

Aplicación de descargas simultáneas de alto voltaje y arco eléctrico para el tratamiento superficial avanzado de metales

Ely Dannier V. Niño

M.Sc. en Física, Universidad Industrial de Santander
Docente e Investigador Grupo GINTEP,
Universidad Pontificia Bolivariana
Investigador Grupo FITEK,
Universidad Industrial de Santander
Bucaramanga, Colombia
ely.valbuena@upb.edu.co

Jaime Dulce Moreno

Ph.D. en Física, Universidad Industrial de Santander
Docente Titular e Investigador, Grupo GITEC,
Universidad Francisco de Paula Santander
Cúcuta, Colombia
hjdulce@bari.ufps.edu.co

Hernán Alfonso Garnica

M.Sc.(c) en Física, Universidad Industrial de Santander
Profesional Investigador,
Corporación para la Investigación de la Corrosión
Investigador Grupo FITEK, Universidad Industrial de Santander
Piedecuesta, Colombia
hgarnica@corrosion.uis.edu.co

Valeriy Dugar-Zhabon

Ph.D. en Física, Universidad Estatal de Moscú
Docente Titular e Investigador Grupo FITEK,
Universidad Industrial de Santander
Bucaramanga, Colombia
vdougar@uis.edu.co

Gabriel Peña Rodríguez

Ph.D. en Ingeniería de Materiales, Instituto Politécnico Nacional
Docente Titular e Investigador, Grupo GITEC,
Universidad Francisco de Paula Santander
Cúcuta, Colombia
gpenaro@bari.ufps.edu.co

Petr Tsygankov

Ph.D. en Física del Plasma,
Universidad Técnica Estatal de Bauman
Científico Sénior, Director del Laboratorio de Plasma del Instituto
de Ingeniería, Universidad Técnica Estatal de Bauman
Moscú, Rusia
tsyg@power.bmstu.ru

Resumen—La implantación iónica tridimensional (3DII) [1] es una técnica de tratamiento superficial avanzado [2], la cual es realizada en el dispositivo JUPITER (Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor) [3] mediante una descarga pulsada de alto voltaje a bajas presiones en un gas encendida en la rama izquierda de la curva de Paschen [4]-[5], cuyo objetivo principal es mejorar las propiedades tribológicas. Para la protección superficial de materiales expuestos en medios agresivos se realiza la modificación del dispositivo JUPITER que consiste en la instalación en de un vaporizador de arco eléctrico en la cámara de descarga [6]. Esta modificación permite encender la descarga de alto voltaje en vapores de titanio. En este trabajo se presenta un estudio de la descarga híbrida (alto voltaje y de arco eléctrico en simultáneo funcionamiento) y se presentan los datos experimentales que muestran que el tratamiento de las superficies del acero AISI SAE 1020 por flujos de iones y átomos de titanio reducen significativamente los daños producidos por bacterias sulfato reducidas (BSF) [7]-[8].

Palabras clave— Descarga eléctrica de alto voltaje, vaporizador de arco eléctrico, tratamiento superficial, microscopía óptica.

Abstract— The three-dimensional ion implantation (3DII) is a plasma method which is developed to treat metal surfaces. This method is realized in the JUPITER (Joint Universal Plasma and Ion Technologies Experimental Reactor) device through a low pressure pulse discharge ignited on the left branch of the Paschen curve. The main

objective of the method is to improve the tribological characteristics of metal surfaces. To protect the material surfaces exposed to aggressive media, the JUPITER Device is modified with an installation of an arc electric vaporizer in its chamber. This modification permits to generate the high voltage discharge in the titanium vapor atmosphere. In this work a hybrid discharge (high voltage and electric arc discharges in simultaneous functioning) is studied and the experimental data show that the treatment of the AISI SAE 1020 steel surfaces by titanium ion and atom flows significantly reduce the damages produced by sulfate-reducing bacteria (BSR).

Keywords— High voltage discharge, electric arc vaporizer, Surface treatment, optical microscopy.

