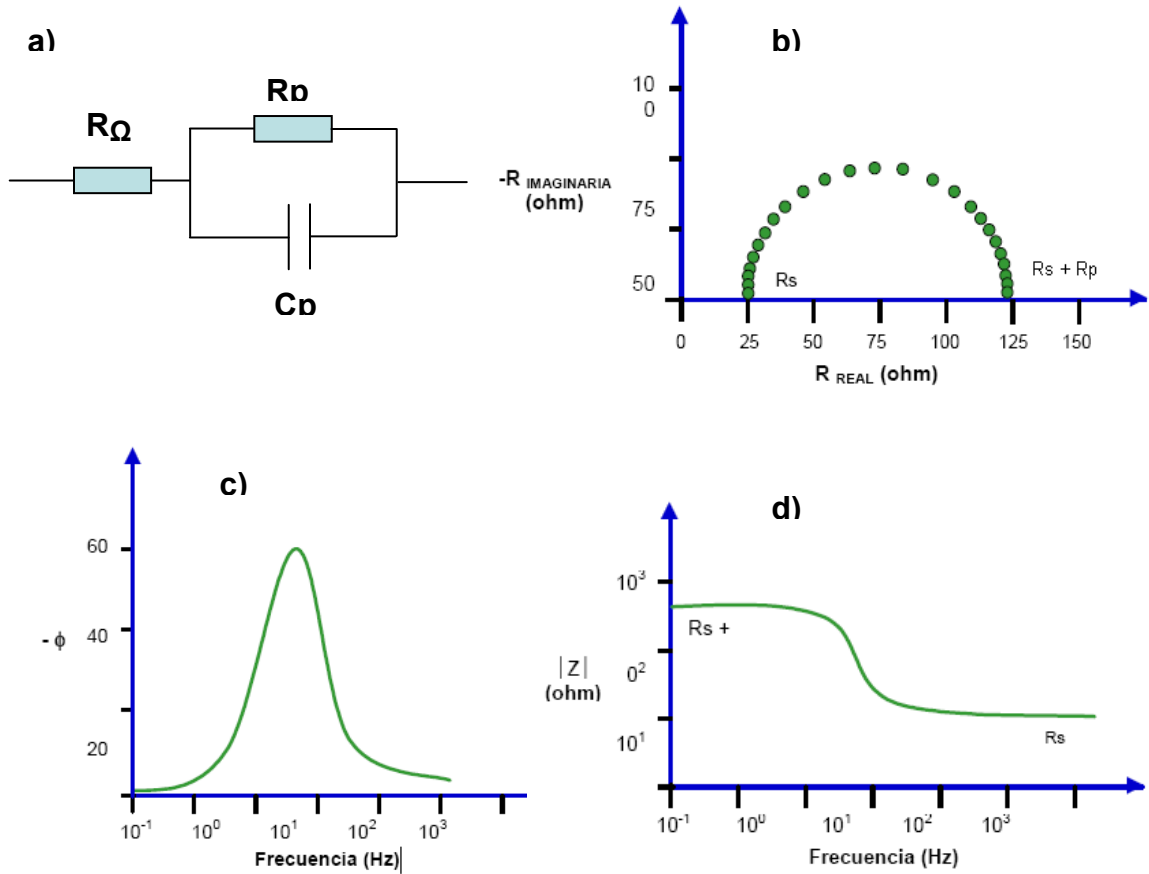
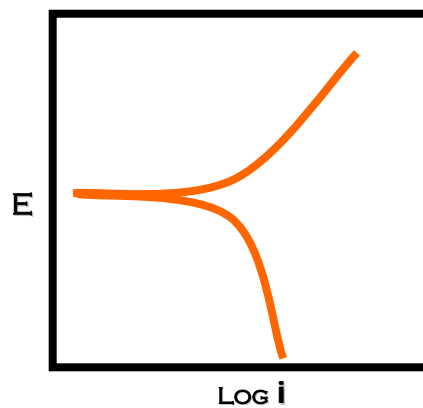


Figura 1.5. Curva potenciodinámica o curva Tafel.



1.2.3. CÁLCULO DE LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN, (KELLY R, et al, 2002)

En muchos casos, una velocidad de penetración, en unidades de longitud/tiempo, es más útil en diseño. La unidad más común de ingeniería de la velocidad de penetración es la milipulgada por año (mpy). Una milipulgada de penetración se considera equivalente a una pérdida en el espesor de 0.0001". Las velocidades de corrosión menores de 1mpy se consideran generalmente excelentes a excepcionales. Para una amplia gama de materiales estructurales, incluyendo ferrosos, níquel, aluminio y las aleaciones base cobre, $1\mu\text{A}/\text{cm}^2$ es aproximadamente equivalente a 0.5mpy. Para extraer más cálculos, la fórmula siguiente según la norma ASTM G 102 puede ser utilizada:

$$\text{MPy} = 0,1288 \frac{i_{\text{corr}}}{\rho} \text{PE} \quad (1.3)$$

Donde

mpy = velocidad de penetración (milipulgadas por año)

PE= Peso equivalente

i_{corr} = Densidad de corriente de corrosión (mA/cm^2)

ρ = Densidad (g/cm^3)

1.3. ESTADO DEL ARTE

A continuación se hace mención de algunos estudios de corrosión en diversos aceros implantados.

RUEDA, A. et al (2006) realizaron un "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.

MARTINEZ, L. et al (2005) realizaron un estudio sobre “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. Los resultados obtenidos fueron comparados con medidas electroquímicas de la espectroscopia de la impedancia (EIS).

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

SILVA, M. (2004) realizó un “ESTUDIO DE LA IMPLANTACIÓN IÓNICA TRIDIMENSIONAL (3DII) EN DESCARGAS A BAJA PRESIÓN COMO PROTECCIÓN 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 B_c , para el cual la permeabilidad del hidrógeno en estado estacionario es igual tanto para el sustrato como para el acero implantado.

CORENGIA, P. et al (2002). "COMPORTAMIENTO FRENTE A LA CORROSIÓN DE ACEROS NITRURADOS POR PLASMA". En la investigación nitruraron por 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.

1.4. RUGOSIDAD SUPERFICIAL

1.4.1. Definición.

La rugosidad superficial es considerada una técnica básica para la medición de la calidad de acabados en superficies metálicas. En las aplicaciones convencionales de la técnica, una vez registrado el perfil de rugosidad es posible calcular toda una serie de parámetros de rugosidad normalizados que proporcionarían información cuantitativa de la superficie analizada (García, 1993).

1.4.2. Técnicas y Métodos para Medir la Rugosidad, (Hinojosa M. y Reyes M., 2001)

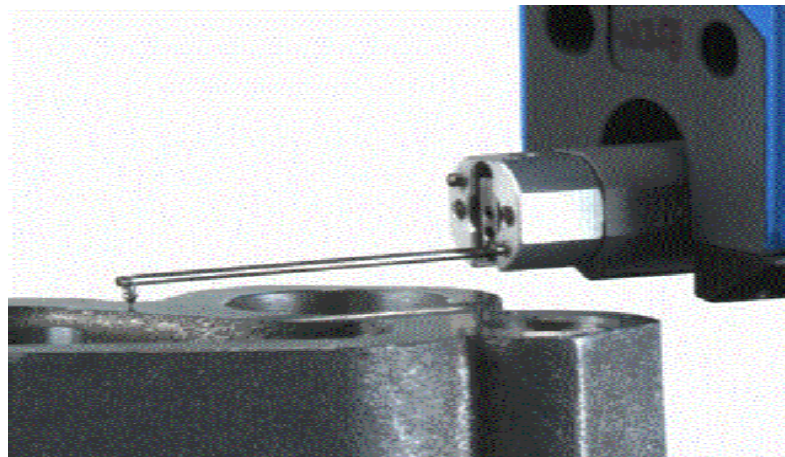
La medición del acabado superficial se puede realizar por procedimientos ópticos, neumáticos y electromecánicos. Sin embargo, el método mas usado en la industria para cuantificar la rugosidad se basa en el registro de perfiles de alturas mediante

un rugosímetro o perfilómetro. El tratamiento estadístico de los datos permite determinar parámetros que se mencionan mas adelante.

- **El perfilómetro.**

Es el instrumento más utilizado en la industria en general para medir la calidad superficial de componentes comunes de ingeniería (figura 1.5). Sus elementos principales son el palpador, el mecanismo de soporte y arrastre de éste, el amplificador electrónico, un calculador y un registrador. El principio de operación de este equipo es simple: una fina punta (palpador) en contacto con la superficie a analizar realiza un barrido controlado en línea recta y las variaciones de altura (irregularidades) se convierten en señales eléctricas y se registran o se grafican.

Figura 1.6. Rugosímetro o perfilómetro, (Hinojosa M. y Reyes M., 2001)



Un parámetro muy importante de estos equipos es la forma y el radio de la punta, ya que ésta influye de forma importante en la resolución lateral de las mediciones. Típicamente se utilizan puntas con radios de algunos micrómetros, $2\ \mu\text{m}$ es un valor común. Aunque la resolución vertical es generalmente menor que el radio de las puntas, no pueden detectarse con alta precisión valores de rugosidad menores al radio de la punta. En general, una punta burda o desgastada resulta en valores de rugosidad más bajos que los obtenidos usando puntas finas. Típicamente un

perfilómetro permite longitudes de muestreo de hasta algunos centímetros con resolución micrométrica.

- **Otros equipos.**

Existen muchos equipos, accesorios y métodos que permiten una evaluación cualitativa de la rugosidad. En general los equipos para medir la rugosidad pueden clasificarse como de contacto y de no-contacto.

Además del perfilómetro, otro equipo de contacto es el microscopio de fuerza atómica (AFM), que en aplicación a observaciones topográficas puede considerarse como un perfilómetro de resolución sub-nanométrica que opera de forma similar a la mencionada. Típicamente el AFM permite longitudes de muestreo máximas de 100 μm con resolución nanométrica.

Los equipos de no-contacto son en general ópticos aunque el microscopio de fuerza atómica puede también operarse en modo sin contacto. Los equipos ópticos se basan en cambios en el enfoque de luz monocromática que corresponden a diferencias de alturas en la superficie. Otros equipos ópticos aprovechan el fenómeno de interferencia (interferómetros). Un equipo óptico común en metrología de taller que puede utilizarse para determinaciones cuantitativas de rugosidad es el proyector llamado Comparador Óptico.

1.4.3. Los Parámetros de Rugosidad (<http://www.usmp.edu.pe>).

En general los parámetros utilizados para cuantificar la rugosidad pueden interpretarse como parámetros propios de la distribución estadística de alturas del perfil o superficie bajo análisis. A continuación se discuten algunos parámetros de rugosidad.

- **Altura máxima del perfil, R_{max} .**

Es la máxima distancia entre la cresta más alta (R_p) y el valle más bajo (R_m).

$R_{\text{máx}}$ Profundidad máxima de rugosidad DIN 4768: Es la mayor desviación de rugosidad de las cinco obtenidas en cada longitud básica.

- **Altura de las irregularidades en diez puntos, Rz.**

Rz Amplitud media ISO 4287/1 DIN 4768. Rz (DIN) representa la media de las distancias máximas pico-valle obtenidas en cada una de las longitudes básicas en las que se divide la longitud de medida (ecuación 1.4).

$$Rz(DIN) = \frac{Rz1 + Rz2 + Rz3 + Rz4 + Rz5}{5} \quad (1.4)$$

Rz (ISO) representa la media de las distancias entre los 5 picos más elevados y los 5 valles más profundos dentro de la longitud básica (ecuación 1.5).

$$Rz(ISO) = \frac{Yp1 - Yv1 + Yp2 - Yv2 + Yp3 - Yv3 + Yp4 - Yv4 + Yp5 - Yv5}{5} \quad (1.5)$$

- **Desviación media aritmética del perfil, Ra.**

Ra Rugosidad Media Aritmética ISO 4287/1 DIN 4768. Es el promedio aritmético de las desviaciones (o de los valores absolutos de las alturas $y(x)$) del perfil de rugosidad desde la línea central a lo largo de la longitud de evaluación L. Se define mediante la expresión:

$$Ra = \frac{1}{L} \int_0^L |y(x)| dx \quad (1.6)$$

Donde L es la longitud de muestreo.

Es el parámetro que incorporan prácticamente la totalidad de instrumentos de medida actuales y uno de los más usados en ingeniería. En nomenclatura anglosajona: CLA (Center Line Average) o AA (Arithmetic Average) y se expresa en μ inches.

- **Rugosidad media cuadrática DIN 4761/1, Rq.**

Es el promedio cuadrático de las desviaciones del perfil de rugosidad respecto a la línea (altura) media a lo largo de la longitud de evaluación L. Es la desviación estándar de la distribución estadística de alturas, que a su vez es la raíz cuadrada de la varianza o segundo momento respecto a la media. Se define como:

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L [y(x)]^2 dx} \quad (1.7)$$

R_q , es otro parámetro de común uso en ingeniería, en la literatura anglosajona se suele designar como R_{rms} (Root Mean Square) y se expresa en μ inches.

R_a y R_q no pueden considerarse como propiedades de una superficie.

La medida estadística de la rugosidad superficial reportada por los parámetros discutidos depende fuertemente del tamaño de la muestra, en general se encuentra que a mayores longitudes de muestreo se detecta mayor rugosidad, también depende de la resolución del instrumento utilizado.

1.5. ASPECTOS GENERALES DEL ACERO AISI 4140

Este tipo de acero es una aleación de Cromo-Molibdeno (NIÑO D., 2004). La tabla 1.1 muestra la composición química del acero AISI 4140.

Tabla 1.1. Composición química del acero AISI 4140, (ASTM A 322, 2007)

COMPOSICIÓN QUÍMICA	%
C	0.38 - 0.43
Mn	0.75 – 1.00
P máx	0.035
S máx.	0.040
Si	0.15 – 0.35
Cr	0.80 – 1.10
Mo	0.15 – 0.25

1.5.1. Propiedades mecánicas y físicas.

- Posee buenas características de estabilidad en caliente hasta 400°C, es decir, conserva la dureza y resistencia a alta temperatura por el cromo y manganeso.
- Son menos susceptibles al fragilizado, debido al revenido por el cromo y molibdeno.
- Buena penetración de temple y posee buenas características de ductilidad y de capacidad para soldarse por todos los métodos convencionales, debido a los porcentajes de manganeso y molibdeno.
- Muy versátil y apto para esfuerzos de fatiga y torsión.
- Muy resistente a la tracción, la torsión y a cambios de flexión (<http://sisbib.unmsm.edu.pe>).

El acero 4140 es un acero utilizado generalmente en estado bonificado a una resistencia a la tracción de: 88-100 kg/mm² que lo hace apto para aplicaciones de la industria automotriz, aeronáutica, petroquímica entre otras (D. V. NIÑO, 2004). Las propiedades mecánicas y físicas más importantes del acero AISI 4140 se muestran en la tabla 1.2 y 1.3, respectivamente.

Tabla 1.2. Propiedades mecánicas del acero AISI 4140, (D. V. Niño, 2004)

ESTADO DE SUMINISTRO	RESISTENCIA TRACCIÓN (Kg /mm ²)	LÍMITE ELÁSTICO (Kg /mm ²)	ALARGA MIENTO (%)	REDUCCIÓN DE ÁREA (%)	DUREZA BRINELL
Calibrado	70 / 80	60	14	40	240/260

1.5.2. Tratamientos y Procesos.

- Temple: 820-860°C; medio de enfriamiento: Aceite, agua; 55 HR
- Revenido: 100°C (--HRC), 200°C (--HRC), 300°C (--HRC), 400°C (48,5 HRC), 500°C (38-41,8 HRC), 600°C (30-41,8 HRC).

- Recocido: 700-730°C seguido por un enfriamiento en el horno; b23 HRC.
- Nitruración: T = 560°C, t = 6 horas. (www.suppliersonline.com)

Tabla 1.3. Propiedades físicas del acero AISI 4140,
(www.suppliersonline.com)

PROPIEDAD	VALOR
Densidad (lb /in ³ .)	0,28
Gravedad específica (Btu/lb/°F - [32-212°F])	7,83
Calor específico	0,114
Punto de fusión (°C)	1415
Conductividad térmica (µin/in-°F)	7
Módulo de elasticidad (ksi)	29700

A continuación se da información de las características generales de algunos procesos, tabla 1.4.

Tabla 1.4. Características de algunos procesos en el acero AISI 4140,
www.suppliersonline.com

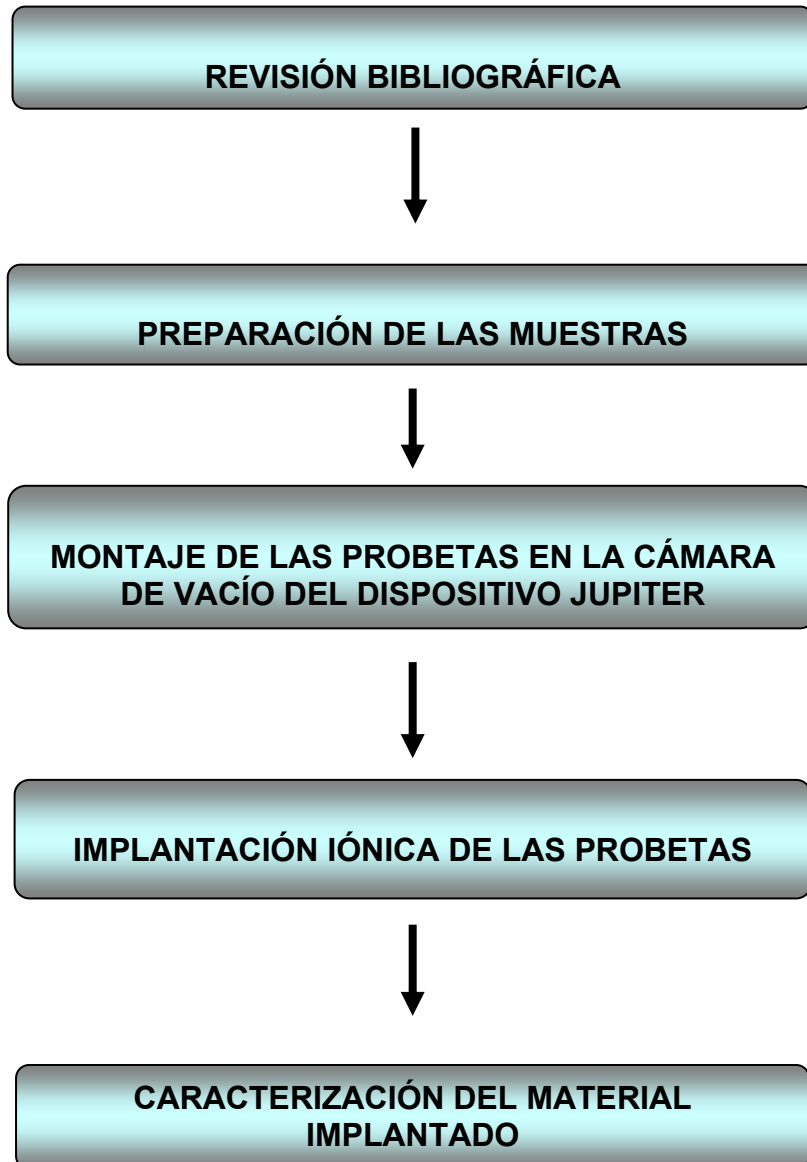
Forjado	Trabajado en caliente	Trabajado en frío	Envejecimiento
El acero AISI 4140 puede ser forjado en un rango de temperaturas de 925°C a 1200°C	Si lo requiere, puede ser hecho en el rango de 815 a 1040 °C	Es fácilmente trabajado en frío en la condición recocida por métodos convencionales	No es aplicable a esta aleación

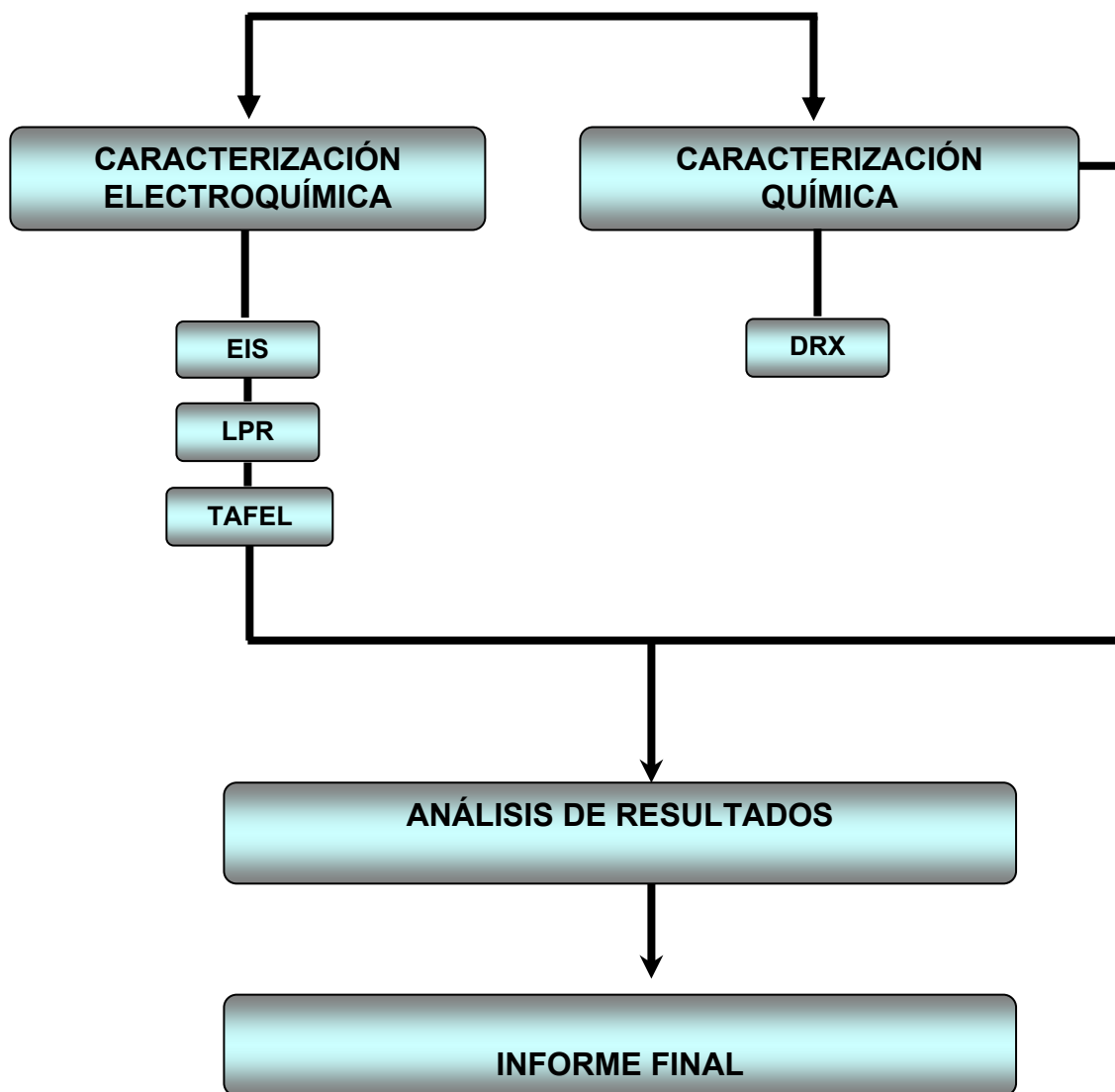
1.5.3. Aplicaciones

- Recipientes sujetos a presión, partes estructurales de los aviones, ejes de los automóviles y para aplicaciones semejantes.
- Piezas de transmisión, ejes, cigüeñales, cilindros de motores, bielas, rotores, árboles de turbinas a vapor, ejes traseros, etc.
- También es muy utilizado en piezas forjadas como herramientas, llaves de mano, destornilladores.
- Partes de maquinaria y repuestos de dimensiones medianas con grandes exigencias en las propiedades ya mencionadas y también ciertos elementos para la construcción de motores como engranajes, pernos, tuercas, árboles de transmisión, ejes de bombas, cañones de armas para cacería.
- En la industria petrolera es muy usado en la fabricación de taladros, brocas, barrenos, tubulares, partes de bombas, vástagos de pistón, espárragos, etc. (www.suppliersonline.com).

