

**EVALUACIÓN EXPERIMENTAL DE LA IMPLANTACIÓN DE IONES DE Ti y N  
EN LA RESISTENCIA A LA CORROSIÓN EN EL ACERO AL CARBONO AISI  
SAE 1010**

**ARIEL ARGUELLO QUIROGA  
JULIE CAROLINA SÁNCHEZ SARMIENTO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES  
BUCARAMANGA  
2010**

**EVALUACIÓN EXPERIMENTAL DE LA IMPLANTACIÓN DE IONES DE Ti y N  
EN LA RESISTENCIA A LA CORROSIÓN EN EL ACERO AL CARBONO AISI  
SAE 1010**

**ARIEL ARGUELLO QUIROGA  
JULIE CAROLINA SÁNCHEZ SARMIENTO**

**Trabajo de Grado como requisito para optar por el título de  
INGENIERO METALÚRGICO.**

**Director  
Ph.D DARÍO YESID PEÑA BALLESTEROS  
Profesor Titular-UIS**

**Codirector  
M.Sc ELY DANNIER V. NIÑO  
Profesor asistente - UPB**

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

**2010**

## **AGRADECIMIENTOS**

*A nuestro director Darío Yesid Peña Ballesteros, Ing. M.Sc en Metalurgia, Ph.D en corrosión, por su colaboración, confianza y tiempo dedicado para guiarnos.*

*A nuestro codirector Ely Dannier V. Niño, M.Sc en Física, por su colaboración, paciencia, confianza y tiempo dedicado para guiarnos.*

*A Custodio Vásquez, Ing. magister, por transmitirnos sus conocimientos para el desarrollo de la investigación.*

*Al Grupo de Investigación en Corrosión (GIC), al laboratorio de Física y Tecnología del plasma (FITEK), al profesor Arturo Plata y al grupo de Óptica y Tratamiento de Señales (GOTS) de la Universidad Industrial de Santander, por la capacitación, asesoría y servicios brindados.*

*Al grupo de técnicos: Ambrosio Carrillo, Fermín Gómez, Javier Gaitán, Mario Navarrete, por su colaboración en el transcurso de nuestra carrera.*

*A nuestros profesores Afranio Cardona, Arnaldo Alonso Baquero, Elcy Córdoba, Gustavo Neira, Hugo Estupiñan, Iván Uribe, Jaime Gonzales, Julio Pedraza, Orlando Aguirre, Luz Amparo Quintero, Orlando Gómez y Walter Pardave por todos sus conocimientos que nos aportaron en toda nuestra carrera, muchas gracias,*

*A nuestros amigos y compañeros de la universidad, por su apoyo, buenos momentos y consejos.*

## DEDICATORIA

*A Dios, quien me dio la fe, la fortaleza necesaria para salir siempre adelante pese a las dificultades, por colocarme en el mejor camino, iluminando cada paso de mi vida, y por darme la salud y la esperanza para terminar este trabajo.*

*A la memoria de mi padre que no alcanzo a ver mis resultados en vida pues partió tempranamente cuando yo era muy niño, pero que dejó muchas enseñanzas para mi formación y aunque ya no esté entre nosotros sigue vivo en mi corazón y en mi pensamiento; por eso a ti (Alejandro Arguello Mora) papito querido te dedico mi esfuerzo para conseguir esta meta donde te encuentres.*

*A la mujer más hermosa del mundo y la que más enseñanzas me aportado a mi vida, mi madre, Azucena Quiroga Solano por su paciencia, por su apoyo, por su comprensión, por su empeño, por su fuerza, por su amor, por transmitirme parte de su sabiduría y por guiarme por un buen camino siempre, gracias*

*A mi hermano, un guía y hasta casi un padre Alexander Arguello Quiroga.*

*A mi familia putativa, papá Manuel Galvis, mamá Edilia Durán y hermano José Manuel Galvis, por apoyarme y haber creído en mí.*

*A mis demás familiares*

*A mi novia Carolina Castillo Munevar que me acompañó con mucho amor en esta difícil etapa final de mi carrera.*

*A mis compañeros y amigos Víctor Jiménez, Diana Benavides, Edilson II Pérez, Esteban Reyes, Arnold Batista, Julio Osma y Vivian Villamizar que estuvieron conmigo en las buenas y en las malas durante toda mi carrera*

*Ariel Arguello Quiroga.*

## DEDICATORIA

*A Dios por darme la oportunidad de vivir.*

*Con mucho cariño a mi abuela y mi papá que me han dado todo en la vida, por haberme brindado su comprensión, apoyo condicional, por sus consejos que me orientaron a tomar las mejores decisiones, creer en mí, apoyarme y brindarme todo su amor, por todo esto les agradezco de todo corazón el que estén conmigo a mi lado y recuerden que son muy importantes en mi vida.*

*A mi familia muchas gracias por estar conmigo y apoyarme siempre, los quiero mucho.*

*A Iván Darío, muchas gracias por todos estos años en los cuales hemos compartido tantas cosas, por tu paciencia, tu comprensión, tu amor, por tu apoyo que me has dado para continuar y seguir en mi camino, gracias por estar conmigo y recuerda que eres muy importante para mí.*

*A mis amigos Arnold, Vivian, Julio, Edinson, Walter, Edilson, Javier, Camilo, Diana, Víctor, Esteban, muchas gracias por estar conmigo en todo este tiempo donde he vivido momentos felices y tristes, gracias por ser mis amigos y recuerden que siempre los llevare en mi corazón.*

*A todos les agradezco el haber llegado a mi vida y compartir tantos momentos los quiero mucho y nunca los olvidare.*

***Julie Carolina Sánchez Sarmiento.***

## TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	19
1. OBJETIVOS	20
1.1 OBJETIVO GENERAL	20
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	20
2. MARCO TEÓRICO	21
2.1 INVESTIGACIONES SOBRE LA INFLUENCIA DE LA IMPLANTACIÓN IÓNICA EN ACEROS	21
3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	27
3.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	28
3.2 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	28
3.2.1 Limpieza Superficial De Las Muestras Para La Implantación Iónica	28
3.2.2 Preparación De Las Muestras Para Metalografía.	29
3.3 TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE LAS MUESTRAS 3DIII.	29
3.4 PARÁMETROS EMPLEADOS EN LA TÉCNICA 3DIII	30
3.5 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL IMPLANTADO.	32
3.5.3 Diseño Experimental Estadístico	36
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	38
4.1 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL DE TRABAJO	38
4.2. MEDIDAS DE VELOCIDAD DE CORROSIÓN.	39
4.2.1. Cálculo de la Resistencia a la polarización lineal.	40
4.2.2 Cálculo de las Pendientes Tafel.	43
4.2.3 Análisis de EIS.	50

4.2.4. Cálculo de circuitos equivalentes	
55	
4.3. TOPOGRAFÍA DE LA SUPERFICIE DE RAYADO	59
4.4. CARACTERIZACIÓN DE ÓXIDOS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)	
62	
5. CONCLUSIONES	66
6. RECOMENDACIONES	67
7. BIBLIOGRAFÍA	68

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 sin implantación de iones..	40
Figura 2. Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 60 min..	41
Figura 3. Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 90 min..	41
Figura 4. Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 6 min..	42
Figura 5. Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 9 min..	42
Figura 6. Curvas de Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 sin implantación de iones..	43
Figura 7. Curvas de Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 60 min..	45
Figura 8. Curvas de Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 90 min..	47
Figura 9. Curvas de Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 6min..	48
Figura 10. Curvas de Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 9 min..	49
Figura 11. Diagramas de Nyquist para muestras de acero AISI SAE 1010 sin implantación de iones..	51
Figura 12. Diagramas de Nyquist para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 60 minutos..	52
Figura 13. Diagramas de Nyquist para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 90 minutos..	53
Figura 14. Diagramas de Nyquist para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 6 minutos..	54
Figura 15. Diagramas de Nyquist para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 9 minutos..	54

Figura 16. Circuito equivalente propuesto para las muestras implantadas con iones de Nitrógeno..	56
Figura 17. Circuito equivalente propuesto para las muestras implantadas con iones de Titanio..	56
Figura 18. Diagrama de Bode experimental y simulación, para implantación de iones de Nitrógeno..	58
Figura 19. Diagrama de Bode experimental y simulación, para implantación de iones de Titanio..	58
Figura 20. DRX de los productos de corrosión en solución de NaCl para muestras implantadas con Nitrógeno..	64
Figura 21. DRX de los productos de corrosión en solución de NaCl para muestras implantadas con Titanio..	65

## LISTA DE FOTOGRAFÍAS

Fotografía 1. Cupón gravimétrico de acero AISI-SAE 1010. ....	28
Fotografía 2. Dispositivo JUPITER (Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor) [9].....	29
Fotografía 3. Cátodo de la cámara de descarga.....	30
Fotografía 4. Panel de control del reactor JUPITER.....	31
Fotografía 5. Registro de los pulsos de voltaje y corriente de la descarga.....	31
Fotografía 6. Montaje de la celda electroquímica.....	32
Fotografía 7. Bipotenciostato ACM Gill AC Bi-Stat.....	34
Fotografía 8. pH metro.....	35
Fotografía 9. Balanza analítica.....	35
Fotografía 10 Plancha de calentamiento.....	36
Fotografía 11 Limpiador Ultrasónico.....	36
Fotografía 12. Microestructura del material en estado de entrega; a) 200x b) 500x.....	39
Fotografía 13. Topografía de la superficie de rayado para muestras de acero AISI SAE 1010 implantado con iones Nitrógeno a 60 minutos.....	59
Fotografía 14. Topografía de la superficie de rayado para muestras de acero AISI SAE 1010 implantado con iones Nitrógeno a 90 minutos.....	60
Fotografía 15. Topografía de la superficie de rayado para muestras de acero AISI SAE 1010 implantado con iones Titanio a 6 minutos.....	61
Fotografía 16. Topografía de la superficie de rayado para muestras de acero AISI SAE 1010 implantado con iones Titanio a 9 minutos.....	62

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. Condiciones de implantación iónica de las probetas.	30
Tabla 2. Parámetros de trabajo para la curva de EIE.	33
Tabla 3. Parámetros de trabajo para la curva de Rp.	33
Tabla 4. Parámetros de trabajo para la curva TAFEL.	34
Tabla 5. Modelos de equivalencia.	37
Tabla 6. Composición química de las muestras de acero AISI SAE 1010.	38
Tabla 7. Resultados de la prueba Rp y Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 sin implantación de iones.	44
Tabla 8. Resultados de la prueba Rp y Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 60 min.	46
Tabla 9. Resultados de la prueba Rp y Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 90 min.	47
Tabla 10. Resultados de la prueba Rp y Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 6 min.	48
Tabla 11. Resultados de la prueba Rp y Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 9 min.	49
Tabla 12. Valores para el circuito equivalente para muestras implantadas con iones de Nitrógeno.	56
Tabla 13. Valores para el circuito equivalente para muestras implantadas con iones de Titanio.	57
Tabla 14. Resultados de la cuantificación de los análisis de DRX para los productos de corrosión en solución de NaCl para muestras implantadas con Nitrógeno.	64
Tabla 15. Resultados de la cuantificación de los análisis de DRX para los productos de corrosión en solución de NaCl para muestras implantadas con Titanio.	65

## LISTA DE ANEXOS

	<b>Pág.</b>
ANEXO A. DIAGRAMAS DE BODE: ÁNGULO DE FASE.	73
ANEXOS B. DIAGRAMAS DE BODE.	76
ANEXOS C. RESISTENCIA A LA POLARIZACION LINEAL (RPL).	79

## RESUMEN

**TITULO:** EVALUACIÓN EXPERIMENTAL DE LA IMPLANTACIÓN DE IONES DE Ti y N EN LA RESISTENCIA A LA CORROSIÓN EN EL ACERO AL CARBONO AISI SAE 1010.□

**AUTORES:**

**ARGUELLO QUIROGA, Ariel. SÁNCHEZ SARMIENTO, Julie Carolina.**□

**PALABRAS CLAVES:** implantación iónica tridimensional, acero AISI SAE 1010, corrosión, técnicas electroquímicas.

### DESCRIPCIÓN:

La tecnología de implantación iónica tridimensional se emplea como técnica de tratamiento superficial para materiales como aceros y aleaciones industriales. La corrosión es principalmente un fenómeno que se produce a nivel superficial, por lo cual existe una estrecha relación entre la composición del material y la estructura de las películas que se forman sobre la superficie de los mismos, por consiguiente, las técnicas de modificación superficial son tratamientos adecuados para mejorar dichas propiedades a la corrosión de un material específico.

En este trabajo dicha implantación iónica se generó en el dispositivo JUPITER, mediante descargas pulsadas de alto voltaje a bajas presiones, implantando iones de Nitrógeno y Titanio en cupones gravimétricos de acero AISI SAE 1010, empleando parámetros de 10 KeV de energía, 0.3 Hz de frecuencia, 1.4-2.0 Pa de presión y tiempos de implantación 60,90,6, y 9 minutos respectivamente.

Los cupones gravimétricos no implantados e implantados de Nitrógeno y Titanio se les realizaron múltiples estudios con respecto al comportamiento de la resistencia a la corrosión en la región superficial, para ello se realizaron ensayos en una solución de Cloruro de Sodio (NaCl) al 3%, mediante las técnicas electroquímicas de Rp, EIS y Tafel. Posteriormente se llevó a cabo la caracterización de la superficie de las muestras implantadas, empleando la técnica de topografía de superficies, la caracterización de los productos de corrosión que se obtuvieron después de los ensayos electroquímicos (empleando la técnica de difracción de rayos x (DRX)) y finalmente la caracterización del blanco (muestra sin implantación de iones), mediante la composición química.

De los resultados obtenidos en este trabajo, se observó que la implantación de iones de Titanio a un tiempo de 9 minutos para este tipo de acero, presenta el mejor comportamiento en la resistencia en ambiente de cloruros, presentando menor morfología de corrosión en la superficie.

---

□ Proyecto de Grado

□ Facultad de Ingeniería Físicoquímica. Escuela de Ingeniería Metalúrgica. Director Ph.D PEÑA BALLESTEROS, Darío Yesid. Codirector: M.Sc NIÑO Ely Dannier

## ABSTRACT

**TITLE: EXPERIMENTAL EVALUATION OF THE IMPLANTATION OF TI AND N IONS IN THE RESISTANCE TO CORROSION EN CARBON STEEL AISI SAE 1010.**<sup>□</sup>

**AUTHORS:**

**ARGUELLO QUIROGA, Ariel. SÁNCHEZ SARMIENTO, Julie Carolina**<sup>□□</sup>

**KEYWORDS:** TRIDIMENSIONAL IONIC IMPLANTATION, STEEL AISI SAE 1010, CORROSION, ELECTROCHEMICAL TECHNIQUES

### DESCRIPTION:

Tridimensional Ionic implantation technology is used as a superficial technique for materials such as steel and industrial alloys. Corrosion is mainly a phenomena that is produced at a superficial level, reason why there is a there is a close link between the material composition and the structure of the film that is formed on its surface, therefore, the techniques of superficial modification are accurate treatments used to improve the previously mentioned properties to the corrosion of a specific material.

In this work, the mentioned ionic implantation was generated inside the JUPITER device, within the application of several pulsed high voltage discharges at low pressures, implanting Nitrogen and Titanium ions in gravimetical coupons made of AISI SAE 1010 steel, applying parameters of 10 KeV of energy, at 0.3 Hz of frequency and 1.4 to 2.0 Pa of pressure, and times of implantation of 60, 90, 6 and 9 minutes in respective order.

Several studies about the behavior of the resistance to corrosion in the superficial region were conducted to Gravimetical Coupons implanted and non-implanted with Nitrogen and Titanium ions, for this purpose essays were made in a solution of sodium chloride (NaCl) at 3%, through electrochemical techniques of Rp, EIS and Tafel. Later the surface characterization of the implanted samples was conducted using the topographic techniques of surfaces, the characterization of the corrosion products that were obtained after the electrochemical essays (applying the technique of diffraction of X Rays (DRX)), and finally the characterization of the white (sample without ion implantation), by means of the chemical composition.

By the use of the results obtained, it was observed that the implantation of Titanium ions at a time of 9 minutes for this type of steel, achieved the best behavior of the resistance in an environment of chlorides showing the least corrosion morphology at surface.

---

<sup>□</sup> Grade Project

<sup>□□</sup> Faculty of physicochemical engineering. School of Metallurgical Engineering. Director: Ph.D PEÑA BALLESTEROS, Dario Yesid. Codirector: M.Sc NIÑO Ely Dannier

## INTRODUCCIÓN

La corrosión es un fenómeno espontáneo que se presenta prácticamente en todos los materiales procesados por el hombre; este fenómeno de naturaleza electroquímica es principalmente superficial, por tal razón su estabilidad electroquímica se relaciona con la composición y la estructura de las capas superficiales y subsuperficiales de los metales. Por esta razón, cada día se desarrollan nuevas tecnologías que tratan de minimizar el impacto negativo de la corrosión. La técnica de la implantación iónica es una alternativa en la modificación superficial de los materiales, siendo capaz de alcanzar propiedades únicas que por métodos tradicionales metalúrgicos no se podrían obtener. Entre las grandes ventajas de esta técnica es su fácil control, precisión y su uso en piezas con dimensiones que no pueden ser modificadas.

La implantación iónica es ahora usada para el tratamiento superficial avanzado de herramientas y de algunos equipos (utilizada en la industria petroquímica, médica, aeroespacial, automovilística, de alimentos, entre otros) (V. Niño., 2004).

Estudios realizados anteriormente en aceros como el caso del AISI SAE 4140, muestran la influencia de la rugosidad superficial en el proceso de implantación de iones de Nitrógeno y por ende su comportamiento electroquímico. Por ellos nace la necesidad de estudiar aceros con bajo contenido de carbono implantados con Nitrógeno y Titanio respectivamente, evaluando la resistencia a la corrosión de este material una vez implantados los iones.

Este estudio se evaluó mediante las técnicas electroquímicas de  $R_p$ , EIS y Tafel, el comportamiento electroquímico del acero AISI SAE 1010 implantado con iones de Nitrógeno y Titanio en varios tiempos de implantación respectivamente.

## **1. OBJETIVOS**

### **1.1 OBJETIVO GENERAL**

Evaluar la resistencia a la corrosión del acero al carbono AISI SAE 1010 modificado superficial y subsuperficialmente mediante la implantación iónica de Nitrógeno y Titanio.

### **1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

Evaluar la velocidad de corrosión mediante las técnicas electroquímicas de  $R_p$ , EIS y Tafel del acero al carbono AISI SAE 1010 expuesto a implantación iónica, en una solución electrolítica de cloruro de sodio (NaCl) al 3% y  $27 \pm 2^\circ\text{C}$ .

Analizar la estabilidad de los óxidos formados en la superficie del acero AISI SAE 1010 implantado con iones de Nitrógeno y Titanio, por medio de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIE), con el fin de determinar su influencia en el deterioro de las muestras.

Comparar las superficies del acero implantado con iones de Nitrógeno y Titanio para los diferentes tiempos de implantación por medio de la técnica de Topografía de superficies.

## 2. MARCO TEÓRICO

### 2.1 INVESTIGACIONES SOBRE LA INFLUENCIA DE LA IMPLANTACIÓN IÓNICA EN ACEROS

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

CORENGIA, p. et al (2002). "Comportamiento frente a la corrosión de aceros nitrurados por plasma": en la investigación se nitruró por medio de una descarga dc-pulsada vía plasma un acero de baja aleación (AISI 4140) y un acero inoxidable martensítico (AISI 410), con el objeto de evaluar su comportamiento frente a la corrosión, este fue estudiado por métodos electroquímicos mediante curvas de polarización potenciodinámicas, donde se varió el potencial partiendo de un valor inicial de  $-1.00$  V respecto al electrodo de referencia de calomel saturado (SCE) hacia la dirección anódica hasta alcanzar una corriente de  $1 \text{ mA.cm}^{-2}$ . Se usó un electrodo de referencia (SCE) y un contraelectrodo de Platino (Pt). El electrolito empleado fue NaCl 3 %. Se determinó que la nitruración iónica de el acero inoxidable martensítico mejora las características mecánicas al tiempo que empeora el comportamiento a la corrosión. Esto plantea el problema tecnológico de desarrollar procesos que permitan optimizar las propiedades mecánicas y electroquímicas simultáneamente.

SILVA, m. (2004) "Estudio de la implantación iónica tridimensional (3DII) en descargas a baja presión como protección de aceros a la permeación de hidrógeno": en esta investigación las láminas de acero AISI-SAE 1010 fueron implantadas con iones de nitrógeno y ensayadas en pruebas de permeación electroquímica (curvas de polarización potenciodinámicas) para establecer su comportamiento como barrera o como catalizador a la entrada y salida de Hidrógeno. Se empleó una solución electrolítica de NaOH 0.1 N. Determinó una

razón crítica entre el espesor de la zona implantada y el espesor de la muestra, para el cual la permeabilidad del hidrógeno en estado estacionario es igual tanto para el sustrato como para el acero implantado.

V. NIÑO, d. et al (2004) “Comportamiento del acero AISI-SAE 4140 implantado con iones de nitrógeno en ambientes hidrogenados”: aplicaron la tecnología de implantación iónica tridimensional para buscar la solución del problema de fragilidad causado por la disolución de hidrógeno y los procesos de oxidación. Con el objetivo de establecer la efectividad de la implantación iónica como mecanismo de protección a la fragilización y agrietamiento inducido por hidrógeno, las muestras fueron sometidas a ensayos de agrietamiento bajo tensión en presencia del ataque por corrosión (SCC), en una solución de tiosulfato de sodio hidratado ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , la cual simula un ambiente de ácido sulfhídrico ( $\text{H}_2\text{S}$ ), en condiciones de potencial y pH establecidos. Se determinó que el grado de fragilidad de las muestras implantadas con iones de Nitrógeno en descargas pulsadas de alto voltaje a bajas presiones, con energías de 10 y 20 kV disminuyó significativamente.

