

**CARACTERIZACIÓN DEL ACERO AISI 4140  
IMPLANTADO CON IONES DE NITROGENO**

**ELY DANNIER V. NIÑO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE CIENCIAS  
ESCUELA DE FÍSICA  
BUCARAMANGA**

**2007**

**CARACTERIZACIÓN DEL ACERO AISI 4140  
IMPLANTADO CON IONES DE NITROGENO**

**ELY DANNIER V. NIÑO**

Tesis de Investigación para optar al título de Magíster en Física

**DIRECTOR**

**PhD. VALERI DOUGAR JABON**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER**

**FACULTAD DE CIENCIAS**

**ESCUELA DE FÍSICA**

**BUCARAMANGA**

**2007**

*“Aunque para muchos signifique nada  
para mi significa mucho”*

ELY DANNIER V. NIÑO

A mi Madre *Myriam Niño* motivo de mi  
existencia, sabiduría e inspiración.

A mis Hermanos y familiares en  
especial a mi Tía *Beatriz Niño* quienes  
con amor insoluble han entusiasmado  
mi espíritu.

# AGRADECIMIENTOS

Expreso mis más sinceros agradecimientos a:

COLCIENCIAS por la ayuda financiera (proyecto MOSMET, código 1102.06-17623).

Valeri Dougar Jabon, PhD en Física, por sus sabias enseñanzas que ha despertado en mí el espíritu investigativo.

Jaime Dulcé Moreno, Doctor en Física, Universidad Francisco de Paula Santander, debido a sus sabios conocimientos y su inquietante exploración investigativa, se logró este impresionante trabajo que hubiese sido simplemente un sueño sin su respaldo. “Gracias Jaime”

Jorge Martínez Téllez, PhD Física, quien por sus sabios consejos se convirtió de forma indirecta en mi Padre y Tutor durante estos últimos años, tolerando todas mis pequeñas rebeldías.

Carmencita (CARCYTA), eres mi mayor fuente de energía quien sin importar las distancias siempre influye en mí toda esa dulce y grandiosa amistad manteniéndome en un armonioso afecto y entusiasmo.

Mis Amigos y Hermanos del Universo Plasmático (Reales y Virtuales): E. Torres, H Garnica, W. Vesga, V. Álvarez. M. Silva, D. Martínez, F. Parada, J. Guerrero, C. Bautista, C. Jaimes, H. Bernal, L Sanchez, quienes con su apoyo desinteresado (Intelectual y Social) me animaron y me apoyaron constantemente en esta inolvidable faena.

Mis Amigos y Compañeros quienes lo saben muy bien, que de una u otra forma me han brindado siempre un apoyo incondicional contribuyendo con un valioso Ion Implantado.

Mis Amigos Docentes y Administrativos de la Facultad de Ciencias, Universidad Industrial de Santander. “Ellos saben quienes son”

Quienes no puedo pasar de desapercibido, A ELLAS, MIS LUNAS.

\*\* \*\*\*\*\*. “Aunque parezca mentira es cierto”

# CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	12
1. DESCRIPCIÓN DE LA MUESTRA	14
1.1 ELECCIÓN DEL MATERIAL BASE	14
1.1.1 Propiedades del Acero AISI SAE 4140	15
1.1.2 Aplicaciones del Acero AISI SAE 4140	15
1.2 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	16
1.3 COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LAS MUESTRAS	17
1.4 ANÁLISIS METALOGRAFICO	18
2. TRATAMIENTO SUPERFICIAL	19
2.1 MODIFICACIÓN SUPERFICIAL	19
2.1.1 Elección del Tratamiento	20
2.2 IMPLANTACIÓN IÓNICA	20
2.3 IMPLANTACIÓN IÓNICA TRIDIMENSIONAL (3DII)	22
2.4 PROCESOS EN EL CÁTODO	23
2.5 TRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS	24
2.6 DOSIS IMPLANTADA	26
3. CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL	33
3.1 CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA	33

<b>3.2 RUGOSIDAD SUPERFICIAL</b>	<b>49</b>
3.2.1 Técnicas y Métodos para Medir la Rugosidad	50
3.2.2 Los Parámetros de Rugosidad	50
3.2.2.1 Altura máxima del perfil ( $R_{\max}$ )	51
3.2.2.2 Altura de las irregularidades en diez puntos ( $R_z$ )	51
3.2.2.3 Desviación media aritmética del perfil ( $R_a$ )	51
3.2.2.4 Rugosidad media cuadrática DIN 4761/1 ( $R_q$ )	52
<b>3.3 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA</b>	<b>53</b>
<b>CONCLUSIONES</b>	<b>56</b>
<b>ANEXO A</b>	<b>58</b>
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>59</b>

# LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
FIGURA 1.1 DISEÑO DEL PORTA-MUESTRAS Y MUESTRA	16
FIGURA 1.2 MICROESTRUCTURA DEL LAS MUESTRAS A ENSAYAR	18
FIGURA 2.1 MUESTRAS SON CÁTODO Y PAREDES ÁNODO	25
FIGURA 2.2 ÁREA TOTA EXPUESTA EN EL TRATAMIENTO	27
FIGURA 2.3 PULSOS DE CORRIENTE Y VOLTAJE DE LAS MUESTRAS TRATADAS A ENERGÍAS DE 20 KEV	29
FIGURA 2.4 PULSOS DE CORRIENTE Y VOLTAJE DE LAS MUESTRAS TRATADAS A ENERGÍAS DE 30 KEV	30
FIGURA 3.1 CURVAS DE POLARIZACIÓN ANÓDICA Y CATÓDICA PARA LAS MUESTRAS SIN IMPLANTAR E IMPLANTADAS A ENERGÍAS DE 20 KEV	35
FIGURA 3.2 CURVAS DE POLARIZACIÓN ANÓDICA Y CATÓDICA PARA LAS MUESTRAS IMPLANTADAS A ENERGÍAS DE 30 KEV	37
FIGURA 3.3 CURVAS DE POLARIZACIÓN ANÓDICA PARA LAS MUESTRAS SIN IMPLANTAR E IMPLANTADAS A ENERGÍAS DE 20 KEV Y 30 KEV	37
FIGURA. 3.4 COCIENTE ENTRE LAS DENSIDADES DE CORRIENTE EN FUNCIÓN DEL SOBRE-POTENCIAL PARA LAS MUESTRAS IMPLANTADAS A ENERGÍAS DE 20 KEV Y 30 KEV	40
FIGURA 3.5 DENSIDAD DE CORRIENTE EN FUNCIÓN DEL TIEMPO PARA LAS MUESTRAS IMPLANTADAS A ENERGÍAS DE 20 KEV Y 30 KEV	44
FIGURA 3.6 EQUIPO PARA ANÁLISIS DE RUGOSIDAD (RUGOSIMETRO)	50
FIGURA 3.7 SUPERPOSICIÓN DE LOS ESPECTROS OBTENIDOS POR LA TÉCNICA DE DRX	54

# LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
TABLA 1.1. COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ACERO AISI SAE 4140, (ASTM A 322, 2007)	14
TABLA 1.2. COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LAS MUESTRAS A ENSAYAR DE ACERO AISI SAE 4140.	17
TABLA 2.1 CORRIENTE TOTAL DURANTE EL TRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS	28
TABLA 2.2 DOSIS DE NITRÓGENO IMPLANTADO A ENERGÍAS DE 20 KEV	31
TABLA 2.3 DOSIS DE NITRÓGENO IMPLANTADO A ENERGÍAS DE 30 KEV	32
TABLA 3.1 ESTIMACIÓN DEL MÁXIMO DE PROFUNDIDAD DEL NITRÓGENO IMPLANTADOS EN LAS MUESTRAS	48
TABLA 3.2 RUGOSIDAD PARA MUESTRAS SIN IMPLANTAR E IMPLANTADAS	53
TABLA 3.3 CONDICIONES DE TRABAJO DE LA TÉCNICA DRX	54

# TITULO: CARACTERIZACIÓN DEL ACERO AISI 4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO\*

ELY DANNIER V. NIÑO\*\*

## Palabras Claves

Implantación iónica, Tratamiento Superficial, Corrosión, Rugosidad

La implantación iónica tridimensional (3DII), es una técnica de tratamiento superficial avanzado, la cual es realizada en el dispositivo JUPITER (Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor) mediante una descarga pulsada de alto voltaje a bajas presiones. El presente trabajo busca mediante la caracterización superficial de las muestras por ensayos potencio-dinámicos un nuevo método de caracterización superficial en materiales metálicos. El estudio es realizado a muestras de acero AISI 4140 sin implantar e implantadas que se encuentran a diferentes rugosidades.

El tratamiento superficial de las muestras se llevó a cabo mediante la implantación de nitrógeno con energías de 20 y 30 keV, y una dosis implantada que se encuentra en el orden de los  $10^{17} \text{ iones/cm}^2$ . Los ensayos potencio-dinámicos se efectúan en soluciones de cloruro de sodio a 1 M con electrodo de referencia de plata / cloruro de plata ( $Ag/AgCl$ ).

---

\* Proyecto de Investigación.

\*\* Facultad de Ciencias, Escuela de Física, Maestría en Física; PhD. Valeri Dougar Jabon.

# TITLE: CHARACTERIZATION OF THE AISI 4140 STEEL IMPLANTED WITH NITROGEN IONS \*

ELY DANNIER V. NIÑO\*\*

## KEYWORDS

Ion Implantation, Superficial Treatment, Corrosion, Roughness

The three-dimensional ion implantation (3DII) is a technique for advance surface treatment, which is implemented into the device JUPITER (Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor) by means of a high voltage pulsed discharge working at low pressures. This research work is pointed for searching a new method of metals surface characterization through the potential-dynamics testing. The study is realized with AISI 4140 samples some of which are subjected to implantation and other are not treated. The samples are of different rigorous levels.

The surface treatment of the samples is carried out through the implantation of nitrogen ions which energies are of 20 and 30 keV. The implanted doping is of order of  $10^{17} \text{ iones/cm}^2$ . The potential-dynamics testing is fulfilled in the chloride sulfide solution at 1M with the reference electrode of argentums/chloride argentums (*Ag/AgCl*).

---

\* Proyecto de Investigación.

\*\* Facultad de Ciencias, Escuela de Física, Maestría en Física; PhD. Valeri Dougar Jabon.

# INTRODUCCIÓN

En la actualidad los avances tecnológicos en el área de los materiales van encaminados a la búsqueda del desarrollo de estos mediante el mejoramiento de sus propiedades. Debido a las restricciones por la falta del conocimiento profundo respecto al proceso y al mecanismo de la implantación de iones en materiales, especialmente en aceros, las investigaciones sobre el estudio de las modificaciones en las superficies de los materiales por el método de implantación de tipo tridimensional se hacen un poco lento.

No obstante, para evitar tales restricciones se buscan soluciones a los problemas mediante el estudio técnicas alternativas y el diseño de nuevos equipos de tecnología avanzada para el tratamiento de materiales por iones, es por eso que en 1997 Vladimir Khvesyuk y Petr Tsygankov reportan un nuevo método de implantación iónica vía plasma en el que no es necesaria la preparación previa de un plasma de base.

Este método se denomina *implantación iónica tridimensional* (3DII) del cual se obtiene una descarga autosostenida que se caracteriza por un espesor pequeño en la región de caída catódica y por la gran estabilidad del plasma durante el proceso de descarga.

El proceso de implantación iónica que es usada para el tratamiento superficial avanzado, consiste en modificar (sin cambio en las dimensiones geométricas) las propiedades físicas y químicas ocurridas en las capas

superficiales y sub-superficiales de los materiales. Con tales modificaciones se busca el mejoramiento de algunas de sus características, convirtiéndose en tema de gran interés para la industria petroquímica, médica, aeroespacial, automovilística, de alimentos, electrónica y en el estudio de las ciencias de los materiales.

La realización del presente trabajo de investigación se desarrolla en tres capítulos. El primer capítulo consiste en la elección del material, diseño, fabricación y preparación de las muestras. En el segundo capítulo se desarrolla el tratamiento superficial de las muestras mediante la implantación de iones de nitrógeno de forma tridimensional. En el capítulo tres se realiza la exploración de un nuevo método para la obtención de los perfiles a profundidad (depth profile) y finalmente se plantean las conclusiones del trabajo.

# 1. DESCRIPCIÓN DE LA MUESTRA

## 1.1 ELECCIÓN DEL MATERIAL BASE

De acuerdo a un estudio preliminar que busca dar soluciones a problemas industriales donde el material base de muchos elementos se encuentran elaborados en acero de tipo AISI 4140, se preparan muestras de este tipo de acero el cual es una aleación de Cromo-Molibdeno. En la tabla 1, se presenta la composición química del acero AISI 4140 (NIÑO D., 2004).

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

El acero AISI 4140 es un acero utilizado generalmente en estado bonificado a una resistencia a la tracción de:  $88-100 \text{ Kg/mm}^2$  que lo hace apto para

aplicaciones de la industria petroquímica, aeronáutica, automotriz, electrónica, entre otras.

### **1.1.1 Propiedades del Acero AISI 4140**

A continuación se mencionan algunas de las propiedades en forma general más importantes del Acero AISI 4140 (<http://sisbib.unmsm.edu.pe>).

