

# UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS

# FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS E INGENIERÍA



# OXIDACIÓN POR PLASMA DE UN ACERO DE BAJO CARBONO

# TESIS PROFESIONAL SEBASTIÁN ADONAÍ RENDÓN GALINDO

Cuernavaca, Morelos. 2020

# FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS E INGENIERÍA U.A.E.M

# OXIDACIÓN POR PLASMA DE UN ACERO DE BAJO CARBONO

TESIS

PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO MECÁNICO

Presenta

SEBASTIÁN ADONAÍ RENDÓN GALINDO

# DEDICATORIA

A mi Madre por ser el sustento, el cobijo y el apoyo del día a día a crear un buen hombre, por ser la madre que todo hijo quisiera tener, por su dedicación, esfuerzo y sacrificio te estaré agradecido de por vida Madre.

Ah mis hermanas (Olinca, Perla y Kaeri) y sobrinos (Chuy, Junior, Karen, Karoll y Steven) por estar en momentos de crisis y decepción. En especial a mi hermana Olinca por jamás dejar de creer en mí y por ser una gran hermana, amiga y ejemplo a seguir.

Y en especial a esa mujer que amo tanto (Paloma), la cual me ha brindado su apoyo incondicional ante situaciones adversas, que ha sido mi sustentos en días malos y que ha sabido sobrellevar mis situaciones de miedo, a esa mujer toda mi amor y toda mi admiración. <u>En la vastedad del espacio y en la inmensidad del tiempo, mi alegría es haber compartido un planeta y una época contigo.</u>

### AGRADECIMIENTOS

**Dr. Osvaldo Flores Cedillo,** por su gran apoyo en la realización del presente trabajo, así como las asesorías para comprender y entender los resultados de las pruebas realizadas.

**Dr. Bernardo Campillo,** por su apoyo en los análisis metalográficos y análisis de resultados.

Dr. Fermín Castillo, por su apoyo en conceptos sobre el tema del plasma.

**Ing. Héctor Hugo,** por el apoyo técnico brindado así como el maquinado y corte de piezas que facilitaron las pruebas experimentales.

Laboratorio de posgrado de la UNAM, que me permitió utilizar los equipos para realizar pruebas mecánicas.

**Instituto de Ciencias Físicas,** por las instalaciones brindadas para hacer posible el presente trabajo.

**Dr. Horacio Martínez Valencia,** por ser mi asesor y a un más un gran amigo, al cual estimo por su dedicación dentro y fuera del instituto. Al cual le tengo una gran admiración por ser un gran doctor y una gran persona y por toda la experiencia, el buen trato y sobre todo por enseñarme a entender cosas físicas y matemáticas. Todo mi afecto.

**Ing. Oscar Xosocotla Espejel**, por ser mi gran amigo, al cual le doy el agradecimiento por el tiempo de soporte y asesoría técnica de cómo elaborar mi tesis y al concluir con ella. Mi eterno agradecimiento.

**Edgar Arellano Miranda y familia,** Por ser mi mejor amigo y apoyarnos en las buenas y en las malas, por brindarme el calor de un hogar en su casa con sus papás y hermanos que los estimo con el corazón.

**Ing. Emmanuel Julián Linares,** Por ser mi amigo de vida, por formar parte de buenos y malos momentos de vida. Por ser mi ser mi mejor amigo.

# Contenido

Capítulo I	1
I Introducción	1
I.1 Objetivo	1
Capítulo II	2
II Fundamento teóricos.	2
II.1 Estructura cristalina	2
II.2Aleaciones férreas (hierro-carbono)	5
II.3 Clasificación de los aceros por contenido de carbono	6
II.4Aceros al Carbón	10
II.4.1 Aceros de bajo Carbono	10
II.4.2 Aceros al medio Carbono	10
II.5.1 Aceros dulces	11
II.5.2 Aceros aleados	11
II.5.3. Aceros de alta resistencia y baja aleación	11
II.6 Aceros Inoxidables	12
II.6.1- Aceros Inoxidables Ferríticos	12
II.6.2 Aceros Inoxidables Austeníticos	12
II.6.3 Aceros Inoxidables Martensíticos	12
II.7 Bases de oxidación	13
II.8 Cinética de oxidación	14
II.9 Formación de óxidos de hierro	15
II.10 Oxidación de acero	16
II.11 Tratamiento por plasma	
Capítulo III	19
III Desarrollo experimental	19
III.1 Preparación de muestras. Corte, desbaste, pulido y ataque químico	19
III.1.1Corte de las piezas	19
III.1.2Desbaste de piezas	20
III.1.3 Pulido de piezas	21
III.1.4 Ataque químico	23
III.2 Tratamiento por plasma	25
III.2.1- Tratamiento con un plasma de O2 a una presión de 4 torr por 12hrs	25

III.3Espectrocopía Raman	27
III.3 Caracterización elemental del acero tratado	28
III.5 Microscopio óptico	
Capítulo IV	
IV.1 Análisis elemental (microscopio electrónico de barrido (SEM)	
IV.2 Análisis óptico de la pieza sin tratar con ataque químico	42
IV.3 Análisis óptico de la muestra con tratamiento con plasma (Oxidación)	43
IV.4 Análisis Raman	44
IV.5 Coeficiente de difusión o difusitividad.	45
Capítulo V	46
V.1. Conclusiones	46
V.2.Recomendaciones	46
V.3. Referencias	46

# Capítulo I

### I.- Introducción

En un tratamiento por plasma en un acero se produce un cambio físico-químico en su superficie. Las variables principales en un tratamiento plasman son la temperatura, el tiempo y la presión atmosférica. El proceso de oxidación iónica se lleva a cabo dentro de una cámara con atmosfera controlada rica en oxígeno. La muestra a tratar se coloca entre dos electrodos donde se le aplica una corriente eléctrica la cual ioniza el gas  $O_2$  (plasma) el cual interactúa con la superficie del acero produciendo una capa de óxidos sobre la superficie del acero.

