



# Caracterización del Acero AISI 4140 Implantado por Iones de Nitrógeno

## Characterization of AISI 4140 Steel Implanted by Nitrogen Ions

E. D. Valbuena Niño <sup>a,c</sup>, H. J. Dulcé M <sup>b</sup>, V. Dugar-Zhabon <sup>a</sup>

<sup>a</sup> Grupo de Física y Tecnología del Plasma – FITEK, Universidad Industrial de Santander, A.A. 678, Bucaramanga.

<sup>b</sup> Grupo de Investigación en Tecnología Cerámica - GITEC, Universidad Francisco de Paula Santander, A.A. 1055, Cúcuta.

<sup>c</sup> Grupo de Investigación en Tecnología del Plasma – GINTEP, Universidad Pontificia Bolivariana, Bucaramanga.

Recibido 30.03.10; Aceptado 06.12.10; Publicado en línea 17.04.11.

### Resumen

La implantación iónica tridimensional (3DII), es una técnica de tratamiento superficial avanzado, la cual es realizada en el dispositivo JUPITER (Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor) mediante una descarga pulsada de alto voltaje a bajas presiones. El presente trabajo busca mediante la caracterización superficial de las muestras por ensayos potencio-dinámicos un nuevo método de caracterización superficial en materiales metálicos. El estudio es realizado a muestras de acero AISI 4140 sin implantar e implantadas que se encuentran a diferentes rugosidades. El tratamiento superficial de las muestras se llevó a cabo mediante la implantación de nitrógeno con energías de 20 y 30 KeV, y una dosis implantada que se encuentra en el orden de los 1017 (iones / cm<sup>2</sup>). Los ensayos potencio-dinámicos se efectúan en soluciones de cloruro de sodio a 1M con electrodo de referencia de plata / cloruro de plata (Ag / AgCl).

**Palabras clave:** Implantación Iónica; Tratamiento Superficial; Corrosión; Rugosidad.

### Abstract

The three-dimensional ion implantation (3DII) is a technique for advance surface treatment, which is implemented into the device JUPITER (Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor) by means of a high voltage pulsed discharge working at low pressures. This research work is pointed for searching a new method of metals surface characterization through the potential-dynamics testing. The study is realized with AISI 4140 samples some of which are subjected to implantation and other are not treated. The samples are of different rigorous levels. The surface treatment of the samples is carried out through the implantation of nitrogen ions which energies are of 20 and 30 KeV. The implanted doping is of order of 1017 (iones / cm<sup>2</sup>). The potential-dynamics testing is fulfilled in the chloride sulfide solution at 1M with the reference electrode of argentums/chloride argentums (Ag / AgCl).

**Keywords:** Ion Implantation; Superficial Treatment; Corrosion; Roughness.

**PACS:** 68.55.Ln; 81.05.Bx.

© 2010 Revista Colombiana de Física. Todos los derechos reservados.

## 1. Introducción

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

las superficies de los materiales por el método de implantación de tipo tridimensional se hacen un poco lento.

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

\* ely.valbuena@upb.edu.co

plasma en el que no es necesaria la preparación previa de un plasma de base [1,2].

Este método se denomina *implantación iónica tridimensional* (3DII) del cual se obtiene una descarga autosostenida que se caracteriza por un espesor pequeño en la región de caída catódica y por la gran estabilidad del plasma durante el proceso de descarga [3-7].

El proceso de implantación iónica que es usada para el tratamiento superficial avanzado, consiste en modificar (sin cambio en las dimensiones geométricas) las propiedades físicas y químicas ocurridas en las capas superficiales y sub-superficiales de los materiales. Con tales modificaciones se busca el mejoramiento de algunas de sus características, convirtiéndose en tema de gran interés para la industria petroquímica, médica, aeroespacial, automovilística, de alimentos, electrónica y en el estudio de las ciencias de los materiales [8-11].

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

## 2. Preparación de las Muestras

De acuerdo a un estudio preliminar que busca dar soluciones a problemas industriales donde el material base de muchos elementos se encuentran elaborados en acero de tipo AISI 4140 [12,13], se diseña y se elabora un porta muestras hexagonal y en el se ubican probetas en forma de disco de este tipo de acero el cual es una aleación de Cromo-Molibdeno.