- Posee buenas características de estabilidad en caliente hasta  $400^{\circ}C$ , 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.

### **1.1.2 Aplicaciones del Acero AISI 4140**

- Dentro de las aplicaciones más sobresalientes que presenta este tipo de acero en la industria se tienen ([www.suppliersonline.com](http://www.suppliersonline.com)).
- 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.

## 1.2 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

Se diseña y se elabora un porta muestras hexagonal y en el se ubican probetas en forma de disco. Las dimensiones del porta muestra y muestra se ven en la figura 2.1.

Figura 1.1 Diseño del Porta-muestras y Muestra



Las probetas se llevan a diferentes desbastes superficiales con papel abrasivo de carburo de silicio número 320, 600, 1200 y a paño de  $6\mu$  y  $1\mu$  según la norma ASTM E 3-95, con la finalidad de tener muestras con diferentes rugosidades. El objetivo del desbaste superficial es eliminar la capa de metal distorsionado y tener en cuenta los efectos de la contaminación de las muestras generadas por la adsorción de átomos y moléculas y por la formación de mono-capas en el medio ambiente.

### 1.3 COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LAS MUESTRAS

Las muestras utilizadas en el estudio experimental son analizadas mediante Espectroscopia de Emisión Óptica (EEO) (ver anexo A). Los resultados obtenidos (tabla 1.2), señalan que las muestras corresponden a un acero aleado con composición química similar a los valores reportados (ver tabla 1.1) por la norma ASTM A 322.

Tabla 1.2. Composición química de las muestras a ensayar de acero AISI 4140.

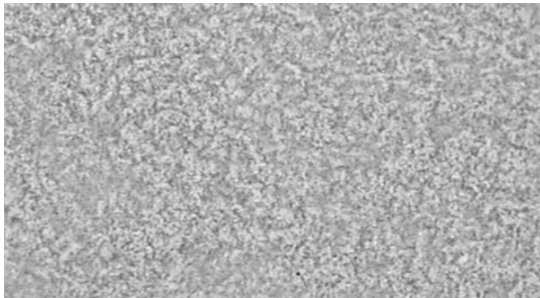
ELEMENTO	%	ELEMENTO	%
C	0.40	Cu	0.17
Cr	0.85	Sn	0.019
Mo	0.14	V	0.026
Mn	0.85	Al	0.002
Si	0.24	Ni	0.09
S	0.018	Nb	0.007
P	0.012	Cu	0.17

## 1.4 ANÁLISIS METALOGRAFICO

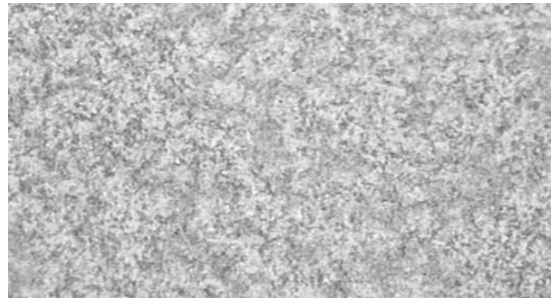
Con el análisis metalográfico se busca obtener información de la estructura del material a ensayar (AISI 4140) mediante la ayuda del microscopio óptico Olimpos OBM X3 del Laboratorio de Biomateriales de la Universidad Industrial de Santander, en donde se tendrá información aproximada de la estructura del material a ensayar.

Del análisis Metalográfico se observa (figura 2.2) una microestructura de martensita revenida, la cual me comprueba que las muestras son de acero AISI 4140 en estado bonificado (templado y revenido).

Figura 1.2 Microestructura de las muestras a ensayar



a) Microestructura a 100x de Aumento



b) Microestructura a 200x de Aumento



b) Microestructura a 500x de Aumento

## 2. TRATAMIENTO SUPERFICIAL

### 2.1 MODIFICACIÓN SUPERFICIAL

La superficie de un material es la región más sensible a las agresiones del entorno. En comparación con otras causas de deterioro de un material, los problemas que afectan a la superficie (desgaste, fricción, corrosión, entre otros), requieren un consumo energético mínimo debido a que son sólo los átomos de unas pocas capas superficiales y los enlaces que los unen entre sí los que deben hacer frente a las fuerzas y ataques químicos de entorno.

Por tal motivo se realizan constantemente investigaciones con el objetivo de modificar la composición y estructura superficial de los materiales tratados, ya sea mediante la creación de un recubrimiento (con espesores típicos de unas pocas micras) o mediante la introducción de nuevos elementos dentro de la superficie (implantación de iones), a profundidades a veces tan reducidas como décimas de micra (NIÑO D., 2004).

Mediante el estudio de los procesos de deterioro superficial de los materiales nos permite conocer con exactitud el número de capas atómicas implicado en cada caso, del cual se diseña el tratamiento más adecuado para actuar a dicha profundidad. El control de todos estos Métodos, en buena medida ya industriales, requiere el empleo de equipos que trabajan en alto vacío, fuentes de iones, evaporadores o reactores asistidos por plasma.

### **2.1.1 Elección del Tratamiento**

Los modernos tratamientos no han sido diseñados para competir en precio con los tratamientos tradicionales sino para poder conseguir mejoras que aquellos no alcanzaban bien por imposibilidad o bien por producir efectos secundarios indeseados, incluyendo los medioambientales.

Los nuevos tratamientos (Implantación iónica, PVD, CVD, etc.) proporcionan soluciones avanzadas y, en muchos casos son altamente rentables. Si el tratamiento ocurre en el orden de las altas energías (desde 5 kilo-electrón-voltios hasta algunos Mega-electrón-voltios), los iones penetran dentro de la superficie sólida incrustándose a una profundidad de muchas capas atómicas. A este proceso se le conoce como implantación iónica, el cual es utilizado en el presente trabajo para la modificación superficial de las muestras (NIÑO D., 2004).

## **2.2 IMPLANTACIÓN IÓNICA**

La implantación iónica es una de las diversas técnicas que existen para el tratamiento superficial de materiales por plasma, el método de esta técnica se fundamenta en la descarga de alto voltaje a bajas presiones que se encienden en la rama izquierda de la curva de Parthen con el propósito de implantar iones en metales, semiconductores y cerámicos.

Resultados experimentales han ratificado la hipótesis de que las descargas pulsadas de alto voltaje encendidas en la rama izquierda de la curva de Parthen pueden producir un flujo iónico cuasi-mono-energético que inciden bajo un ángulo normal sobre la superficie del metal a tratar (DULCÉ J., 2002).

La utilización de la tecnología de implantación iónica para modificar las propiedades superficiales de los diferentes tipos de aceros utilizados en la industria metalmeccánica, automovilística, petroquímica, entre otras, se encuentra en estudios preliminares, debido a que no se le ha dado toda la atención que merece.

La idea básica de la implantación iónica consiste en que los iones extraídos de una fuente sean dirigidos hacia un blanco con energía suficiente para que los iones puedan atravesar la superficie y puedan moverse en una zona muy cercana a esta, experimentando una gran cantidad de fenómenos durante su recorrido.

Cuando el ión impacta con la superficie del blanco se genera un proceso de colisiones con los átomos que componen el mismo, desde el momento que el ión penetra la superficie va perdiendo energía cinética debido a que interactúa principalmente con los electrones libres mientras que las interacciones con los núcleos produce cambios considerables en la dirección del movimiento del ion incidente.

Una de las necesidades de la implantación iónica es la de conocer la distribución final de los iones implantados, pero también son importantes los defectos causados en el material. Así que si se desea conocer la distribución de los iones implantados y a la vez se desea comprender mejor algunos de los fenómenos físicos implicados. Entre los fenómenos físicos de mayor importancia que se manifiestan durante la interacción de iones con los átomos del material a implantar, se encuentran: sputtering, pérdida de energía y colisiones en cascada (TORRES E., 2005).

La implantación iónica en las superficies produce deformaciones de estructura y composición del material a tratar, provocando un aumento de la resistencia al desgaste, fricción y corrosión.

### **2.3 IMPLANTACIÓN IÓNICA TRIDIMENSIONAL (3DII)**

Método desarrollado recientemente como una alternativa para el tratamiento superficial avanzado por Khvesyuk y Tsygankov, el cual se fundamenta en las descargas pulsadas de voltaje (encendida en la rama izquierda de la curva de Paschen) a bajas presiones, entre sus características principales están la alta mono-energicidad del flujo de iones y su incidencia normal sobre toda la superficie de la muestra aún cuando su geometría sea compleja (DULCÉ J., 2002).

El dispositivo donde actualmente funciona la técnica 3DII es el reactor JUPITER (Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor), el cual se fundamenta en las descargas pulsadas de alto voltaje a bajas presiones, posee parámetros de pulso con las siguientes características:

- Duración hasta *2.5 ms*.
- Frecuencias hasta *60 Hz*.
- Voltajes hasta *60 kV*.

La tecnología 3DII garantiza la implantación de iones cuasi-mono-energéticos con un ángulo de incidencia normal a la superficie de las muestras metálicas a tratar. Se puede afirmar que el equipo JUPITER, donde se llevan a cabo investigaciones sobre el tratamiento superficial de las muestras metálicas, es muy eficiente y según parece es mejor en

comparación con los equipos existentes y reportados hasta el momento, todo esto es debido por la productividad mono-energética, ángulo de incidencia, simplicidad de manejo y sistema de seguridad que presenta.

## 2.4 PROCESOS EN EL CÁTODO

Al establecer los parámetros del tratamiento, seguido se realiza el encendido de la descarga donde los electrones son acelerados en la región de la capa de caída catódica. Todos los procesos de implantación ocurren directamente en las muestras las cuales se encuentran actuando como cátodo.

Cuando una partícula neutra o un ión interactúan con el cátodo puede llegar a participar en tres procesos elementales (DULCÉ J., 2002).

- Sputtering.
- Procesos de emisión electrónica secundaria. Ión bombardeado produce emisión de electrones.
- Implantación de iones acelerados en capas sub-superficiales del cátodo representado por la dosis (D).

A energías de  $5\text{ keV}$ , la dosis efectiva y la profundidad de penetración es muy pequeña, pues en este rango de energías predominan los procesos de sputtering y de emisión electrónica. Con el aumento de la energía la profundidad de penetración crece.

Los perfiles de distribución de las partículas se encuentran determinados por la energía, el flujo y por la dependencia energética del coeficiente de sputtering en la interacción partícula-cátodo.

Estimaciones analíticas y experimentales han demostrado que en los parámetros típicos del pulso de descarga la temperatura del cátodo no supera los  $150^{\circ}C$  debido a un sistema de enfriamiento que absorbe sin dificultad el nivel de flujo térmico donde se hace pasar el calor por un aislador eléctrico de cerámica de aluminio. Este valor es debido a que la temperatura cinética del ión de alta energía que bombardea la superficie de la muestra (cátodo) se transforma predominantemente en energía térmica produciendo el calentamiento del cátodo (DULCÉ J., 2002).

## **2.5 TRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS**

La implantación de iones de nitrógeno que se ejecuta en este trabajo se basa en resultados obtenidos de investigaciones previas las cuales lograron establecer los rangos de voltajes de la descarga, el método de determinación de la dosis de iones implantados y presiones del gas de trabajo.

Dentro de la cámara de descarga (ver figura 2.1) se ubican las muestras donde estas cumplen la función de cátodo ya que las paredes de la cámara funciona como ánodo, al encenderse la descarga, alrededor de las muestras se genera un plasma no homogéneo de densidad casi cero y alrededor del ánodo se forma un plasma conocido como anódico.

Figura 2.1 Muestras son Cátodo y Paredes Ánodo



Se utiliza como gas de trabajo Nitrógeno ( $N_2$ ), que debido a una diferencia de potencial da origen a la descarga la cual genera el plasma anódico que es el encargado de suministrar de iones de Nitrógeno la zona de caída catódica, donde se produce prácticamente toda la caída del voltaje aplicado a la descarga.

Dependiendo de las condiciones de vacío presentadas dentro de la cámara de descarga, el flujo de iones que impacta sobre las muestras se comparta de dos formas:

- Mediante un movimiento acolisional.
- Y de múltiples colisiones de tipo elástico e inelástico con los átomos del gas.

Cuando se trabaja en el régimen de alto vacío por lo general se generan procesos acolisionales.

Regulando la entrada de gas de trabajo en la cámara de vacío buscamos regular la presión hasta que aparezca de forma automática la corriente de descarga cuya amplitud (la semi-anchura del pulso de voltaje) se fija en función de la presión.

La señal que se observa durante el experimento es cuasi-rectangular y por eso se puede tratar el régimen de la descarga como cuasi-estacionario durante el periodo aproximado de  $0.1-0.3\text{ms}$ . Esta semi-anchura es prácticamente igual a la duración del pulso aplicado (DULCÉ J., 2002).

A continuación se describen detalladamente los parámetros empleados durante el proceso de la implantación de iones de nitrógeno a muestras que se encuentran con diferentes pulidos.

Un proceso se lleva a cabo mediante descargas pulsadas de  $20\text{kV}$ ,  $30\text{Hz}$  y  $0.40\text{ms}$ , durante 60 minutos de tratamiento superficial bajo una presión promedio de  $0.45\text{Pa}$ , es realizado a muestras pulidas con papel abrasivo y a paño.