Una de las variables importantes en los tratamientos por plasma es el tiempo de exposición, es por ello, que utilizamos un determinado tiempo de tratamiento para observar los diferentes cambios que sufre la superficie del acero.

Los tratamientos por plasma son utilizados en el área industrial, principalmente en los componentes que están expuestos a agentes corrosivos y oxidantes como son el oxígeno, el agua y el medio ambiente (humedad). para poder medir el tiempo de oxidación del metal y así poder darle algún tratamiento ante este tipo de agentes oxidantes y poder detener su oxidación ya que, durante el tratamiento por plasma se genera una capa de óxido protectora sobre la superficie del acero.

En el capítulo 2, se presentan las bases teóricas que nos ayudaron a realizar este trabajo, así como, en la interpretación de los resultados obtenidos en las diferentes técnicas experimentales que se utilizaron. con la cuales se llevará a cabo la comparación del experimento, mientras que en el capítulo 3 se presenta el procedimiento de cómo se llevó a cabo todo el proceso de la oxidación de la superficie del acero, empezando desde el corte, pulido, oxidación en la cámara a baja presión, una vez realizado el proceso, las muestras fueron analizadas por medio de diferentes técnicas experimentales. y finalizando con las pruebas mecánicas de nuestro metal ya oxidado. Finalizando con nuestro capítulo 4 donde se presentan nuestros resultados y conclusiones que se obtuvieron a partir de los datos obtenidos realizadas.

### I.1.- Objetivo

El objetivo del presente trabajo, es caracterizar la superficie de un acero de bajo carbono después de un tratamiento por plasma de baja presión en una atmosfera de oxígeno, así mismo, estimar el tamaño de la capa formada debido al tratamiento por plasma.

# **Capítulo II**

#### II.- Fundamento teóricos.

#### II.1.- Estructura cristalina.

La estructura cristalina es la forma en cómo se ordenan y empaquetan los átomos, partículas o iones en un sólido cristalino determinado, es decir los átomo, partículas o iones ocupan posiciones específicas dentro del campo del solido cristalino, en donde el empaquetado se da de manera ordenada y con seguimiento de patrones de repetición que se extienden en las tres dimensiones del espacio. Gracias a esta distribución de partículas en el sólido cristalino, las fuerzas netas de atracción intermolecular son máximas. Las fuerzas que mantienen la estabilidad de un cristal puede ser iónicas, covalentes [1], de enlaces de hidrogeno, de Van der Waals o una combinación de todas ellas.

Para el estudio de las estructuras cristalinas se tomará en cuenta una celda unitaria, la cual es la unidad estructural repetida de un sólido cristalino. Cada solido cristalino se representa con uno de los siete tipos de celdas unitarias (**figura 1**) las cuales se presentan en la siguiente imagen:



Figura 1: Tipo de celdas unitarias.

La geometría de una celda unitaria cubica la cual es el objetivo de estudio en el análisis de nuestro metal es particularmente simple porque todos sus lados y ángulos que la conforman son iguales y en donde cada esfera en el vértice dentro de nuestra celda unitaria representa un átomo, ion o molécula y se le denomina punto reticular.

#### II.1.1.-Empaquetamiento de esferas

La distribución y estructura tridimensional ordenada de las esferas en forma de capas van a definir el tipo de celda unitaria final de un sólido cristalino. El empaquetamiento (**Figura 2**) consiste en determinar la fracción de todo el espacio que puede ser cubierto por un cierto número de esferas con interiores disjuntos. Para el estudio de nuestra estructura cristalina del material, analizaremos dos tipos de celdas cubicas (CC Y CCC) que son pertenecientes a nuestro material de estudio.



Figura 2: Empaquetamiento de esferas.

Para el análisis de la celda cubica centrada en el cuerpo (CC) (**Figura 3**) tomaremos como punto de partida un cubo simple en el que la segunda capa de esferas se va acomodar en los huecos de la primera capa, mientras que la tercera capa de esferas lo va hacer en los huecos de la segunda capa, donde cada esfera acomodada tiene un numero de coordinación. El número de coordinación se define como el número de átomos que rodean a un átomo en una red cristalina [1]. Su magnitud es una medida que verifica que tan compactas están empacadas las esferas.

El número de coordinación de nuestra celda cubica centrada en el cuerpo es de 8: donde mayor sea el número de coordinación, el espacio dejado entre esferas será menor y estas se encontrarán más compactas.



Figura 3: Celda cubica centrada en el cuerpo (CC)

Cada celda unitaria del solido cristalino colinda con otras celdas unitarias así formando una red de átomos que comparten celdas unitarias vecinas (**Figura 4**), donde el vértice que está tomado por un átomo comparte enlace con otras ocho celdas unitarias. Cada celda tiene un equivalente a dos átomos por celda unitaria, donde en el centro de nuestra celda unitaria nos encontramos con un átomo entero y en los vértices de la celda unitaria encontramos un octavo de átomo por cada vértice, así formando un átomo entero al sumar el un octavo de átomo [1] de cada uno de los vértices pertenecientes a nuestra celda unitaria (**Figura 5**).



Figura 4: Celdas unitarias vecinas

Figura 5: Distribución de esferas

Para el analisis de la celda cubica centrada en las caras (**Figura 6**) (CCC) se puede observar que el numero de coordinación perteneciente a este estructura es igual a 12, ya que cada atomo perteneciente a la celda le pertenecen doce atomos circundantes dentro del solido cristalino, el numero de atomos pertenecientes a cada celda unitaria es de 4 por la sumatoria del un octavo de atomo de nuestros ocho vertices y los seis medios de atomo de nuestras caras centradas en la celda (**Figura 7**).