Las probetas son desbastadas superficialmente a paño de  $6\mu$  y  $1\mu$  según la norma ASTM E 3-95, con el fin de tener muestras que presenten diferentes rugosidades. El objetivo del desbaste superficial consiste en eliminar la capa de metal distorsionado y tener en cuenta los efectos de la contaminación de las muestras generadas por la adsorción de átomos, moléculas y la formación de monocapas en el medio ambiente.

## 3. Composición Química de las Muestras

Las muestras utilizadas en el estudio experimental son analizadas mediante Espectroscopia de Emisión Óptica (EEO). Los resultados obtenidos (ver tabla 1), señalan que las muestras corresponden a un acero aleado con composición química similar a los valores reportados por la norma ASTM A 322.

Tabla No. 1: Composición química de las muestras a ensayar de acero AISI 4140.

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

## 4. Análisis Metalográfico

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

Del análisis Metalográfico se observa (figura 1) una microestructura de martensita revenida, la cual me comprueba que las muestras son de acero AISI 4140 en estado bonificado (templado y revenido).

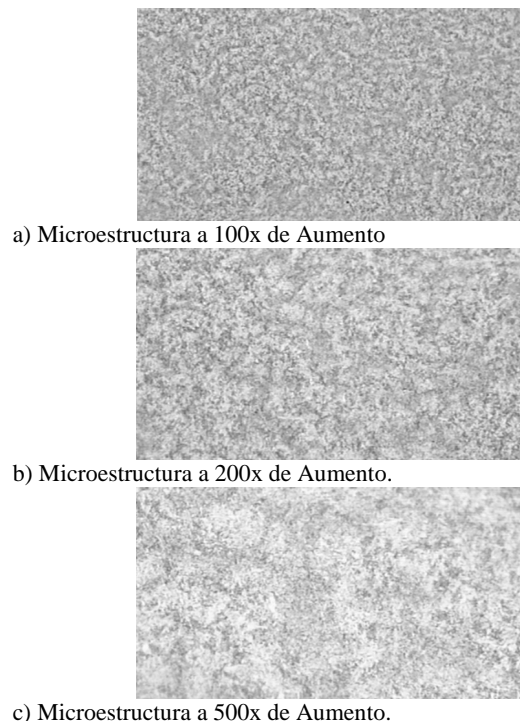


Fig. 1: Microestructura de las muestras a ensayar. Aumento a: a)100x, b)200x y c)500x.

## 5. Tratamiento Superficial de las Muestras

El proceso de la implantación de iones de nitrógeno en las muestras se realiza en una descarga pulsada a bajas

presiones con voltaje de 30 Kv, duración del pulso 0.40 ms, frecuencia de repetición del pulso 30 Hz y un exposición de 60 minutos de tratamiento superficial a una presión promedio de 0.4 Pa.

La dosis implantada en la superficie de las muestras se determina teniendo en cuenta el valor del coeficiente de emisión secundaria ion-electrón ( $\gamma$ ) y el valor de la corriente total obtenida durante el tratamiento superficial de las muestras. La literatura reporta un coeficiente de emisión secundaria  $\gamma = 1.0$  en una descarga de 30 Kv durante un proceso de implantación de iones en un cátodo de acero inoxidable 304. En la tabla de datos 2, se registran los valores de corriente total correspondiente a las muestras con pulido superficial a paño de  $6\mu$  y  $1\mu$ . Con los datos de corriente total y coeficiente de emisión secundaria se obtienen los valores de corriente iónica, densidad de corriente iónica y flujo iónico.

La dosis de iones de nitrógeno implantados en la superficie de las muestras se obtiene por medio de la expresión matemática (1), en ella reemplazamos el valor del flujo iónico calculado y los parámetros del tratamiento

$$D = 2\Phi fdt \quad (1)$$

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

En la tabla de datos 3, se registra la concentración de iones de nitrógeno en las muestras con acabado superficial a paño e implantadas a energías de 30 KeV.

Tabla No. 2: Corriente total durante el tratamiento de las muestras.

Voltaje de la Descarga	Pulido Superficial	Corriente Total [A]
30 kV	Paño $6\mu$	0.678
30 kV	Paño $1\mu$	0.648

Tabla No. 3: Dosis de nitrógeno implantado a energías de 30 KeV.