MARTÍNEZ, I. et al (2005) “El efecto de la implantación iónica de nitrógeno en el comportamiento de la corrosión de aceros inoxidables en el medio de cloruros”: en este trabajo se estudio el efecto de la implantación de nitrógeno en el comportamiento de la corrosión de un acero inoxidable austenítico (AISI 304) y ferrítico (AISI 430), empleando la técnica de implantación iónica tridimensional. Las dosis implantadas fueron probadas por medio de las pruebas de resistencia a la polarización y de extrapolación de Tafel. Los resultados demostraron que, en términos generales, la implantación de Nitrógeno mejora la resistencia a la corrosión aumentando la resistencia a la polarización y polarizando la reacción anódica del proceso de la corrosión. Los resultados obtenidos fueron comparados con medidas electroquímicas de la espectroscopia de la impedancia (EIS).

DA SILVA, I. et al (2006) "Effects of Plasma Immersion Ion Implantation (PIII) of Nitrogen on Hardness, Composition and Corrosión Resistance of Ti-6Al-4V Alloy": muestras de Ti-6Al-4V fueron tratadas mediante implantación iónica vía plasma inmersión a diferentes temperaturas (400 y 800°C), con un tiempo de implantación (30 y 150 minutos), variando el potencial de plasma (100 y 420 V). Se evaluó el comportamiento de la corrosión por medio de pruebas de polarización potenciodinámicas empleando una solución de NaCl al 3%, con pH=6, una varilla de grafito como electrodo auxiliar y un electrodo de referencia de plata/cloruro de plata (Ag/AgCl). El estudio determinó que a temperatura de 800°C y 150 minutos de tratamiento, la dureza de la superficie aumenta mediante la formación de la fase cristalina Ti<sub>2</sub>N; sin embargo la mejor resistencia a la corrosión se observó en muestras tratadas a mayor temperatura y menor tiempo de tratamiento (30 min).

RUEDA, a. et al (2006) "Estudio del comportamiento de la corrosión nitrógeno": donde se realizaron ensayos de corrosión Tafel a muestras implantadas y no implantadas de acero AISI-SAE 1020. Dichos ensayos se efectuaron en soluciones de cloruro de sodio 1.0 M con electrodo de referencia de calomel. La superficie de la muestra en contacto con la solución electrolítica fue de 0,968 cm<sup>2</sup>; se trabajó con una velocidad de barrido de 0,1 mV/s, y se registraron datos cada 10 mV (100 s). Los resultados reportados muestran un cambio significativo de los parámetros de corrosión, ya que la velocidad de corrosión calculada para la muestra implantada resulta ser cuatro veces menor que la obtenida para la muestra no implantada.

FONTALVO, p. et al (2007) "Evaluación experimental de la resistencia a la corrosión de un acero AISI-SAE 4140 implantado con iones de nitrógeno": muestras de acero AISI-SAE 4140 implantadas con Nitrógeno mediante implantación iónica tridimensional (3DII) se le realizaron pruebas electroquímicas EIS, R<sub>p</sub> y Tafel en una solución NaCl al 3%, con el objeto de evaluar la influencia de la rugosidad de dicho acero implantado frente a la corrosión, donde se obtuvo

una mayor resistencia a la corrosión para el material a una menor rugosidad. Se evaluó la degradación del material a las condiciones, en expuestas a NaCl durante un tiempo de 14 días, en donde se obtuvo un mayor valor de  $R_p$ ; con el objetivo de verificar la ausencia o presencia de una capa protectora en la superficie del material estudiado.

MOHAN, r. et al (2007) "Plasma immersion ion implantation of nitrogen on austenitic stainless steel at variable energy for enhanced corrosion resistance": implantaron iones por inmersión vía plasma (PIII) de Nitrógeno en muestras de acero inoxidable austenítico AISI 316L a diferentes energías (5, 10, 15, 20 kV), empleando pulsos de 5 y 10  $\mu$ s. Los ensayos de corrosión se realizaron mediante pruebas de polarización potenciodinámicas, empleando una solución de NaCl al 1%. Los resultados reportados indicaron que la resistencia a la corrosión del acero mejora con el aumento de energía hasta -15 kV, pero la implantación se deteriora a una energía de implantación más alta de -20 kV, posiblemente al crecimiento del grano en 20 kV de energía.

MELLO, c. b. et al (2010) "Surface modification of SAE 1070 by chromium using plasma immersion ion implantation and deposition": se implantaron iones de cromo al acero SAE 1070 por medio de la técnica (PIII), con el fin de evaluar la resistencia a la corrosión, propiedades tribológicas y morfología de la superficie de la muestra implantada. La superficie de las muestras de 15 mm de diámetro y 3 mm de espesor se limpió con acetona en un baño ultrasónico previamente a la implantación. El comportamiento de la corrosión se evaluó mediante la prueba de polarización potenciodinámica, empleando una solución de NaCl al 3% en peso, con electrodo de referencia plata/cloruro de plata (Ag/AgCl), una lámina de platino como contraelectrodo, pH=6 a temperatura ambiente. Las pruebas demostraron que la corrosión de la película de cromo formada debido a la implantación, aumenta el potencial de corrosión, convirtiendo el material más noble y disminuyendo la densidad de corriente de corrosión, lo cual mejora la resistencia a

la corrosión del acero al carbono SAE 1070; indicaron que películas más gruesas mejoran significativamente la corrosión.

MUTHUKUMARAN, v. et al (2010) "Experimental investigation on corrosión and hardness of ion implanted AISI 316L stainless steel": se estudió el acero inoxidable AISI 316L implantado con dos tipos de iones: Nitrógeno y Helio, a una energía de 100 KeV, con una dosis implantada de  $1 \times 10^7$  iones/cm<sup>2</sup> a temperatura ambiente. Los efectos de la implantación de iones en la resistencia a la corrosión del acero inoxidable se evaluaron por medio de ensayos de polarización potenciodinámicas, en una solución de NaCl al 0,9%, empleando como electrodo de referencia Calomel saturado y como contraelectrodo una lámina de platino; se realizó tanto para blancos como para muestras implantadas. Determinaron que el comportamiento a la corrosión en general mostro una mejoría significativa en ambos tipos de iones implantados, en Helio ( $i_{corr}=0,0689$  mA/cm<sup>2</sup>) y en Nitrógeno ( $i_{corr}=1,1183$  mA/cm<sup>2</sup>), comparando estos resultados con los obtenidos en el blanco ( $i_{corr}=1,2187$  mA/cm<sup>2</sup>). Además se encontró una mejora significativa en el comportamiento a la corrosión en picaduras, para ambas dosis implantadas, en Helio ( $E_{pit}=230$  Mv) y en Nitrógeno ( $E_{pit}=170$  Mv), llevando a cabo una comparación con los blancos ( $E_{pit}=92$  Mv).

De acuerdo a lo analizado de la revisión del estado del arte, la tecnología de la implantación iónica tridimensional empleada como tratamiento de modificación superficial de aceros y aleaciones comerciales a nivel industrial es de gran importancia en el estudio del comportamiento de estos materiales en la mejora de las propiedades superficiales tales como el desgaste, dureza y resistencia a la corrosión. Entre los papeles más importantes que desempeñan estos iones implantados en la resistencia a la corrosión esta dado por la disminución de la velocidad de oxidación del producto de corrosión formado en la superficie del material.

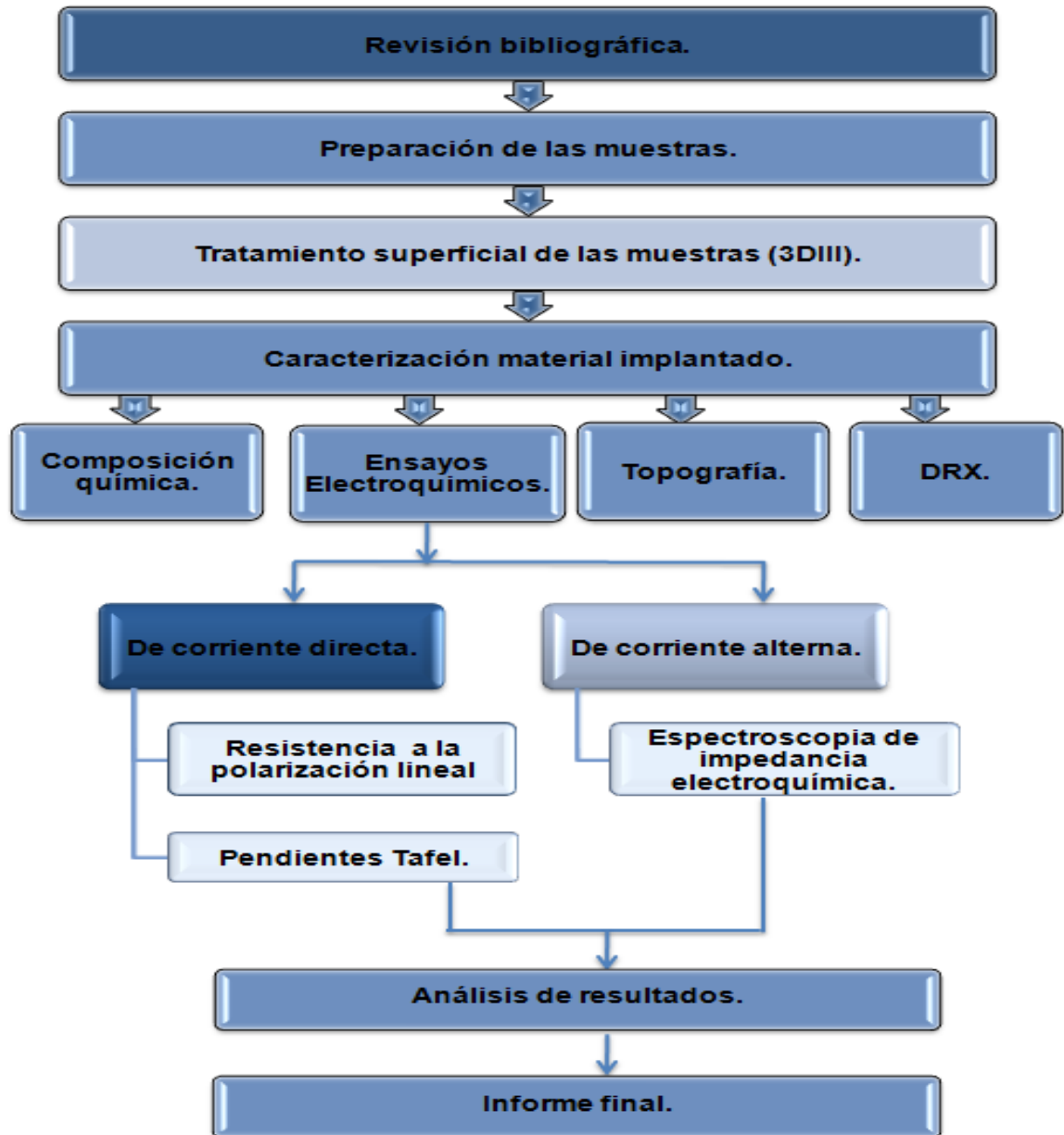
Estudios han demostrado que la caracterización de las capas protectoras (pasivas) sobre la superficie de los metales y aleaciones es uno de los aspectos fundamentales a la hora de entender el comportamiento de estos materiales frente a distintas condiciones ambientales. Los estudios realizados han mostrado que en muestras tratadas superficialmente, dan cierta tendencia en los resultados, un ejemplo muy claro, se reporta en los ensayos Tafel, los cuales demuestran claramente la región asociada a la formación de la capa protectora en el material, en este caso, la curva de polarización anódica además de mostrar una gran región pasiva, muestra una densidad de corriente que tiende a mantenerse constante; para la de polarización catódica, reporta densidades de corriente que disminuyen a medida que va incrementando el potencial, para la cual, en mayoría de los casos se asume que la reacción que se produce es la del oxígeno. A nivel general realizando comparaciones entre muestras tratadas y no tratadas superficialmente, presentan un mejoramiento en las propiedades de la resistencia a la corrosión, se tiene que las muestras tratadas, estas mejoras se basan en la presencia de una capa de óxido estable a nivel superficial anteriormente nombrada.

Pero no en todos los casos el del tratamiento superficial es favorable en las propiedades mecánicas y tribológicas de las superficies, es fundamental tener en cuenta la dosis de iones que se suministra a ciertos materiales, debido a que en algunas ocasiones, dosis altas podrían llegar a ser perjudiciales para la evaluación desde el punto de vista de la corrosión, como en estudios llevados a cabo de iones implantados de Nitrógeno en ciertas aleaciones comerciales. Casos observados también demuestran que si los iones implantados degradan alguna propiedad del sustrato (material base) como la resistencia a la fatiga o conductividad eléctrica, no es recomendable esta tecnología, y por lo tanto deberían aplicarse otras técnicas de modificación superficial.

### 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

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

**Grafico N° 1 Etapas de Trabajo de Investigación**



Fuente: Los autores

### **3.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA**

La primera etapa del trabajo donde se recopiló la información y estado del arte necesaria para el desarrollo de este proyecto, Para este fin se recurrió a los diferentes medios, como libros, artículos, revistas, Internet, bases de datos, investigaciones y la interacción de información con el grupo de investigaciones en corrosión de la UIS (GIC).

### **3.2 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS**

A continuación se describe la forma detallada del procedimiento para la preparación de las muestras antes de la realización del tratamiento superficial.

#### **3.2.1 Limpieza Superficial De Las Muestras Para La Implantación Iónica.**

##### **Fotografía 1. Cupón gravimétrico de acero AISI-SAE 1010.**



Se trabajó con cupones gravimétricos de un acero AISI SAE 1010 de dimensiones 7.6cm x 1.9 cm x 0.03 cm. Posteriormente se realizó una limpieza por ultrasonido en alcohol industrial (etanol 96%), durante un tiempo de 15 minutos, en un limpiador ultrasonido marca ELMA modelo LC 30/H. Preliminarmente al tratamiento de implantación iónica se realizó un sputtering en la cámara de vacío, con el fin de eliminar impurezas y garantizando un buen proceso de modificación superficial. Las muestras implantadas con iones de Nitrógeno, se le realizó un sputtering con gas de Argón y a las implantadas con iones de Titanio, el sputtering se llevo a cabo con gas de Nitrógeno. Los parámetros de descarga empleados en el sputtering de las muestras fueron los siguientes: Energía: 5 KeV;

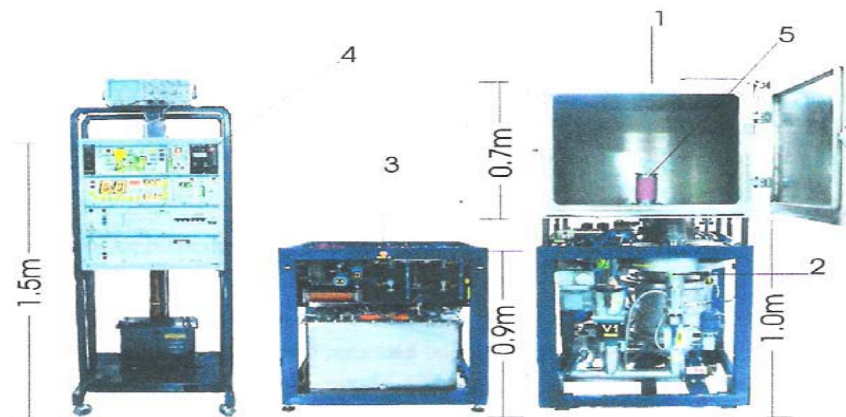
tiempo de exposición: 20 minutos; Presión de descarga: 2,50-3,30 Pa; Duración del pulso: 0,20 mS; frecuencia: 0,30 Hz.

**3.2.2 Preparación De Las Muestras Para Metalografía.** La muestra se desbastó utilizando papel abrasivo de carburo de silicio N° 320, 400, 600 y 1200. Para el ataque químico de la probeta se empleó el reactivo químico recomendado por la norma ASTM E 407-99; una solución de 2% de ácido nítrico en alcohol metílico, mejor conocido como NITAL al 2%. El ataque se realizó por inmersión en un tiempo de 1 min 20 s, para llevar a cabo el análisis microestructural se utilizó el microscopio OLYMPUS B51.

### 3.3 TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE LAS MUESTRAS 3DIII.

El tratamiento superficial de las muestras se llevo a cabo mediante descargas de alto voltaje y bajas presiones, mediante la técnica 3DIII, ejecutada en el reactor JUPITER (Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor), ver fotografía 2.

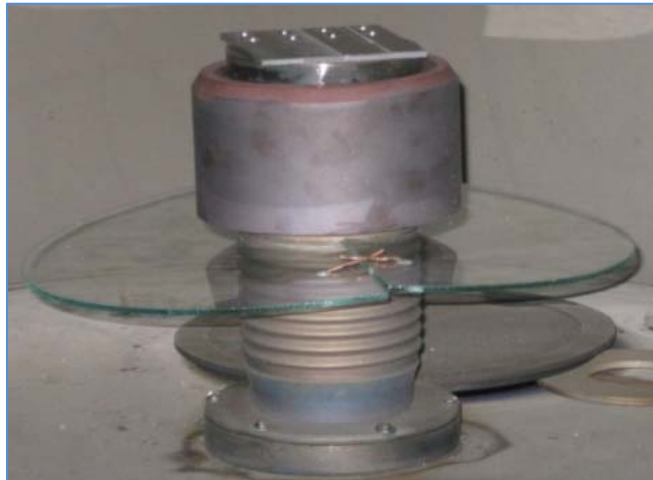
**Fotografía 2. Dispositivo JUPITER (Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor) [9]**



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

Las muestras a tratar superficialmente se ubican en el cátodo de la cámara de descargas, como se indica en la fotografía 3.

**Fotografía 3. Cátodo de la cámara de descarga.**



Fuente: Los autores

### 3.4 PARÁMETROS EMPLEADOS EN LA TÉCNICA 3DIII

Los cupones gravimétricos de acero AISI-SAE 1010 fueron modificados superficialmente con iones de Nitrógeno y Titanio, como se reporta en la tabla 1.

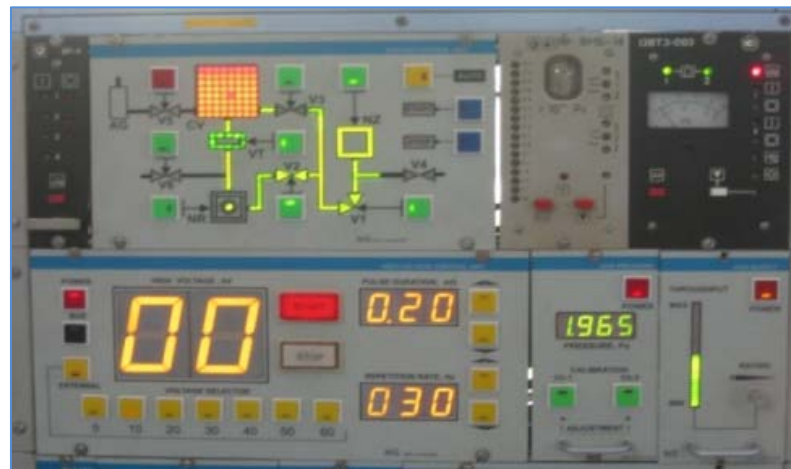
**Tabla 1. Condiciones de implantación iónica de las probetas.**

SUSTANCIA IMPLANTAR	ENERGÍA (KV)	RANGO PRESIÓN (Pa)	TIEMPO EXPOSICIÓN (min)	FRECUENCIA (Hz)	DURACIÓN DEL PULSO (ms)
Nitrógeno	10	1,4-1,8	60	30	20
Nitrógeno	10	1,5-2,0	90	30	20
Titanio	10	0,220-0,280	6	30	20
Titanio	10	0,250-0,280	9	30	20

Fuente: Los autores

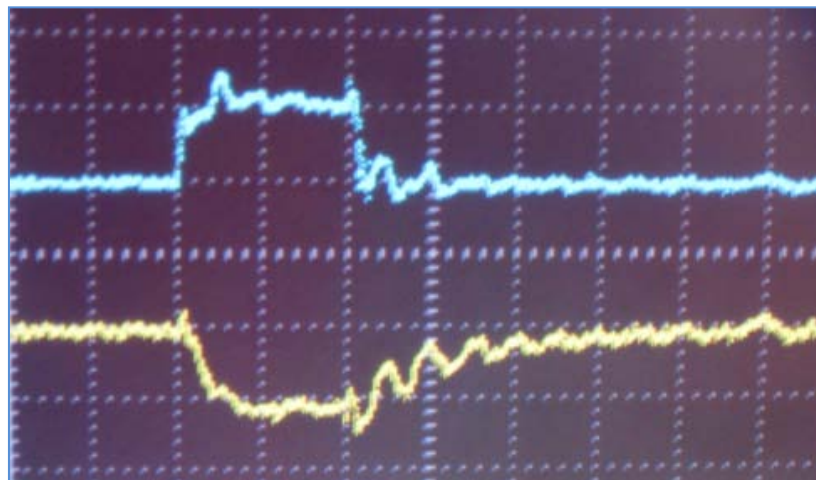
El proceso de implantación es monitoreado desde el panel de control del reactor JUPITER. La fotografía 4 muestra el panel de control durante el proceso de implantación. En el proceso de descarga de alto voltaje se conecta el osciloscopio con el propósito de monitorear la descarga eléctrica, en el cual se observaron los pulsos de voltaje (amarillo) y corriente (azul), ver fotografía 5.