Figura 6: Celda cubica centrada en las caras



Figura 7: Distribucion de esferas

#### II.1.2.-Empaquetamiento compacto

El empaquetamiento compacto (**Figura 8**) es aquel en el cual se logra una densidad máxima de átomos en la celda unitaria, en donde el empaquetamiento compacto, se inicia en la estructura con su primera capa (A) (**Figura 8**) en donde la rodean 6 átomos vecinos próximos. En la segunda capa (B) (**Figura 8**) los átomos se empacan en los pequeños huecos que quedan de la primera capa (A), de tal manera que todos los átomos queden lo más juntos posibles. [1]

Para el acomodo de la tercera capa esta puede tomar dos maneras de acodamiento, la primera se puede acomodar en los huecos de tal manera que cada átomo de la tercera capa quede directamente sobre un átomo de la primera capa(A) dado que no hay diferencia de distribución entre la primera capa (A) y la tercera capa (también llamada A) (Figura 8). Para la segunda forma lo hacen de manera alternativa, donde es posible que los átomos de la tercera capa se acomoden en los huecos que están directamente sobre la primera capa (A) de átomos (Figura 8). [1]



(Figura 8): Empaquetamiento compacto

### II.2.-Aleaciones férreas (hierro-carbono)

El acero es una aleación de hierro con un pequeño porcentaje de carbono, que da como producto propiedades mecánicas especiales como la dureza y la elasticidad. El hierro es un metal alotrópico, por lo cual puede dar más de un tipo de estructura retículas dependiendo a la temperatura que se maneje.

Las fases en las que se pueden encontrar las aleaciones Hierro-Carbón son las siguientes (Figura 9).



(Figura 9): Diagrama de fases del hierro

*Ferrita:* solución solida de Fe –  $\alpha$ , con composicipon máxima de C a 0.025% de C a 723°C y de 0.008% a temperatura ambiente (estructura cubica centrada en el cuerpo). [2]

*Austenita:* solución de Fe –  $\gamma$  (estructura centrada en las caras), aparece a una temperatura de 912°C con composición máxima de C, a 1130°C [2]

*Cementita:* Fe<sub>3</sub>C de estructura ortorrómbica, compuesto de 6.67% de C y 93.33% de Fe.

Perlita: Compuesto por un 86.5% de Ferrita y de 13.5% de cementita, de estructura laminar

A temperatura ambiente el hierro adopta la forma estable que es la Ferrita o Fe –  $\alpha$  (CCB), la Austenita o Fe –  $\gamma$  (FCC) aparece a las temperatura de 912°C donde sufre una transformación polifórmica, a 1394°C la Austenita sufre cambio de estructura (CCI) que se le conoce como Fe –  $\delta$ , la cual se funde a 1538°C. [2]

Estos cambios ocurren en el eje vertical de nuestro diagrama Fe - C (**Figura 10**) en el eje horizontal se encuentra la concentración de carbono la cual llega hasta 6.70%, ya que la concentración de 6.7 a 100% de carbono se le denomina como grafito.

La ferrita presenta una característica blanda y dúctil, sin embargo, la Cementita presenta una característica dura pero frágil y su presencia en los aceros aumenta su resistencia mecánica.

Las microestructuras de las aleaciones van a depender tanto del porcentaje de carbono, así como del tratamiento térmico al que se someta, al enfriarlos muy lentos se dan condiciones de equilibrio, pero si se dan en una forma rápida cambia la microestructura, debido a esto sus propiedades mecánicas se ven modificadas.



#### **Figura 10:** *Diagrama de Fe – C*

### II.3.- Clasificación de los aceros por contenido de carbono

La representación esquemática de los tipos de acero por contenido de carbono se presenta en la (Figura 11). [3]



Figura 11: Microestructuras del acero de acuerdo a su contenido de carbono.

Aceros Eutéctoides: los aceros eutéctoides son aquellos en los que la fase austenítica solida tiene composición del eutéctoide 0.77%, inicialmente se obtiene una fase  $\alpha$  (Figura 12), tiene granos orientados al azar, al enfriar se obtienen dos fases sólidas y cementita. Se forman dos fases de láminas de ferrita y cementita, a este tipo de microestructura de ferrita y cementita se le conoce como perlita (Figura 13). [3]



Figura 12: Diagrama de la microestructura de un acero eutéctoide (0.77%) (eje x-x)



**Figura 13:** *Microestructura perlítica de un acero eutéctoide con láminas alternas de ferrita* α (fase clara) y cementita (fase oscura)

Aceros Hipoeutéctoide: los aceros hipoeutéctoides son aquellos que su contenido de carbono se encuentra por debajo del 0.77% y están constituidos principalmente por perlita y ferrita. A distintas temperaturas experimenta diferentes fases (Figura 14).



Figura 14: Diagrama de las microestructuras de un acero hipoeutéctoide (eje y-y)



Figura 14: fotomicrografía de un acero con el 0.38% C, microestructura constituida por perlita y ferrita proeutoctoide.

Aceros Hipereutéctoides: Los aceros hipereutéctoides son aquellos que su porcentaje de carbono se encuentra entre 0.77% y 2.1% y está constituido por microestructuras proeutéctoide reticulada alrededor de las colonias de perlita (Figura 15). En el eje horizontal z-z se pueden observar sus distintas fases que se obtienen a distintas temperaturas (Figura 16) [4]



Figura 16 : Diagrama esquemático de las distintas fases de un acero hipereutéctoide



Figura 15: Microestructura de un acero hipereutéctoide

#### II.4.-Aceros al Carbón

Más del 90% de los aceros al carbono contienen distintas cantidades de carbón y pequeños porcentajes de Manganeso, Cobre y Silicio. Los productos derivados del acero al carbón son vigas, carrocerías de automóviles, máquinas y horquillas. Los aceros al carbono se califican en bajo, medio y alto contenido de carbono.