Pulido Superficial	Dosis de Nitrógeno [iones / cm <sup>2</sup> ]
Paño $6\mu$	$7.5501 \cdot 10^{17}$
Paño $1\mu$	$7.1269 \cdot 10^{17}$

## 6. Caracterización Electroquímica

La forma más adecuada y utilizada para caracterizar muestras implantadas es a través de la determinación de los perfiles a profundidad o perfiles de concentración de elementos por profundidad (depth profile). Para obtener estos perfiles existen varias técnicas de análisis superficial las cuales se desarrollan mediante métodos dinámicos o estáticos, entre estas técnicas tenemos, la Espectroscopia de Masas de Iones Secundarios (SIMS), la Espectroscopia

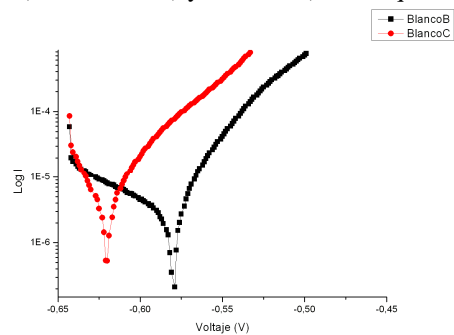
Fotoelectrónica de Rayos X (XPS o ESCA) y la Espectroscopia Electrónica Auger (AES) [14].

Actualmente la Universidad Francisco de Paula Santander y el Grupo de Física del Plasma de la Universidad Industrial de Santander se encuentran explorando un nuevo método de Caracterización Superficial en Metales para la obtención de los perfiles a profundidad del material tratado. Tal estudio consiste en la realización de Pruebas electroquímicas mediante el análisis de las curvas de polarización potencio-dinámica (Tafel) [15-17].

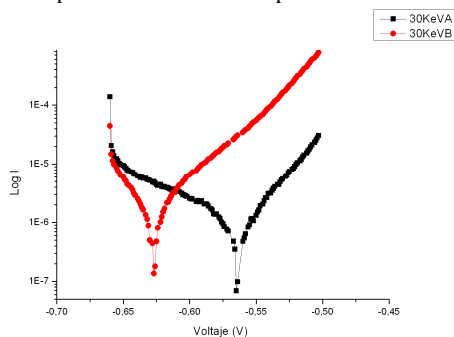
Con la finalidad de buscar una exploración de un nuevo método que consiste en la caracterización superficial de materiales metálicos tratados superficialmente, se realizan ensayos preliminares a probetas de acero AISI 4140 con acabado superficial a paño de  $6\mu$  y  $1\mu$  implantadas con iones de nitrógeno a energías de 30 KeV.

Las pruebas consisten en determinar experimentalmente las curvas de polarización anódica y catódica en las muestras implantadas y no implantadas. Los ensayos se realizan en solución acuosa de cloruro de sodio a 1 M, en un área de exposición de 1 cm<sup>2</sup>, en la dirección catódica, en una escala de 100 nA, electrodo de referencia de plata cloruro de plata (Ag / AgCl) saturado y a una velocidad de barrido de 0.10 (mV / s). Los ensayos se realizan en el Potenciostato – Galvanostato TEC – CORR V 3.1 USB.

En la figura 2, se presentan las curvas de polarización anódica (rama derecha) y catódica (rama izquierda).



a) Muestra a paño de 1 micra sin implantar

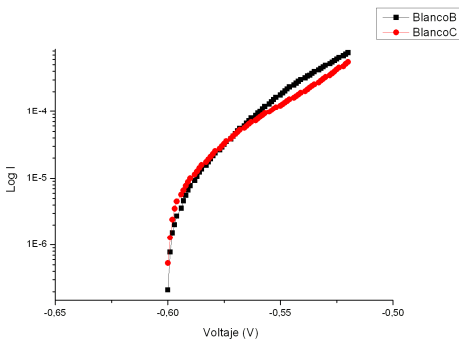


b) Muestra a paño de 1 micra implantada

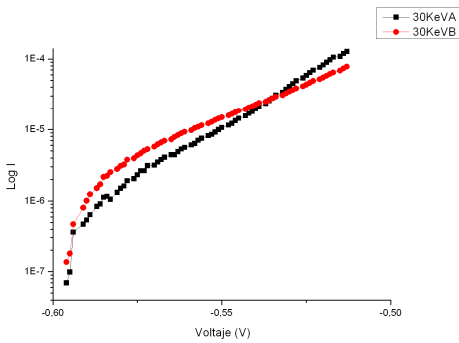
Fig. 2: Curvas de polarización anódica y catódica para las muestras sin implantar e implantadas a energías de 30 KeV.