**Fotografía 4. Panel de control del reactor JUPITER.**



Fuente: Los autores

**Fotografía 5. Registro de los pulsos de voltaje y corriente de la descarga.**

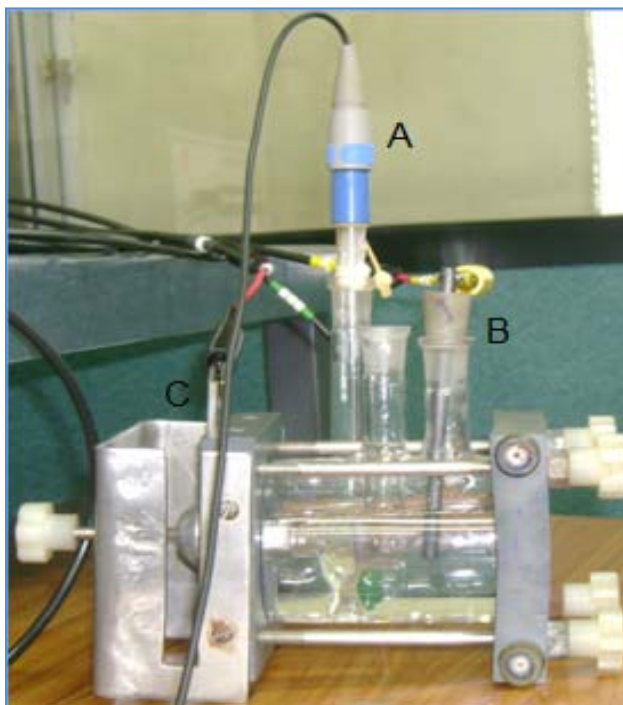


Fuente: Los autores

### 3.5 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL IMPLANTADO.

**3.5.1 Ensayos Electroquímicos.** Las pruebas electroquímicas de RPL, EIS y TAFEL fueron realizadas en el equipo ACM BI-STAT. En el montaje se utilizó una celda plana que consta de tres electrodos: trabajo, referencia y auxiliar. Como electrodo de referencia se utilizó Calomel saturado (SCE) y como electrodo auxiliar se empleó uno de grafito. El electrolito de trabajo fue una solución de cloruro de sodio (NaCl) al 3% a  $27^{\circ}\pm 2^{\circ}\text{C}$ . La fotografía 6., muestra el montaje empleado.

**Fotografía 6. Montaje de la celda electroquímica.**



Nota: A. Electrodo de referencia (Calomel saturado (SCE)). B. Electrodo auxiliar (Grafito) C. Electrodo de trabajo (Probeta de acero 1010 implantado y no implantado).

Las pruebas electroquímicas se realizaron según las normas ASTM G1, G5, 659, G102 y G106. A continuación se listan los parámetros para los ensayos electroquímicos RPL, EIS y TAFEL. En estos ensayos el área expuesta del

electrodo de trabajo fue de  $0,79 \text{ cm}^2$ , densidad  $7,67 \text{ g/cm}^3$  y peso equivalente de 33,12 gramos.

## **CURVAS EIE**

Se realizó con base a la norma ASTM G3-99; estas curvas fueron obtenidas para muestras implantadas y no implantadas (blancos). En la tabla 2 se muestran los parámetros utilizados para este ensayo.

**Tabla 2. Parámetros de trabajo para la curva de EIE.**

<b>PARÁMETRO</b>	<b>VALOR</b>
Frecuencia inicial (Hz)	300000
Frecuencia final (Hz)	0.01
Voltaje AC (mV/min)	10
Tiempo estabilidad (s)	300
Puntos	100

Fuente: Los autores

## **CURVAS DE RP**

Esta técnica se aplicó basada en la norma ASTM G5-94 del 2004. Se realizaron variando el potencial y midiendo la corriente, la cual es proporcional a la velocidad de corrosión. En la tabla 3 se exponen los parámetros utilizados en la prueba de RP.

**Tabla 3. Parámetros de trabajo para la curva de Rp.**

<b>PARÁMETRO</b>	<b>VALOR</b>
Potencial inicial (mV)	-25
Potencial final (mV)	25
Tiempo estabilidad (s)	300
Puntos	100
Velocidad de barrido (V/h)	1,2

Fuente: Los autores

## CURVAS DE TAFEL

El ensayo se realizó basado en la norma ASTM G3-89 del 2004. Para esta técnica se emplearon los parámetros citados en la tabla 4.

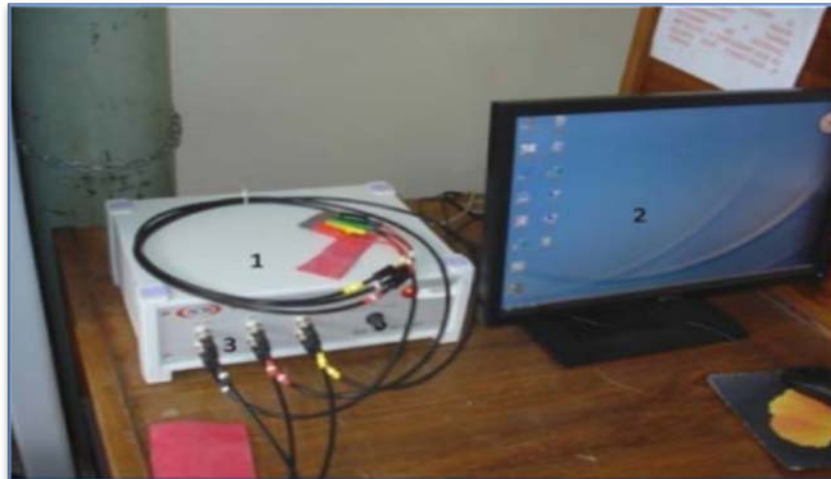
**Tabla 4. Parámetros de trabajo para la curva TAFEL**

PARÁMETRO	VALOR
Potencial inicial (mV)	-250
Potencial final (mV)	250
Tiempo estabilidad (s)	300
Velocidad de barrido (V/h)	2,6
Ciclo	0,5

Fuente: Los autores

**3.5.2 Equipos Empleados En La Experimentación.** Se emplearon los siguientes equipos para el desarrollo de las pruebas electroquímicas:

**Fotografía 7. Bipotenciostato ACM Gill AC Bi-Stat**



Nota: 1. Bipotenciostato ACM versión 5.0. 2. Computadora 3. Canales de salida para la celda.

**Fotografía 8. pH metro**



Fuente: Los Autores

**Fotografía 9. Balanza analítica**



Fuente: Los autores

**Fotografía 10 Plancha de calentamiento**



Fuente: Los autores

**Fotografía 11 Limpiador Ultrasónico**



Fuente: Los autores

**3.5.3 Diseño Experimental Estadístico.** Para evaluar la influencia de cada variable independiente, la interacción entre ellas y la variable dependiente (velocidad de corrosión) se elaboró un diseño experimental de  $2^k$ , donde 2 es el número de niveles y k es el número de variables (tiempo, sustancia a implantar,

tiempo exposición al electrolito). Este diseño estableció realizar ocho ensayos ( $2^3=8$ ), con el fin de establecer si durante el proceso de implantación de iones de Nitrógeno y Titanio existe algún efecto en la variable de respuesta, en este caso la velocidad de corrosión, en un tiempo específico de exposición del electrolito. Con este diseño experimental para ensayos de corrosión se permitió conocer un número mínimo de ensayos para obtener la máxima información posible sobre el proceso estudiado y de esta manera realizar la experimentación requerida.

A su vez este diseño experimental estadístico general se dividió en dos modelos de equivalencia: 1) Nitrógeno; 2) Titanio. Estos se exponen en la tabla 5.

**Tabla 5. Modelos de equivalencia**

SUSTANCIA A IMPLANTAR	TIEMPO IMPLANTACIÓN (min)
Nitrógeno	60
	90
Titanio	6
	9

Fuente: Los autores

## 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

En esta sección se presentan los resultados más importantes obtenidos en el desarrollo de la investigación, de acuerdo con las actividades propuestas en la metodología

### 4.1 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL DE TRABAJO

Las muestras utilizadas en los experimentos fueron elaboradas en acero AISI SAE 1010. El análisis se realizó por la técnica de Espectroscopia de Emisión de Chispa (tabla 6) señala la composición química de la muestra correspondiente al acero AISI SAE 1010.

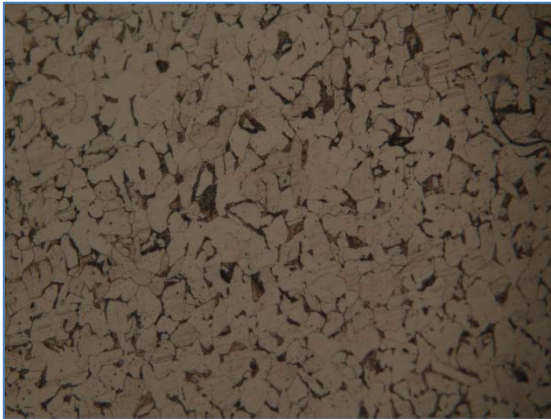
**Tabla 6. Composición química de las muestras de acero AISI SAE 1010.**

ELEMENTO	PORCENTAJE (%)	ELEMENTO	PORCENTAJE (%)
Al	0,00462	Nb	0,00207
B	0,00019	Ni	0,0567
C	0,118	P	0,0105
Ca	0,00031	S	0,0232
Co	0,0083	Sb	0,00472
Cr	0,11	Si	0,0861
Cu	0,241	Sn	0,0132
Fe	98,8	Ti	□0,0010
Mn	0,472	V	0,0019
Mo	0,0132	W	0,0111
N	□0,0010		

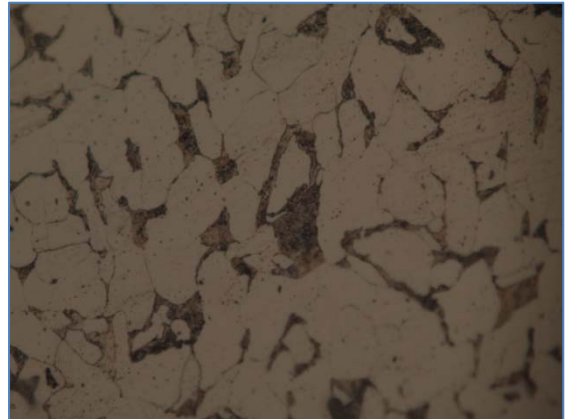
Fuente: UPTC.

Se realizó un análisis metalográfico (fotografía 12) observándose que la microestructura está compuesta por Ferrita, pequeñas colonias de perlita laminar y sulfuros.

**Fotografía 12. Microestructura del material en estado de entrega; a) 200x b) 500x**



**(a)**



**(b)**

#### **4.2. MEDIDAS DE VELOCIDAD DE CORROSIÓN.**

Los datos mostrados en esta etapa se refieren a las muestras tratadas y no tratadas superficialmente donde se busca encontrar la influencia de la implantación de iones en las medidas de velocidad de corrosión para las muestras no implantadas e implantadas con Nitrógeno y Titanio, expuestas por los métodos de resistencia a la polarización lineal, extrapolación de Tafel, además de un análisis de impedancias, llevado a cabo por medio de la técnica de espectroscopia de impedancia electroquímica.

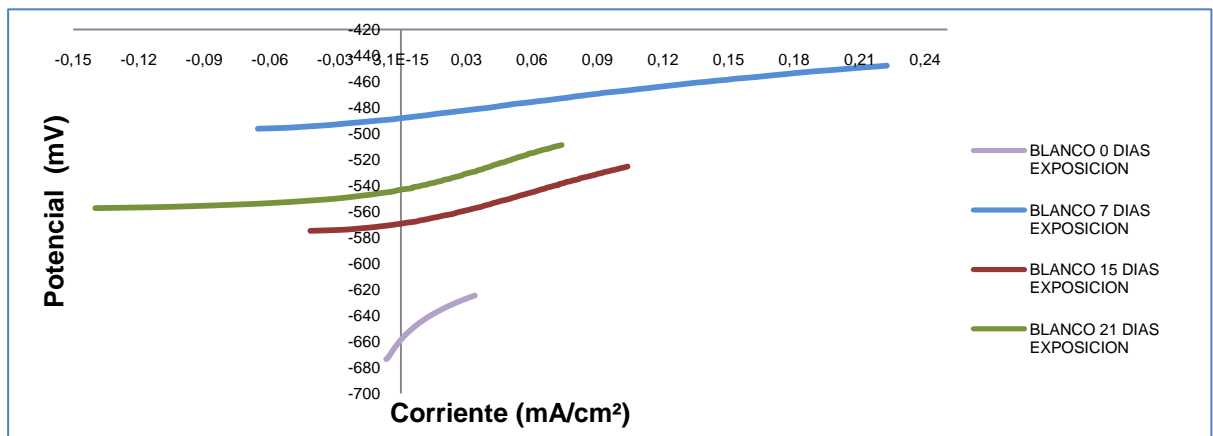
Se observa una variación de las pendientes con el efecto de la exposición en el electrolito en las muestras y estos resultados son concordantes con las curvas Tafel mostradas en las figuras (6 a la 10), donde se puede observar un comportamiento similar en las muestras expuestas a 7 y 21 días, mientras

aquellas expuestas a 15 días se desplazan a la derecha, además se observa una variación del potencial de corrosión de las muestras.

**4.2.1. Cálculo de la Resistencia a la polarización lineal.** Las figuras (1 a la 5) muestran los resultados de la técnica de resistencia a la polarización lineal para cada una de las muestras trabajadas, se puede apreciar que tanto para las muestras implantadas como para las no implantadas (blancos), la resistencia a la polarización (pendiente de la curva), va disminuyendo a medida que aumenta el tiempo de exposición al electrolito, lo que significa que se observa un aumento en la velocidad de corrosión.

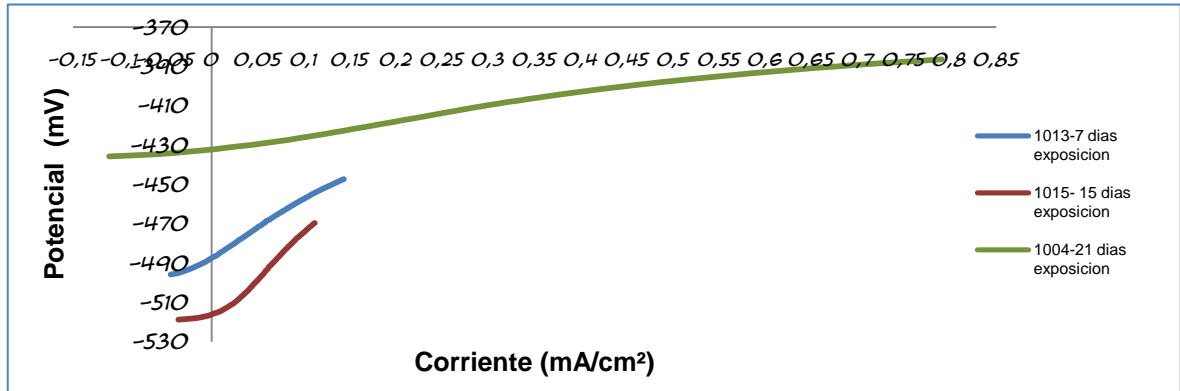
**Figura 1. Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 sin implantación de iones.**

Fuente: Los autores



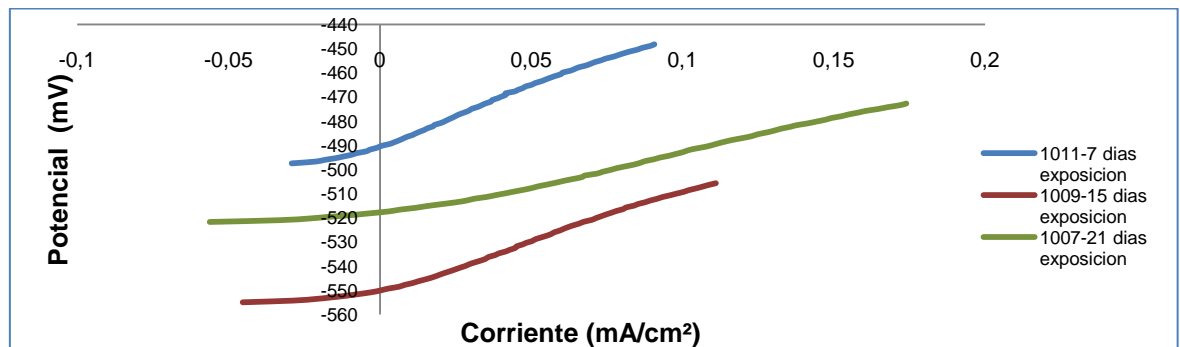
Los cálculos de la resistencia a la polarización, con respecto al tiempo de exposición al electrolito, en las muestras implantadas con Nitrógeno a 60 y 90 minutos, muestran un decaimiento representado en el potencial, que me determina una disminución en la velocidad de corrosión a medida que aumenta el tiempo de exposición al electrolito y aumenta la dosis implantada en la superficie de las muestras.

**Figura 2. Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 60 min.**



Fuente: Los autores

**Figura 3. Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 90 min.**

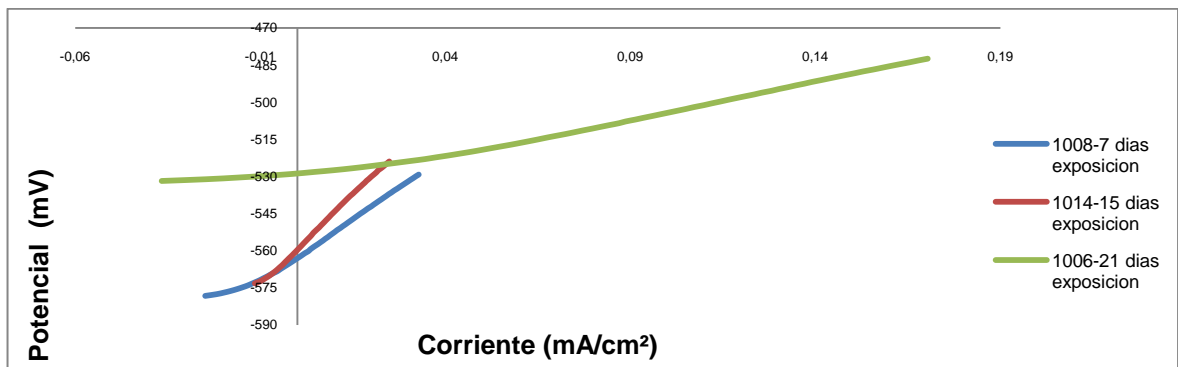


Fuente: Los autores

Para aquellas muestras que fueron implantadas con titanio a 6 minutos (figura 4), se observa un incremento en la resistencia a la polarización entre los rangos de 7 y 15 días de exposición al electrolito, lo que representa que existe un aumento en la velocidad de corrosión entre estos dos rangos; mientras que entre el rango de 15 y 21 días de exposición, se observa una disminución significativa en la pendiente de las curvas, lo cual revela una disminución importante en la velocidad de corrosión. Evaluando las muestras implantadas con iones de titanio a 9 minutos

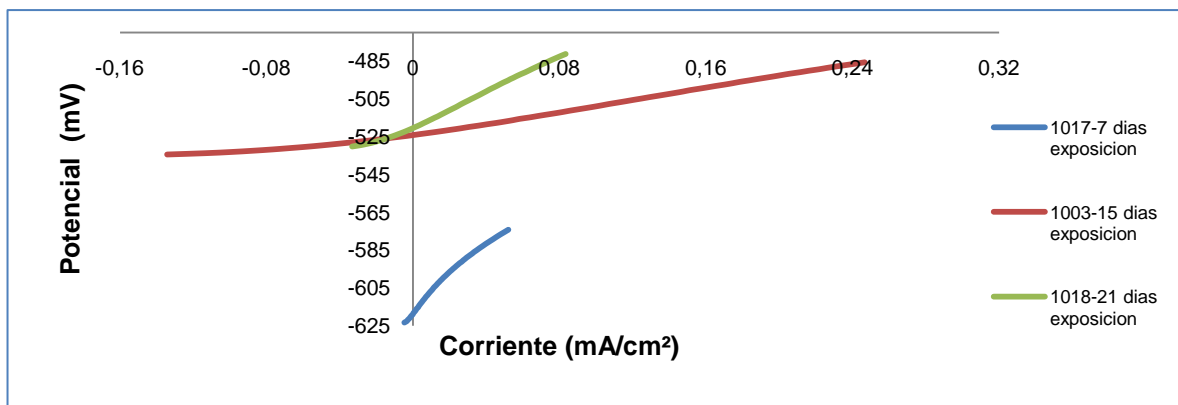
(figura 5), sucede el proceso contrario a las modificadas a 6 minutos, en este caso, en el rango de 7 y 15 días de exposición, se observa un decaimiento significativo de la resistencia a la polarización ( $882,82 \text{ ohm.cm}^2$  a  $143,65 \text{ ohm.cm}^2$ ), lo que muestra una gran caída en el valor de la velocidad de corrosión; por otra parte, entre el rango de 15 días y 21 días, la resistencia a la polarización aumenta un poco, al mismo tiempo que la velocidad de corrosión respectivamente.