#### II.4.1.- Aceros de bajo Carbono

Los aceros de bajo carbono contienen menos del 0.25% de carbono, los cuales a someterlos a tratamiento térmico no responden para formar martencita. Su microestructura está constituida por ferrita y perlita, debido a que son blandos y poco resistentes son utilizados para la fabricación de carrocerías, vigas y láminas para puentes por su ductilidad y tenacidad.

Dentro de los aceros de bajo Carbono se encuentras los de alta resistencia y baja aleación, los cuales contiene concentraciones de elementos aleantes como: Cu, V, Ni y Mo los cuales le proporciona excelentes propiedades mecánicas, las cuales pueden elevarse al someterlas a tratamientos térmico, manteniendo sus propiedades de fácil mecanizado. Los aceros de bajo carbono son utilizados en la fabricación de estructuras que están expuestas a elevados esfuerzos, un ejemplo es en la construcción de: columnas de soportes de edificios, puentes y vagones de tren. [5]

#### II.4.2.- Aceros al medio Carbono

Su contenido de carbono se encuentra entre el 0.25% y el 0.60% en peso, estos se pueden tratar térmicamente por austenización, temple y revenido para la mejora de sus propiedades mecánicas, su microestructura característica es martencita revenida. La adición de otros elementos (Cr, Ni y Mo) ayuda a que el tratamiento sea efectivo, en la ausencia de estos elementos es difícil de llevar acabo el tiramiento térmico. Este tipo de aceros son menos dúctiles y maleables, pero presentan mayor resistencia que los aceros de bajo carbono. Son ideales para la fabricación de piezas como: Martillos, cigüeñales, pernos etc. [5]

#### II.4.3.- Aceros de alto Carbono

Su contenido en carbono se encuentra entre 0.60% y 1.4%, sus características es que son muy duros y resistentes (excelente ductilidad) a diferencias de los demás aceros al carbono. La mayoría de veces se les hace tratamiento térmico, un templado o un revenido que los hace que presenten resistencia al desgaste y que sean capaces de adquirir la forma de herramientas de corte, generalmente contienen Cr, W, V y Mo, estos aleantes hacen que formen carburos muy duros, generalmente se utilizan para herramientas de corte como: Hojas de sierra, herramientas de tornos, cuchillos, hilos de alta resistencia, hojas de cierra etc. **[6]** 

#### II.5.- Aceros de alta y baja aleación

Para el estudio de los aceros de alta y baja aleación es necesario conocer la diferencia entre los aceros microaleados y los aceros de alta resistencia y baja aleación. Debido a que los presenta mayor resistencia que los acerosa llamados dulces, ya que los dos contienen pequeñas cantidades de elementos como Nb, V, Ti, los cuales forman carburos y nitruros: La diferencia radica en los porcentajes de elementos aleantes. **[7]** 

#### II.5.1.- Aceros dulces

Los aceros dulces son los que contienen Carbono y Manganeso como desoxidante. Los aceros dulces generalmente su porcentaje de elementos aleantes en peso es: 0.1 a 0.25% C, 0.4 a 0.7% Mn, 0.1 a 0.5% Si e impurezas como Fosforo(P) y Azufre (S).

Las impurezas que son el Azufre y el Fosforo vienen desde la obtención de Hierro. El Azufre en altas cantidades fragiliza al acero es por eso que se mantiene en bajas cantidades estabilizándolo con el Manganeso.

El acero dulce es suave y de baja dureza el cual se puede trabajar con facilidad, es decir se puede cortar y soldar con facilidad. Las características que presentan los aceros dulces es que tienen un límite elástico aproximado a 200MPa(30Ksi) con una porción de elongación en fractura entre 0.30 - 0.35 y con una tenacidad al impacto alrededor de  $-10^{\circ}$ C [6]

#### II.5.2.- Aceros aleados

Los aceros al Carbono son el los cuales su contenido de Manganeso y Silicio no es mayor a 1.5% y 0.5% respectivamente. Todos los aceros que se encuentra fuera de este rango son considerados como aceros aleados.

#### II.5.3. Aceros de alta resistencia y baja aleación

Son aquellos aceros que contienen menos del 6% de elementos aleantes, lo cual incluye a los aceros estructurales de alta resistencia, aceros para tratamiento térmico, aceros especiales para uso eléctrico etc.

Además de contener carbono y manganeso, la resistencia de estos aceros se debe a que se usan como elementos de aleación al Columbio, Vanadio, Cromo, Silicio, Cobre, Níquel y otros. Estos aceros tienen límites de fluencia tan bajos como 42,000 psi (2,940 kg/cm2) y tan altos como 65,000 psi (4,550 kg/cm2). Estos aceros tienen mucha mayor resistencia a la corrosión que los aceros simples al carbón **[8]** 

#### II.6.- Aceros Inoxidables

La característica principal de los aceros inoxidables es que presentan una gran resistencia a la corrosión. Uno de los elementos aleantes de los aceros inoxidables es el Cromo con un contenido mínimo de 11%, el cual brinda excelente protección en un ambiente corrosivo. La mezcla del Cr, N y Mo, mejora su resistencia a la corrosión.

La clasificación de los aceros inoxidables se da en Ferríticos, Austeníticos y Martensíticos de acuerdo a su microestructura. Estos son ocupados en partes de aviones, misiles, turbinas de gas, generadores de vapor, etc., debido a su alta resistencia a la oxidación a elevadas temperaturas y a su integridad mecánica que puede llegar hasta 1000°C [9]

#### II.6.1- Aceros Inoxidables Ferríticos

Los Aceros Inoxidables Ferríticos son los llamados aceros inoxidables al Cromo (11% a 25%) con bajo contenido de Carbono (0.20% máximo) se obtienen por recocido y los más comunes son: Fe, C 0.08%, Cr 11%, Ti 0.75% y Mn 1.5% que se utilizan en tubos de escape y Fe, C 0.20%, Cr 25% y Mn 1.5% los cuales se utiliza en válvulas a alta temperatura y moldes para vidrio