I. INTRODUCCIÓN

Los avances tecnológicos en el área de nuevos materiales, en la actualidad, van dirigidos a la búsqueda de nuevas técnicas de tratamiento para el mejoramiento de las propiedades superficiales de los mismos. Se asume, en todos los niveles de investigación en ciencia de los materiales, que un conocimiento adecuado del comportamiento de las descargas en ciertos materiales es muy ventajoso al momento de determinar su vida útil [9]-[10]. Sin embargo, por la falta de un conocimiento más elaborado del proceso y mecanismo de la

implantación de iones junto con la deposición de películas multicapas en materiales, especialmente en aceros, las investigaciones sobre el estudio de modificaciones en superficies de materiales por descargas de alto voltaje y descargas de arco eléctrico se hacen un poco lentas.

Por ello se busca implementar técnicas alternativas y diseñar nuevos equipos de tecnología avanzada para el tratamiento de materiales a través de ionización de gases y la vaporización e ionización de metales. En el Laboratorio de Física del Plasma de la Universidad Industrial de Santander a través del proyecto MOSMET (Modificación Superficial de Metales) [11] se desarrolla una nueva técnica del tratamiento físico para la modificación de superficies en sólidos que consiste en el tratamiento simultáneo de la superficie por flujos producidos por la descarga de arco eléctrico y la descarga de alto voltaje a bajas presiones [12].

El proceso híbrido (implantación iónica y deposición de metales) es usado para el tratamiento superficial avanzado, el cual 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 [13]-[14]. 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 [15].

El presente estudio muestra cómo se implementó una nueva tecnología de tratamiento superficial de sólidos en el reactor JUPITER llamado actualmente reactor MOSMET, el cual consistió en acoplar un sistema compatible de evaporización de metales por medio de arco eléctrico. Adicionalmente, se dan detalles de los estudios realizados y resultados obtenidos.

II. DISEÑO Y EQUIPO

Se realiza la transformación del equipo JUPITER destinado para las descargas de alto voltaje en un equipo híbrido, operándose de forma simultánea las descargas de arco eléctrico con las de alto voltaje a bajas presiones. Esta nueva versión del equipo es llamada reactor MOSMET. En la Fig. 1. se puede apreciar el reactor MOSMET.

Fig. 1. REACTOR MOSMET. (A) PANEL DE CONTROL GENERAL, (B) FUENTE DE ALTO VOLTAJE, (C) PANEL DE ENCENDIDO DESCARGA DE ARCO, (D) FUENTE PARA EL ARCO ELÉCTRICO, (E) SISTEMA DE VACÍO, (F) CÁMARA DE DESCARGAS



Fuente: los autores

Para llevar a cabo el desarrollo de la nueva tecnología de tratamiento superficial de materiales que consista en la implantación y deposición de especies metálicas y no metálicas, se instaló en la parte superior de la cámara de descargas del reactor MOSMET un sistema de arco eléctrico producido por la empresa canadiense Light Plus, la alimentación del sistema se realiza por medio de la adecuación de una fuente de alta corriente XMT 304 CC de la empresa Miller Electric Mfg Co.

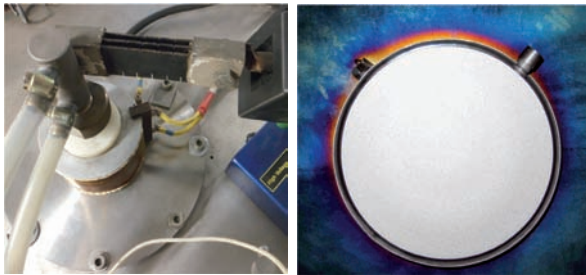
Realizada la instalación anterior, se procede a diseñar y fabricar el sistema de control electrónico que garantiza el funcionamiento de la descarga de arco en el régimen de pulsos con periodo variable que permite cambiar el grosor de las nano-capas (películas de hasta 10.000 capas con grosores de 5 - 10 nanómetros por capa). La Fig. 2. muestra el conjunto completo del sistema de arco eléctrico instalado en la cámara de descargas del reactor MOSMET.

En la pared lateral de la cámara de descargas del reactor MOSMET, se instala un espectrómetro de masas HPQ2 que permite encontrar el régimen de funcionamiento de las descargas con la mínima concentración de impurezas por medio del análisis de la composición química de los gases en atmósferas de Argón y Nitrógeno, adicionalmente se instala una ventana de cuarzo o zafiro para controlar la temperatura superficial de los cupones por medio de un termómetro infrarrojo EIR-350 (Bioinstrumental Ltda.). La Fig. 3. muestra el conjunto completo del montaje realizado.