Un segundo proceso se realiza en una descarga pulsada de  $30\text{kV}$ ,  $30\text{Hz}$  y  $0.40\text{ms}$ , durante 60 minutos de tratamiento superficial a una presión promedio de  $0.4\text{Pa}$ , es para procesar las muestras que son pulidas a dos tipos de paños.

## 2.6 DOSIS IMPLANTADA

Para determinar la dosis de iones implantados en la superficie de las muestras, se hace necesario conocer el área total expuesta en el tratamiento. Para el cálculo de esta área se calcula el área de cada uno de sus elementos (ver Figura 2.2) que conforman el cátodo. Las dimensiones de las probetas y del porta muestras se dan en la figura 1.1

Figura 2.2 Área total expuesta en el tratamiento



El área  $A$  es el área de la superficie total expuesta,  $A_1$  es el área del hexágono,  $A_2$  el área de la tapa y  $A_3$  el área de la base. Ahora se procede a determinar el valor del área correspondiente a cada sección.

Para el calculo de  $A_1$  se tiene,  $h=9.21\text{ cm}$ ,  $b=2.95\text{ cm}$  luego:

$$A_1 = 6 * (h * b) = 163.017\text{ cm}^2 \quad (2.1)$$

Tomando  $r_1=2.445\text{ cm}$ ,  $e_1=0.77\text{ cm}$  y el perímetro de la tapa como  $P=15.362\text{ cm}$  se obtiene para  $A_2$  el valor de:

$$A_2 = (\pi * r^2) + (P * e_1) = 30.610\text{ cm}^2 \quad (2.2)$$

Si  $r_2=8.77\text{ cm}$  y  $e_2=0.25\text{ cm}$ , el correspondiente valor de  $A_3$  es:

$$A_3 = \pi (r_2^2 - r_1^2) + (2 * \pi * r_2 * e_2) = 48.515\text{ cm}^2 \quad (2.3)$$

El valor del área total de la superficie es:

$$A = A_1 + A_2 + A_3 = 242.142 \text{ cm}^2 \quad (2.4)$$

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

El coeficiente de emisión secundaria en descargas de 10 kV, 20 kV y 30 kV corresponde a los valores de  $\gamma = 0.6$ ; 0.8; 1.0 respectivamente. El valor de la corriente total correspondiente a las muestras con pulido superficial realizado a papel abrasivo y a paño, se registran en la tabla 2.1.

Tabla 2.1 Corriente total durante el tratamiento de las muestras

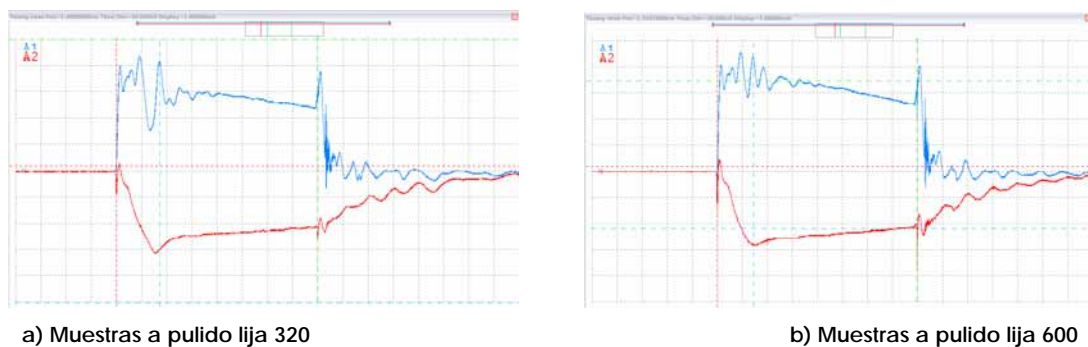
Voltaje de la Descarga	Pulido Superficial	Corriente Total [ A ]
20 kV	Lija 320	0.28
20 kV	Lija 600	0.32
20 kV	Lija 1200	0.317
20 kV	Paño 6 $\mu$	0.359
20 kV	Paño 1 $\mu$	0.324
30 kV	Paño 6 $\mu$	0.678
30 kV	Paño 1 $\mu$	0.648

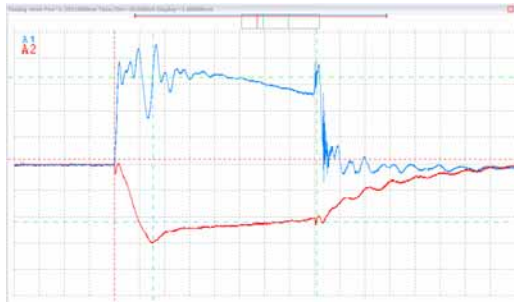
En la tabla 2.1, se observa que las muestras tratadas a energías de  $30\text{ keV}$  en especial la de acabado superficial a paño de  $6\mu$  presentan una mayor corriente de descarga. En cuanto a las que se encuentran tratadas a energías de  $20\text{ keV}$  se tiene una mayor corriente de descarga en muestras con acabado superficial a paño de  $6\mu$  y menor corriente para las muestras con acabado superficial a lija 320.

Los pulsos de voltaje y corriente son los que dan indicios del comportamiento de la descarga durante el tratamiento de las muestras; del pulso de corriente se obtienen el valor de la corriente total de descarga la cual se encuentra registrado en la tabla 2.1. En la figuras 2.3 y 2.4 se presentan los promedios de los pulsos de corriente y voltaje obtenidos en cada medición realizada, para la cual se registraron  $N$  tomas durante el encendido de la descarga.

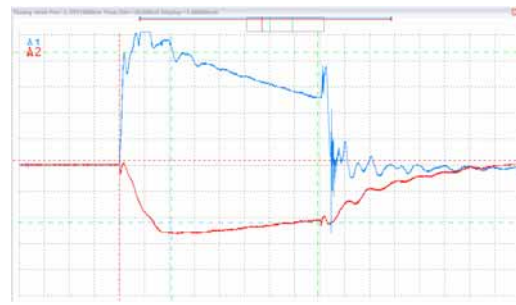
Durante la implantación de iones de nitrógeno a energías de  $20\text{ keV}$  y con la ayuda del software de la tarjeta de osciloscopio Link Instruments DSO – 2100M, se logra realizar la adquisición de los pulsos de corriente (pulso rectangular superior) y voltaje (pulso rectangular inferior), durante el encendido de la descarga figura 2.3.

Figura 2.3 Pulsos de corriente y voltaje de las muestras tratadas a energías de  $20\text{ keV}$

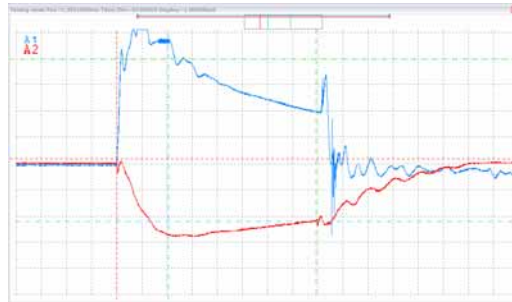




c) Muestras a pulido lija 1200



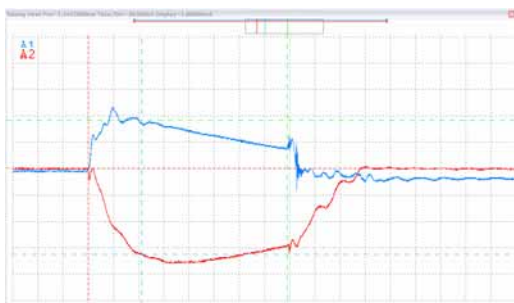
d) Muestras a pulido paño de 6 micras



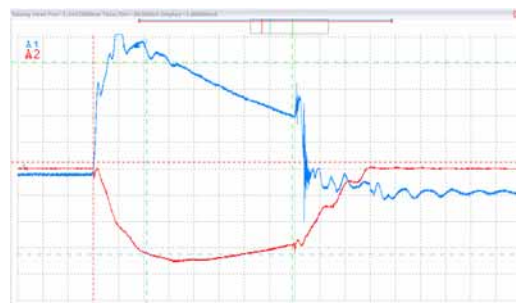
e) Muestras a pulido paño de 1 micra

En la figura 2.4 se representan los pulsos de corriente (pulso rectangular superior) y voltaje (pulso rectangular inferior) durante el encendido de la descarga, para las muestras implantadas con iones de nitrógeno a energías de  $30\text{ keV}$ .

Figura 2.4 Pulsos de corriente y voltaje de las muestras tratadas a energías de  $30\text{ keV}$



a) Muestras a pulido paño de 6 micras



b) Muestras a pulido paño de 1 micra

Con los datos de corriente total y coeficientes de emisión secundaria se obtienen los valores de corriente iónica, densidad de corriente iónica y flujo

iónico. Para el cálculo de la dosis de iones de nitrógeno implantada en la superficie de las muestras, reemplazamos los valores de flujo iónico y parámetros del tratamiento en la siguiente expresión.

$$D = 2\Phi f dt \quad (2.5)$$

donde  $D$  es la dosis de iones implantados,  $\Phi$  el flujo de iones incidentes a la muestra,  $f$  la frecuencia de repetición del pulso,  $d$  la duración del pulso,  $t$  el tiempo de implantación y el dos se debe a que las moléculas del gas de nitrógeno son diatómicas.

Los valores de la dosis de nitrógeno implantado a energías de  $20 \text{ keV}$  en muestras pulidas superficialmente a papel abrasivo y paño se muestran en la tabla 2.2.

Tabla 2.2 Dosis de Nitrógeno implantado a energías de  $20 \text{ keV}$

Pulido Superficial	Dosis de Nitrógeno $\left[ \frac{\text{iones}}{\text{cm}^2} \right]$
Lija 320	$3.4632 * 10^{17}$
Lija 600	$3.9576 * 10^{17}$
Lija 1200	$3.9220 * 10^{17}$
Paño $6\mu$	$4.4409 * 10^{17}$
Paño $1\mu$	$4.0089 * 10^{17}$

De la tabla 2.2 se tiene que las muestras con mayor concentración de nitrógeno, son las que se encuentran con acabado superficial a paño de  $6\mu$ , después les siguen las de paño a  $1\mu$ , luego las que se encuentran pulidas con papel abrasivo número 600, 1200 y 320.

En la tabla 2.3 se registra la concentración de iones de nitrógeno en muestras con acabado superficial a paño, implantadas a energías de 30 keV.

Tabla 2.3 Dosis de Nitrógeno implantado a energías de 30 keV

Pulido Superficial	Dosis de Nitrógeno $\left[ \frac{\text{iones}}{\text{cm}^2} \right]$
Paño $6\mu$	$7.5501 * 10^{17}$
Paño $1\mu$	$7.1269 * 10^{17}$

Como se observa en la tabla 2.3, las muestras con mayor dosis de nitrógeno se dan para las que se encuentran con pulido superficial de  $6\mu$ .

## 3. CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL

### 3.1 CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA

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 las cuales se desarrollan mediante métodos dinámicos o estáticos, entre estas técnicas tenemos, la Espectroscopia de Masas de Iones Secundarios (SIMS), la Espectroscopia Fotoelectrónica de Rayos X (XPS o ESCA) y la Espectroscopia Electrónica Auger (AES).

Actualmente la Universidad Francisco de Paula Santander y el Grupo de Física del Plasma de la Universidad Industrial de Santander se encuentran explorando un nuevo método de Caracterización Superficial en Metales para la obtención de los perfiles a profundidad del material tratado. Tal estudio consiste en la realización de Pruebas electroquímicas mediante el análisis de las curvas de polarización potencio-dinámica (Tafel).

La prueba 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, ésta 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 (NIÑO C. y DIAZ W., 2005).

Las pruebas potencio-dinámicas son de gran importancia para estudiar el comportamiento de los materiales metálicos frente al fenómeno de la corrosión mediante ensayos destructivos que implican un desgaste del material a medida que el ensayo se está realizando.