#### II.6.2.- Aceros Inoxidables Austeníticos

Los Aceros Inoxidables Austeníticos se obtiene por recocido y los más usuales, son los que contienen microestructura austenitica por la presencia de grandes cantidades de Ni son: Fe, C 0.08%, Cr 18%, Ni 8% y Mn 2%, estos se emplean en la industria alimentaria y Fe, C 0.03%, Cr 17%, Ni 12%, Mo 2.5% y Mn 2% utilizadas en estructuras soldadas que son los más comunes. [8]

#### II.6.3.- Aceros Inoxidables Martensíticos

Los Aceros Inoxidables Martensíticos se obtienen por temple, recocido y revenido, y las dos composiciones más importantes son: Fe, C 0.15%, Cr 12.5% y Mn 1%, utilizado para caños de rifles. Y la otra es: Fe, C 0.70%, Cr 17%, Mo 0.75 y Mn 1% utilizado en cuchillería e instrumental quirúrgico **[9].** 

#### II.7.- Bases de oxidación

La oxidación viene dada al ceder electrones el elemento que se oxida al elemento oxidante, esto sucede cuando un átomo inestable pierde un electrón, lo que permite que el átomo forme un compuesto nuevo con otro elemento. [4]

 $Material(metal) + Oxigeno \rightarrow Óxido de Material(Metal) \pm Energia$ 

- Si es +, la reacción es exotérmica  $\rightarrow$  formación de óxido.
- Si es -, la reacción es endotérmica  $\rightarrow$  sera de dificil oxidación.

Esta reacción, para formación de óxido,  $Fe + O_2 \rightarrow Fe_2^{+3}O_3^{-2}$ , puede descomponerse en dos formas:

- Una de oxidación (pérdida de electrones):  $Fe \rightarrow Fe + 3\overline{e}$
- Una de reducción (ganancia de electrones):  $\mathbf{0} + 2\bar{\mathbf{e}} \rightarrow \mathbf{0}^{-2}$

Existen dos tipos de reacciones químicas:

- 1. Las cuales reaccionan iones o moléculas sin cambios aparentes en la estructura electrónica de las partículas.
- 2. La segunda puede haber transferencia de electrones de una partícula a otra de tal manera que modifica su estructura electrónica.

Oxido-Reducción del Hierro(II) y Hierro (III)

• Óxido de Hierro(II)

 $\begin{array}{l} Fe+ \ O_2 \rightarrow Fe^{+2}O^{-2} \\ Fe+ \ O_2 \rightarrow Fe_2^{+2}O_2^{-2} \\ Fe+ \ O_2 \rightarrow FeO \end{array}$ 

 $2Fe + O_2 \rightarrow 2FeO$ 

• Óxido de Hierro (III)

$$Fe + O_2 \rightarrow Fe^{+3}O^{-2}$$

$$Fe + O_2 \rightarrow Fe_2^{+3}O_3^{-2}$$

$$Fe + O_2 \rightarrow Fe_2O_3$$

$$4Fe + 3O_2 \rightarrow 2Fe_2O_3$$

#### II.8.- Cinética de oxidación

La cinética química es el área de estudio de la rapidez o velocidad, con que ocurre una reacción química. En este caso, cinética es la velocidad de reacción, donde es el cambio en la concentración de un reactivo o de un producto con respecto al tiempo (M/s). [1]

La reacción de cualquier reactivo puede representarse por la ecuación general:

reactivos 
$$\rightarrow$$
 productos  
 $Fe + O_2 \rightarrow Fe_2^{+3}O_3^{-2}$ 

Esta ecuación deduce que, durante el transcurso de una reacción, los reactivos se consumen mientras se forman los productos y como resultado, es posible seguir el progreso de una reacción al medir su disminución en la concentración de los reactivos o en el aumento en la concentración de los productos.

Para el progreso de una reacción sencilla donde las moléculas de A ( $Fe + O_2$ ) se convierten en moléculas de B( $Fe_2^{+3}O_3^{-2}$ ) (**Figura 17**)



**Figura 17 [1]:** Reacción de Fe +  $O_2 \rightarrow Fe_2^{+3}O_3^{-2}$ 

Donde el producto final de la reaccion  $A \rightarrow B$  es igual a  $4Fe + 3O_2 \rightarrow 2Fe_2O_3$ , donde la velocidad de disminucion en el numero de moleculas de A y el incremento de velocidad en el numero de moleculas de B con respecto al tiempo se representa en la grafica siguiente (**Figura 18**)



**Figura 18 [1]:** Velocidad de reacción de  $A \rightarrow B$ 

Donde:  $\Delta[A] \ y \ \Delta[B]$  son los cambios en la concentración (molaridad) en un determinado periodo  $\Delta t$ . Para la concentración de [A] disminuye durante el inérvalo de tiempo, $\Delta[A]$ , donde la velocidad es una cantidad positiva así que es necesario un signo menos en la expresión de la velocidad para que esta sea positiva y para  $\Delta[B]$  no es necesario ya que está es una cantidad positiva ya que su

concentración de [B] va en aumento con respecto al tiempo. Estas velocidades son velocidades promedio porque representan el promedio en cierto periodo  $\Delta t$ 

#### II.9.- Formación de óxidos de hierro

El proceso de formación de óxido hierro se lleva a cabo por medio del intercambio de electrones (Ganancia o Pérdida) de los elementos  $Fe y O_2$ , la formación de óxido de hierro se puede dar en dos, la formación de Óxido de hierro (II) [1] y Óxido de hierro (III). [1]

Óxido de Hierro(II) [1]

 $\begin{array}{l} Fe^{+2} + {O_2}^{-2} \rightarrow Fe^{+2}O^{-2} \\ Fe^{+2} \rightarrow Fe^{+4} \qquad El \ elemento \ que \ se \ oxida \\ Fe^{+2} + {O_2}^{-2} \rightarrow Fe_2^{+2}O_2^{-2} \\ O_2^{-2} \rightarrow O^{-4} \qquad El \ elemento \ que \ se \ reduce \end{array}$ 

