

# **Influencia de la Configuración electródica de la Descarga Luminiscente Anormal Durante el Proceso de Absorción de Nitrógeno en Aleaciones Fe-Cr**

Sarmiento S.A<sup>1</sup>, Muzart J.L.R.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Facultad de Ciencias Básicas, Departamento de Física, Grupo de Investigación Integrar, Universidad de Pamplona, Colombia; [asarmientos@unipamplona.edu.co](mailto:asarmientos@unipamplona.edu.co)

<sup>2</sup> Universidad Federal de Santa Catarina - CTC-LabMat-Bloco "B"-EMC-Campus Universitário-Trindade-Caixa, Florianópolis-SC-Brasil-[muzart@materiais.ufsc.br](mailto:muzart@materiais.ufsc.br)

Recibido 26 Marzo 2007

Aceptado 05 Junio 2007

## **ABSTRACT**

Alloys of Fe-Cr are prepared and submitted to nitrogen absorption process in the configurations cathodic and anodic of the abnormal glow discharge of  $N_2+H_2$ . Using these two configurations the variation of mass of the samples of Fe-Cr was measured as a function of its content of chromium. Sample temperature was of 950°C and 10 Torr of pressure of the gaseous mixture. The structure of the samples after the process of nitrogen absorption, was analyzed by X-rays Diffraction. Based on the extracted information of the samples a discussion of the behavior of the two configurations is realized.

## **KEYWORDS**

Nitrogen Absorption, Homogenization, abnormal Glow discharge, cathodic Configuration, anodic Configuration.

## **RESUMEN**

Aleaciones de Fe-Cr son preparadas y sometidas al proceso de absorción de nitrógeno en las configuraciones catódica y anódica de la descarga luminiscente anormal de  $N_2+H_2$ . Utilizando estas dos configuraciones se midió la variación de masa de las muestras de Fe-Cr en función de su contenido de cromo a temperatura de 950°C y presión total de 10 Torr de la mezcla gaseosa. La estructura de las muestras, después del proceso de absorción de nitrógeno, fue analizada por Difracción de Rayos X. Basados en la información extraída de las muestras se presenta una discusión del comportamiento de las dos configuraciones.

## **PALABRAS CLAVES**

Homogenización, Absorción de nitrógeno, Descarga luminiscente anormal, Configuración catódica, Configuración anódica.

## INTRODUCCIÓN

En uno de los montajes experimentales, más usados en procesos que utilizan la descarga luminiscente anormal (DLA), el ánodo es conectado a tierra ( $V=0$ ) y el cátodo es conectado al potencial negativo de la fuente. La región luminiscente tiene un potencial aproximadamente constante mientras los campos eléctricos observados en la región catódica es intenso y débil en la anódica. Otra característica de la DLA es el producto  $PL$  ( $P$ : Presión y  $L$ : Longitud de la región catódica), que se mantiene aproximadamente constante (Engel, A. Von, 1994.)

Los procesos presentes en cada una de las regiones de la DLA permiten su aplicación con versatilidad en diferentes aplicaciones en el campo tecnológico (Wendhausen, P. A. P., et al, 2000). En este trabajo se estudiará el proceso de absorción de nitrógeno por aleaciones de Fe-Cr, utilizando dos configuraciones de la DLA: *catódica* (muestra colocada en el cátodo) y *anódica* (muestra colocada en el ánodo de la descarga).

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Las aleaciones de FeCr fueron preparadas a partir de materiales en polvo, hierro carbonila serie CL de la BASF y Fe-Cr serie LCFC-TR-74xD de la E. W. Winter Inc. & Co. Una fracción de la aleación de Fe-Cr con tamaño de partícula inferior a 45  $\mu\text{m}$  fue seleccionada por cernido. Las muestras con las composiciones deseadas fueron obtenidas a través de la adición de diferentes porcentajes de la aleación de Fe-Cr al hierro carbonila. A las diversas mezclas de Fe-Cr+Fe fue adicionado 0,6% de lubricante. Después de mezclados los materiales se compactaron las muestras a una presión de 400 MPa en una matriz cilíndrica de doble efecto de 9,5 mm de diámetro. Finalizado del proceso de compactación, se procedió a la remoción del lubricante a 500°C y la homogenización de la aleación de Fe-Cr a 1300°C durante 30 y 240 minutos, respectivamente. Este procedimiento fue realizado en un horno resistivo con cámara de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en atmósfera controlada de flujo de

hidrógeno a 1 atm de presión. La composición de cromo en las aleaciones fue medida por microscopía electrónica de barrido (MEB).