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Este trabajo de investigación se desarrolla en varias etapas, las cuales se distribuyeron como se representa en el diagrama de flujo.





En el anexo 1 se muestran algunos equipos utilizados en la metodología experimental.

2.1. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

La preparación metalográfica se realizó con base en la norma ASTM E3-01.

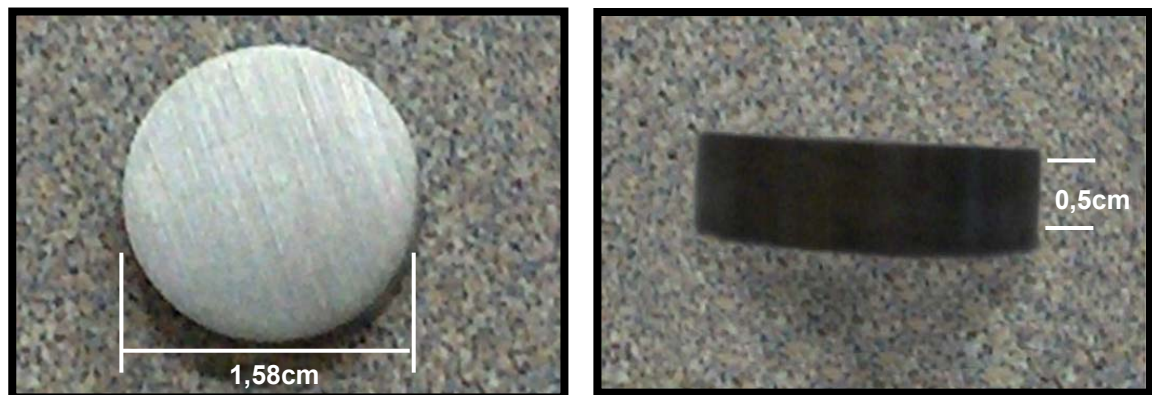
2.1.1. Preparación de las muestras para Implantación Iónica

Se elaboraron probetas circulares de un acero AISI 4140, con diámetro de 1.58cm y espesor de 0.5cm, ver figura 2.1. La composición química fue determinada

mediante la técnica de Espectroscopia de Emisión Óptica (EEO), reportados en la tabla 3.1.

Las probetas se desbastaron superficialmente utilizando papel abrasivo de carburo de silicio N° 320, 600 y 1200 con el fin de acondicionar las rugosidades de trabajo. Posteriormente fueron realizadas tres medidas de rugosidad en las superficies de las muestras lijadas a 320, 600 y 1200 con el rugosímetro Hommel Tester T500 antes y después del tratamiento superficial con el fin de verificar y conocer el orden de magnitud de la rugosidad dejada por cada papel abrasivo, y poder tener un parámetro de análisis respecto a los resultados obtenidos en las medidas de las pruebas electroquímicas y en la obtención de los perfiles de implantación.

Figura 2.1. Dimensiones de las probetas a ensayar



2.1.2. Preparación de las muestras para metalografía.

La muestra se desbastó utilizando lijas N°240, 320, 400 y 600; luego fue llevada a un pulido preliminar con paño Ultra-pol utilizando como abrasivo pasta de diamante de 6 micras, pañol trident con 3 micras y para el pulido final se trabajó con paño microcloth y pasta de diamante de 1 micra y sílica coloidal de 0.06 micras. Finalmente fue atacado por inmersión con Nital al 2% para análisis

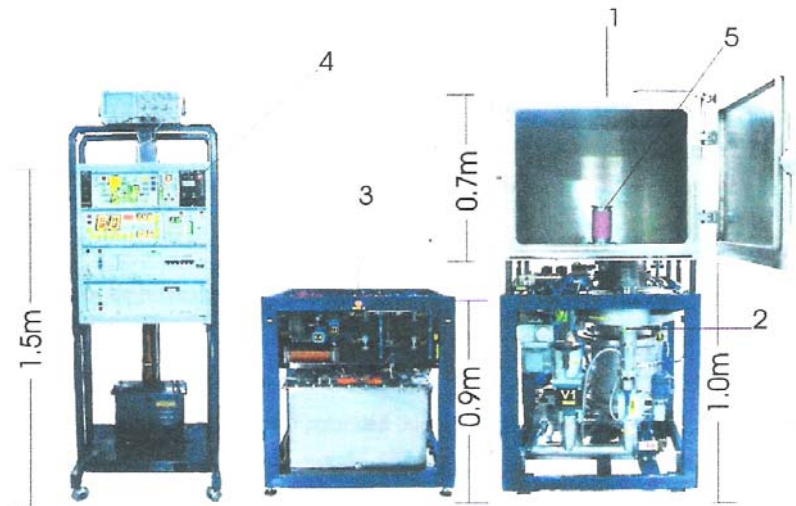
microestructural utilizando el microscopio óptico cofocal Hirox 3D a diferentes aumentos.

2.2. MONTAJE DE LAS PROBETAS EN LA CÁMARA DE VACÍO DEL DISPOSITIVO JUPITER.

2.2.1. CARACTERÍSTICAS DEL DISPOSITIVO JUPITER (NIÑO D., 2004)

En la figura 2.2 se presenta el equipo JUPITER con el que cuenta el laboratorio de Plasma de la escuela de Física de la Universidad Industrial de Santander, el cual está constituido por cuatro bloques básicos: la cámara de vacío (1), montada sobre el sistema de alto vacío (2), generador de pulsos de alto voltaje (3) y el sistema de control (4).

Figura 2.2. Dispositivo JUPITER (Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor)



- 1. Cámara de descargas, 2. Sistema de Vacío, 3. Generador de Pulsos de Alto Voltaje, 4. Sistema de Control, 5. Electrodo Central**

Este dispositivo posee una cámara para descarga la cual está fabricada de acero inoxidable AISI 304 y tiene un volumen de trabajo de $0.7 \times 0.8 \times 0.7 \text{m}^3$ con una pared posterior semicilíndrica. El acceso a este volumen se hace a través de una puerta frontal plana. El vacío residual será cercano a 10^{-4}Pa y se logra mediante una bomba turbo molecular AB 1500 con una velocidad de bombeo con relación al nitrógeno de 720 L/s.

El control de todos los niveles de vacío puede realizarse desde el tablero de control o automáticamente. El suministro del gas de trabajo se hace a través de un regulador piezoeléctrico (dosificador) de doble canal el cual junto con el sistema de vacío permite regular suavemente y mantener estable la presión de trabajo en el rango de desde 10^{-4}Pa hasta 20Pa. El gas que llega al regulador se somete a una limpieza final en un patrón de absorción para disminuir al máximo las impurezas de oxígeno, de bióxido y monóxido de carbono, de óxidos de nitrógeno y de vapores de agua hasta un nivel inferior a 0.1ppm.

En la base inferior de la cámara de vacío se monta el electrodo de alto voltaje (5) con un sistema de enfriamiento por agua, sobre el cual a su vez se coloca la pieza a tratar. El electrodo posee una rigidez dieléctrica (voltaje de ruptura) por encima de los 100kV.

El generador de pulsos con una potencia media de 2.5kW produce pulsos rectangulares de la tensión de alimentación con una amplitud regulada desde 5kV hasta 60kV , y una duración también regulada entre $50 \mu\text{s}$ y 2.5ms con frecuencia de repetición de 1Hz a 60Hz . Los pulsos de salida, cuya polaridad puede ser tanto negativa como positiva llegan al electrodo interno a través de un cable coaxial de alto voltaje tipo CVI -120.

2.2.2. ACCESORIOS PARA EL MONTAJE EN EL EQUIPO JUPITER

Las probetas se ubicaron en los agujeros equidistantes de un portamuestras hexagonal fabricado del mismo material (acero AISI 4140), como se observa en la figura 2.3.

Figura 2.3. Portamuestras en acero SAE 4140. Vista superior (izquierda), vista lateral (derecha)



Posteriormente se colocó el porta-muestras en el cátodo de la cámara de vacío, el cual está cubierto por un aislador de cerámica, figura 2.4.

La figura 2.5 muestra el montaje de las probetas realizado en la cámara de vacío antes del tratamiento superficial.

El portamuestras hexagonal se ubicó en el cátodo de la cámara de vacío de tal manera que la cara número 1 quedó ubicada frontalmente. Las caras fueron enumeradas en el sentido contrario al de las manecillas del reloj, tal como se observa en la figura 2.6, por otra parte se realizó una clasificación para cada

posición de las muestras a implantar denotadas como a, b y c para las caras 1,3 y 5 y a, b, c y d para las caras restantes.

Figura 2.4. Cátodo de la cámara de vacío donde se ubica el portamuestras.

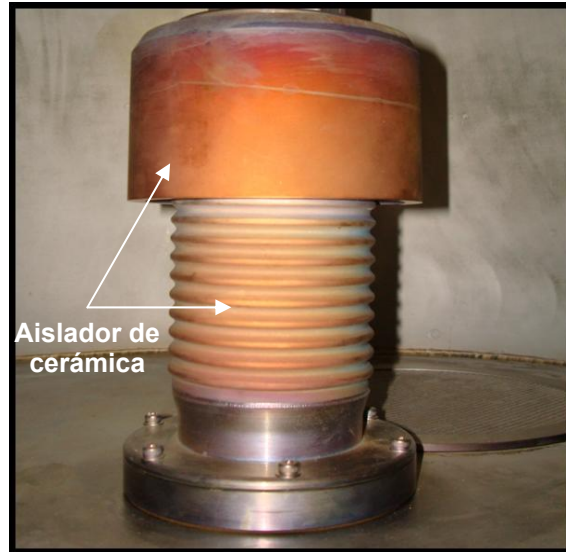
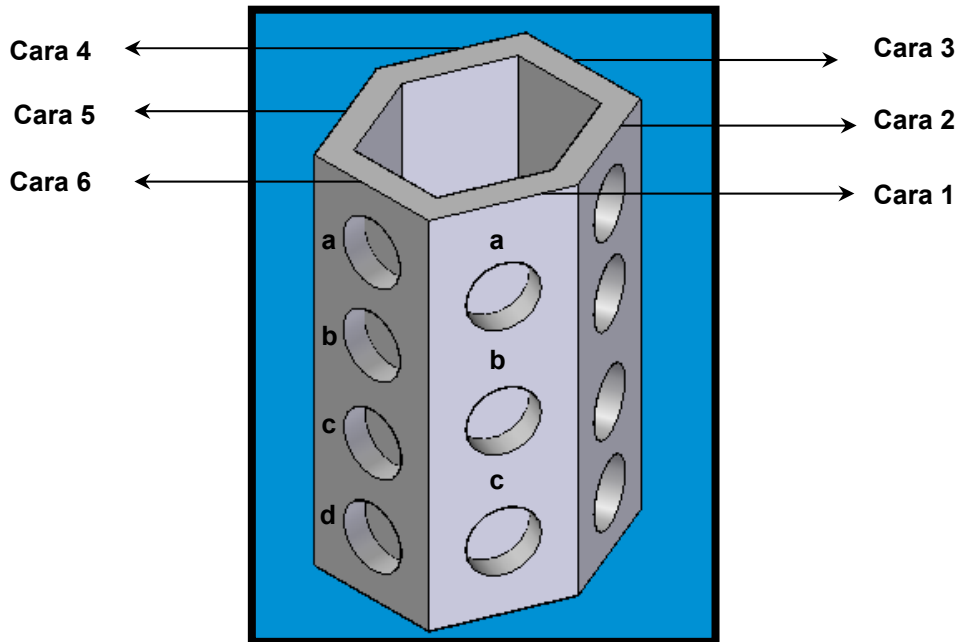


Figura 2.5. Montaje de las probetas en la cámara de vacío del dispositivo JUPITER antes del proceso de implantación



Figura 2.6. Esquema de enumeración empleado en el desarrollo experimental



2.3. IMPLANTACIÓN IÓNICA DE LAS PROBETAS

Se realizó la implantación iónica de las muestras con las condiciones de energía (keV), presión (Pa), frecuencia (Hz), duración del pulso (ms) y tiempo de exposición (min) preestablecidas, (DULCÉ J., 2002) tabla 2.1. Las muestras de acero AISI 4140 fueron sometidas a implantación 3DII con iones de nitrógeno en el dispositivo JÚPITER. La implantación se realizó solamente en una de las caras de las muestras.

Este proceso de implantación es monitoreado desde el panel de control del equipo (dispositivo JUPITER). La figura 2.7, muestra el panel de control durante el proceso de implantación. En el proceso de descarga se conecta el osciloscopio al sistema de operación y control donde se observan los pulsos de voltaje (curva roja) y corriente (curva azul), figura 2.8.

Tabla 2.1. Condiciones de la implantación de iones de Nitrógeno en la superficie del acero AISI 4140 (DULCÉ J., 2002)

Lijado N°	Energía (keV)	Presión (Pa)	Tiempo de Exposición (min)	Frecuencia (Hz)	Duración del pulso (ms)
320	20	0.45	60	30	0.40
600	20	0.45	60	30	0.40
1200	20	0.45	60	30	0.40

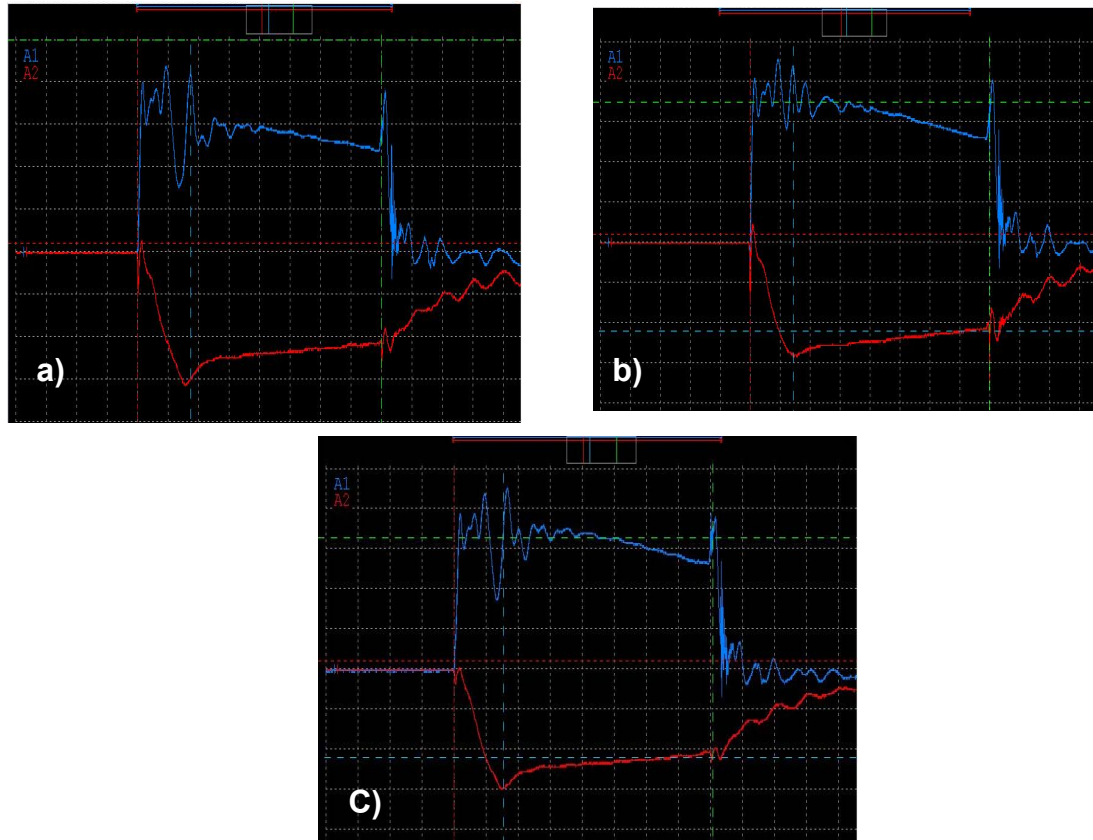
Figura 2.7. Panel de control del JUPITER durante el proceso de implantación iónica



El tratamiento superficial ocurrirá en la superficie de todo el conjunto portamuestras y muestras.

Es recomendable que la superficie de las muestras a implantar se encuentre libre de impurezas para garantizar un buen proceso de modificación superficial.

Figura 2.8. Registro de los pulsos de voltaje y corriente en el osciloscopio para la implantación de las muestras a lija a) N° 320, b) N° 600 y c) N° 1200.

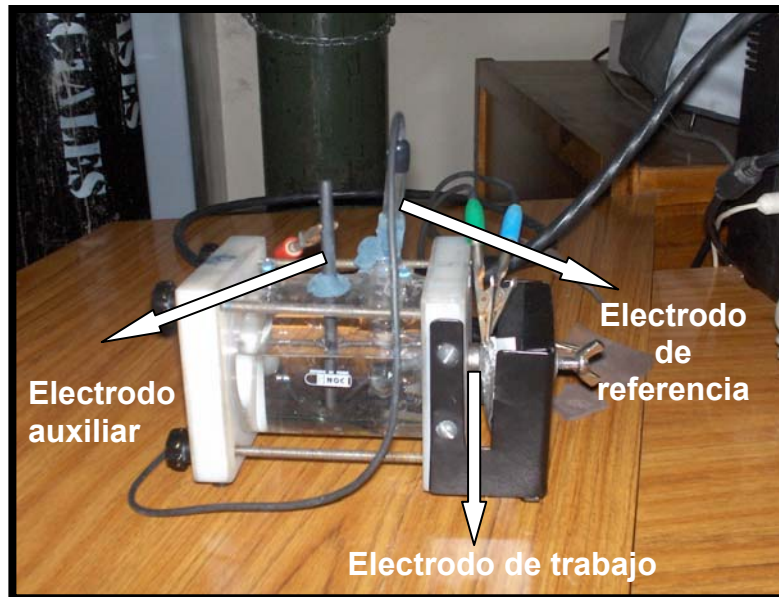


2.4. CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL IMPLANTADO

2.4.1. CARACTERIZACIÓN ELECTROQUIMICA

Las pruebas electroquímicas (EIS, R_p y Tafel) fueron realizadas en un potencióstato - galvanostato tipo GAMRY. En el montaje se utilizó una celda plana que consta de tres electrodos: trabajo, referencia y auxiliar. Como electrodo de referencia se utilizó Calomel saturado (SCE) y como electrodo auxiliar fue utilizado uno de grafito. El electrolito de trabajo fue una solución de cloruro de sodio (NaCl) al 3% a $27 \pm 2^\circ\text{C}$. La figura 2.9 muestra el montaje empleado.

Figura 2.9. Montaje de la celda plana empleado para la realización de ensayos electroquímicos.



Las pruebas electroquímicas se realizaron según las normas ASTM G1, G5, G59, G102 y G106.

A continuación se listan los parámetros para los ensayos electroquímicos de EIS, R_p y Tafel. En estos ensayos el área expuesta del electrodo de trabajo fue $0,81\text{cm}^2$, densidad de $7,87\text{g/cm}^3$ y peso equivalente de 27,92.

- **Curvas de EIS**

Estas curvas fueron obtenidas para las muestras implantadas y no implantadas (blancos). En la tabla 2.2 se muestran los parámetros utilizados en este ensayo.

- **Curvas de R_p**

Las medidas de la resistencia a la polarización se realizaron variando el potencial y midiendo la corriente, la cual es proporcional a la velocidad de corrosión. A partir de estas medidas se obtiene una gráfica de E Vs I, cuya pendiente corresponde a

la resistencia a la polarización. En la tabla 2.3 se listan los parámetros utilizados en la prueba de Rp.

Tabla 2.2. Parámetros de trabajo para la curva de EIS.

Parámetro	Valor
Frecuencia inicial (Hz)	100000
Frecuencia final (Hz)	0,01
Puntos/década	7
Voltaje AC (mV rms)	20
Voltaje DC (V)	0

Tabla 2.3. Parámetros de trabajo para la curva de Rp.

Parámetro	Valor
Potencial inicial (V)	-0,02
Potencial final (V)	0,02
Velocidad de barrido (mV/s)	0,125

- **Curvas de Tafel**

Los parámetros utilizados en este ensayo se observan a continuación (tabla 2.4).

Tabla 2.4. Parámetros de trabajo para la curva de Rp.

Parámetro	Valor
Potencial inicial (V)	-0,25
Potencial final (V)	0,25
Velocidad de barrido (mV/s)	1

La caracterización electroquímica constó de tres etapas:

2.4.1.1. Etapa I

El diseño experimental utilizado fue 2^k , donde 2 es el número de grados o niveles y k es el número de variables. Este diseño estableció realizar cuatro ensayos ($2^2=4$), para determinar si durante el proceso de implantación de iones de nitrógeno hay efecto de la rugosidad en la variable respuesta (Velocidad de corrosión) y establecer la rugosidad superficial como variable independiente en el diseño final de experimentos.

De todo el conjunto fueron seleccionadas cuatro muestras al azar, dos de la rugosidad superior (lija 320), una implantada y un blanco; al igual que para la rugosidad inferior (lija 1200). Los ensayos realizados fueron:

Ensayo 1. Muestra implantada a lija N°320

Ensayo 2. Muestra blanco a lija N°1200

Ensayo 3. Muestra implantada a lija N°1200

Ensayo 4. Muestra blanco a lija N°320

2.4.1.2. Etapa II

Según el diseño experimental que se muestra en la tabla 2.5, fueron realizados 18 ensayos, obteniendo como variable respuesta el valor Rp. Además fueron realizadas pruebas de Tafel y EIS para obtener la velocidad de corrosión en el material estudiado. Para determinar el número de ensayos se utilizó un paquete estadístico.

- **Perfiles de implantación.**

Los perfiles aproximados de la concentración de los iones de nitrógeno por profundidad en las superficies de las muestras implantadas se analizaron mediante la exploración de un método el cual consiste en realizar análisis

electroquímicos a velocidades de barrido muy bajas (Rueda, A., et al, Revista Colombiana de Física, Vol. 38, No. 2. 2006).

Tabla 2.5. Diseño experimental de la etapa II

Variables independientes	Número de niveles	Descripción
Rugosidad	3	320, 600 y 1200
Posición longitudinal	2	Superior e inferior
Posición radial	3	Cara 2, 4 y 5

2.4.1.3. Etapa III

En esta etapa de la investigación se realizó la degradación de una muestra a las condiciones más relevantes obtenidas para la variable respuesta (mayores valores de R_p). La muestra fue expuesta al electrolito (NaCl) durante 14 días, evaluando mediante las técnicas de EIS, R_p y finalmente con Tafel su comportamiento electroquímico. Los tiempos a los cuales fueron realizados los ensayos fueron: 0, 1, 2, 4, 16, 24, 72, 120, 168, 240, 288 y 336 horas.