**Figura 4. Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 6 min.**



Fuente: Los autores

**Figura 5. Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 9 min.**



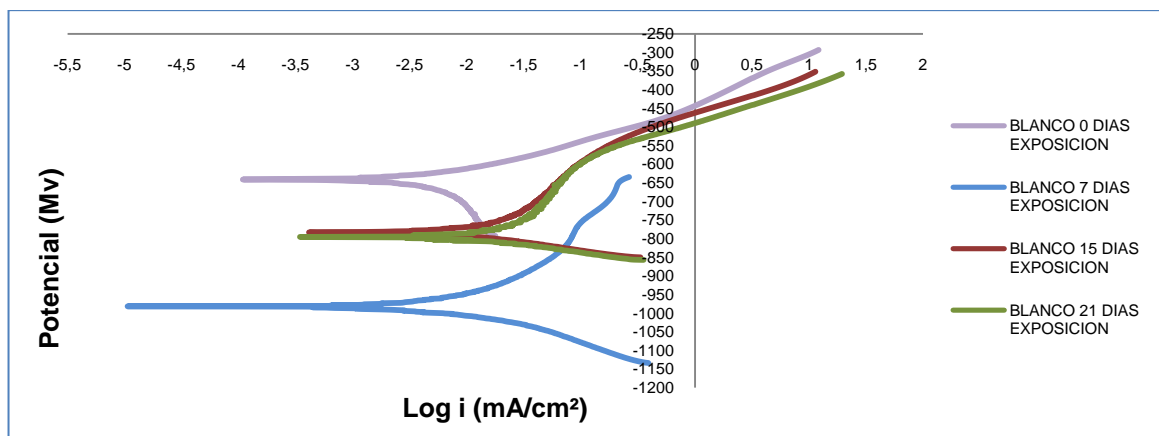
Fuente: Los autores

Realizando una análisis entre las muestras no implantadas e implantadas con Nitrógeno y Titanio, se observa que la resistencia a la polarización de las muestras

tratadas con iones de Titanio es significativamente mayor respecto a las no implantadas y para las modificadas con iones de Nitrógeno, lo cual demuestra que el tratamiento de implantación de iones de Titanio es más influyente y significativo en el comportamiento corrosivo del material, mejorando así su resistencia a la corrosión. El aumento de la resistencia a la corrosión debido a los tratamientos empleados, da paso a la formación de una zona protectora en el orden las unidades atómicas en la superficie del material hacia adentro impidiendo su reacción anódica. Los valores de  $R_p$  se hallaron según lo propuesto en la norma ASTM G-59. En las tablas (7 a la 11) se presentan los datos obtenidos en esta prueba.

**4.2.2 Cálculo de las Pendientes Tafel.** En las figuras (6 a la 10) se presentan las curvas de polarización anódica y catódica de las muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas y no implantadas (blancos). Las curvas Tafel de las muestras no implantadas exhiben en general el mismo comportamiento, en ellas se observa el desplazamiento de la densidad de corriente límite hacia la izquierda del blanco expuesto a 7 días, mientras que los otros blancos su densidad aumenta hacia la derecha, observando un comportamiento muy similar entre los blancos de 15 y 21 días de exposición; existe la preferencia al aumento de la velocidad de corrosión a medida que aumenta el tiempo de exposición en el electrolito.

**Figura 6. Curvas de Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 sin implantación de iones.**



Fuente: Los autores.

**Tabla 7. Resultados de la prueba Rp y Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 sin implantación de iones**

PROBETA	Rp (ohm.cm <sup>2</sup> )	icorr (mA/cm <sup>2</sup> )	βa (mV/década)	βc (mV/década)	Vel corr. (mpy)
BLANCO 0 DÍAS	1806,3	2,44	50,062	-100,76	1,357
BLANCO 7 DÍAS	194,75	2,58	59,024	-43,289	1,435
BLANCO 15 DÍAS	288,85	2,07	91,96	-43,377	1,151
BLANCO 21 DÍAS	332,7	2,01	83,389	-40,285	1,118

Fuente: Los autores.

En los especímenes trabajados se presentan velocidades de corrosión menores a 1,5 mpy. Los datos se muestran en la tabla 7. Estas curvas permitieron encontrar los valores de las pendientes anódica y catódica en cada caso, las cuales son necesarias para calcular un valor acertado de la velocidad de corrosión para cada uno de los casos estudiados. El cálculo de la velocidad de corrosión se encontró mediante la siguiente fórmula según la norma ASTM G 102:

Donde:

Mpy: Velocidad de penetración (mili pulgadas por año)

PE: Peso equivalente

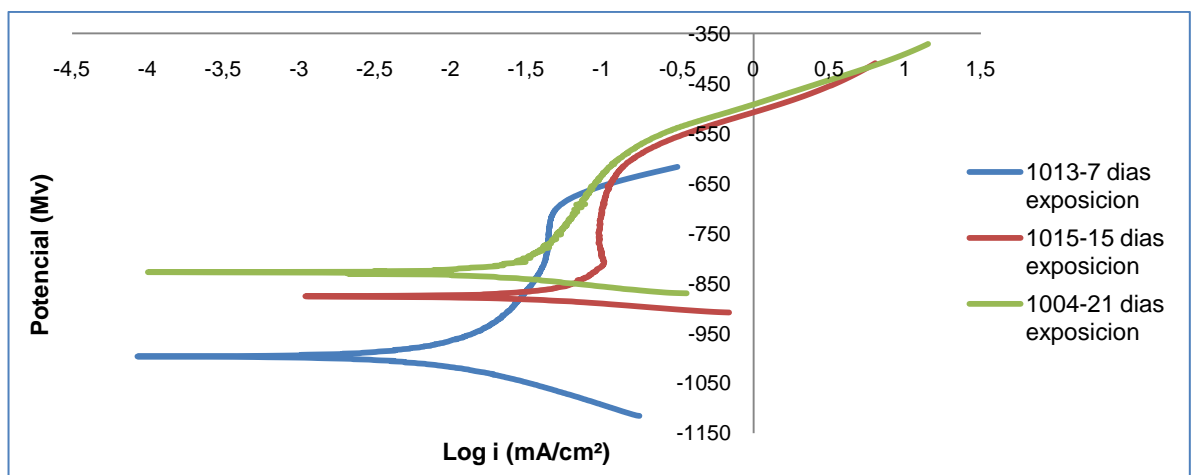
Icorr: Densidad de corriente de corrosión (mA/cm<sup>2</sup>)

ρ: Densidad (g/cm<sup>3</sup>)

Observando las gráficas de las muestras implantadas tanto para Nitrógeno como para Titanio a nivel general, se observa un pequeño desplazamiento hacia la derecha de aquellas muestras expuestas a 15 días en el electrolito; mientras que para las expuestas a 7 y 21 días respectivamente su tendencia es el desplazamiento a la izquierda indicando una menor densidad de corriente y por lo tanto mayor velocidad de corrosión.

Al realizar un análisis comparativo por días de exposición al electrolito de las curvas Tafel para las probetas implantadas con nitrógeno a 60 y 90 minutos, figuras (7 y 8) en las muestras 1011 y 1013 en 7 días de exposición, se observa que la probeta 1011 presenta un comportamiento más noble realizando la comparación con la probeta 1013, al encontrarse esta desplazada hacia la izquierda, así como un potencial de corrosión menos negativo, lo que indica que es más estable; con base en esto se puede decir que se observó una notoria mejora en la resistencia a la corrosión para las probetas de 90 minutos de implantación.

**Figura 7. Curvas de Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 60 min.**



Fuente: Los autores.

**Tabla 8. Resultados de la prueba Rp y Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 60 min.**

PROBETA	Rp (ohm.cm <sup>2</sup> )	icorr (mA /cm <sup>2</sup> )	βa (mV/década)	βc (mV/década)	Vel corr. (mpy)
1013	289,01	2,478	76,904	-95,321	1,378
1015	261,88	1,42	139,34	-21,727	0,790
1004	80,385	1,754	141,38	-28,555	0,976

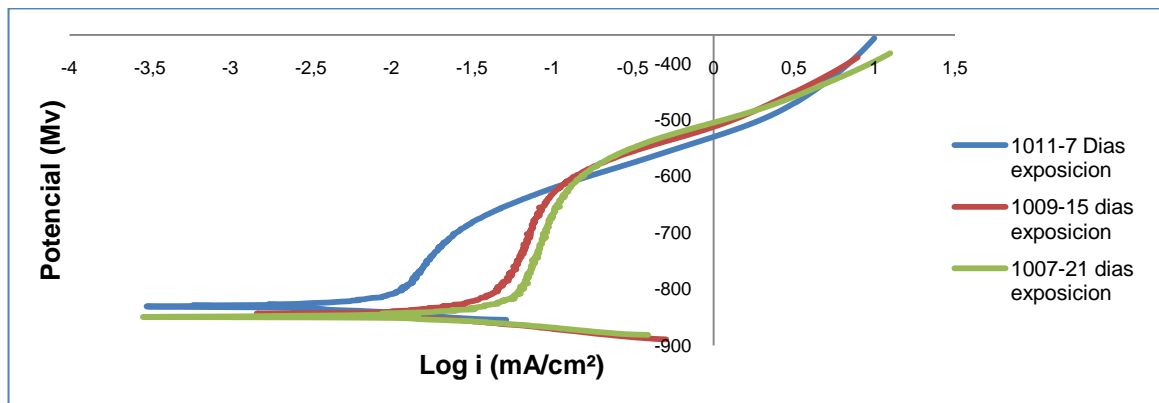
Fuente: Los autores

Para las probetas 1009 y 1015, figuras (7 y 8), de 15 días de exposición, la diferencia entre las probetas en cuanto a potencial de corrosión y estabilidad termodinámica no es tan significativa, por el contrario hay una tendencia bien marcada a ser iguales tanto para 60 como para 90 minutos de implantación de Nitrógeno. Dicha tendencia también se observa en las probetas 1004 y 1007 de 21 días de exposición al electrolito, aunque no es tan marcada, se puede decir que la probeta 1004 está desplazada levemente hacia la izquierda en comparación con la 1007 y un potencial prácticamente igual, lo cual se puede decir que la probeta 1007 de 90 minutos de implantación es más resistente a la corrosión que la probeta 1004 implantada a 60 minutos.

En términos generales desde el punto de vista termodinámico para aquellas muestras que presenten un potencial más noble, es decir menos negativo, muestran un comportamiento de mayor estabilidad en la interfase metal-solución, con base en esto la probeta 1011 tuvo el comportamiento más noble de las muestras implantadas con nitrógeno.

Para las muestras implantadas a 60 minutos de nitrógeno, figura (7), se determinó una menor resistencia a la corrosión para 7 días de exposición al electrolito, pero a medida que aumenta el tiempo de exposición se produjo un cambio marcado en la resistencia a la corrosión mostrando una mayor estabilidad, producto de una mejora debida a la formación de una capa pasiva. Para las probetas implantadas con nitrógeno 90 minutos, ver figura (8), existe una tendencia marcada en la resistencia a la corrosión para los 7, 15 y 21 días, permaneciendo en el mismo rango. Los resultados de los valores de las pendientes anódicas y catódicas calculadas de las curvas potenciodinámicas mostradas en las figuras (7 y 8) se presentan en las tablas 8 y 9 respectivamente.

**Figura 8. Curvas de Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 90 min.**



Fuente: Los autores

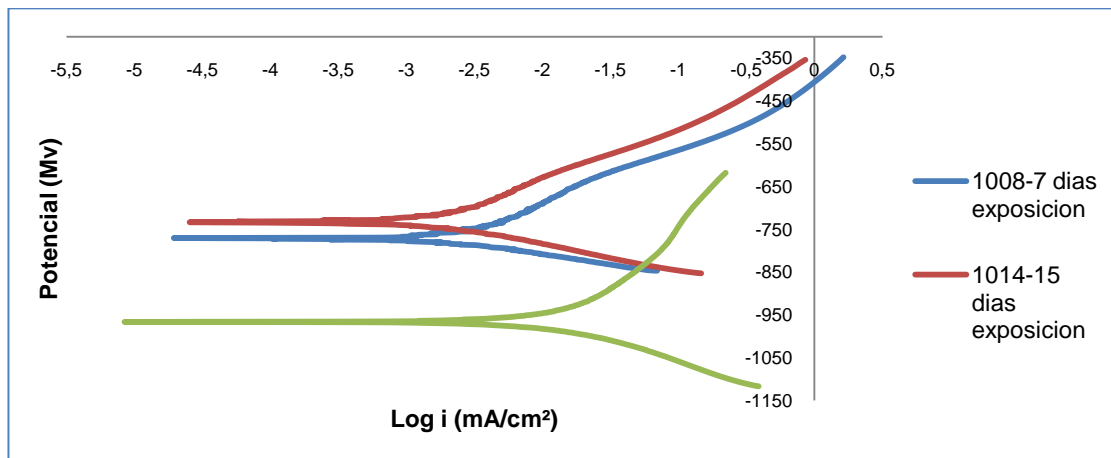
**Tabla 9. Resultados de la prueba Rp y Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 90 min.**

PROBETA	Rp (ohm.cm <sup>2</sup> )	icorr (mA/cm <sup>2</sup> )	βa (mV/década)	βc (mV/década)	Vel corr. (mpy)
1011	455,11	2,27	126,09	-11,67	1,263
1009	310,21	1,712	119,17	-31,474	0,952
1007	179,95	1,606	114,6	-23,13	0,138

Fuente: Los autores

El análisis de las curvas para las muestras implantadas con Titanio, se puede observar que el comportamiento para ambos tiempos de implantación difiere un poco en ambas regiones: anódica y catódica (parte superior e inferior de la curva, respectivamente).

**Figura 9. Curvas de Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 6min.**



Fuente: Los autores

**Tabla 10. Resultados de la prueba Rp y Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 6 min.**

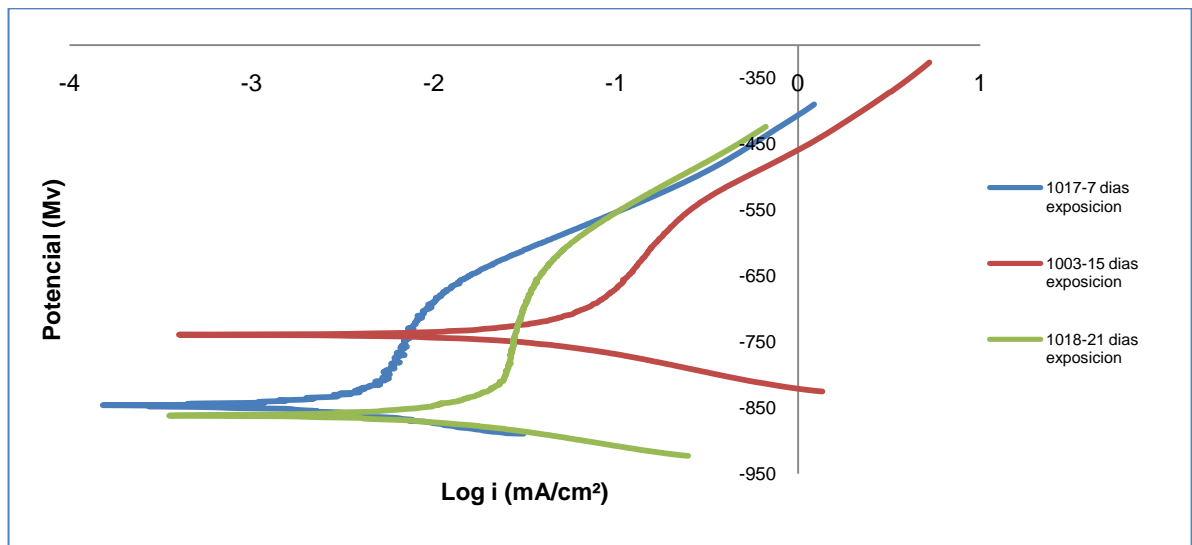
PROBETA	Rp (ohm.cm <sup>2</sup> )	icorr (mA/cm <sup>2</sup> )	βa (mV/década)	βc (mV/década)	Vel corr. (mpy)
1008	882,99	2,794	79,26	-45,698	1,554
1014	1447,7	3,004	74,982	-43,399	1,671
1006	173,6	2,23	76,248	-59,414	1,240

Fuente: Los autores

Las densidades de corriente asociadas a un mismo potencial para los tiempos de exposición de 7 días es mayor para las muestras implantadas comparadas con las muestras sin implantar, esto tiende a mantenerse constante en la región anódica; por otra parte para las muestras expuestas durante 15 días, sus densidades de

corriente tienden a ser menores o iguales a las muestras de los blancos. En las figuras 9 y 10 se puede detallar que el potencial necesario para que la muestra implantada se corroa es mayor que para la muestra no implantada, por el hecho de la curva encontrarse desplazada hacia arriba.

**Figura 10. Curvas de Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 9 min.**



Fuente: Los autores

**Tabla 11. Resultados de la prueba Rp y Tafel para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 9 min.**

PROBETA	Rp (ohm.cm <sup>2</sup> )	icorr (mA/cm <sup>2</sup> )	βa (mV/década)	βc (mV/década)	Vel corr. (mpy)
1017	1230	2,646	107,4	-39,227	1,472
1003	122,66	1,615	89,085	-47,669	0,898
1018	422,12	2,089	95,75	-42,359	1,162

Fuente: Los autores

Desde el punto de vista termodinámico para aquellas muestras que presenten un potencial más noble (menos negativo) presentan un comportamiento de mayor

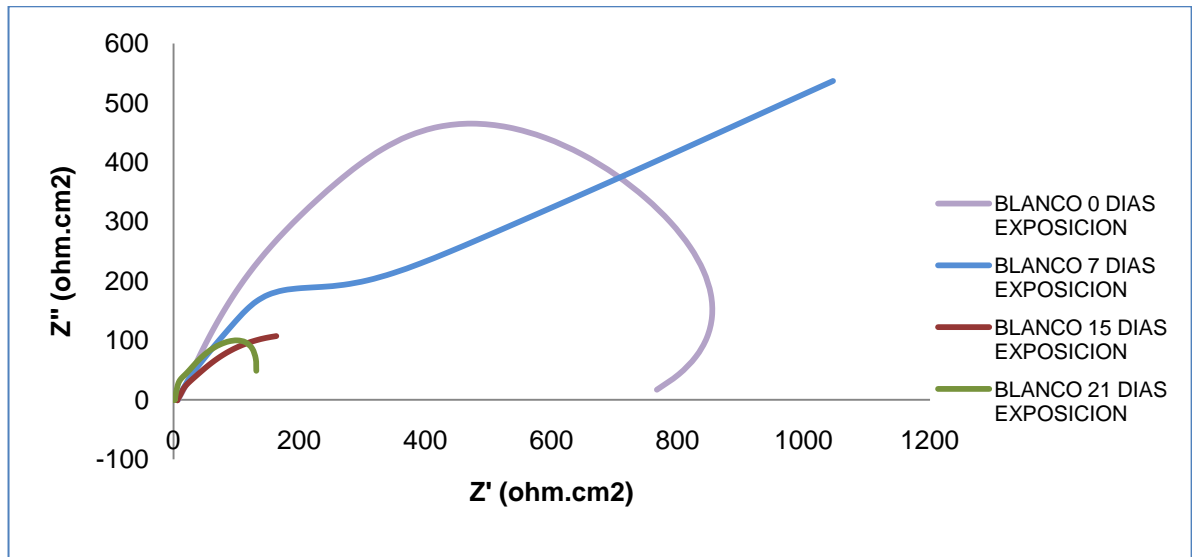
estabilidad en la interfase metal-solución. Con base en lo anterior se establece que las muestras implantadas más estables termodinámicamente son las probetas 1014 (implantada con Titanio a 6 min) y la 1003 (implantada con Titanio a 9 min), ambas expuestas a 15 días de exposición en el electrolito; el potencial que poseen estas dos muestras corresponde a -733,90 mV.

De igual manera, en todas las anteriores curvas se observa que la estabilidad del sistema no se alcanzó al mismo potencial para todas las condiciones de los ensayos, debido a la disminución de la corriente límite, por lo que hace que la reacción anódica corte con la catódica en un potencial más bajo.

**4.2.3 Análisis de EIS.** En esta etapa se analizaron los resultados obtenidos a partir de la técnica de espectroscopia de impedancia electroquímica, se generaron tres tipos de gráficas a partir de los datos obtenidos experimentalmente, en los cuales se observaron los diferentes fenómenos que ocurren en la doble capa electroquímica. Esta técnica de gran precisión permite estudiar el comportamiento electroquímico del material estudiado. La interpretación de la impedancia del sistema se basa en el empleo de circuitos equivalentes, los cuales representan las características eléctricas y físicas del material en el electrolito de trabajo. Esto permite simular los procesos que están ocurriendo

**4.2.3.1 Diagramas de Nyquist.** Los diagramas de Nyquist obtenidos para las muestras implantadas y no implantadas muestran la presencia de un doble domo, como se muestra en las figuras (11 a la 15), los cuales no se comportan como círculos ideales, lo cual indica que las capas de óxidos formadas no son completamente homogéneas, además demuestra que a medida que incrementa el tiempo de exposición al electrolito el doble domo disminuye.