Las aleaciones de Fe-Cr, obtenidas después de la etapa de homogenización, fueron sometidas a la DLA de nitrógeno cuya configuración electrónica se muestra en la Figura No.1a. El electrodo interno consta de una lámina de acero AISI 430 soldada a un asta de acero ABNT 1020. El electrodo exterior está constituido por un cilindro de 30 mm de diámetro y 50 mm de altura fabricado en el mismo acero ABNT 430.

Para el proceso de absorción de nitrógeno fueron utilizadas las configuraciones catódica y anódica: en la geometría catódica el soporte de la muestra se conectado al terminal negativo de la fuente y en la geometría anódica el electrodo externo se conectado al terminal negativo de la fuente y el soporte de la muestra conectado a tierra.

La potencia eléctrica es suministrada al plasma por una fuente de corriente continua pulsada que proporciona una señal de forma rectangular de ancho variable (0-180 ms), a través de la cual se realiza el ajuste de la potencia transferida a la descarga y, por tanto, de la temperatura de la muestra. La tensión máxima de la fuente fue mantenida en 700 V. El proceso se inicia evacuando la cámara hasta una presión de 30 mTorr y estableciendo, enseguida, un flujo de 8  $\text{cm}^3/\text{s}$ , de 80% Ar+20%  $\text{H}_2$  a una presión de 10 Torr. En estas condiciones se inicia el calentamiento de la muestra en la configuración catódica, a una tasa de 100 °C/min, hasta una temperatura de 900°C, permaneciéndose en esta temperatura durante 15 min para realizar la limpieza de la muestra. Finalizada la limpieza de la muestra se establece un flujo de 4  $\text{cm}^3/\text{s}$  de 97,5%  $\text{N}_2$ +2,5%  $\text{H}_2$  a la misma presión de 10 Torr e iniciada una nueva etapa de calentamiento hasta 950°C (en la configuración catódica o anódica), temperatura a la cual se realizó la absorción de nitrógeno, durante un período de 30 min.

Después del tratamiento fue medida la variación de masa de las muestras utilizando una balanza electrónica de cuatro cifras decimales. El análisis estructural de la muestras fue realizado por difracción de rayos X (DRX) utilizando la radiación  $K_{\alpha}$  del cobre.

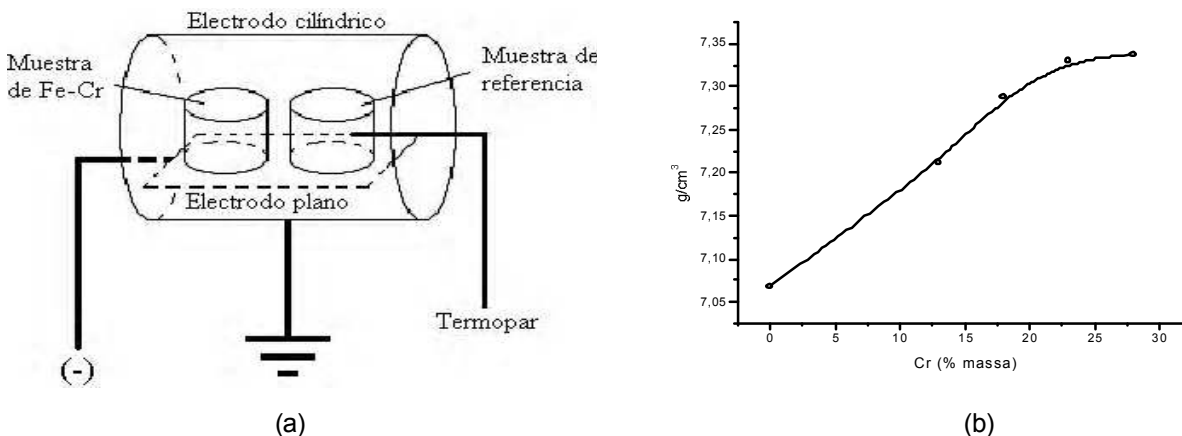
**RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