2.4.2. CARACTERIZACIÓN QUÍMICA

Mediante la técnica de Difracción de Rayos X (DRX), se evaluó químicamente las fases presentes o compuestos en las muestras implantadas. Las mediciones de difracción de rayos X fueron realizadas en un difractor de polvo marca RIGAKU modelo D/MAX IIIB, de la Universidad Industrial de Santander, bajo las condiciones señaladas en la tabla 2.6:

El análisis cualitativo de las fases presentes en la muestra se realizó mediante comparación del perfil observado con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del *International Centre for Diffraction Data* (ICDD).

Tabla 2.6. Condiciones de trabajo para la técnica de DRX utilizada

PARÁMETRO	VALOR O INDICACIÓN
Voltaje	40(kV)
Corriente	20(mA)
RS	0.3mm
SS	1.0°
Muestreo	0.02° 2theta
Rango de Medición	30-120° 2theta
Radiación	CuK α 1
Monocromador	Grafito
Tipo de barrido	Continuo
Velocidad de Barrido	1.2°/minuto

3. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS

3.1. CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL EN ESTADO DE ENTREGA.

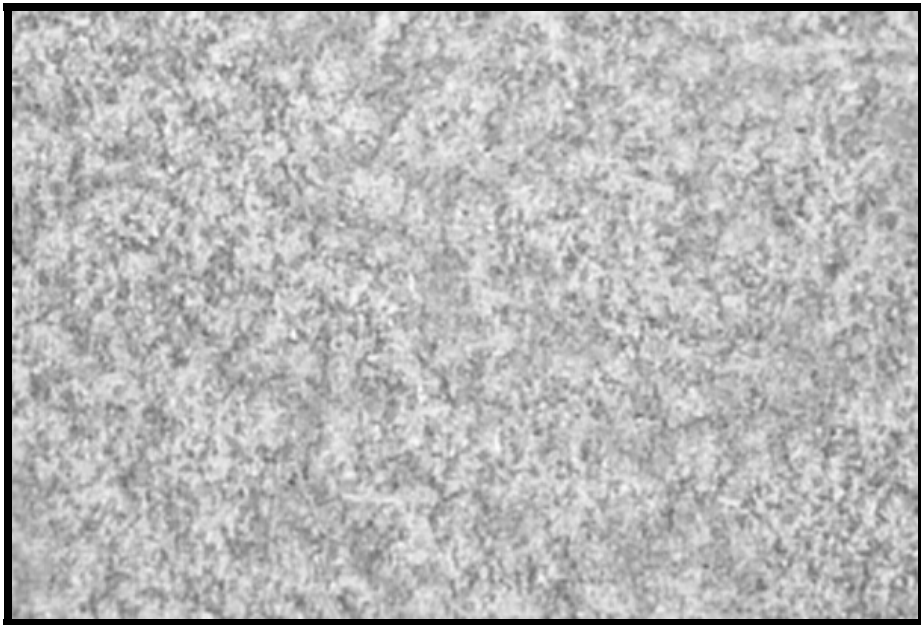
Las muestras utilizadas en los experimentos fueron elaboradas en acero AISI 4140. Los resultados obtenidos en el análisis de Espectroscopia de Emisión Óptica (EEO) (tabla 3.1) señalan que la muestra corresponde a un acero aleado con composición química similar a los valores nominales reportados por la norma ASTM A 322, tabla 1.1.

Tabla 3.1. Composición química de las muestras de acero AISI 4140.

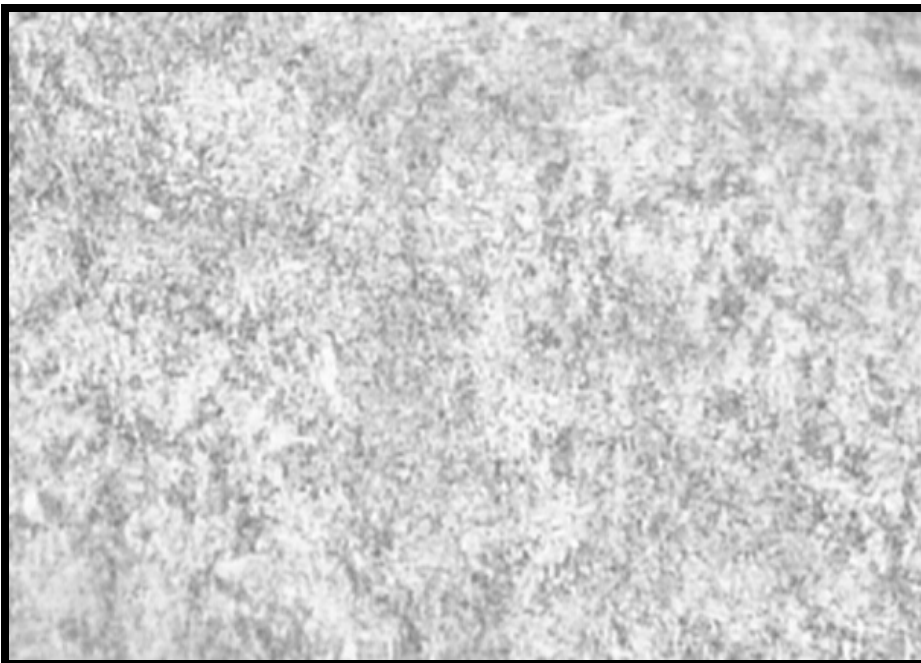
ELEMENTO	%
C	0.40
Cr	0.85
Mo	0.14
Mn	0.85
Si	0.24
S	0.018
P	0.012
Cu	0.17
Sn	0.019
V	0.026
Al	0.002
Ni	0.09
Nb	0.007

Por otro lado, se realizó un análisis metalográfico (figura 3.1) observándose que la microestructura fue martensita revenida.

Figura 3.1. Microestructura del material en estado de entrega; a) 200x b) 500x



a)



b)

La medida de la rugosidad proporcionó tres valores: Ra, Rz y Rmáx, Estas medidas fueron realizadas al material antes y después de la implantación iónica de nitrógeno, tabla 3.2.

Tabla 3.2. Medidas del perfil de rugosidad de las muestras de acero AISI 4140

Papel abrasivo	Rz (μm)		Ra (μm)		Rmax (μm)	
	No implantado	Implantado	No implantado	Implantado	No implantado	Implantado
320	1,34	0,71	0,15	0,09	1,53	1,03
600	0,37	0,31	0,04	0,03	0,46	0,43
1200	0,27	0,22	0,02	0,01	0,40	0,32

Como se muestra en la tabla 3.2, la superficie del material implantado presenta una disminución en su rugosidad en comparación con el material no implantado por efecto del decapado que ocurre en el proceso debido al sputtering o pérdida de material de la superficie.

3.2. CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL IMPLANTADO

3.2.1. CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA.

3.2.1.1. Etapa I

En esta etapa se muestran los resultados obtenidos para las cuatro muestras seleccionadas. Las técnicas empleadas para determinar la velocidad de corrosión sobre el material implantado y el material base fueron: Espectroscopia de

Impedancias Electroquímica (EIS), Resistencia a la Polarización Lineal (LPR) y curvas de polarización potenciodinámica (Tafel).

- **Resistencia a la polarización.**

En la figura 3.2, se presentan las curvas de Resistencia a la polarización para las muestras de acero AISI 4140 implantada y no implantada (blanco) para dos rugosidades. En esta se aprecia que la resistencia a la polarización (pendiente de la curva) en ambas rugosidades para la muestra implantada es mayor que para la muestra sin implantar (muestra blanco), lo cual indica que la primera presenta una menor velocidad de corrosión. Ello demuestra que el tratamiento de la implantación de iones de nitrógeno tiene una gran influencia en el comportamiento corrosivo del material, mejorando así, su resistencia a la corrosión.

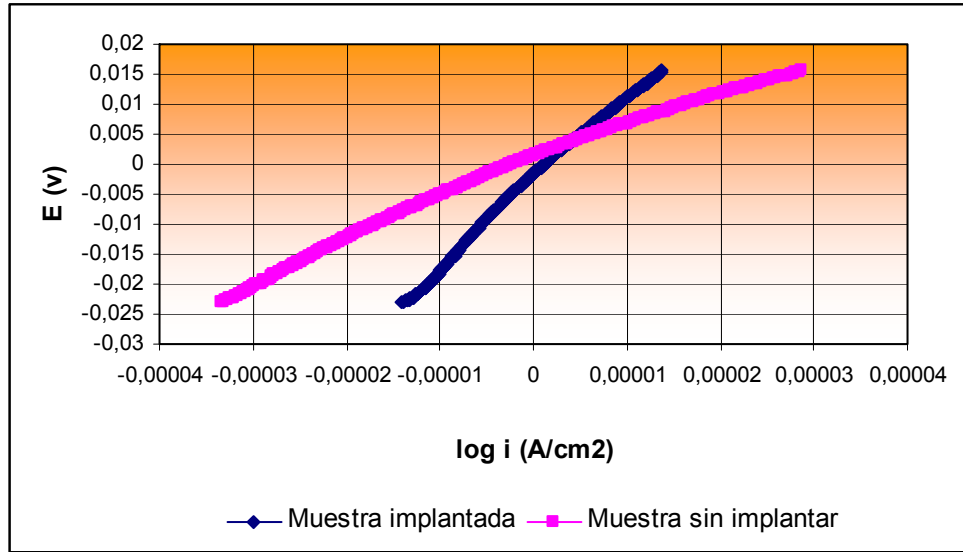
La relación de la resistencia a la polarización para las muestras implantadas y no implantadas, lijadas en papel abrasivo N°320 es de 1:2, aproximadamente ($633,71\Omega\text{cm}^2$ para el blanco y $1167,40\Omega\text{cm}^2$ para la muestra implantada) al igual que para las muestras lijadas en papel abrasivo N°1200, ($1435,7\Omega\text{cm}^2$ para la no implantada, y $2732,8\Omega\text{cm}^2$ para la implantada). En la tabla 3.3 se presentan los resultados obtenidos en esta prueba.

- **Tafel.**

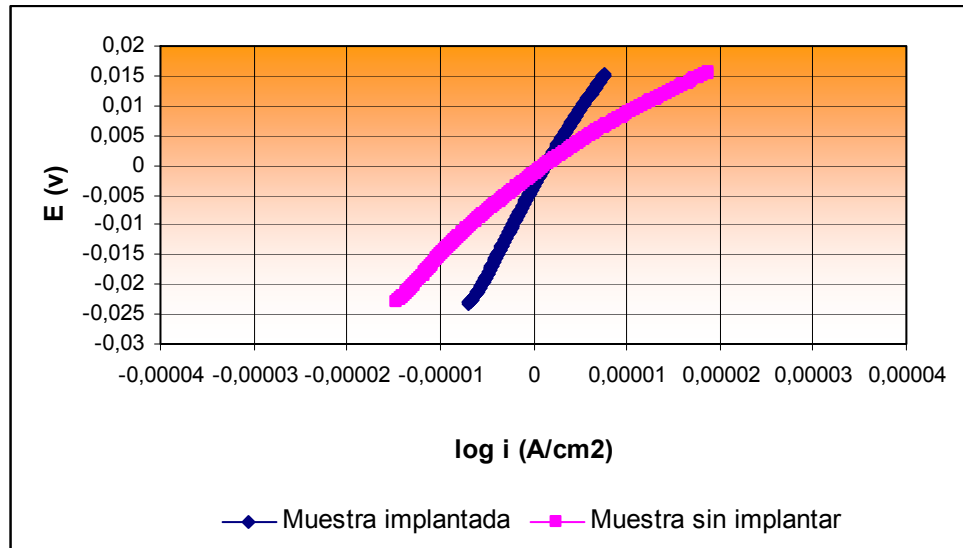
En la grafica 3.3 se presentan las curvas de polarización anódica y catódica de las muestras de acero AISI 4140 implantadas y no implantadas para muestras lijadas en papel abrasivo N° 320 y N° 1200.

En las muestras desbastadas superficialmente en papel abrasivo N° 320 (gráfica 3.3 (a)), se observa un pequeño desplazamiento hacia arriba y hacia la izquierda de la curva obtenida para la muestra implantada con relación a la muestra sin implantar, indicando que presenta un mayor potencial de corrosión y una densidad de corriente menor, y por lo tanto una menor velocidad de corrosión.

Figura 3.2. Curvas de Resistencia a la Polarización para muestras de acero AISI 4140. a) Muestras lijadas en papel abrasivo N° 320, b) Muestras lijadas en papel abrasivo N° 1200



a)



b)

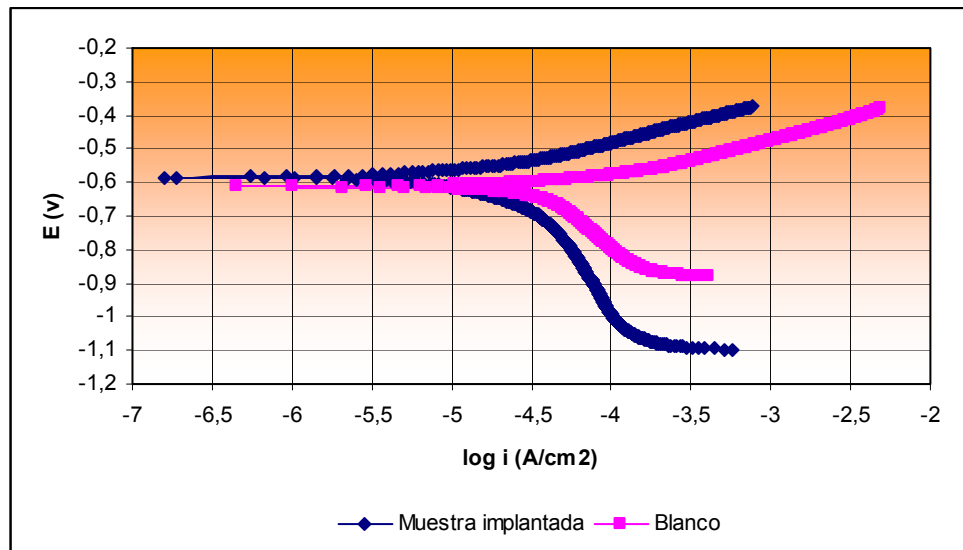
En la misma figura, se puede observar que el comportamiento para ambas muestras difiere un poco en ambas regiones: anódica y catódica (parte superior e inferior de la curva, respectivamente). Las densidades de corriente asociadas a un mismo potencial son siempre menores para la muestra implantada comparadas con las de la muestra sin implantar, dicha diferencia parece mantenerse constante en la región anódica. En la región catódica esta diferencia en las densidades de corriente entre ambas muestras se hace cada vez menor al llegar al potencial de corrosión de ambas muestras.

Al igual que la figura 3.3(a), la figura 3.3(b), manifiesta que el potencial necesario para que la muestra implantada se corroa es mayor que para la muestra no implantada, al estar la curva desplazada hacia arriba.

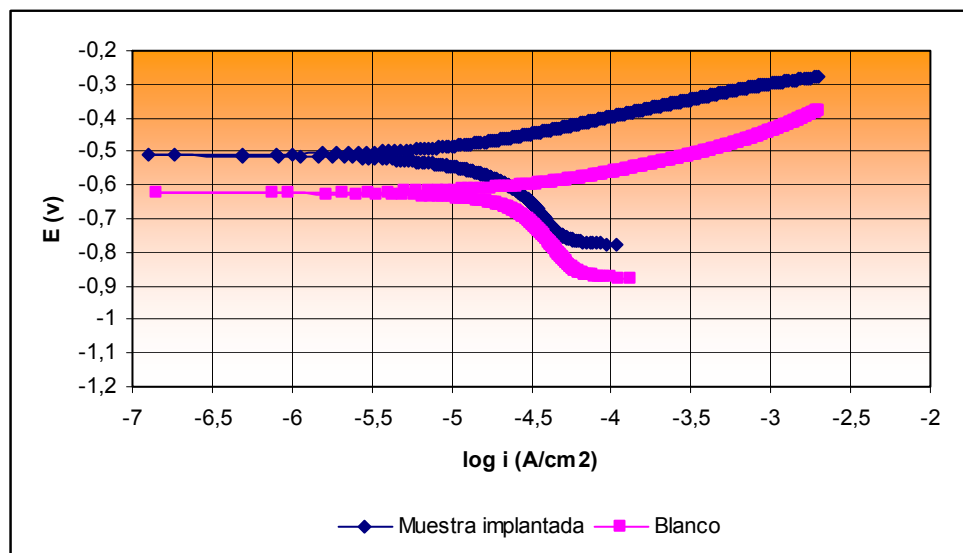
La figura 3.3 (b), también muestra una pequeña similitud en el comportamiento de las dos muestras en la región catódica; las diferencias significativas se observan en la región anódica. En ella las densidades de corriente de intercambio para un mismo potencial son siempre menores para la muestra implantada, comparadas con las de la muestra sin implantar, demostrando que posee una menor velocidad de corrosión.

La figura 3.3, indica que para mantener un potencial igual tanto en el material implantado como en el material no implantado, es necesario mantener una densidad de corriente menor, lo cual significa que el material base es más fácil de polarizar. A partir de esta gráfica se obtuvieron las pendientes anódicas y catódicas mostradas en la tabla 3.3.

Figura 3.3. Curvas de Tafel para muestras de acero AISI 4140. a) Muestras lijadas en papel abrasivo N°320, b) Muestras lijadas en papel abrasivo N°1200



a)



b)

Tabla 3.3. Resultados de la prueba Rp y Tafel para muestras de acero AISI 4140 implantadas y no implantadas, lijadas en papel abrasivo N° 320 y N° 1200

Muestras	Rp (Ωcm^2)	Ba (mv/década)	Bc (mv/década)	i corr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vel corr (mpy)
Blanco a lija N°320	633,71	26,9	-38,5	10,85	4,95
Blanco a lija N°1200	1167,4	25,9	-38,9	5,78	2,64
Muestra implantada a lija N°320	1435,7	30,2	-27,9	4,39	2,01
Muestra implantada a lija N°1200	2732,8	13,32	-12,15	1,01	0,46

Según los resultados de la tabla 3.3 se puede observar que se obtuvo para las muestras desbastadas a lija N° 320 una velocidad de corrosión aproximadamente dos veces menor que para aquellas que no fueron implantadas. Para las muestras de menor rugosidad (lija N°1200) se alcanzaron velocidades de corrosión cinco veces menores en comparación con las de las muestras sin implantación, por lo tanto se demuestra que el proceso de la implantación de iones de nitrógeno en el material utilizado disminuyó significativamente su velocidad de corrosión. Parece que existe una relación entre la rugosidad y la implantación: a menor rugosidad, la superficie es mejor “pulida” por la implantación, los iones nitrógeno llegan mejor a la superficie y, la velocidad de corrosión disminuye.

- **EIS**

En la gráfica 3.4 se presentan los diagramas de Nyquist para las muestras de acero AISI 4140 no implantadas e implantadas a lija N° 320 (3.4a) y 1200 (3.4b).

En ella se ilustra que para las muestras con igual rugosidad se obtienen mayores valores de resistencia a la polarización (diámetro del semicírculo) al ser implantadas. Es evidente además el aumento de la resistencia a la polarización para las muestras mas lisas, al ser más ancho su domo.

Valores mayores de resistencia a la polarización indican una menor velocidad de corrosión, por lo tanto se tiene que, el material con un acabado superficial fino, posee una menor velocidad de corrosión como se observan en los diagramas de bode, figura 3.5.

Para ambos casos no hay evidencia de procesos de difusión. Los resultados obtenidos de esta prueba son reportados en la tabla 3.4.

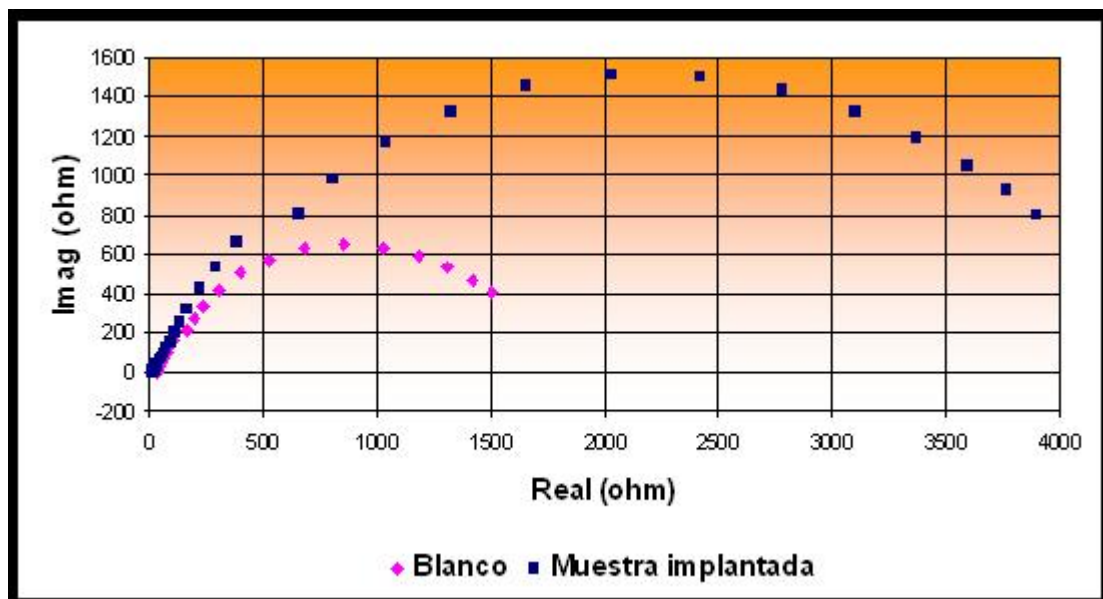
Tabla 3.4. Medidas de impedancias para muestras de acero AISI 4140 implantadas y no implantadas, lijadas en papel abrasivo N° 320 y N° 1200.

