

**CARACTERIZACIÓN DEL ACERO AISI SAE 4140 MODIFICADO
SUPERFICIALMENTE CON IONES DE TITANIO Y DE NITRURO DE TITANIO**

DIEGO FERNANDO CARREÑO DUARTE

OSCAR FERNANDO SANTOS RODRIGUEZ

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICO MECÁNICAS
ESCUELA DE INGENIERIA MECÁNICA
BUCARAMANGA**

2014

**CARACTERIZACIÓN DEL ACERO AISI SAE 4140 MODIFICADO
SUPERFICIALMENTE CON IONES DE TITANIO Y DE NITRURO DE TITANIO**

DIEGO FERNANDO CARREÑO DUARTE

OSCAR FERNANDO SANTOS RODRIGUEZ

Trabajo de Grado como requisito para optar el título de

INGENIERO MECÁNICO

DIRECTOR

ING. EXPEDITO LOZANO GOMEZ

Profesor Asistente-UIS

CODIRECTOR

M.Sc. ELY DANNIER V-NIÑO

Profesor Asistente - UPB

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIA FISICO MECÁNICAS
ESCUELA DE INGENIERIA MECÁNICA
BUCARAMANGA**

2014

DEDICATORIA

Quiero dedicar mi primer gran triunfo a todas las personas que me han brindado todas esas enseñanzas que me hacen ser lo que hoy soy y obviamente a Dios que me permitió vivirlas.

Madre, gracias por ser ese pilar eterno de fuerza, valor y amor ilimitado, sin todo esto y muy seguramente por muchas cosas más, no sería la persona que en estos momentos estaría a punto de cumplir este sueño.

Padre, a ti te debo mucho, tu apoyo nunca fue escaso, de hecho fue inagotable, gracias por creer en mí y lo logre, te aseguro que no será la última vez en que te haga sentir orgulloso.

A mi hermoso hijo, quien me dio a conocer ese amor infinito y ese impulso incansable de hacerlo feliz, de ver su sonrisa cada día y darle siempre lo mejor.

A ti mujer, que en las adversidades estuviste acompañándome, brindándome tu amor y compañía, gracias.

A mis hermanos quienes quiero y son parte importante en vida

A mi familia, abuelos, tíos y primos, que han hecho y harán parte de mi vida.

A mis amigos que han estado en cada ciclo de esta etapa que estoy a punto de cumplir, gracias por su amistad

Diego Carreño

DEDICATORIA.

A dios por guiarme, darme salud, por haber forjado la persona que soy hoy día y por permitirme alcanzar este sueño.

A mi madre Luisa Rosa Rodríguez, por ser el motor de mi vida, por ser esa persona que con su sacrificio, comprensión, paciencia, amor me pudo brindar la oportunidad de alcanzar esta meta, siempre velando por mi bienestar y educación, la amo con todo mi corazón y espero poderle retribuir por todas las cosas que ha hecho por mí.

A mi padre José del Carmen Santos, por ser esa persona que ha luchado día a día por el bienestar de nosotros, siempre siendo un apoyo y gran ejemplo a lo largo de mi vida.

A ella, quien ha compartido momentos de felicidad inolvidables, brindándome siempre su amor incondicional, Claudia Ramírez.

A mi hermano Jeisson Santos por ser esa persona con la cual siempre puedo contar, A mi hermana Heidy Santos por estar siempre presente, A mi familia, en especial a mis tíos Ernesto Rodríguez y Jesús Rodríguez por su respaldo incondicional, cariño y buenos consejos, A mis primos por su amistad brindada.

A mis hermanos TOROS, por su compañerismo, amistad y por ayudarme a ser una persona íntegra.

A mis sobrinos a quienes amo y son una parte importante de mí, Brayan, Nicol y Gabriela

OSCAR SANTOS

AGRADECIMIENTOS

Al profesor Expedito Lozano Gómez, por su tiempo dedicado, quien con su conocimiento y experiencia nos sirvió de guía no solo en el desarrollo del presente proyecto de grado, sino también a lo largo de nuestra formación profesional.

A Ely Dannier V-Niño, por su apoyo, orientación y seguimiento a lo largo del proyecto, fomentando en nosotros el interés por la investigación, para él nuestros más sinceros agradecimientos

A Edwin Piñeres, por su colaboración en la elaboración de nuestro proyecto de grado.

A los profesores Fredy y Hernán por su disposición al trabajo y colaboración desinteresada, facilitando siempre la continuidad de este proyecto.

A todos los docentes de nuestra escuela de ingeniería mecánica por habernos formados como profesionales íntegros.

A nuestros padres, hermanos, familiares y amigos por su constante compañía a lo largo de nuestra vida universitaria brindándonos su apoyo de una u otra forma.

A todos ellos nuestros más sinceros agradecimientos.

Diego Fernando Carreño

Oscar Fernando Santos

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	19
1. MARCO TEORICO	21
1.1 Corrosión	21
1.1.1 Importancia de estudiar la corrosión	21
1.1.2 Tipos de corrosión	22
1.1.3 Corrosión bajo tensión (SCC)	23
1.1.4 Corrosión por hidrogeno	25
1.1.5 Corrosión por ácido sulfhídrico (H ₂ S)	27
1.2 Modificación Superficial	30
1.2.1 Deposición física en fase vapor (PVD)	31
1.2.2 Bombardeo iónico	32
1.2.3 Implantación iónica	33
1.2.4 Implantación iónica tridimensional (3DII)	34
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	36
2.1 Material Seleccionado en el Experimento	36
2.1.1 Propiedades del acero AISI SAE 4140	37
2.1.2 Aplicaciones del acero AISI SAE 4140	37
2.1.3 Preparación de las probetas	38
2.2 Reactor para la modificación superficial de metales (MOSMET)	39
2.2.1 Generalidades	39
2.2.2 Componentes del reactor MOSMET	39
2.2.3 Montaje de las probetas en el reactor MOSMET	41
2.2.4 Parámetros de implantación	42
2.2.5 Cantidad de probetas a implantar	44
2.3 Proceso de Modificación Superficial	44
2.4 Evaluación de los Ensayos de Corrosión	50
2.4.1 Ensayo de corrosión bajo esfuerzos	50
2.4.2 Materiales y accesorios del sistema de SCC	51

2.4.3	Sub-ensambles y ensambles	54
3.	CALIBRACIÓN DE LOS ANILLOS TENSORES	57
3.1	Calibración de los Anillos Tensores	57
3.2	Determinación del Límite Elástico del Material	59
3.3	Cálculos de la Deformación a Aplicar	60
4.	ANÁLISIS ESTADÍSTICO	63
4.1	Experimento Unifactorial Completamente Aleatorizado	63
4.1.1	Deformación de las muestras	64
4.1.2	Fractura de la probetas	64
4.1.3	Planteamiento de hipótesis	65
4.1.4	Análisis de varianza (ANOVA)	66
4.1.5	Discusión de resultados	71
4.2	Evaluación con un Experimento Factorial	71
4.2.1	Tiempo de duración de las probetas	72
4.2.2	Planteamiento de hipótesis	72
4.2.3	Análisis de varianza (ANOVA)	73
4.2.4	Discusión de resultados	80
5.	CONCLUSIONES	82
6.	RECOMENDACIONES	84
	BIBLIOGRAFIA	86
	ANEXOS	91

LISTAS DE FIGURAS

Figura 1. Corrosión generalizada.	22
Figura 2. Condiciones necesarias para producir SCC.	24
Figura 3. Efectos del bombardeo iónico dependiendo de la energía y aceleración de los iones.	33
Figura 4: Dimensiones de las probetas en acero AISI SAE 4140	38
Figura 5. Componentes del reactor MOSMET.	40
Figura 6. Limpieza de las muestras.	41
Figura 7. Ubicación de las muestras en la cámara de descargas. En el porta muestra (izquierda), en la cámara de descarga (derecha).	42
Figura 8. Proceso de vacío primario mediante la bomba mecánica.	44
Figura 9. Proceso de activación de válvulas para encender la bomba turbo molecular.	45
Figura 10. Proceso de alto vacío. Iniciando el alto vacío (izquierda), indicación de alto vacío en la cámara de descarga (derecha).	46
Figura 11. Proceso de sputtering.	46
Figura 12. Apertura de la válvula de argón.	47
Figura 13. Proceso de implantación iónica con voltaje a 10 KeV.	47
Figura 14. Fuente de arco eléctrico (izquierda) y registro de los pulsos de voltaje y corriente en el osciloscopio (derecha)	48
Figura 15. Superficie de las probetas.	49
Figura 16. Celda de PVC (izquierda) y accesorios (derecha).	52
Figura 17. Anillo tensor con su comparador de carátula	53
Figura 18. Accesorios de los anillos tensores.	53

Figura 19. Sub-ensamble de la celda y la probeta	54
Figura 20. Ensamble final de un anillo tensor.	55
Figura 21 Montaje final de anillos tensores para las pruebas de SCC.	56
Figura 22. Curvas de calibración de cada uno de los anillos tensores utilizados.	58
Figura 23 Dimensiones de la probeta para el ensayo a tensión	59
Figura 24. Curva esfuerzo – deformación.	60
Figura 25. Promedios de duración de tiempo en el experimento.	71
Figura 26. Probeta de referencia.	92
Figura 27. Cargas y sujeciones. a) Geometría fija, b) fuerza normal de las probetas.	93
Figura 28. Creación de la malla de las probetas.	94
Figura 29. Resultado de esfuerzos de las probetas.	95
Figura 30. Resultado de desplazamientos de las probetas.	96
Figura 31. Modelo de la probeta para ensayo de tensión.	97
Figura 32. Cargas y sujeciones de las probetas de tracción	98
Figura 33. Creación de la malla de las probetas de tracción	99
Figura 34. Resultado de esfuerzos de las probetas de tracción.	100
Figura 35. Resultado de desplazamientos de las probetas de tracción.	100
Figura 36. Modelo de los anillos tensores.	101
Figura 37. Cargas y sujeciones en el anillo tensor	102
Figura 38. Creación de la malla en el modelo del anillo tensor.	103
Figura 39. Resultado de esfuerzos en los anillos.	104
Figura 40. Resultado de desplazamientos en los anillos.	105

LISTAS DE TABLAS

Tabla 1. Tipos de corrosión localizada.	23
Tabla 2. Composición química del acero AISI – SAE 4140.	36
Tabla 3: Parámetros establecidos para la implantación con Ti.	43
Tabla 4. Parámetros establecidos para la implantación con TiN.	43
Tabla 5. Propiedades químicas	51
Tabla 6. Propiedades físicas.	52
Tabla 7. Datos obtenidos del experimento de SCC.	63
Tabla 8. Deformación de las muestras.	64
Tabla 9. Tiempo de duración en horas de las probetas en horas.	65
Tabla 10. Arreglo típico de un experimento completamente aleatorizado.	66
Tabla 11. Tabla de análisis de varianza para el modelo con un solo factor y efectos fijos.	67
Tabla 12. Datos del tiempo total de cada muestra	69
Tabla 13. Análisis de varianza experimento completamente aleatorio.	70
Tabla 14. Valores del estadístico F_T para el análisis ANOVA.	70
Tabla 15. Tiempo duración [h], durante la evaluación de las probetas.	72
Tabla 16. Arreglo general de un diseño factorial de dos factores.	74
Tabla 17. Tabla de análisis de varianza para el diseño factorial de dos factores.	76
Tabla 18. Valores del tiempo de duración de las probetas implantadas y evaluadas en el SCC.	78
Tabla 19. Cantidad de niveles por factor y réplicas por factor.	78
Tabla 20: Análisis de varianza experimento factorial.	79
Tabla 21. Valores del estadístico F_T para el análisis ANOVA.	79

Tabla 22. Valores promedios del tiempo de duración de las probetas para el tiempo de exposición.	80
Tabla 23. Valores promedios del tiempo de duración de las probetas para el tipo de material implantado.	81
Tabla 24. Interacción entre los factores utilizando el valor medio de ellos.	81
Tabla 25. Cantidades físicas.	92
Tabla 26. Propiedades del Acero AISI SAE 4140 bonificado.	93
Tabla 27. Resultados del estudio de esfuerzos de las probetas.	95
Tabla 28. Resultados obtenidos de la modelamiento.	96
Tabla 29. Unidades de realización del estudio de las probetas de tracción.	97
Tabla 30. Propiedades del material utilizado para elaborar las probetas de tracción.	98
Tabla 31. Resultados del estudio de esfuerzos de las probetas de tracción.	99
Tabla 32. Unidades de realización del estudio de los anillos tensores.	101
Tabla 33. Propiedades del material del anillo tensor.	102
Tabla 34. Resultados del estudio de esfuerzos en el anillo tensor.	104
Tabla 35. Resultados de deformación en la simulación del anillo tensor	105

LISTAS DE ANEXOS

ANEXO A. Estudio de la probeta utilizada para los ensayos de corrosión	92
ANEXO B. Estudio de probeta para ensayos de tensión.	97
ANEXO C. Estudio de los anillos tensores.	101
ANEXO D. Tablas Análisis Experimento Unifactorial Completamente Aleatorizado utilizando Excel.	106

RESUMEN

TITULO: CARACTERIZACIÓN DEL ACERO AISI SAE 4140 MODIFICADO SUPERFICIALMENTE CON IONES DE TITANIO Y DE NITRURO DE TITANIO.

AUTORES: CARREÑO DUARTE, Diego Fernando, SANTOS RODRIGUEZ, Oscar Fernando.

PALABRAS CLAVES: Acero AISI SAE 4140, MOSMET, Modificación Superficial, Implantación iónica tridimensional, Fragilización por Hidrogeno, SCC, ANOVA.

DESCRIPCIÓN:

La implantación iónica tridimensional (3DII), es una técnica de tratamiento superficial avanzada, la cual es generada en el dispositivo MOSMET (modificación de superficies metálicas), mediante descargas híbridas (arco eléctrico y alto voltaje) a bajas presiones.

El presente estudio busca incrementar la resistencia a la corrosión en probetas fabricadas de acero AISI SAE 4140 modificadas superficialmente con iones de Titanio (Ti) y Nitruro de Titanio (TiN) sometidas a esfuerzos de tensión bajo carga constante (SCC).

La modificación superficial de especies metálicas (Ti) y no metálicas (N) en los sustratos de acero, se realizó con descargas pulsadas de alto voltaje y de arco eléctrico a bajas presiones durante 4 y 8 minutos de exposición. Con el objetivo de comprobar la efectividad de la implantación iónica como mecanismos de protección a la fragilización y agrietamiento bajo tensión, en presencia del ataque por corrosión, se simuló un ambiente hidrogenado de ácido sulfhídrico (H₂S) mediante una solución de tiosulfato de sodio hidratado ($Na_2S_2O_2 \cdot 5H_2O$), en condiciones de potencial y pH establecidos.

Una vez realizado el ANOVA, se obtuvo que las probetas sometidas al tratamiento superficial con iones de TiN a 10 KV y 8 minutos, obtuvieron el mayor tiempo de duración en la evaluación del SCC lo cual representa una mejor en la resistencia a la corrosión.

* Proyecto de Grado.

** Facultad de Ingenierías Físico-Mecánicas. Escuela de Ingeniería Mecánica. Director: Expedito Lozano Gómez. Codirector: Ely Dannier V-Niño.

ABSTRACT

TITLE: CHARACTERIZATION OF STEEL AISI SAE 4140 SURFACE-MODIFIED TITANIUM AND TITANIUM NITRIDE IONS.

AUTHORS: CARREÑO DUARTE, Diego Fernando. SANTOS RODRIGUEZ, Oscar Fernando.

KEY WORDS: AISI SAE 4140 steel, MOSMET, Surface treatment, Three-dimensional ion implantation, Hydrogen Embrittlement, SCC, ANOVA.

DESCRIPTION:

The three-dimensional ion implantation (3DII) is an advanced surface treatment technique, which is generated in the MMS (modification of metal surface) dispositive, through hybrid discharges (electric arc and high voltage) at low pressures.

This study seeks to increase corrosion resistance in samples made of AISI SAE 4140 steel, surface modified with titanium ions (Ti) and titanium nitride (TiN) subjected to tensile stress under constant load (SCC).

Surface modification of metal species (Ti) and non-metallic (N) on the substrates was performed with pulsed high voltage discharge and electric arc at low pressures for 4 to 8 minutes. In order to verify the effectiveness of the ion implantation as protection mechanisms to embrittlement and stress cracking in the presence of corrosion attack (SCC), a hydrogenated environment (H₂S) was simulated by a solution of sodium thiosulfate hydrated ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$), under established conditions of potential and pH.

Once realized the ANOVA, was obtained that the specimens subjected to the surface treatment with ions of TiN to 10 KV and 8 minutes, obtain a longer duration in the evaluation of SCC which represents an improved corrosion resistance.

* Degree Project.

** Physical Mechanical Engineerings Faculty. Mechanical Engineering. Director: Expedito Lozano Gomez
Codirector: Ely DannierV-Niño.

INTRODUCCIÓN

Los aceros expuestos en ambientes húmedos presentan problemas de fragilidad debido a que el hidrogeno en fase acuosa se disuelve y reacciona químicamente con los componentes del acero, debilitando significativamente sus propiedades mecánicas y físico-químicas, generando una corrosión del material. Este problema frecuente ocasiona una falla en las piezas que son fundamentales en las máquinas o estructuras.

Los principales efectos observados en los ambientes acuosos son: el agrietamiento inducido por hidrogeno y la corrosión bajo esfuerzos, que debido al pequeño volumen atómico del hidrogeno difunde con facilidad en la red cristalina. De este modo cualquier proceso que produzca hidrogeno atómico en la superficie del metal podrá ocasionar la absorción y posteriormente la fragilización de la superficie.

Diversos estudios realizados para disminuir las problemáticas causadas por el hidrogeno, han establecido que los aceros inoxidables y las aleaciones a base de cromo-níquel tienen alta resistencia a los daños producidos por el hidrogeno, debido principalmente a la baja movilidad que tiene este elemento en la estructura atómica compacta que poseen este tipo de materiales. Sin embargo el alto costo de fabricación y mantenimiento, los hace poco viables para la industria.

Tratando de mitigar los altos costos y considerando que la protección debe darse fundamentalmente en la superficie de las piezas, se utilizó una técnica de tratamiento superficial avanzado que consiste en modificar la composición y estructura de las capas sub-superficiales mediante la implantación de iones de titanio y nitruro de titanio a profundidades tan reducidas como décimas de micras en sustratos de acero AISI SAE 4140. Ésta técnica tiene una doble ventaja que es la de mantener las dimensiones de las piezas y garantizar una mayor adherencia entre la especie ionizada con la superficie del metal.

La tecnología 3DII proporciona una corriente iónica con energía suficiente para modificar la superficie de sustratos metálicos produciendo cambios significativos en las propiedades de los materiales, tales como: dureza, resistencia a la corrosión, resistencia al desgaste, fricción, entre otras¹.

La evaluación del estudio se realizó mediante ensayos de SCC basados en la norma estándar NACE TM0177-96 y estadísticamente por el método ANOVA.

¹ SILVA PLATA. Miguel Ángel. ESTUDIO DE LA IMPLANTACION IONICA TRIDIMENSIONAL (3DII) EN DESCARGAS A BAJA PRESION COMO PROTECCION DE ACEROS A LA PERMEACION DE HIDROGENO. Trabajo de maestría. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. 2004. Pág. 16 -20.

1. MARCO TEORICO

A continuación se describen los fundamentos teóricos que se tuvieron presentes para el desarrollo del presente estudio.

1.1 Corrosión

La corrosión es la pérdida o deterioro de las propiedades físicas y/o químicas de cualquier tipo de material, sobre todo el hierro, al interactuar con su medio. Sucede de una manera natural, transformándose el metal en un compuesto más estable formando un óxido (reacción anódica, donde ocurre la disolución del metal), que es la forma como él se encuentra en la naturaleza².

1.1.1 Importancia de estudiar la corrosión

Con el estudio de la corrosión se puede predecir el comportamiento a largo plazo de los metales basándose en ensayos relativamente breves. Sin embargo, para ello se requiere un buen conocimiento de las variables implícitas en el proceso de la corrosión.

Para estudiar la corrosión de un metal es necesario conocer la microestructura, la composición química, el medio corrosivo y el conocimiento electroquímico de las fases que han de seguir los átomos metálicos en su paso de la estructura metálica hacia el medio corrosivo³.

² http://www.utp.edu.co/~publio17/temas_pdf/corrosion.pdf.

³ <http://www.utp.edu.co/~publio17>.

1.1.2 Tipos de corrosión

Existen muchos tipos de corrosión presentes en la industria, los cuales se clasifican a grandes rasgos en: corrosión generalizada y la corrosión localizada.

1.1.2.1 Corrosión generalizada o uniforme. El ataque se extiende en forma homogénea sobre toda la superficie metálica y la penetración media es igual en todos los puntos. Esta es la forma más benigna de corrosión pues permite calcular fácilmente la vida útil de los materiales corroídos (Ver Figura 1). La corrosión atmosférica es el mejor ejemplo; otro ejemplo es el ataque de un acero por una solución ácida⁴.