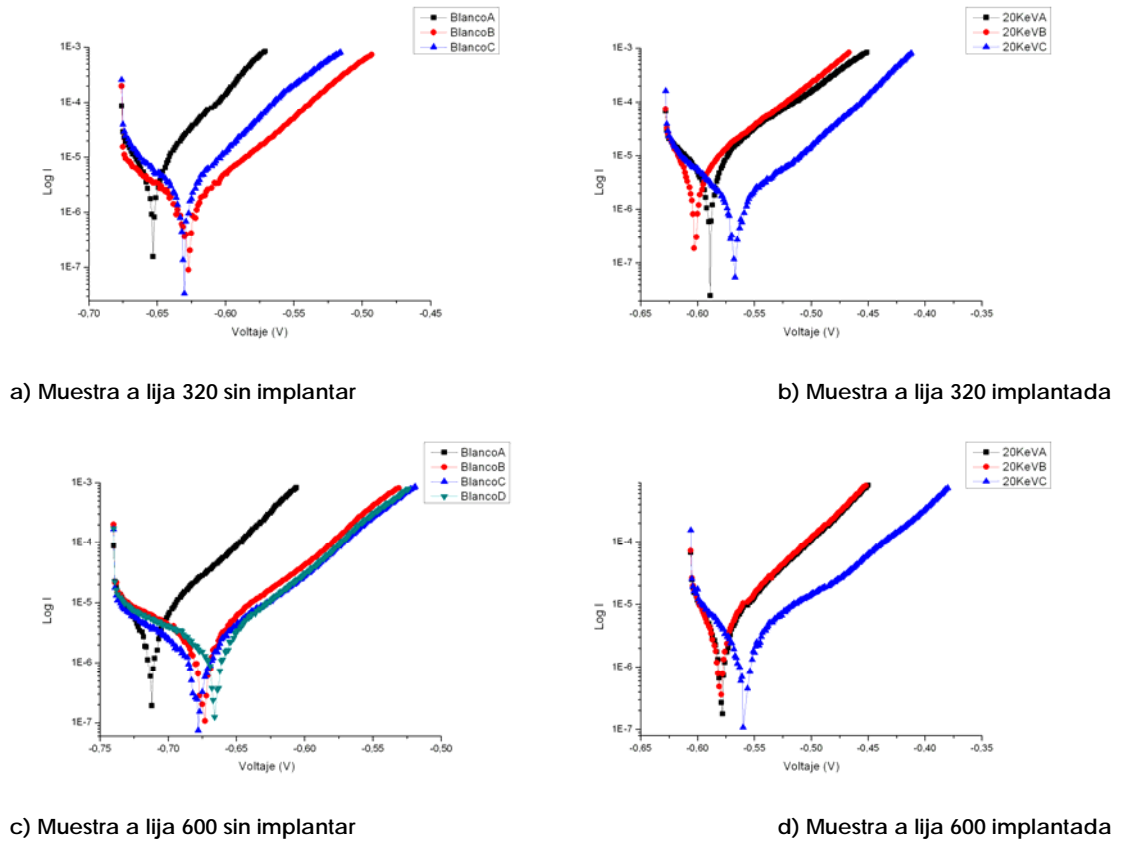
Con la finalidad de buscar una exploración de un nuevo método que consiste en la caracterización superficial de materiales metálicos tratados superficialmente, se realizan ensayos preliminares a probetas de acero AISI 4140 con diferente acabado superficial implantadas con iones de nitrógeno a diferentes energías.

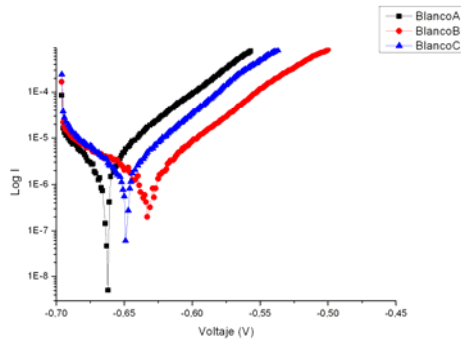
Las pruebas consisten en determinar experimentalmente las curvas de polarización anódica y catódica en las muestras implantadas y no implantadas. Los ensayos se realizan en solución acuosa de cloruro de sodio a 1 M, en un área de exposición de  $1 \text{ cm}^2$ , en la dirección catódica, en una escala de  $100 \text{ nA}$ , electrodo de referencia de plata cloruro de plata ( $\text{Ag/AgCl}$ ) saturado y a una velocidad de barrido de  $0.10 \text{ mV/s}$ .

Los ensayos se realizan en el Potenciostato – Galvanostato TEC – CORR V 3.1 USB y la adquisición de los datos es mediante el software LabView Student Edition National Instruments.

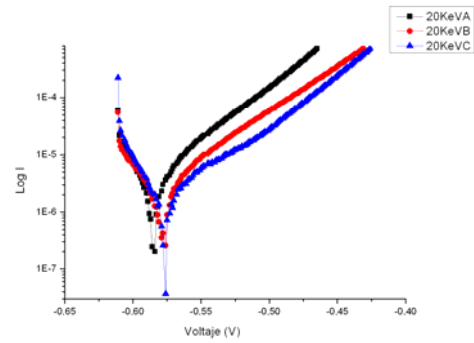
En la figura 3.1, se presentan las curvas de polarización anódicas y catódicas de las muestras con diferente acabado superficial sin implantar e implantadas a energías de 20 keV. Se observa que el comportamiento en la región catódica (parte izquierda) es muy similar para los dos tipos de muestras; las diferencias significativas se reflejan en la región anódica (Parte derecha).

Figura 3.1 Curvas de polarización anódica y catódica para las muestras sin implantar e implantadas a energías de 20 keV

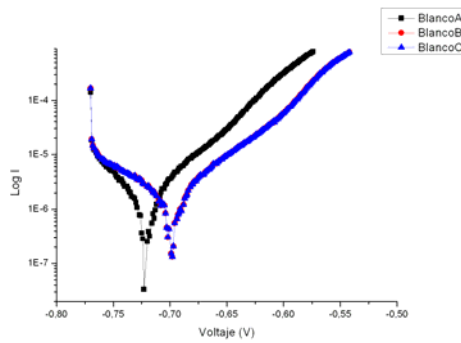




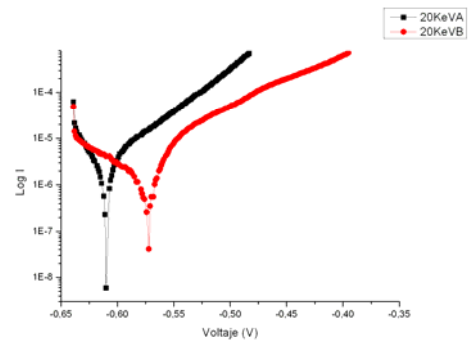
e) Muestra a lija 1200 sin implantar



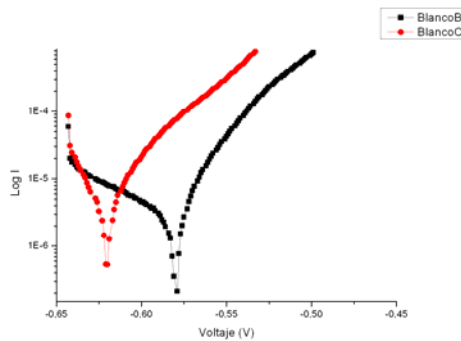
f) Muestra a lija 1200 implantada



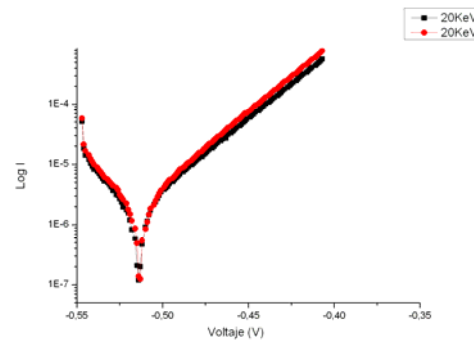
g) Muestra a paño de 6 micras sin implantar



h) Muestra a paño de 6 micras implantada



i) Muestra a paño de 1 micra sin implantar

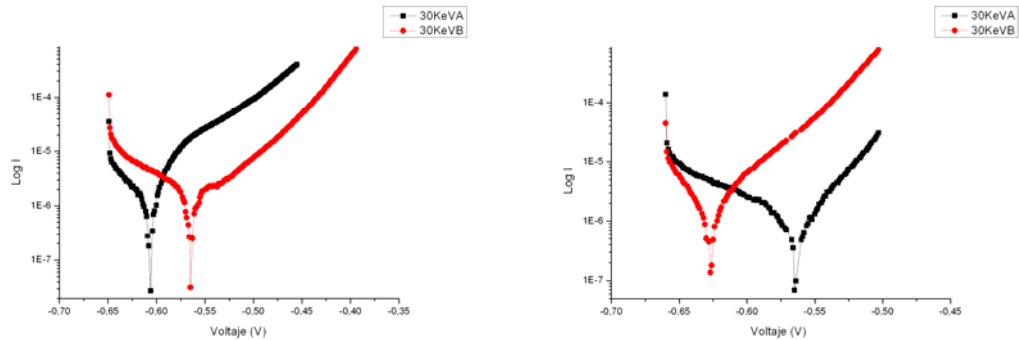


j) Muestra a paño de 1 micra implantada

En la figura 3.2, se presentan las curvas de polarización anódica (Parte derecha) y catódica (parte izquierda) de las muestras con acabado superficial a paño de  $6\mu$  y  $1\mu$  implantadas con iones de nitrógeno a energías de  $30\text{ keV}$ . Se puede observar que estas muestras presentan el

mismo comportamiento dado por las probetas implantadas con nitrógeno a energías de  $20\text{keV}$ .

Figura 3.2 Curvas de polarización anódica y catódica para las muestras implantadas a energías de 30 keV

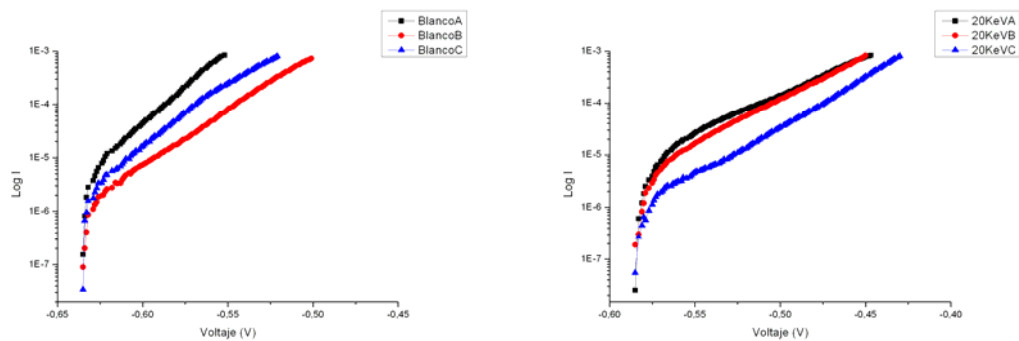


a) Muestra a paño de 6 micras implantada

b) Muestra a paño de 1 micra implantada

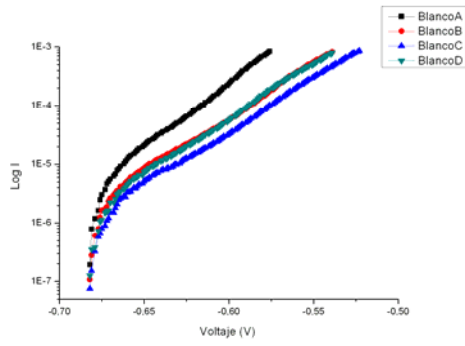
De la figura 3.1 y 3.2, se Analiza la región anódica (parte derecha), donde podemos observar que las densidades de corriente asociadas a un mismo potencial son siempre menores para la muestras implantadas comparadas con la muestra no implantada, ver figura 3.3.

Figura 3.3 Curvas de polarización anódica para las muestras sin implantar e implantadas a energías de 20 keV y 30 keV

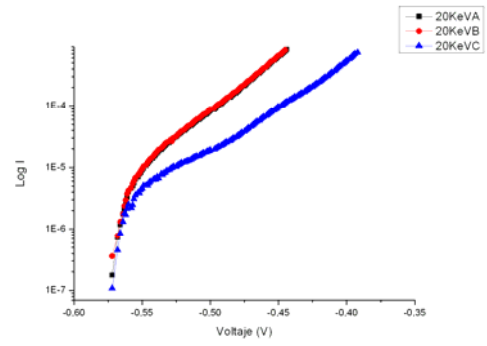


a) Muestra a lija 320 sin implantar

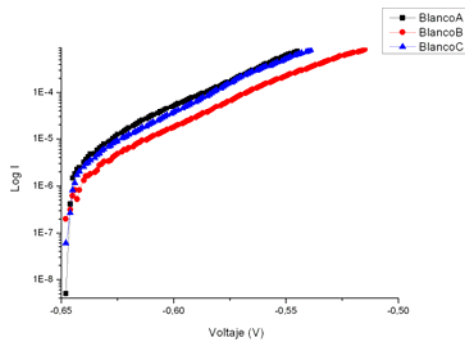
b) Muestra a lija 320 implantada



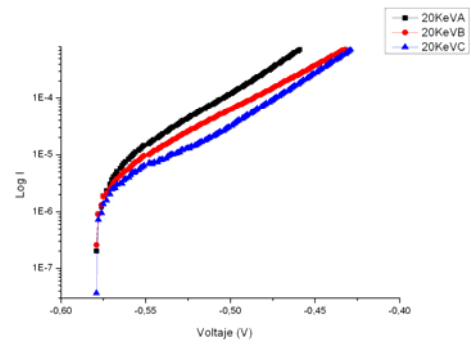
c) Muestra a lija 600 sin implantar



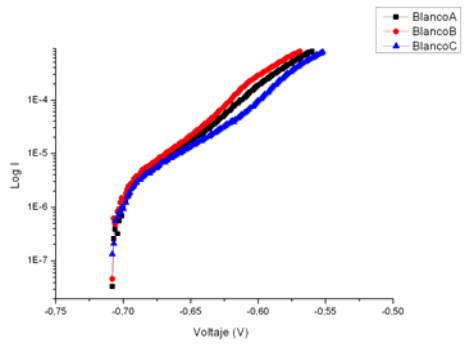
d) Muestra a lija 600 implantada



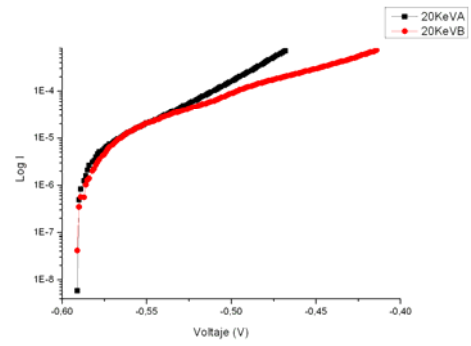
e) Muestra a lija 1200 sin implantar



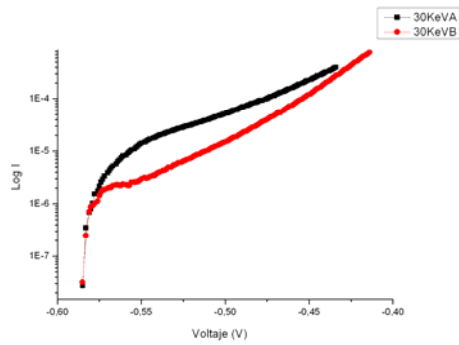
f) Muestra a lija 1200 implantada



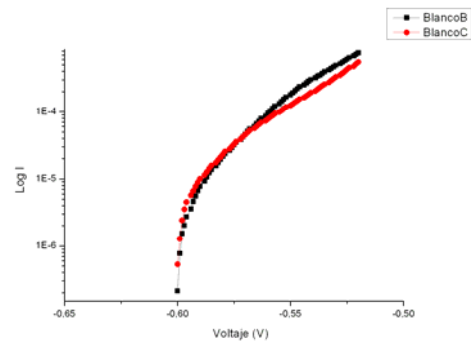
g) Muestra a paño de 6 micras sin implantar