Fig. 2. INSTALACIÓN DEL SISTEMA DE ARCO ELÉCTRICO EN LA CÁMARA DE DESCARGAS DEL REACTOR MOSMET. (A) FUENTE DE ENERGÍA Y PANEL DE CONTROL, (B) SISTEMA MAGNÉTICO Y DE ENFRIAMIENTO DEL EVAPO-RIZADOR, (C) CÁTODO (ESPECIES METÁLICAS)



(A)

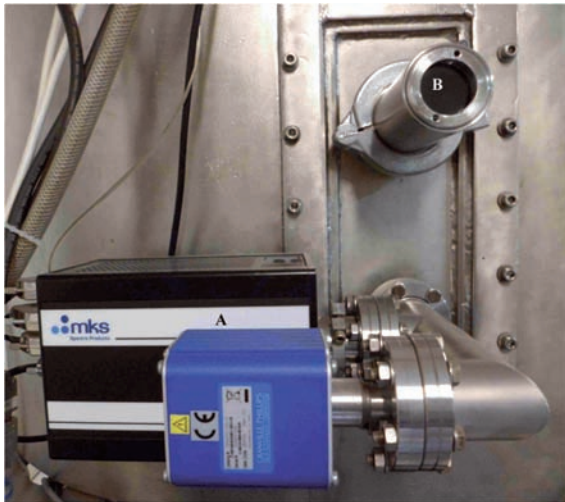


(B)

(C)

Fuente: los autores

Fig. 3. PARED LATERAL DEL REACTOR MOSMET. (A) ESPECTRÓMETRO DE MASAS HPQ2, (B) FLANGE PARA LA INSTALACIÓN DE VENTANAS DE CUARZO O ZAFIRO

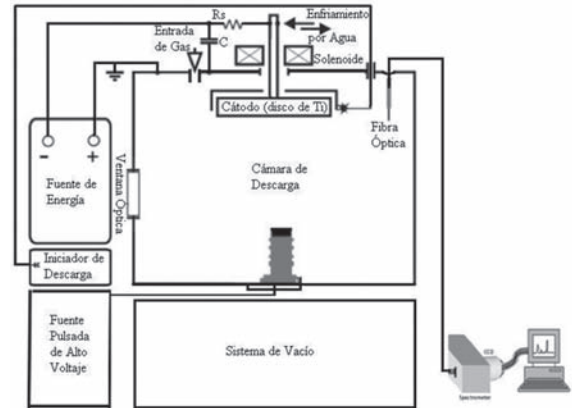


Fuente: los autores

A un costado de la parte superior de la cámara de descargas se lleva a cabo la instalación de una

fibra óptica (P600-1-SR, P600-1-SR y VFT-600-SR Feedthrough), la cual permite registrar mediante un espectrómetro óptico (Ocean Optics) el grado de ionización de los gases y las temperaturas de los electrones e iones. La Fig. 4. muestra el esquema de instalación de este montaje.

Fig. 4. ESQUEMA DE INSTALACIÓN DE LA FIBRA ÓPTICA



Fuente: los autores

Realizada la instalación de la nueva tecnología para el tratamiento superficial híbrido en el reactor JUPITER, se lleva a cabo la modificación superficial de cupones fabricados en acero AISI SAE 1020 [16] con iones y átomos de especies metálicas (titanio) mediante descargas pulsadas de alto voltaje y arco eléctrico a bajas presiones (con energías de iones entre 5 y 10 KeV). Los cupones implantados y no implantados se sumergen en sepas de BSR [17].

La matriz experimental contempla cupones sin implantar inoculados (bajo ataque bacteriano) y no inoculados, cupones implantados no inoculados e inoculados durante 50 días en condiciones estáticas [18]. El experimento evidencia cambios en la coloración y turbidez del medio acuoso, debido a los productos de corrosión, mostrándose un mayor asentamiento en los cupones no implantados.

