

# Comportamiento de la descarga luminiscente anormal dependiendo de la atmósfera gaseosa en un sistema apto para tratamiento de materiales

Armando Sarmiento-Santos<sup>1</sup>

César Enrique Rojas-Sánchez<sup>2</sup>

José Fernando Cepeda-Grimaldos.

Recibido:  
Enero 30 de 2013

Aceptado:  
Mayo 20 de 2013

## Resumen

La generación de la descarga luminiscente de corriente continua puede realizarse en estado estacionario o con flujo de la atmósfera gaseosa, donde el gas se encuentra entre dos electrodos. Aplicando una diferencia de potencial entre los electrodos por encima de cierto valor umbral o de disrupción que depende del tipo de gas, de las características geométricas del sistema y de la presión de la atmósfera, es posible la generación y el mantenimiento de la descarga en dicho gas. El tipo de descarga creada puede clasificarse según la diferencia de potencial que se aplica entre los electrodos y la correspondiente corriente eléctrica que circula por el sistema, siendo de particular interés la descarga luminiscente anormal. Las especies reactivas generadas en la descarga luminiscente son usadas para provocar interacciones físicas y químicas sobre una superficie, las cuales pueden ser aprovechadas para el tratamiento superficial y síntesis de materiales tales como nitruración, carbonitruración y polimerización, pero además, tiene gran potencialidad de aplicación como una fuente térmica. En el presente trabajo se describe el montaje de un horno para el tratamiento de materiales que funciona por calentamiento a través del impacto de las especies activas generadas en la columna negativa de la descarga luminiscente de baja presión, utilizando corriente continua. En el montaje se realiza el control de la temperatura en función de la presión, tipo de gas y proporciones de la mezcla gaseosa en la cual se genera la descarga (Ar, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, aire, Ar/N<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>, y Ar/H<sub>2</sub>).

**Palabras clave:** Descarga luminiscente anormal, horno a plasma, temperatura de tratamiento.

## Abstract

The generation of the DC glow discharge can be in stationary state or with flow of gas atmosphere, where the gas is between two electrodes. Applying a voltage between the electrodes above a certain threshold value or disruption value that depends on the type of gas, the geometric characteristics of the system, and

<sup>1</sup>Grupo de Superficies, Electroquímica y Corrosión (GSEC) – Escuela de Física – Facultad de Ciencias - Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia (UPTC) Colombia. Correo electrónico: asarmiento.santos@uptc.edu.co

<sup>2</sup>Grupo de Superficies, Electroquímica y Corrosión (GSEC) – Escuela de Física – Facultad de Ciencias - Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia (UPTC) Colombia. Correo electrónico: cesarerojas400@yahoo.es

<sup>3</sup>Grupo de Superficies, Electroquímica y Corrosión (GSEC) – Escuela de Física – Facultad de Ciencias - Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia (UPTC) Colombia. Correo electrónico: jofecegri@gmail.com

*atmosphere pressure, it is possible the generation and maintenance of gaseous discharge. The type of discharge may be classified according to the potential difference applied between the electrodes and the corresponding electrical current flowing through the system, being the abnormal glow discharge of particular interest. Reactive species generated in the glow discharge are used to generate physical and chemical interactions on a surface, which can be exploited for surface treatment and synthesis of materials such as nitriding, carbonitriding and polymerization, but also has great potential for application as a thermal source. The present work describes the set up of a furnace for materials treatment which works by the impact of active species from the negative column of low pressure glow discharge, using direct current. In this setup, the temperature is controlled as a function of gas pressure, type and gas proportions of the mixture in which the discharge is generated (Ar, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, aire, Ar/N<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>, y Ar/H<sub>2</sub>).*

**Keywords:** *Abnormal glow discharge, plasma furnace, treatment temperature.*

## Introducción

Los tratamientos térmicos y termoquímicos son ampliamente utilizados en metalurgia y ciencia de los materiales. Dichos tratamientos, generalmente realizados en horno resistivo, provocan la transformación de la composición química de la región cercana a la superficie a través de la incorporación de uno o más elementos proporcionando dureza y resistencia a la corrosión, entre otras propiedades deseables, del material tratado [1]. Las descargas luminiscentes en régimen anormal, también han sido uno de los métodos muy estudiados para este propósito desde hace alrededor de tres décadas. Numerosas investigaciones han contribuido con el perfeccionamiento del sistema operativo de los dispositivos que utilizan la descarga luminiscente con el propósito de facilitar su aplicación en procesos industriales [2-4].