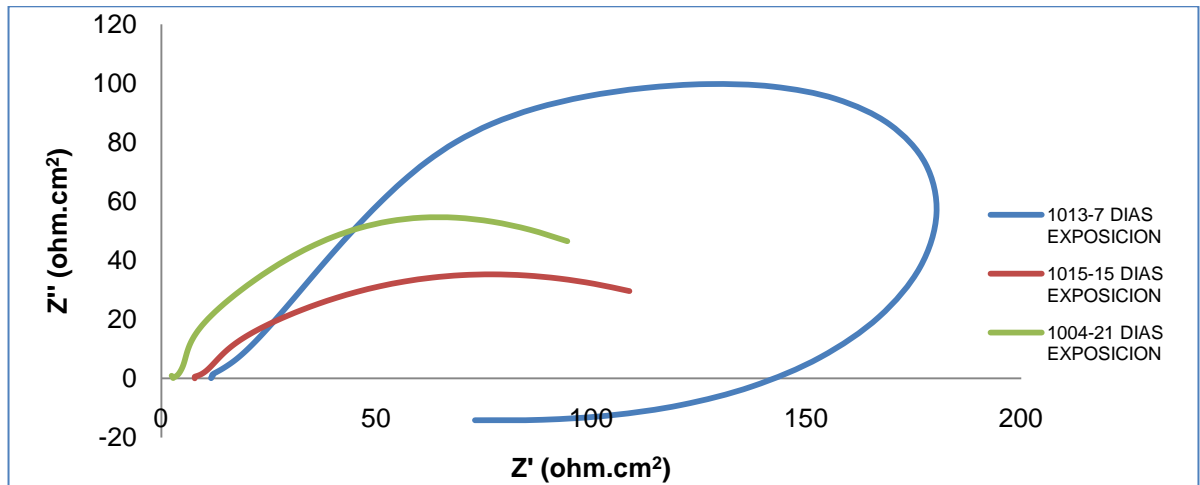
**Figura 11. Diagramas de Nyquist para muestras de acero AISI SAE 1010 sin implantación de iones.**



Fuente: Los autores

El análisis de los diagramas de Nyquist para las muestras implantadas con Nitrógeno a 60 y 90 minutos (figuras 12 y 13), Se aprecia, para las muestras expuestas a 7 días, un arco capacitivo a altas y medias frecuencias, que se transforma en un pequeño arco o semicírculo inductivo en la región de bajas frecuencias [24]. El arco capacitivo, cuyo diámetro está relacionado con la resistencia a la transferencia de carga  $R_{tc}$  en la intercara metal/electrolito, se hace menor al aumentar el tiempo de exposición al electrolito, para ambos tiempos de implantación, pero al momento de realizar la comparación entre estos tiempos de implantación, se puede observar que este arco capacitivo es significativamente menor para las muestras implantadas a 90 minutos, figura (13).

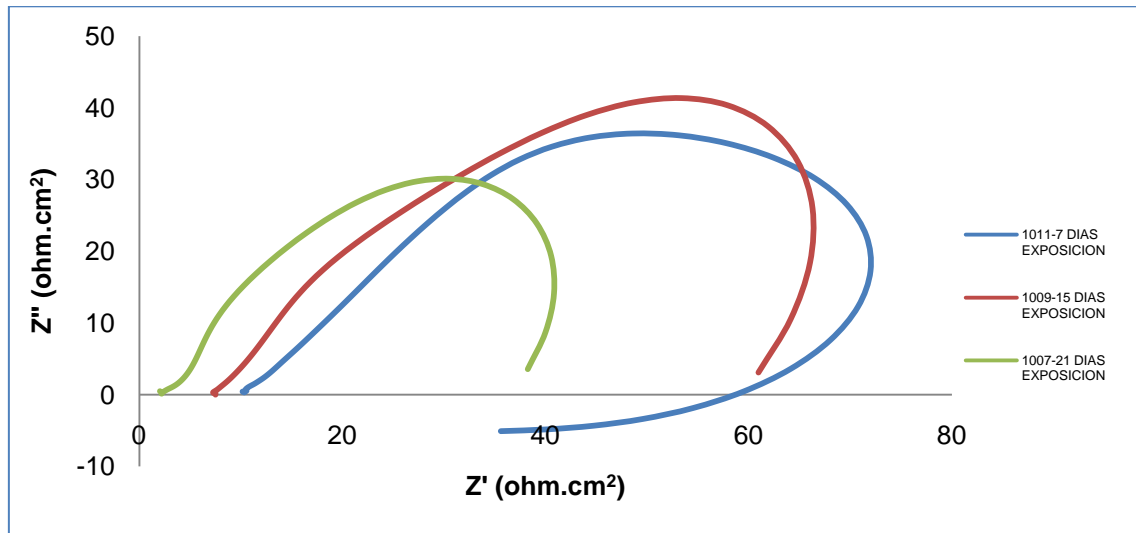
**Figura 12. Diagramas de Nyquist para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 60 minutos.**



Fuente: Los autores

En cuanto al semicírculo inductivo que se presentó en las región de bajas frecuencias, este se relaciona habitualmente con procesos de adsorción y desorción de especies intermedias de reacción sobre la superficie del metal, pero como se puede observar en las figuras (12 y 13), este semicírculo formado en dichas regiones, desaparece al aumentar el tiempo de exposición al electrolito de las muestras implantadas [24]. Para las muestras implantadas a 90 minutos, figura (13), se observa que a bajas frecuencias, la difusión deforma la parte derecha de la semicircunferencia, se curva hacia el eje real a frecuencias decrecientes y finalmente toma un comportamiento de tipo ligeramente inductivo; esto hace pensar que se esté desarrollando un complejo proceso de corrosión, con la formación de una capa de productos que tienden a disminuir la velocidad de disolución, permitiendo el contacto de la muestra con el electrolito.

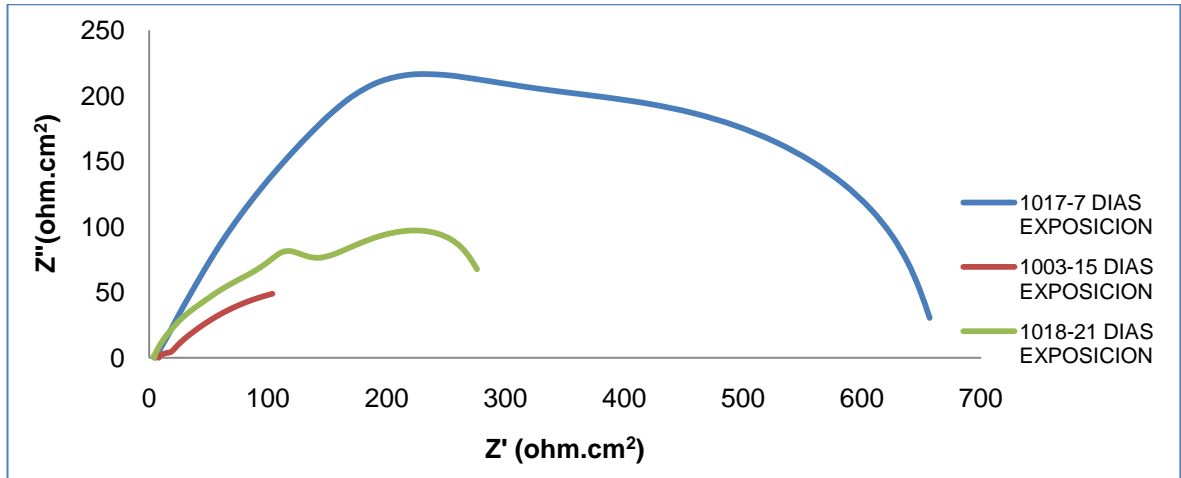
**Figura 13. Diagramas de Nyquist para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 90 minutos.**



Fuente: Los autores

Los diagramas de Nyquist obtenidos para las muestras implantadas con Titanio, figuras (14 y 15), muestran la presencia de un doble domo, los cuales no se comportan como círculos ideales, lo que indica que las capas de óxidos formadas no son completamente homogéneas, además indica que no existe una tendencia marcada para ambos tiempos de implantación; como se observa en la figura (14), para el tiempo de implantación de 6 minutos, en el tiempo de 7 días de exposición al electrolito se observa que a altas y medias frecuencias, se presenta un arco capacitivo, lo que no sucede para la muestra implantada a 9 minutos, figura (15), para el mismo tiempo de exposición al electrolito, debido a que el domo que se observa para esta muestra, presenta un valor máximo de impedancia imaginaria de 110 ohm.cm<sup>2</sup> y este domo se deforma hacia la parte derecha del semicírculo.

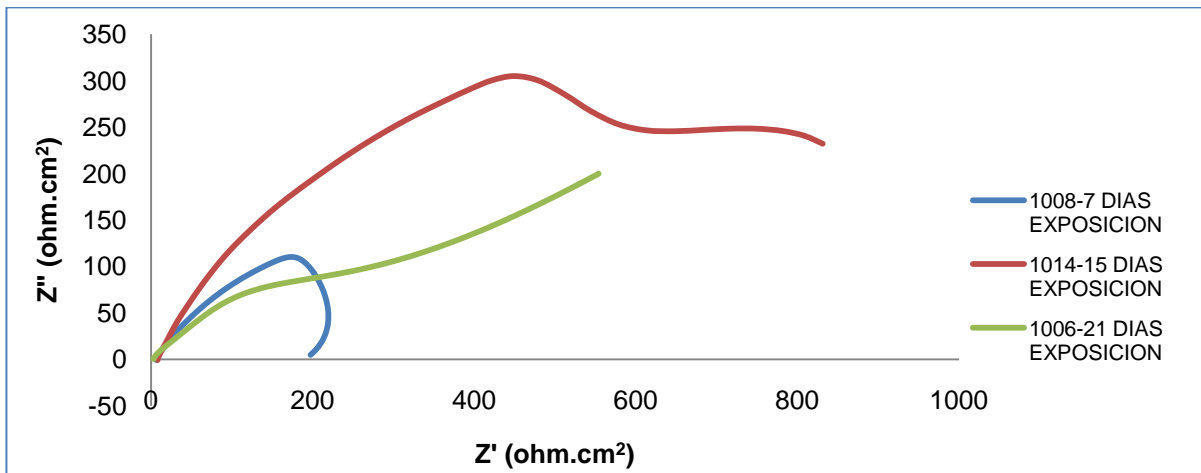
**Figura 14. Diagramas de Nyquist para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 6 minutos.**



Fuente: Los autores

Para los tiempo de 15 días de exposición al electrolito, en las figuras 14 y 15, se observa que para las muestras implantadas a 6 minutos, el domo disminuye significativamente de tamaño, con respecto aquellas que fueron implantadas a 9 minutos, lo cual me conlleva a que estas últimas muestras presentan un comportamiento mucho mas resistivo, para este tiempo de exposición.

**Figura 15. Diagramas de Nyquist para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 9 minutos.**



Fuente: Los autores

**4.2.4. Cálculo de circuitos equivalentes.** Para esta sección se propuso un circuito equivalente, que describiera las propiedades de las capas electroquímicas antes analizadas, basándose en lo expuesto en la teoría y en concordancia con lo encontrado experimentalmente. Los valores para cada uno de los elementos constituyentes de los circuitos modelos se calcularon a partir de los datos experimentales y luego fueron simulados por medio del software Zview 2.9, con el objeto de ajustar y corroborar que tan exactos eran los datos experimentales en comparación con los ideales. Ver figuras 16 y 17.

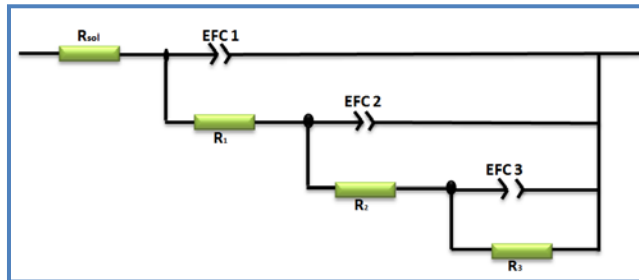
#### **Modelo simulado para las muestras implantadas.**

De acuerdo con los fenómenos electroquímicos observados en los ensayos de impedancia se describe el circuito de la siguiente manera:

- $R_{sol}$ : Resistencia del electrolito.
- $R_1$ : Resistencia de la primera capa (metal-solución).
- $EFC_1$ : Representa una resistencia y capacitancia interna de la primera capa.
- $R_2$ : Resistencia de la doble capa electroquímica y es donde se lleva a cabo el intercambio iónico
- $EFC_2$ : Representa una resistencia y capacitancia de la doble capa electroquímica.
- $R_3$ : Resistencia de la tercera capa electroquímica.
- $EFC_3$ : Representa una resistencia y capacitancia de la tercera capa electroquímica.

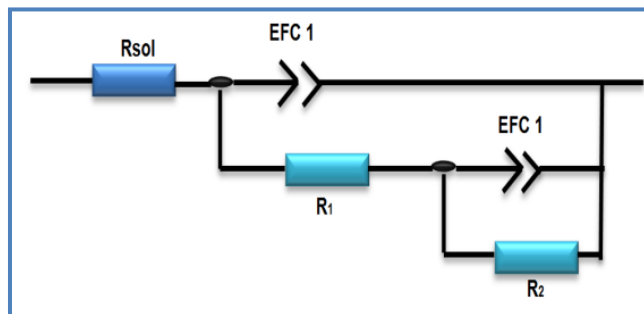
En la tablas 12 Y 13 se especifica los valores calculados para los electrodos de trabajo, donde se puede observar las propiedades dieléctricas de la capa interna, la doble capa y la tercera capa.

**Figura 16. Circuito equivalente propuesto para las muestras implantadas con iones de Nitrógeno.**



Fuente: Los autores

**Figura 17. Circuito equivalente propuesto para las muestras implantadas con iones de Titanio.**



Fuente: Los autores

**Tabla 12. Valores para el circuito equivalente para muestras implantadas con iones de Nitrógeno.**

$R_{sol}$ ( $\text{Ohm} \cdot \text{cm}^2$ )	EFC (F)		$R_1$ ( $\text{Ohm} \cdot \text{cm}^2$ )	EFC (F)		$R_2$ ( $\text{Ohm} \cdot \text{cm}^2$ )	EFC (F)		$R_3$ ( $\text{Ohm} \cdot \text{cm}^2$ )
	EFC1 (T)	Fase 1 (P)		EFC2 (T)	Fase 2 (P)		EFC3 (T)	Fase 3 (P)	
7,343	EFC1 (T)	Fase 1 (P)	-300	EFC2 (T)	Fase 2 (P)	3072	EFC3 (T)	Fase 3 (P)	17,58
	0,049878	0,63695		0,001409	2,619		0,001181	- 1,569	

Fuente: Los autores

**Tabla 13. Valores para el circuito equivalente para muestras implantadas con iones de Titanio**

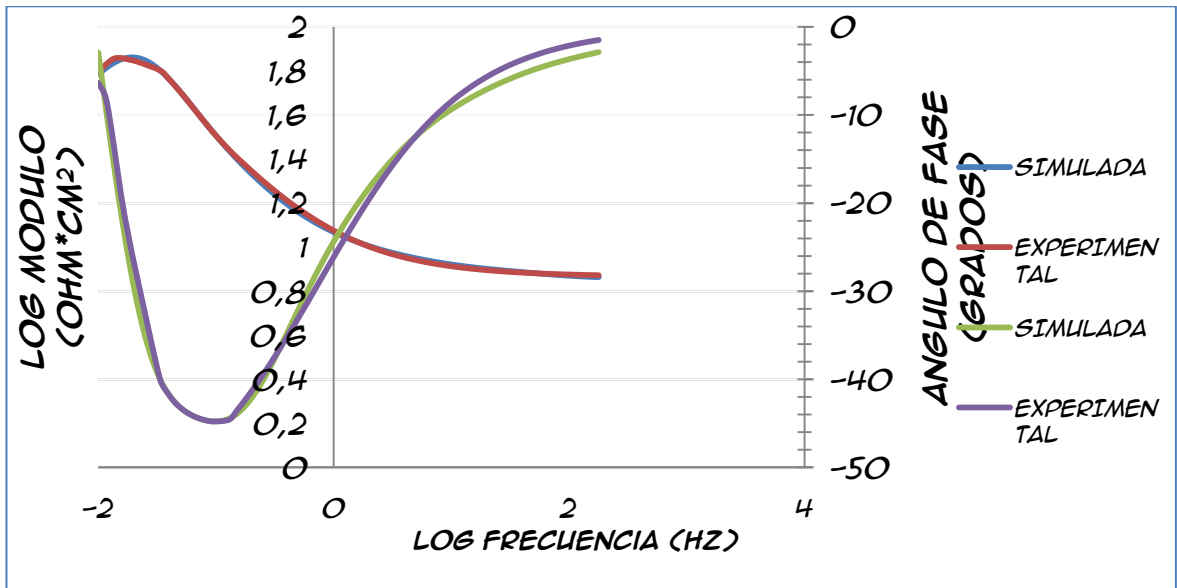
$R_{sol}$ (Ohm*cm <sup>2</sup> )	EFC (F)		$R_1$ (Ohm*cm <sup>2</sup> )	EFC (F)		$R_2$ (Ohm*cm <sup>2</sup> )
1,421	EFC1 (T)	Fase 1 (P)	3,48	EFC2 (T)	Fase 2 (P)	48,66
	-0,018823	0,024288		0,0049841	0,65165	

Fuente: Los autores

**4.2.4.1. Simulación de circuitos por ZVIEW 2.9.** Después de adaptar el sistema a un circuito equivalente y con los datos obtenidos experimentalmente, el siguiente paso fue ajustar los datos con ayuda del Zview 2.9, el cual permitió simular valores de frecuencia, lo que hizo posible completar las curvas y además facilitó el análisis, de que tan cerca se adaptaban los datos experimentales en comparación con los datos obtenidos en la simulación.

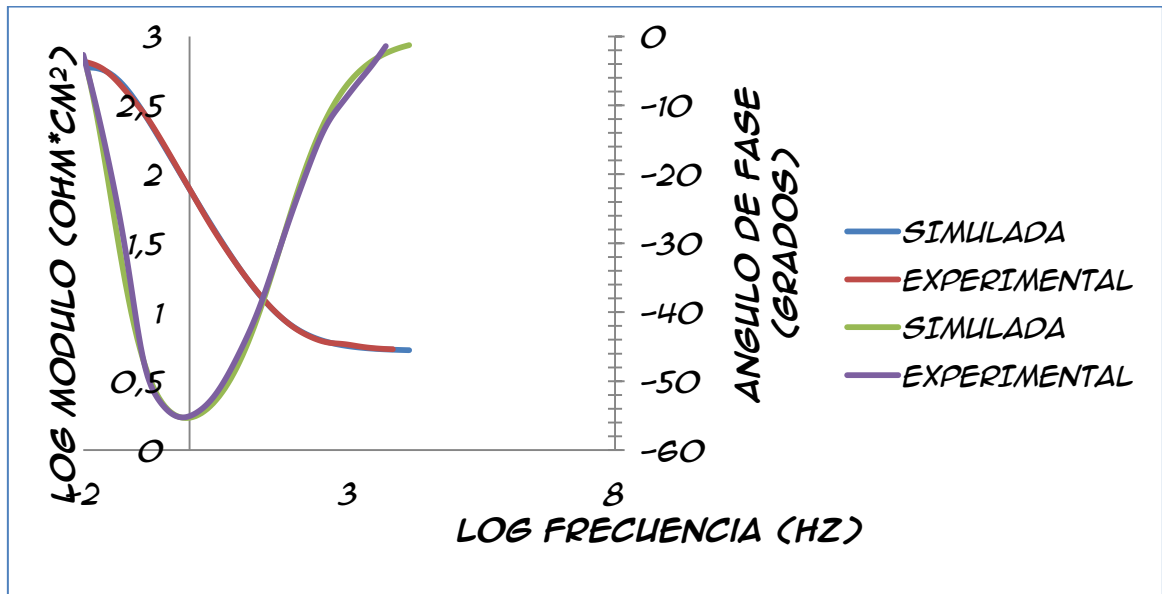
De esta manera, se comprobó que el circuito propuesto describía de manera cercana a lo obtenido experimentalmente, al determinar el porcentaje de error; luego de esta determinación, se trazaron graficas simuladas para uno de los sistemas de implantación (Nitrógeno y Titanio). Ver figuras 18 y 19.

Figura 18. Diagrama de Bode experimental y simulación, para implantación de iones de Nitrógeno.



Fuente: Los autores

Figura 19. Diagrama de Bode experimental y simulación, para implantación de iones de Titanio.