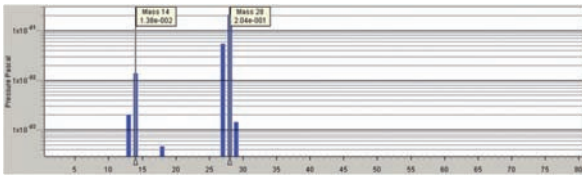
III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los estudios realizados a partir de los resultados técnicos obtenidos (donde se logró la implementación y puesta en marcha del reactor MOSMET para el tratamiento superficial en sólidos por medio de descargas de arco eléctrico y de alto voltaje), permitieron modificar la composición y

la microestructura superficial de un acero de bajo carbono usado en aplicaciones estructurales, al igual, se logró determinar la composición química de los dos tipos de descargas presentes durante el proceso.

Del análisis realizado sobre los espectros de composición química de los gases en las atmósferas de Argón y Nitrógeno obtenidos por medio del espectrómetro de masas HPQ2, se encontró el régimen de funcionamiento de la descarga con un mínimo de concentración de impurezas. La Fig. 5. muestra uno de los espectros adquiridos durante el encendido de la descarga de alto voltaje a bajas presiones en atmósfera de nitrógeno.

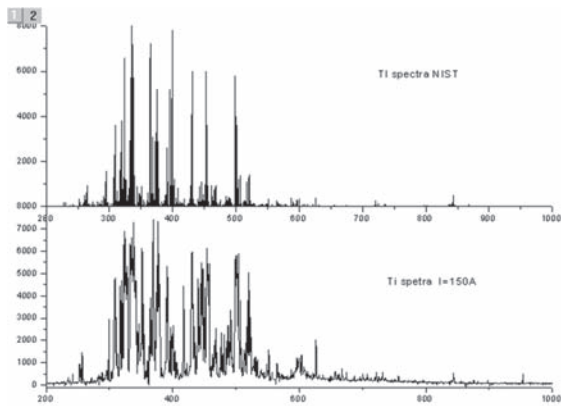
Fig. 5. ESPECTRO DE MASAS DEL ENCENDIDO DE UNA DESCARGA DE ALTO VOLTAJE EN ATMÓSFERA DE NITRÓGENO



Fuente: FITEK - UIS

La observación espectroscópica se ejecutó desde la parte interna de la cámara de descarga, donde la radiación producida fue transportada por la fibra óptica hasta un espectrómetro Ocean Optics. En la Fig. 6. se presenta el espectro de intensidad respecto a la longitud de onda obtenido para la descarga híbrida a bajas presiones en condiciones de atmósfera de titanio controlada.

Fig. 6. (A) PATRÓN DE REFERENCIA NIST, B) ESPECTRO ÓPTICO DE TITANIO



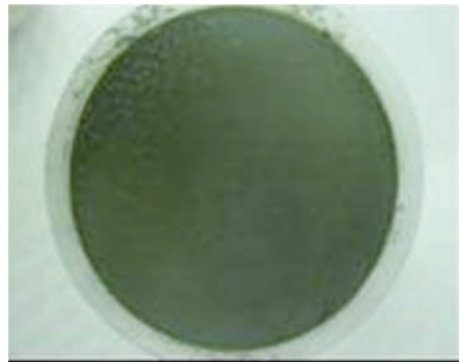
Fuente: FITEK - UIS

El estudio del espectro de las líneas de emisión presentes durante el proceso de la descarga híbrida muestra la presencia de especies de

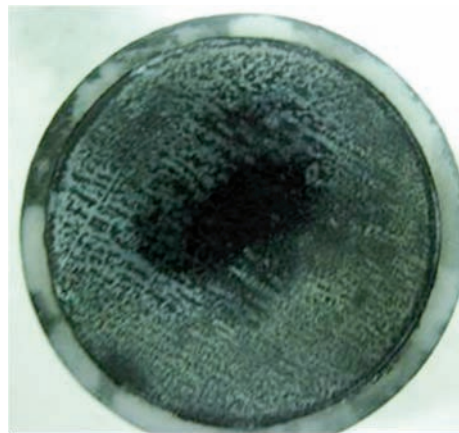
titanio neutro (Ti I) y titanio de primera ionización (Ti II) los cuales fueron verificados con los datos reportados por National Instrument Standar Technology (NIST), la ventana para el barrido espectral se estableció de 200 a 1000 nm (ver Fig. 6). Adicionalmente, elementos de otras especies activas (N, Ar, O, Fe), fueron encontrados al interior de la cámara de descarga; lo anterior se debe a la presencia de materiales al interior de la cámara y a los gases utilizados durante el encendido de la descarga híbrida.