De la figura 2, se analiza la región anódica (rama derecha) en a) y en b), donde podemos observar que las densidades de corriente asociadas a un mismo potencial son siempre menores para la muestras implantadas comparadas con la muestra no implantada, ver figura 3.

El cociente entre las densidades de corriente; densidad de corriente de la muestra no implantada sobre la densidad de corriente de la muestra implantada en función del sobrepotencial, se presentan en la figura 4. Como se puede apreciar, para algunas situaciones los datos llegan hasta el máximo en las curvas presentadas, esto se debe al error presentado por un factor de escala en el momento de la adquisición de datos en el software del equipo.



a) Muestra a paño de 1 micra sin implantar



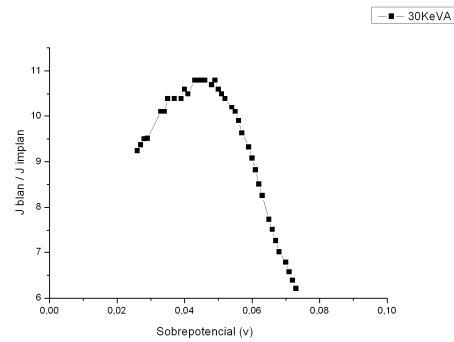
b) Muestra a paño de 1 micra implantada

Fig. 3: Curvas de polarización anódica para las muestras sin implantar e implantadas a energías de 30 KeV.

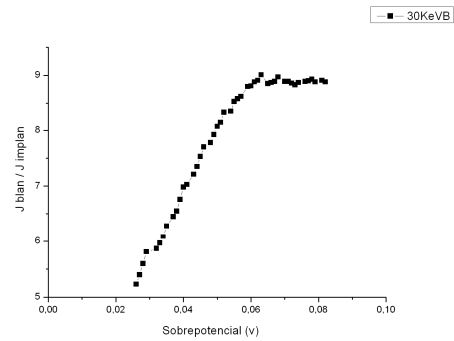
Resulta muy interesante el resultado que se obtiene del área bajo la curva de la densidad de corriente en función del tiempo; las curvas correspondientes a las muestras implantadas a diferentes acabados superficiales, se representan en la figura 5. Los valores de sus respectivas áreas y las estimaciones del máximo de profundidad de nitrógeno implantado en las muestras, se registran en la tabla 4.

Los valores aproximados de la profundidad de los iones de nitrógeno que reporta la tabla 4, son muy similares a los obtenidos experimentalmente por las técnicas XPS, SIMS, AES y a los calculados mediante las simulaciones TRIM y

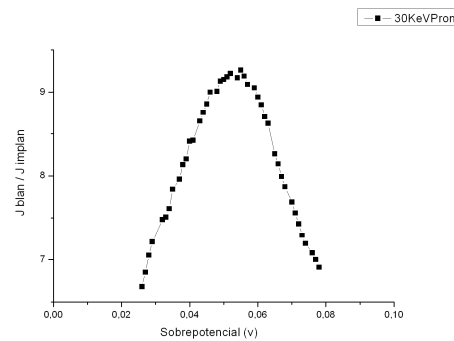
DM [18,19]. La diferencia de estos resultados puede estar relacionados por las irregularidades de la superficie de la muestra implantada, debido a que estas primeras capas se encuentran ligadas directamente con impurezas, óxidos y la formación de mono-capas.



a) Muestra 1 a paño de 1 micra



b) Muestra 2 a paño de 1 micra

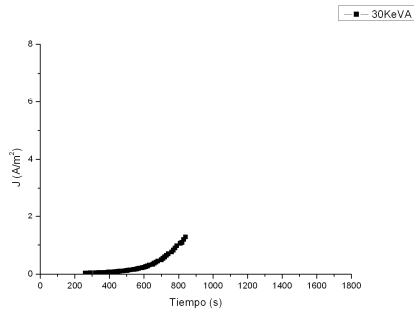


c) Promedio muestras a paño de 1 micra

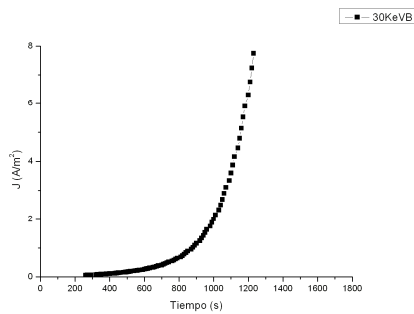
Fig. 4: Cociente entre las densidades de corriente en función del sobrepotencial para las muestras implantadas a energías de 30 KeV.