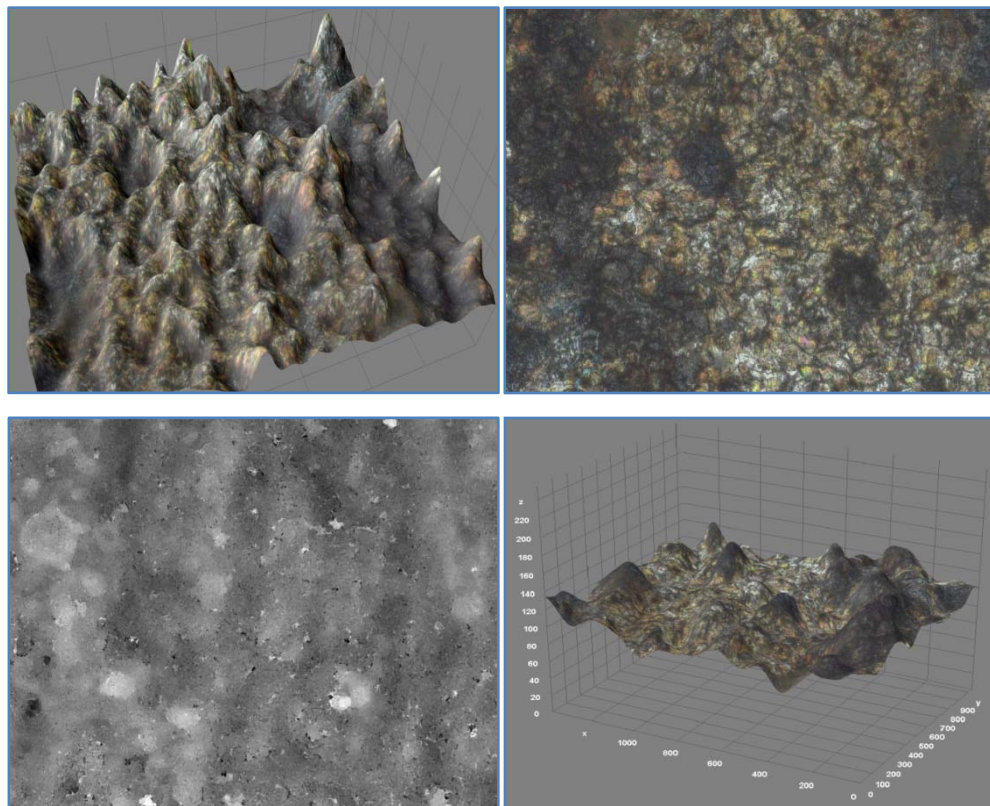


Fuente: Los autores

### 4.3. TOPOGRAFÍA DE LA SUPERFICIE DE RAYADO

La fotografía 10 muestra la topografía de la superficie de rayado para la muestra de acero AISI SAE 1010 implantado con iones de Nitrogeno a 60 minutos; Para medir la profundidad del rayado, se implementó el Microscopio Imager Z1 de Carl-zeiss que mostró una profundidad  $\pm 50 \mu$  desde la superficie descubierta hasta la parte superior de la capa implantada de Nitrógeno.

**Fotografía 13. Topografía de la superficie de rayado para muestras de acero AISI SAE 1010 implantado con iones Nitrógeno a 60 minutos**

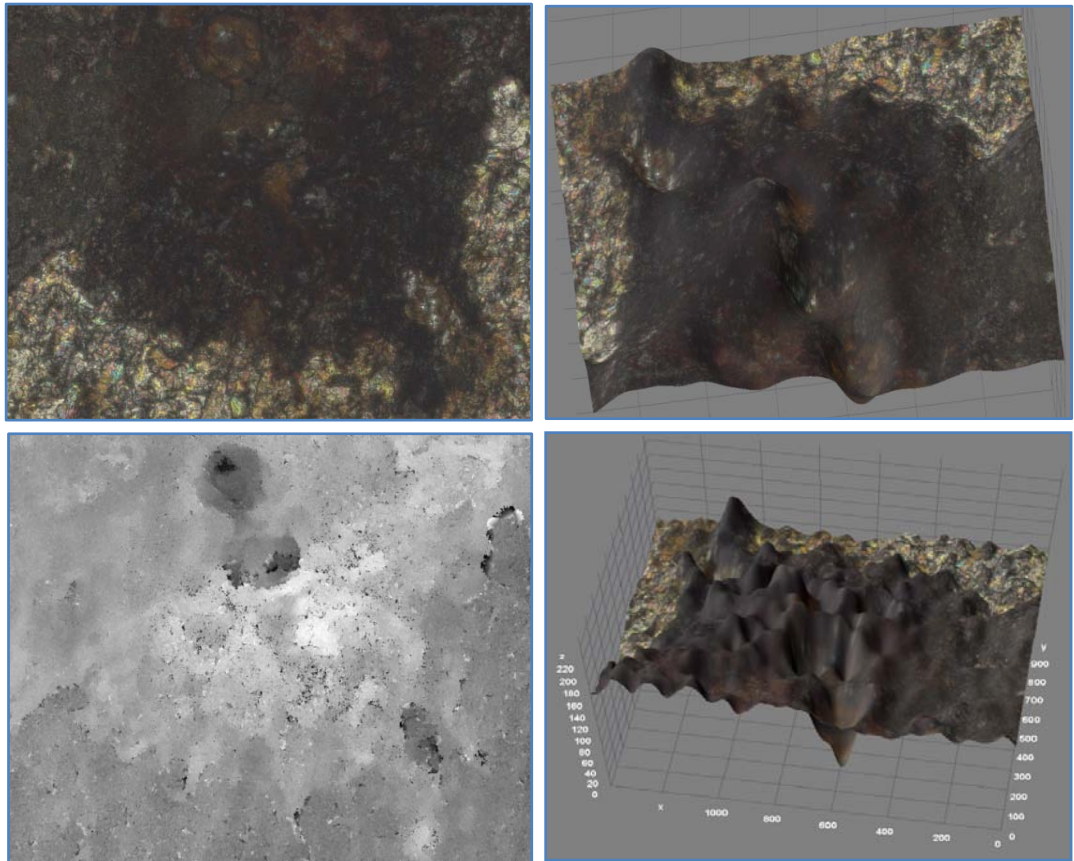


Fuente: Microscopio Imager Z1 de Carl Zeiss. Lab. GOTS-UIS.

La fotografía 11 muestra la topografía de la superficie de rayado para la muestra de acero AISI SAE 1010 implantado con iones de Nitrogeno a 90 minutos; Para medir la profundidad del rayado, se implementó el Microscopio Imager Z1 de Carl-

Zeiss que mostró una profundidad  $\pm 37 \mu$  desde la superficie descubierta hasta la parte superior de la capa implantada de Nitrógeno.

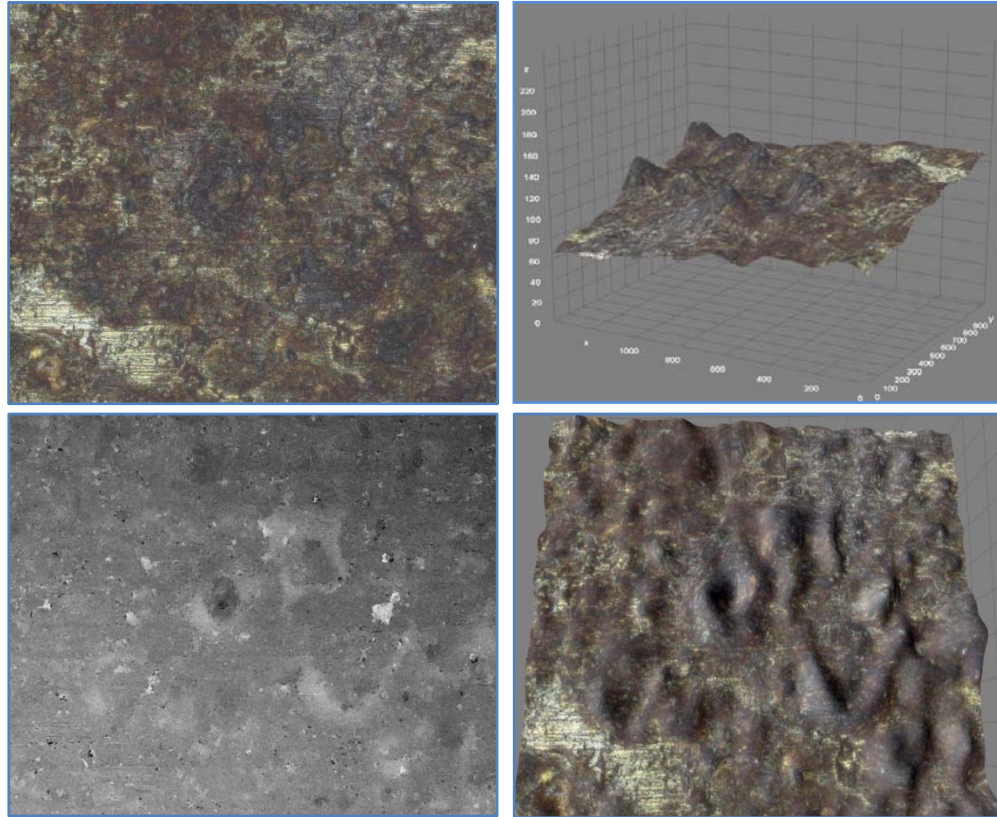
**Fotografía 14. Topografía de la superficie de rayado para muestras de acero AISI SAE 1010 implantado con iones Nitrógeno a 90 minutos.**



Fuente: Microscopio Imager Z1 de Carl Zeiss. Lab. GOTS-UIS.

La fotografía 12 muestra la topografía de la superficie de rayado para la muestra de acero AISI SAE 1010 implantado con iones de Titanio a 6 minutos; Para medir la profundidad del rayado, se implementó el Microscopio Imager Z1 de Carl-Zeiss que mostró una profundidad  $\pm 30 \mu$  desde la superficie descubierta hasta la parte superior de la capa implantada de Titanio.

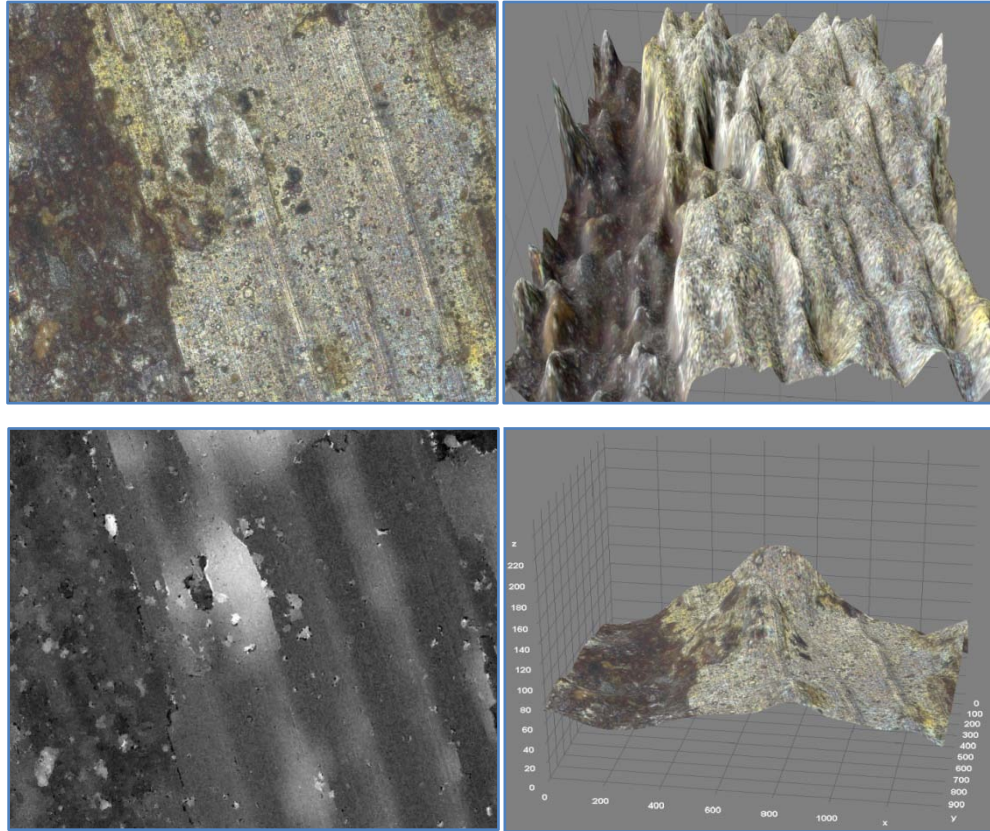
**Fotografía 15. Topografía de la superficie de rayado para muestras de acero AISI SAE 1010 implantado con iones Titanio a 6 minutos.**



Fuente: Microscopio Imager Z1 de Carl Zeiss. Lab. GOTS-UIS.

La fotografía 13 muestra la topografía de la superficie de rayado para la muestra de acero AISI SAE 1010 implantado con iones de Titanio a 9 minutos; Para medir la profundidad del rayado, se implementó el Microscopio Imager Z1 de Carl-Zeiss que mostró una profundidad  $\pm 33 \mu$  desde la superficie descubierta hasta la parte superior de la capa implantada de Titanio.

**Fotografía 16. Topografía de la superficie de rayado para muestras de acero AISI SAE 1010 implantado con iones Titanio a 9 minutos.**



Fuente: Microscopio Imager Z1 de Carl Zeiss. Lab. GOTS-UIS.

De acuerdo con estas topografías observadas anteriormente, existe la formación de corrosión general, lo cual conlleva a que las velocidades de corrosión calculadas anteriormente mediante la técnica de extrapolación de Tafel aplican correctamente para este tipo de corrosión.

#### **4.4. CARACTERIZACIÓN DE ÓXIDOS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)**

El análisis de difracción de rayos X fue una herramienta importante empleada con el objeto de caracterizar de manera cuantitativa los óxidos que se obtuvieron de los productos de corrosión de las pruebas realizadas en los tiempos de 15 días de exposición al electrolito de los cupones, para ambos tipos de muestras

implantadas Nitrógeno y Titanio. Las muestras fueron pulverizadas en un mortero de ágata y llevadas a un tamaño de 38  $\mu\text{m}$  (400 mesh). El espécimen seleccionado de cada muestra fue montado en un portamuestra de aluminio mediante la técnica de llenado frontal.

El análisis se realizó en un difractómetro de polvo marca PANalytical modelo X'PERT PRO MPD bajo las siguientes condiciones:

Voltaje: 45(kV).

Corriente: 40(mA).

Rendijas Soller: 0.04 rad (Incidencia y Difracción).

Rendijas Fijas: 1/4 y 1/8 (Incidencia) y 1/4 (Difracción).

Muestreo: 0.013° 2theta.

Rango de Medición: 4-70° 2theta.

Radiación: CuK $\alpha$ 1.

Filtro: Ni.

Detector: de estado sólido referencia PIXcel con 255 canales activos.

Tipo de barrido: Continuo.

Tiempo por paso: 59 segundos.

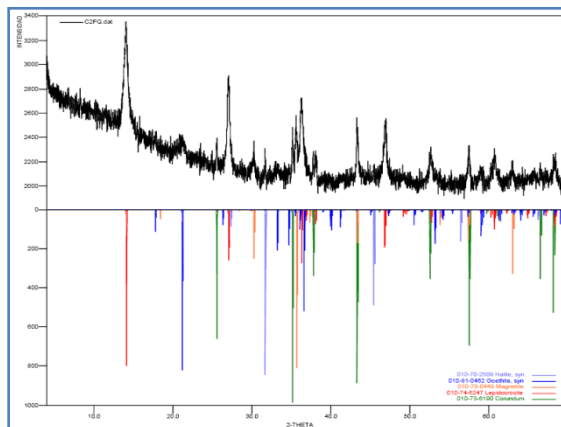
La tabla 14 muestra el análisis de DRX de los productos de corrosión formados en la solución de NaCl para las muestras implantadas con Nitrógeno, reveló la presencia de Lepidocrocita [FeO (OH)], Goetita [FeO (OH)], Halita [NaCl] y Magnetita [Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>].

**Tabla 14. Resultados de la cuantificación de los análisis de DRX para los productos de corrosión en solución de NaCl para muestras implantadas con Nitrógeno.**

	FASE	No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	Fe O ( OH )	010-74-6247	Lepidocrocita	62.5 % (D.E = 0.8)
	Fe O ( OH )	010-81-0462	Goetita	10.6 % (D.E = 0.5)
	Na Cl	010-70-2509	Halita	2.0 % (D.E = 0.2)
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	010-75-0449	Magnetita	9.2 % (D.E = 0.3)
Total Cristalino				84.3 %
Amorfos y otros				15.7 %

Fuente: Laboratorio de Difracción de Rayos-X.

**Figura 20. DRX de los productos de corrosión en solución de NaCl para muestras implantadas con Nitrógeno.**



Fuente: Laboratorio de Difracción de Rayos-X.

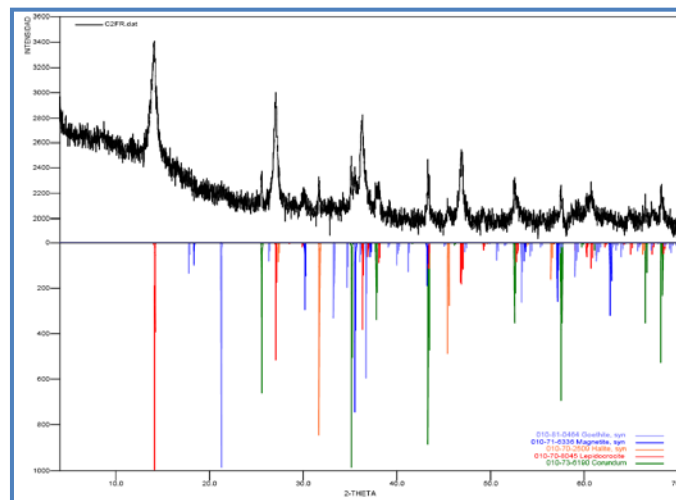
La tabla 15 muestra el análisis de DRX de los productos de corrosión formados en la solución de NaCl para las muestras implantadas con Titanio, el cual revelo la presencia de Lepidocrocita [FeO (OH)], Goetita [FeO (OH)], Halita [NaCl] y Magnetita [Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>].

**Tabla 15. Resultados de la cuantificación de los análisis de DRX para los productos de corrosión en solución de NaCl para muestras implantadas con Titanio**

FASE		No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	Fe O ( OH )	010-70-8045	Lepidocrocita	72.5 % (D.E = 0.8)
	Fe O ( OH )	010-81-0464	Goetita	3.1 % (D.E = 0.2)
	Na Cl	010-70-2509	Halita	3.1 % (D.E = 0.2)
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	010-71-6336	Magnetita	4.6 % (D.E = 0.2)
Total Cristalino				83.3 %
Amorfos y otros				16.7 %

Fuente: Laboratorio de Difracción de Rayos-X.

**Figura 21. DRX de los productos de corrosión en solución de NaCl para muestras implantadas con Titanio.**



Fuente: Laboratorio de Difracción de Rayos-X.

Estos productos de corrosión demuestran que se presentó corrosión uniforme sobre las superficies de las muestras expuestas a la solución de NaCl. La Lepidocrocita y Goetita (Hidróxidos de Hierro) fueron los productos en mayor cantidad, mientras que la Magnetita se encuentra en una menor proporción. Realizando una comparación con el porcentaje de Magnetita de las muestras, existe una mayor cantidad en las muestras implantadas con Nitrógeno, lo cual indicaría que presenta mayor corrosión general en dichas probetas.

## 5. CONCLUSIONES

Los valores de velocidad de corrosión obtenidos para los dos tipos de modificación superficial en el acero, confirma el efecto de la implantación de iones sobre el material base, el cual muestra una tendencia a la disminución de velocidad de corrosión con el incremento del tiempo de implantación.

El uso de la técnica de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIE) permitió realizar un análisis más detallado de todos los procesos de corrosión involucrados en el sistema y en combinación con los resultados obtenidos en el análisis de las curvas de polarización, se pudo determinar que las mejores condiciones para el acero estudiado en ambiente de cloruros es la modificación superficial con iones de Titanio a un tiempo de 9 minutos de implantación.

El tratamiento de modificación superficial producido por la técnica de implantación, demostró que el acero AISI SAE 1010 mejora su resistencia a los fenómenos corrosivos generales en ambientes de cloruros cuando se implantan iones de Titanio, como se demuestra en la topografía de superficies realizada a las probetas, indicando que aquellas que se trataron con Titanio muestra una significativa disminución de la morfología de corrosión respecto aquellas que fueron implantadas con Nitrógeno.

Según los datos obtenidos se afirma para los ensayos de EIE, que la implantación de iones en las muestras influye significativamente en el comportamiento de la doble capa electroquímica, observando que a tiempos mayores de implantación tanto para iones de Nitrógeno como de Titanio, la capa de óxido se hace mas resistiva, pero esta capa se hace mas capacitiva en comparación con el otro proceso en muestras implantadas con iones de Titanio a tiempos de 9 minutos.

## **6. RECOMENDACIONES**

Para estudios posteriores se recomienda evaluar el comportamiento tribológico del material antes y después de la implantación de iones.

## 7. BIBLIOGRAFÍA

ANDERS, A. Handbook of plasma immersion ion implantation and deposition. John Wiley: USA. 2000, pp. 1-23.

ANDERS, A. Metal plasma immersion ion implantation and deposition: a review. University of California. 2006, pp. 1-17.

BARCOS, R. Effect of nitrogen ion implantation on in vitro corrosion behavior of NiTi. Revista de Metalurgia 44. 2008.

BAUTISTA, C. O. Estudio de una descarga de alto voltaje a bajas presiones. Tesis de Pregrado, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2003.

BRETT, C. Electrochemistry: principles, methods and applications. Oxford: USA, 1993.

CORENGIA, P., EGIDI, D.; QUINTEIRO, M. Comportamiento frente a la corrosión de aceros nitrurados por plasma. Materiales: 4<sup>o</sup> Jornadas de Desarrollo e Innovación, Noviembre 2002.

DA SILVA, L. Effects of plasma immersion ion implantation (PIII) of Nitrogen on hardness, composition and corrosion resistance of Ti-6Al-4V alloy. Brazilian Journal of Physics, vol 36, no 3B. 2006, pp. 990-993.

DULCE Moreno, H. Jaime. Implantación Iónica Tridimensional mediante descargas de alto voltaje a bajas presiones del dispositivo Júpiter. Tesis Doctoral, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2002.

FONTALVO Caré, Paola. Evaluación experimental de la resistencia a la corrosión de un acero AISI - SAE 4140 implantado con iones de nitrógeno. Tesis pregrado; Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2007.

FOERSTER, C.E. Mechanical and tribological properties of AISI 304 stainless steel nitrided by glow discharge compared to ion implantation and plasma immersion ion implantation. Elsevier 257, 2007.

JONES, Denny A. Principles and Preventions of Corrosion. Prentice Hall: USA, 1996.