MUESTRAS	Rs (Ω)	Rp (Ω)	C (μF)
Blanco 320	8,97	607,271	692,284
Blanco 1200	31,55	1603,27	303,59
Muestra implantada a lija 320	15,48	2110,226	107,015
Muestra implantada a lija 1200	17,51	4007,79	64,58

Figura 3.4. Diagrama de Nyquist para muestras de acero AISI 4140. a) Muestras lijadas en papel abrasivo N°320, b) Muestras lijadas en papel abrasivo N°1200

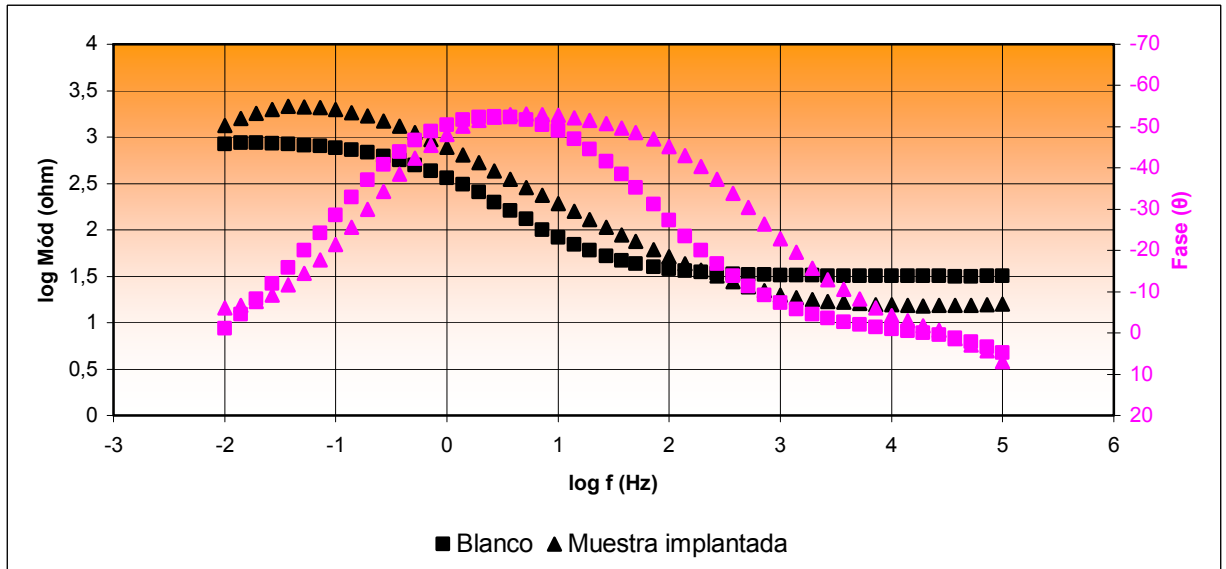


a)

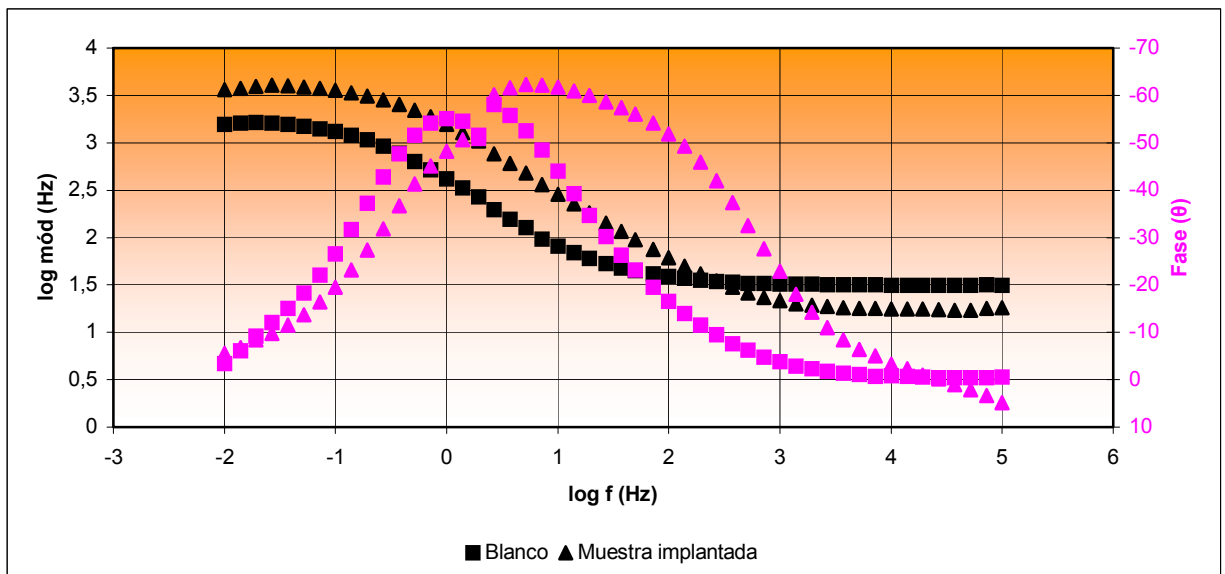


b)

Figura 3.5. Diagrama de Bode para muestras de acero AISI 4140. a) Muestras lijadas en papel abrasivo N°320, b) Muestras lijadas en papel abrasivo N°1200



a)



b)

3.2.1.2. Etapa II

- **Resistencia a la polarización.**

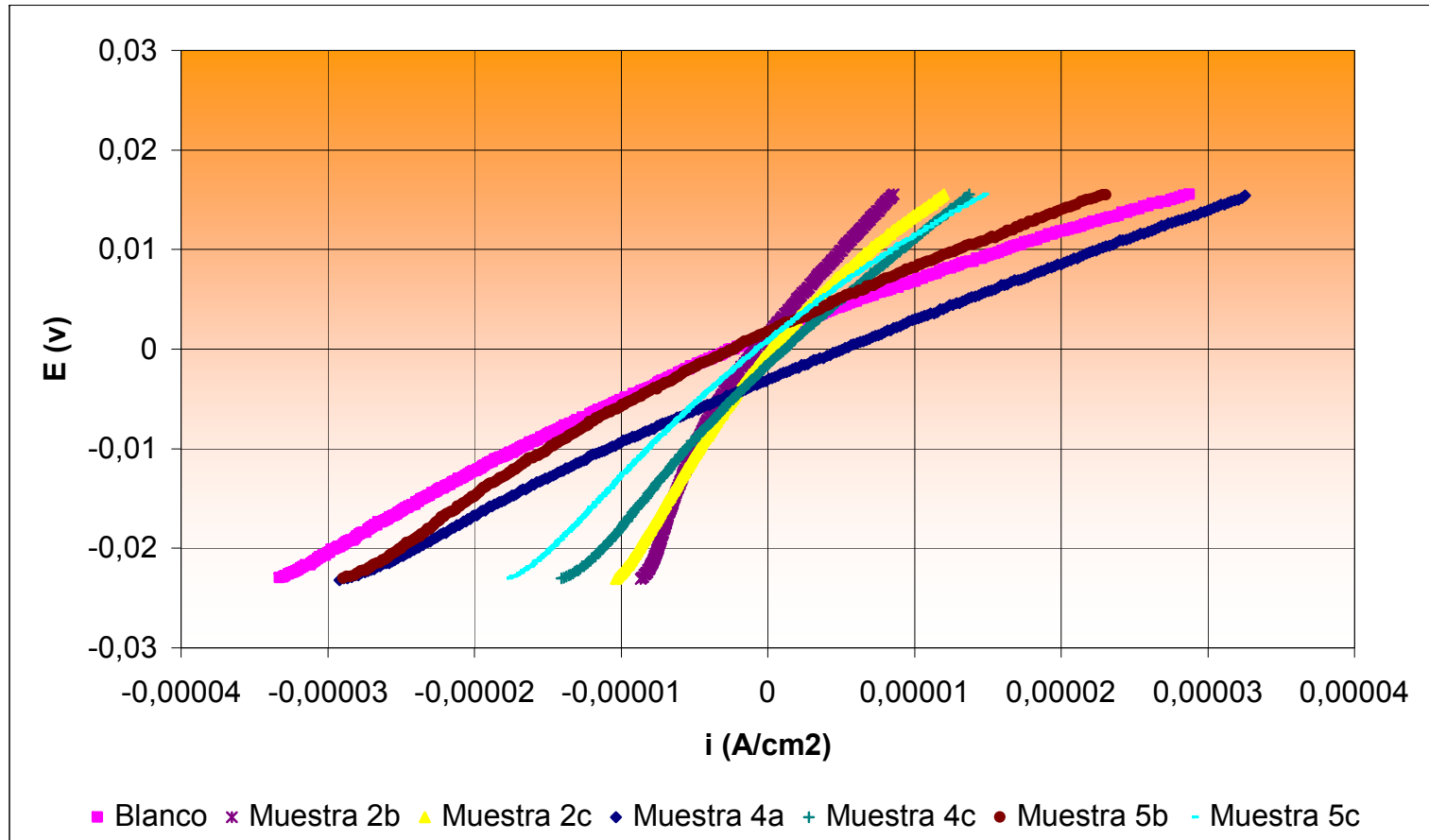
En la figura 3.6 se muestran las curvas de resistencia a la polarización de seis muestras de acero AISI 4140 acabadas superficialmente en lija N°320, 5 muestras implantadas ubicadas en las caras 2, 4 y 5 del portamuestras hexagonal pero en diferentes posiciones (a, b y c) y una muestra sin implantar. Los resultados de esta prueba son mostrados en la tabla 3.5.

Tabla 3.5. Resultados de la prueba de resistencia a la polarización y Tafel para muestras de acero AISI 4140, lijadas en papel abrasivo N° 320

Muestra	Rp ($\Omega \text{ cm}^2$)	β_a (mv)	β_c (mv)	i corr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vel corr (mpy)
Blanco	630,58	28,5	-38,5	11,28	5,15
2b	2175,6	31,1	-46,2	3,71	1,69
2c	1784,9	32,5	-34,3	4,06	1,85
4 ^a	629,16	28,4	-29,5	9,99	4,56
4c	1431	27,9	-38,2	4,89	2,23
5b	750,28	27,3	-36,0	8,98	4,10
5c	1241,1	34,7	-37,8	6,33	2,89

De acuerdo a los resultados reportados en la tabla 3.5, se observa que todas las muestras implantadas en comparación con la muestra sin implantar presentan una menor velocidad de corrosión. El aumento de la resistencia a la corrosión podría estar atribuido al efecto del nitrógeno implantado, el cual da paso a la formación de una capa protectora en el orden las unidades atómicas en la superficie del material hacia adentro impidiendo su reacción anódica.

Figura 3.6. Curvas de Resistencia a la Polarización para muestras implantadas de acero AISI 4140 lijadas en papel abrasivo N° 320 en posiciones longitudinales y radiales diferentes.



El comportamiento de la resistencia a la polarización de muestras implantadas a lija N°600 se observa en la figura 3.7. A diferencia de la figura 3.6, en la figura 3.7 es notable un leve aumento de la velocidad de corrosión de dos muestras ensayadas, sin embargo se observa que las muestras restantes tienen una mayor pendiente, es decir una mayor resistencia a la polarización en relación con la no implantada. Cabe anotar que las dos muestras (2c y 5b) están en el mismo orden de magnitud que la del blanco.

Los valores de las pruebas realizadas para estas muestras son reportados en la tabla 3.6.

Tabla 3.6. Resultados de la prueba de resistencia a la polarización y Tafel para muestras de acero AISI 4140, lijadas en papel abrasivo N° 600

Muestra	Rp ($\Omega \text{ cm}^2$)	β_a (mv)	β_c (mv)	i corr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vel corr (mpy)
Blanco	1057,2	28,1	-35,4	6,43	2,94
2b	3437,4	40,7	-21,3	1,77	0,81
2c	799,33	30,1	-22,8	7,05	3,22
4 ^a	1548,9	36,6	-34,3	4,96	2,26
4c	1629,6	35,1	-33,1	4,54	2,07
5b	1023,6	33,8	-29,7	6,71	3,06
5c	2664,2	28,4	-32,1	2,45	1,12

La disminución de la densidad de corriente de corrosión; y por lo tanto de la velocidad de corrosión de las muestras tratadas sugiere que el tratamiento superficial con nitrógeno disminuye la disolución anódica del hierro del acero en la solución de NaCl.

Una disminución en la resistencia a la corrosión del material podría estar dado por las impurezas de oxígeno que presentan las muestras en los procesos de preparación, implantación y caracterización debido a que este proceso no fue continuo, por lo que se formó posiblemente una capa de óxido.

El comportamiento de la resistencia a la polarización de las muestras de menor rugosidad (lijadas a N° 1200) se observan en la figura 3.8. En estas curvas se muestra que el material implantado presenta valores de resistencia a la polarización menores comparados con aquellos del material sin implantar.

En la tabla 3.7 se observan los valores obtenidos de las pruebas de resistencia a la polarización y de Tafel para estas muestras.

Tabla 3.7. Resultados de la prueba de resistencia a la polarización y Tafel para muestras de acero AISI 4140, lijadas en papel abrasivo N° 1200

Muestra	Rp ($\Omega \text{ cm}^2$)	β_a (mv)	β_c (mv)	i corr ($\mu\text{A/cm}^2$)	Vel corr (mpy)
Blanco	1167,4	25,9	-38,9	5,76	2,64
2b	2291,1	24,9	-28,7	2,53	1,15
2c	2701,8	24,44	-32,2	2,23	1,02
4 ^a	3179,8	19,4	-17,4	1,25	0,57
4c	2732,6	19,2	-20,4	1,57	0,72
5b	3475,8	34,4	-22,8	1,71	0,78
5c	3295,8	23,1	-26,2	1,62	0,74

La velocidad de corrosión para las muestras implantadas con iones de nitrógeno disminuye significativamente, presentándose velocidades de corrosión cinco veces menores en comparación con la muestra sin implantar.

Figura 3.7. Curvas de Resistencia a la Polarización para muestras implantadas de acero AISI 4140 lijadas en papel abrasivo N° 600 en posiciones longitudinales y radiales diferentes.

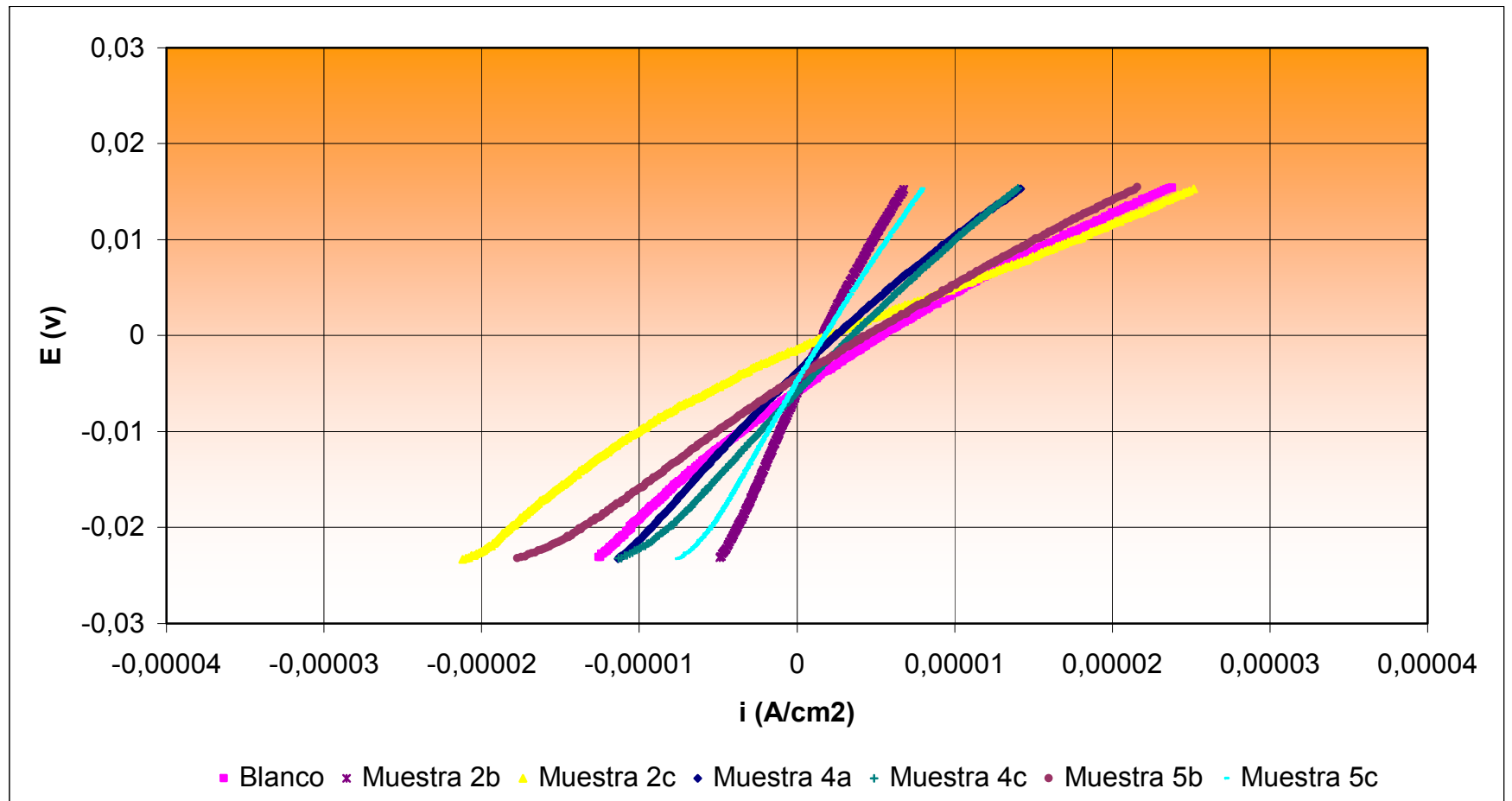
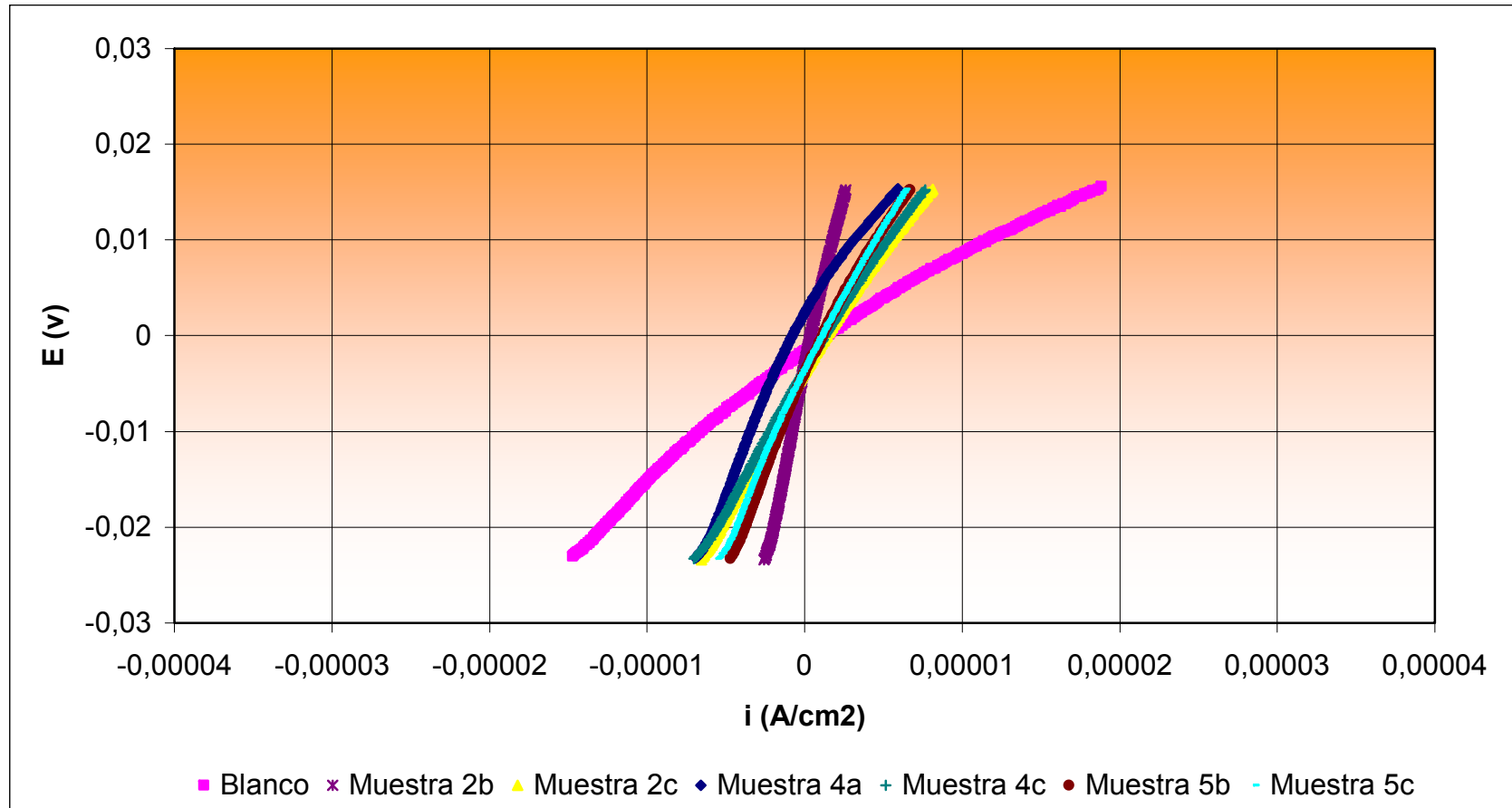


Figura 3.8. Curvas de Resistencia a la Polarización para muestras implantadas de acero AISI 4140 lijadas en papel abrasivo N° 1200 en posiciones longitudinales y radiales diferentes.



Con base en lo expuesto anteriormente y al realizar una comparación entre las rugosidades, se observa que para las muestras implantadas con el acabado más rugoso (N° 320) se observó una disminución en los valores de la velocidad de corrosión alrededor de un 50 por ciento comparados con los de las muestras no implantadas; para aquellas muestras con implante de iones a un lijado intermedio (N°600), las velocidades de corrosión son un tercio de las obtenidas para las muestras sin implantación; y por último, para el material implantado con un acabado superficial más fino (N°1200) la velocidad de corrosión disminuyó en el orden de cuatro veces en relación a las no implantadas.

Según el análisis anterior, se puede concluir que la rugosidad superficial tiene un efecto significativo en la implantación iónica con nitrógeno. Por lo tanto se establece que un acabado superficial áspero es desfavorable para el proceso de la implantación iónica, al contrario con lo que ocurre con un lijado superficial fino, el cual beneficia la implantación de los iones de nitrógeno en la red cristalina del material a implantar.

El desbaste superficial remueve las partículas de metal de la superficie y también disminuye el área superficial disponible para la reacción de oxidación debido a que se disminuyen los sitios que promueven la corrosión. Esto combinado con otros factores disminuye la reactividad del metal y produce una velocidad de corrosión mucho menor que en ausencia de desgaste.

- **Tafel.**

De las curvas potenciodinámicas obtenidas para las muestras de acero AISI 4140 implantadas a una alta rugosidad (Lija N°320), figura 3.9; se observa que la muestra 5b es la que presenta un mayor corrimiento del potencial de corrosión en dirección noble; sin embargo, las muestras 4a, 4c y 2b también se encuentran desplazadas hacia la izquierda y hacia arriba, indicando que presentan una menor velocidad en comparación con la muestra blanco.

Desde el punto de vista termodinámico para aquellas muestras que presenten un potencial más noble (menos negativo) presentan un comportamiento de mayor estabilidad en la interfase metal-solución. Con base en lo anterior se establece que la muestra más estable termodinámicamente es la 5b.

Para una rugosidad intermedia (Lija N°600), todas las muestras implantadas presentan una mayor estabilidad termodinámica en comparación con la muestra no implantada al tener un potencial más noble, figura 3.10. Además se observa que la muestra 2b presenta una velocidad de corrosión similar a la de la muestra sin implantar a diferencia de las muestras restantes.

Finalmente para la rugosidad más baja (lija N°1200), las curvas potenciodinámicas de las muestras implantadas se observan desplazadas hacia la izquierda indicando que presentan una menor velocidad de corrosión, figura 3.11; también muestran un leve aumento hacia el potencial de corrosión menos negativo, indicando que son más estables con relación a la muestra blanco.