La densidad ( $g/cm^3$ ) de las muestras después de homogeneizadas es trazada como una función del contenido de cromo en la Figura No.1b. El aumento de la densidad va en el mismo sentido del aumento del contenido de cromo debido a dos factores principales: el primero es la mayor densificación alcanzada en el material después de compactado debido a que se tiene una mayor distribución de tamaño de partículas más ancha cuando se aumenta el porcentaje de polvo grueso (German, R. M. 1994). De hecho, el porcentaje de polvo grueso aumenta con el contenido de polvo de Fe-Cr en el compactado. El segundo factor es la mayor presencia de la fase austenítica durante la etapa de

homogenización cuando se aumenta el contenido de cromo en el compactado (menor cantidad de polvo de hierro en el compactado representa menor cantidad de austenita al comienzo del proceso de homogeneización). La difusión de cromo en el hierro en la matriz ferrítica es varias ordenes de magnitud mayor que en la matriz austenítica (Brandes, E. A., 1992) y la fase ferrítica se estabiliza alrededor del 6% Cr a la temperatura de 1300°C (ASM, Metallography, Structure and Phase Diagrams, Metals Handbook, 1973).

La reducción eficaz de los óxidos de la superficie de las partículas del polvo metálico, en la atmósfera reductora de hidrógeno, se puede observar en el aumento de la densidad con el aumento del contenido de cromo en la aleación (Figura No.1b). En la Tabla No.1 se muestra la composición de cromo, medida por MEB, en las diferentes aleaciones obtenidas después del proceso de homogenización.

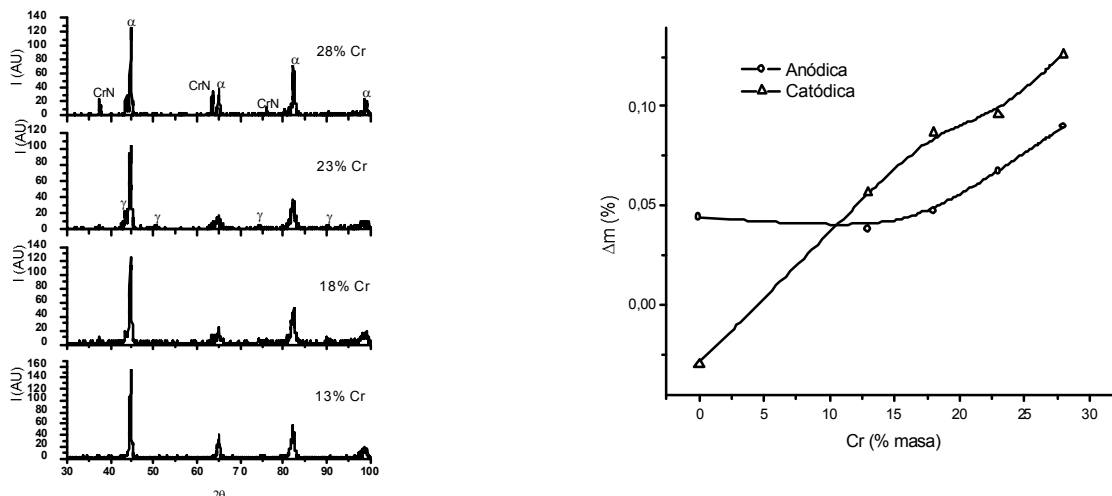
Para obtener una temperatura de 950°C en la DLA de nitrógeno fue necesario ajustar el ancho del pulso ( $T_{ON}$ ) en 47 $\mu$ s y 104  $\mu$ s para la



**Figura No.1. a)** Detalle de los electrodos y **b)** Densidad de las muestras en función del contenido de cromo.

**Tabla No.1.** Contenido de cromo de las aleaciones de Fe-Cr medido por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Aleación	1	2	3	4
Cr (% en masa)	13,9	18,7	23,6	28,4



**Figura No.2.** Aleaciones de Fe-Cr después de 30 minutos en la DLA de 97,5%  $N_2$ +2,5%  $H_2$  a 950°C: **a)** DRX y **b)** Variación de masa en función del contenido de cromo (configuraciones catódica y anódica).

configuración catódica y anódica, respectivamente.