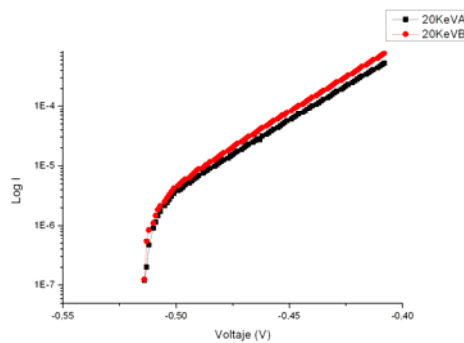
h) Muestra paño de 6 micras implantada



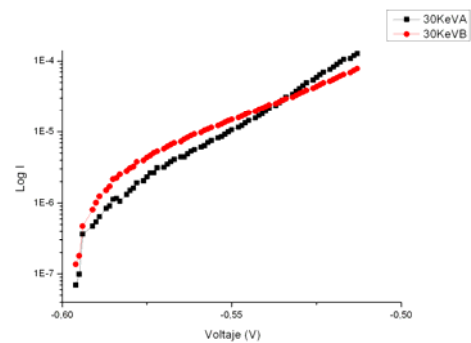
i) Muestra a paño de 6 micras implantada



j) Muestra a paño de 1 micra sin implantar



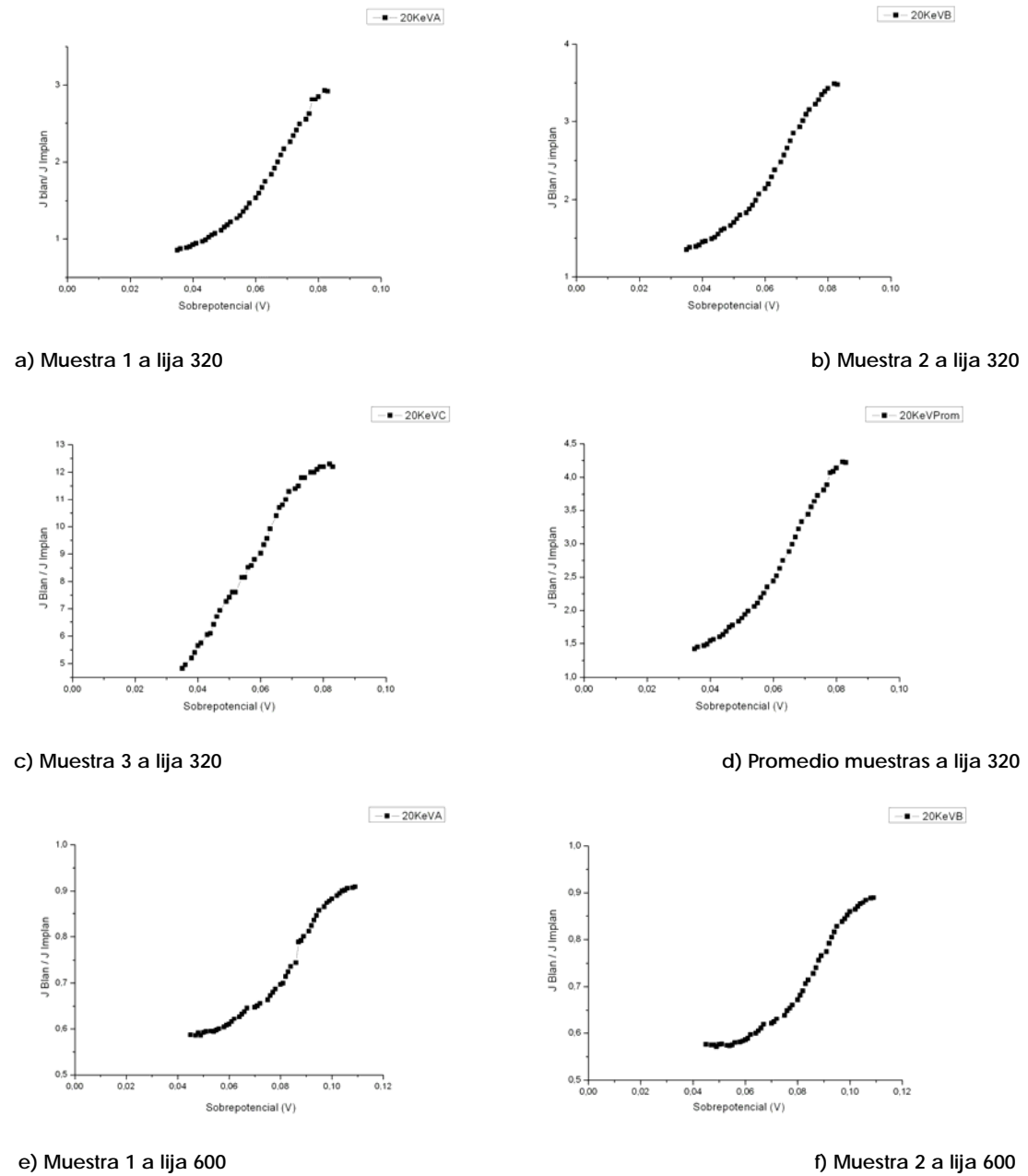
k) Muestra a paño de 1 micra implantada

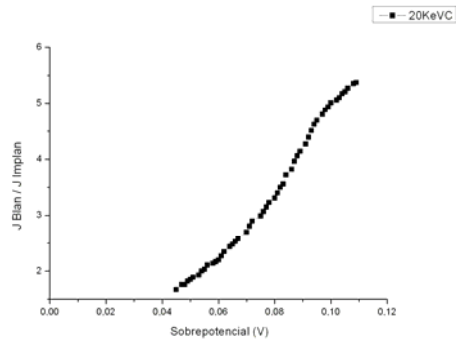


l) Muestra a paño de 1 micra implantada

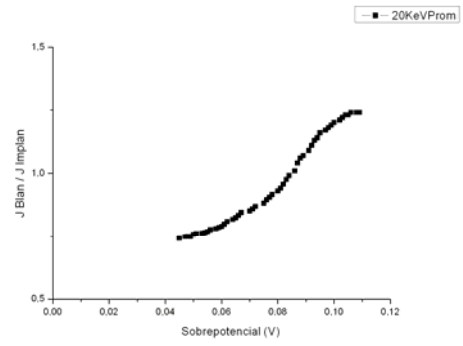
El cociente entre las densidades de corriente; densidad de corriente de la muestra no implantada sobre la densidad de corriente de la muestra implantada en función del sobre-potencial es realizado para todas las muestras las cuales presentan diferente acabado superficial y energía de tratamiento, se presentan en la figura 3.4. Como se puede apreciar, para algunas situaciones los datos llegan hasta el máximo en las curvas presentadas, esto se debe al error presentado por un factor de escala en el momento de la adquisición de datos en el software del equipo.

Figura. 3.4 Cociente entre las densidades de corriente en función del sobre-potencial para las muestras implantadas a energías de 20 keV y 30 keV