Los resultados de los valores de las pendientes anódicas y catódicas calculadas de las curvas potenciodinámicas mostradas en las figuras 3.9, 3.10 y 3.11 se presentan en la tabla 3.5, 3.6 y 3.7, respectivamente.

Figura 3.9. Curvas potenciodinámicas para muestras implantadas de acero AISI 4140 lijadas en papel abrasivo N°320 en posiciones longitudinales y radiales diferentes.

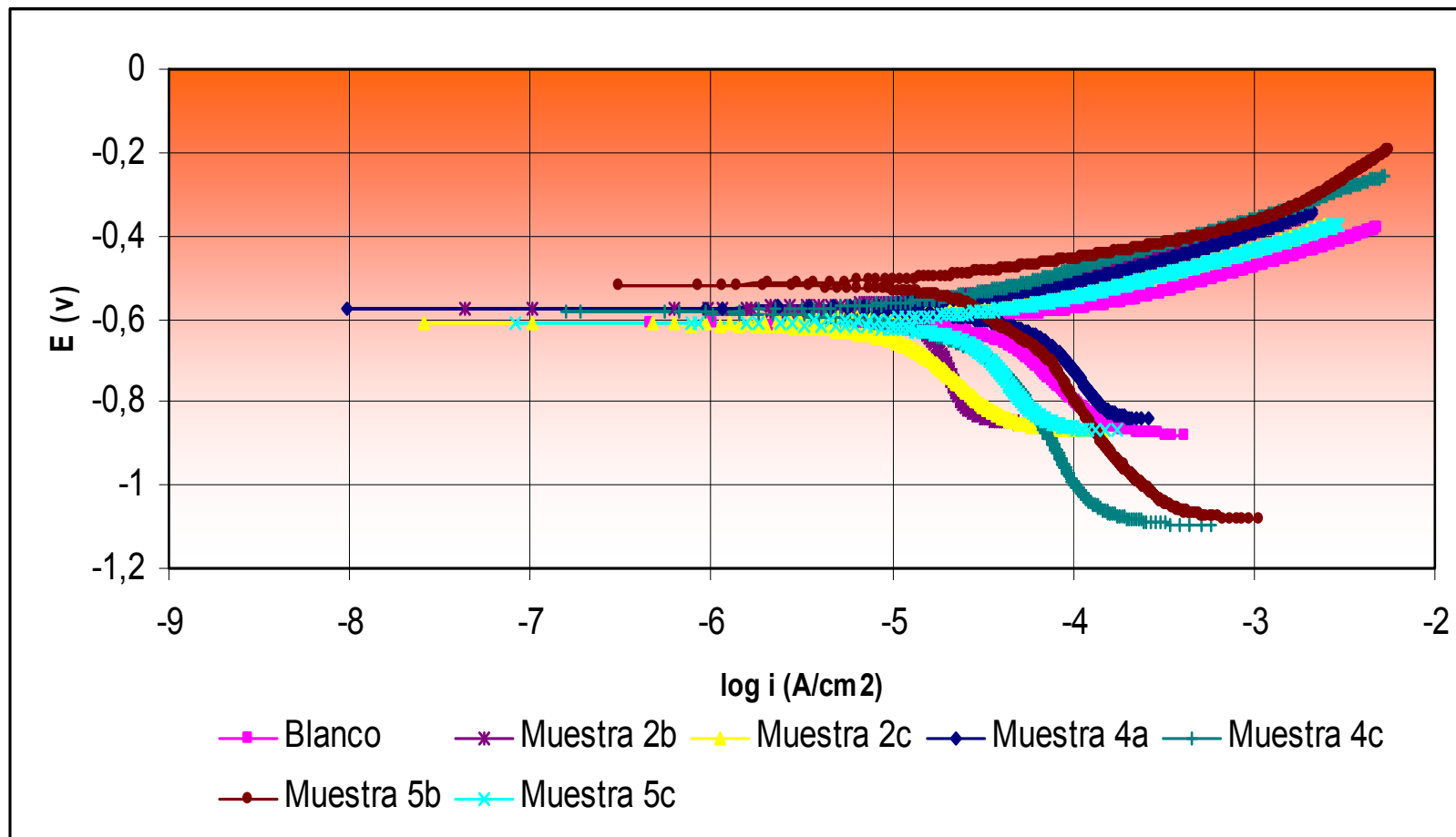


Figura 3.10. Curvas potenciodinámicas para muestras implantadas de acero AISI 4140 lijadas en papel abrasivo N°600 en posiciones longitudinales y radiales diferentes

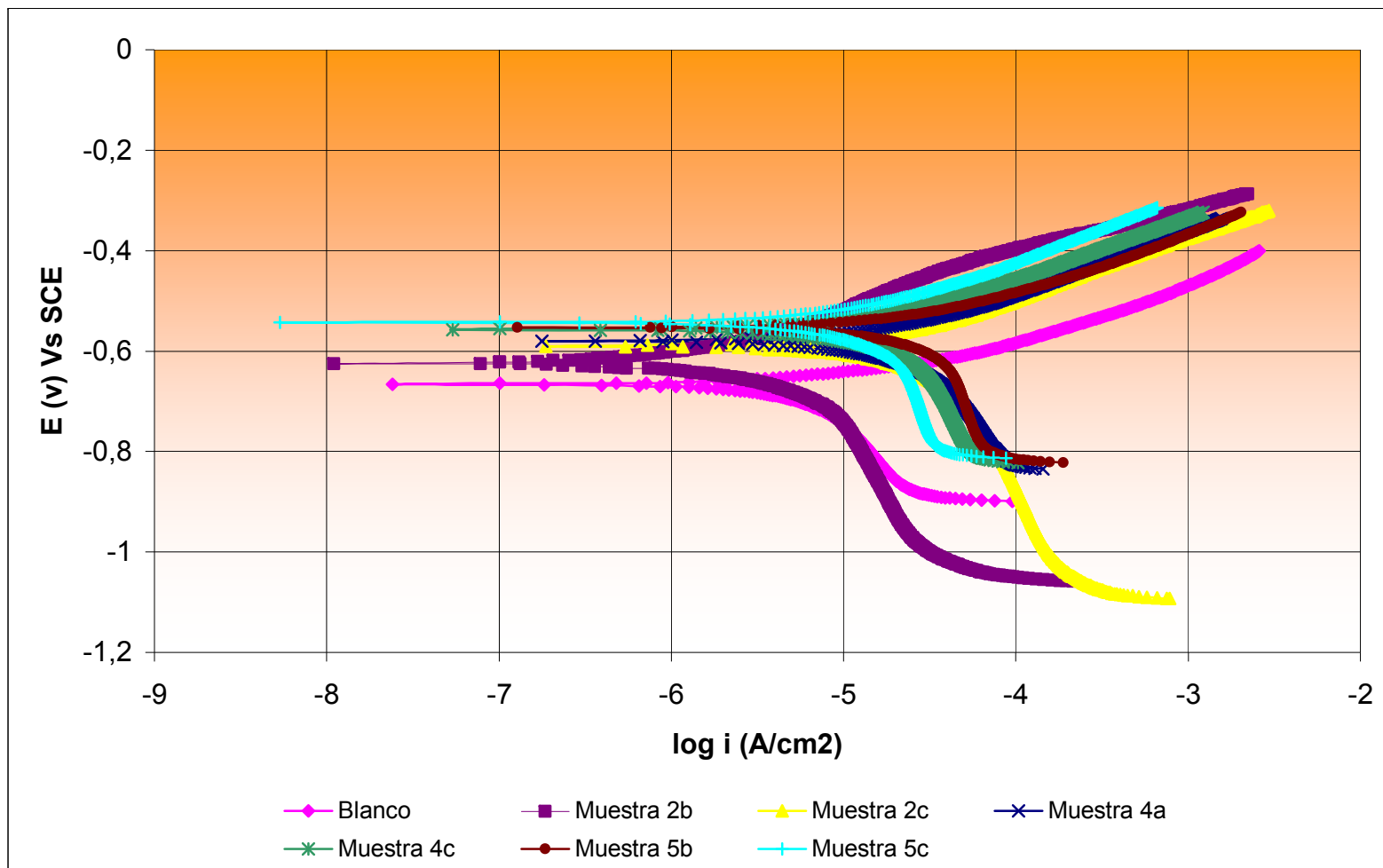
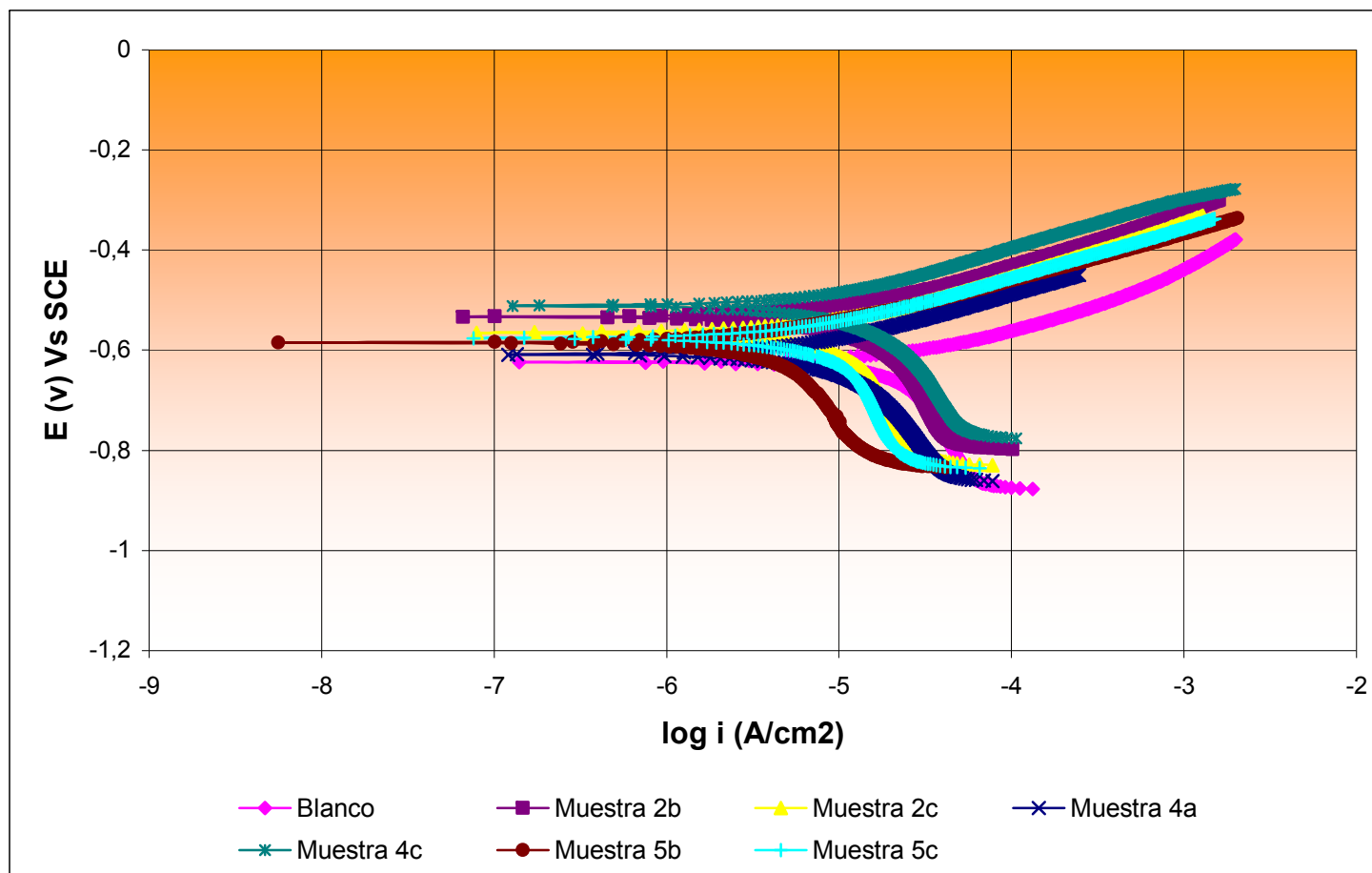


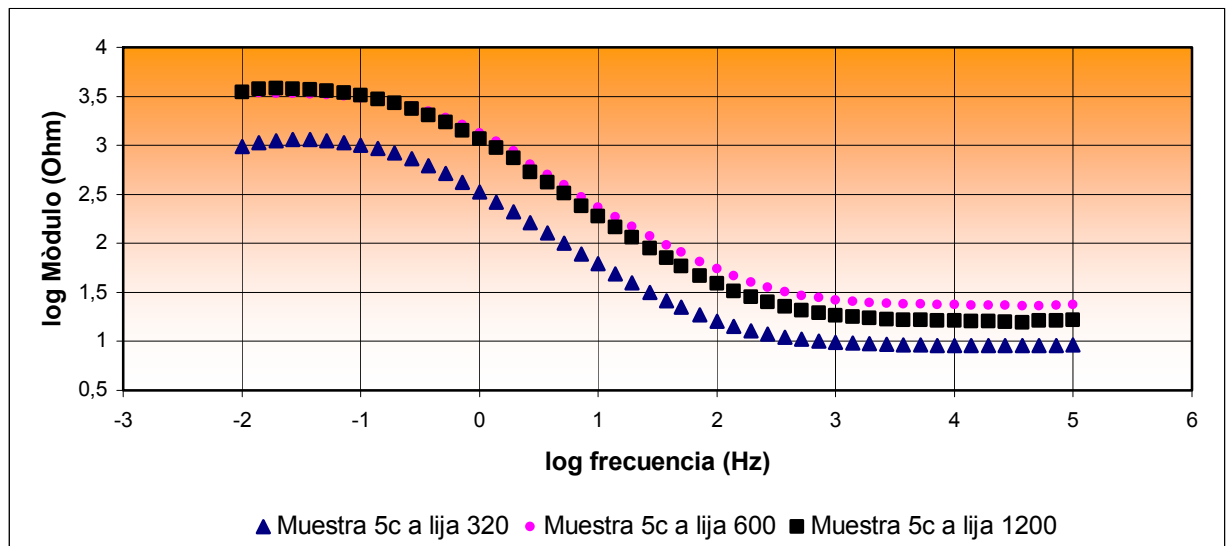
Figura 3.11. Curvas potenciodinámicas para muestras implantadas de acero AISI 4140 lijadas en papel abrasivo N°1200 en posiciones longitudinales y radiales diferentes



- **EIS**

La espectroscopia de impedancia electroquímica es una técnica de gran precisión que permite estudiar el comportamiento electroquímico de cualquier material. Simulando las condiciones reales del material en contacto con un medio corrosivo, se realizaron pruebas en un electrolito de NaCl, los cuales mostraron resultados que se observan en los diagramas de Bode y de Nyquist, en donde se muestran los datos de impedancia barridos desde una frecuencia de 100000 Hertz hasta 0,01 Hertz a una amplitud de señal de 20 milivoltios. La figura 3.12 son tres de los espectros obtenidos por EIS, estos comportamientos electroquímicos observados son característicos de los obtenidos en este trabajo. Para las otras muestras, ver anexo 2.

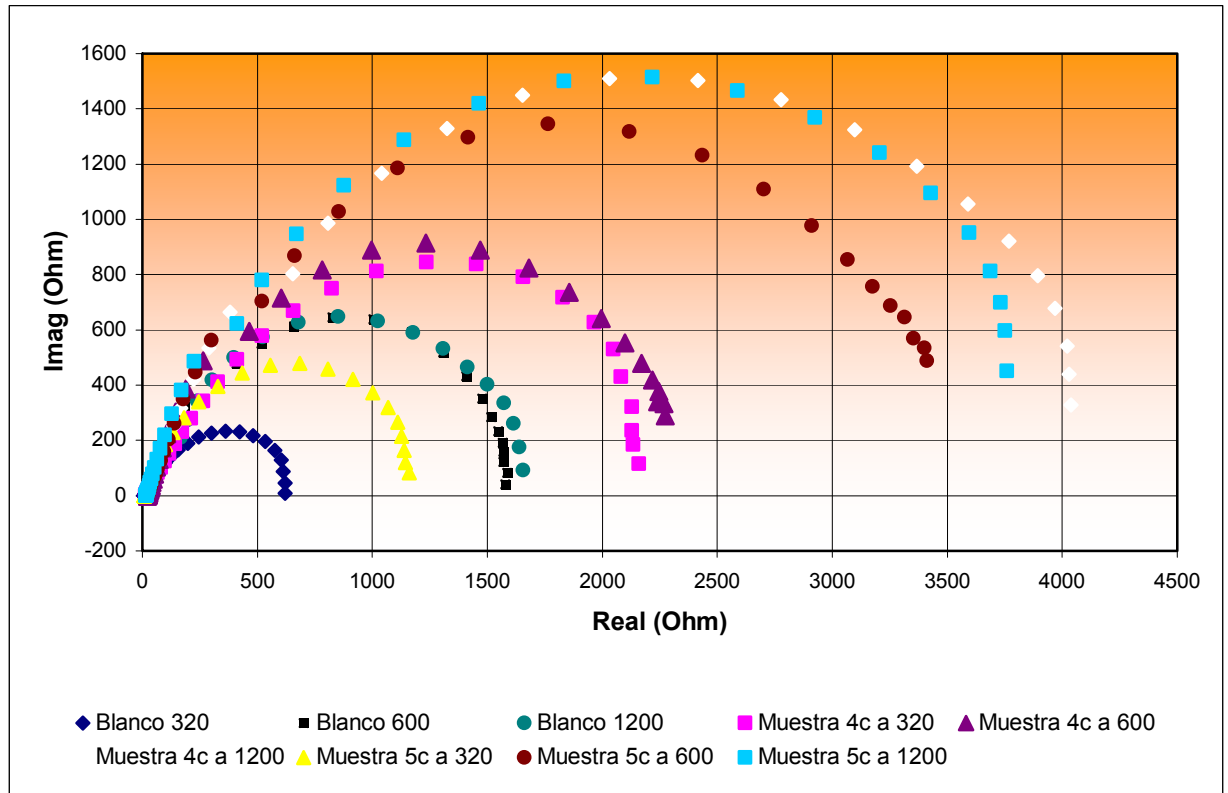
Figura 3.12. Diagrama de Bode para muestras de acero AISI 4140 implantado con nitrógeno a igual posición longitudinal y radial a diferentes rugosidades



Del diagrama de Bode se observa que la Resistencia a la polarización para la posición 5c a una rugosidad alta (lija N° 320) es menor con relación a las muestras con rugosidad intermedia y con una alta rugosidad; para las muestras implantadas a lija N° 600 y 1200 no se observa claramente una diferencia marcada, sin embargo, en el diagrama de Nyquist, figura 3.13, se logra observar con más

detalle las diferencias en los valores de resistencia a la polarización para cada una de las muestras a diferentes rugosidades.

Figura 3.13. Diagrama de Nyquist para muestras de acero AISI 4140 implantado con nitrógeno a igual posición longitudinal y radial a diferentes rugosidades



En el diagrama de Nyquist se observa que para las muestras implantadas en la posición 4c, el valor de la resistencia a la polarización (diámetro del domo) aumenta a medida que se disminuye la rugosidad, igual caso se presenta para la muestra implantada en la posición 5c. Este aumento en la resistencia a la polarización indica que el nitrógeno implantado disminuye la velocidad de corrosión, debido a que se disminuye la transferencia de masa a través de los sitios donde penetró dentro de la red.

Con la disminución de la rugosidad, el diámetro de las semicircunferencias en los diagramas de Nyquist aumentó, con base en ello se establece que se presenta un comportamiento capacitivo en la interfase solución-metal

A partir de las gráficas anteriores se calculan los valores de resistencia a la solución (R_s), capacitancia de la doble capa (C_{dl}) y Resistencia a la transferencia de carga (R_{ct}). Por medio de la ecuación (5.1) se determinan las capacitancias del circuito equivalente mostrado.

$$\begin{aligned} \omega &= 2\pi * f \left[\frac{\text{rad}}{\text{s}} \right] \\ C &= \frac{1}{\omega * Z} \text{ [F]} \end{aligned} \quad (3.1)$$

Donde:

f: Frecuencia (Hz)

ω : Frecuencia angular (Rad/s)

C: Capacitancia (μF)

Z: Resistencia a la transferencia de carga (Ω)

Del diagrama de Bode se observa que sólo hay un solo cambio de pendiente y por lo tanto una sola constante de tiempo que indica que se presenta un circuito simple tipo Randles. En la figura 3.14 se observa el modelo por circuitos equivalentes cuyos elementos resistivos y capacitivos describen el comportamiento electroquímico referido a la superficie de una capa sobre un metal.

El comportamiento de la mayoría de las muestras implantadas corresponden a este modelo, la diferencia radica en los valores de los elementos resistivos y capacitivos.

Los resultados obtenidos por la prueba EIS para cada rugosidad son reportados en tabla 3.8 hasta la tabla 3.10.