La Figura No.2a presenta los espectros de difracción de rayos X (DRX) de las aleaciones de Fe-Cr sometidas a la DLA a 950°C durante 30 minutos. Además de los picos característicos de la estructura ferrítica ( $\alpha$ ), de la aleación de Fe-Cr, también aparecen los picos correspondientes a la fase austenítica ( $\gamma$ ) y al nitruro cúbico de cromo (CrN), en las muestras con contenidos de cromo superiores al 13%. En las muestras con 13% de cromo el nitrógeno debe estar en solución sólida en la red ferrítica de la aleación, debido a la ausencia de los picos referentes a la fase austenítica y al nitruro de cromo.

En la Figura No.2b se muestra la variación de masa en función del contenido de cromo para las dos configuraciones de la DLA. En las aleaciones de Fe-Cr se puede observar una ganancia de masa superior en la configuración catódica. Este comportamiento se explica por la mayor oferta de nitrógeno reactivo en la región catódica (Berg, M., et al, 2000).

En la muestra de hierro puro se observa pérdida de masa en la configuración catódica lo cual indica que solo se presenta el proceso de pulverización catódica sin absorción de

nitrógeno. Por otro lado, el aumento de masa presentado por la muestra de hierro en la configuración anódica puede atribuirse a la deposición de masa proveniente del cátodo como resulta del proceso de pulverización catódica del mismo.

Mientras que en la configuración catódica hay un aumento aproximadamente lineal de la variación de masa de las muestras, relacionado con la absorción de nitrógeno, en la configuración anódica la variación de masa permanece constante hasta un valor intermedio entre 13 y 18% de cromo. A partir de este valor intermedio, la ganancia de masa aumenta con el contenido de cromo siguiendo la misma inclinación en las dos configuraciones. Como el material proveniente del cátodo es el mismo para todas las muestras ( $\Delta m \approx +0,04\%$ ), en la configuración anódica, a partir de este valor todo aumento de masa en la configuración anódica puede ser atribuido solamente al proceso termodinámico de absorción de nitrógeno en la DLA. La misma inclinación seguida en las dos curvas debe ser atribuida a la misma cinética seguida por el proceso de absorción de nitrógeno en las dos configuraciones la cual es gobernada por la formación de nitruro de cromo en las muestras con contenido de cromo superior al 13%. Ya

la mayor cantidad de especies activas, en contacto con la muestra en la configuración catódica, explica la mayor ganancia de masa obtenida en esta configuración, cuando comparada con la configuración anódica, para las muestras con contenidos de cromo a partir del valor intermedio entre 13 y 18% de cromo (ver Figura No.2b).

## CONCLUSIONES

Se prepararon aleaciones de Fe-Cr con concentraciones de cromo preestablecidas observándose un aumento de la densidad con el contenido de cromo de la aleación.

La ganancia de masa en el proceso de absorción de nitrógeno es superior en la configuración catódica de la DLA, comparada con la configuración anódica, debido al contacto de la muestra con mayor cantidad de especies energéticas ricas en nitrógeno generadas en la región catódica de la DLA.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ASM, Metalography, Structure and Phase Diagrams, Metals Handbook, 8ª edición, V. 8, Metals Park, Ohio, USA, 1973.[1] Engel, A. Von, Ionized Gases, AIP Press, 2ª ed., New York, 1994.
- Berg, M., Budtz-Jorgensen, C. B., Reitz, H., Schweitz, K. O., Chevalier, J., Kringhoj, P., Bottiger, J., On Plasma Nitriding of Steels, Surface and Coatings Technology, V. 124, p. 25-31, 2000.
- Brandes, E. A., Brook, G. B., Smithells Metals Reference Book, Seventh Ed., Great Britain, 1992.
- German, R. M., Powder Metallurgy Science. 2ª ed., Metal Powder Federation, 1994.
- Wendhausen, P. A. P., Muzart, J. L. R., De Souza, A. R., Fredel, M. C., Klein, A. N., Back, N., Mendes, L. A., A New Furnace Concept Based on Plasma Technology for Processing PIM Componentes, 2000 International Conference on Powder Metallurgy and Particulate Materials, Proceedings of the 2000, New York, 2000.