Figura 1. Corrosión generalizada.



Fuente: <http://www.ingepint.cl/I-T-grados-corrosion.html>.

1.1.2.2 Corrosión localizada. Es una forma de corrosión en donde la pérdida de metal ocurre en áreas discretas o localizadas. Este tipo de corrosión se subdivide en macroscópica y microscópica como se muestra en la tabla 1.

⁴ <http://www.utp.edu.co/~publio17>.

Tabla 1. Tipos de corrosión localizada.

Corrosión Macroscópica	Corrosión Microscópica
Uniforme	Corrosión bajo tensión
Galvánica	Intergranular
Erosión	Rozamiento
Hendidura	Fatiga
Fisura y picado	Ataque de hidrogeno

Fuente: <http://www.textoscientificos.com/quimica/corrosion/tipos>.

1.1.3 Corrosión bajo tensión (SCC⁵)

El SCC es un fenómeno por el cual un sólido, expuesto a la acción de ciertos medios corrosivos, se fractura a valores de tensión muy inferiores a los de diseño. Se presentan como resultado de la acción simultánea del medio corrosivo y de las tensiones mecánicas. Si se elimina alguno de estos dos componentes, medio corrosivo o tensiones mecánicas, la fisuración por corrosión bajo tensión se detiene.

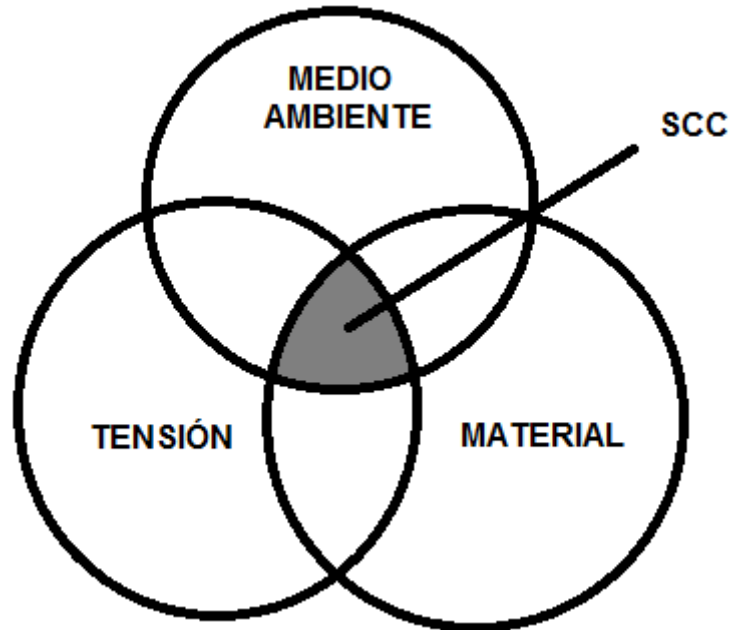
La Figura 2 define las condiciones necesarias, pero no suficientes, para producir SCC. La presencia de tensiones de tracción y de un medio ambiente agresivo no son condiciones suficientes para que la fisuración del metal se presente.

Se puede indicar que el SCC ocurre en cuatro etapas. La primera es la etapa de incubación, donde el material y el ambiente se encuentran interactuando de manera compleja con los esfuerzos, en esta primera etapa usualmente requiere de un periodo largo de tiempo. En la segunda etapa es cuando la fisura finalmente ocurre. En la tercera etapa la fisura se propaga uniéndose con otras fisuras seguidas por

⁵ Por su nombre en inglés "stress corrosión cracking".

un crecimiento general y la cuarta etapa es la repentina propagación de la fisura resultando una fractura del material y en muchos casos rupturas.

Figura 2. Condiciones necesarias para producir SCC.



Fuente: Autores.

1.1.3.1 Variables que afecta la presencia de SCC. La susceptibilidad al SCC es una función de un gran número de variables, las cuales afectan la resistencia a la corrosión del material bajo esfuerzos en ambientes de H_2S , de acuerdo con la NACE, las variables más relevantes son:

➤ **El efecto del pH:** el incremento del ion hidrogeno a causa de la disminución del pH, aumenta la susceptibilidad del SCC al compararla con el pH más neutro de la misma concentración del H_2S . Un alto grado de fragilización se observa a pH's bajos, pero con el incremento del pH la fragilización por hidrogeno tiende a cero⁶. En presencia de carbonatos, el efecto pH es menor con valores cercanos al neutro (alrededor de 7), pero se agudiza su efecto cuando se aleja del neutro, luego

⁶ J. Woodtli, R. Kieselbach, Damage hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking, Engineering Failure Analysis, 2000, 427-450.

significa que un pH ácido forma ácido carbónico y un pH básico forma películas frágiles.

➤ **La temperatura:** es un factor importante en la determinación de la susceptibilidad de un material al SCC. Para el caso del SCC la susceptibilidad incrementa cuando se eleva la temperatura, mientras que para el SSC (sulfide stress cracking) la máxima susceptibilidad de un material ocurre alrededor de 25 °C. Para temperaturas menores o mayores a este máximo los aceros incrementan su resistencia al SSC⁷.

➤ **Efecto del esfuerzo:** los componentes reales típicamente contendrán defectos y detalles de diseño, tales como: ralladuras o hendiduras, cambios de forma de la sección, soldaduras, picaduras por corrosión, etc., producen concentración de esfuerzos, y por tanto el esfuerzo umbral puede ser excedido localmente aun en condiciones de esfuerzo nominal muy abajo. Los esfuerzos residuales producidos por la soldadura son lugares críticos para que se presente el SCC.

1.1.4 Corrosión por hidrogeno

La fragilización por hidrógeno es el principal problema que ocasiona el hidrógeno en solución. Este daño se presenta en diversos aceros, tanto de baja como de alta resistencia mecánica. La falla involucra la pérdida de propiedades mecánicas inducida por el hidrógeno que deriva en la iniciación o propagación de fracturas mecánicas. Algunas de sus características principales son:

- ✓ La ductilidad del acero disminuye progresivamente con el aumento de hidrógeno.
- ✓ La resistencia a la fractura disminuye con el aumento del contenido de hidrógeno en el acero.

⁷ ASTM G36 Practice for Performing Stress-Corrosion-Cracking Resistance of Metals and Alloys in a Boiling Magnesium Chloride Solution.

- ✓ La presencia del hidrógeno en el acero puede cambiar el tipo de fractura y pasar de una morfología típicamente dúctil a otra esencialmente frágil. Los efectos de la fragilización ocurren principalmente en el intervalo de temperaturas entre 173°k a 373°k (-100°C a 100°C), con un efecto máximo a temperatura ambiente.
- ✓ La fragilización por hidrogeno ocurre solamente cuando el material es sometido a esfuerzos de tensión.

La fragilización por hidrógeno depende del tratamiento termo-mecánico y de la microestructura del acero. Los aceros más susceptibles son aquellos que han sido endurecidos (microestructura martensítica). La deformación en frío también aumenta la sensibilidad a la fragilización por hidrógeno⁸.

La disminución de tenacidad por presencia de hidrógeno se observa en numerosas aplicaciones, tanto en aleaciones ferrosas como no ferrosas. La interacción inicial puede provenir de los procesos de uso en servicio. Esta caída de tenacidad es fuente de grandes perjuicios económicos y por ello es observada y estudiada en industrias químicas, petroquímicas y sistemas de generación de energía. Este problema afecta a los tres sistemas básicos de cualquier industria que emplee el hidrógeno: producción, transporte/almacenamiento y utilización⁹.

1.1.4.1 Influencia de las inclusiones en el daño por hidrógeno. Las inclusiones no metálicas juegan un papel fundamental en la susceptibilidad de los aceros frente al daño por hidrógeno. La forma, el tamaño, la coherencia con la matriz, la distribución y la densidad de la inclusión son factores que se deben tener en cuenta en el daño por hidrógeno.

Las Inclusiones de menor tamaño presentan menor interacción con la matriz y menor interacción con el hidrógeno, las de formas alargadas son muy perjudiciales.

⁸ Fundamentos del daño por hidrogeno en los aceros, disponible en internet:
<http://ingenieria.uao.edu.co/hombreymaquina/revistas/36%202011-1/Articulo%2011%20-%20Ivan%20Uribe.pdf>

⁹ <http://ingenieria.uao.edu.co/hombreymaquina/revistas/36%202011-1/Articulo%2011%20-%20Ivan%20Uribe.pdf>.

Los extremos de estas inclusiones actúan como concentradores de esfuerzos, sitios de baja energía revelan una mayor atracción por el hidrógeno.

La influencia de la densidad de inclusiones está relacionada con las características de la inclusión. Si es una inclusión que tiende a ser iniciadora de fisuras, se debe disminuir al mínimo su densidad. Si por el contrario se tienen óxidos muy finos coherentes, se puede desear una alta densidad para que sea capaz de retener bastante hidrógeno y evitar que exista gran exceso de hidrogeno en la matriz que pueda ir a lugares de alto esfuerzo que tiendan a iniciar fisuras.

1.1.4.2 Interacción del hidrógeno con el acero. La presencia de hidrógeno en solución sólida en metales y aleaciones está relacionada principalmente con el pequeño tamaño atómico de este elemento y su consecuente facilidad de difundir en el estado sólido. No obstante, la presencia del hidrógeno en los aceros no es deseada ya que altera considerablemente las propiedades de dureza, ductibilidad y resistencia a la corrosión de estos materiales y puede llevarlos a la fractura.

Existen diversos factores que contribuyen para elevar o disminuir la solubilización y/o difusión del hidrógeno en los aceros, entre los cuales sobresalen la temperatura, la composición química, la estructura y subestructura cristalina, el tiempo, el nivel de tensión, la presencia de gases y líquido, el medio ambiente, la concentración del hidrógeno en el acero, la presión, las propiedades físicas y mecánicas del material las condiciones superficiales, entre otras¹⁰.

1.1.5 Corrosión por ácido sulfhídrico (H₂S)

La resistencia a la corrosión de aleaciones ferrosas en ambientes que contienen H₂S está íntimamente ligada al tipo de productos formados. La identificación de

¹⁰ <http://ingenieria.uao.edu.co/hombreymaquina/revistas/36%202011-1/Articulo%2011%20-%20Ivan%20Uribe.pdf>.

dichos productos constituye una herramienta útil para una mejor comprensión de los mecanismos de reacción, del análisis de fallas y del control de la corrosión.

El ácido sulfhídrico puede presentarse en el crudo, en las impurezas del gas natural o como producto de la reducción del ion sulfuro SO^{2-}_4 . Además de la presencia de H_2S se encuentra el bióxido de carbono (CO_2) que al combinarse con el agua (H_2O) da origen a una solución ácida. Normalmente la corrosión del hierro en medios que contienen H_2S lleva a la formación de capas de sulfuros de hierro (FexSy), las cuales son un factor controlador de la reacción de corrosión y el tipo de sulfuro de hierro depende del pH o la concentración del H_2S .

La presencia de H_2S y otros compuestos en los equipos de las refinerías, son la razón principal de la absorción del hidrógeno atómico H^+ en la red cristalina del material, debido a que la velocidad de reacción del hidrógeno molecular H_2 es muy lenta. Por tal motivo, para controlar el agrietamiento que produce el hidrógeno, se debe conseguir una eliminación o reducción de este elemento o el aumento de la cinética para la formación del mismo.

La picadura como mecanismo corrosivo por H_2S es redonda en su base, profunda con paredes empinadas y bordes biselados. Normalmente es pequeña, aleatoria y esparcida sobre toda la superficie del material. La corrosión por H_2S también genera escama de sulfuro de hierro. Otro mecanismo corrosivo es el agrietamiento por hidrógeno, haciendo que la superficie de la fractura tenga un aspecto granular o quebradizo. En un inicio la grieta puede ser visible o no y una falla por fatiga puede presentarse o no en la superficie de la fractura. Después del desgarramiento por corte de una falla por agrietamiento a causa del hidrógeno la fractura es instantánea debido a la pérdida de ductilidad en el acero por absorción del hidrógeno¹¹.

¹¹ VALBUENA NIÑO, Ely Dannier. COMPORTAMIENTO DEL ACERO SAE 4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO EN AMBIENTES HIDROGENADOS. Trabajo de Grado Físico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. 2004. Pág. 19-20.

1.1.5.1 Solución de Tiosulfato de sodio. Estudiar el efecto de la fragilización por hidrogeno asociado a la presencia de H₂S gaseoso en los aceros, exige que se disponga de equipos e instalaciones de laboratorio de alto costo debido al grado de toxicidad del H₂S gaseoso, dificultando la seguridad para el trabajo en laboratorio.

Estudios de permeación de hidrógeno realizados a aceros UNS – G41300 con solución de tiosulfato de sodio como electrolito, demostraron que esta solución favorece el aumento en la cantidad de hidrógeno que atraviesa la muestra de ensayo.

Las soluciones de tiosulfato en condiciones favorables de potencial y de pH permiten la generación y estabilización de H₂S en solución. En el diagrama de Pourbaix para el sistema H₂O-S₂O₃⁻³ se muestra el diagrama E-pH de la solución empleada en los ensayos¹².

Para determinar la susceptibilidad de los materiales al H₂O se han realizados estudios con dos tipos de soluciones de tiosulfato de sodio, las cuales se reportan a continuación.

- Una de las soluciones está compuesta por 20% de NaCl, 1*10⁻² litros/mol de Na₂S₂O₃ (tiosulfato de sodio) y es utilizada para el estudio de materiales resistentes a la corrosión con temperaturas cercanas a 80°C.
- La segunda solución está compuesta por 5% de NaCl, 0,5% de ácido acético y 1*10⁻³ moles/litro de Na₂S₂O₃ y es utilizada para el estudio de aceros de alta resistencia y baja aleación a temperatura ambiente¹³.

¹² VARGAS GALVIS, Fabio. ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO DE RECUBRIMIENTOS TERMOROCIADOS EXPUESTOS A AMBIENTES HIDROGENADOS .Tesis de posgrado. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias. Escuela de Ingeniería Metalúrgica. 2003. Pág.42-43

¹³ VALBUENA NIÑO, Ely Dannier. COMPORTAMIENTO DEL ACERO SAE 4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO EN AMBIENTES HIDROGENADOS. Trabajo de Grado Físico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. 2004. Pág. 35.

1.2 Modificación Superficial

El uso poco eficiente de un sin número de aleaciones no ferrosas en las cuales se requieren adicionarle a sus características estructurales, propiedades de resistencia al desgaste y corrosión, trae consigo el reemplazo prematuro de dichos materiales y con ello un incremento considerable en los costos de los procesos productivos, haciendo necesario el empleo de materiales de alto costo como lo son los aceros inoxidables, o, la utilización de tratamientos de modificación superficial, ya que esta 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 mínimo consumo energético debido a que sólo los átomos de unas pocas capas superficiales y los enlaces que los unen entre sí, son los que deben hacer frente a las fuerzas y ataques químicos del entorno¹⁴.

El estudio de la superficie ha progresado en la medida en que mejoran las técnicas de microscopía y caracterización. Para métodos tradicionales (Metalización, Nitruración) se hablaba de décimas de milímetro. Hoy día es posible para cada problema decidir la profundidad a la que debe aplicarse el tratamiento. Muchos tratamientos avanzados actúan en espesores de décima de micra (aproximadamente 100 capas atómicas) con el objetivo de hacer modificaciones en su superficie.

Por tal motivo se realizan constantemente investigaciones con el objetivo de modificar la composición y estructura superficial de los materiales por métodos físicos, donde se recurre de manera generalizada a la aplicación de recubrimientos superficiales con propiedades de resistencia a la corrosión y desgaste. Entre ellos

¹⁴ SILVA PLATA. Miguel Ángel. ESTUDIO DE LA IMPLANTACION IONICA TRIDIMENSIONAL (3DII) EN DESCARGAS A BAJA PRESION COMO PROTECCION DE ACEROS A LA PERMEACION DE HIDROGENO. Trabajo de maestría. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. 2004. Pág. 16 -20.

se destacan las tecnologías de modificación superficial mediante deposición física en fase vapor (PVD), bombardeo iónico, implantación iónica y la implantación iónica tridimensional (3DII), las cuales se describen a continuación.

1.2.1 Deposición física en fase vapor (PVD¹⁵)

Las técnicas de PVD están basadas en la formación de un vapor del material a depositar, con el objetivo de que se condense sobre la superficie de un sustrato para formar una o varias capas ultra delgadas que la recubren y protegen. El proceso se realiza en atmósfera controlada en alto vacío (10⁻⁵ mbar), para evitar la interacción del material en estado gaseoso con el aire; y a temperaturas de entre 150 y 500 °C, dependiendo de las características a obtener en el recubrimiento.

En conclusión la PVD, consiste en evaporar un metal puro o aleación por medios físicos, de forma que reaccione y forme un nuevo compuesto para luego depositarlo sobre una pieza a recubrir.

En la mayoría de los casos se recubren aceros previamente endurecidos, por tratamiento térmico, con películas delgadas de uno o más materiales duros, que pueden ser nitruro de titanio (TiN), uno de los primeros recubrimientos empleados industrialmente; otros nitruros utilizados en esta técnica son el Cr₂N¹⁶ y el TiAlN¹⁷. El proceso puede ser asistido por plasma para aumentar la velocidad de crecimiento y mejorar las propiedades de la capa, en dicho caso se denomina PAPVD (Deposición Física en Fase de Vapor Asistida por Plasma)¹⁸.

¹⁵ Por su nombre en inglés "Physical vapor deposition".

¹⁶ Nitruro con base cromo.

¹⁷ Nitruro de titanio aluminio.

¹⁸ http://metalactual.com/revista/24/procesos_pdv.pdf.

1.2.2 Bombardeo iónico

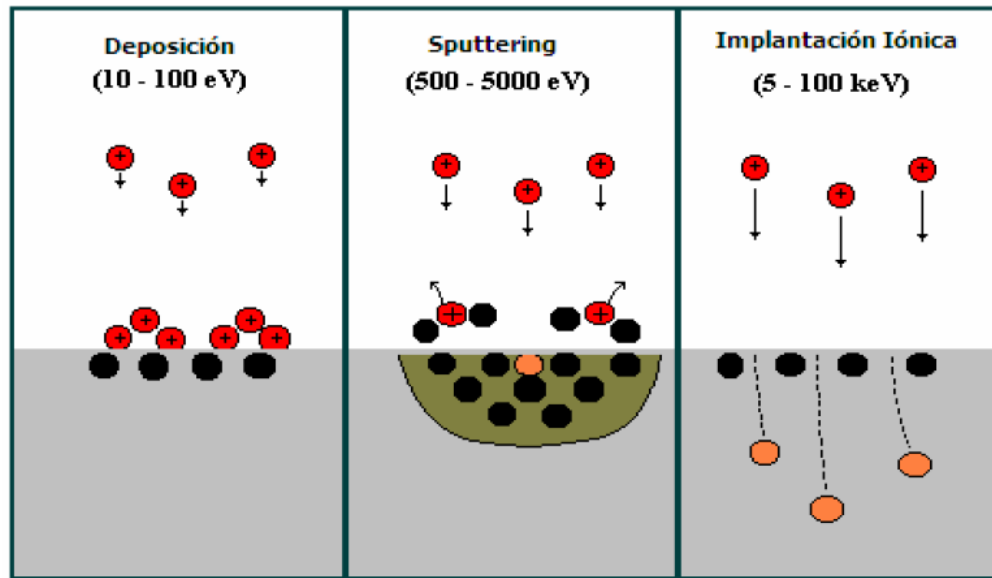
Un creciente número de tratamientos avanzados están basados en el bombardeo iónico. Los iones no son otra cosa que átomos cargados eléctricamente, normalmente mediante el arranque de sus electrones. Esto es necesario para poder acelerarlos y direccionarlos mediante campos eléctricos y magnéticos.

Dependiendo de la energía con la que los átomos llegan a una superficie se puedan dar tres procesos diferentes: si la energía es muy baja (hasta decenas de electronvoltios) los iones se depositan en la superficie, formándose un recubrimiento (película delgada); si la energía es mayor (centenas de electronvoltios) predomina un proceso de pulverización de la superficie conocido como sputtering (desprendimiento de los átomos de una superficie por efecto de colisión de iones con los átomos del blanco), el cual puede ser útil para limpieza superficial o para evaporar materiales en procesos de recubrimiento.

Finalmente, a energías mayores de 5 KeV hasta algunos MeV (rango interesado en esta investigación), los iones penetran dentro de la superficie sólida incrustándose a una profundidad de muchas capas atómicas por ejemplo, los iones de nitrógeno acelerados con un potencial de 100 KeV se mueven en el vacío a una velocidad de 1170 Km/s y al chocar contra una superficie de acero se incrustan alcanzando profundidades de hasta 0.2μ (micras). Este proceso se conoce como implantación iónica¹⁹ (Ver Figura 3).

¹⁹ VALBUENA NIÑO, Ely Dannier. COMPORTAMIENTO DEL ACERO SAE 4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO EN AMBIENTES HIDROGENADOS. Trabajo de Grado Físico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. 2004. Pág. 26-29.