Figura 3.14. Modelo de circuitos equivalentes empleado para interpretar el comportamiento electroquímico del material implantado

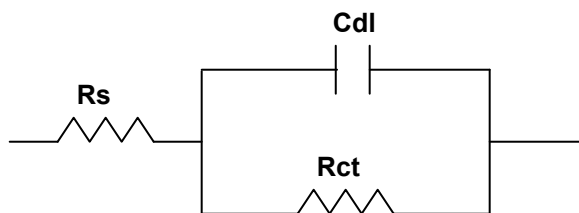


Tabla 3.8. Resultados de la prueba EIS para muestras de acero AISI 4140, lijadas en papel abrasivo N° 320

Muestras	R_s (Ω)	R_{ct} (Ω)	C (μF)
Blanco	8,974	607,271	692,284
2b	19,393	2919,517	39,906
2c	9,784	1632,716	234,208
4a	14,571	909,841	55,949
4c	15,481	2110,226	107,015
5b	27,299	912,286	668,985
5c	15,481	1138,508	333,919

Tabla 3.9. Resultados de la prueba EIS para muestras de acero AISI 4140, lijadas en papel abrasivo N° 600

Muestras	R_s (Ω)	R_{ct} (Ω)	C (μF)
Blanco	22,744	1555,525	135,142
2b	11,788	4379,715	89,881
2c	18,644	1183,910	96,550
4a	14,615	1903,623	51,139
4c	23,056	2258,066	91,694
5b	17,559	1198,782	512,222
5c	23,235	3414,133	78,247

Tabla 3.10. Resultados de la prueba EIS para muestras de acero AISI 4140, lijadas en papel abrasivo N° 1200

Muestras	Rs (Ω)	Rct (Ω)	C (μ F)
Blanco	31,552	1603,271	303,595
2b	22,105	4199,689	73,478
2c	17,471	3728,025	174,741
4 ^a	15,715	4085,047	38,029
4c	17,508	4007,791	64,583
5b	11,311	3829,313	97,411
5c	16,065	3780,993	95,026

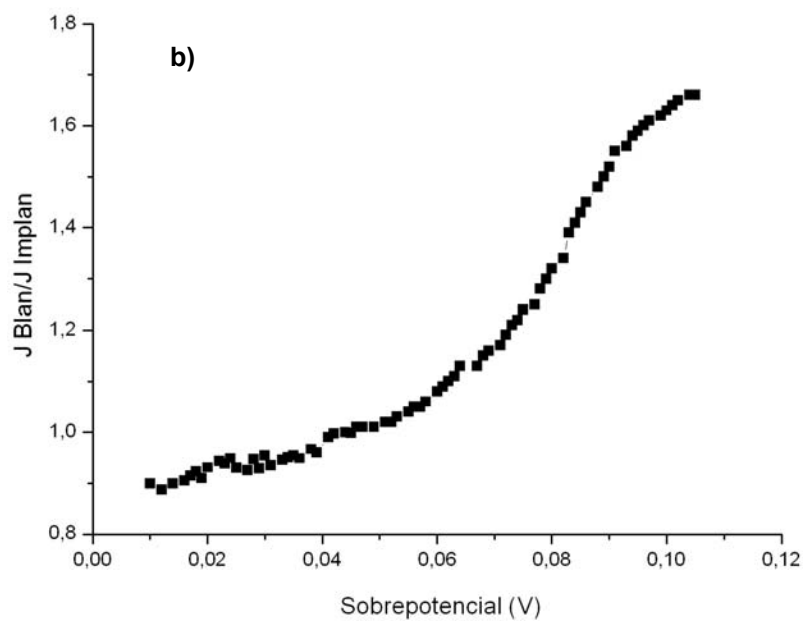
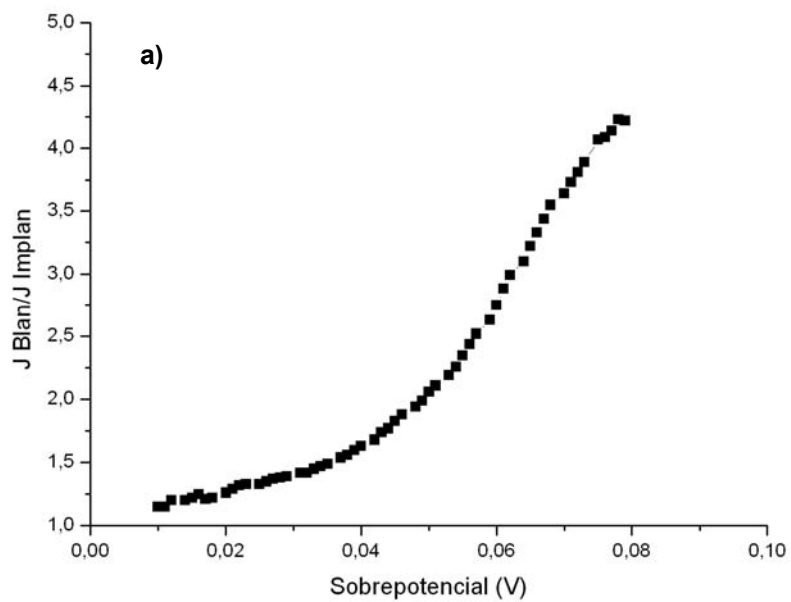
Según las tablas anteriores se observa que para las muestras lijadas en papel abrasivo N° 320, se presenta un aumento en el valor de la resistencia a la polarización, indicando que el sistema presenta un comportamiento capacitivo.

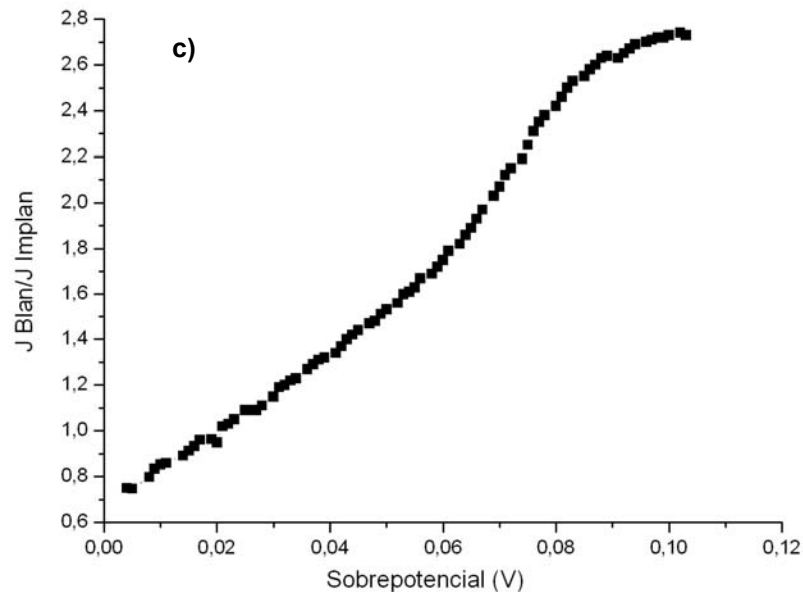
Para las muestras implantadas a lija 600, hay un incremento en el valor de resistencia a la polarización para las muestras a excepción de la muestras 2c y 5b. Finalmente para las muestras implantadas a la rugosidad más baja (lija N° 1200), se presentan valores hasta dos veces mayores en relación a la muestra blanco.

❖ **Perfiles de Implantación**

La profundidad de los iones implantados por la exploración de métodos electroquímicos se obtienen mediante la relación entre el cociente de las densidades de corriente de las muestras no implantadas e implantadas en función del sobrepotencial. En La figura 3.15, se puede observar la distribución de los iones de nitrógeno por profundidad.

Figura 3.15. Perfiles aproximados de implantación para muestras implantadas lijadas en papel abrasivo a) N°320, b) N°600 y c) N°1200





Como se puede apreciar en la gráfica 3.15, se encuentra un máximo en el comportamiento de las curvas. El máximo para muestras implantadas a lija N° 320 (curva 3.15 (a)), corresponde a un sobrepotencial de aproximadamente 80mv; este máximo equivale a una profundidad de 625,16 Ångstrom.

Para las muestras implantadas a lija N° 600 la dosis de iones de nitrógeno máxima implantada se presenta a una mayor profundidad, equivalente a 498,54 Ångstrom.

Finalmente para las muestras con un acabado superficial más fino (Lija N° 1200), la profundidad a la cual se encuentra una máxima concentración de iones de nitrógeno por unidad de área es 341,46 Ångstrom.

Adicionalmente se observa según la figura 3.15, que a menores profundidades (menores sobre-potenciales), la cantidad de iones de nitrógeno implantado es baja, aumentado progresivamente hasta llegar a alcanzar un máximo, para finalmente, a una cierta profundidad empezar a disminuir.

Los valores reportados de las aproximaciones de las profundidades de la concentración de los iones de nitrógeno son muy similares a los reportados por las

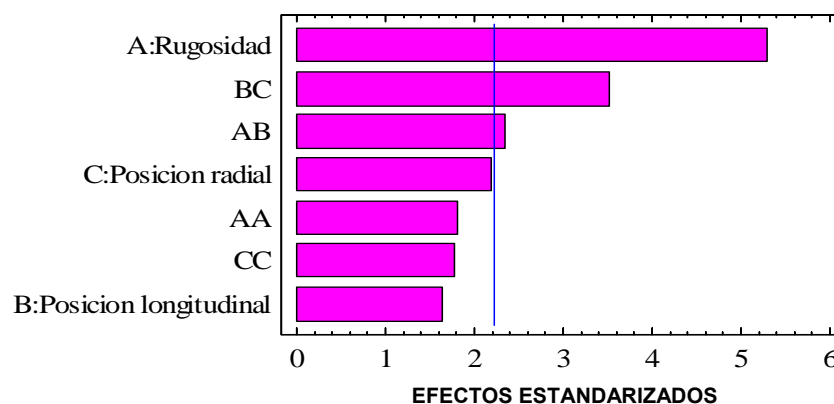
técnicas experimentales (XPS, SIMS, AES) y de simulación (TRIM Y DM), (RUEDA, 2002).

❖ ANÁLISIS ESTADÍSTICO

El análisis estadístico se presenta con el fin de evidenciar las variables de mayor influencia estudiadas en el sistema.

A continuación se presenta el diagrama de Pareto, figura 3.16. Se observa que las variables independientes analizadas durante la investigación en función de la variable respuesta (R_p). Se aprecia que la rugosidad es la variable de mayor influencia en la resistencia a la polarización; sin embargo, las interacciones entre las variables posición longitudinal-posición radial y rugosidad-posición longitudinal muestran un comportamiento estadístico relevante. La posición radial exhibe un menor efecto en la variabilidad de la resistencia a la polarización y tanto las interacciones entre las mismas variables rugosidad-rugosidad, posición radial-posición radial como la posición longitudinal, presentan una influencia mínima en la variación de R_p .

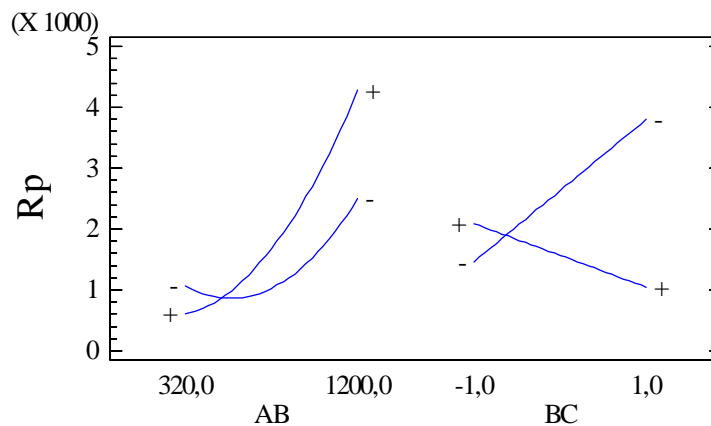
Figura 3.16. Gráfico de Pareto estandarizado para R_p



Es posible obtener una interacción entre las variables independientes en función de la variable respuesta (R_p), figura 3.17. Se nota que para la rugosidad a lija

1200, (menor rugosidad) los mayores valores de resistencia a la polarización se obtienen a una posición longitudinal superior y viceversa. Para la posición longitudinal 5 (denotada en la gráfica como B1) la mayor resistencia a la polarización se obtiene en la posición radial 2 (denotada por la curva con el signo menos).

Figura 3.17. Gráfica de interacción para Rp.



En la figura 3.18 se observa la variación de las variables independientes en función de la variable respuesta. Los valores de la resistencia a la polarización aumentan a medida que aumenta el número de la lija; es decir, a medida que disminuye la rugosidad. Para la posición longitudinal, un mayor valor de Rp se obtiene en posiciones longitudinales superiores, aunque presenta menor variación en comparación con la rugosidad, y finalmente, la posición radial presenta una influencia intermedia en la variable respuesta.

La ecuación de regresión que ha sido ajustada a los datos del modelo es:

$$Rp = 1416,5 - 3,07 \cdot R - 645,96 \cdot y - 124,07 \cdot C + 3,92 \times 10^{-3} \cdot R^2 + 1,28 \cdot R \cdot y - 0,53 \cdot R \cdot C - 850,17 \cdot y \cdot C + 747,61 \cdot C^2$$

Donde:

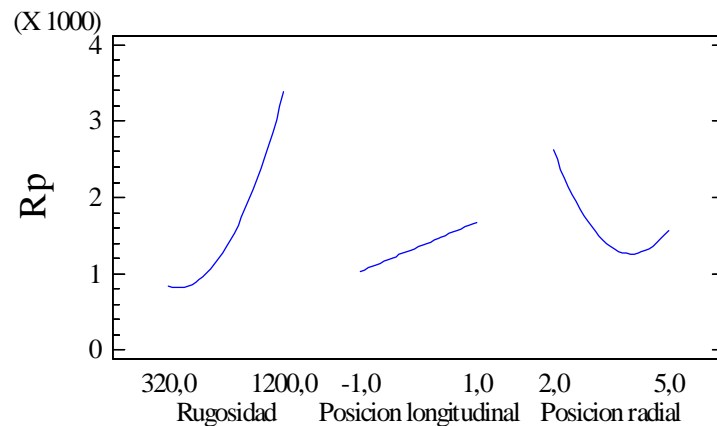
Rp: resistencia a la polarización

R: rugosidad

y: posición longitudinal

C: posición radial

Figura 3.18. Gráfica de efectos principales para Rp.



La R^2 estadística indica que el modelo tiene un ajuste del 85,7893 %, por otra parte la R^2 estadística ajustada, que es más conveniente para comparar modelos con diversos números de variables independientes, es del 75,8419 %.

El software estadístico ofrece la respuesta óptima del sistema la cual maximiza el valor de Rp en función de las variables independientes. Las condiciones más adecuadas obtenidas en el diseño experimental propuesto en la presente investigación se presentan en la tabla 3.11.

Tabla 3.11. Niveles de las variables independientes que optimizan el sistema

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Rugosidad	320	1200	1200
Posición longitudinal	Inferior	Superior	superior
Posición radial	Cara 2	Cara 5	Cara 2

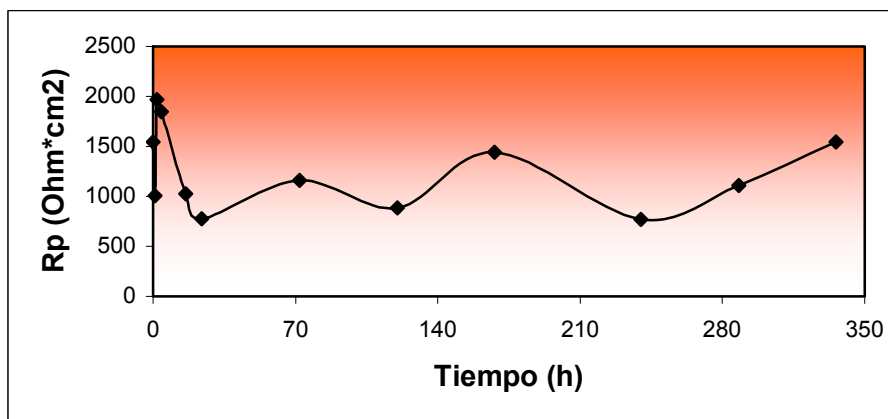
En el anexo 3 se muestran las figuras de probabilidad normal para Rp y la de superficie de respuesta estimada.

3.2.1.3. ETAPA III

La degradación de las muestras se realizó para evaluar la estabilidad electroquímica del material implantado. En la figura 3.19 se observa la variación de la resistencia a la polarización con el tiempo de exposición de la muestra, los resultados son reportados en la tabla 3.12.

La tendencia al aumento de la resistencia a la polarización en los tiempos iniciales de exposición, podría ser atribuida a la formación de una capa protectora en la superficie del material; sin embargo, con el transcurso del tiempo dicha capa empieza a disolverse, razón por la cual ésta puede ser considerada de baja estabilidad electroquímica.

Figura 3.19. Resistencia a la polarización para un acero AISI 4140 implantado con iones de nitrógeno en NaCl en función del tiempo de exposición



La fluctuación en el valor de Rp en tiempos intermedios del ensayo se atribuye a la aparición y desaparición de una capa semiestable y de baja adherencia en la superficie de la muestra. Finalmente, a tiempos de exposiciones mayores de 240 horas, tiende a formarse una nueva capa que presenta mayor estabilidad electroquímica que la anterior.

Los datos de los valores de la resistencia a la polarización por las técnicas electroquímicas de EIS y LPR (tabla 3.12) presentan una diferencia significativa; debido a que la prueba de R_p no ofrece resultados confiables cuando es realizada a muestras con recubrimientos; sin embargo, el comportamiento del material sumergido en el electrolito es el mismo.

Como se observa en la figura 3.20, el valor de la resistencia a la polarización para la técnica de EIS desde el inicio de la exposición del material en el electrolito empieza a disminuir; para un tiempo de 72 horas, dicho valor aumenta hasta llegar a una caída significativa; sin embargo, para el tiempo final de 336 horas el valor de la resistencia a la polarización aumenta, como se muestra en la tabla 3.12.

Figura 3.20. Diagrama de Bode para un acero AISI 4140 implantado con iones de nitrógeno en NaCl en función del tiempo de exposición.

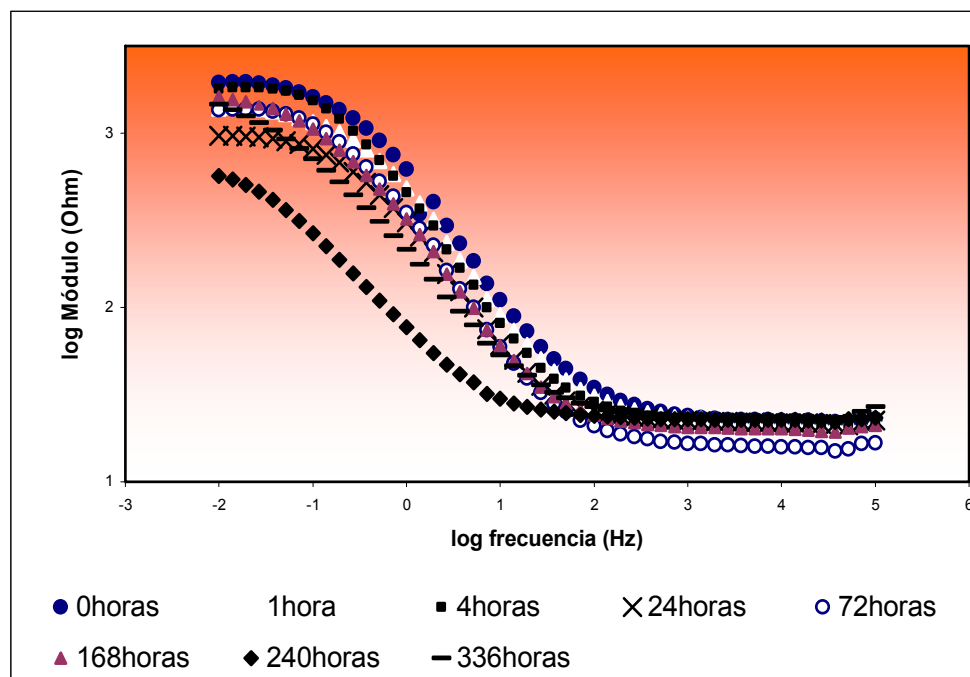


Tabla 3.12. Valores de resistencia a la polarización en función del tiempo de degradación.

TIEMPO DE EXPOSICION	Rp por LPR	Rp por EIS
0	1547,6	1938,93
1	1005,7	1382,69
2	1970,8	2326,88
4	1846,4	1811,62
16	1025	1326,92
24	774,35	944,45
72	1157,9	1354,56
120	887,42	1023,37
168	1439,7	1595,01
240	772,29	545,75
288	1111,6	1163,11
336	1542,1	1427,27

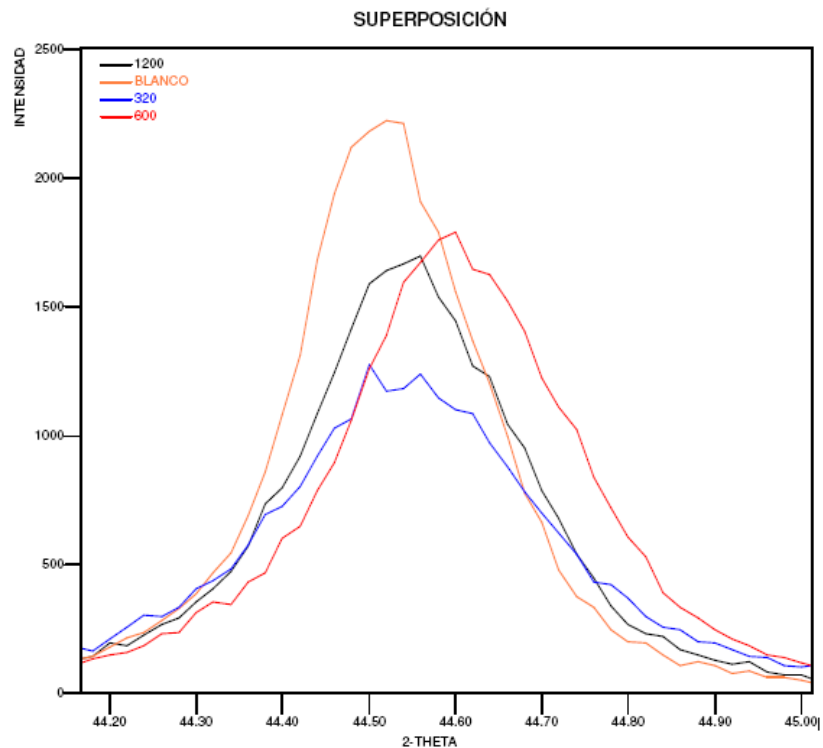
En el anexo 4 se muestra la curva de Tafel a un tiempo de 336 horas, los diagramas de bode (log fase Vs log frecuencia) y los diagramas de Nyquist para el material.

3.2.2. CARACTERIZACIÓN QUÍMICA

La sensibilidad de la técnica de DRX no fue suficiente para determinar la formación de algún compuesto presente en el material implantado, debido a que el nitrógeno o posiblemente algún nitruro que se haya formado se encuentra en muy

poca proporción, en forma amorfa o apantallado. Sin embargo, al observar la figura 3.21, se evidencia el efecto producido en el material blanco una vez realizado el proceso de implantación, dicho efecto se representa como una variación tanto en la intensidad como en las posiciones de 2 teta.

Figura 3.21. Superposición de los espectros obtenidos por la técnica de DRX para cada muestra implantada.



3.3. EFECTO DE LAS DOSIS DE IONES IMPLANTADOS EN FUNCIÓN DE LA POSICIÓN

En el proceso de implantación se hace necesario conocer el área total expuesta para determinar la dosis de implantación. Para el cálculo de esta área se le designa al área la letra A , luego se tiene que A_1 es el área del hexágono, A_2 y A_3 el área de la tapa y A_4 y A_5 el área de la base. Ahora se procede a determinar el

valor del área correspondiente a cada sección según las aproximaciones geométricas mostradas en la figura 3.22.