Establecida la tecnología híbrida en el reactor JUPITER, se realiza la modificación superficial con iones de especies metálicas (titanio) durante 10 minutos en cupones fabricados de acero AISI SAE 1020. En la Fig. 7. se aprecia un cupón no tratado antes y después de la inmersión bajo ataque bacteriano y en la Fig. 8. un cupón tratado superficialmente con iones de Ti antes y después de la inmersión en sepas de BSR.

Fig. 7. (A) CUPÓN NO IMPLANTADO, (B) CUPÓN SIN IMPLANTAR E INOCULADO DURANTE 50 DÍAS



(A)



(B)

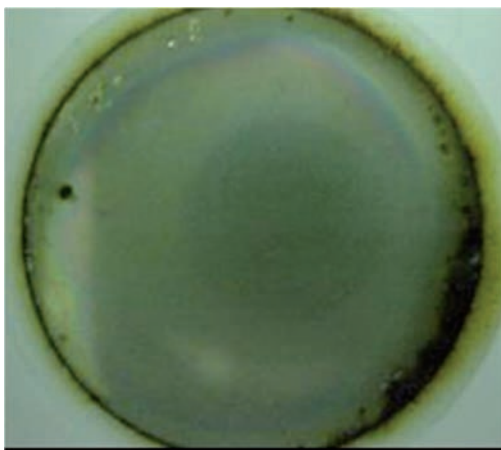
Fuente: los autores

El registro topográfico obtenido mediante inspección visual del cupón modificado y no modificado superficialmente con iones de titanio durante 50 días de exposición en sepas de BSR corresponden aproximadamente a la zona más afectada, donde se visualiza el mayor deterioro por picadura. Se observa que el deterioro superficial es más intenso en el cupón no implantado (ver Fig. 7. (B)) en comparación con el cupón implantado (ver Fig. 8. (B)), lo que indica que los iones de Ti implantados, ejercen una acción protectora contra el ataque de las BSR.

Fig. 8. (A) CUPÓN IMPLANTADO, (B) CUPÓN IMPLANTADO E INOCULADO DURANTE 50 DÍAS



(A)

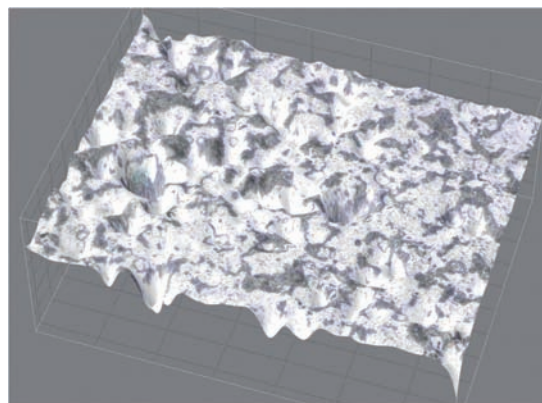


(B)

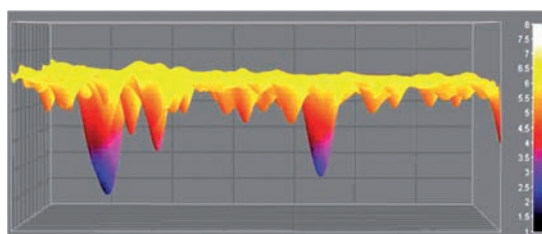
Fuente: los autores

En las Fig. 9 y 10 se presentan las topografías superficiales de los cupones no implantados e implantados, donde la superficie del cupón modificado con titanio presenta un comportamiento más uniforme en comparación con el no implantado.