La temperatura de la muestra y la atmósfera de tratamiento son las variables fundamentales para todo tratamiento termoquímico [5].

En la descarga luminiscente estas variables pueden ser controladas a través de la geometría de la descarga, su potencia, flujo y presión de la atmósfera gaseosa [6-8]. En el presente trabajo se realiza el montaje de un horno que utiliza la interacción plasma-superficie catódica para transferirle energía térmica a muestras motivo de tratamientos termoquímicos a temperaturas por debajo de 1000°C. Este rango de temperatura ha sido escogido para contornear la continua formación de arcos y garantizar la estabilidad de la descarga luminiscente durante el tratamiento. El comportamiento de la temperatura se ha estudiado en función del tipo de gas y la presión de la descarga. Un hecho sobresaliente de este montaje es la baja inercia térmica presentada al ser comparado con los hornos resistivos comúnmente utilizados para este propósito. La temperatura se ha estudiado en función del tipo de gas y la presión de la descarga. Un hecho sobresaliente de este montaje es la baja inercia térmica presentada al ser comparado con los hornos resistivos comúnmente utilizados para el tratamiento de materiales.

## Procedimiento experimental

La cámara de descarga está construida en acero inoxidable, de forma cilíndrica de 30,5 cm de altura y 25,5 cm de diámetro con 8 ventanas laterales cilíndricas que integran un volumen de 18,967 litros. Cada extremo es sellado por una brida o banda de seguridad de vacío, como se ilustra en la Figura 1.

Para la configuración electrónica se ha utilizado una geometría confinada como se ilustra en la Figura 2. El cátodo, el cual también hace las veces de porta muestra, entra a la cámara por una ventana horizontal y fue fabricado en tubo de acero 1020 de 4 mm de diámetro y 30 cm de longitud y se en-

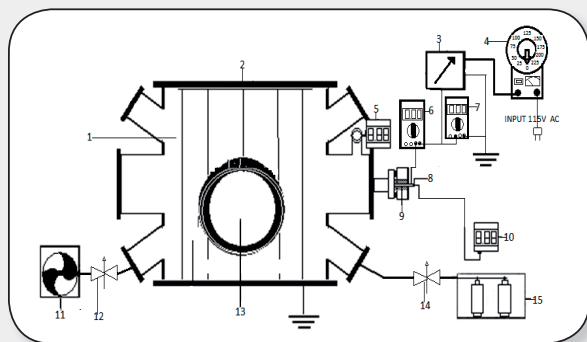


Figura 1: Esquema del reactor: 1-Cámara, 2-Tapa, 3-Fuente DC, 4-Variac, 5- Medidor de presión, 6-Amperímetro, 7-Voltímetro, 8-termopar, 9-Cátodo, 10- Medidor de temperatura, 11-Bomba mecánica, 12-Valvula variable salida, 13-Visor, 14-Flujómetro, 15-Equipo de Gases.

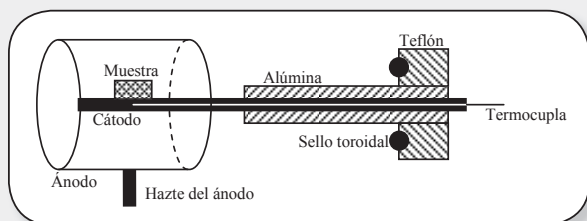


Figura 2. Configuración electrónica de la descarga luminiscente.

cuenta aislado de la cámara por un anillo de teflón y un aislante eléctrico de óxido de aluminio los cuales fueron unidos con resina epóxica. Para medir la temperatura, dentro del cátodo se dispone de una termo-cupla tipo K acoplado a un termómetro digital (minipa