- **Dimensiones del cátodo:**

Ancho de cada cara: 2,95cm

Alto de cada cara: 9,21cm

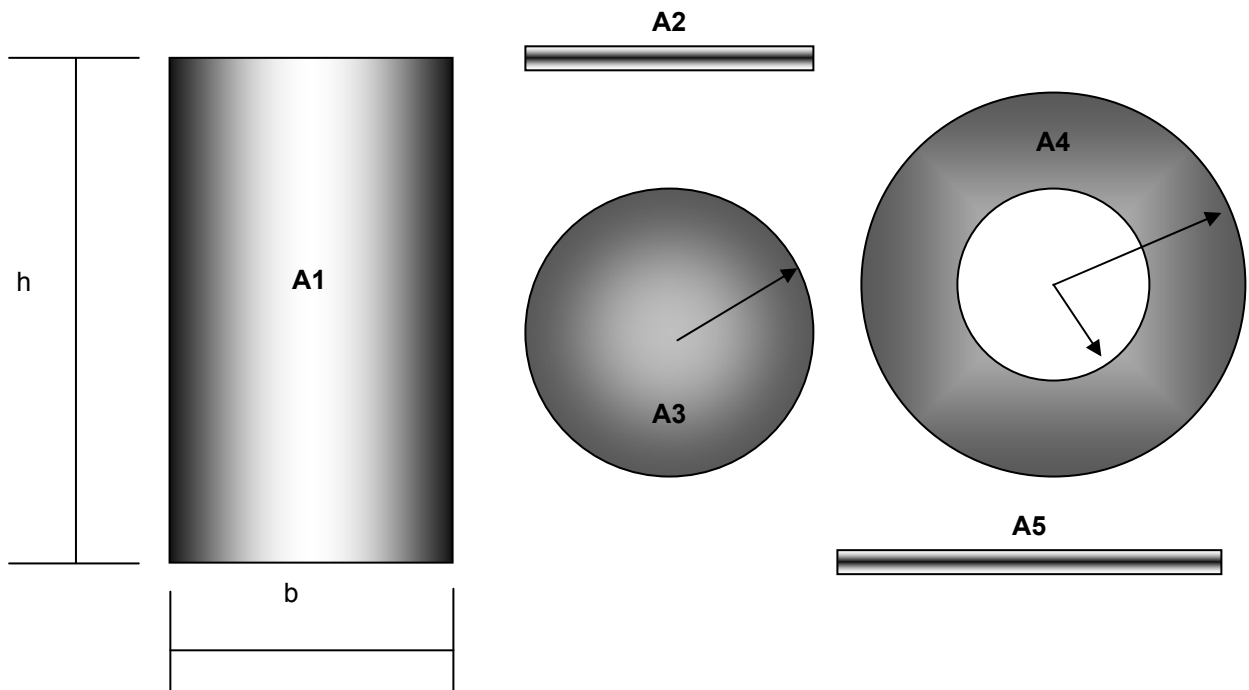
Diámetro de la tapa: 4,89cm

Espesor de la tapa: 0,77cm

Diámetro de la base: 8,77cm

Espesor de la base: 0,25cm

Figura 3.22. Área para cada sección de todo el conjunto, portamuestras y muestras.



$$A_c = \pi r^2, A_r = b \cdot h, P_c = 2\pi r$$

Para el cálculo de A_1 es necesario el factor multiplicativo 6 por el número de caras del hexágono.

$$A_1 = 6 * (h * b) = 163.017 \text{ cm}^2$$

$$A_2: 11, 83 \text{ cm}^2$$

$$A_3: 18, 78 \text{ cm}^2$$

$$A_4: 41, 63 \text{ cm}^2$$

$$A_5: 6,88 \text{ cm}^2$$

$$A_T = A_1 + A_2 + A_3 + A_4 + A_5 = 242,14 \text{ cm}^2$$

Para determinar la dosis implantada en las muestras implantadas, se debe primero hallar el valor de la corriente iónica, y utilizar el valor del coeficiente de emisión secundaria ion-electrón (γ) reportado en la literatura para la energía suministrada durante la implantación de iones en un cátodo de acero inoxidable 304.

Para hallar el valor de la dosis implantada durante la descarga pulsada de 20kV se tiene $\gamma = 3.0$; la corriente iónica se determina por:

$$I_T = I_e + I_i \quad (3.2)$$

Donde I_T es el valor de la corriente total, I_e la corriente electrónica e I_i la corriente iónica. Si se tiene que $I_e = \gamma I_i$ y reemplazándolo en la ecuación (3.2) se llega a:

$$I_T = \gamma I_i + I_i = (\gamma + 1) I_i \quad (3.3)$$

Despejando el valor de I_i de la ecuación (3.3), se tiene que:

$$I_i = I_T / (\gamma + 1) \quad (3.4)$$

Si se conoce que $J_i = I_i / A_T$ es la densidad de corriente iónica y $\Phi = J_i / e^-$ el flujo de corriente de iones, donde e^- es la carga del electrón, es posible calcular estos valores.

El siguiente paso es calcular la dosis implantada en la superficie de toda el área del conjunto muestras y portamuestras expuesto a implantación mediante la formula:

$$D=2\Phi fdt \quad (3.5)$$

Donde D es la dosis de iones implantados, Φ el flujo de corriente de iones (iones/cm²s), f la frecuencia de repetición del pulso (Hz), d la duración del pulso (s), t el tiempo de implantación (s) y el dos se debe a que las moléculas del gas de nitrógeno son diatómicas.

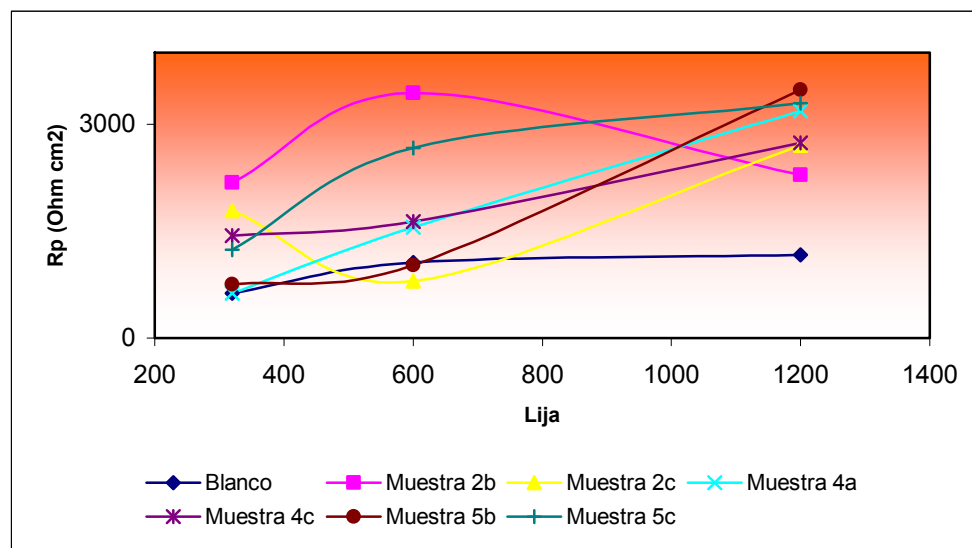
Reemplazando los valores correspondientes de I_T obtenidos en el proceso de implantación y γ en la ecuación (3.2) para la descarga de 20kV, se obtiene su valor de corriente iónica: En la tabla 3.13 se muestran los valores correspondientes para cada grupo de muestras implantadas.

Tabla 3.13. Valores para calcular las dosis de iones implantados.

RUGOSIDAD	320	600	1200
CORRIENTE TOTAL (A)	0,28	0,32	0,317
CORRIENTE IÓNICA (A)	0,155	0,177	0,176
DENSIDAD DE CORRIENTE IÓNICA (A/cm²)	$6,40 \times 10^{-4}$	$7,31 \times 10^{-4}$	$7,27 \times 10^{-4}$
FLUJO DE CORRIENTE DE IONES (iones/cm²s)	4×10^{15}	$4,57 \times 10^{15}$	$4,54 \times 10^{15}$
DOSIS DE IONES IMPLANTADOS (iones/cm²s)	$3,46 \times 10^{17}$	$3,96 \times 10^{17}$	$3,92 \times 10^{17}$

La variación de la dosis de nitrógeno implantada (Capa Nitrurada) en toda la región del espacio de la muestra, se analiza mediante el comportamiento que presentan las muestras respecto a los valores de resistencia a la polarización (R_p). En la figura 3.23 se observa la variación de la Resistencia a la Polarización en función de la rugosidad a diferentes posiciones longitudinales y radiales.

Figura 3.23. Variación de la resistencia a la polarización en función del acabado superficial.



Según los resultados de la tabla 3.13, se podría establecer que se presenta un efecto mínimo de variación respecto a la dosis de los iones implantados para diferentes posiciones longitudinales y radiales; es decir, para todas las muestras implantadas a diferentes posiciones y a diferentes rugosidades se obtuvieron dosis de nitrógeno aproximadamente iguales. Sin embargo, según la gráfica 3.23 y las tablas 3.5, 3.6 y 3.7; se observan variaciones en los valores de la velocidad de corrosión para las posiciones longitudinales y radiales a rugosidades mayores, estas variaciones podrían ser atribuidas como se explicó anteriormente a la presencia de una capa de óxido que disminuye la velocidad de corrosión. Cabe resaltar que la profundidad de los iones implantados tiene un gran efecto en la

respuesta electroquímica del material; es decir para un acabado superficial fino los iones de nitrógeno penetran con mayor facilidad creando valores de resistencia a la polarización, o en su defecto, valores de velocidad de corrosión aproximadamente iguales entre si. Este comportamiento de homogeneidad se observa en los resultados obtenidos por las técnicas electroquímicas en las muestras desbastadas superficialmente en papel abrasivo N° 1200, donde las velocidades de corrosión se encuentran dentro de un mismo orden.

De acuerdo a lo anterior se puede verificar que los equipos que presentan un sistema de abastecimiento eléctrico de descarga pulsadas rectangulares de corriente continua producen un flujo de iones aproximadamente monoenergéticos, los cuales garantizan la homogeneidad en la superficie sin importar la geometría, (DULCÉ, 2002)

4. CONCLUSIONES

- La implantación iónica tridimensional (3DII) en descargas a baja presión y alto voltaje modifica superficialmente el acero AISI 4140, y como consecuencia, altera su comportamiento electroquímico.
- La implantación iónica genera cambios en la topografía del material, al producirse un alisamiento en la superficie por efecto del decapado que ocurre en el proceso debido al sputtering que causa una pérdida de material.
- Las técnicas electroquímicas de EIS, LPR y Tafel, utilizadas para evaluar la resistencia a la corrosión de un material implantado producen buenos resultados. Las mediciones electroquímicas indican que la implantación iónica del acero AISI 4140, bajo las condiciones de proceso utilizadas, presentan una menor velocidad de corrosión en comparación con las muestras no implantadas.
- La rugosidad superficial tiene un efecto significativo en la implantación iónica con nitrógeno. Por lo tanto se establece que un acabado superficial áspero es desfavorable para el proceso de la implantación iónica, al contrario con lo que ocurre con un lijado superficial fino, el cual beneficia la implantación de los iones de nitrógeno en la red cristalina del material a implantar.

- Los resultados de las pruebas electroquímicas indican que la velocidad de corrosión disminuye considerablemente a medida que la rugosidad superficial en el material implantado disminuye. Para las muestras implantadas a una alta rugosidad (lija N° 320), la velocidad de corrosión disminuyó un 50% en comparación con la muestra no implantada; para una rugosidad intermedia (lija N° 600), las velocidades de corrosión para las muestras implantadas son una tercera parte de la no implantada y finalmente para una baja rugosidad (lija N° 1200), las velocidades de corrosión de las muestras implantadas son cuatro veces menores en relación a la no implantada.
- Según el análisis estadístico la variable independiente de mayor influencia en la resistencia a la polarización es la rugosidad; sin embargo, las interacciones entre las variables posición longitudinal-posición radial y rugosidad-posición longitudinal muestran un comportamiento estadístico relevante. La posición radial exhibe un menor efecto en la variabilidad de la resistencia a la polarización.
- Las dosis de iones implantados en la superficie del material depende de la geometría expuesta en el proceso de implantación y de la corriente total.
- Mediante técnicas electroquímicas se pueden obtener los perfiles de implantación con resultados similares a los obtenidos por otras técnicas. La implantación iónica tridimensional (3DII) en descargas a baja presión y alto voltaje produce perfiles de implantación iónica (profundidad vs iones implantados) con altas dosis de iones implantados en comparación con otras técnicas de implantación.

- Debido a que la cantidad de Nitrógeno es muy baja, la sensibilidad de la técnica de Difracción por Rayos X no es suficiente para determinar la presencia o formación de compuestos o fases en el material implantado.

RECOMENDACIONES

- ❖ Realizar una limpieza superficial de la muestra con gas Argón en la misma cámara de vacío antes de la implantación iónica para obtener una mejor calidad en el proceso de implantación y evitar errores por contaminación.
- ❖ Para un estudio posterior se recomienda evaluar el comportamiento tribológico del material antes y después de implantar.
- ❖ Efectuar pruebas de microdureza en el material después de implantado para corroborar un aumento de esta propiedad y ubicar zonas de mayor o menor microdureza según la concentración de iones de nitrógeno a una profundidad de nanómetros de la superficie.
- ❖ Estimar el grado de impurezas presente en las muestras.
- ❖ Trabajar con parámetros óptimos de implantación iónica; es decir, con la energía y el tiempo de exposición óptimos.

BIBLIOGRAFIA

- BAUTISTA, C. O. Estudio de una Descarga de Alto Voltaje a Bajas Presiones. Tesis de Pregrado, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2003.
- BOLIVAR, A. Nitruración iónica. Tesis de Magíster. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 1980.
- CAMELO L. Y MEZA M. Preparación metalográfica de probetas de acero 4340 y análisis de la correlación entre la rugosidad de la superficie y los espectros de impedancias, tesis de pregrado en física, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 1997.
- DULCE Moreno, H. Jaime. Implantación Iónica Tridimensional mediante descargas de alto voltaje a bajas presiones del dispositivo Júpiter. Tesis Doctoral, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2002.
- JONES, Denny A. Principles and Preventions of Corrosion. Prentice Hall: USA, 1996.
- MARTÍNEZ, L. y PÉREZ F. The effect of nitrogen ion implantation on the corrosion behaviour of stainless steels in chloride media. En: surface y coating technology 200, 2005
- 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.

- 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 Magíster, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 1996.
- 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.
- SARMIENTO K., HELMUTH E. Evaluación de la Corrosión del Sistema: Acero al Carbono- Oxígeno- Agua y Cloruro de Sodio mediante el uso del Electrodo de Cilindro Rotatorio. Tesis de Pregrado; Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2003.
- SILVA, M. Estudio de la implantación iónica Tridimensional (3D II) en descargas a baja presión pulsadas como protección de aceros a la permeación de hidrógeno. Tesis de Magíster. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2004.
- 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.
- UHLIG, H., Corrosión y control de la corrosión. Bilbao: Urmo, 1979.
- <http://sisbib.unmsm.edu.pe>
- http://www.usmp.edu.pe/ffia/industrial/separata/DisenoIndustrial/Dis_Industr_2007-1/PDFs/Acabado-Temalll.pdf

ANEXO 1. EQUIPOS

Figura A1.1. Rugosímetro.