Figura 3. Efectos del bombardeo iónico dependiendo de la energía y aceleración de los iones.



Fuente: VALBUENA NIÑO, Ely Danner. COMPORTAMIENTO DEL ACERO SAE 4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO EN AMBIENTES HIDROGENADOS. Trabajo de Grado Físico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. 2004. Pág. 28.

1.2.3 Implantación iónica

La implantación iónica es una de las técnicas que existen para el tratamiento superficial de materiales asistidos por plasma, el método consiste en generar una descarga de alto voltaje a bajas presiones con el propósito de implantar iones en los metales, en semiconductores y cerámicos.

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

Desde el punto de vista químico, las superficies modificadas pueden desarrollar una serie de mecanismos protectores, por la modificación que se presenta en las propiedades mejorando la adherencia de los óxidos formados por el proceso, o ya sea aumentando la formación de capas pasivas, que prolongan la vida útil de los materiales metálicos que se enfrentan tanto a la corrosión electroquímica como a la corrosión originada por las altas temperaturas en ambientes húmedos.

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 corrosión²⁰.

1.2.4 Implantación iónica tridimensional (3DII²¹)

La técnica 3DII, la cual se fundamenta en una descarga pulsada (pulso de voltaje de forma rectangular) de alto voltaje a baja presión, se plantea como una alternativa a las técnicas de modificación superficial generadas por plasma. 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 un rango que va desde 10 hasta 100 keV aproximadamente.
- 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 periodo después de su formación (periodo de mantenimiento de la descarga) con una capa catódica de poco espesor donde se cae prácticamente todo el voltaje aplicado. Esta capa adquiere la forma del cátodo.

²⁰ VALBUENA NIÑO, Ely Dannier. COMPORTAMIENTO DEL ACERO SAE 4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO EN AMBIENTES HIDROGENADOS. Trabajo de Grado Físico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. 2004. Pág. 30-33.

²¹ Por su nombre en inglés "Three Dimensional Ion Implantation".

El plasma generado en este tipo de descarga se comporta como una fuente de iones que adquiere una alta energía (decenas de keV), proporcional al potencial suministrado 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 cuasimonoenergéticos (igual energía). 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. Además el rango de bajas presiones (menos de 4 Pa) disminuye significativamente la posibilidad de contaminación de las muestras²².

²² REYES CORZO, Martha, ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LA RESISTENCIA A LA CORROSION DE UN ACERO AL CARBONO AISI SAE 1020 IMPLANTADO CON IONES DE TITANIO VIA PLASMA, Trabajo de grado metalúrgico Bucaramanga universidad industrial de Santander, facultad de fisicoquímicas pág. 27-28.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

A continuación se describe el material de ensayo y los equipos utilizados para la evaluación de la modificación superficial de sustratos de acero AISI SAE 4140 mediante ensayos de stress corrosión cracking.

2.1 Material Seleccionado en el Experimento

Las muestras para los ensayos se elaboraron a partir de un de acero de baja aleación con el fin de mejorar significativamente sus propiedades mecánicas (dureza y resistencia a la corrosión), mediante la técnica de modificación superficial 3DII. Por esta razón se eligió un acero AISI SAE 4140 bonificado, el cual es un acero de aleación de cromo-molibdeno. En la Tabla 2, se presenta la composición química de este acero de baja aleación.

Tabla 2. Composición química del acero AISI – SAE 4140.

Composición química	% de composición
C	0.38- 0.43
Mn	0.75- 1.00
Cr	0.80- 1.10
Mo	0.15- 0.25
Si	0.15- 0.35
P máx	0.04
S máx	0.05

Fuente: <http://www.sumiteccr.com/Aplicaciones/Articulos/pdfs/AISI%204140.pdf>.

El acero AISI SAE 4140 en estado bonificado posee una resistencia a la tracción de 880-1000N/mm², la cual lo hace apto para aplicaciones de la industria petroquímica, aeronáutica, automotriz, electrónica, entre otras.

2.1.1 Propiedades del acero AISI SAE 4140

A continuación se mencionan en forma general, algunas de las propiedades más importantes del acero AISI SAE 4140.

- 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, y a la flexión.

2.1.2 Aplicaciones del acero AISI SAE 4140

Dentro de las aplicaciones más sobresalientes que presenta este tipo de acero en la industria se tienen:

- Piezas de transmisión, ejes, cigüeñales, cilindros de motores, bielas, rotores, árboles de turbinas a vapor, ejes traseros, etc.
- Parte 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, cañones de armas para cacería.
- Recipientes sujetos a presión, partes estructurales de los aviones, ejes de los automóviles y para aplicaciones semejantes.

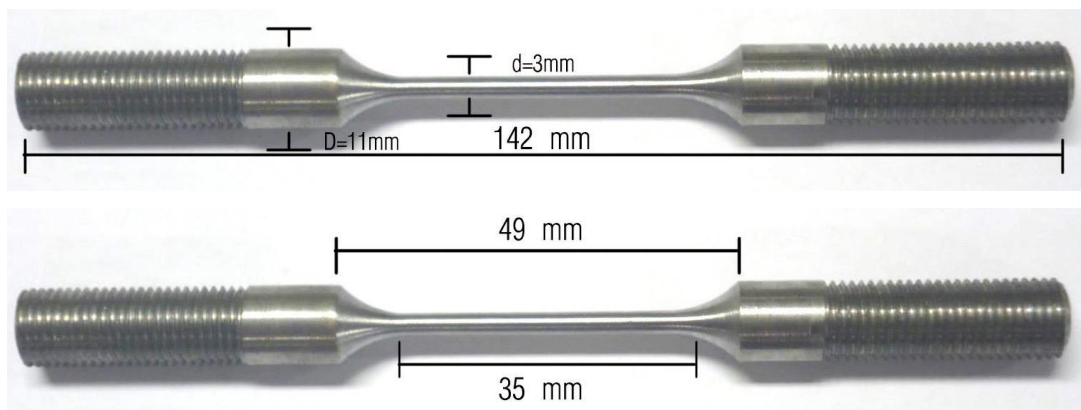
➤ En la industria petrolera es muy usado en la fabricación de taladros, brocas, barrenos, tubulares, partes de bombas, vástagos de pistón.

También es muy utilizado en piezas forjadas como herramientas, llaves de mano, destornilladores²³.

2.1.3 Preparación de las probetas

Se elaboraron probetas en acero AISI SAE 4140, de forma cilíndricas con extremos roscados y cintura en la parte central. Su tamaño y forma están estandarizados por la norma NACE Standard TM0177-96. En la Figura 4 se aprecian las dimensiones que presenta la probeta a ensayar.

Figura 4: Dimensiones de las probetas en acero AISI SAE 4140



Fuente: Autores.

Además de las probetas implantadas, también se ensayaron probetas no implantadas, con el propósito de realizar un estudio comparativo de la superficie, y en todos los casos el montaje se realizó teniendo en cuenta las recomendaciones de la norma.

²³ <http://www.dimetales.com/joomla/index.php/productos/aceros/aceros-maquinaria>.

2.2 Reactor para la modificación superficial de metales (MOSMET)

El reactor MOSMET actualmente se encuentra ubicado en el laboratorio de física del plasma de la Universidad Industrial de Santander y se utiliza para la modificación superficial de materiales metálicos mediante dos procesos simultáneos o independientes (implantación y/o deposición de especies metálicas y no metálicas).

2.2.1 Generalidades

En la realización del proceso de implantación iónica de especies metálicas, es necesario modificar el dispositivo JUPITER²⁴, instalando un sistema de arco eléctrico que genera una descarga capaz de evaporar un cátodo metálico (Ti) produciendo una atmosfera (Ti, TiN) la cual es ionizada por medio de una descarga pulsada de alto voltaje (en un rango de 5 a 40 kV) a bajas presiones.

2.2.2 Componentes del reactor MOSMET

En la Figura 5 se presenta los elementos del reactor MOSMET, el cual está constituido por cinco bloques básico a saber: (1) sistema de vacío, (2) cámara de descargas, (3) generador de pulsos de alto voltaje, (4) sistema de control general y (5) sistema de control de arco eléctrico. A continuación se describe cada uno de estos bloques.

1. **Sistema de vacío:** consta de una bomba turbomolecular tipo 01AB-1500-04, que introduce un caudal de 720 litros/s de nitrógeno, la cual trabaja en serie con una bomba rotativa logrando así una presión en la cámara del orden de 10^{-4} Pa.
2. **Cámara de descargas:** está fabricada de acero inoxidable AISI 304 con un grosor de 0.5 cm. La construcción de los acoples, puertas y el espesor de las

²⁴ Por su nombre en ingles. "Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor".

paredes de la cámara garantizan la protección contra los rayos X durante el trabajo del equipo con pulsos hasta de 100 kV.

Figura 5. Componentes del reactor MOSMET.



Fuente: Autores.

3. **Generador de pulsos de alto voltaje:** genera pulsos de forma rectangular hacia el cátodo produciendo así un flujo de iones casi mono energéticos. La amplitud de estos pulsos puede variar entre 5 – 60 KeV con una frecuencia de repetición de 1Hz a 60 Hz. La duración de los pulsos puede variar de 80 μ s a 2500 μ s y consumir una potencia media de 2,5 KW.
4. **Sistema de control:** el control de todos los niveles de vacío puede realizarse desde el tablero de forma manual 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 10^{-4} Pa a 20 Pa (7.6×10^{-7} Torr a 0,15 Torr). El gas que llega al regulador se somete a una limpieza final 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 0.1 ppm.
5. **Sistema de control de arco eléctrico:** El sistema se encuentra conformado por un vaporizador de arco equipado con magnetos permanentes y alternos

(solenoides), un sistema de control electrónico que garantiza el funcionamiento de la descarga y una fuente de alimentación eléctrica de alta corriente XMT Miller Electric Mfg Co. El sistema de control asegura el funcionamiento de la descarga de arco eléctrico en un régimen de pulsos con periodo variable²⁵.

2.2.3 Montaje de las probetas en el reactor MOSMET

El procedimiento a seguir en el montaje de las probetas para ser modificadas superficialmente es el siguiente.

- Realizar el proceso de limpieza de los sustratos, para lo cual se recomienda aplicarles acetona, según como se indica en la Figura 6.

Figura 6. Limpieza de las muestras.

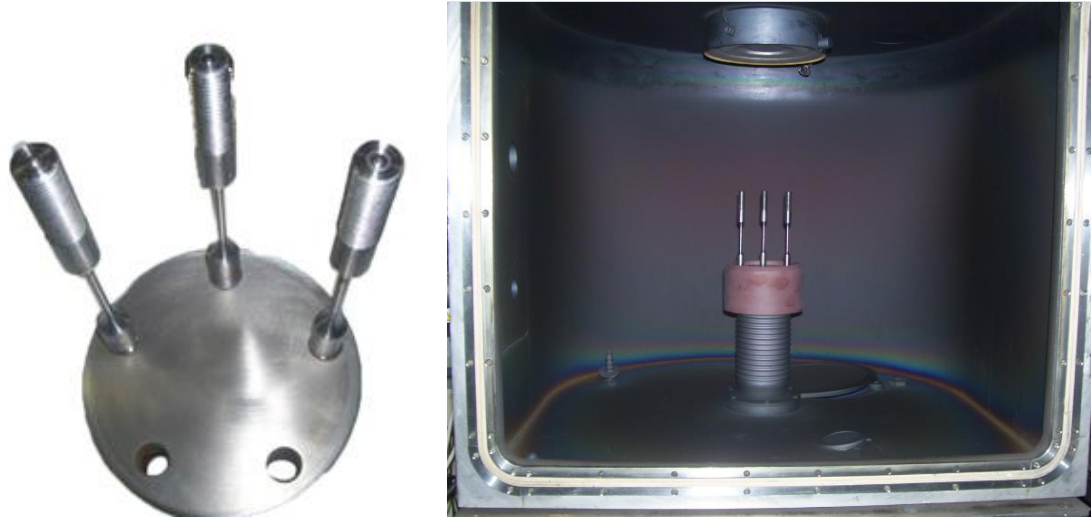


Fuente: Autores.

²⁵ JAIMES OCHOA, Carlos Javier. ESTUDIO DE LAS CARACTERISTICAS VOLTIO-AMPERICAS Y PECULIARIDADES DE FUNCIONAMIENTO DE UN VAPORIZADOR DE ARCO EN VACIO. Trabajo de maestría. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander: Facultad de ciencias. Escuela de Física. 2013. Pág. 25-27.

- Ubicar verticalmente las probetas a implantar sobre un soporte de acero (ver Figura 7 a) y luego colocarlas en el cátodo de la cámara de descarga del reactor MOSMET como se muestra en la Figura 7 b).

Figura 7. Ubicación de las muestras en la cámara de descargas. En el porta muestra (izquierda), en la cámara de descarga (derecha).



Fuente: Autores.

Realizado el montaje anterior, se cierra la cámara y se procede a ejecutar el proceso de implantación.

2.2.4 Parámetros de implantación

El proceso de modificación superficial inicia después de haber realizado una limpieza (sputtering) de la cámara de descarga y de las probetas con descargas eléctricas de alto voltaje a bajas presiones en atmosfera de gas inerte. El proceso de implantación iónica en las muestras se realizó para cuatro condiciones, dos condiciones son referente a la especie ionizada (Ti y TiN) y las otras dos corresponden al tiempo de exposición de las superficies (4 y 8 minutos). Los parámetros establecidos son reportados en las Tablas 3 y 4.

Tabla 3: Parámetros establecidos para la implantación con Ti.

Proceso de limpieza (Sputtering)		
Atmosfera de la descarga eléctrica	Argón	t = 15 min
Voltaje de la descarga eléctrica	5 KV	
Presión de descarga	1.8 - 2.0 Pa	
Proceso de implantación iónica		
Especie implantada	Ti	t = 4 min y t = 8 min
Voltaje de la descarga eléctrica	10 KV	
Frecuencia del pulso de descarga	30 Hz	
Duración del pulso de descarga	0.25 ms	
Presión de descarga	0.137 - 0.142 Pa	
Voltaje del arco eléctrico	16.5 - 17.5 V	
Corriente del arco eléctrico	150 A	

Fuente: Autores.

Tabla 4. Parámetros establecidos para la implantación con TiN.

Proceso de limpieza (Sputtering)		
Atmosfera de la descarga eléctrica	Argón	t = 15 min
Voltaje de la descarga eléctrica	5 KV	
Presión de descarga	1.8 < Pa < 2.0	
Proceso de implantación iónica		
Especie implantada	TiN	t = 4 min y t = 8 min
Voltaje de la descarga eléctrica	10 KV	
Frecuencia del pulso de descarga	30 Hz	
Duración del pulso de descarga	0.25 ms	
Presión de descarga	1.00 - 1.20 Pa	
Voltaje del arco eléctrico	16.5 - 17.5 V	
Corriente del arco eléctrico	150 A	

Fuente: Autores.

2.2.5 Cantidad de probetas a implantar

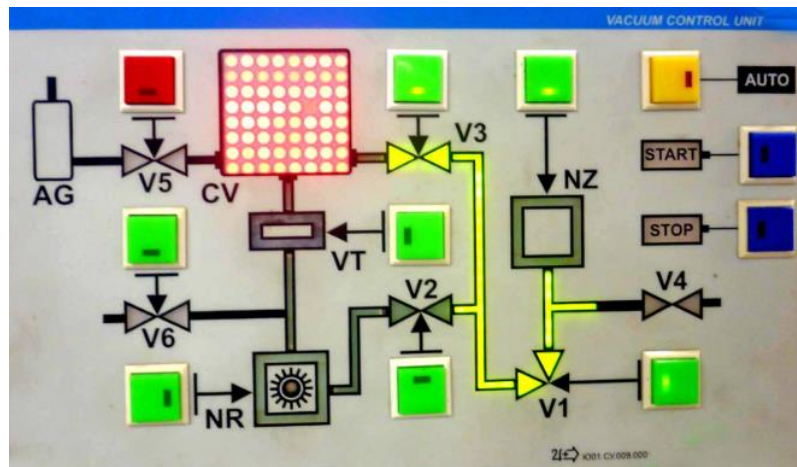
El número de probetas modificadas superficialmente con iones de Ti y TiN fueron doce (12) en total. Se utilizaron tres probetas para cada uno de los cuatro parámetros de tratamientos establecidos.

2.3 Proceso de Modificación Superficial

A continuación se explicara detalladamente todas las secuencias que se realizan durante la implantación de iones de especies metálicas y no metálicas.

- **Encendido del reactor:** El primer paso consiste en encender el tablero de control.
- **Proceso de bajo vacío con la bomba mecánica NZ:** Encendida la bomba mecánica, se procede a activar la válvula V1 la cual realiza un vacío en la línea de tubería y luego se activa la válvula V3 para hacer el vacío en la cámara de descarga hasta una presión de 6 Pa. En la Figura 8 se muestra el esquema del sistema de vacío mediante la bomba mecánica.

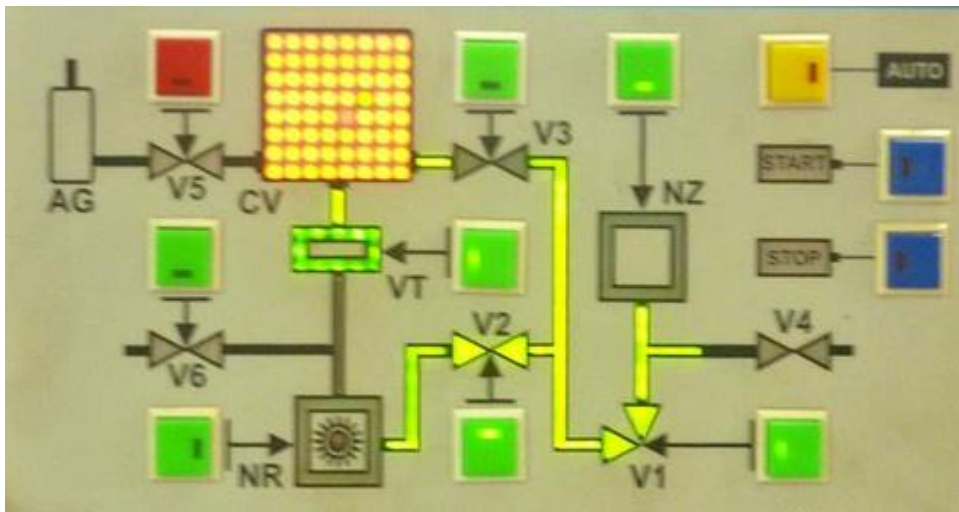
Figura 8. Proceso de vacío primario mediante la bomba mecánica.



Fuente: Autores.

- **Proceso de alto vacío con la bomba turbomolecular:** Se comienza por oprimir la válvula V3 para así cerrarla, luego se oprime V2 y nuevamente V3, ya que se necesitan de estas dos válvulas para poder comenzar a trabajar la bomba turbomolecular; se abre la válvula de intercomunicación VT e instantáneamente se cierra la válvula V3 como se aprecia en la Figura 9.

Figura 9. Proceso de activación de válvulas para encender la bomba turbo molecular.



Fuente: Autores.

Luego de esta secuencia se activa el interruptor de encendido BKП ver Figura 10. El bombillo que se encuentra encendido en la Figura 10 a), es el que me indica que la bomba empezó a crear alto vacío; el alto vacío (aprox. 0,024 Pa) se consigue aproximadamente a los 40 minutos y se puede apreciar en el reactor cuando se enciende el segundo bombillo tal como se ve en la Figura 10 b).

Figura 10. Proceso de alto vacío. Iniciando el alto vacío (izquierda), indicación de alto vacío en la cámara de descarga (derecha).



Fuente: Autores.

➤ **Proceso de limpieza y sputtering:** Después de alcanzar el alto vacío se inicia el proceso de limpieza de la cámara (minimizando las partículas de aire) y el sputtering (limpieza superficial) sobre la superficie de la probeta. Estos dos procesos son simultáneos y se realizan durante 15 minutos (ver Figura 11).

El proceso de limpieza se lleva a cabo introduciendo gas de argón desde el cilindro hacia la cámara (ver Figura 12) y manteniendo una presión de descarga entre 1,8 y 2,0 Pa (ver Tabla 3y 4).

Figura 11. Proceso de sputtering.



Fuente: Autores.

Figura 12. Apertura de la válvula de argón.



Fuente: Autores.

Después realizar el sputtering se espera hasta que la cámara de descarga alcance nuevamente el alto vacío; luego introducimos nitrógeno hasta obtener la presión de descarga indicada en las Tablas 3 y 4, dependiendo de si se desea implantar titanio o nitruro de titanio.

Después de encendida la fuente de alto voltaje se procede a cambiar el voltaje de la fuente, en este caso a 10 KeV ya que es el valor definido para el proceso de implantación iónica, como se muestra en la Figura 13.