En la tabla 4 se presenta una dispersión significativa en los resultados referente a los estimativos de las profundidades en las muestras que se encuentran bajo las mismas condiciones de tratamiento y acabado superficial, para

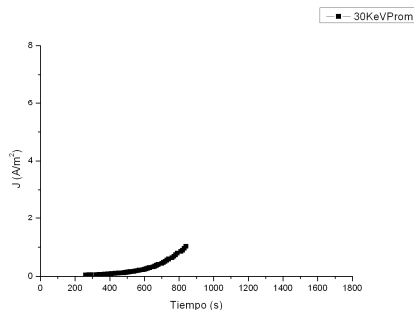
llegar a una estandarización o corrección de estos valores es recomendable realizar en número mayor de ensayos.



a) Muestra 1 a paño de 1 micra



b) Muestra 2 a paño de 1 micra



c) Promedio muestras a paño de 1 micra

Fig. 5: Densidad de corriente en función del tiempo para las muestras implantadas a energías de 30 KeV.

Tabla No. 4: Estimación del máximo de profundidad del nitrógeno-implantados en las muestras.

Voltaje de la Descarga	Pulido Superficial	Área [m <sup>2</sup> ]	Profundidad [Å]
30 kV	Paño 6μ - A	782.275	291.0611
30 kV	Paño 6μ - B	109.301	40.6676
30 kV	Paño 6μ - Prome.	385.440	143.4106
30 kV	Paño 1μ - A	10.7695	4.0070
30 kV	Paño 1μ - B	56.487	21.0171
30 kV	Paño 1μ - Prome.	28.715	10.6840

## 7. Conclusiones

Se realiza un análisis de composición química y metalográfico a las muestras antes de ser sometidas al tratamiento superficial, donde se comprueba que el material en estudio corresponden a un acero aleado de tipo AISI 4140 en estado bonificado con microestructura de martensita revenida.

Se logra en el dispositivo JUPITER la modificación superficial tridimensional uniforme en muestras de acero AISI 4140 con parámetros de frecuencia, duración y voltaje del pulso establecidos durante los experimentos. Los pulsos de voltaje y corriente poseen una forma cuasi-rectangular durante el tiempo total de encendido de la descarga.

Mediante ensayos electroquímicos se encontró un estimativo de la distribución de la concentración de iones de nitrógeno implantado por profundidad en las muestras con acabado superficial.

La exploración del nuevo método de caracterización superficial para la determinación de los perfiles a profundidad mediante el análisis de ensayos potencio-dinámicos da resultados muy similares a los reportados por las técnicas experimentales XPS, AES, SIMS, AFM y al reportado por las simulaciones TRIM y DM.

Se encontró que la implantación de iones de nitrógeno produce una disminución significativa de la rugosidad superficial.

## 8. Agradecimientos

Este trabajo fue realizado con ayuda financiera de Colciencias bajo el código 1102-06-17623 y apoyado por el grupo de física y tecnología del plasma - UIS, el grupo de investigaciones en tecnología cerámica - UFPS.

## Referencias

- [1] Khvesyuk V. I., Tsygankov P. A., The Use a High-Voltage Discharge at Ion Pressure for 3D Ion Implantation. In: Surface & Coatings Technology. No 96 (1997); p. 68-74
- [2] Dougar V., J Castro, J. Dulcé, P. A. Tsygankov, Device "JUPITER" for ion implantation. En: Revista Colombiana de Física. Vol. 31, No. 2 (Jun 1999); p. 181-184. ISSN 0120-2650
- [3] Dougar V., J. Dulcé, P.A. Tsygankov, High voltage pulse discharge for ion treatment of metals. In: Rev. Sci. Instr., Vol. 73, No. 2, (2002); p. 828-830
- [4] Bautista M. Carlos O., H. J. Dulce M., V. Dougar-Jabon. Diagnostico de un Plasma Generado por Descargas de Alto Voltaje a Bajas Presiones. En: Revista Colombiana de Física. Vol. 35, No. 2 (2003); p. 328-331. ISSN 0120-2650
- [5] Bautista M. Carlos O., Cabanzo, V. Dougar-Jabon, Caracerización Espectroscópica de una Descarga de Alto Voltaje a Bajas Presiones. En: Revista Colombia-