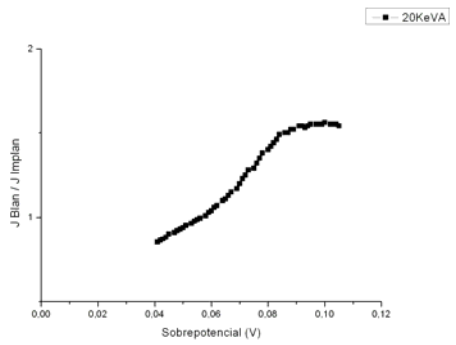




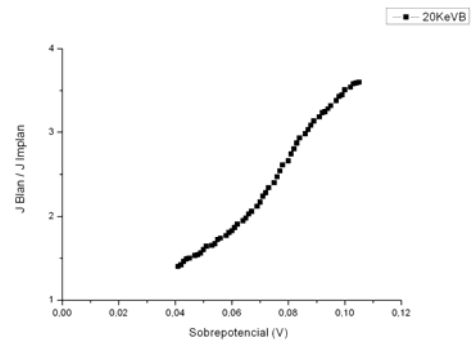
g) Muestra 3 a lija 600



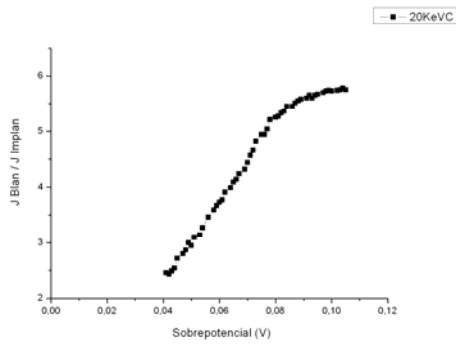
h) Promedio muestras a lija 600



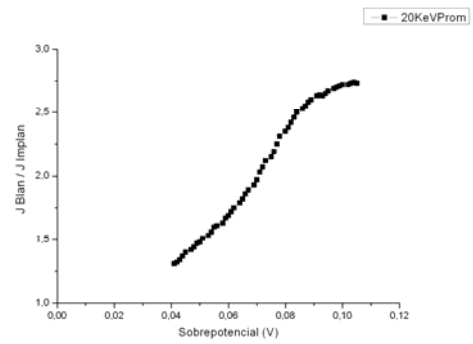
i) Muestra 1 a lija 1200



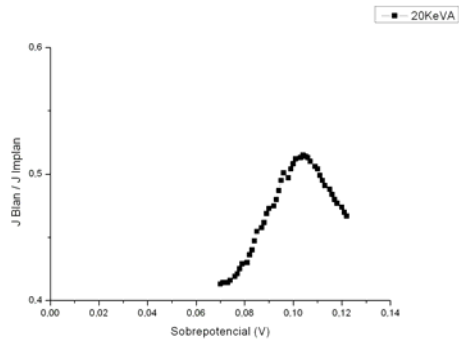
j) Muestra 2 a lija 1200



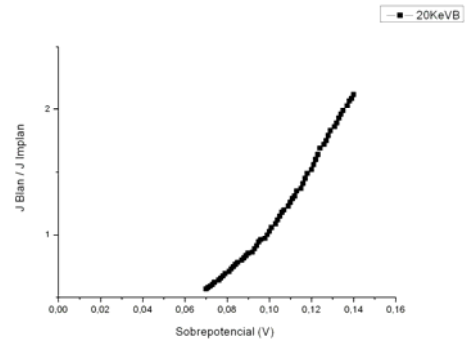
k) Muestra 3 a lija 1200



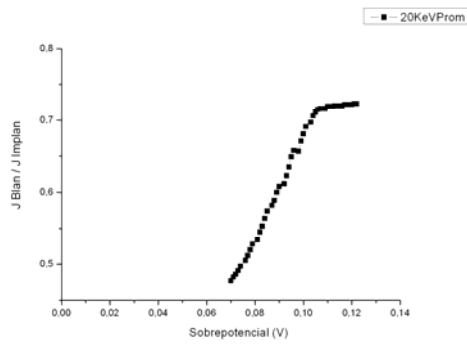
l) Promedio muestras a lija 1200



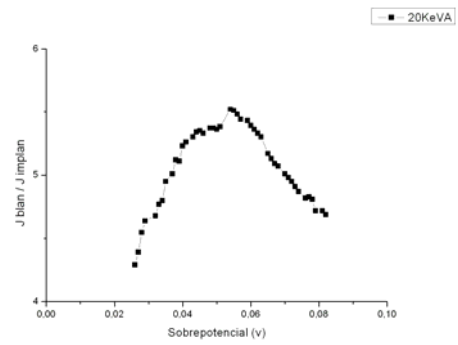
m) Muestra 1 a paño de 6 micras



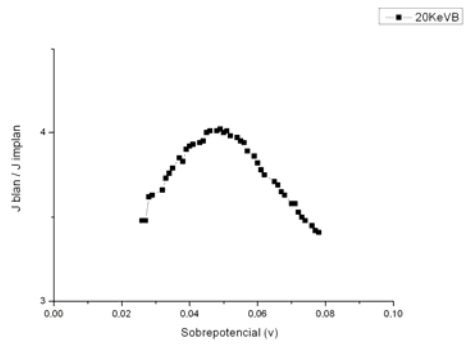
n) Muestra 2 a paño de 6 micras



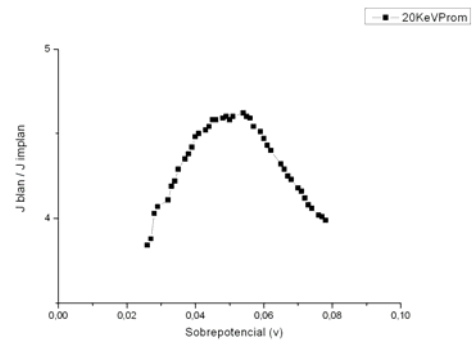
ñ) Promedio muestras a paño de 6 micras



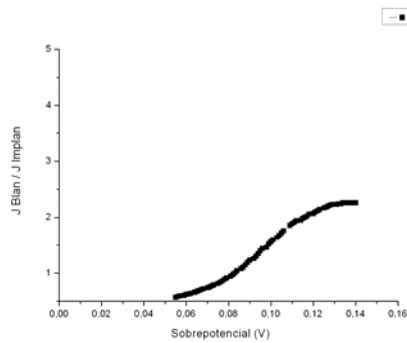
o) Muestra 1 a paño 1 micra



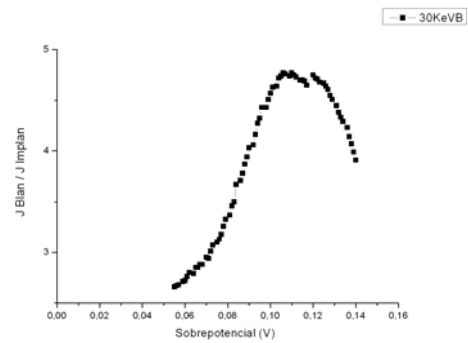
p) Muestra 2 a paño de 1 micra



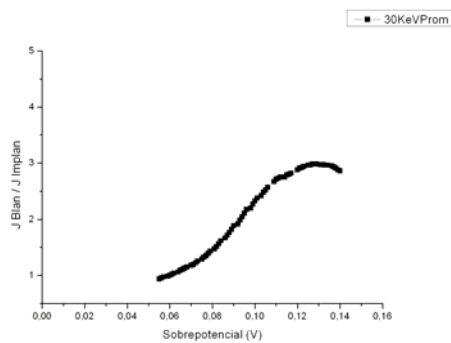
q) Promedio muestras a paño de 1 micra



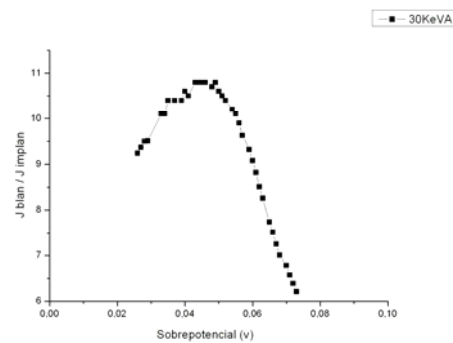
r) Muestra 1 a paño de 6 micras



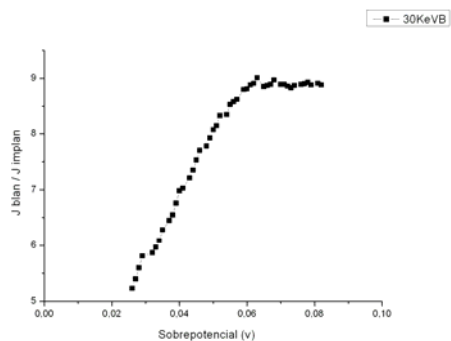
s) Muestra 2 a paño de 6 micras



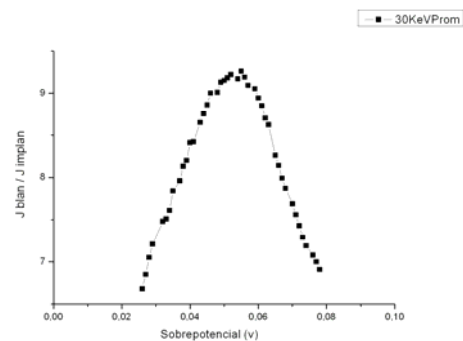
t) Promedio muestras a paño de 6 micras



u) Muestra 1 a paño de 1 micra



v) Muestra 2 a paño de 1 micra

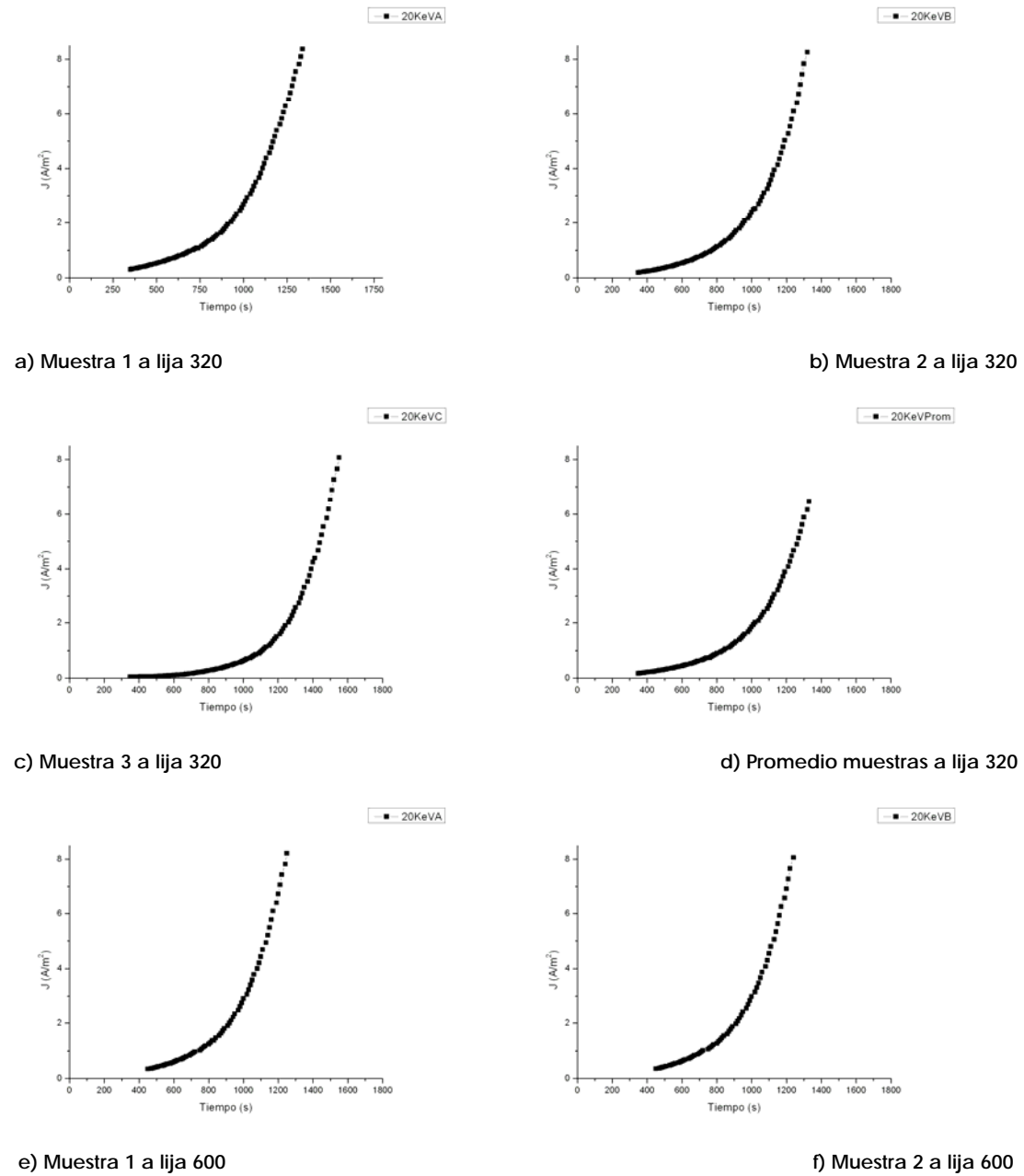


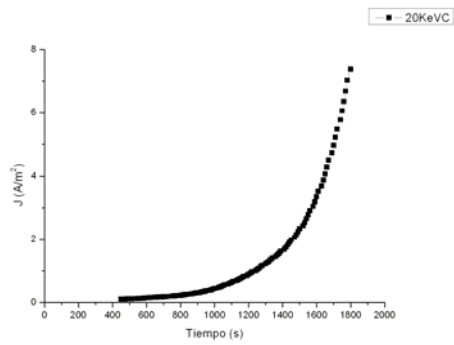
w) Promedio muestras a paño de 1 micra

Resulta muy interesante el resultado que se obtiene del área bajo la curva de la densidad de corriente en función del tiempo; las curvas correspondientes a las muestras implantadas a diferentes acabados superficiales y energías de tratamiento, se representan en la figura 3.5. Los valores de sus respectivas áreas y las estimaciones del máximo de

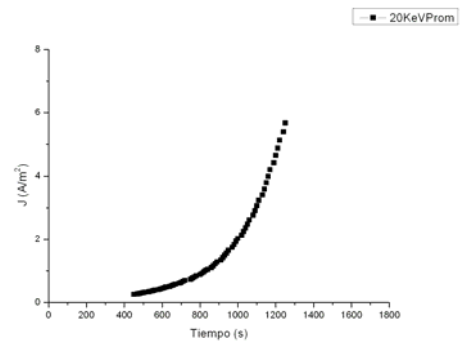
profundidad de nitrógeno implantado en las muestras, se registran en la tabla 3.1.

Figura 3.5 Densidad de corriente en función del tiempo para las muestras implantadas a energías de 20 keV y 30 keV