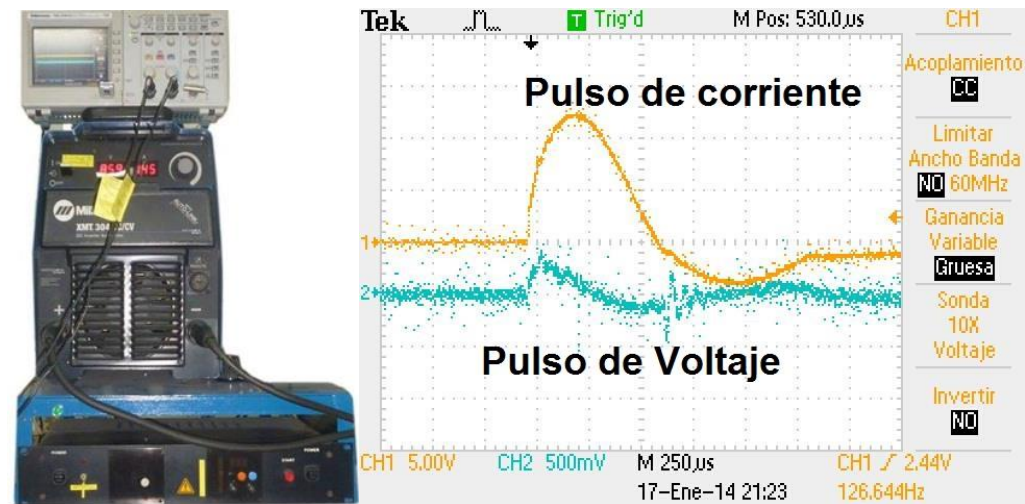
Figura 13. Proceso de implantación iónica con voltaje a 10 KeV.



Fuente: Autores.

➤ **Encendido de la fuente de arco eléctrico:** Inicialmente se establece una corriente de arco eléctrico, en este estudio fue de 150 A, que al encender la fuente (XMT Miller) genera un arco eléctrico sobre el cátodo que lo evapora hasta obtener una atmosfera controlada de la especie metálica, la cual es ionizada al generar la descarga eléctrica de alto voltaje al oprimir el botón START ubicado en el tablero del sistema de control, donde los iones que se van a implantar son acelerados hacia la superficie de la probeta. El proceso es monitoreado con los pulsos de corriente y voltaje que se visualizan en el osciloscopio (ver Figura 14).

Figura 14. Fuente de arco eléctrico (izquierda) y registro de los pulsos de voltaje y corriente en el osciloscopio (derecha)



Fuente: Autores.

Realizada la modificación superficial de las probetas, se realiza una inspección visual donde se aprecia el cambio ocurrido en la superficie, las implantadas con titanio (Ti) presentan un color plateado, mientras que las implantadas con nitruro de titanio (TiN) presentan un color dorado, de igual forma se observan que la superficie es más brillantes respecto a las probetas sin tratamiento (ver Figura 15).

Figura 15. Superficie de las probetas.

a) Probeta sin tratamiento.



b) Probeta implantada con Ti a 10kV – 4min.



c) Probeta implantada con Ti a 10 kV – 8min.



d) Probeta implantada con TiN a 10kV – 4min.



e) Probeta implantada con TiN a 10 kV – 8min.



Fuente: Autores.

2.4 Evaluación de los Ensayos de Corrosión

Los ensayos de corrosión bajo esfuerzo de tensión a carga constante (SCC) utiliza la técnica de los anillos tensores, basados en la norma NACE standard TM0177-96 (Laboratory Testing of Metals for Resistance to specific Forms of Enviromental Cracking in H₂S Environments), la cual tiene como propósito evaluar el comportamiento y la efectividad de la implantación iónica como mecanismo de protección a los daños causados por el hidrógeno, tales como la fragilización y el agrietamiento, en condiciones simultáneas de esfuerzos de tensión y de ambiente corrosivo altamente hidrogenado²⁶.

En la realización de los ensayos de corrosión se utilizaron cuatros equipos, cada uno de estos compuestos por un anillo tensor el cual es el encargado de lograr la deformación de las muestras, una celda de PVC, un tornillo el cual es utilizado para hacer la compresión en el anillo, un comparador de carátula para medir la deformación; y sus respectivos acoples. De esta manera, se pueden ensayar cuatro probetas simultáneamente.

Las probetas estuvieron inmersas en una solución acuosa de alto ambiente hidrogenado (como medio corrosivo) a un pH de 2,99. La solución fue preparada con un 5% en peso de NaCl, $1 \cdot 10^{-3}$ mol/litro de tiosulfato de sodio hidratado (Na₂S₂O₃ 5H₂O) y 0.5% de ácido acético. Todos los reactivos utilizados en la solución son de grado analítico. La técnica de ensayo utilizada se describe a continuación:

2.4.1 Ensayo de corrosión bajo esfuerzos

Los ensayos de corrosión bajo tensión se llevaron a cabo mediante la utilización de unos anillos tensores los cuales deforman lentamente una muestra diseñada previamente según la norma NACE standard TM0177-96 sin entallas previas, hasta

²⁶VALBUENA NIÑO, Ely Dannier. COMPORTAMIENTO DEL ACERO SAE 4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO EN AMBIENTES HIDROGENADOS. Trabajo de Grado Físico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. 2004. Pág. 45.

conseguir la ruptura. Por las características presentadas, este tipo de prueba ha sido utilizada para estudiar la susceptibilidad de los materiales a la fragilización por hidrógeno.

Mediante este tipo de ensayo se estudia la susceptibilidad de los materiales a daños como la fragilización por hidrógeno, evaluando los datos obtenidos por medios estadísticos como lo es el ANOVA en el cual se podrá analizar cuantitativamente parámetros como la carga máxima, el porcentaje de elongación, energía absorbida hasta la fractura y el porcentaje de reducción de área; o por criterios cualitativos basados en la presencia o ausencia de grietas secundarias en la fractura frágil producida.

2.4.2 Materiales y accesorios del sistema de SCC

El mecanismo que cumple la función de colocar bajo un esfuerzo de tensión a la probeta se ha como fundamental, es un anillo tensor de acero de tubería API5L X65 donde sus características se encuentran en las Tablas 5 y 6.

Tabla 5. Propiedades químicas

Composición química	(% en peso)
C	0.095
MN	1.49
P	0.018
S	0.002
Si	0.23
Al	0.044
Nb+Ti+V	0.1 % máx
N	0.005

Fuente:http://www.steeltubesindia.net/api5lx65pipe/pipe_type_api5lx65_psl2_carbonsteel_pipe.html.

Tabla 6. Propiedades físicas.

API5L Grado	Limite elástico		Carga de rotura	
	PSI	MPa	PSI	MPa
X65	65000	448	77000	530

Fuente:http://www.steeltubesindia.net/api5lx65pipe/pipe_type_api5lx65_psl2_carbonsteel_pipe.html.

El sub-conjunto conformado por las celda de PVC y sus respectivos accesorios (ver Figura 16), es sobre la cual se deposita la solución encargada de simular un ambiente hidrogenado.

Figura 16. Celda de PVC (izquierda) y accesorios (derecha).



Fuente: Autores.

Otro elemento fundamental para llevar a cabo el montaje es el comparador de carátula, el cual permite medir de forma directa la deformación del anillo y de forma indirecta la fuerza aplicada a este, en la Figura 17 se presenta el anillo, la base y el comparador de carátula como subconjunto ensamblado.

Figura 17. Anillo tensor con su comparador de carátula



Fuente: Autores.

Para llevar a cabo el montaje final, es necesario tener en cuenta todos los accesorios de los anillos tensores: tuercas, rodamientos, acoples, tornillo de compresión; los cuales se ven en la Figura 18.

Figura 18. Accesorios de los anillos tensores.

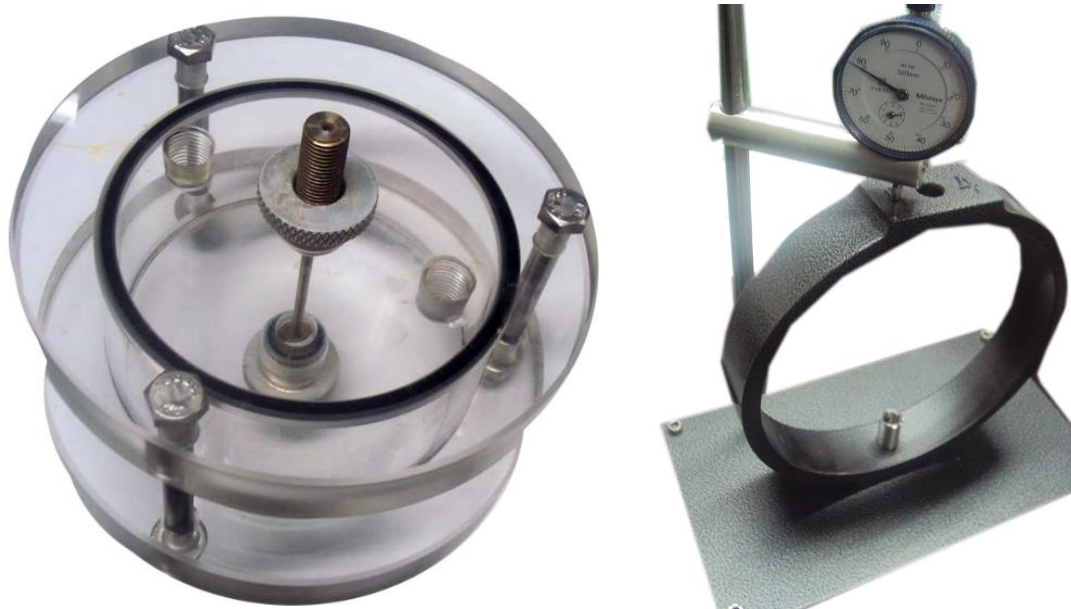


Fuente: Autores.

2.4.3 Sub-ensambles y ensambles

Inicialmente se hace una limpieza y lijado superficial a la probeta para eliminar óxidos e impurezas y así evitar factores que afecten el experimento, después se acondiciona para introducirla en la celda de PVC, y simultáneamente se va ensamblando la base y el comparador de caratula al anillo (ver Figura 19).

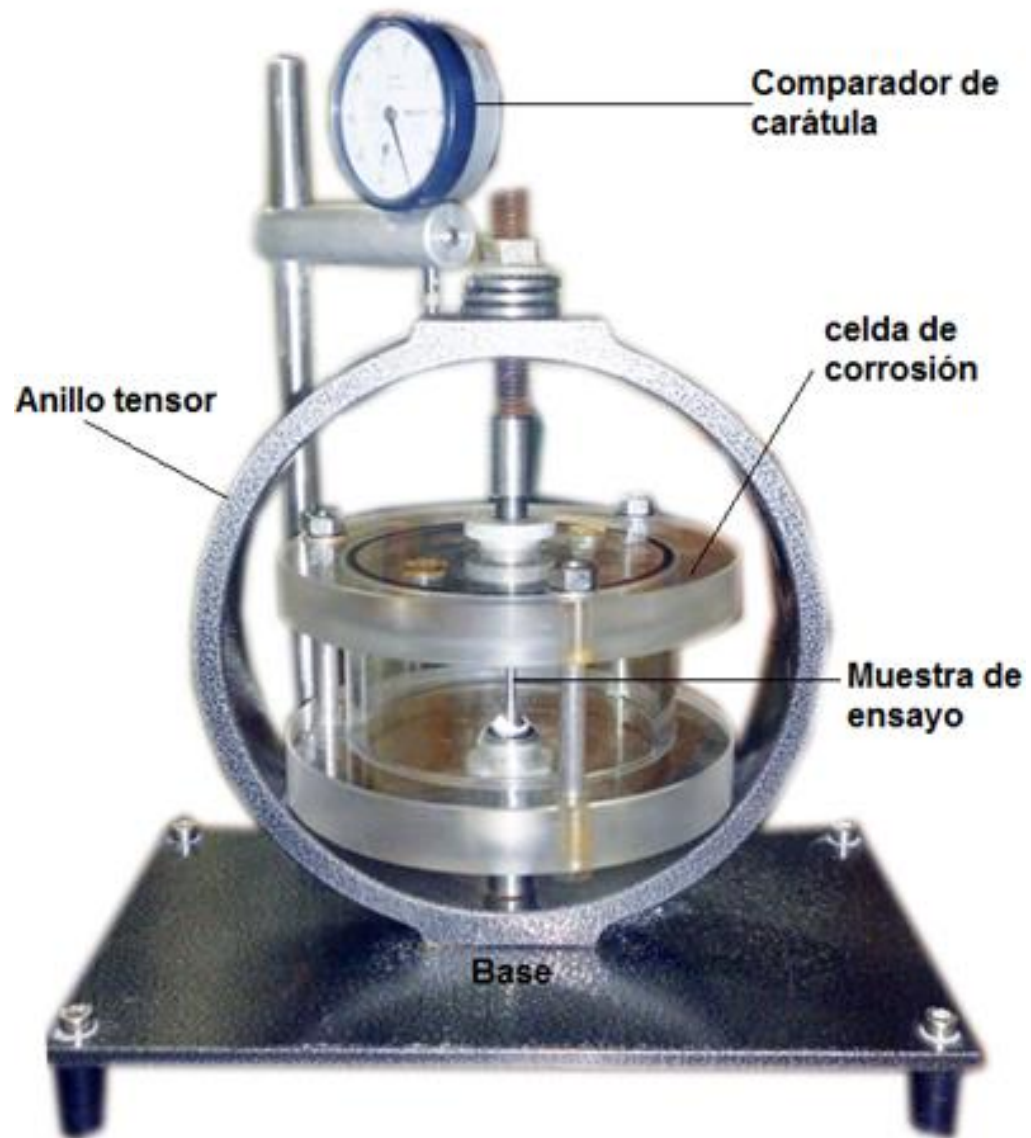
Figura 19. Sub-ensamble de la celda y la probeta



Fuente: Autores

Después de ensamblar la celda con la probeta, se acopla al anillo roscando la probeta en el acople ubicado en la parte inferior del anillo. Después se colocan los accesorios de la parte superior del anillo, fijando el tornillo compresor por medio de una tuerca apoyada sobre un rodamiento radial que se ubican sobre el anillo (ver Figura 20), finalmente se ajusta el comparador de carátula (utilizando como medida de referencia el cero) que permite determinar la medición de la deformación.

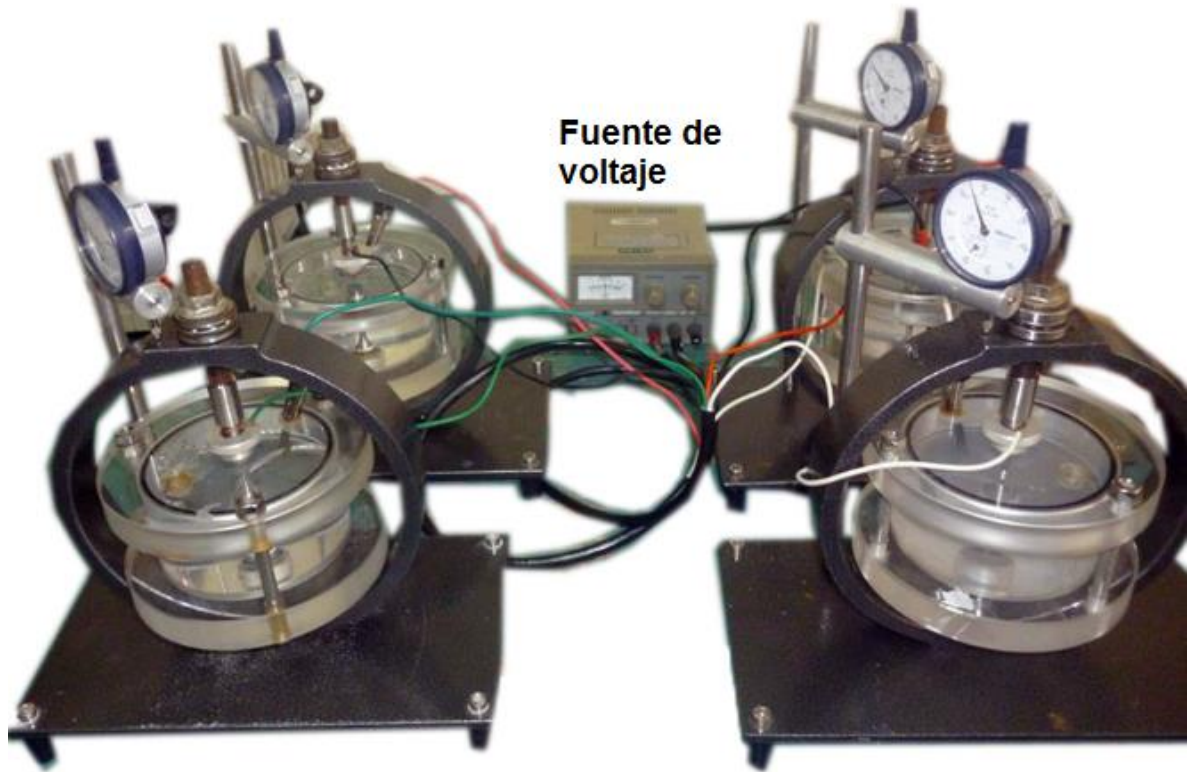
Figura 20. Ensamble final de un anillo tensor.



Fuente: Autores.

Finalizado el ensamble de los anillos tensores, se procede a adicionar la solución de tiosulfato de sodio dentro de las celdas de PVC, establecer una diferencia de potencial entre la solución y la probeta de -600 mV y girar el tornillo de carga para deformar cada uno de los anillos según los valores de deformación encontrados y reportados en el siguiente capítulo (ver Figura 21).

Figura 21 Montaje final de anillos tensores para las pruebas de SCC.



Fuente: Autores.

3. CALIBRACIÓN DE LOS ANILLOS TENSORES

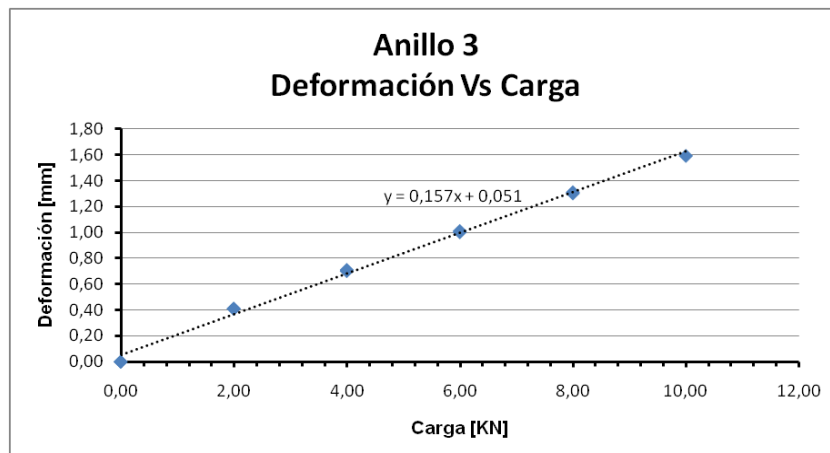
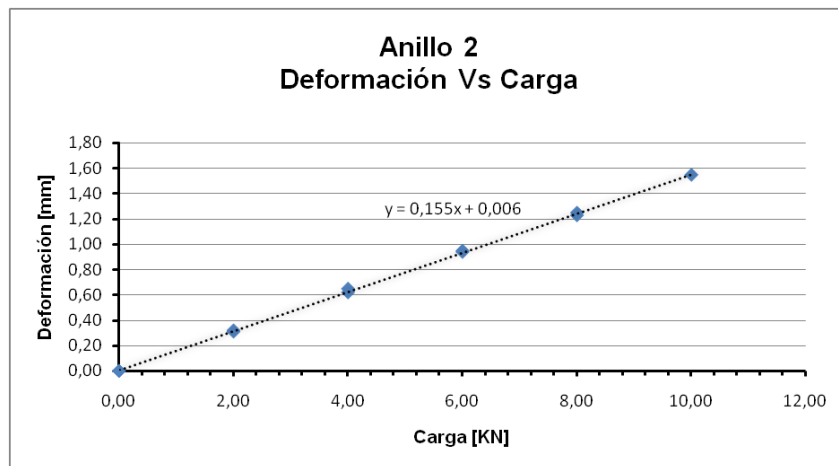
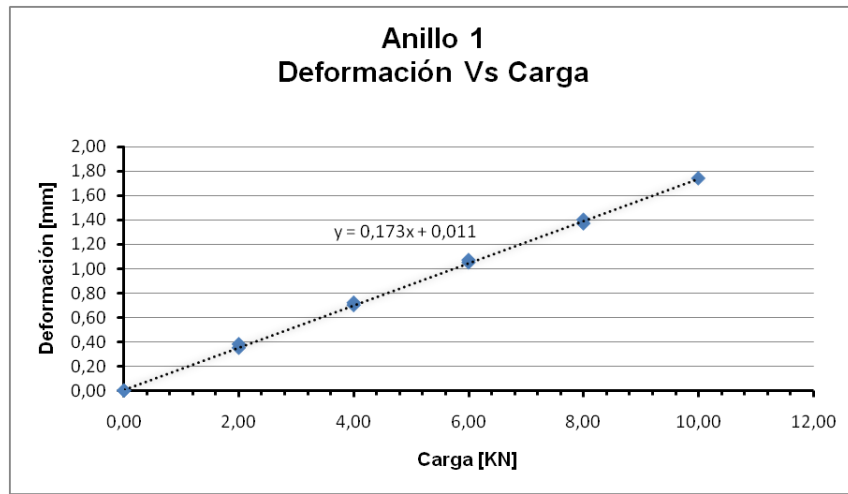
En el capítulo anterior dio a conocer detalladamente los elementos utilizados en el montaje de las pruebas de SCC. Como en estas pruebas la carga se aplica de manera indirecta a través de la deformación del anillo, queda entonces por especificar el procedimiento para calibrarlos y así poder iniciar la realización de las pruebas según la norma estándar NACE TM0177-96. A continuación se presentarán de manera detallada los cálculos y procesos necesarios para llevar a cabo dichas pruebas y obtener los datos experimentales.