 $Fe^{+2} + O_2^{-2} \to Fe^0O^0$ 

 $2Fe + O_2 \rightarrow 2FeO$ 



Óxido de Hierro (III) [1]

 $Fe^{+3} + 0_2^{-2} \rightarrow Fe^{+3}0^{-2}$   $Fe^{+3} \rightarrow Fe^{+6} \quad El \ elemento \ que \ ser \ oxida$   $Fe^{+3} + 0_2^{-2} \rightarrow Fe_2^{+3}0_3^{-2}$   $0_2^{-2} \rightarrow 0^{-6} \quad El \ elemento \ que \ se \ reduce$   $Fe^{+3} + 0_2^{-2} \rightarrow Fe_2 0_3$   $4Fe + 30_2 \rightarrow 2Fe_2 0_3$ 



#### II.10.- Oxidación de acero

La oxidación de los aceros es un efecto producido por el oxígeno en la superficie de los materiales y específicamente en los metales en los cuales se acentúa en el aumento de temperatura.

En la oxidación del hierro metálico a Fe(II), el cual permanece en una interface hierro-aire (medio ambiente con  $O_2$ ) de la superficie del metal (**Figura 19**). Sucede en la superficie del hierro el cual funciona como un ánodo y el Fe metálico pasa a Fe(II), según su semireacción:

$$Fe(s) \rightarrow Fe^{2+} + 2e^{-}$$
 oxidacion

Donde una región contigua (a lado) de la superficie del metal funciona como cátodo (reducción), y en donde se produce la reducción del oxígeno atmosférico.

$$O_{2(q)} + 2H_2O + 4e^- \rightarrow 4OH^-$$
 reduccion

El potencial se calcula con los potenciales estándar de la reducción de cada una de las dos semirreaciones [10]

$$E_{pila}^{0} = E^{0} \left( \frac{O_{2}}{OH^{-}} \right) - E^{0} \left( \frac{Fe^{2+}}{Fe} \right)$$
$$E_{pila}^{0} = 0.401V - (-0.440V) = 0.841V$$

Donde la reacción global está dada por:

$$2Fe(s) + 2O_2(g) + 2H_2O \rightarrow 2Fe^{2+} + 4OH^{-1}$$
  
 $E^0 = 0.841 V \qquad n = 4$ 

Donde  $Fe^{2+} y OH^{-}$  se generan como resultado del proceso químico y donde E dependera de  $P_{pO2}$ 

Reaccion catodica  $O_{2(g)} + 2H_2O + 4e^- \rightarrow 4OH^-$ 

Reaccion anodica  $Fe \rightarrow Fe^{2+} + 2e^{-}$ 



Figura 19: Oxidación del material en el medio ambiente

La reacción que ocurre en el caso de tener una superficie de Fe expuesta al aire (**Figura 20**), en el cual consideramos dos puntos con diferente aireación. Sucede de la siguiente manera:

$$Fe(s) \rightarrow Fe^{2+} + 2e^{-}$$
 oxidacion  
 $O_{2(g)} + 2H_2O + 4e^{-} \rightarrow 4OH^{-}$  reduccion

Para el intercambio de electrones se necesita un contacto metálico para intercambiarlos, ese contacto se da en otra zona de la superficie de Fe. En ese punto  $O_2$  se reduce sobre el Fe y la zona actúa como cátodo.[10]



Figura 20: Oxidación de un metal con dos puntos con diferente aireación

Donde la reacción global queda de la siguiente manera:

$$2Fe(s) + O_2(g) + 2H_2O \rightarrow 4OH^- + 2Fe^{2+}$$

El potencial se calcula con los potenciales estándar de la reducción de cada una de las dos semirreaciones.[10]

$$E_{pila}^{0} = E^{0}(catodo) - E^{0}(Anodo)$$

$$E_{pila}^{0} = E^{0}(reaccion \ de \ reducción \ ) - E^{0}(reaccion \ de \ oxidación)$$

$$E_{pila}^{0} = E^{0}\left(\frac{O_{2}}{OH^{-}}\right) - E^{0}\left(\frac{Fe^{2+}}{Fe}\right)$$

$$E_{pila}^{0} = 0.401V - (-0.440V) = 0.841V$$

$$E_{pila}^{0} = E_{0} - \left(\frac{0.059}{4}\right) log\left(\frac{[Fe^{2+}]^{2}[OH^{-}]^{4}}{[P_{po2}]^{2}}\right)$$

Si el aire es casi todo  $O_2$   $P_{pO2} = 1atm$   $E = E_0$  y si  $P_{pO2} > 1atm$   $E > E_0$ 

- Cuanto se mayor ser el valor de  $[P_{pO2}]^2$ , mayor será el valor de E. Lo cual implica que la zona con mayor presión de oxigeno (más aireación) actúa como cátodo.
- Cuanto menor sea el valor de  $[P_{pO2}]^2$ , menor será el valor de E. Lo cual implica que la zona de menor presión de oxigeno (menos aireación) actúa como ánodo. fundamentos de la corrosión metálica, roció Lapuente Aragó, departamento de ingeniera de la construcción universidad de alicante]

#### II.11.- Tratamiento por plasma

El plasma es el cuarto estado de la materia, un plasma es un gas ionizado  $(O_2, N_2, H_2, o Ar)$ , un gas al cual se le proporciona una energía (corriente) para librar a los electrones del vínculo que los une a sus átomos o moléculas.



El método de oxidación iónica o por plasma, se basa en la interacción fisicoquímica del gas  $O_2$  con el material tratado, este método oxida el material con una cierta rapidez en un tiempo determinado. El proceso de oxidación por plasma utiliza una descarga ionizada del gas  $O_2$  en el cual se eleva la temperatura para que los átomos de este puedan liberar sus electrones y las moléculas del oxígeno se puedan unir a las del material, para empezar la reacción fisco-química entre el gas ionizado y el material expuesto.