- na de Física. Vol. 38, No. 2 (2006); p. 854-857. ISSN 0120-2650
- [6] Dulce Moreno, H. Jaime. Implantación Iónica Tridimensional Mediante Descargas de Alto Voltaje a Bajas Presiones del Dispositivo Júpiter. Bucaramanga, 2002, 204 h. Trabajo de grado (Doctor en Ciencias Naturales - Física). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física
- [7] Bautista, Carlos O. Estudio de una Descarga de Alto Voltaje a Bajas Presiones. Bucaramanga, 2003, 43 h. Trabajo de grado (Físico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física
- [8] Castro B., Uribe I., Silva M., Olaya J. Análisis de Permeación de Hidrógeno (H<sub>2</sub>) en Acero Nitruado en un Plasma de RF. En: Revista Colombiana de Física. Vol. 31, No. 2 (Jun 1999); p. 168-172. ISSN 0120-2650
- [9] V. Niño E. Dannier, V. D. Dougar-Jabon. Comportamiento del Acero AISI SAE-4140 Implantado con Iones de Nitrógeno en Ambientes Hidrogenado. En: Revista Colombiana de Física. Vol. 38, No. 1 (2006); p. 61-64. ISSN 0120-2650
- [10] V. Niño, E. Dannier. Comportamiento del Acero AISI-SAE 4140 Implantado con Iones de Nitrógeno en Ambientes Hidrogenado. Bucaramanga, 2004, 76 h. Trabajo de grado (Físico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física
- [11] Silva, Miguel A. Estudio de la Implantación Iónica Tridimensional (3DII) en Descargas a Baja Presión como Protección de Aceros a la Permeación de Hidrógeno. Bucaramanga, 2004, 96 h. Trabajo de grado. (Magíster en Física). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física.
- [12] Rojas Laurens, Luís C. Modificación de la Superficie de los Aceros AISI SAE-4140 por Acción de un Plasma de Nitrógeno Creado en una Descarga Luminescente de Radiofrecuencia. Bucaramanga, 1996, 90 h. Trabajo de grado (Magíster en Física). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física
- [13] Machado J., S. Brühl, J. N. Feugeas and B. J. Gomez, Tribological properties of pulsed ion nitrided AISI 4140 steel. In: Surface Engineering. No. 15 (1999); p. 313
- [14] H. J. Dulce M., V. Dougar-Jabon, Cabrera Carlos R. Estudio Mediante XPS de un Acero al Carbono Implantado con Nitrógeno por medio de Descargas de Alto Voltaje a Bajas Presiones. En: Revista Colombiana de Física. Vol. 35, No. 2 (2003); p. 332-336. ISSN 0120-2650
- [15] Hector J. Dulce M., Alejandro Rueda V., Valeri Dougar-Jabon. 3DII Implantation Effect on Corrosion Properties of the AISI/SAE 1020 Steel. En: Phys. Stat. Sol (c). Vol. 2, No. 10 (2005); p. 3778 - 3881. ISSN 1610-1242
- [16] Rueda V. Alejandro, H. J. Dulce M., Peña R. Gabriel, Torres M. Pedro P. Estudio del Comportamiento de la Corrosión de un Acero al Carbono Implantado con Nitrógeno. En: Revista Colombiana de Física. Vol. 38, No. 2 (2006); p. 894-897. ISSN 0120-2650
- [17] V. Niño, E. Dannier. Caracterización del Acero AISI 4140 Implantado con Iones de Nitrógeno. Bucaramanga, 2007, 62 h. Trabajo de grado (Magíster en Física). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física
- [18] Torres A. Edmanuel E., V. D. Dougar-Jabon. Aplicación del Método de Dinámica Molecular a la Implantación de Iones de Nitrógeno en Hierro. En: Revista Colombiana de Física. Vol. 38, No. 1 (2006); p. 89-92. ISSN 0120-2650
- [19] Torres A., Edmanuel E. Simulación de Implantación de Nitrógeno en Hierro Policristalino por el Método de Dinámica Molecular. Bucaramanga, 2005, 87 h. Trabajo de grado (Magíster en Física). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física.