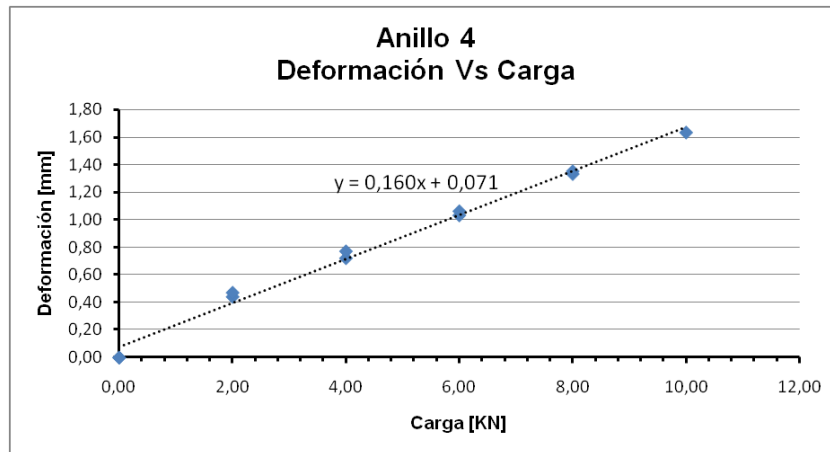
3.1 Calibración de los Anillos Tensores

La calibración de los anillos, cual fue realizada en el ICP²⁷, se hace con el fin de establecer la constante elástica de los mismos y poder establecer la relación entre la carga aplicada y la deformación producida, donde se obtuvieron los datos de deformación para cada carga aplicada. En la Figura 22 se ilustran los valores de las deformaciones en función de la carga con el fin de observar el comportamiento en cada uno de los anillos.

²⁷ Por su abreviatura “Instituto Colombiano de Petróleo”

Figura 22. Curvas de calibración de cada uno de los anillos tensores utilizados.



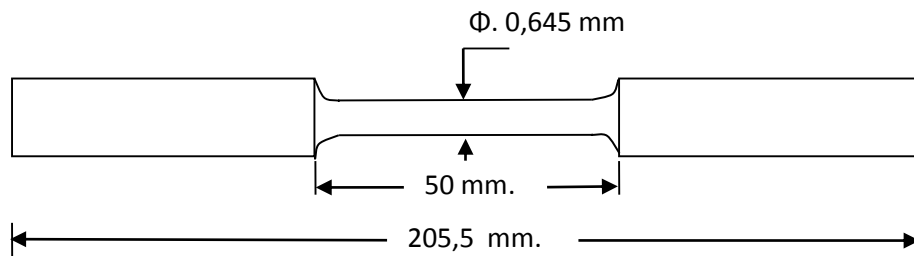


Fuente: Autores.

3.2 Determinación del Límite Elástico del Material

Con el propósito de conocer el límite elástico o esfuerzo de fluencia real del acero AISI SAE 4140 utilizado para la fabricación de las probetas que se utilizaron en el presente estudio, se hizo necesaria la fabricación de la probeta estándar correspondiente para el ensayo a tensión, la cual se muestra en la Figura 23.

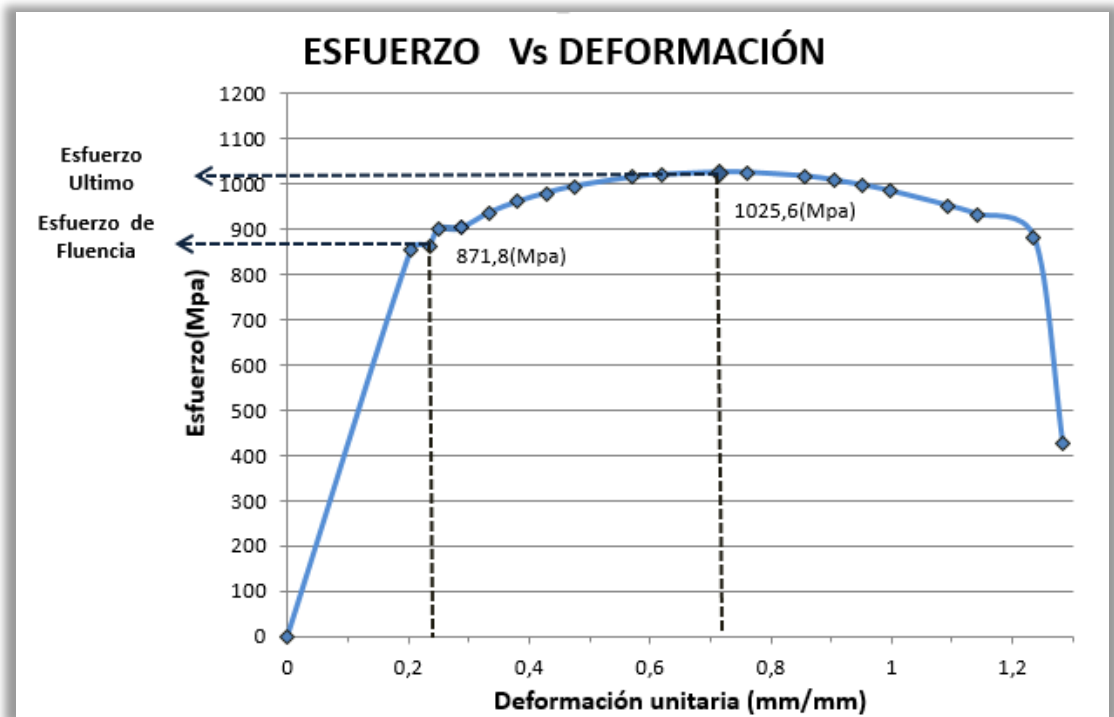
Figura 23 Dimensiones de la probeta para el ensayo a tensión



Fuente: Autores.

En la Figura 24 se observa la curva esfuerzo - deformación a partir de los datos obtenidos por la prueba, la cual indica un esfuerzo de fluencia $S_y = 871,8 \text{ MPa}$ y una resistencia última $S_u = 1025.6 \text{ MPa}$.

Figura 24. Curva esfuerzo – deformación.



Fuente: Autores.

3.3 Cálculos de la Deformación a Aplicar

Obtenido el esfuerzo de fluencia del acero AISI SAE4140, se calcula la fuerza que se debe aplicar a la probeta, que es igual al 70% de la fuerza equivalente del esfuerzo ya indicado anteriormente. Entonces:

$$F_{aplicar} = F_{Total} * 0,70 \quad (\text{Ecuación 1})$$

Sabiendo que

$$\sigma = \frac{F}{A_t} \quad (\text{Ecuación 2})$$

Donde σ el esfuerzo de fluencia, F la F_{Total} y A_t el área transversal, se tiene:

$$F_{Total} = \sigma * A_t \quad (\text{Ecuación 3})$$

Dónde:

$$A_t = \frac{\pi}{4} D_t^2 [\text{mm}] \quad (\text{Ecuación 4})$$

$$A_t = \frac{\pi}{4} 3^2 [\text{mm}]$$

$$A_t = 7,068 [\text{mm}^2] = 7,068 * 10^{-6} [\text{m}^2]$$

Sabiendo que:

$$S_y = 871,8 [\text{Mpa}] = 871,8 * 10^6 [\text{pa}] = 871,8 * 10^6 [\text{N/m}^2] \quad (\text{Ecuación 5})$$

Con los datos requeridos para calcular F_{Total} , se obtiene que:

$$F_{Total} = 871,8 * 10^6 \left[\frac{\text{N}}{\text{m}^2} \right] * 7,068 * 10^{-6} [\text{m}^2] = 6,6162 [\text{KN}] \quad (\text{Ecuación 6})$$

y por último, $F_{aplicar}$ es igual a:

$$F_{aplicar} = 6,6162 * 0,70 [\text{KN}] = 4,6313 [\text{KN}] \quad (\text{Ecuación 7})$$

Encontrado el valor de $F_{aplicar}$ y reemplazándolo en las ecuaciones reportadas en las curvas de calibración de cada anillo (ver figura 22), se determinan los valores de las deformaciones aplicada a cada uno de los anillos, donde y es la variable de desplazamiento y x es la variable de carga, luego el valor de deformación para cada anillo es:

➤ Anillo 1.

$$y = 0,173x + 0,011 \quad (\text{Ecuación 8})$$

$$y = 0,76 [\text{mm}]$$

➤ Anillo 2.

$$y = 0,155x + 0,006 \quad (\text{Ecuación 9})$$

$$y = 0,67 [mm]$$

➤ Anillo 3.

$$y = 0,157x + 0,051 \quad \text{(Ecuación 10)}$$

$$y = 0,73 [mm]$$

➤ Anillo 4.

$$y = 0,16x + 0,071 \quad \text{(Ecuación 11)}$$

$$y = 0,76 [mm]$$

Con los valores de deformación encontrados para cada anillo se procede a evaluar la superficie no modificada y modificada con iones de Ti y TiN mediante los ensayos de SCC. Finalizada la prueba, la cual es determinada según la norma estándar NACE TM0177-96, se realizó la recopilación de los datos obtenidos (de tiempo y deformación) para así llegar a las conclusiones pertinentes que serán establecidas según la estadística ANOVA, reportada en el siguiente capítulo.

4. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

En este capítulo se analizarán y se discutirán los resultados del tiempo de duración de las probetas obtenidos de los ensayos de SCC por medio de la herramienta estadística ANOVA.

4.1 Experimento Unifactorial Completamente Aleatorizado

La evaluación de las probetas de acero AISI SAE 4140, modificadas y no modificadas superficialmente y sometidas a SCC, es realizada con el experimento unifactorial completamente aleatorio.

A continuación se presentaran los resultados obtenidos después de llevar a cabo las pruebas de corrosión bajo esfuerzos de carga constante, a los diferentes grupos de tratamientos, incluidas las probetas no tratadas superficialmente con el fin de validar o rechazar las hipótesis que se plantearan más adelante (ver Tabla 7).

Tabla 7. Datos obtenidos del experimento de SCC.

Tratamiento superficial	Tiempo [h]	Deformación [mm]	Tiempo [h]	Deformación [mm]	Tiempo [h]	Deformación [mm]
	Muestra 1		Muestra 2		Muestra 3	
Sin Tratamiento	9	0.02	9	0.025	9	0.015
Ti, 4 min	48	0.015	46	0.023	41	0.025
Ti, 8 min	148	0.02	158	0.02	149	0.023
TiN, 4 min	212	0.022	235	0.03	230	0.023
TiN, 8 min	408	0.023	396	0.025	394	0.02

Fuente: Autores.

Los requerimientos para desarrollar un experimento totalmente aleatorio son:

- Una variable independiente o factor.
- Varios niveles o tratamientos de la variable independiente.
- Ningún ruido.
- Aplicación aleatoria de los tratamientos.

4.1.1 Deformación de las muestras

Con el fin de tener un adecuado control de los datos obtenidos al momento de realizar las pruebas de SCC, se procedió a tabular la deformación presentada en cada probeta, teniendo en cuenta el tratamiento realizado (ver Tabla 8).

Tabla 8. Deformación de las muestras.

Tratamiento Superficial	Deformación [mm]			Desviación estándar [mm]
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	
Sin tratamiento	0.020	0.025	0.015	0.050
Ti, 4 min	0.015	0.023	0.025	0.0432
Ti, 8 min	0.020	0.020	0.023	0.0141
TiN, 4 min	0.022	0.025	0.015	0.0419
TiN, 8 min	0.023	0.025	0.012	0.121

Fuente: Autores.

4.1.2 Fractura de la probetas

De los ensayos de SCC realizados a las probetas, es de interés para el experimento unifactorial completamente aleatorizado el número de horas registradas hasta la fractura. Los valores obtenidos del número de horas en ensayo de SCC en función de la fractura son reportados en la Tabla 9 y a partir de ellos se realiza la evaluación del experimento.

Tabla 9. Tiempo de duración en horas de las probetas en horas.

Tratamiento Superficial	Tiempo de Duración [h]			Desviación estándar [h]
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	
Sin tratamiento	9	9	9	0
Ti, 4 min	48	46	41	2.94
Ti, 8 min	148	158	149	4.50
TiN, 4 min	212	235	230	9.88
TiN, 8 min	408	396	394	6.18

Fuente: Autores.

4.1.3 Planteamiento de hipótesis

El problema a solucionar se basa en el aumento de la resistencia a la corrosión y por ende la vida útil de las piezas utilizadas en la industria petrolera. Esto se consigue al someter las muestras utilizadas según la norma NACE TM0177-96, a las condiciones de implantación establecidas en el capítulo anterior.

Las hipótesis para el experimento unifactorial completamente aleatorizado se establecen con el fin de observar la varianza o invarianza de los resultados de interés al comparar las probetas blancas y las implantadas; y así poder validar o no dichas hipótesis. En este experimento se plantean las siguientes hipótesis:

- **H0:** con un nivel de significancia de $\alpha=0.05$, todas las modificaciones superficiales darán el mismo resultado en la resistencia a la corrosión de las probetas.
- **H1:** con un nivel de significancia de $\alpha=0.05$, por lo menos una de las modificaciones superficiales dará un resultado diferente en la resistencia a la corrosión de las muestras.

4.1.4 Análisis de varianza (ANOVA)

Suponga que se tienen a tratamientos o niveles diferentes de un solo factor que quieren compararse. La respuesta observada de cada uno de los a tratamientos es una variable aleatoria. Los datos aparecerán en la Tabla 10. Una entrada de la Tabla 10 (por ejemplo, y_{ij}) representa la observación j -ésima tomada bajo el nivel del factor o tratamiento i . habrá, en general, n observaciones para el tratamiento i -ésimo²⁸.

Tabla 10. Arreglo típico de un experimento completamente aleatorizado.

Tratamiento (nivel)	Observaciones				Totales	Promedios
1	y_{11}	y_{12}	...	y_{1n}	$y_{1.}$	$\bar{y}_1.$
2	y_{21}	y_{22}	...	y_{2n}	$y_{2.}$	$\bar{y}_2.$
⋮	⋮	⋮	...	⋮	⋮	⋮
a	y_{a1}	y_{a2}	...	y_{an}	$y_{a.}$	$\bar{y}_a.$
					$y_{..}$	$\bar{y}_{..}$

Fuente: Douglas C. Montgomery. Diseño y análisis de experimentos. México: Limusa, 2004. pág.62.

En donde y_i es la suma de observaciones de cada tratamiento i , ver Tabla 10.

$$y_i = \sum_{j=1}^n y_{ij} \quad (\text{Ecuación 11})$$

$\bar{y}_i.$ es el promedio de las n observaciones de cada tratamiento i .

$$\bar{y}_i. = \frac{y_i.}{n} \quad (\text{Ecuación 12})$$

$y_{..}$ es la suma de todas las observaciones realizadas.

$$y_{..} = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^n y_{ij} \quad (\text{Ecuación 13})$$

$\bar{y}_{..}$ es el promedio del número total de observaciones realizadas.

²⁸Douglas C. Montgomery. Diseño y análisis de experimentos. México: Limusa, 2004. pág. 63.

$$\bar{y}_{..} = \frac{y_{..}}{N} \quad (\text{Ecuación 14})$$

Dónde:

$$i = 1, 2, \dots, a$$

El modelo estadístico o modelo de los efectos sirve para describir las observaciones del experimento, dicho modelo se describe con la siguiente ecuación.

$$y_{ij} = \mu + \tau_i + \varepsilon_{ij} \quad (\text{Ecuación 15})$$

Donde y_{ij} es una variable aleatoria que denota la observación ij-ésima, μ es un parámetro común a todos los tratamientos llamado la media global, τ_i es un parámetro asociado con el tratamiento i-ésimo llamado el efecto del tratamiento i-ésimo, y ε_{ij} es un componente del error aleatorio. $\mu + \tau_i + \varepsilon_{ij}$.

En la Tabla 11 se observa la disposición general de los datos en un análisis de varianza cuyo objetivo final es calcular el factor F_C y compararlo con un factor F_T que sale de la Tabla estadística ANOVA con significancia de $\alpha=0.05$, para validar o rechazar las hipótesis.

Tabla 11. Tabla de análisis de varianza para el modelo con un solo factor y efectos fijos.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F_C
Entre los tratamientos	$SS_{Tratamientos}$	$a - 1$	$MS_{Tratamientos}$	$F_C = \frac{MS_{Tratamientos}}{MS_E}$
Error (dentro de los tratamientos)	SS_E	$N - a$	MS_E	
Total	SS_T	$N - 1$		

Fuente: Douglas C. Montgomery. Diseño y análisis de experimentos. México: Limusa, 2004. pág.65.

N es el número total de observaciones o en este caso es el número total de muestras, a es el número de tratamientos y n es el número de réplicas de cada tratamiento.

$$N = a \times n \quad (\text{Ecuación 16})$$

SS_T la sumatoria de cuadrados de los 15 valores tabulados menos el cociente entre la suma de totales al cuadrado y N.

$$SS_T = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^n y_{ij}^2 - \frac{y_{..}^2}{N} \quad (\text{Ecuación 17})$$

$SS_{TRATAMIENTOS}$, es la sumatoria de los cuadrados de los totales de cada tratamiento.

$$SS_{TRATAMIENTOS} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^a y_{i.}^2 - \frac{y_{..}^2}{N} \quad (\text{Ecuación 18})$$

SS_E es la diferencia entre los valores antes calculados.

$$SS_E = SS_T - SS_{TRATAMIENTOS} \quad (\text{Ecuación 19})$$

En la Ecuación 20 se tiene el cociente entre la suma de cuadrados de los tratamientos y la diferencia entre $(a-1)$ que no es otra cosa más que los grados de libertad del tratamiento.

$$MS_{TRATAMIENTOS} = \frac{SS_{TRATAMIENTOS}}{a-1} \quad (\text{Ecuación 20})$$

Y por último se ve la relación entre la suma de cuadrados del error y diferencia entre $(N-a)$ que simplemente es el grado de libertad del error.

$$MS_E = \frac{SS_E}{N-a} \quad (\text{Ecuación 21})$$

Con las ecuaciones anteriores obtenemos los datos obtenidos del experimento, con el fin de realizar el análisis estadístico, se dispone de la Tabla 12 donde se muestran los resultados obtenidos al contabilizar el tiempo de duración de las diferentes

muestras. En la Tabla 12 se observa la suma de los totales así como la suma de los promedios.

Tabla 12. Datos del tiempo total de cada muestra

Tratamiento superficial	Duración [h]			Total	Promedio
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3		
Sin tratamiento	9	9	9	27	9
Ti, 4 min	48	46	41	135	45
Ti, 8 min	148	158	149	455	152
TiN, 4 min	212	235	230	677	226
TiN, 8 min	408	396	394	1198	399
				2492	166

Fuente: Autores.

En el experimento totalmente aleatorizado siempre se tiene en cuenta los siguientes aspectos.

- **VARIABLE INDEPENDIENTE:** Tratamiento superficial aplicado a las muestras.
- **VARIABLE DEPENDIENTE:** Tiempo de duración de las muestras.

En este experimento el número de tratamientos α es igual a 5 y el número de observaciones por tratamiento n es igual a 3.

A continuación tenemos la Tabla del ANOVA (ver Tabla 13), como se mencionó antes nos ayuda a encontrar F_C , con el fin de compararlo con el F_T de la Tabla de significancia $\alpha=0.05$.

Tabla 13. Análisis de varianza experimento completamente aleatorio.

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	σ^2	F_c	F_T
Tratamientos	4	292499.733	73124.933	1480.262	3.478
Error	10	494	49.4		
Total	14	292993.733			

Fuente: Autores.

Hallado el valor de F_c , el paso a seguir es buscar el estadístico F_T de la Tabla 14, en la cual se entra en las filas con el grado de libertad del denominador o del error y en las columnas con el grado de libertad del numerador o de los tratamientos; para su comparación.

Tabla 14. Valores del estadístico F_T para el análisis ANOVA.