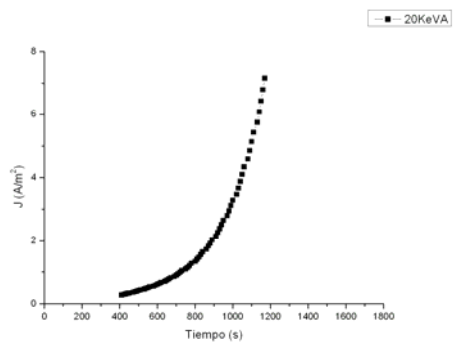




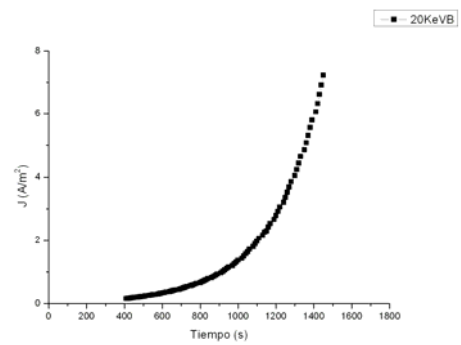
g) Muestra 3 a lija 600



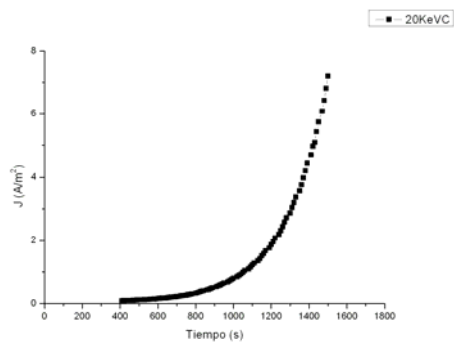
h) Promedio muestras a lija 600



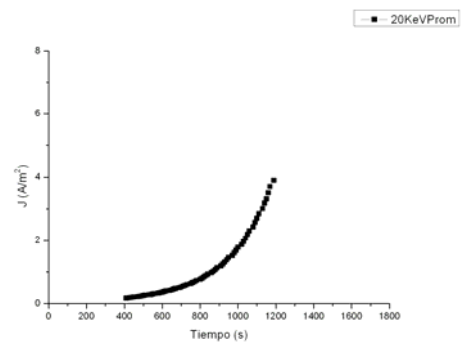
i) Muestra 1 a lija 1200



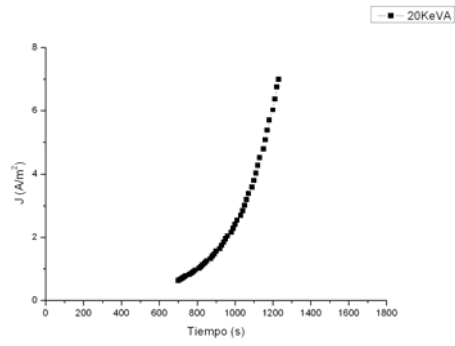
j) Muestra 2 a lija 1200



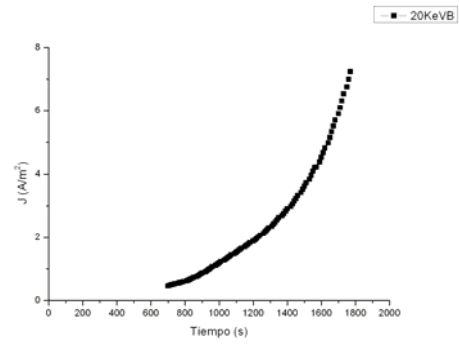
k) Muestra 3 a lija 1200



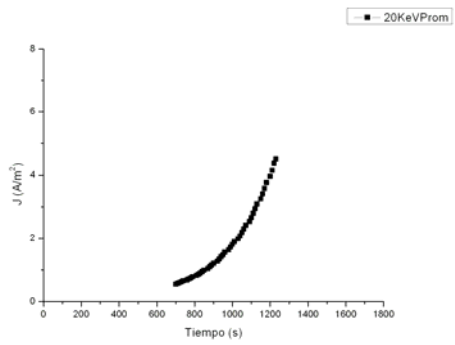
l) Promedio muestras a lija 1200



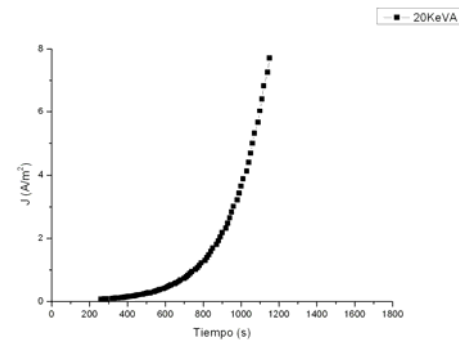
m) Muestra 1 a paño de 6 micras



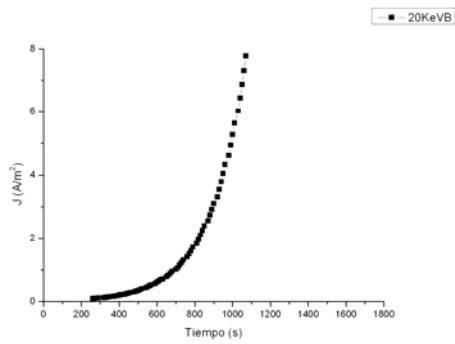
n) Muestra 2 a paño de 6 micras



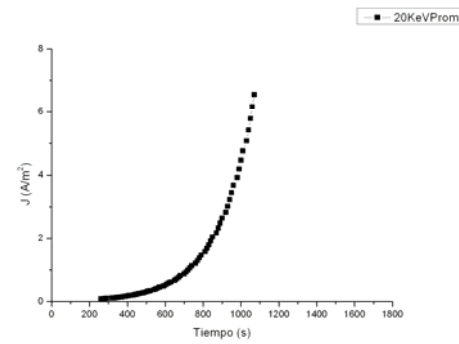
ñ) Promedio muestras a paño de 6 micras



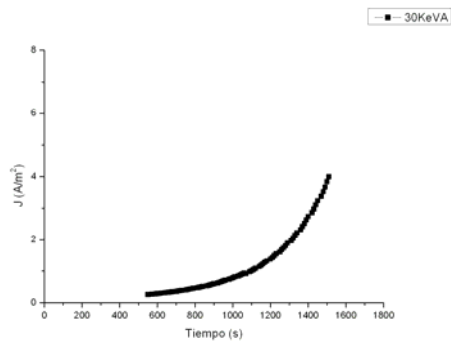
o) Muestra 1 a paño 1 micra



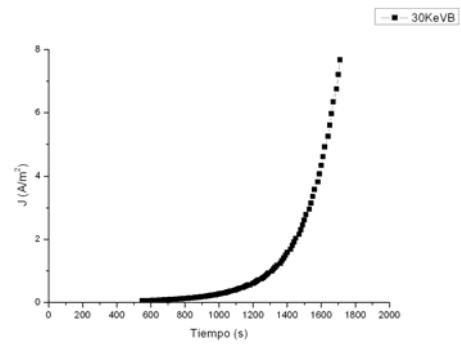
p) Muestra 2 a paño de 1 micra



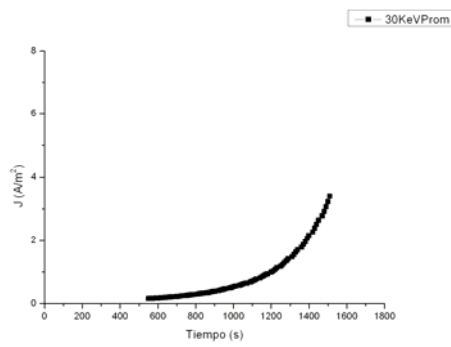
q) Promedio muestras a paño de 1 micra



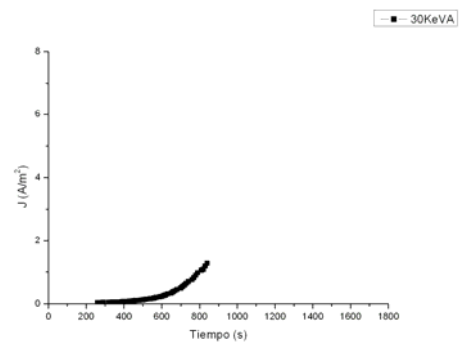
r) Muestra 1 a paño de 6 micras



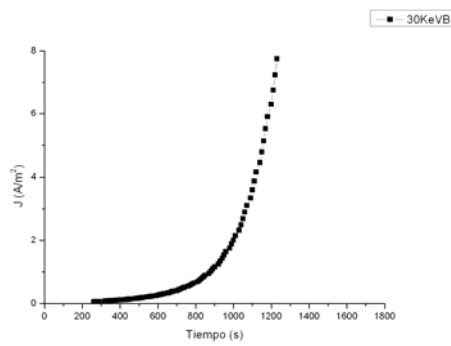
s) Muestra 2 a paño de 6 micras



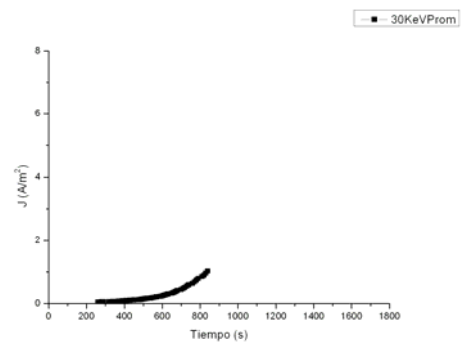
t) Promedio muestras a paño de 6 micras



u) Muestra 1 a paño de 1 micra



v) Muestra 2 a paño de 1 micra



w) Promedio muestras a paño de 1 micra

Tabla 3.1 Estimación del máximo de profundidad del nitrógeno implantados en las muestras

Voltaje de la Descarga	Pulido Superficial	Área [ $m^2$ ]	Profundidad [ $\text{Å}$ ]
20 kV	Lija 320 - A	352.09	131.0021
20 kV	Lija 320 - B	268.745	99.8915
20 kV	Lija 320 - C	59.445	22.1177
20 kV	Lija 320 - Prome.	220.405	82.0060
20 kV	Lija 600 - A	949.095	353.1298
20 kV	Lija 600 - B	979.425	364.4147
20 kV	Lija 600 - C	163.820	60.9525
20 kV	Lija 600 - Prome.	670.450	249.4543
20 kV	Lija 1200 - A	701.500	261.0071
20 kV	Lija 1200 - B	410.745	152.8259
20 kV	Lija 1200 - C	218.2325	81.1978
20 kV	Lija 1200 - Prome.	492.830	183.3673
20 kV	Paño $6\mu$ - A	503.625	187.3838
20 kV	Paño $6\mu$ - B	1004.99	373.9266
20 kV	Paño $6\mu$ - Prome.	589.770	219.4357
30 kV	Paño $6\mu$ - A	782.275	291.0611
30 kV	Paño $6\mu$ - B	109.301	40.6676
30 kV	Paño $6\mu$ - Prome.	385.440	143.4106
20 kV	Paño $1\mu$ - A	46.511	17.3053
20 kV	Paño $1\mu$ - B	43.095	16.0344
20 kV	Paño $1\mu$ - Prome.	54.486	20.2726
30 kV	Paño $1\mu$ - A	10.7695	4.0070
30 kV	Paño $1\mu$ - B	56.487	21.0171
30 kV	Paño $1\mu$ - Prome.	28.715	10.6840

Los valores aproximados de la profundidad de los iones de nitrógeno que reporta la tabla 3.1, son muy similares a los obtenidos experimentalmente por las técnicas XPS, SIMS, AES y a los calculados mediante las simulaciones TRIM y DM. La diferencia de estos resultados puede estar relacionados por las irregularidades de la superficie de la muestra implantada, debido a que estas primeras capas se encuentran ligadas directamente con impurezas, óxidos y la formación de mono-capas.

En la tabla 3.1 se presenta una dispersión significativa en los resultados referente a los estimativos de las profundidades en las muestras que se encuentran bajo las mismas condiciones de tratamiento y acabado superficial, para llegar a una estandarización o corrección de estos valores es recomendable realizar en número mayor de ensayos.

Posteriormente se realizaron mediciones de rugosidad en el rugosímetro Hommel Tester T500 (ver figura), a las muestras pulidas superficialmente con papel abrasivo número 320, 600 y 1200 sin implantar e implantadas con nitrógeno. Se busca conocer, si la Implantación de iones de nitrógeno causa algún tipo de efecto respecto a la rugosidad en la superficie del material.

## **3.2 RUGOSIDAD SUPERFICIAL**

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 normalizados que proporcionarían información cuantitativa de la superficie analizada (García, 1993).

Figura 3.6 Equipo para análisis de rugosidad (rugosímetro)



### 3.2.1 Técnicas y Métodos para Medir la Rugosidad

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 (Hinojosa M. y Reyes M., 2001).

### 3.2.2 Los Parámetros de Rugosidad

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 (<http://www.usmp.edu.pe>).

### 3.2.2.1 Altura máxima del perfil ( $R_{\max}$ )

Máxima distancia entre la cresta más alta ( $R_p$ ) y el valle más bajo ( $R_m$ ).  
 $R_{\max}$ , es la mayor desviación de rugosidad de las cinco obtenidas en cada longitud básica.

### 3.2.2.2 Altura de las irregularidades en diez puntos ( $R_z$ )

La amplitud media  $R_z(DIN)$  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 (Ver ecuación 3.1).

$$R_z(DIN) = \frac{R_z1 + R_z2 + R_z3 + R_z4 + R_z5}{5} \quad (3.1)$$

$R_z(ISO)$ , representa la media de las distancias entre los 5 picos más elevados y los 5 valles más profundos dentro de la longitud básica (Ver ecuación 3.2).

$$R_z(ISO) = \frac{Yp1 - Yv1 + Yp2 - Yv2 + Yp3 - Yv3 + Yp4 - Yv4 + Yp5 - Yv5}{5} \quad (3.2)$$

### 3.2.2.3 Desviación media aritmética del perfil ( $R_a$ )

Rugosidad Media Aritmética ( $R_a$ ), 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:

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |y(x)| dx \quad (3.3)$$

Donde  $L$  es la longitud de muestreo, que es el parámetro que incorporan prácticamente la totalidad de instrumentos de medida actuales y uno de los más usados en ingeniería.

#### 3.2.2.4 Rugosidad media cuadrática DIN 4761/1 ( $R_q$ )

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  $L$ . 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:

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L [y(x)]^2 dx} \quad (3.4)$$

$R_a$  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.

A continuación (tabla 3.2), se muestran los valores de rugosidad para muestras sin implantar e implantadas, donde se puede notar que la dosis de iones de nitrógeno implantado en el material, disminuye la rugosidad en la superficie.

Tabla 3.2 Rugosidad para muestras sin implantar e implantadas

Acabado Superficial	$R_z (\mu m)$		$R_a (\mu m)$		$R_{max} (\mu m)$	
	No implantado	Implantado	No implantado	Implantado	No implantado	Implantado
Lija 320	1.34	0,71	0,15	0,09	1,53	1,03
Lija 600	0,37	0,31	0,04	0,03	0,46	0,43
Lija 1200	0,27	0,22	0,02	0,01	0,40	0,32
Paño $6 \mu$	0.48	0.15	0.08	0.02	1.12	0.21
Paño $6 \mu$	0.48	0.36	0.08	0.03	1.12	0.82
Paño $1 \mu$	0.51	0.31	0.03	0.03	1.73	0.78
Paño $1 \mu$	0.51	0.46	0.03	0.05	1.73	1.00

### 3.3 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA

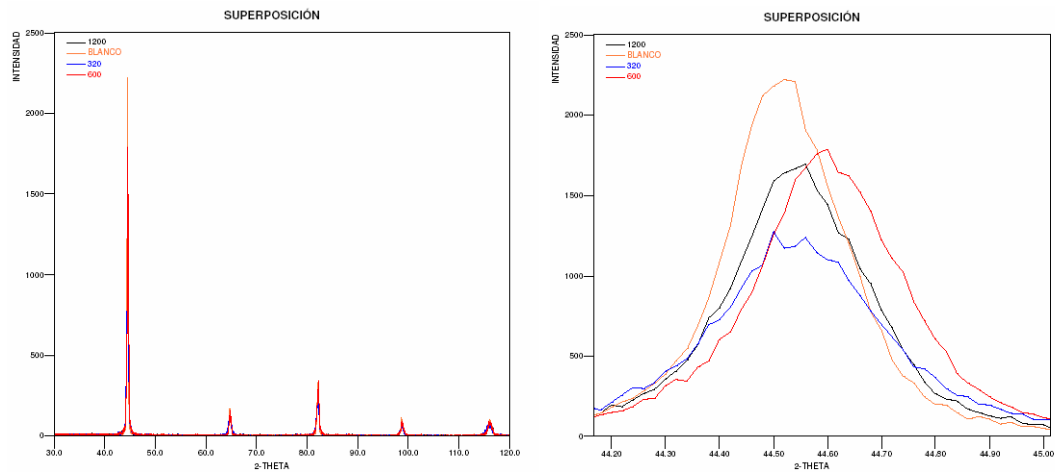
Se realiza la caracterización Química mediante la técnica de Difracción de Rayos X (DRX) en el laboratorio de Difracción de Rayos X de la Universidad Industrial de Santander. Las muestras sin implantar e implantadas las cuales presentan diferente acabado superficial se les realiza un análisis cualitativo de las fases presentes o compuestas mediante la comparación del perfil observado con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del *International Centre for Diffraction Data* (ICDD) (ver figura 3.7 y 3.8).