KELLY, R. Electrochemical techniques in corrosion science and engineering. Marcel Dekker: USA, 2002.

MARTÍNEZ, L. y PÉREZ F. The effect of nitrogen ion implantation on the corrosion behaviour of stainless steels in chloride media. Surface y coatings technology 200, 2005, pp. 1606-1615.

MELLO, C.B. Surface modification of SAE 1070 by chromium using plasma immersion ion implantation and deposition. Surface & coatings technology 204, 2010, pp. 2971-2975.

MOHAN, R. Plasma immersion ion implantation of nitrogen on austenitic stainless steel at variable energy for enhanced corrosion resistance. Surface & coatings technology 201, 2007, pp. 4919-4921.

MUTHUKUMARAN, V. Experimental investigation on corrosion and hardness of ion implanted AISI 316L stainless steel. Materials & desing technology. 2010.

NASTASY, M. Ion implantation and synthesis of materials. Springer: USA, 2006, pp. 1-15.

PEÑA, D. Evaluación experimental de la resistencia a la corrosión de un acero AISI-SAE 4140 implantado con iones de nitrógeno. Revista Dyna, No. 159, 2009, pp. 43-52.

ROJAS, L. Modificación de la superficie de los aceros AISI-SAE 4140 y 4340 por acción de un plasma de nitrógeno creado en una descarga luminiscente de radiofrecuencia. Tesis de Magíster, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 1996.

RUEDA, A. comportamiento de la corrosión de un acero de bajo Carbono implantado con nitrógeno. En: Revista Colombiana de Física, Vol. 38, No. 2, 2006.

SARMIENTO K., HELMUTH E. Evaluación de la Corrosión del Sistema: Acero al Carbono- Oxígeno- Agua y Cloruro de Sodio mediante el uso del Electrodo de Cilindro Rotatorio. Tesis de Pregrado; Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2003.

SILVA, M. Estudio de la implantación iónica Tridimensional (3D II) en descargas a baja presión pulsadas como protección de aceros a la permeación de hidrógeno. Tesis de Magíster. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2004.

TAN, Y. J. An investigation of the formation and destruction of corrosion inhibitor films using electrochemical impedance spectroscopy (EIS). Corrosion science, vol. 39, No.9, 1996, pp. 1545-1561.

TORRES A. Estudio de la Implantación de Iones de Nitrógeno en Hierro en Aproximaciones de Colisiones Elásticas. Tesis de Maestría, Escuela de Física, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2002.

UHLIG, H. Corrosión y control de la corrosión. Bilbao: Urmo, 1979.

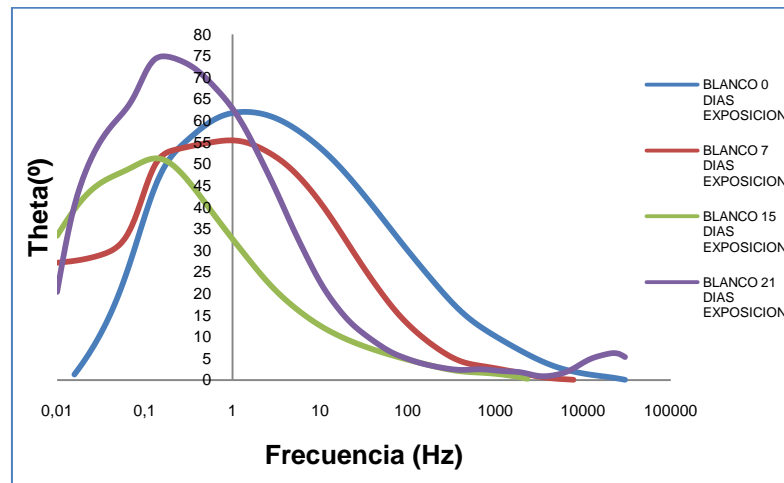
V. NIÑO, Ely Dannier. Comportamiento del Acero AISI SAE 4140 Implantado con Iones de Nitrógeno en Ambientes Hidrogenados; Tesis de Pregrado en Física; Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2004.

WEI, K. Plasma immersion ion implantation induced improvements of mechanical properties, wear resistance, and adhesion of diamond-like carbon films deposited on tool steel. Surface y coatings technology 204, 2009, pp. 229-236.

# **ANEXOS**

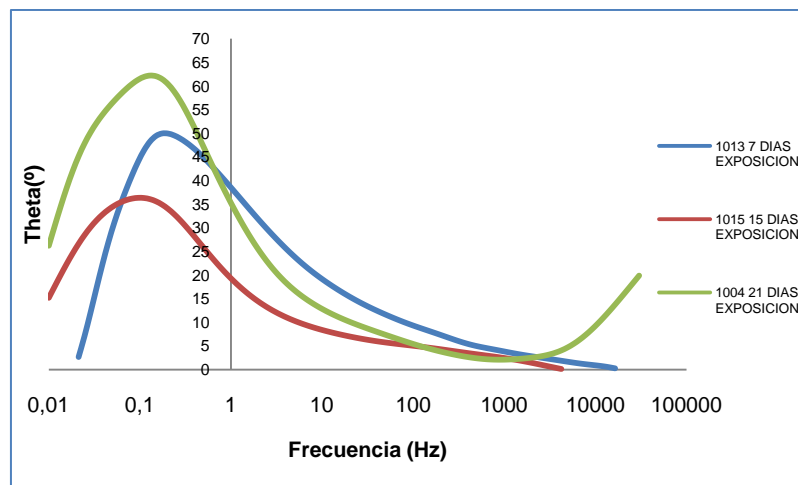
## ANEXO A. DIAGRAMAS DE BODE: ÁNGULO DE FASE.

Diagramas de Bode ángulo de fase para muestras de acero AISI SAE 1010 sin implantación de iones.



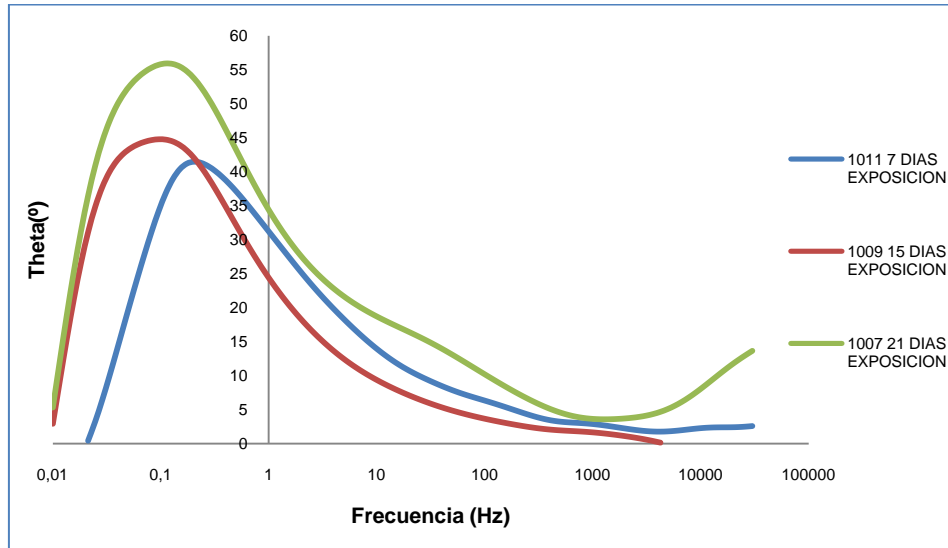
Fuente: Los autores

Diagramas de Bode ángulo de fase para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 60 minutos.



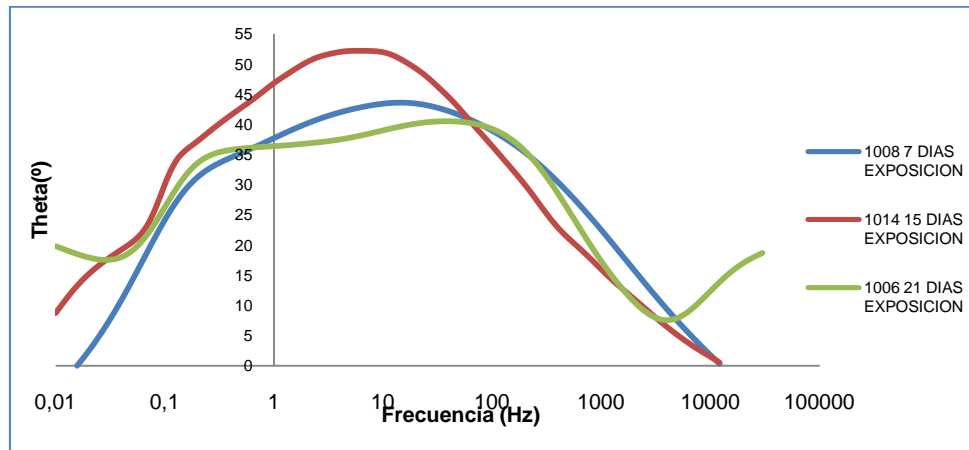
Fuente: Los autores

**Diagramas de Bode ángulo de fase para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 90 minutos.**



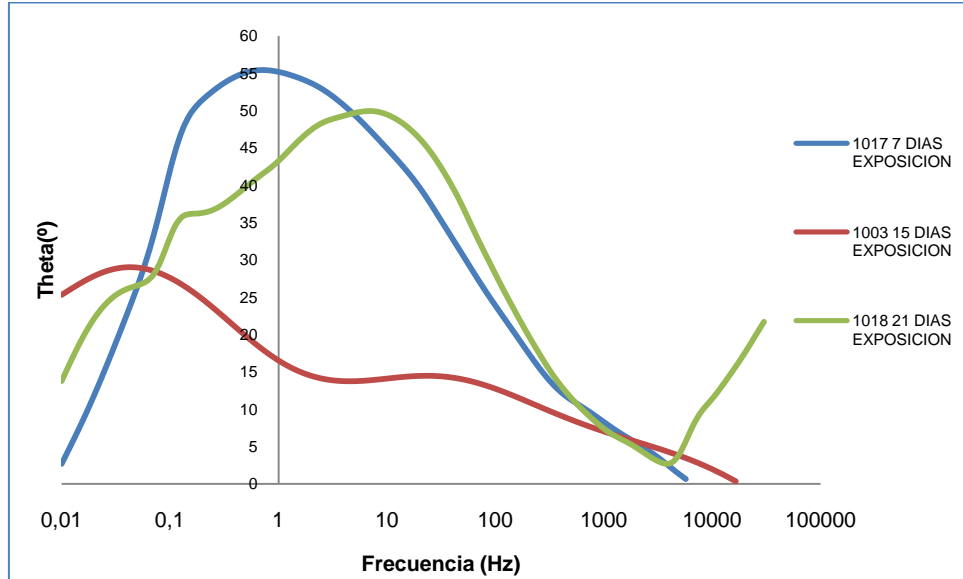
Fuente: Los autores

**Diagramas de Bode ángulo de fase para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 6 minutos.**



Fuente: Los autores

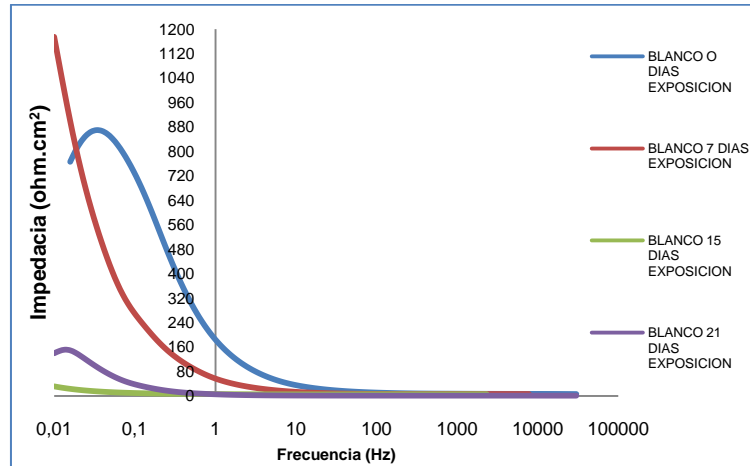
**Diagramas de Bode ángulo de fase para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 9 minutos.**



Fuente: Los autores

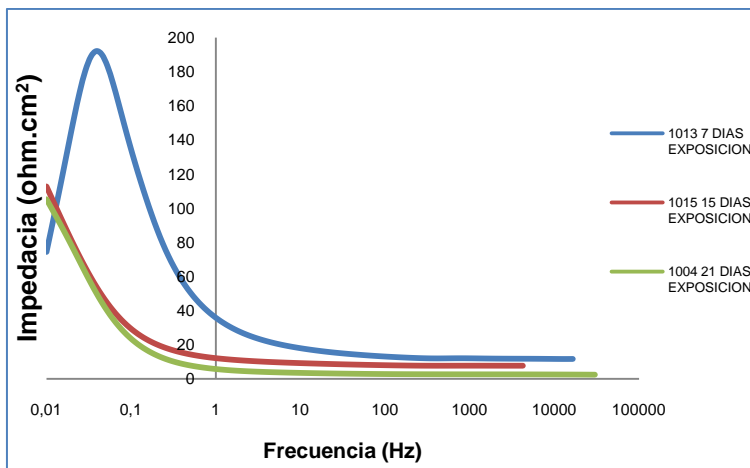
## ANEXO B. DIAGRAMAS DE BODE

**Diagramas de Bode Impedancia para muestras de acero AISI SAE 1010 sin implantación de iones.**



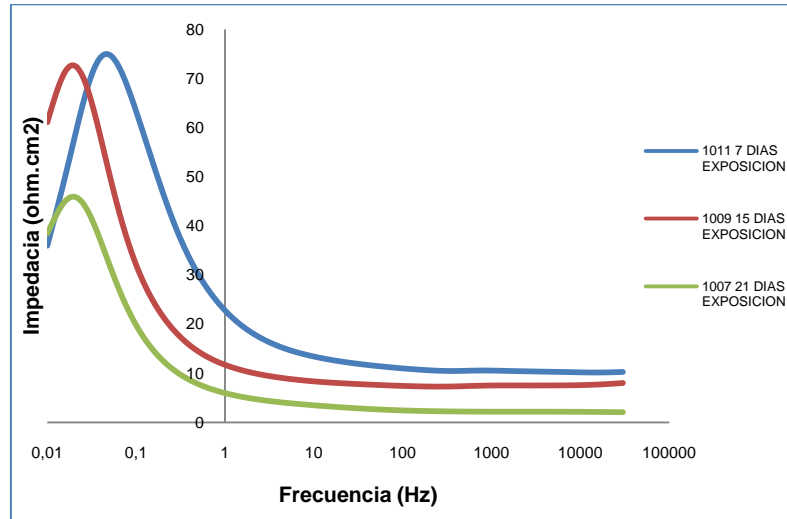
Fuente: Los autores

**Diagramas de Bode Impedancia para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 60 minutos.**



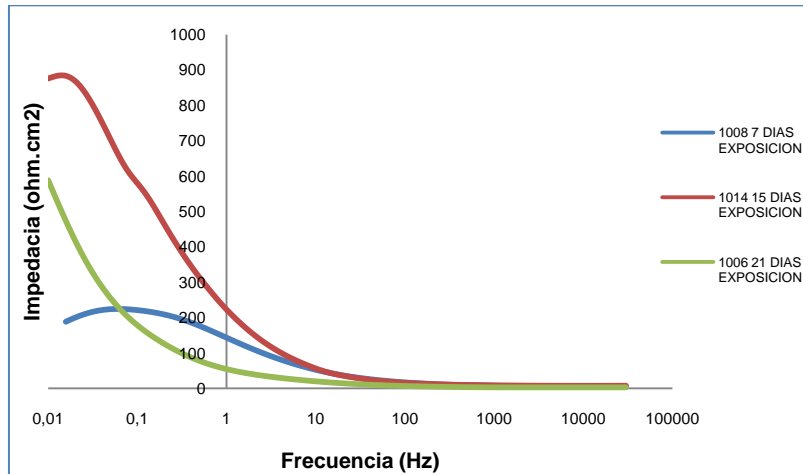
Fuente: Los autores

**Diagramas de Bode Impedancia para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 90 minutos.**



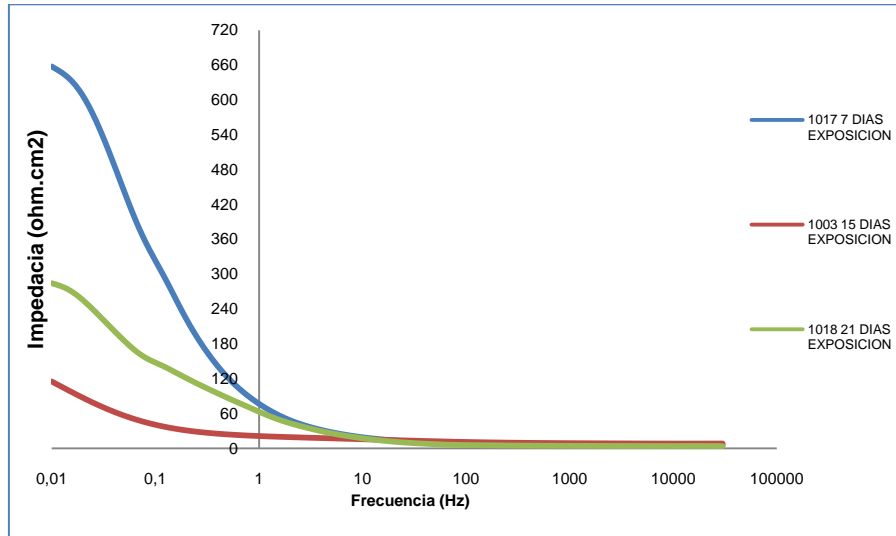
Fuente: Los autores

**Diagramas de Bode Impedancia para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 6 minutos.**



Fuente: Los autores

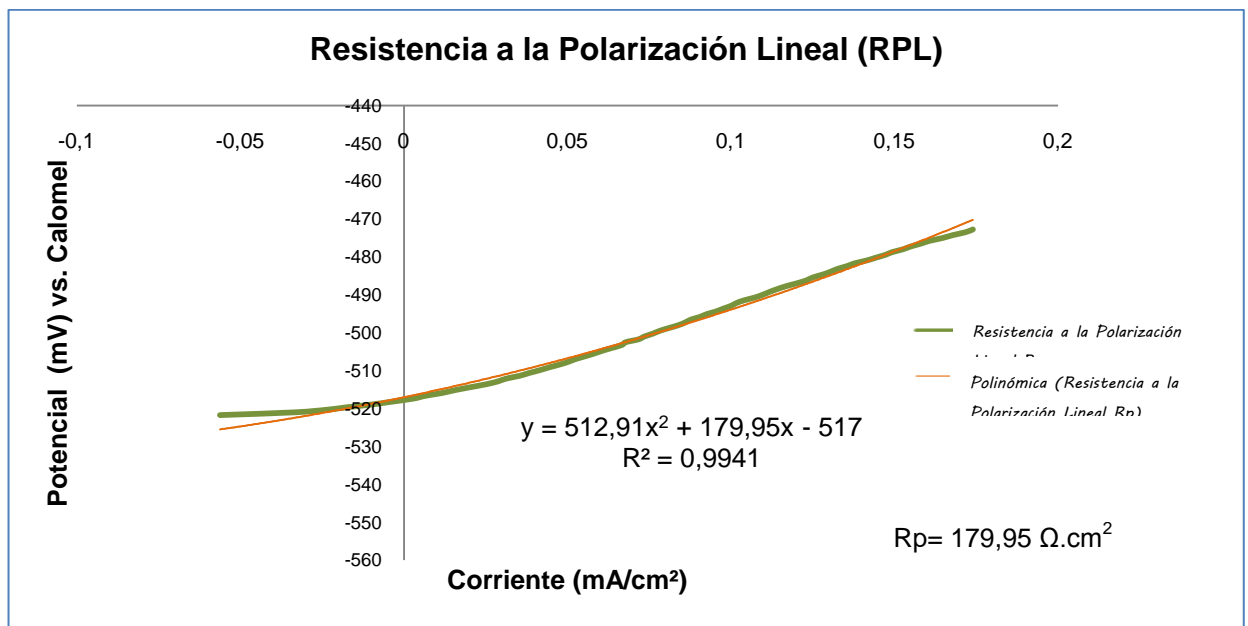
**Diagramas de Bode Impedancia para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 9 minutos.**