ALFA = 0,05	Grados de Libertad del Numerador						
	1	2	3	4	5	6	7
1	161,45	199,5	215,71	224,58	230,16	233,99	236,77
2	18,513	19	19,164	19,247	19,296	19,329	19,353
3	10,128	9,5521	9,2766	9,1172	9,0134	8,9407	8,8867
4	7,7086	6,9443	6,5914	6,3882	6,2561	6,1631	6,0942
5	6,6079	5,7861	5,4094	5,1922	5,0503	4,9503	4,8759
6	5,9874	5,1432	4,7571	4,5337	4,3874	4,2839	4,2067
7	5,5915	4,7374	4,3468	4,1203	3,9715	3,866	3,7871
8	5,3176	4,459	4,0662	3,8379	3,6875	3,5806	3,5005
9	5,1174	4,2565	3,8625	3,6331	3,4817	3,3738	3,2927
10	4,9646	4,1028	3,7083	3,478	3,3258	3,2172	3,1355
11	4,8443	3,9823	3,5874	3,3567	3,2039	3,0946	3,0123
12	4,7472	3,8853	3,4903	3,2592	3,1059	2,9961	2,9134

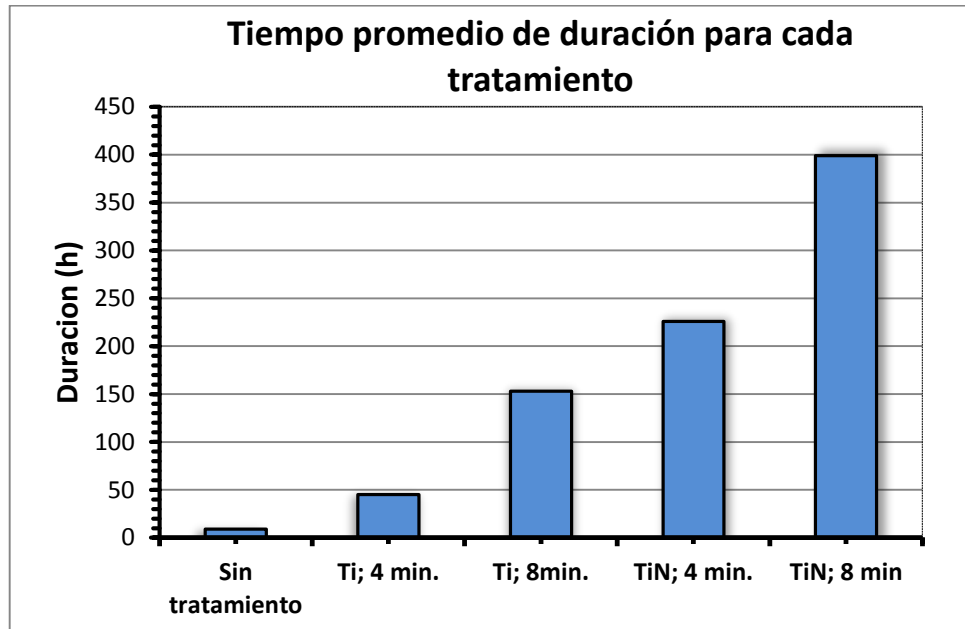
Fuente: Autores.

Como F_c da mayor que F_T , entonces H_1 se admite y por tanto se concluye que los tratamientos superficiales si tienen efecto en el aumento de la resistencia a la corrosión.

4.1.5 Discusión de resultados

En la Figura 25 se observa el comportamiento del tiempo de duración de las muestras para cada tratamiento trabajado, donde se hace evidente el mejor tratamiento.

Figura 25. Promedios de duración de tiempo en el experimento.



Fuente: Autores.

Al comparar los datos graficados con respecto a las muestras sin implantar, se tiene que las muestras tratadas con Ti a 4 minutos mejoraron 5 veces el tiempo de duración, en las de Ti a 8 min mejoraron aproximadamente 17 veces el tiempo de duración, en las de TiN a 4 min mejoraron aproximadamente 25 veces el tiempo de duración y en las de TiN a 8 min mejoraron aproximadamente 44 veces el tiempo de duración.

4.2 Evaluación con un Experimento Factorial

El objetivo de realizar un experimento factorial en esta fase del proceso, se debe a la necesidad de investigar todas las combinaciones posibles de los niveles de los factores, para determinar si existe interacción entre los factores.

Los requerimientos para desarrollar un experimento factorial son:

- Dos o más variables independientes o factores.
- Varios niveles para cada factor.
- Ningún ruido.
- Aplicación aleatoria de los tratamientos.

Los experimentos factoriales son la única forma de descubrir interacciones entre variables.

4.2.1 Tiempo de duración de las probetas

De la evaluación de las muestras, es de interés para el experimento factorial el tiempo de duración de las probetas. En la Tabla 15 se muestra el tiempo obtenido por cada probeta, estos valores son los de interés para el desarrollo del experimento.

Tabla 15. Tiempo duración [h], durante la evaluación de las probetas.

Tiempo de exposición	Material Implantado					
	Ti			TiN		
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3
4 minutos	48	46	41	212	235	230
8 minutos	148	158	149	408	396	394

Fuente: Autores.

4.2.2 Planteamiento de hipótesis

El problema a solucionar se basa en incrementar la resistencia a la corrosión en probetas tratadas superficialmente y evaluadas mediante (SCC), expresado en el tiempo de duración de las probetas (en horas), teniendo en cuenta el tipo de material implantado y el tiempo de exposición de la muestra.

Se establecen las hipótesis para el experimento factorial con el fin de observar la varianza o invarianza de los resultados de interés al comparar las condiciones de implantación de las probetas, con el fin de validar o no dichas hipótesis.

Hipótesis experimento factorial.

✓ Factor A

Ho: con nivel de significancia de $\alpha=0.05$, Todos los tiempos de exposición de las muestras darán el mismo resultado en la resistencia a la corrosión.

H1: con nivel de significancia de $\alpha=0.05$, por lo menos un tiempo de exposición de las muestras dará un resultado diferente en la resistencia a la corrosión.

✓ Factor B

Ho: con nivel de significancia de $\alpha=0.05$, todos los tipos de material implantados darán el mismo resultado en la resistencia a la corrosión.

H1: con nivel de significancia de $\alpha=0.05$, por lo menos un tipo de material implantado dará un resultado diferente en la resistencia a la corrosión.

✓ Interacción AB

Ho: con nivel de significancia de $\alpha=0.05$, no hay interacción entre factores.

H1: con nivel de significancia de $\alpha=0.05$, existe interacción.²⁹

4.2.3 Análisis de varianza (ANOVA)

Por diseño factorial se entiende que en cada ensayo o replica completa del experimento se investigan todas las combinaciones posibles de los niveles de los

²⁹ Oscar Mauricio Gómez, Miguel Leonardo Patiño. EVALUACIÓN DEL DESGASTE DE UNA BROCA EN ACERO RÁPIDO (HSS) MODIFICADA SUPERFICIALMENTE CON IONES DE NITRÓGENO Y TITANIO USANDO LA METODOLOGÍA ANOVA. Trabajo de Grado Ingeniero Mecánico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad Físico-Mecánicas. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2013. Pág. 98.

factores. Por ejemplo, si el factor A tiene a niveles y el factor B tiene b niveles, cada replica contiene todas las ab combinaciones de los tratamientos³⁰.

Para el caso general de un experimento factorial, sea y_{ijk} la respuesta observada cuando el factor A tiene el nivel i -esimo ($i=1,2,\dots, a$) y el factor B tiene el nivel j -esimo ($j=1,2,\dots, b$) en la réplica k -esima ($k=1,2,\dots, n$). En general, en el experimento factorial de dos factores, como el de este trabajo, los datos aparecerán como se muestra en la Tabla 16.

El orden en que se hacen las abn observaciones se selecciona al azar, por lo que este diseño es un diseño completamente aleatorizado³¹.

Tabla 16. Arreglo general de un diseño factorial de dos factores.

		Factor B			
		1	2	...	b
Factor A	1	$y_{111}, y_{112}, \dots, y_{11n}$	$y_{121}, y_{122}, \dots, y_{12n}$		$y_{1b1}, y_{1b2}, \dots, y_{1bn}$
	2	$y_{211}, y_{212}, \dots, y_{21n}$	$y_{221}, y_{222}, \dots, y_{22n}$		$y_{2b1}, y_{2b2}, \dots, y_{2bn}$
	⋮				
	a	$y_{a11}, y_{a12}, \dots, y_{a1n}$	$y_{a21}, y_{a22}, \dots, y_{a2n}$		$y_{ab1}, y_{ab2}, \dots, y_{abn}$

Fuente: Douglas C. Montgomery. Diseño y análisis de experimentos. México: Limusa, 2004. pág.178

Para realizar el arreglo general de un diseño factorial de dos factores se aplican cada una de las siguientes ecuaciones. En la siguiente ecuación se observa el total de cada una de las observaciones bajo el nivel i -esimo del factor a, o, en otras palabras la suma total de cada fila si se trabaja con el arreglo anterior.

³⁰ Douglas C. Montgomery. Diseño y análisis de experimentos. México: Limusa, 2004. pág. 170.

³¹ Douglas C. Montgomery. Diseño y análisis de experimentos. México: Limusa, 2004. pág. 177.

$$y_{i..} = \sum_{i=1}^b \sum_{k=1}^n y_{ijk} \quad i = 1, 2, \dots, a \quad (\text{Ecuación 22}).$$

$\bar{y}_{i..}$ es el promedio de las observaciones bajo el nivel i -ésimo del factor a , o, la media de las filas.

$$\bar{y}_{i..} = \frac{y_{i..}}{bn} \quad i = 1, 2, \dots, a \quad (\text{Ecuación 23}).$$

La ecuación que se presenta a continuación denota el total de observaciones bajo el nivel j -ésimo del factor b , o en otras palabras la suma total de cada columna si se trabaja con el arreglo anterior.

$$y_{.j.} = \sum_{i=1}^a \sum_{k=1}^n y_{ijk} \quad i = 1, 2, \dots, b \quad (\text{Ecuación 24}).$$

$\bar{y}_{.j.}$ es el promedio en el nivel j del factor b , o, en otras palabras la media de las columnas.

$$\bar{y}_{.j.} = \frac{y_{.j.}}{an} \quad i = 1, 2, \dots, b \quad (\text{Ecuación 25}).$$

y_{ij} es el total de las observaciones de cada nivel de los factores.

$$y_{ij} = \sum_{k=1}^n y_{ijk} \quad i = 1, 2, \dots, a ; j = 1, 2, \dots, b \quad (\text{Ecuación 26}).$$

Al igual que para el caso del experimento completamente aleatorizado, para el factorial también existe un modelo de los efectos que sirve para describir las observaciones que se presentan en el mismo. Tal modelo se describe con la siguiente ecuación.

$$y_{ijk} = \mu + \tau_i + \beta_j + (\tau\beta)_{ij} + \varepsilon_{ijk} \quad \left. \begin{array}{l} i = 1, 2, \dots, a \\ j = 1, 2, \dots, b \\ k = 1, 2, \dots, n \end{array} \right\} \quad (\text{Ecuación 27}).$$

Donde μ es el efecto promedio global; τ_i es el efecto del nivel i -ésimo del factor A (de las filas); β_j es el efecto del nivel j -ésimo del factor B (de las columnas); $(\tau\beta)_{ij}$ es el efecto de la interacción entre τ_i y β_j , y ε_{ijk} es un componente del error aleatorio.

En la Tabla 17 se observa la disposición general de los datos en un análisis de varianza para un experimento factorial, cuyo objetivo final es calcular el valor F_c para cada factor y la interacción de los mismos, con el fin de compararlos con el estadístico F_t que se obtienen de la tabla estadística ANOVA con significancia de $\alpha=0.05$, para validar o rechazar cada una de las hipótesis planteadas.

Tabla 17. Tabla de análisis de varianza para el diseño factorial de dos factores.

Fuente de variación	Suma de cuadrado	Grados de libertad	Cuadrado medio	F_c
Tratamientos A	SS_A	$a - 1$	$MS_A = \frac{SS_A}{a - 1}$	$F_c = \frac{MS_A}{MS_E}$
Tratamientos B	SS_B	$b - 1$	$MS_B = \frac{SS_B}{b - 1}$	$F_c = \frac{MS_B}{MS_E}$
Interacción	SS_{AB}	$(a - 1)(b - 1)$	$MS_{AB} = \frac{SS_{AB}}{(a - 1)(b - 1)}$	$F_c = \frac{MS_{AB}}{MS_E}$
Error	SS_E	$ab(n - 1)$	$MS_E = \frac{SS_E}{ab(n - 1)}$	
Total	SS_T	$abn - 1$		

Fuente: Douglas C. Montgomery. Diseño y análisis de experimentos. México: Limusa, 2004. pág.181

SS_T , es la sumatoria de cuadrados totales de los factores de los 12 valores.

$$SS_T = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n y_{ijk}^2 - \frac{y_{..}^2}{abn} \quad (\text{Ecuación 28}).$$

SS_A , es la sumatoria de los cuadrados del factor A.

$$SS_A = \frac{1}{bn} \sum_{i=1}^a y_{i.}^2 - \frac{y_{..}^2}{abn} \quad (\text{Ecuación 29}).$$

SS_B , es la sumatoria de los cuadrados del factor B.

$$SS_B = \frac{1}{an} \sum_{j=1}^b y_{.j}^2 - \frac{y_{..}^2}{abn} \quad (\text{Ecuación 30}).$$

La ecuación que se tiene a continuación representa la suma de cuadrados de los subtotales, valor necesario para calcular la suma de cuadrados de las interacciones.

$$SS_{Subtotales} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b y_{ij}^2 - \frac{y_{..}^2}{abn} \quad (\text{Ecuación 31}).$$

La siguiente ecuación entrega la suma de cuadrados de las interacciones.

$$SS_{AB} = SS_{Subtotales} - SS_A - SS_B \quad (\text{Ecuación 32})$$

Por último la suma de cuadrados del error es igual a la suma de cuadrados total menos la suma de cuadrados de las interacciones y cada factor.

$$SS_E = SS_T - SS_{AB} - SS_A - SS_B \quad (\text{Ecuación 33})$$

En la Tabla 17 se presentan las ecuaciones de cada uno de los cuadrados medios, así como las ecuaciones que nos permiten calcular cada uno de los Fc, valor por el cual hemos hecho todo este recorrido.

En la Tabla 18, se organizan cada uno de los datos obtenidos en la evaluación de las probetas implantadas, con el fin de realizar el análisis estadístico.

Tabla 18. Valores del tiempo de duración de las probetas implantadas y evaluadas en el SCC.

Tiempo de Exposición	Material Implantado								Tiempo Total [h]	Tiempo Promedio [h]	
	Ti				TiN						
	t1 [h]	t2 [h]	t3 [h]	t _{prom} [h]	t1 [h]	t2 [h]	t3 [h]	t _{prom} [h]			
4 minutos	48	46	41	45	212	235	230	226	271	135.33	
8 minutos	148	158	149	152	408	396	394	399	551	276	
Tiempo Total [h]				197	Tiempo Total [h]				625	822	
Tiempo Promedio [h]				98	Tiempo Promedio [h]				312.5		

Fuente: Autores.

Para llevar a cabo el experimento factorial hay que tener en cuenta lo siguiente:

Variables independientes.

- ✓ **Factor A:** tiempo de exposición de la muestra.
- ✓ **Factor B:** tipo de material implantado.
- ✓ **Variable dependiente:** Duración de tiempo de las probetas.

La cantidad de niveles y replicas por cada factor lo podemos ver en forma clara en la Tabla 19.

Tabla 19. Cantidad de niveles por factor y réplicas por factor.

Niveles del factor A	a	2
Niveles del factor B	b	2
Número de replicas	n	3

Fuente: Autores.

En la Tabla 20 se muestra el ANOVA para el experimento factorial, el cual nos permite encontrar el valor de F_c , con el fin de compararlo con los F_T obtenidos de la Tabla 21, de significancia $\alpha=0.05$.

Tabla 20: Análisis de varianza experimento factorial.

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	σ^2	F_c	F_T
Factor A	1	58949.083	58949.083	954.495	5.318
Factor B	1	137602.083	137602.083	2228.373	5.318
Interacción	1	3366.75	3366.75	54.522	5.318
Error	8	494	61.75		
Total	11	200402.917			

Fuente: Autores.

Para hallar el valor de F_T , a partir de la Tabla 21, se entra en las filas con el grado de libertad del denominador o del error y en las columnas con el grado de libertad del numerador o de los tratamientos.

Tabla 21. Valores del estadístico F_T para el análisis ANOVA.

ALFA=0,05	Grados de Libertad del Numerador						
	1	2	3	4	5	6	7
1	161,45	199,5	215,71	224,58	230,16	233,99	236,77
2	18,513	19	19,164	19,247	19,296	19,329	19,353
3	10,128	9,5521	9,2766	9,1172	9,0134	8,9407	8,8867
4	7,7086	6,9443	6,5914	6,3882	6,2561	6,1631	6,0942
5	6,6079	5,7861	5,4094	5,1922	5,0503	4,9503	4,8759
6	5,9874	5,1432	4,7571	4,5337	4,3874	4,2839	4,2067
7	5,5915	4,7374	4,3468	4,1203	3,9715	3,866	3,7871
8	5,3176	4,459	4,0662	3,8379	3,6875	3,5806	3,5005
9	5,1174	4,2565	3,8625	3,6331	3,4817	3,3738	3,2927
10	4,9646	4,1028	3,7083	3,478	3,3258	3,2172	3,1355

Fuente: Autores.

Como se observa en la Tabla 20 (ANOVA), el F_c de los factores y de las interacciones es mayor al factor de Fisher F_T ; por lo tanto se rechaza la hipótesis

H0 y se concluye que los factores tienen un efecto significativo en el aumento de la resistencia de la corrosión y que además existe interacción entre ellos.

4.2.4 Discusión de resultados

En este caso la existencia de solo dos niveles por factor, impide la realización del análisis Duncan, en vez de este proceso se procede a evaluar las medias de cada nivel y elegir la de mayor promedio como la mejor característica dentro del factor.

FACTOR A.

En la Tabla 22, se muestran los datos de los promedios del tiempo de duración que alcanzaron las probetas para el factor del tiempo de exposición de la muestra.

Tabla 22. Valores promedios del tiempo de duración de las probetas para el tiempo de exposición.

Tiempo de exposición	Promedio
4 minutos	45
8 minutos	152

Fuente: Autores.

Como se observa en la Tabla 22, el promedio del tiempo de 8 minutos es mayor que el de 4 minutos, por tal motivo se dice que el tiempo de 8 minutos es el que ofrece mejor resistencia a la corrosión.

FACTOR B.

En la Tabla 23, se muestran los datos de los promedios del tiempo de duración que alcanzaron las probetas para el factor del material implantado en la muestra.

Tabla 23. Valores promedios del tiempo de duración de las probetas para el tipo de material implantado.

Material Implantado	Ti	TiN
Tiempo Promedio [h]	226	399

Fuente: Autores.

Como se observa en la Tabla 23, el promedio para la implantación con el material TiN es mayor que el de la implantación con Ti, por tal motivo se dice que la implantación con nitruro de titanio es la que ofrece mejor resistencia a la corrosión a las probetas de SCC.

INTERACCIÓN AB

Sabiendo ya que existe interacción entre los factores, el paso a seguir es analizar es si la interacción afecta de forma positiva o negativa los factores; esto se observa en la Tabla 24.

Tabla 24. Interacción entre los factores utilizando el valor medio de ellos.

Factor A	Factor B		Promedio total [h]
	Ti	TiN	
4 minutos	45	226	135
8 minutos	152	399	280
Promedio total[h]	98	313	

Fuente: Autores.

Como se puede ver en la Tabla 24, los dos factores interactúan de forma positiva, ya que en las filas observándola de izquierda a derecha aumentan el tiempo de duración de las muestras, por otro lado si se observa de arriba hacia abajo, también aumenta el tiempo de duración de las muestras y por ende la resistencia a la corrosión de ellas.

5. CONCLUSIONES

- ✓ Realizados los tratamientos superficiales, y finalizado el experimento, se determinó que todas las probetas fabricadas de acero AISI SAE 4140 incrementaron significativamente la resistencia al agrietamiento y a la corrosión, producido por un ambiente hidrogenado. En promedio las probetas tratadas con Ti incrementaron su tiempo de duración en un 989% con respecto a las probetas sin tratamiento, y las probetas tratadas con TiN incrementaron su tiempo de duración en 3433%.

- ✓ La implantación realizada con iones de Nitruro de Titanio (TiN), y con tiempos de exposición de 4 y 8 minutos, presentaron en promedio un incremento del 224% su tiempo de duración, respecto al tiempo de de duración de las probetas tratadas con iones de Titanio.

- ✓ Realizadas las modificaciones superficiales con implantación de Titanio (Ti) y con tiempos de implantación de 4 y 8 minutos, se concluyó que estas tuvieron un incremento aproximadamente 238% su tiempo de duración con respecto al tiempo de duración de las probetas implantadas a 4 minutos, en la evaluación de las pruebas de SCC.

- ✓ Con respecto al tiempo de duración del proceso, las probetas implantadas con TiN durante 8 minutos presentaron un incremento de su tiempo de duración del 80%, con respecto al tiempo que duraron las probetas tratadas durante 4 minutos.