Las muestras son montadas en un portamuestra de aluminio mediante la *técnica de llenado frontal* y el análisis se realiza en un difractómetro de polvo marca RIGAKU modelo D/MAX III B bajo las condiciones reportadas en la tabla 3.3.

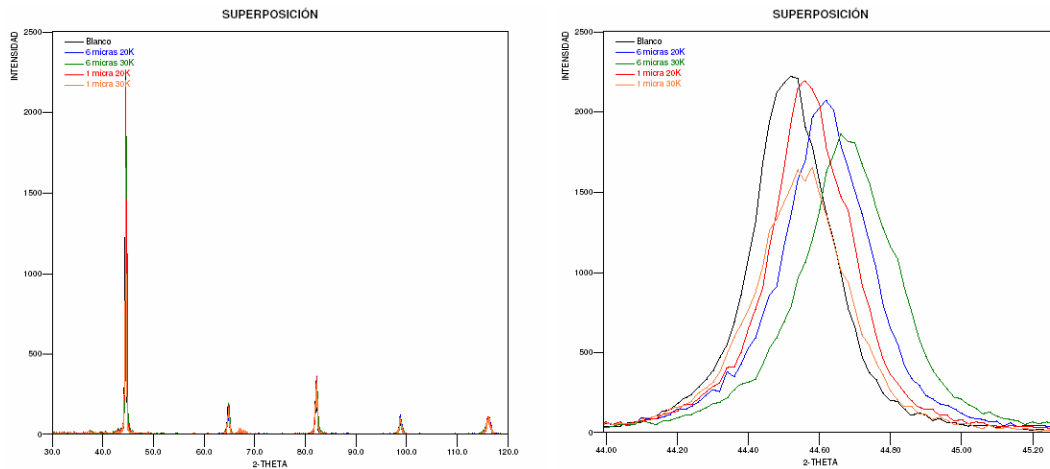
Tabla 3.3 Condiciones de trabajo de la técnica DRX

PARÁMETRO	VALOR O INDICACIÓN
Voltaje	40 kV
Corriente	20 mA
Rendija DS	1°
Rendija RS	0.3 mm
Rendija SS	1°
Muestreo	0.02° 2theta
Rango de Medición	30–120° 2theta
Radiación	CuK $\alpha$ 1
Monocromador	Grafito
Tipo de barrido	Continuo
Velocidad de Barrido	1.2° /min

Figura 3.7 Superposición de los espectros obtenidos por la técnica de DRX



a) Muestras sin implantar e implantadas con acabado superficial a lija



**b) Muestras sin implantar e implantadas con acabado superficial a paño**

De los análisis obtenidos por la técnica de DRX y representados en la figura 3.7 (a y b) no se observa la formación de algún compuesto tal como el nitruro de Hierro ( $Fe_xN$ ), que puede ser debido a que se encuentra en muy poca proporción y la baja sensibilidad de la técnica no los determina o como el nitrógeno al ser implantado en el metal se ubica en los espacios intersticiales es apantallado por otro elemento o compuesto.

Sin embargo al realizar la superposición de las muestras, se ve claramente que el nitrógeno dentro el metal produce variaciones tales como la disminución de planos refractados en el rango de las intensidades y la reducción de la celda unidad en la posición de 2 theta.

# CONCLUSIONES

- ✍ Se realiza un análisis de composición química y metalográfico a las muestras antes de ser sometidas al tratamiento superficial, donde se comprueba que el material en estudio corresponden a un acero aleado de tipo AISI 4140 en estado bonificado con microestructura de martensita revenida.
- ✍ Se logra en el dispositivo JUPITER la modificación superficial tridimensional uniforme en muestras de acero AISI 4140 con parámetros de frecuencia, duración y voltaje del pulso establecidos durante los experimentos. Los pulsos de voltaje y corriente poseen una forma cuasi-rectangular durante el tiempo total de encendido de la descarga.
- ✍ Mediante ensayos electroquímicos se encontró un estimativo de la distribución de la concentración de iones de nitrógeno implantado por profundidad en las muestras con diferente energía de tratamiento y acabado superficial.
- ✍ La exploración del nuevo método de caracterización superficial para la determinación de los perfiles a profundidad mediante el análisis de ensayos potencio-dinámicos da resultados muy similares a los reportados por las técnicas experimentales XPS, AES, SIMS, AFM y al reportado por las simulaciones TRIM y DM.

- ✎ Se determinó la rugosidad superficial de las muestras pulidas a papel abrasivo y paño, encontrándose que la implantación de iones de nitrógeno produce una disminución significativa de la rugosidad superficial.
- ✎ La técnica de Difracción de Rayos X reporta resultados interesantes respecto al efecto causado por la implantación de iones de nitrógeno en las muestras de acero AISI 4140 donde se produce una disminución de los planos refractados en el rango de las intensidades y la reducción de la celda unidad superficial en la posición 2 theta en comparación con la muestra sin implantar.

# ANEXO A



*Manizales, 01 de octubre de 2007*

Ingeniero  
WILSON VESGA  
UIS

El siguiente es el resultado de la composición química de las muestras enviadas:

ELEMENTO	MUESTRA 1	MUESTRA 4
C (%)	0.20	0.40
Mn (%)	0.56	0.85
Si (%)	0.16	0.24
S (%)	0.020	0.018
P (%)	0.021	0.012
Cr (%)	0.18	0.85
Ni (%)	0.11	0.09
Cu (%)	0.22	0.17
Zn (%)	0.013	0.019
V (%)	0.004	0.026
Al (%)	0.001	0.002
Mo (%)	0.02	0.14
Nb (%)	0.015	0.007

El resultado de este análisis es válido solamente para la muestra sometida a ensayo.

Atentamente,

**Ing. LUIS CARLOS CORZO GAMBOA**  
Director de Gestión de Calidad

# REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

V. Niño E. Dannier, "Comportamiento del Acero AISI-SAE 4140 Implantado con Iones de Nitrógeno en Ambientes Hidrogenado", Tesis de Pregrado, Universidad Industrial de Santander, (2004).

Dulce Moreno H. Jaime, "Implantación Iónica Tridimensional Mediante Descargas de Alto Voltaje a Bajas Presiones del Dispositivo Júpiter", Tesis Doctoral, Universidad Industrial de Santander, (2002).

Torres A. Edmanuel E., "Simulación de Implantación de Nitrógeno en Hierro Policristalino por el Método de Dinámica Molecular", Tesis de Magíster, Universidad Industrial de Santander, (2005).

Silva M. A., "Estudio de la Implantación Iónica Tridimensional (3DII) en Descargas a Baja Presión como Protección de Aceros a la Permeación de Hidrógeno", Tesis de Maestría, Universidad Industrial de Santander, (2004).

Bautista Carlos O., "Estudio de una Descarga de Alto Voltaje a Bajas Presiones", Tesis de Pregrado, Universidad Industrial de Santander, (2003).

Torres A. Edmanuel E., "Estudio de la Implantación de Iones de Nitrógeno en  $\alpha$ -Hierro en Aproximación de Colisiones Elásticas", Tesis de Pregrado, Universidad Industrial de Santander, (2002).

Rojas Laurens Luis C., "Modificación de la Superficie de los Aceros AISI SAE-4140 por Acción de un Plasma de Nitrógeno Creado en una Descarga Luminiscente de Radiofrecuencia", Tesis de Magíster, Universidad Industrial de Santander, (1996)

V. Niño E. Dannier, V. D. Dougar-Jabon, Comportamiento del Acero AISI SAE-4140 Implantado con Iones de Nitrógeno en Ambientes Hidrogenado, Revista colombiana de Física, ISSN 0120-2650, Vol. 38 No. 1, (2006) 61-64.

Rueda V. Alejandro, H. J. Dulce M., Peña R. Gabriel, Torres M. Pedro P., Estudio del Comportamiento de la Corrosión de un Acero al Carbono Implantado con Nitrógeno, Revista colombiana de Física, ISSN 0120-2650, Vol. 38 No. 2, (2006) 894-897.

H. J. Dulce M., V. Dougar-Jabon, Cabrera Carlos R., Estudio Mediante XPS de un Acero al Carbono Implantado con Nitrógeno por medio de Descargas de Alto Voltaje a Bajas Presiones, Revista colombiana de Física, ISSN 0120-2650, Vol. 35 No. 2, (2003) 332-336.

H. J. Dulce M., Rueda V. A., V. Dougar-Jabon, Phys. Stat. Sol. (c), 2, No. 10, 3778 (2005).

Torres A. Edmanuel E., V. D. Dougar-Jabon, Aplicación del Método de Dinámica Molecular a la Implantación de Iones de Nitrógeno en Hierro, Revista colombiana de Física, ISSN 0120-2650, Vol. 38 No. 1, (2006) 89-92.

V. D. Dougar-Jabon, H. J. Dulce, P. A. Tsygankov, Rev. Sci. Intr., 73, 828 (2002).

Bautista M. Carlos O., H. J. Dulce M., V. Dougar-Jabon, Diagnostico de un Plasma Generado por Descargas de Alto Voltaje a Bajas Presiones, Revista colombiana de Física, ISSN 0120-2650, Vol. 35 No. 2, (2003) 328-331.

Bautista M. Carlos O., Cabanzo, V. Dougar-Jabon, Caracterización Espectroscópica de una Descarga de Alto Voltaje a Bajas Presiones, Revista colombiana de Física, ISSN 0120-2650, Vol. 38 No. 2, (2006) 854-857.

Dougar V., J Castro, J. Dulcé, P. A. Tsygankov, Device "JUPITER" for ion implantation, Revista colombiana de Física, ISSN 0120-2650, Vol. 31 No. 2, (1999) 181-184.

Dougar V., J. Dulcé, M. Guerra-Mutiz, Revista colombiana de Física, ISSN 0120-2650, Vol. 31 No. 2, (1999) 173-176.

Khvesyuk V. I., Tsygankov P. A., The Use a High-Voltage Discharge at Ion Pressure for 3D Ion Implantation, Surface & Coatings Technology 96 (1997) 68-74.

Dougar V., J. Dulcé, P.A. Tsygankov, High voltage pulse discharge for ion treatment of metals, Rev. Sci. Instr., Vol. 73, No. 2, (2002) 828-830.

N. Sato, Electrochemistry at Metal and Semiconductor Electrodes, Elsevier, Notherlands, 379 (1998).

A. E. Kezmaç and A. V. Kozheurov, Protection of Metals, 40, No. 3, 289 (2004).

Pokrovskaya-Saboleva A. S. and Klarfeld B. N, Russian J. Appl. Phys., 32, (1957) 993-1000.

Shamin M. M., Conrad J. R. et al, J. Appl. Phys., 70, (1991) 4756-4759

Berni L. A., Ueda M., Gomes G. F., et al, Experimental results of a dc glow discharge source with controlled plasma floating for plasma immersion ion implantation, J. Phys. D: Appl. Phys., 33, (2000) 1592-1595.

McClure G. W., High-Voltage Glow Discharges in D<sub>2</sub> Gas. I. Diagnostic Measurements, Phys. Rev, 124, (1961) 969-982.

Conrad J. R., Radtke J. L., Dodd R. A., et al, Plasma source ion-implantation technique for surface modification of materials, J. Appl. Phys., 62, (1987) 4591-4596.

Conrad J. R., U.S. patent No. 4764394.-Date of patent 16/08/1988.

Niño J. Carlos A., Díaz O. William, Evaluación de la Corrosión en Caliente por Métodos Electroquímicos de un Acero AISI SAE 304H en Presencia del Oxido de Níquel como Inhibidor, Tesis de Pregrado, Universidad Industrial de Santander, (2005).

Gomez B. J., S. P. Brühl, J. feugeas and A. Ricard, Time variation of N<sub>2</sub> active species in pulsed N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub> DC discharges, J. Phys. D: Appl. Phys. 32 (1999), 1239.

Machado J., S. Brühl, J. N. Feugeas and B. J. Gomez, Tribological properties of pulsed ion nitrided AISI 4140 steel, Surface Engineering 15 (1999), 313.

[www.suppliersonline.com](http://www.suppliersonline.com)

<http://materiales.eia.edu.co>