Fuente: Los autores

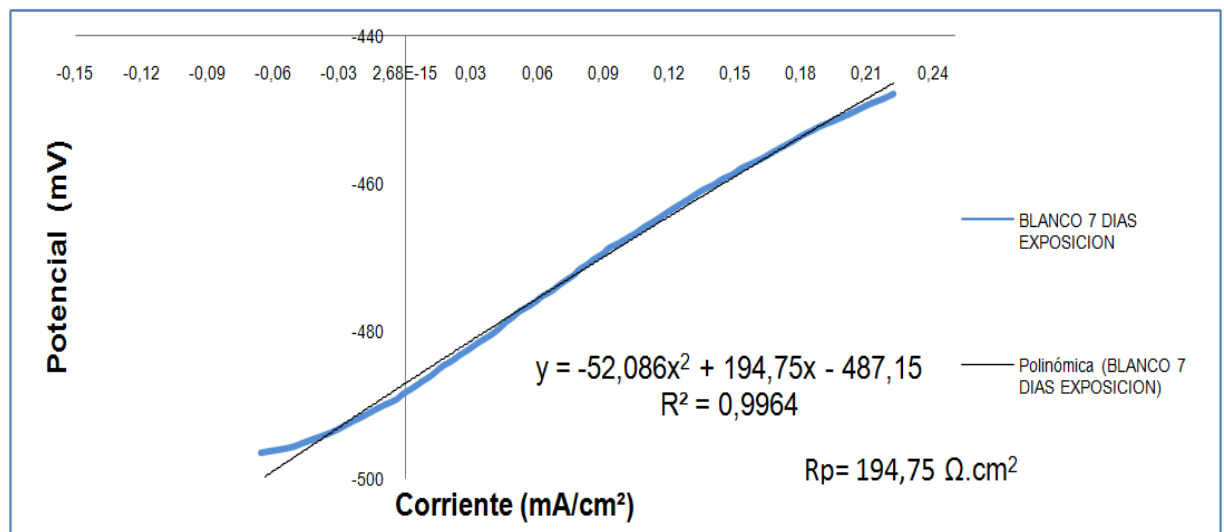
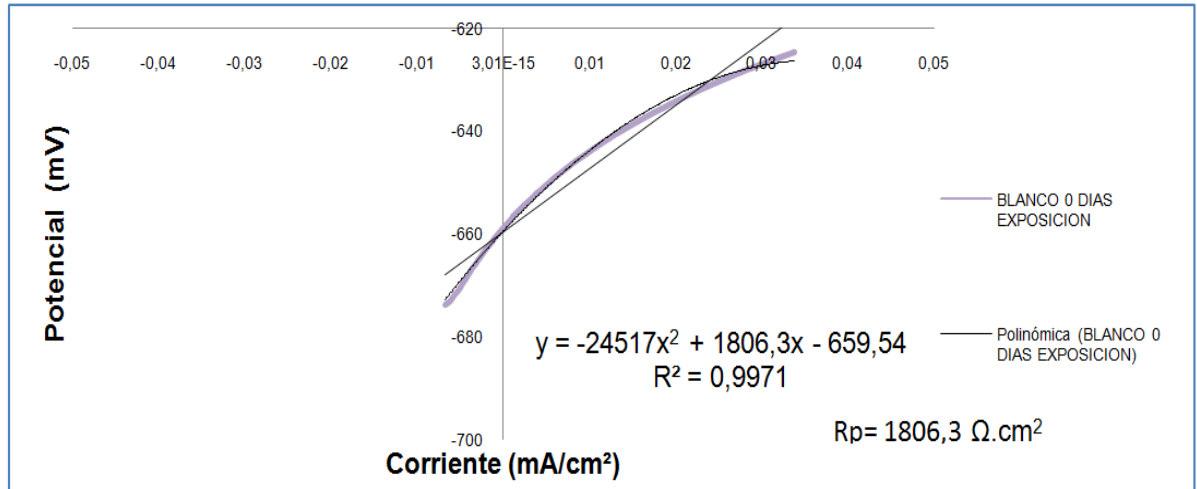
## ANEXO C. RESISTENCIA A LA POLARIZACION LINEAL (RPL)

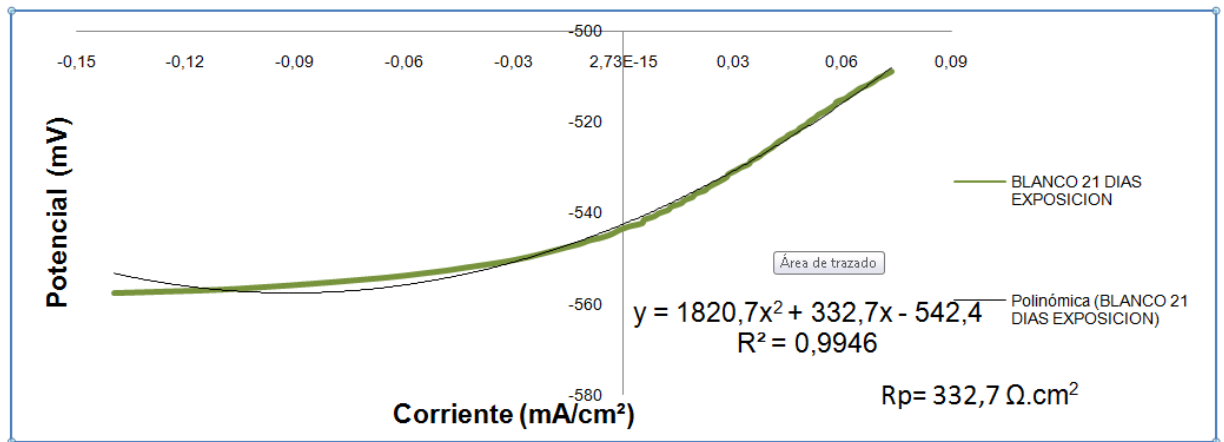
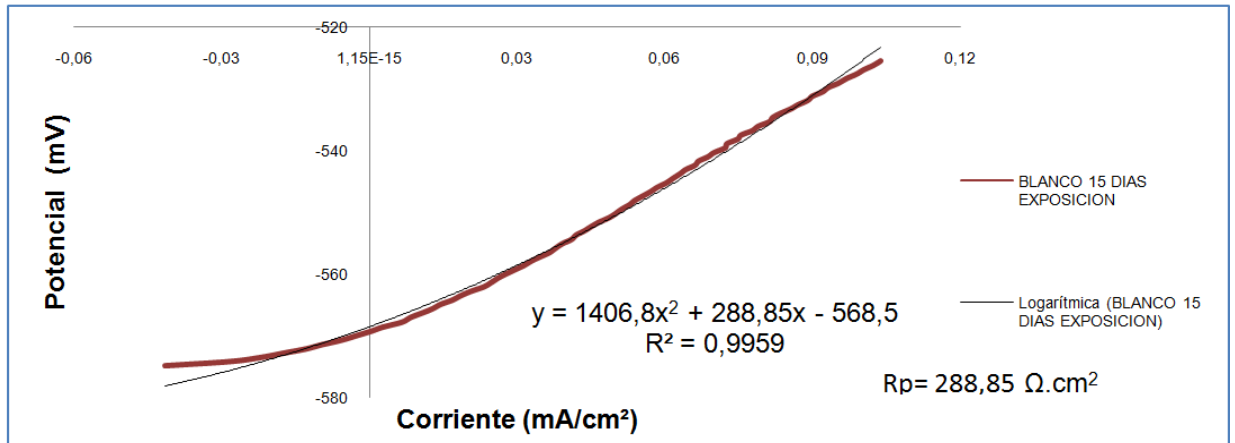
Al potencial de corrosión, la derivada de la curva  $E = f(i)$  es igual a  $R_p$  y el valor de la corriente externa  $i$  es igual a cero. Entonces, el valor de la resistencia de polarización se obtiene del polinomio como el coeficiente grado 1. En la siguiente grafica, se representa las medidas de Resistencia a la polarización lineal de una muestra implantada con Nitrógeno expuesta a 21 días a Cloruro de Sodio. Aquí  $R_p$  es la resistencia a la polarización, en  $\Omega \cdot \text{cm}^2$ .



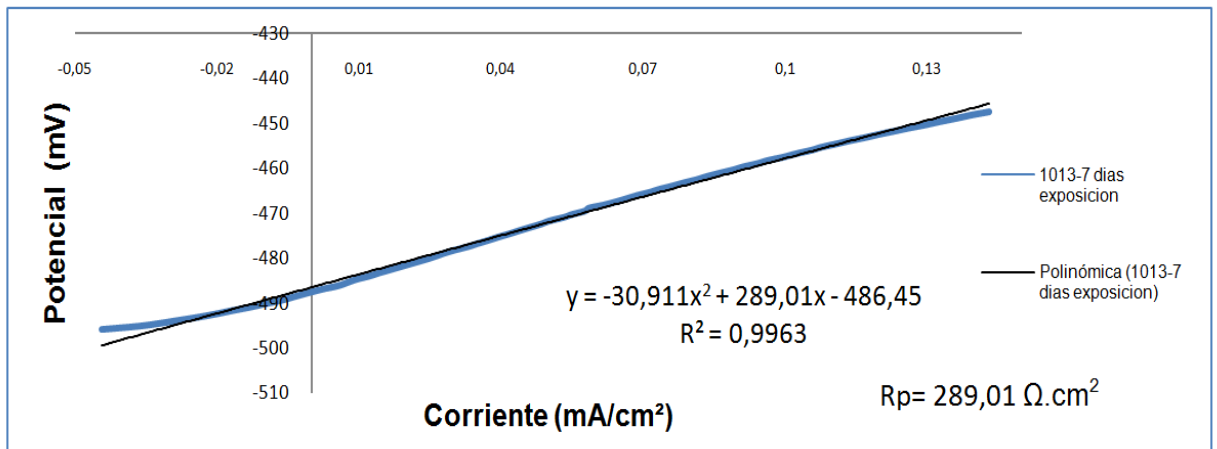
Fuente: Los autores

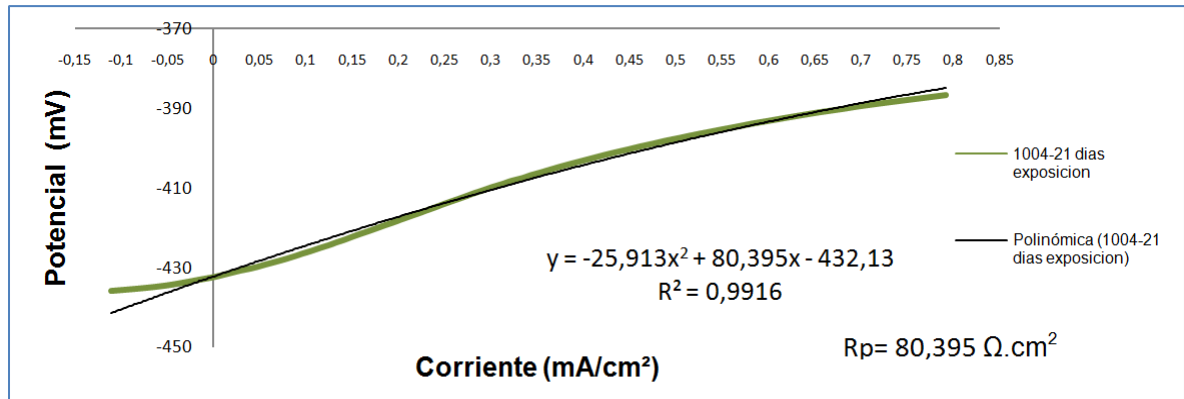
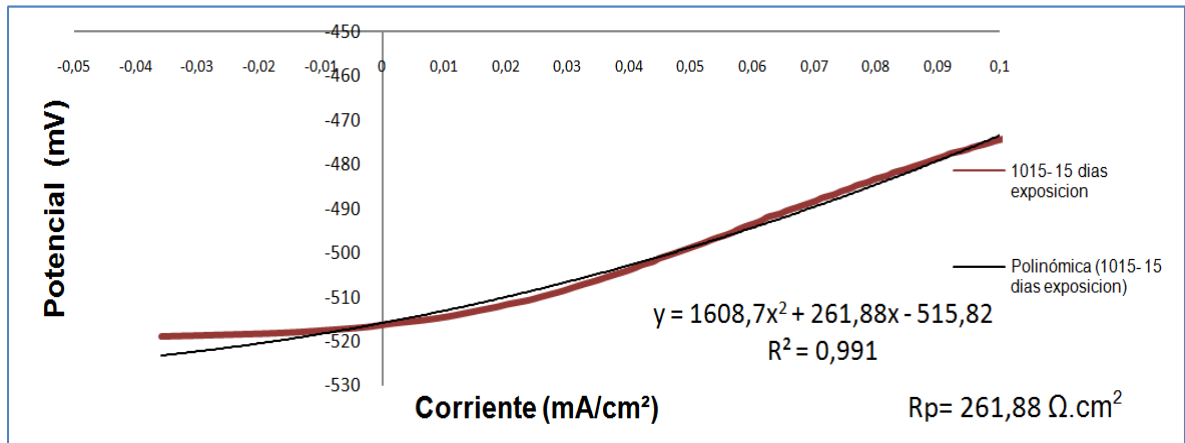
**Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 sin implantación de iones.**



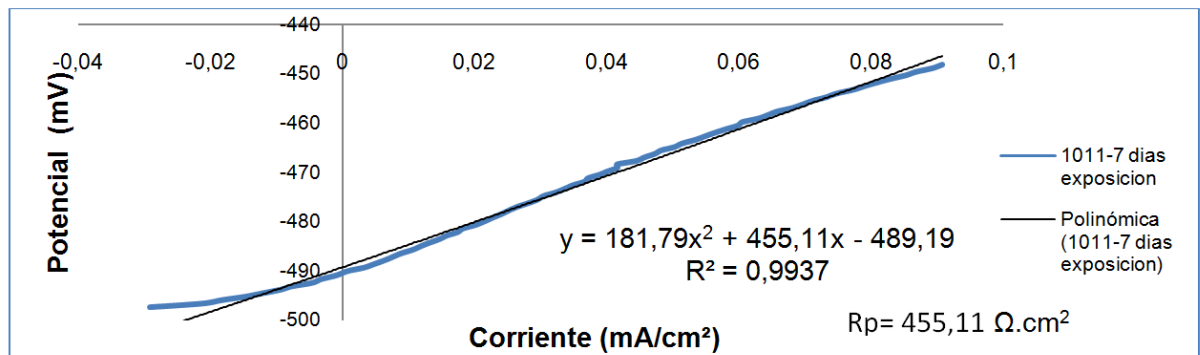


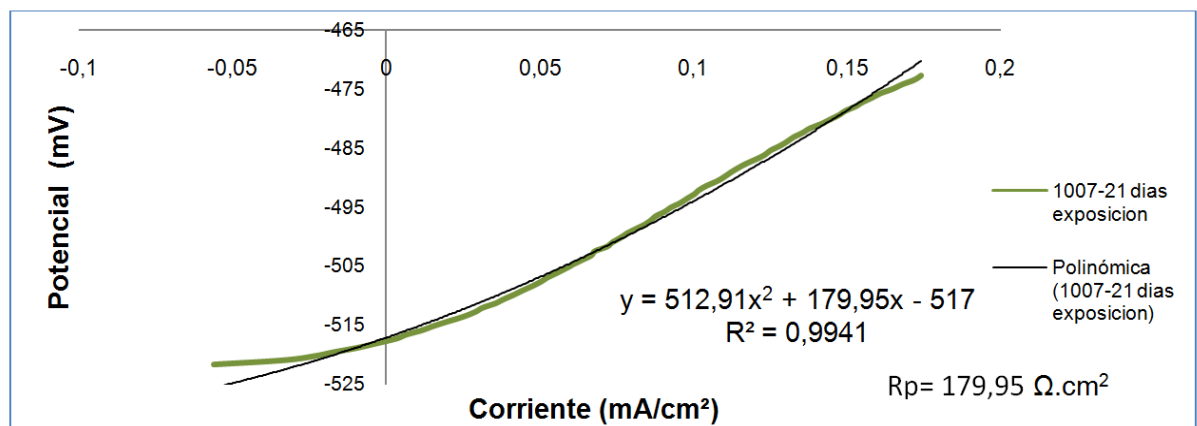
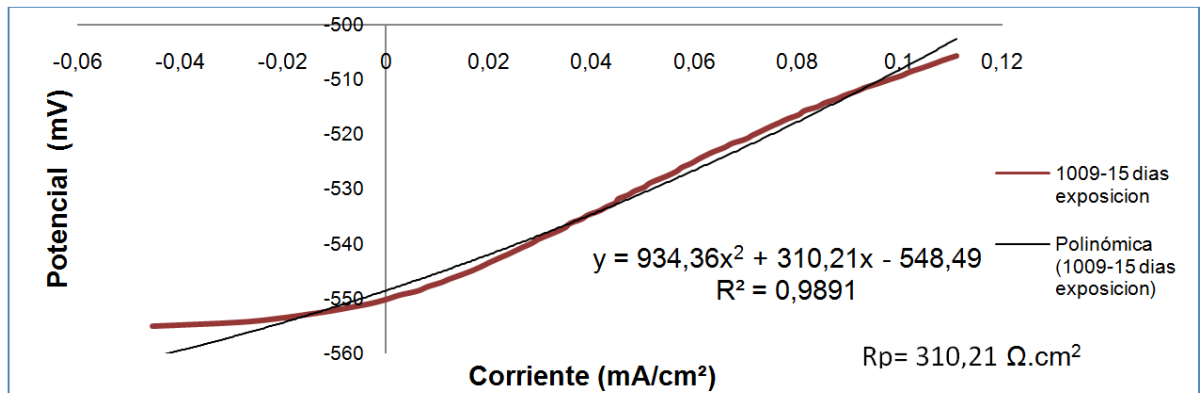
**Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 60 min**



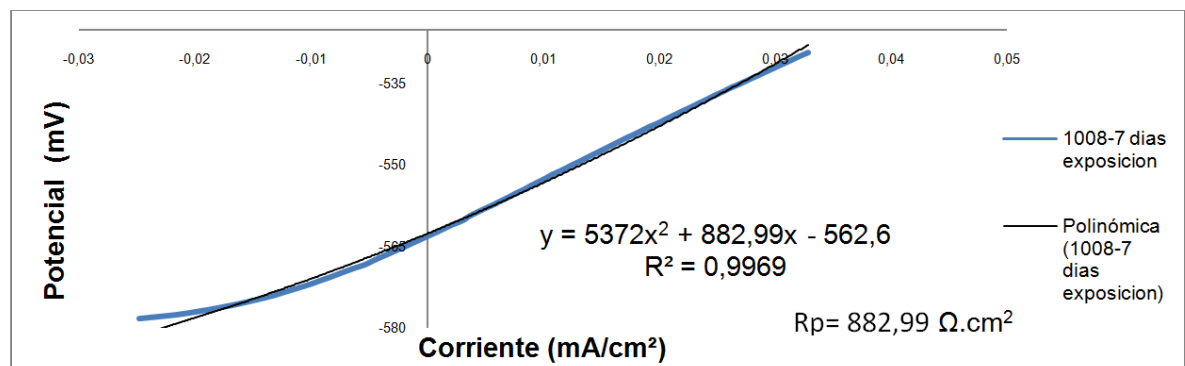


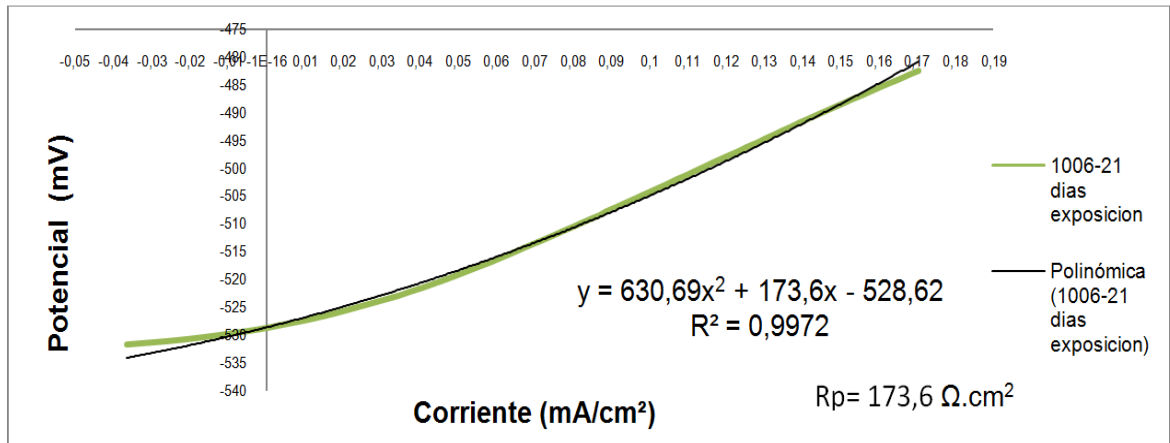
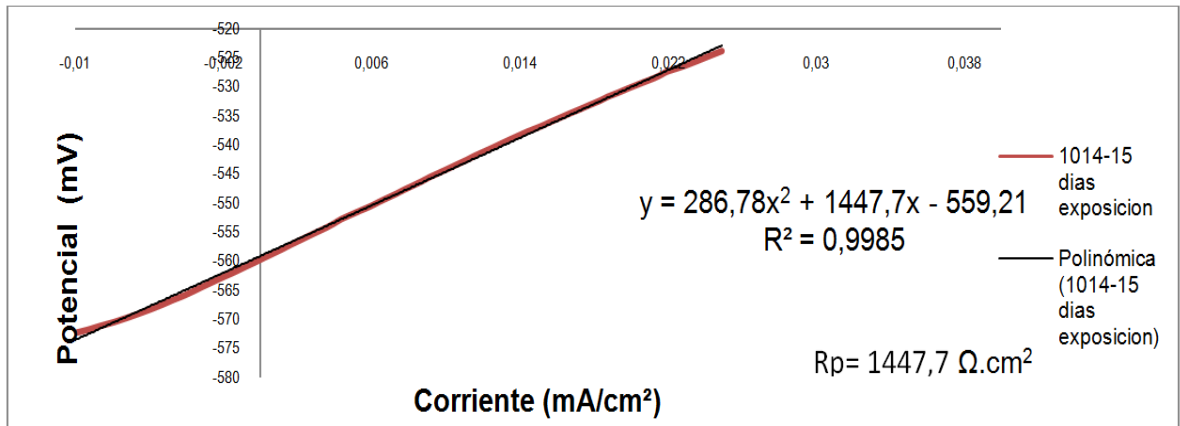
**Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Nitrógeno a 90 min**





**Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 6 min**





**Curvas de resistencia a la polarización lineal para muestras de acero AISI SAE 1010 implantadas con Titanio a 9 min**