- ✓ El tiempo de duración del proceso tuvo una interacción positiva con respecto al tipo de implantación aplicado. Sin embargo, esta interacción fue más fuerte en la implantación con Ti que en la implantación con TiN, debido a que ésta implantación ofrece una resistencia a la corrosión muy superior a la del Ti.

- ✓ A través de la herramienta estadística se confirmó y validó la efectividad de la implantación híbrida como tratamiento que favoreció evidentemente la resistencia

a la corrosión. Se evidenció por este medio que la implantación con TiN, debido a que al ser un compuesto presenta enlaces iónicos más fuertes, resulto ser más eficaz que la implantación con Ti, que presenta enlaces metálicos más débiles.

✓ Finalmente, se espera que por medio de proyectos como este, se sigan fortaleciendo los vínculos entre las Escuelas de Ingeniería Mecánica y Física, y que se siga promoviendo la interacción entre diferentes escuelas, con el fin de desarrollar proyectos cada vez más interesantes.

6. RECOMENDACIONES

- ✓ Al inicio del presente trabajo, se presentaron algunos inconvenientes con respecto a la calibración de los anillos, ya que al ser nuevos y por ende nunca habían sido calibrados, se debió haber repetido el ensayo de calibración hasta que los anillos presentaran la misma deformación y recuperación a medida que las cargas fuesen variando, para así dar por hecho que el material había superado la fase de histéresis, pero como no fue así y ya había sido complicado conseguir el favor de la calibración en el ICP, fue necesario que poco a poco, a prueba y error se corrigiera la calibración.

- ✓ Otra dificultad a tener en cuenta, fue que al inicio de las primeras pruebas se tuvieron ciertos problemas, el primero fue que al montar las muestras además del esfuerzo de tensión, se estaba aplicando un esfuerzo torsional adicional y esto estaba ocasionando que las probetas sufrieran fracturas en el mismo montaje o al poco tiempo de montarlas totalmente, así que no se adicione la fuerza por medio del tornillo tensor sino por la tuerca asegurando el tornillo; el segundo problema fue en el montaje de las muestras a implantar, ya que al roscarlas en el porta muestras también se le estaban adicionando esfuerzos adicionales, lo conveniente fue montarlas con paciencia y sin forzarlas.

- ✓ Otra información adicional para tener en cuenta y que no fue documentada a lo largo del libro, fue que se debe hacer un monitoreo constante al pH de cada doce (12) horas ya que este tiende a elevarse después de ese lapso de tiempo, a la deformación y al contacto de la corriente, esto hará que se minimicen errores e incertidumbres.

- ✓ Para un estudio a futuro, se podría orientar ya no a un análisis estadístico sino a un estudio más detallado mediante técnicas de microscopia electrónica, espectroscopia foto electrónica de rayos X, Espectrometría de masas de iones

secundarios (SIMS), para observar entre otras cosas los modos de fractura en las probetas.

BIBLIOGRAFIA

ACEROS DIMETALES. Catálogo. Disponible en internet.

<http://www.dimetales.com/joomla/index.php/productos/aceros/aceros-maquinaria>.

ASTM G36 Practice for Performing Stress-Corrosion-Cracking Resistance of Metals and Alloys in a Boiling Magnesium Chloride Solution

Ingepint. Datos técnicos [en línea]. Disponible en internet. <http://www.ingepint.cl/I-T-grados-corrosion.html>

DUGAR ZHABON. Valery, DULCE MORENO. Hector Jaime A New Method for Surface Modifications of Metals – MOSMET. En: Brasil Materials. 2012. Vol. 15.No. 6

JAIMES OCHOA. Carlos Javier. ESTUDIO DE LAS CARACTERISTICAS VOLTIO-AMPERICAS Y PECULIARIDADES DE FUNCIONAMIENTO DE UN VAPORIZADOR DE ARCO EN VACIO. Trabajo de maestría. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander: Facultad de ciencias. Escuela de Física. 2013. Pág. 26.

J. Woodtli, R. Kieselbach, Damage hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking, Engineering Failure Analysis, 2000, 427-450

METAL ACTUAL. Tendencias galvánicas Disponible en internet.

http://metalactual.com/revista/24/procesos_pdv.pdf

MONTGOMERY, Douglas C. y RUNGER, George C. Probabilidad y estadística aplicadas a la ingeniería. México: LimusaWiley, 2008, p. 561-577

Oscar Mauricio Gómez, Miguel Leonardo Patiño. EVALUACIÓN DEL DESGASTE DE UNA BROCA EN ACERO RÁPIDO (HSS) MODIFICADA SUPERFICIALMENTE CON IONES DE NITRÓGENO Y TITANIO USANDO LA METODOLOGÍA ANOVA. Trabajo de Grado Ingeniero Mecánico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad Físico-Mecánicas. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2013. Pág. 98.

PAOLA FONTALVO. EVALUACIÓN EXPERIMENTAL DE LA RESISTENCIA A LA CORROSIÓN DE UN ACERO AISI-SAE 4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO. En: Colombia Dyna. 2009. Vol.159. pág. 43.

PARADA BECERRA. Fredy Fabián. ESTUDIO DE LOS HACES ELECTRÓNICOS EN LA DESCARGA ELÉCTRICA DE ALTO VOLTAJE A BAJAS PRESIONES. En: Colombia Puente Revista Científica Universidad Pontificia Bolivariana Seccional Bucaramanga. 2011. Vol. 5. No. 2. Pág. 21-26.

REYES CORZO, Martha, ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LA RESISTENCIA A LA CORROSION DE UN ACERO AL CARBONO AISI SAE 1020 IMPLANTADO CON

IONES DE TITANIO VIA PLASMA, Trabajo de grado metalúrgico Bucaramanga universidad industrial de Santander, facultad de fisicoquímicas pág. 27

SALINAS QUINTERO. Deisy Viviana, CHINCHILLA BALLESTEROS. Luisa Fernanda. MODIFICACIÓN SUPERFICIAL DE UN ACERO AISI SAE 1045 MEDIANTE LA IMPLANTACIÓN DE IONES DE NITRÓGENO Y TITANIO. En: Colombia Revista Iteckne. 2011. Vol. 8. No. 1. pág. 31-36.

SILVA PLATA. Miguel Ángel. ESTUDIO DE LA IMPLANTACION IONICA TRIDIMENSIONAL (3DII) EN DESCARGAS A BAJA PRESION COMO PROTECCION DE ACEROS A LA PERMEACION DE HIDROGENO. Trabajo de maestría. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. 2004Pág. 16

SUMITEC. Datos Técnicos. Disponible en internet.
<http://www.sumiteccr.com/Aplicaciones/Articulos/pdfs/AISI%204140.pdf>

VALBUENA NIÑO, Ely Dannier. COMPORTAMIENTO DEL ACERO SAE 4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO EN AMBIENTES HIDROGENADOS. Trabajo de Grado Físico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. 2004. Pág. 35.

VALBUENA NIÑO. Ely Dannier. CHEMICAL CHARACTERIZATION OF 4140 STEEL IMPLANTED BY NITROGEN IONS. En: Brasil 57to Congreso Anual De La Asociación Brasileira De Metalurgia Y Materiales. 2010. Vol1. No 7 pag.5196 – 5203.

VALBUENA NIÑO, Ely Dannier. DETERMINACIÓN DE LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN EN ACEROS AISI SAE 1010, 1020 Y 1045 IMPLANTADOS CON IONES DE TITANIO. En: Colombia Tumbaga.2012. Pag37-45.

VALBUENA NIÑO, Ely Dannier, PENA BALLESTEROS. Darío Yesid. ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LA RESISTENCIA A LA CORROSIÓN DE UN ACERO AL CARBONO AISI-SAE 1020 IMPLANTADO CON IONES DE TITANIO. En: Colombia Revista Latinoamericana De Metalurgia Y Materiales. 2012. Vol. 33. No. 1Pág. 138-146.

VALBUENA NIÑO, Ely Dannier, et al. APLICACIÓN DE DESCARGAS SIMULTÁNEAS DE ALTO VOLTAJE Y ARCO ELÉCTRICO PARA EL TRATAMIENTO SUPERFICIAL AVANZADO DE METALES. En: ITECKNE. 2012. Vol. 9. No. 1, p. 14-20.

VALBUENA NIÑO. Ely Dannier, PINTO C. José Luis. CHEMICAL CHARACTERIZATION OF 4140 STEEL IMPLANTED BY NITROGEN IONS. En: Inglaterra Journal Of Physis: Conference Series. 2012. Vol.370. Pág. 1-7

VALBUENA NIÑO. Ely Dannier. COMPORTAMIENTO DEL ACERO SAE-4140 IMPLANTADO CON IONES DE NITRÓGENO EN AMBIENTES HIDROGENADOS. En: Colombia Revista Colombiana De Física En: Colombia Revista Colombiana De Física. 2006. Vol. 38. pág. 61.

VALBUENA NIÑO, Ely Dannier, DULCE MORENO. Héctor Jaime. NUEVO MÉTODO DE MODIFICACIÓN DE SUPERFICIES DE METALES MOSMET. En: Colombia. 2011. Evento: XXIV Congreso Nacional de Física.

VARGAS GALVIS. Fabio. ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO DE RECUBRIMIENTOS TERMOROCIADOS EXPUESTOS A AMBIENTES HIDROGENADOS .Tesis de posgrado. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias. Escuela de Ingeniería Metalurgica.2003

ANEXOS

ANEXO A. Estudio de la probeta utilizada para los ensayos de corrosión

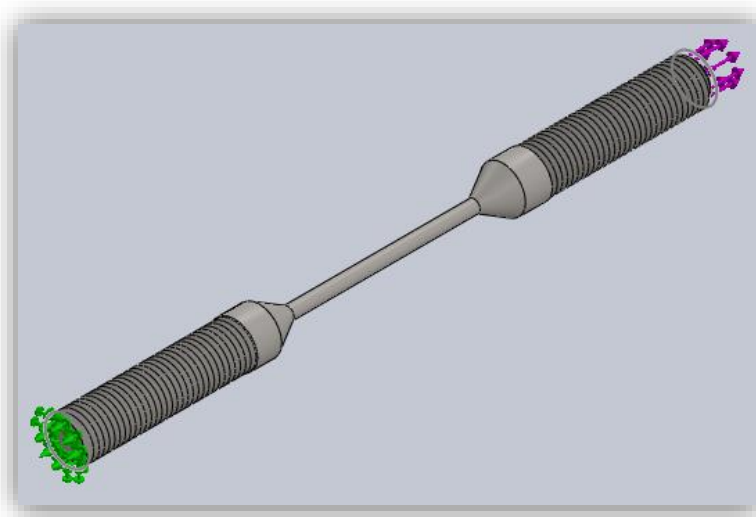
A continuación se presenta el modelamiento realizado con el software Solidworks, versión 2012, a las probetas utilizadas en los ensayos de SCC. En la tabla 24 se presentan las cantidades físicas con sus respectivas unidades que se tuvieron en cuenta para el modelamiento y en la Figura 26 la representación gráfica de la probeta de estudio.

Tabla 25. Cantidades físicas.

Parámetro	Unidades Métrico (MKS)
Longitud/Desplazamiento	mm
Temperatura	Kelvin
Velocidad angular	rad/seg
Presión/Tensión	N/m ²

Fuente: Solidworks, versión 2012.

Figura 26. Probeta de referencia.



Fuente: Autores.

En la Tabla 25 se reportan las propiedades del acero AISI SAE 4140 utilizado para la fabricación de las probetas de estudio.

Tabla 26. Propiedades del Acero AISI SAE 4140 bonificado.

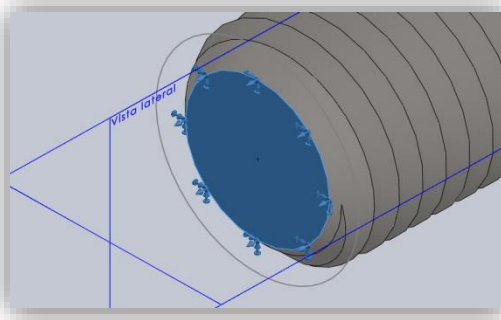
Parámetro	Valor
Tipo de modelo	Isotrópico elástico lineal
Límite elástico	8.7e+008 N/m ²
Límite de tracción	5.7e+008 N/m ²
Módulo elástico	2.05e+011 N/m ²
Coefficiente de Poisson	0.285
Densidad	7850 kg/m ³

Fuente: Solidworks, versión 2012.

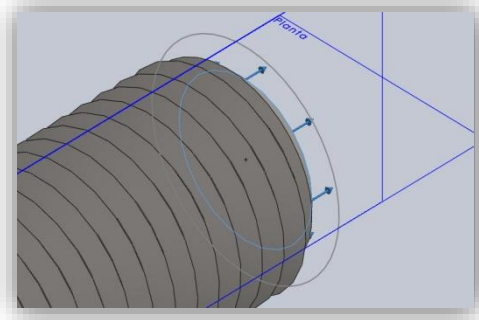
En la Figura 27 se representan las cargas y sujeciones de las probetas de estudio.

Figura 27. Cargas y sujeciones. a) Geometría fija, b) fuerza normal de las probetas.

A) Geometría fija



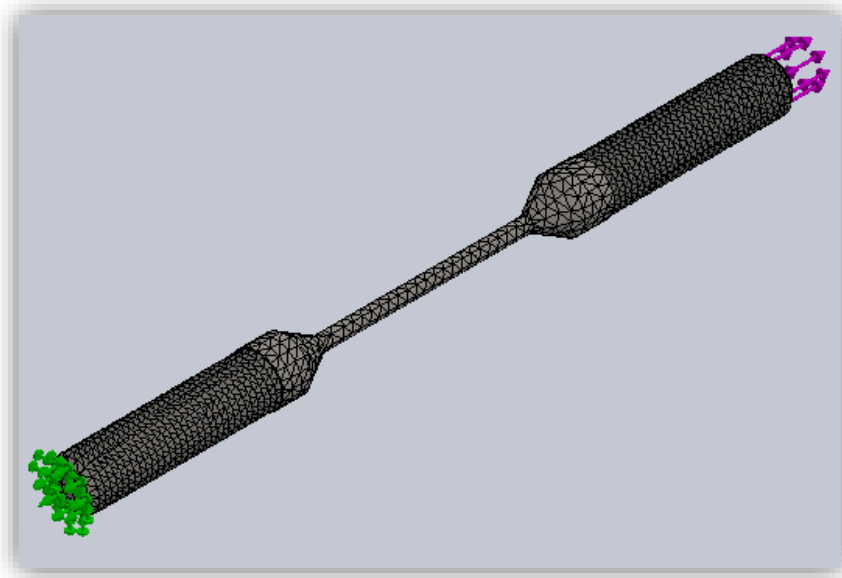
B) Fuerza normal -6000 N



Fuente: Solidworks, versión 2012.

Para dar marcha la simulación se debe iniciar con un pre-proceso que consiste en la generación de la malla (ver Figura 28) para así dividir la pieza en un conjunto continuo de pequeños nodos, el comportamiento de estos nodos estará dado por unas ecuaciones que a su vez regirán nuestra pieza completamente y por medio del método de elementos finitos convertirá las ecuaciones en un problema matricial que permitirá obtener una solución numérica aproximada.

Figura 28. Creación de la malla de las probetas.



Fuente: Solidworks, versión 2012.

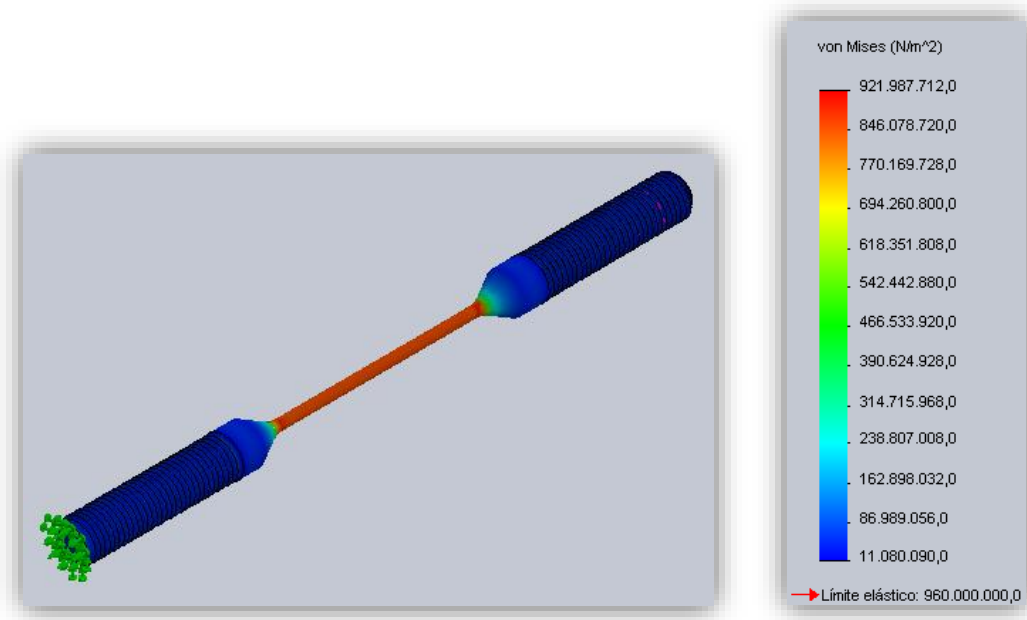
En la Tabla 26 y en la Figura 29 se muestra la mínima y máxima tensión de Von Mises conocida también como la teoría de la energía de distorsión máxima, esta teoría expone que un material dúctil comienza a ceder en una ubicación cuando la tensión de von mises es igual al límite de tensión.

Tabla 27. Resultados del estudio de esfuerzos de las probetas.

Nombre	Tipo	Mínimo [N/m ²]	Máximo [N/m ²]
Tensiones	VON: Tensión de von Mises	1.10801e+007	9.21988e+008

Fuente: Solidworks, versión 2012.

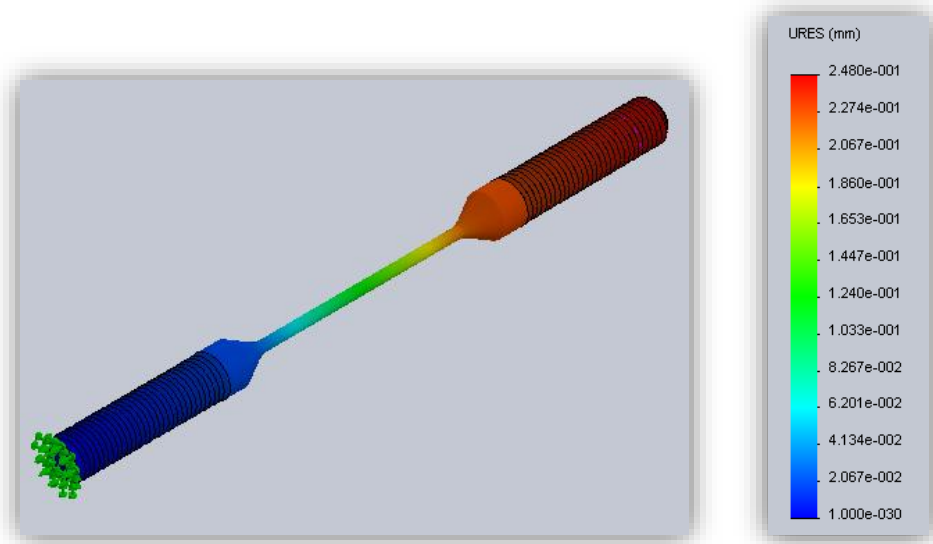
Figura 29. Resultado de esfuerzos de las probetas.



Fuente: Solidworks, versión 2012.

Se prosigue con la simulación (ver Figura 30), en este caso estática, sometiendo a la probeta a una carga constante y aumentándola gradualmente hasta llegar al esfuerzo ultimo del material.

Figura 30. Resultado de desplazamientos de las probetas.



Fuente: Solidworks, versión 2012.

Como resultado de esta simulación se obtuvieron los siguiente resultados lo cuales se muestran en la Tabla 27.

Tabla 28. Resultados obtenidos de la modelamiento.

Carga (KN)	Deformación (mm)	Esfuerzo (MPa)
0	0	0
1	0,0413	143,66
2	0,0867	282,026
3	0,124	423,039
4	0,1653	564,052
5	0,2067	705,005
6	0,248	846,078
7	0,2894	987,091

Fuente: Autores.

ANEXO B. Estudio de probeta para ensayos de tensión.