MT-600) con  $\pm 5^{\circ}\text{C}$  de margen de error. El ánodo lo constituye una cavidad cilíndrica de 5 cm de diámetro y 5 cm de longitud fabricado en acero 1020 y articulado por un soporte de 20 cm de longitud. La presión dentro de la cámara fue medida con un medidor de vacío tipo capacitivo marca **vacuubrand** en el rango de 0-760 torr con un margen de error de  $\pm 1$  torr. La línea de gases está formada por dos reguladores de flujo (flujo-metro de esfera **Dwyer** de 0 a 1 LPM) los cuales permite controlar la entrada de gas a la cámara, y una válvula de conductancia variable, a la salida hacia la bomba mecánica.

Como fuente de poder para iniciar y mantener la descarga se utilizó un transformador de corriente alterna con salida en el secundario de 420 V y una capacidad de corriente de hasta 2 A. La salida fue rectificada con un puente rectificador de onda completa, y un filtro constituido por un banco de condensadores electrolíticos, los cuales pueden ser desconectados para utilizar la señal rectificada filtrada o sin filtrar. La corriente y el voltaje de la descarga se midieron por medio de dos multímetros (Figura 1) con márgenes de error de  $\pm 1$  mA y  $\pm 1$  V, respectivamente. El acople entre la fuente y la descarga fue realizado a través de una resistencia variable conectada en serie con los electrodos de la descarga.

Se realizaron las medidas de la temperatura del cátodo, manteniendo el voltaje de entrada al rectificador constante (420V) y la resistencia fija en 310 W, en función de la presión entre 2 y 10 torr y tipo de la atmósfera gaseosa ( $\text{Ar}$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{H}_2$ , aire y mezclas  $\text{Ar}/\text{N}_2$ ,  $\text{N}_2/\text{H}_2$ , y  $\text{Ar}/\text{H}_2$ ). Las mediciones se realizaron en estado estacionario de la atmósfera gaseosa (sin flujo), para las configuraciones filtrada y sin filtrar de la fuente de poder.

## Resultados y discusión

### Atmósferas conformadas por gases puros y por aire.

En las Figuras 3 y 4 se muestra el comportamiento de la temperatura del cátodo en fun-

ción de la presión desde 2 a 10 torr para cada uno de los gases puros utilizados (Ar, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub> y aire), en las configuraciones sin filtrar y filtrada de la fuente de poder, respectivamente.

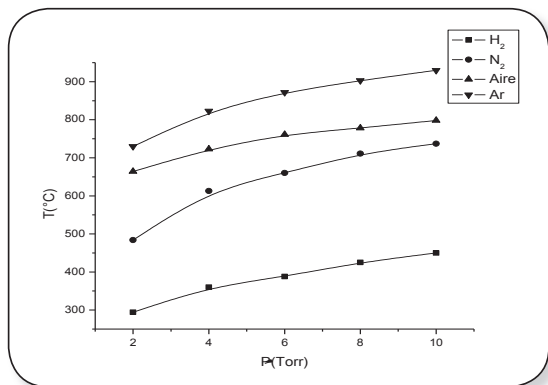


Figura 3. Temperatura en función de la presión para hidrogeno, nitrógeno, argón y aire, en la configuración sin filtrar de la fuente de poder.

Se observa incremento de la temperatura con el aumento presión de la descarga para cada atmósfera utilizada (Figura 3 y 4). Este comportamiento es debido al incremento del número de especies activas (iones y partículas neutras energéticas) que inciden sobre el cátodo, cuando se incrementa la presión de las descarga en cada una de las atmósferas gaseosas [4]. También se observa una diferente temperatura entre las diferentes tipos de atmósferas, siendo mayor la del argón y menor la del hidrógeno, evidenciando que a menor masa molecular de la especie incidente sobre el cátodo, menor su cantidad de movimiento y por ende menor energía transferida a la superficie.