Fig. 9. RECONSTRUCCIÓN SUPERFICIAL 3D DEL CUPÓN NO IMPLANTADO E INOCULADO. (A) EN ESCALA DE GRISES, (B) TOPOGRAFÍA SUPERFICIAL



(A)

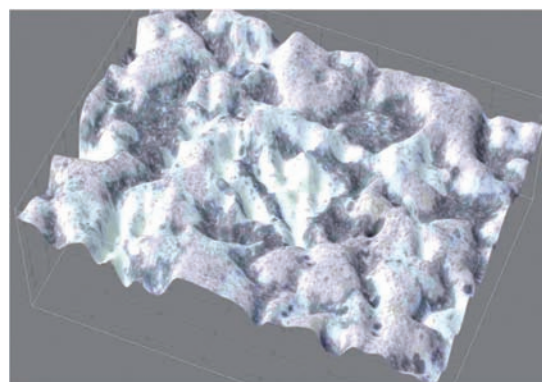


(B)

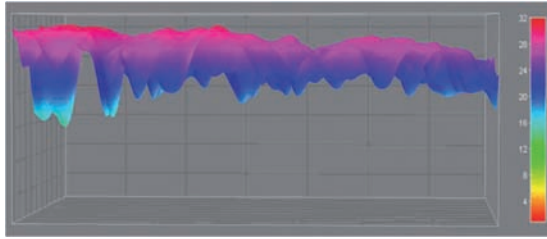
Fuente: los autores

La topografía del cupón implantado con titanio durante 10 minutos se muestra en la Fig. 10. (A y B). Al comparar la topografía superficial en las probetas, se observa que la implantada presenta una disminución muy significativa de la rugosidad. De acuerdo con lo anterior se aprecia con facilidad que la superficie de la probeta modificada e inmersa en sepas de BSR durante 50 días, presentó una disminución de la rugosidad y del deterioro superficial (degradación del material por picadura).

Fig. 10. RECONSTRUCCIÓN SUPERFICIAL 3D DEL CUPÓN IMPLANTADO E INOCULADO, (A) EN ESCALA DE GRISES, (B) TOPOGRAFÍA SUPERFICIAL



(A)



(B)

Fuente: los autores

IV. CONCLUSIONES

Se logró obtener el funcionamiento conjunto de las descargas pulsadas de arco eléctrico y de alto voltaje a bajas presiones, para el tratamiento superficial de especies metálicas en materiales expuestos en medios agresivos.

Por primera vez se hace una observación del espectro óptico emitido en una descarga híbrida de arco eléctrico y de alto voltaje a bajas presiones al interior de la cámara de descarga del reactor MOSMET en una atmósfera controlada de titanio, el estudio realizado en una ventana espectral de 200 a 1000-nm muestra líneas espectrales neutras y de primera ionización (de tipo Ti I y Ti II).

Mediante la aplicación de un tratamiento híbrido novedoso generado por descargas simultáneas de alto voltaje y arco eléctrico a bajas presiones, se implantaron iones y átomos de Ti en la superficie del acero de bajo carbono.

La implantación de iones de titanio durante 10 minutos en la superficie del cupón, presentó un buen comportamiento al ataque bacteriano, estableciéndola como un posible mecanismo efectivo para la protección contra el deterioro del acero AISI SAE 1020 expuesto en medios de BSR.

Las muestras implantadas con Ti, presentaron un mejor comportamiento al ser expuestas en sepa de BSR de acuerdo con los resultados obtenidos de la inspección macro y microscópica de la superficie, lo que evidencia que el sistema implantado constituye una opción para mejorar el desempeño de las superficies de los materiales en aplicaciones estructurales del sector industrial.

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan sus agradecimientos a Colciencias por la cofinanciación del proyecto 321-2005 y a la UFPS por el proyecto FINU 003-2005.