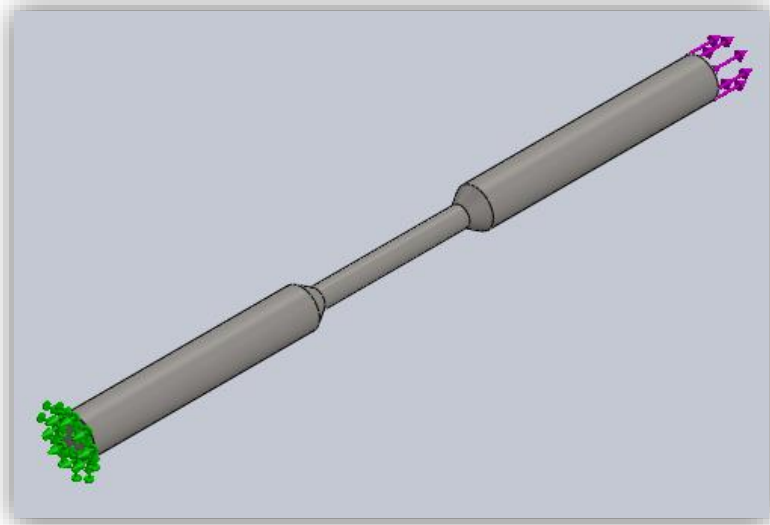
Con el fin de corroborar la tendencia a la de formación del acero AISI SAE 4140, se simuló la prueba de tensión descrita en el Capítulo 3 (inciso 3.2). En la tabla 29 se exponen las cantidades físicas con sus respectivas unidades que se tuvieron en cuenta para el modelamiento y en la Figura 31 se muestra la probeta a estudiar.

Tabla 29. Unidades de realización del estudio de las probetas de tracción.

Sistema de unidades	Métrico (MKS)
Longitud/Desplazamiento	mm
Temperatura	Kelvin
Velocidad angular	Rad/seg
Presión/Tensión	N/m ²

Fuente: Solidworks, versión 2012.

Figura 31. Modelo de la probeta para ensayo de tensión.



Fuente: Solidworks, versión 2012.

En la Tabla 30 se indican las propiedades del acero AISI SAE 4140 utilizado para la fabricación de la probeta para este estudio.

Tabla 30. Propiedades del material utilizado para elaborar las probetas de tracción.

Nombre	Acero 4140 bonificado
Tipo de modelo	Isotrópico elástico lineal
Límite elástico	8.7e+008 N/m ²
Límite de tracción	5.7e+008 N/m ²
Módulo elástico	2.05e+011 N/m ²
Coefficiente de Poisson	0.285
Densidad	7850 kg/m ³

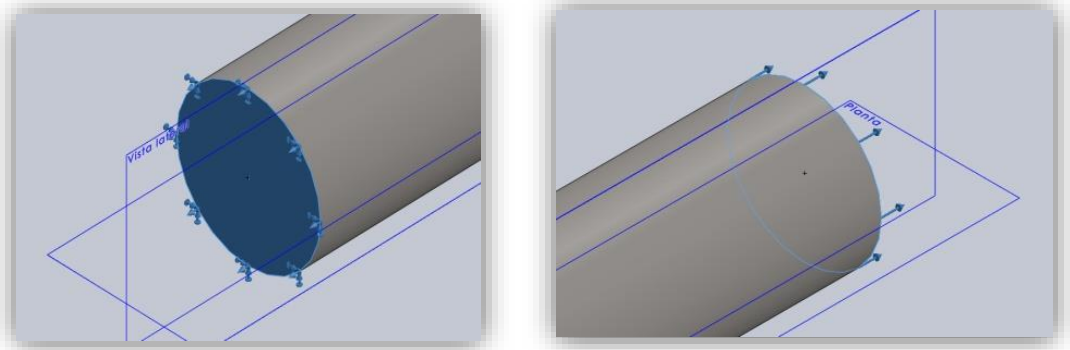
Fuente: Solidworks, versión 2012.

En la Figura 32 se presentan las sujeciones y cargas de la probeta.

Figura 32. Cargas y sujeciones de las probetas de tracción

A) Geometría fija

B) Fuerza normal -10000 N

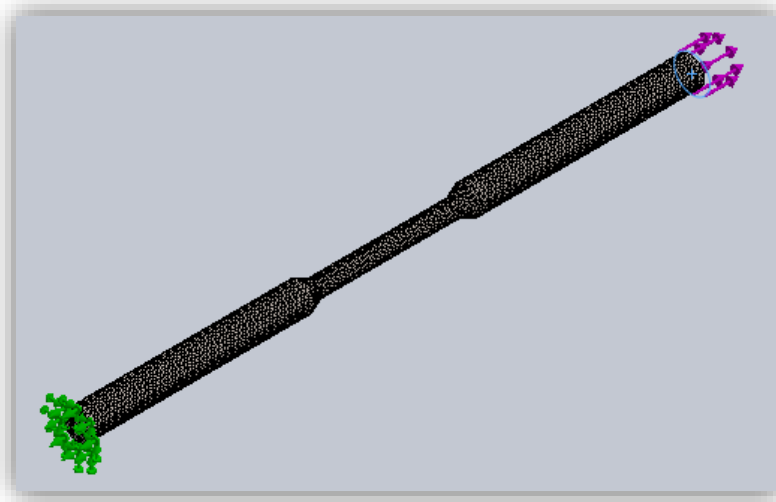


Fuente: Solidworks, versión 2012.

Para empezar la simulación se debe iniciar con un pre-proceso que consiste en la generación de la malla (ver Figura 33) para así dividir la pieza en un conjunto continuo de pequeños nodos, el comportamiento de estos nodos estará dado por

unas ecuaciones que a su vez regirán nuestra pieza completamente y por medio del método de elementos finitos convertirá las ecuaciones en un problema matricial que permitirá obtener una solución numérica aproximada.

Figura 33. Creación de la malla de las probetas de tracción



Fuente: Solidworks, versión 2012.

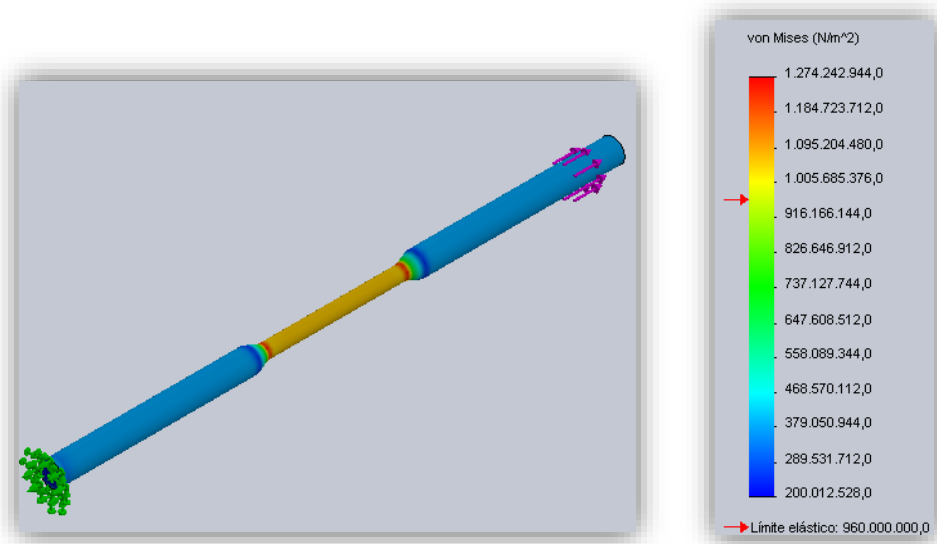
En la Tabla 31 y en la Figura 34 se muestra la mínima y máxima tensión de Von Mises conocida también como la teoría de la energía de distorsión máxima, esta teoría expone que un material dúctil comienza a ceder en una ubicación cuando la tensión de von mises es igual al límite de tensión.

Tabla 31. Resultados del estudio de esfuerzos de las probetas de tracción.

Nombre	Tipo	Mínimo [N/m ²]	Máximo [N/m ²]
Tensiones	VON: Tensión de von Mises	4.03086e+007	3.7829e+008

Fuente: Solidworks, versión 2012.

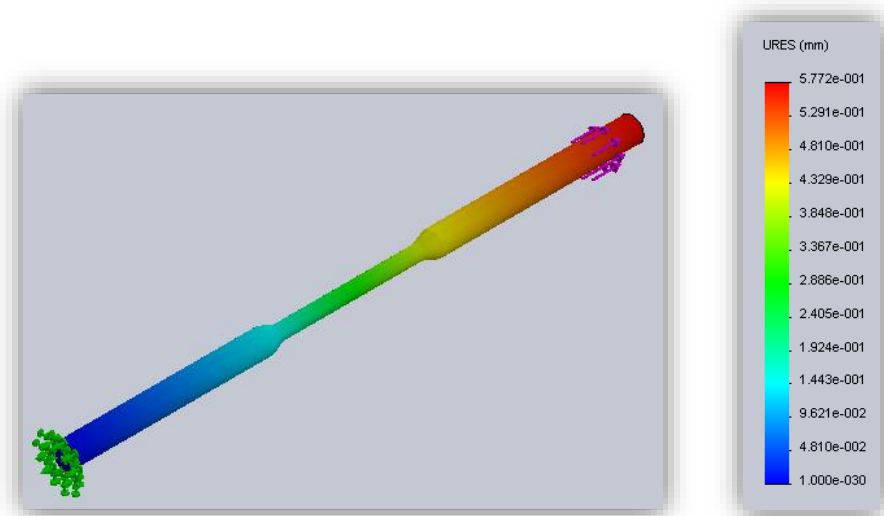
Figura 34. Resultado de esfuerzos de las probetas de tracción.



Fuente: Solidworks, versión 2012.

El siguiente paso de la simulación, es adicionar la carga constante a la probeta (caso estático) y aumentándola gradualmente para observar la tendencia a la deformación.

Figura 35. Resultado de desplazamientos de las probetas de tracción.



Fuente: Solidworks, versión 2012.

ANEXO C. Estudio de los anillos tensores.

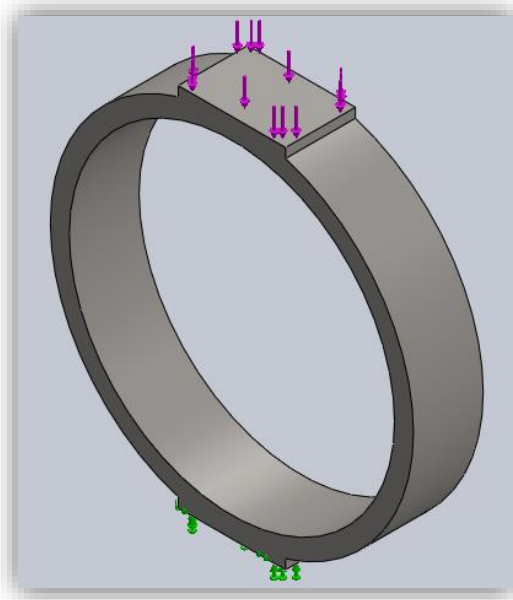
Tratando de corroborar la calibración de los anillos tensores, obtenidas y descritas en el Capítulo 3 (inciso 3.1), se simuló la calibración donde en la Tabla 32 se exponen las cantidades físicas con sus respectivas unidades que se tuvieron en cuenta para el modelamiento y en la Figura 36 se muestra el anillo a estudiar.

Tabla 32. Unidades de realización del estudio de los anillos tensores.

Sistema de unidades	Métrico (MKS)
Longitud/Desplazamiento	mm
Temperatura	Kelvin
Velocidad angular	Rad/seg
Presión/Tensión	N/m ²

Fuente: Solidworks, versión 2012.

Figura 36. Modelo de los anillos tensores.



Fuente: Solidworks, versión 2012.

En la Tabla 33 se reportan las propiedades acero comercial Api 5L Grado x65 utilizado para la fabricación de los anillos tensores.

Tabla 33. Propiedades del material del anillo tensor.

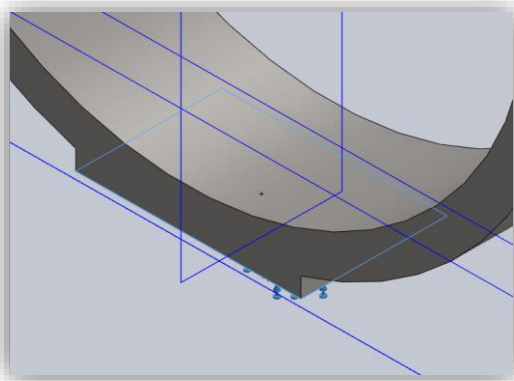
Nombre	Api 5L Grado x65
Tipo de modelo	Isotrópico elástico lineal
Límite elástico	448 N/m ²
Límite de tracción	531 N/m ²
Módulo elástico	2.1e+011 N/m ²
Coefficiente de Poisson	0.28
Densidad	7800 kg/m ³

Fuente: Solidworks, versión 2012.

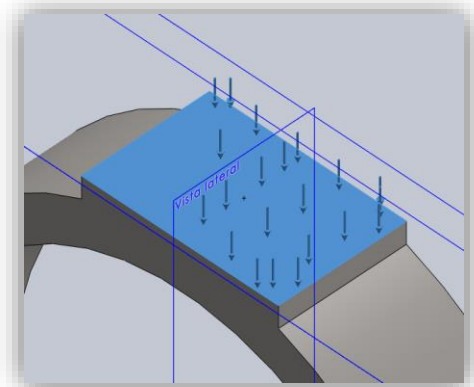
En la figura 37 se representan las cargas y sujeciones del anillo.

Figura 37. Cargas y sujeciones en el anillo tensor

A) Geometría fija



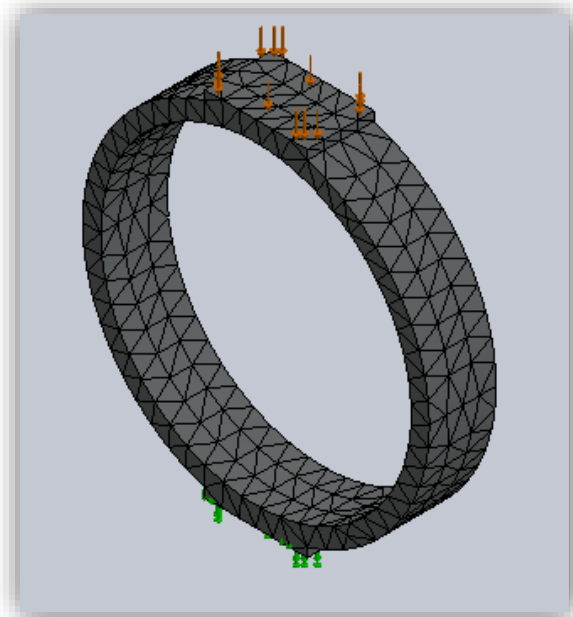
B) Fuerza normal 10000 N



Fuente: Solidworks, versión 2012.

Para dar marcha a la simulación se debe iniciar con un pre-proceso que consiste en la generación de la malla (ver Figura 38) para así dividir el anillo en un conjunto continuo de pequeños nodos, el comportamiento de estos nodos estará dado por unas ecuaciones que a su vez regirán el anillo completamente y por medio del método de elementos finitos convertirá las ecuaciones en un problema matricial que permitirá obtener una solución numérica aproximada.

Figura 38. Creación de la malla en el modelo del anillo tensor.



Fuente: Solidworks, versión 2012.

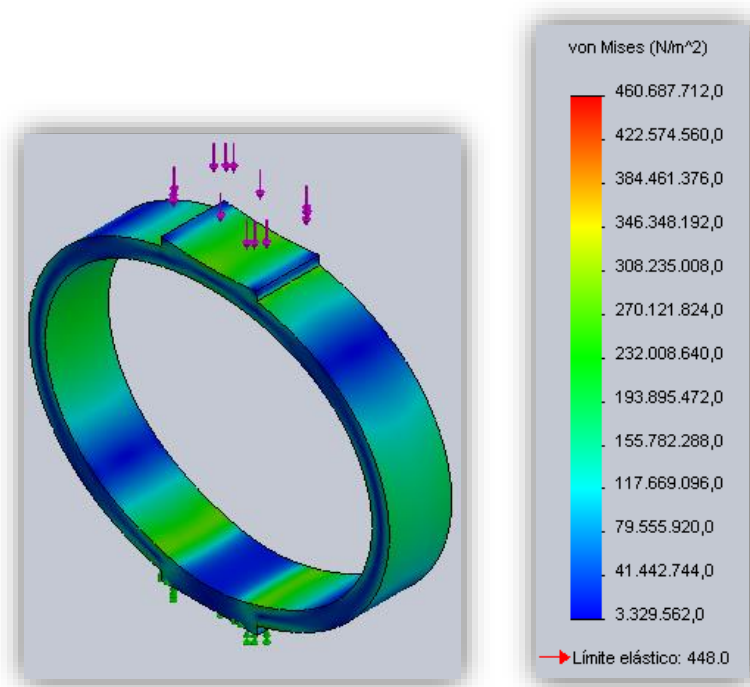
En la Tabla 34 y en la Figura 39 se muestra la mínima y máxima tensión de Von Mises conocida también como la teoría de la energía de distorsión máxima, esta teoría expone que un material dúctil comienza a ceder en una ubicación cuando la tensión de von mises es igual al límite de tensión.

Tabla 34. Resultados del estudio de esfuerzos en el anillo tensor.

Nombre	Tipo	Mínimo [N/m ²]	Máximo [N/m ²]
Tensiones	VON: Tensión de von Mises	2.79682e+006	3.3844e+008

Fuente: Solidworks, versión 2012.

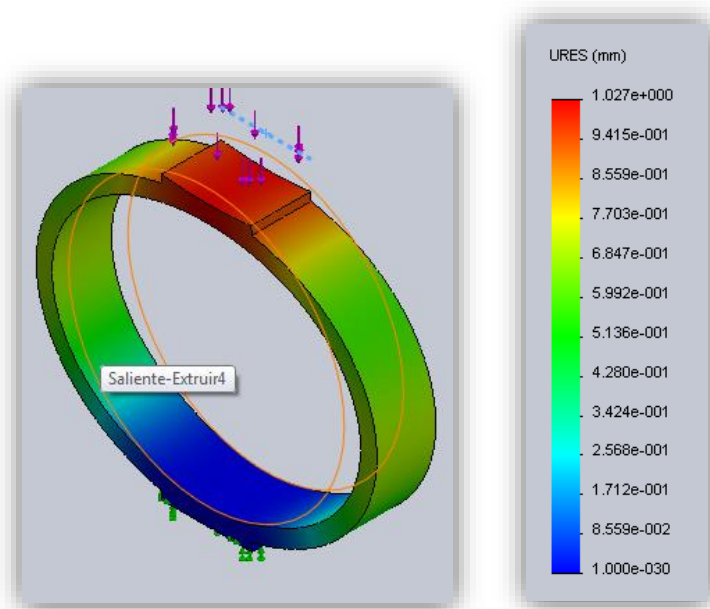
Figura 39. Resultado de esfuerzos en los anillos.



Fuente: Solidworks, versión 2012.

Se prosigue con la simulación (ver Figura 40), en este caso estática, sometiendo a al anillo a una carga constante y aumentándola gradualmente.

Figura 40. Resultado de desplazamientos en los anillos.



Fuente: Solidworks, versión 2012.

Como resultado de esta simulación se obtuvieron los siguiente resultados lo cuales se muestran en la Tabla 35.

Tabla 35. Resultados de deformación en la simulación del anillo tensor

carga KN	deformación mm	Esfuerzo
0	0	0
1	0,11	28,7
2	0,2043	57,4
3	0,365	86,085
4	0,472	114,78
5	0,5015	143,475
6	0,6018	172,17
7	0,7021	200,865
8	0,8025	229,56
9	0,9028	258,255
10	1,003	286,95

Fuente: Autores.

ANEXO D. Tablas Análisis Experimento Unifactorial Completamente Aleatorizado utilizando Excel.

ANOVA ALEATORIO SCC - Microsoft Excel

EXPERIMENTO UNIFACTORIAL COMPLETAMENTE ALEATORIZADO

TRATAMIENTO SUPERFICIAL	DURACIÓN[Horas]			TOTAL	PROMEDIO
10 KV ; 4 min Ti	48	46	41	135	45
10 KV ; 8 min Ti	148	158	149	455	151,666667
10 KV ; 4 min TIN	212	235	230	677	225,666667
10 KV ; 8 min TIN	408	396	394	1198	399,333333
Sin Tratamiento	9	9	9	27	9
				2492	166,133333

VARIABLE INDEPENDIENTE: Tratamiento superficial aplicado a las muestras

VARIABLE DEPENDIENTE: Distancia taldrada total de las muestras.

Número de Tratamientos	a	5
Número de observaciones por tratamiento	n	3

ANOVA ALEATORIO SCC - Microsoft Excel

ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA)

TRATAMIENTO SUPERFICIAL	DURACIÓN[Horas]			TOTAL	PROMEDIO
10 KV ; 4 min Ti	48	46	41	135	45
20 KV ; 8 min Ti	148	158	149	455	151,666667
10 KV ; 4 min TIN	212	235	230	677	225,666667
20 KV ; 8 min TIN	408	396	394	1198	399,333333
Sin Tratamiento	9	9	9	27	9
				2492	166,133333

Número de Tratamientos	a	5
Número de observaciones por tratamiento	n	3

TABLA ANOVA					
FUENTE DE VARIACIÓN	GRADOS DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	σ^2	Fc	Ft
Tratamientos	4	292499,7333	73124,9333	1480,26181	3,478
Error	10	494	49,4		
Total	14	292993,7333			

Fuente: Autores.