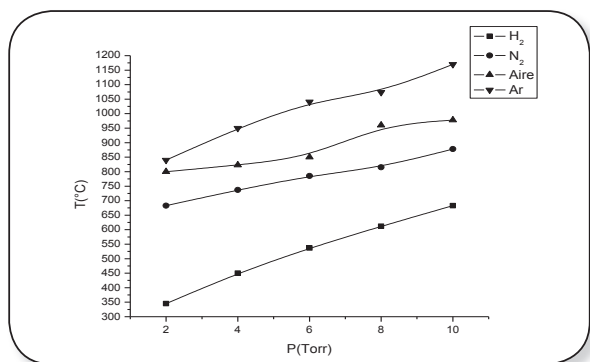


Figura 4. Temperatura en función de la presión para hidrogeno, nitrógeno, argón y aire, en la configuración filtrada de la fuente de poder.

Tabla No. 1 Masa molecular y potencial de ionización de los gases utilizados como atmósfera en descarga luminiscente [8].

Gas	Masa molecular (uma)	Potencial de ionización (eV)
Ar	40	15.80
Aire	28,84	-
N <sub>2</sub>	28	14.66
H <sub>2</sub>	2	13.65

Contrastándose las dos configuraciones de la fuente de poder, se pueden observar mayores temperaturas para una misma especie gaseosa en la configuración filtrada de la fuente (Figura 4) con respecto a la configuración sin filtrar (Figura 3). Este comportamiento concuerda con la mayor energía promedio suministrada por el circuito con señal filtrada [9], la cual es transferida a las especies activas del plasma reflejándose en la mayor temperatura alcanzada por el cátodo en esta configuración.

En las Figuras 5 y 6 se muestra la corriente de la descarga en función de la presión para la configuración sin filtrar y filtrada de la fuente de poder, respectivamente. En las dos configuraciones se evidencia el aumento de la corriente de la descarga para cada atmósfera gaseosa con el incremento de la presión, lo cual conlleva a un aumento de la temperatura del cátodo como se discutió para las Figuras 3 y 4. Así se corrobora que a mayor presión mayor número de especies energéticas están llegando al cátodo, como es de esperarse para la descarga luminiscente anormal [8]. Comparativamente, la mayor corriente observada en las curvas de la Figura 5, con respecto a las de la Figura 6, también muestran la mayor energía promedio suministrada a la descarga cuando se utiliza la configuración filtrada de la fuente de poder [9].

En las Figuras 7 y 8 se muestra la diferencia de potencial de la descarga en función de la presión para los gases utilizados. En las dos Figuras se observa la disminución de la caída

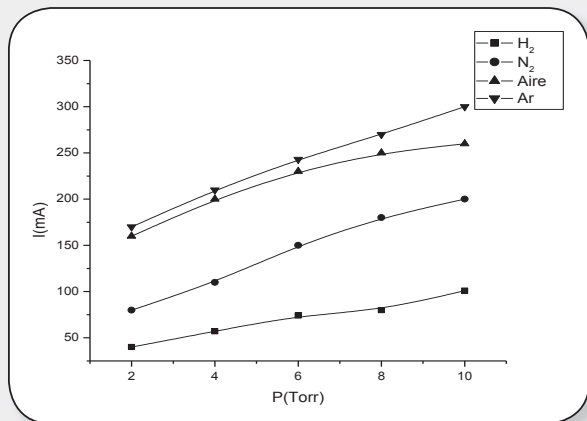


Figura 5. Corriente en función de la presión para, nitrógeno, argón y aire, para configuración sin filtrar de la fuente de poder.

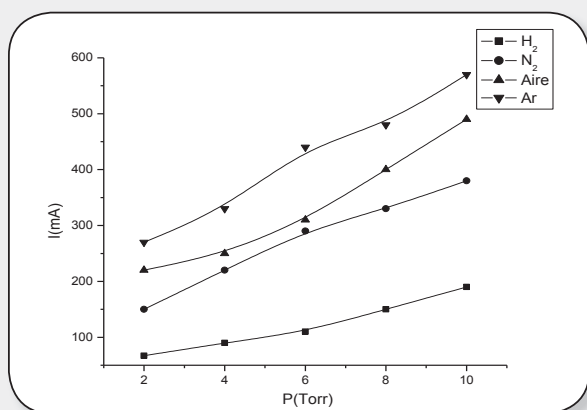


Figura 6. Corriente en función de la presión para, nitrógeno, argón y aire, para configuración filtrada de la fuente de poder.

del potencial de la descarga con el aumento de la presión. Este comportamiento es inverso al mostrado por la corriente (Figuras 5 y 6), lo cual implica que a mayor número de especies energéticas incidiendo sobre el cátodo de las descargas, menor es la diferencia de potencial necesario para mantener la misma [8]. También se observan mayores voltajes en la descarga con la configuración filtrada de la fuente de poder, debido a la mayor energía media entregada al sistema bajo estas condiciones [9].