El método de oxidación por plasma se lleva a cabo en una cámara de vacío (**Figura 21**), en la cual se realiza un vacío antes de introducir el gas  $O_2$ , posteriormente se hace circular una corriente eléctrica atreves de dos electrodos, en los cuales la pieza a oxidar forma parte del circuito. Dada la temperatura del gas ionizado y la liberación de los electrones de los átomos  $O_2$  se empieza la interacción de moléculas de  $O_2$  sobre la superficie del muestra así provocando la oxidación del material.



Figura 21: Sistema de plasma a baja presión: montaje con generador de baja y alta frecuencia

# Capítulo III

#### III.- Desarrollo experimental

Se utilizó un acero 1018 para el tratamiento de oxidación en una cámara a baja presión, el cual antes de ser tratado fue cortado, pulido y tratado mediante un ataque químico antes de realizar el proceso de oxidación por plasma.

III.1.- Preparación de muestras. Corte, desbaste, pulido y ataque químico.

#### III.1.1.-Corte de las piezas

Con la ayuda de una cinta cierra, se cortaron muestras de 1.5 cm de largo a una barra de acero 1018 como se observa en la f (Figura 22) y (Figura 23).





Figura 22: Corte de la pieza en la cierra

Figura 23: Piezas obtenidas

Una vez cortadas las cuatro piezas se limo cada una de las superficies (Figura 24), esto con el fin de eliminar las rebabas generadas en la cinta sierra.



Figura 24: Limado de rebaba de la pieza

#### III.1.2.-Desbaste de piezas

Para el desbaste grueso de las muestras de acero 1018, se utilizaron lijas de tamaño de grano 120, 240 y 320 (**Figura 25**). Esto con el fin de obtener una rugosidad homogénea en las superficies de las muestras.



Figura 25: Tamaño de grano de las lijas

El desbaste se realiza mojando la lija y pasando por ella la pieza de forma continua (**Figura 26**), de tal forma que la pieza al pasarla por la lija vaya dejando los residuos de la rugosidad que tenía en un principio y dejando la superficie de acuerdo al tamaño de grano de la lija, el proceso de lijado se realiza de tal forma que el desbaste de la pieza se empiece de atrás hacia adelante levantando la pieza por cada lijado, este proceso se repite para cada uno de las lija de diferente tamaño de grano, el lijado se empezó desde la lija de mayor tamaño de grano (120) a menor tamaño de grano (320).



Figura 26: Desbaste de la pieza con diferentes tamaños de grano de la lija

### III.1.3.- Pulido de piezas

Para obtener un pulido más fino sobre las superficies del acero se utilizaron lijas de menor tamaño de grano: 600,1000,1200 y (**figura 27**)



Figura 27: Tamaño de grano de las lijas

El procedimiento de pulido (**Figura 28**) es el mismo que el de desbaste, se procedió a mojar la lija y pasar la pieza continuamente sobre la lija para adoptar el tamaño de grano de la lija usada. El pulido se realiza de tal manera que se hace pasar la pieza sobre la lija de atrás hacia delante levantando cada periodo la pieza, el pulido se dará de manera continua girando la pieza 90° grados eliminando las líneas de grano de la lija que se formen en la pieza y así obtener un mejor pulido de la pieza. Este procedimiento se repite para todas las lijas utilizadas en este procedimiento, empezando desde la menor (600) hasta la mayor (2000).



Figura 28: Lijado de la pieza a pulido

Una vez que se llegó hasta la lija más fina (2000) se procede a utilizar un paño fino (**Figura 29**) y Alúmina de  $1\mu m(micra)$  (**Figura 30**), esto con el fin de obtener un pulido a espejo sobre la superficie de las muestras



Figura 29: Paño fino



Figura 30: Alúmina de 1µm(micra)

En este proceso, se frota la superficie del acero sobre un paño que contiene alúmina diluida sobre su superficie. La alúmina nos ayudara a obtener un mejor pulido espejo sobre la superficie del acero, el pulido a espejo se hace de manera giratoria (**Figura 31**) hasta haber eliminado las líneas marcadas, una vez eliminadas se procede el secado (**Figura 32**) el cual consiste en mojar la pieza para eliminar los residuos de Alúmina, una vez eliminados se procede a colocar alcohol sobre su superficie para un mejor secado. Una vez puesto el alcohol se utiliza una secadora la cual secará los residuos de agua y alcohol.



Figura 31: Pulido a espejo con alumina y paño



Figura 32: Secado de la pieza

### III.1.4.- Ataque químico

El ataque químico permite poner en evidencia la estructura del metal o la aleación. Para llevar a cabo el ataque químico, se vierte unas gotas de Nital sobre la superficie pulida a espejo (lavada y secada previamente) (**Figura 33**) asegurándose de que el Nital cubra toda la superficie de la cara pulida, se esperan entre 5 y 10 segundos para que la reacción se lleve a cabo. El Nital oscurece la perlita y pone de manifiesto los bordes de la Ferrita. Ferrita y Cementita blancos y perlitas más oscuras (laminas claras y oscuras).



Figura 33: Gotas de Nique sobre la superficie

Para detener la reacción sobre la superficie se lava la muestra con agua, se enjuaga con alcohol (Figura 34) y se seca con la superficie con la ayuda de una secadora (Figura 35).



Figura 34: Gotas de alcohol para enjuagar



Figura 35: Secado de la pieza

Una vez que el Nital ha reaccionado sobre la superficie del metal, la muestra cambia a un color opaco al contrario de nuestro pulido a espejo debido a la revelación de la microestructura perteneciente a la pieza. Se procede a analizar la pieza en el microscopio óptico (Figura 36) para definir qué tipo de estructura es, se coloca la pieza sobre el porta objetos del microscopio (Figura 37), esto con el fin de observar las fases presentes en el acero.