REFERENCIAS

- [1] V. D. Dugar-Jabon, H. J. Dulce Moreno and P. A. Tsygankov, "Implantación Iónica", *Revista Resuestas*, vol. 8, pp. 19-30, 2003.
- [2] V. D. Dugar-Jabon, J. Dulce Moreno and P. A. Tsygankov, "High voltage pulse discharge for ion treatment of metals", *Review of Scientific Instruments*, vol. 73, pp. 828-830, 2002.
- [3] V. D. Dugar-Jabon, B. J. Castro, H. J. Dulce Moreno and P. A. Tsygankov, "Device JUPITER for ion implantation", *Revista Colombiana de Física*, vol. 31 no. 2, pp. 181-184, 1999.
- [4] V. I. Khvesyuk and P. A. Tsygankov, "The Use of a High-Voltage Discharge at Low Pressure for 3D Ion Implantation", *Surface and Coatings Technology*, vol. 96, pp. 68-74, 1997.
- [5] J. H. Dulce Moreno, P. A. Tsygankov, V. D. Dugar-Zhabon, E. D. V. Niño, F. F. Parada, "Estudio de los Haces Electrónicos en la Descarga Eléctrica de Alto Voltaje a Bajas Presiones", *Puente Revista Científica*, vol. 5, no. 2, pp. 21-26, 2011.
- [6] H. Takikawa and H. Tanoue, "Review of Cathodic Arc Deposition for Preparing Droplet-Free Thin Films", *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 35, no. 4, pp. 992-999, 2007.
- [7] T.S. Rao, Aruna Jyothi Kora, B. Anupkumar, S.V. Narasimhan and R. Feser, "Pitting Corrosion of Titanium by a Freshwater Train of Suplase Reducing Bacteria (Desulfovuidrio Vulgaris)", *Corrosion Science*, vol. 47, pp. 1071-1084, 2005.
- [8] R. Zuo, D. Ornek, B. C. Syrett, R. M. Green, C. H. Hsu, F. B. Mansfeld. & T. K. Wood, "Inhibiting Mild Steel Corrosion From Sulfate-Reducing Bacteria Using Antimicrobial-Producing Biofilms in Three-Mile-Island Process Water", *Appl. Microbiol. Biotechnol.*, vol. 64, pp. 275-283, 2004.
- [9] C. B. Mello, "Surface modification of SAE 1070 by chromium using plasma immersion ion implantation and deposition", *Surface & coatings technology*, vol. 204, pp. 2971-2975, 2010.
- [10] D. Peña, P. Fontalvo, H. Estupiñan, E. Dannier V. Niño and W. Vesga, "Experimental Evaluation of Corrosion Resistance of an AISI-SAE 4140 Steel Implanted With Nitrogen Ions", *Revista Dyna*, vol. 76, no 159, pp. 43-52, 2009.

- [11] V. Dugar-Zhabon, H. J. Dulce and D. Y. Peña, "Estudio de un Nuevo Método de Modificación de Superficies de Metales - MOSMET", *Proyecto Colciencias* código 1102-06-17623, 2009.
- [12] P. Tsygankov, A. Plata, Ely D. V. Niño, C. Ochoa, F. Parada, C. Chacón and V. D. Dugar-Zhabon, "Study of Volt-Ampere Characteristics and Functioning Peculiarities of a Vacuum Arc Sprayer", *Revista Colombiana de Física*, vol. 43, no. 2, pp. 458-462, 2011.
- [13] E. D. Valbuena Niño, H. Garnica, V. Dugar-Zhabon, D. Martínez and F. Durán, "Characterization of API 5LX 65 Steel Gravimetric Coupons Implanted by Nitrogen and Titanium Ions", *Revista Colombiana de Física*, vol. 43, no. 1, pp. 134-137, 2011.
- [14] E. D. Valbuena Niño, D. Peña, D. V. Salinas and L. F. Chinchilla, "Modificación Superficial de un Acero AISI SAE 1045 Mediante la Implantación de Iones de Nitrógeno y Titanio", *Revista Iteckne*, vol. 8, no. 1, pp. 31-36, 2011.
- [15] E. D. Valbuena Niño, H. Garnica and V. Dugar-Zhabon, "Tecnología del Plasma Aplicada a Problemáticas en el Sector Hidrocarburos en Colombia", *Revista Iteckne*, vol. 8, no. 1, pp. 37-41, 2011.
- [16] ASTM E3-11 Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens; 1999.
- [17] NACE RP 0775. Preparation, Installation, Analysis, and Interpretation of Corrosion Coupons in Oilfield Operations. 2005.
- [18] ASTM G1-03 Standard Practice for Preparing, Cleaning and Evaluating Corrosion Test Specimens; 2003.