#### Atmósferas conformadas por mezclas de gases.

En atmósferas gaseosas de Ar/N<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>, y Ar/H<sub>2</sub>, manteniendo la configuración filtrada

de la fuente de poder, se observó el comportamiento de la temperatura del cátodo de la descarga en función de la presión parcial de H<sub>2</sub> y N<sub>2</sub>, variando la presión parcial de nitrógeno e hidrógeno desde 1 torr hasta 10 torr. En la Figura 9 se muestra el comportamiento de la temperatura en función de la presión parcial de hidrógeno y nitrógeno para las diferentes mezclas. La temperatura del cátodo sufre un incremento al agregar pequeñas cantidades de H<sub>2</sub> al Ar y al N<sub>2</sub>, con respecto a los gases puros, observándose un máximo en la mínima cantidad de H<sub>2</sub> agregado (10%). Este mismo comportamiento se insinúa para la mezcla Ar/N<sub>2</sub>. Otros autores han estudiado el efecto del hidrógeno y el nitrógeno al ser adicionado en pequeñas cantidades a la atmósfera de una descarga en medios gaseosos, observándose un aumento de la eficiencia de la misma [10-12]. El aumento en la eficiencia de la descarga se debe a que el H<sub>2</sub> y N<sub>2</sub>, mezclados con los otros gases ensanchan y aumentan la distribución energética de las partículas de la descarga por el aporte de iones atómicos y moleculares adicionales que son combinación de los átomos de los gases que conforman la mezcla. El hidrógeno también contribuye a disminuir las pérdidas por colisiones a tres cuerpos en el cátodo de la descarga, debido a su carácter más liviano [13] y a mejorar la interacción con la superficie del cátodo debido a su carácter reductor. El menor potencial de ionización del hidrógeno con respecto a los gases de mezcla

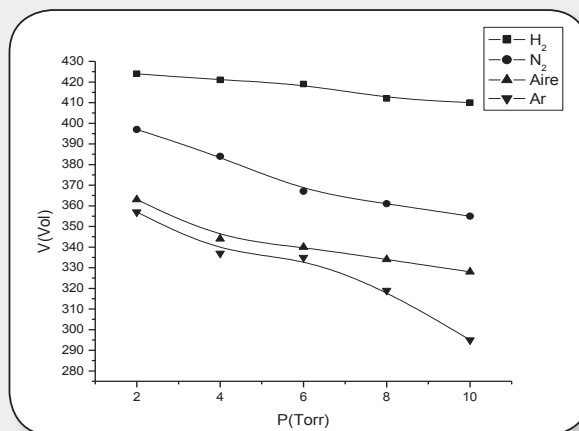


Figura 7. Voltaje en función de la presión para hidrógeno, nitrógeno, argón y aire, para la configuración sin filtrar de la fuente de poder.

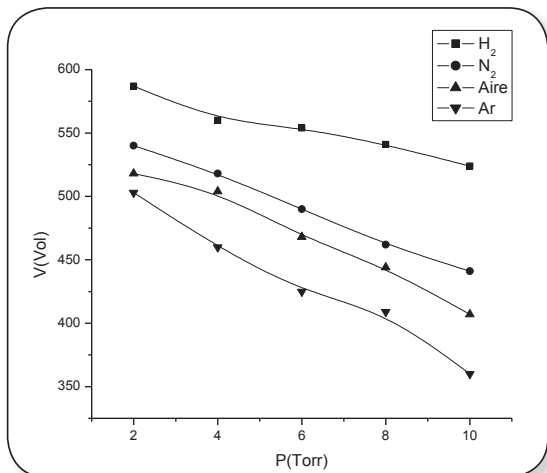


Figura 8. Voltaje en función de la presión para hidrogeno, nitrógeno, argón y aire, para la configuración filtrada de la fuente de poder.