Figura A1.2. Equipo de DRX



Figura A1.3. Sistema de pulido en paños



ANEXO 2. CURVAS EIS PARA ETAPA II

Figura A2.1. Diagrama de Bode para la muestra 2c, lija N° 320

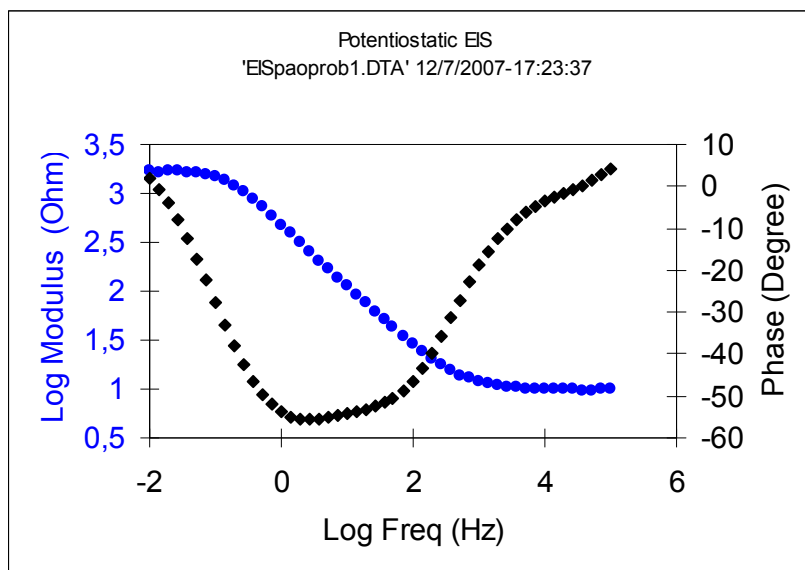


Figura A2.2. Diagrama Nyquist para la muestra 2c lija N° 320

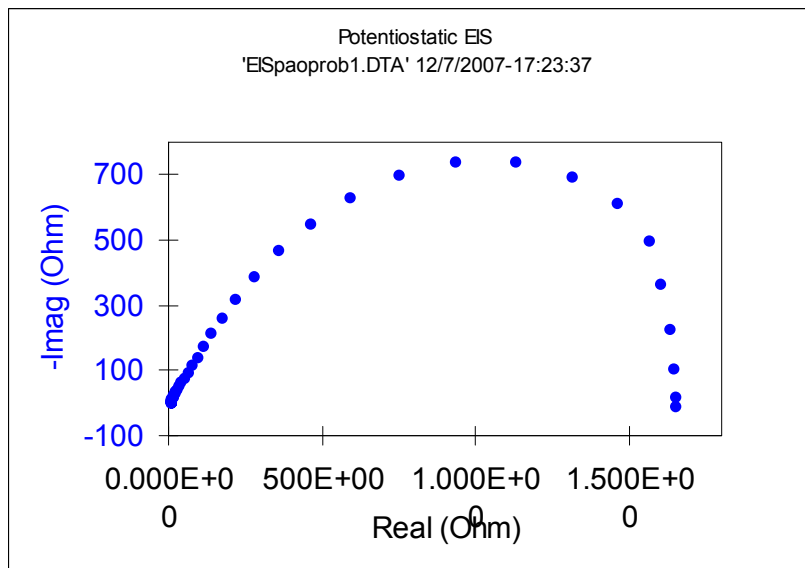


Figura A2.3. Diagrama de Bode para la muestra 5c lija N° 320

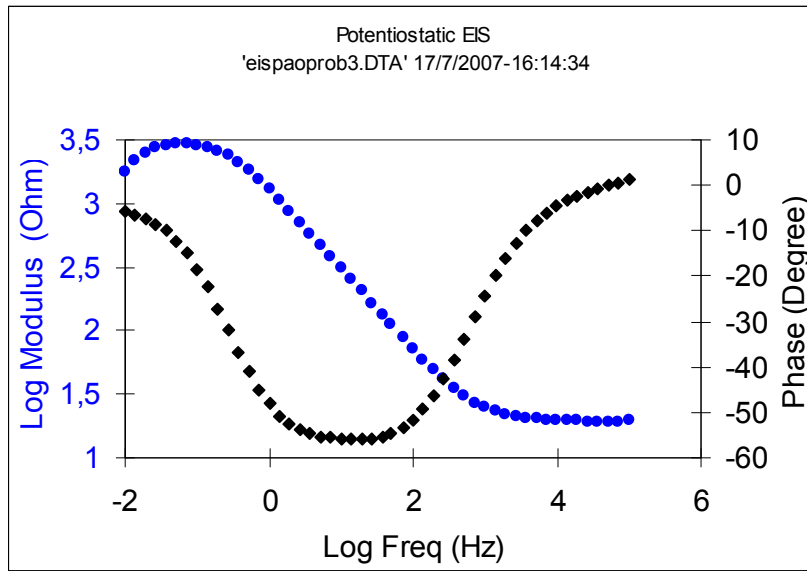


Figura A2.4. Diagrama Nyquist para la muestra 5c lija N° 320

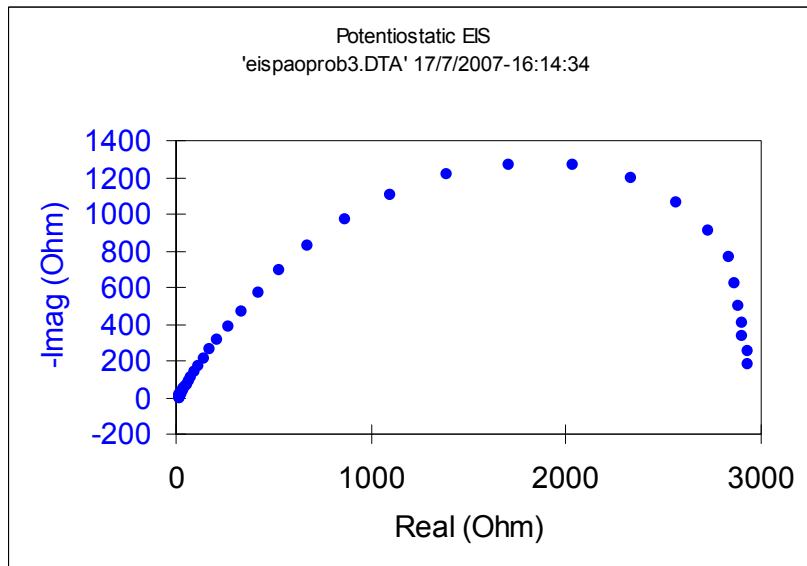


Figura A2.5. Diagrama de Bode para la muestra 5b lija N° 320

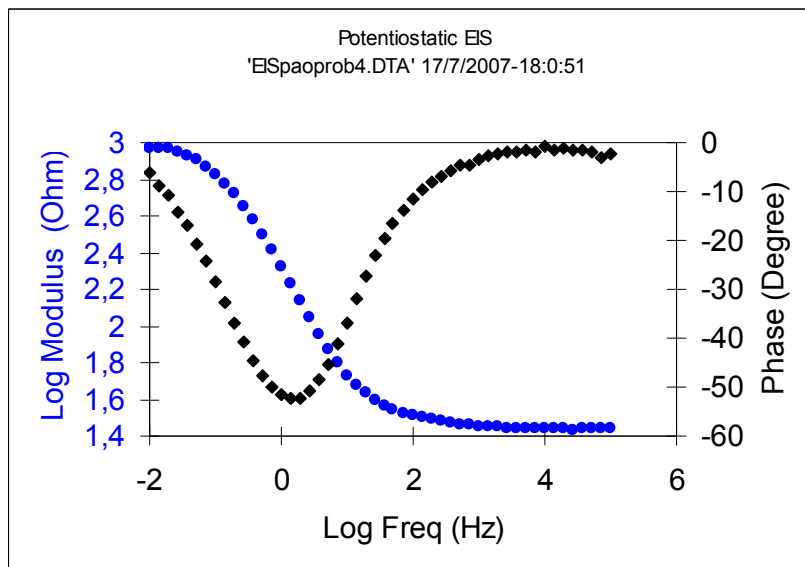


Figura A2.6. Diagrama Nyquist para la muestra 5b lija N° 320

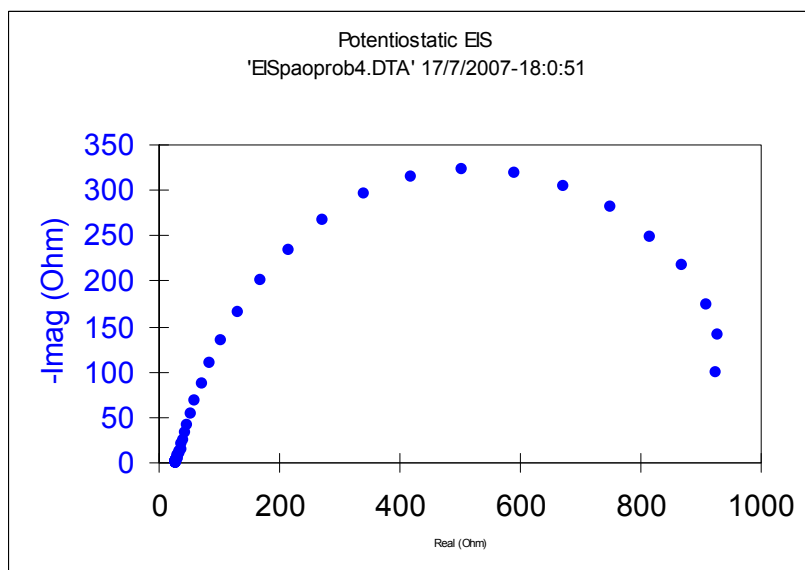


Figura A2.7. Diagrama de Bode para la muestra 2c, lija N° 600

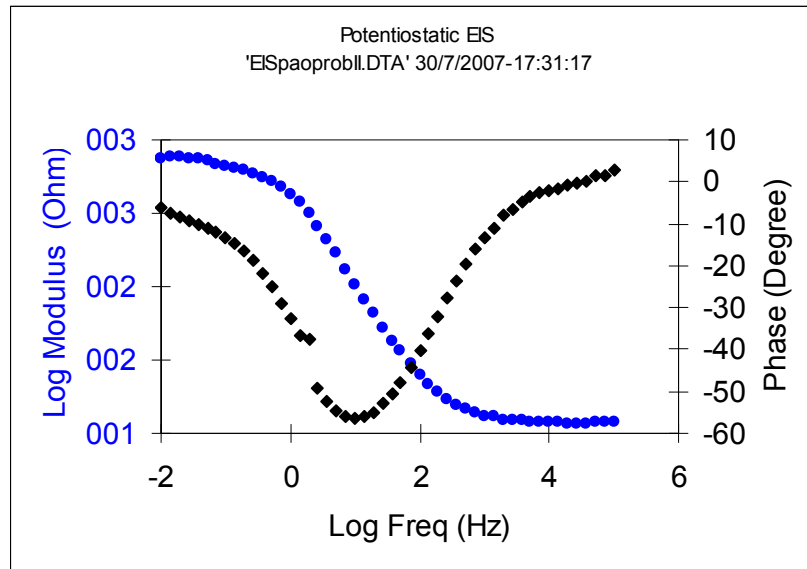


Figura A2.8. Diagrama Nyquist para la muestra 2c lija N° 600

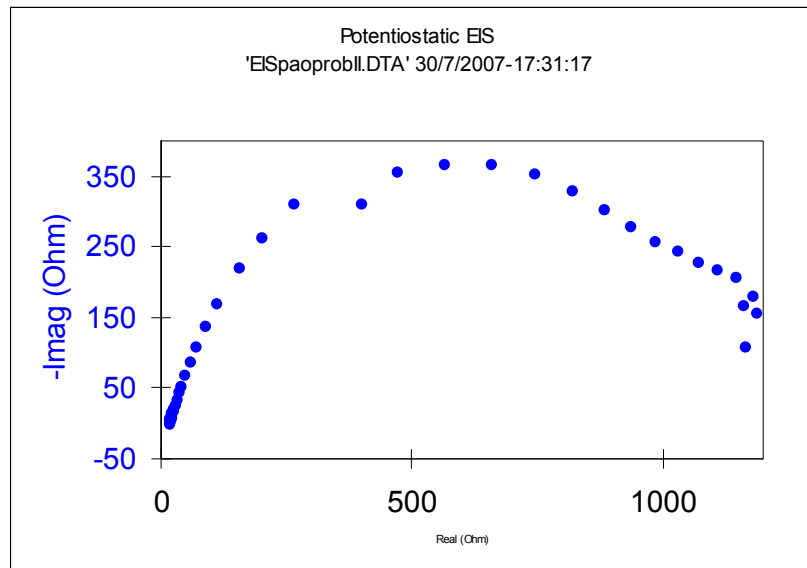


Figura A2.9. Diagrama de Bode para la muestra 2b, lija N° 600

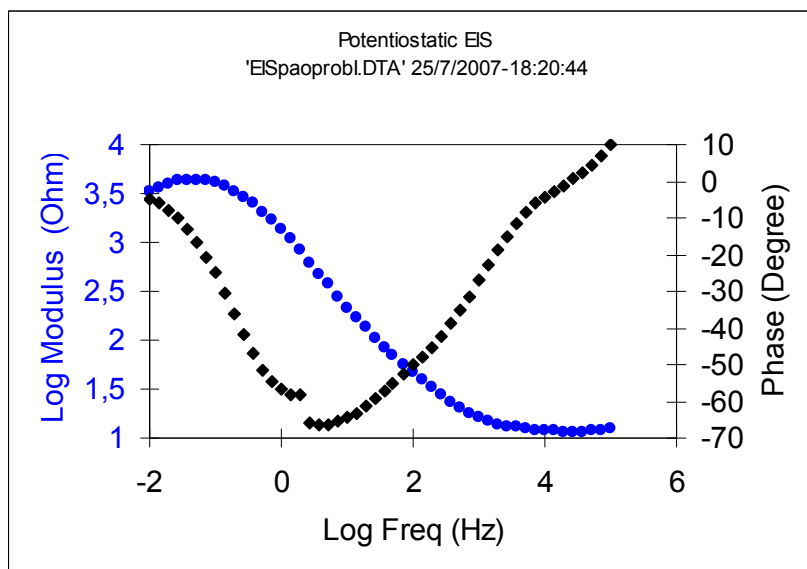


Figura A2.10. Diagrama Nyquist para la muestra 2b lija N° 600

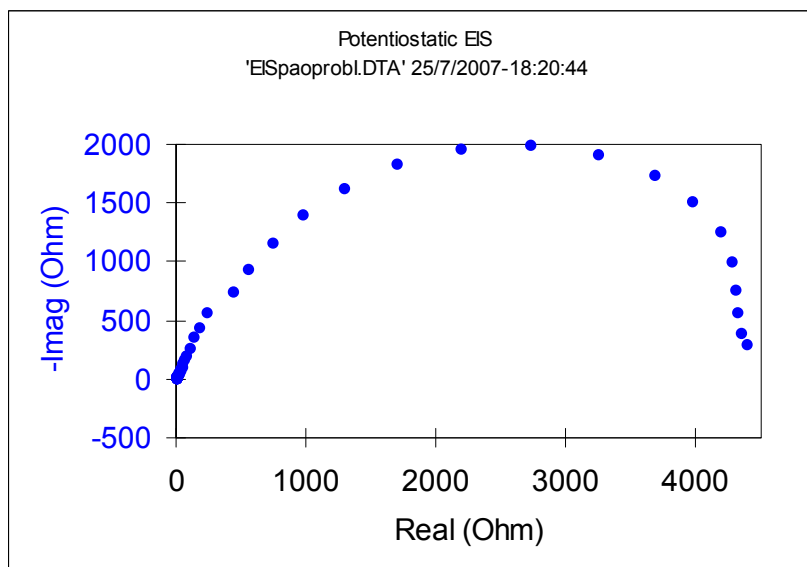


Figura A2.11. Diagrama de Bode para la muestra 5b, lija N° 600

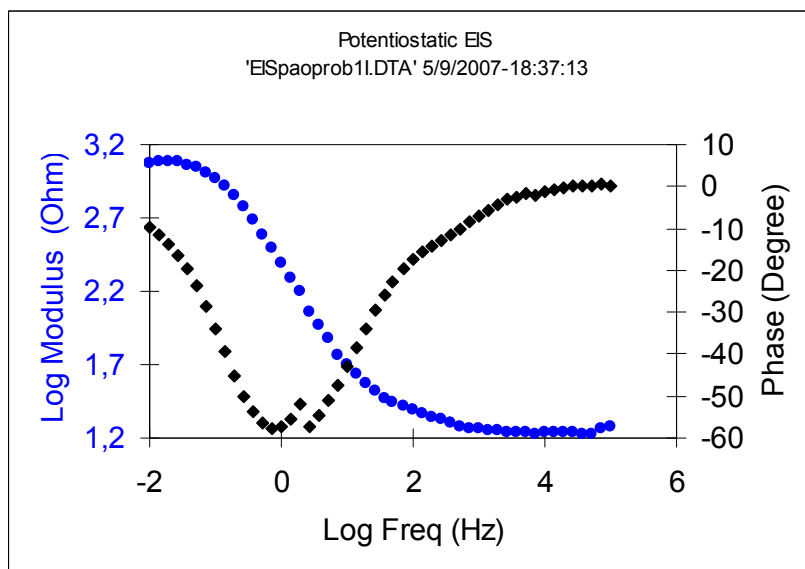


Figura A2.12. Diagrama Nyquist para la muestra 5b lija N° 600

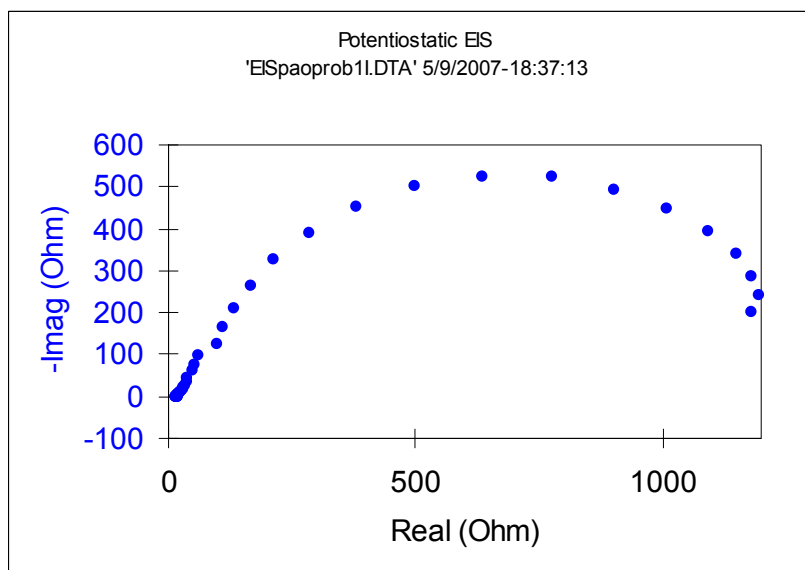


Figura A2.13. Diagrama de Bode para la muestra 2c, lija N° 1200

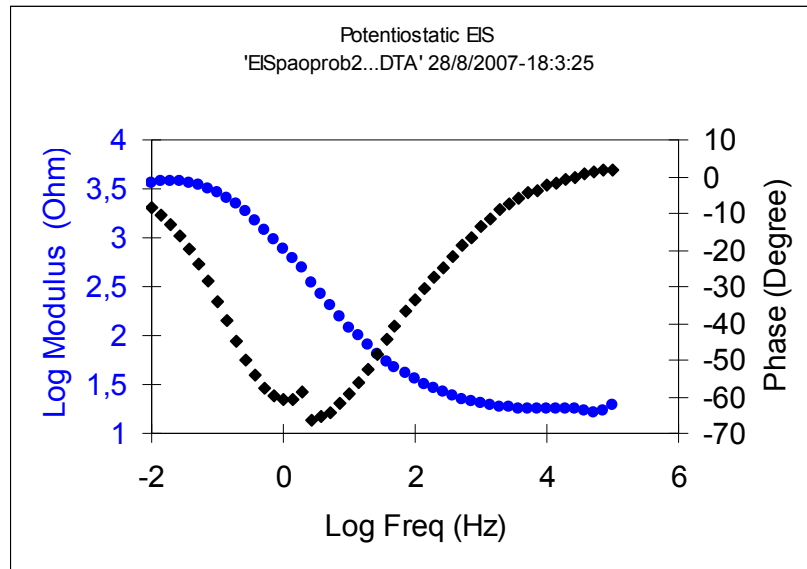


Figura A2.14. Diagrama Nyquist para la muestra 2c lija N° 1200

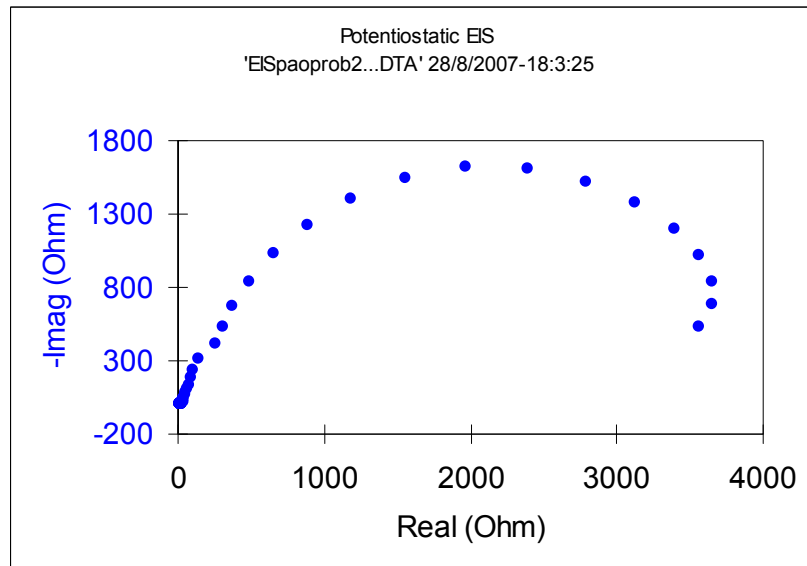


Figura A2.15. Diagrama de Bode para la muestra 2b, lija N° 1200

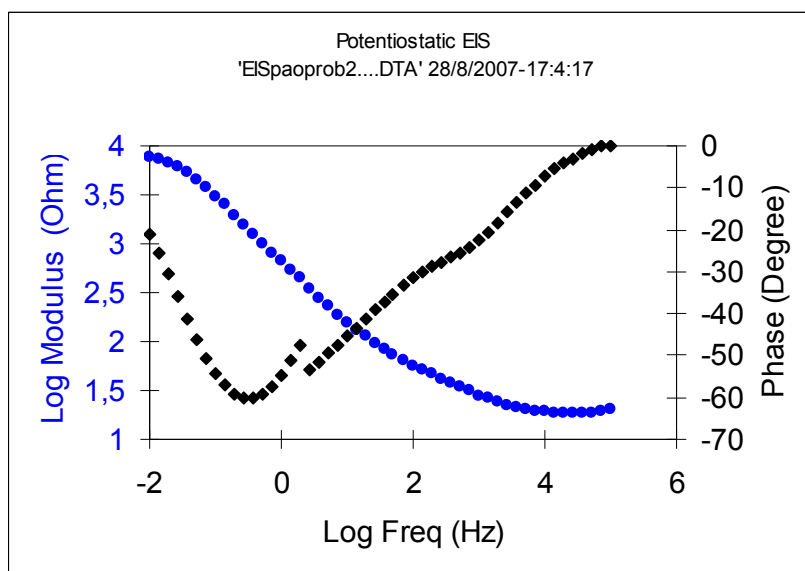


Figura A2.16. Diagrama Nyquist para la muestra 2b lija N° 1200

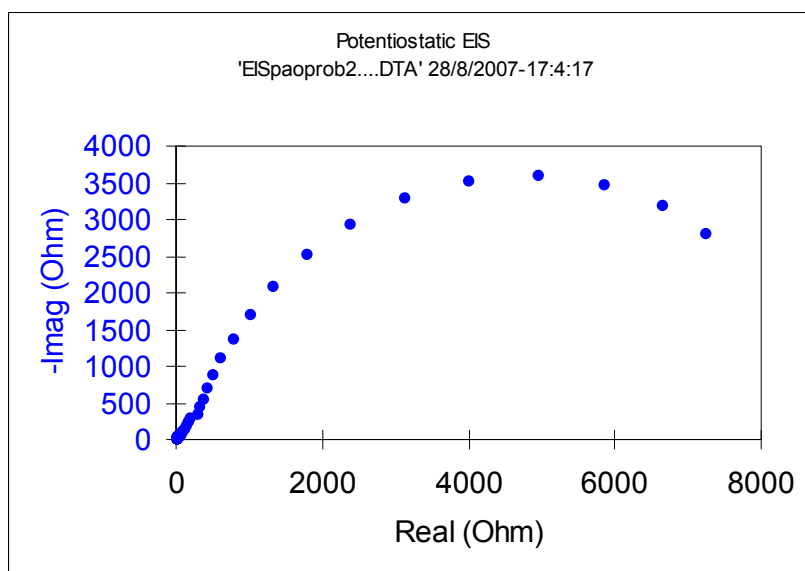


Figura A2.17. Diagrama de Bode para la muestra 5b, lija N° 1200

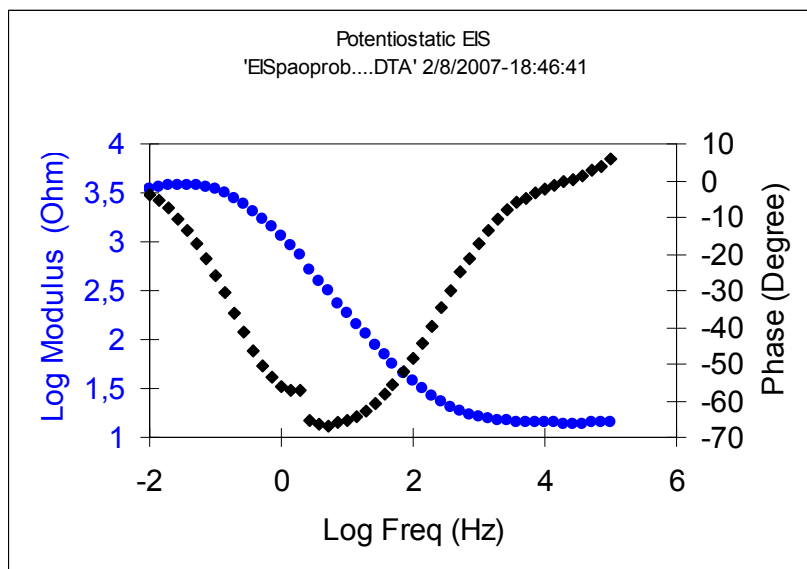
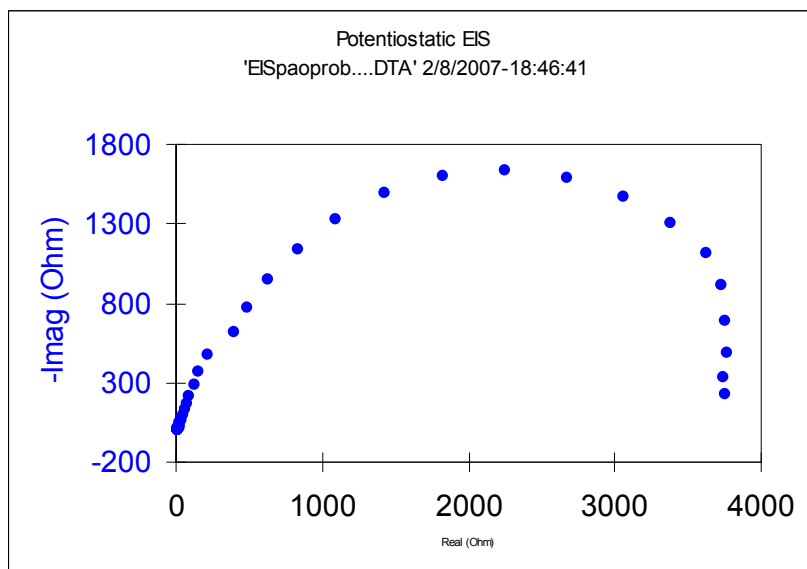


Figura A2.18. Diagrama Nyquist para la muestra 5b lija N° 1200



ANEXO 3. FIGURAS DEL ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Figura A3.1. Gráfica de probabilidad normal para Rp

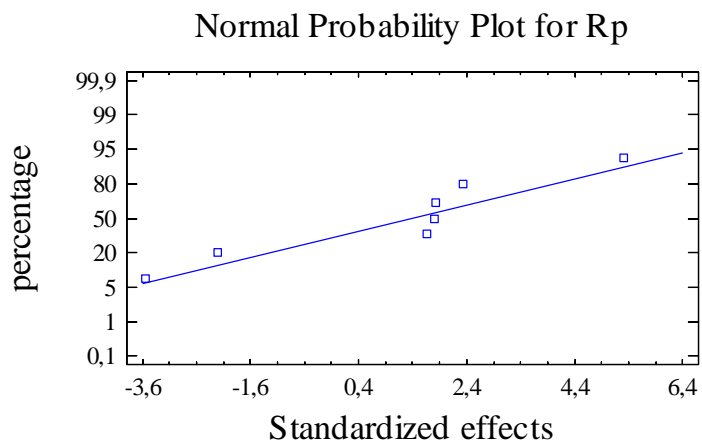
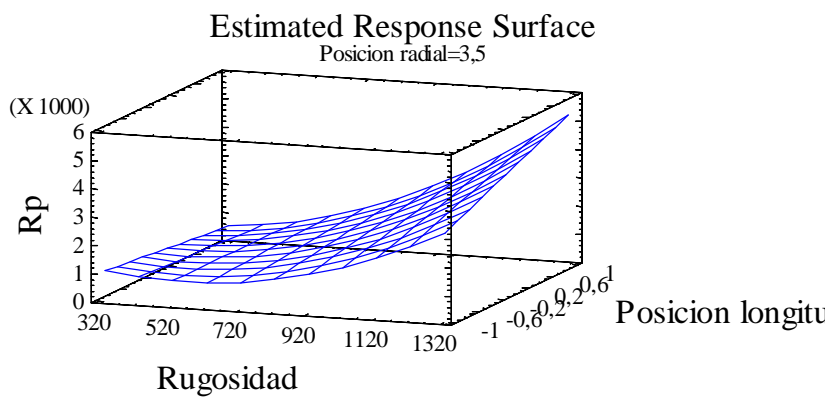


Figura A3.2. Gráfica de la superficie de respuesta estimada



ANEXO 4. FIGURAS DE EIS Y TAFEL PARA LA DEGRADACIÓN DEL MATERIAL

Figura A4.1. Diagrama de Bode para diferentes tiempos de exposición

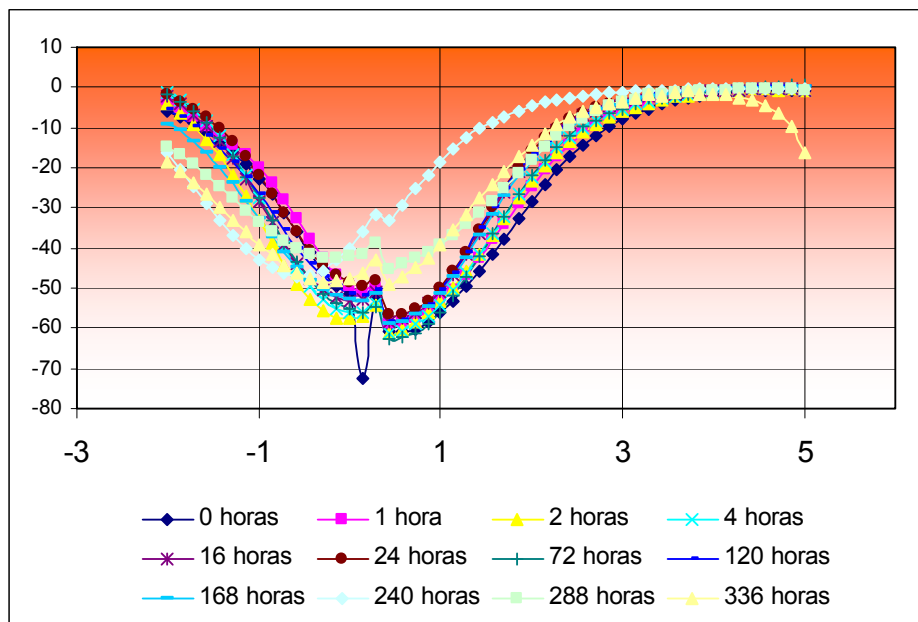


Figura A4.1. Curva de Tafel para un tiempo de exposición de 336 horas