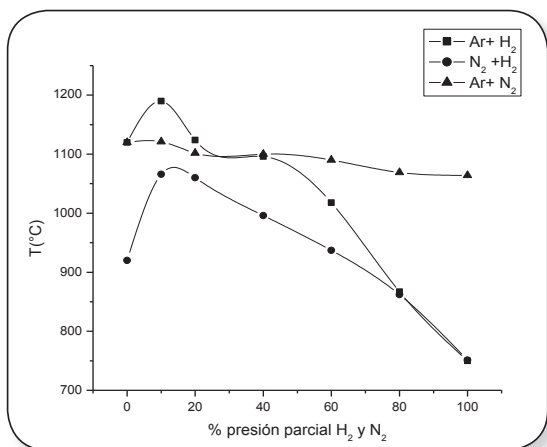


Figura 9. Temperatura en función de la presión parcial de H<sub>2</sub> y N<sub>2</sub> para las mezclas Ar/N<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>, y Ar/H<sub>2</sub> en la configuración filtrada de la fuente de poder.

y del nitrógeno con respecto al argón (Tabla I), también contribuyen a disminuir las pérdidas de energía por colisión a tres cuerpos. Así, el aumento observado de la temperatura de la descarga, puede ser debido al aumento de la eficiencia de la misma al agregarse pequeñas cantidades de H<sub>2</sub> o N<sub>2</sub>.

Después del máximo de temperatura, para sucesivas adiciones de hidrógeno a las diferentes mezclas gaseosas, se observa una disminución gradual de la temperatura del cátodo debido a la disminución de la energía cinética de las partículas que llegan al cátodo pues se disminuye la masa promedio de las moléculas de la atmósfera gaseosa.

En las Figuras 10 y 11 se muestra la diferencia de potencial y la corriente de la descarga en función del contenido de hidrógeno y nitrógeno en la mezcla gaseosa, para la configuración filtrada de la fuente de poder. En la Figura 10, correspondiente a la corriente en función de la presión parcial de hidrógeno, se observa un máximo alrededor de la mínima cantidad de hidrógeno y nitrógeno agregado (10%), mientras que el voltaje presenta un mínimo alrededor de este mismo valor, lo cual valida lo discutido para el comportamiento de la temperatura de la Figura 9.

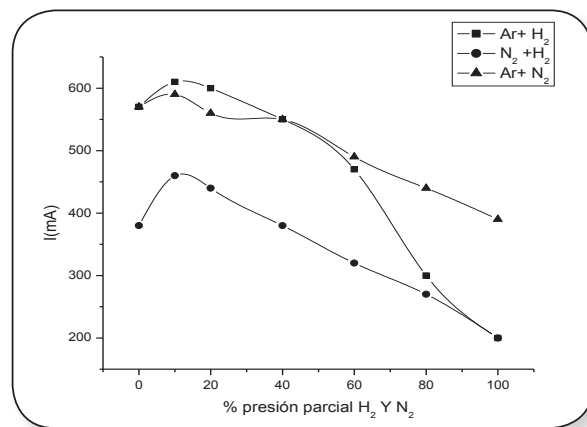


Figura 10. Corriente en función de la presión parcial de H<sub>2</sub> y N<sub>2</sub> para las mezclas Ar/N<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>, y Ar/H<sub>2</sub> en la configuración filtrada de la fuente de poder.

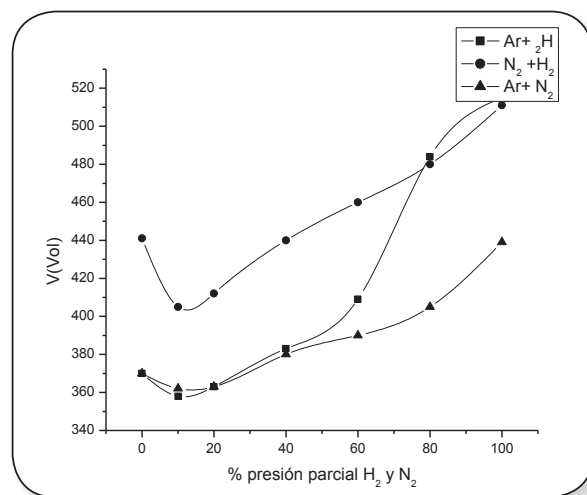


Figura 11. Voltaje en función de la presión parcial de H<sub>2</sub> y N<sub>2</sub> para las mezclas Ar/N<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>, y Ar/H<sub>2</sub> en la configuración no filtrada de la fuente de poder.

## Conclusiones

Se ha realizado el montaje de un horno utilizándose la descarga luminiscente, el cual proporciona temperaturas entre 345°C y 1170°C ajustables mediante el tipo de atmósfera gaseosa, la proporción de gases que constituyen la atmósfera gaseosa y la presión de la misma. La eficiencia de la descarga puede mejorarse adicionando pequeñas cantidades de H<sub>2</sub> o N<sub>2</sub> a la atmósfera constituyente de la descarga, como se evidencia en la mezcla Ar-H<sub>2</sub> y Ar-N<sub>2</sub>. Esto se evidencia en el aumento de la temperatura del cátodo a menores potencias de la descarga. Con el aumento, la presión de la descarga, para cada atmósfera utilizada, se observa también un incremento en la temperatura del cátodo. Finalmente, se pueden observar mayores temperaturas, para una misma especie gaseosa, en la configuración filtrada de la fuente con respecto a la configuración sin filtrar.

## Referencias

- [1] Torres, J. P., Sola, A. Gomero, A. J. La electricidad y la generación de plasma. España: Universidad de Córdoba, 2003
- [2] Albella. J. M. Técnicas de deposición física (PVD): Instituto Ciencia de materiales, CSIC Madrid, 2004
- [3] Sarmiento Santos, Armando. Introdução de nitrógeno em ligas sinterizadas de Fe-Cr, submetidas a una descarga luminiscente Anormal. Florianópolis, Brasil, 2003, 96 h. Trabajo de grado (Doctor en ciencia e ingeniería de materiales). UFSC. Curso de Pósgraduação em Ciência e Engenharia de Materiais.
- [4] Chapman, B. Glow Discharge Processes, John Wiley and Sons, New York, 1980.
- [5] Kubaschewski, O., Alcock, C. B., Spencer, P. J. Materials Thermochemistry, 6th edition, Pergamon Press Ltda, Oxford, England, 1993.
- [6] Michael S., Barnes, John C. Forster and John H. Keller. Appl. Phys. Lett. 62 (21), 24 May 1993.
- [7] Godyka, V. A. Piajak, R. B., Alexandrovich B. M. J. Appl. Phys. 73, No. 8 (1993).
- [8] Von Engel, A. Ionized Gases. New York: American Institute of Physics, 1994.
- [9] Rashid, Muhammad H. Power electronics handbookf. Academic Press, San Diego, California, USA, 2001.
- [10] Budtz-Jørgensen, C. V., Kringhøj, P., Bøttiger, J. The critical role of hydrogen for physical sputtering with Ar-H<sub>2</sub> glow discharges. Institute of Physics and Astronomy, University of Aarhus, Ny Munkegade, 8000 Aarhus C, Denmark (1999).
- [11] Berg, M., Budtz-Jorgensen, C. B., Reitz, H., Schweitz, K. O., Chevalier, J., Kringhøj, P., Bottiger, J. On Plasma Nitriding of Steels. En: Surface and Coatings Technology. 124 (2000); 25-31.
- [12] Rapakoulias, D. E., Gerassimou, D. E. Simulation of Energy transfer from a Glow Discharge to a Solid Surface. En: J. Appl. Phys. 62, No. 2 (1987); 402-408.
- [13] Ricard, A., Czerwiec, T., Belmonte, T., Bockel, S., Michel, H. Detection by Emission Spectroscopy of Active Species in Plasma-Surface Processes. En: Thin Solid Films. 341 (1999); 1-8.