Figura 36: Microscopio óptico



Figura 37: Porta objetos con la pieza

Una vez colocada la pieza en el porta objetos, se procede a analizarla con los lentes de aumento, acercándonos y alejándonos de la pieza con el tornillo macrométrico y el tornillo micrométrico (**Figura 38**) para tener un enfoque exacto de la superficie de la pieza y así poder analizar su microestructura. Para un análisis por zona se procede a ocupar los tornillos de desplazamiento en X y Y (**Figura 38**). Una vez que tenemos la pieza enfocada se procede a utilizar un software (cellSens) (**Figura 39**) para obtener fotos de la zona en estudio. Se utilizaron aumentos de 5, 10 y 20X para cada una de las muestras.



Figura 38: Tornillos de acercamiento y desplazamiento



Figura 39: Captura de imagen con el Software

#### III.2.- Tratamiento por plasma

Se realizó un tratamiento por plasma de baja presión en las muestras de acero 1018 preparadas previamente (ver sección III 1.2, 1.3 y 1.4). Se utilizó una presión de trabajo de 4 Torr en una atmosfera de oxigeno ( $O_2$ ).

#### III.2.1- Tratamiento con un plasma de $O_2$ a una presión de 4 torr por 12hrs

Para poder llevar a cabo el proceso de oxidación por plasma, se realizaron los siguientes pasos:

De una manera cuidadosa se colocaron las piezas (las 4 piezas) dentro de la cámara de vacío una por una, con unas pinzas (**Figura 40**) para no ensuciar las piezas y no introducir suciedad a los electrodos de la cámara de vacío. Las piezas se colocan entre los dos electrodos a una distancia entre el electrodo superior y la superficie de las piezas de 4 mm. (**Figura 41**).



40: Introducción de las piezas con las pinzas



Figura 41: Piezas entre los dos electrodos

Una vez colocadas las piezas se cierra la cámara de baja presión (**Figura 42**) y se enciende la bomba mecánica (**Figura 43**) para generar vacío dentro de la cámara, la bomba mecánica tiene que alcanzar un vacío aproximado de  $2x10^{-2}torr$ .



Figura 43: Bomba mecánica de alto vacío



Figuras 42: Cámara de baja presión cerrada

Cuando se llega al vacío deseado  $2x10^{-2}torr$  en la cámara, se procedió a cerrar la válvula que va de la bomba mecánica a la cámara. Una vez que se ha cerrado la válvula de presión se procedió abrir la válvula del flujometro la cual es la que regula la entrada del gas ( $O_2$ ) hasta llegar a una presión de 4 torr la cual será la presión de trabajo que se utilizara (**Figura 44**). Ya que se ha llegado a la presión de trabajo, se procede a cerrar la válvula de flujo del  $O_2$  del flujometro (**Figura 45**).





Figura 44: Medidor de presión

Figura 45: Flujometro

Una vez regulada la presión de trabajo se enciende el ventilador de la resistencia y la fuente de energía, se gira la perilla de la fuente hasta crear una luminosidad sobre las piezas. La luminosidad presente en las piezas es la ionización del gas  $O_2$ . Por medio de multímetros fue monitoreada la corriente y el voltaje de trabajo en la resistencia y en la cámara, el voltaje en la cámara fue un promedio de 330 Volts (**Figura 46**) y la corriente fue de 25 mA \_(**Figura 47**).



Figura 46: Multimetro de la camara



Figura 47: Multímetro de la resistencia

Las piezas (**Figura 48**) se oxidaron en un periodo de 12 horas, en donde el ambiente tuvo que ser controlado por la subida de presión en la cámara y los arcos eléctricos que se formaban por el alto paso de corriente.



Figura 48: Oxidación por plasma (gas ionizado)

### III.3.-Espectrocopía Raman

La Espectroscopia Raman (**Figura 49**) es una técnica fotónica de alta resolución que proporciona en pocos segundos información química y estructural de casi cualquier material o compuesto orgánico y/o inorgánico permitiendo así su identificación. El análisis mediante espectroscopia Raman se basa en el examen de la luz dispersada por un material al incidir sobre un haz de luz monocromática. Una pequeña porción de la luz es dispersada inelásticamente produciendo ligeros cambios de frecuencia que son característicos del material analizado e independiente de la frecuencia de la luz incidente. Se trata de una técnica de análisis que se realiza directamente sobre el material a analizar sin necesidad de ningún tipo de preparación especial y que no conlleva ninguna alteración de la



superficie sobre la que se realiza el análisis, es decir, es una técnica no destructiva.

Figura 49: Espectrocopia Raman

### III.3.- Caracterización elemental del acero tratado

En tabla 1(**Figura 50**), se observa el análisis químico de las muestras del acero 1018 antes del tratamiento por plasma. los porcentajes de los elementos que contienen las muestras pertenece al acero de bajo carbono dadas por los comerciantes.

Las características (**Figura 50**) químicas que presenta la pieza base es la de un acero a bajo carbono 1018 el cual fue cortado a 1.5 cm de alto para llevar a cabo el proceso de oxidación por plasma.

HIERRO, Fe	98.81-99.26%
CARBONO, C	0.18%
MANGANESO, Mn	0.6-0.9%
FOSFORO, F	0.04%
AZUFRE, S	0.05%

Figura 50: Características químicas de acero 1018

El acero presentó las siguientes fases (**Figura 51**) las cuales se pueden observar al realizar el ataque químico a la pieza, las fases que se observan son las siguientes:



Figura 51: Fases de equilibrio de la pieza (base).



*Ferrita:* Consiste en átomos de hierro con estructura cristalina BCC y átomos de carbono en los sitios intersticiales. La cantidad de átomos de carbono presentes en la ferrita es pequeña. La ferrita es una fase muy suave, dúctil y magnética.



*Perlita:* Es una fase que resulta de la reacción eutectoide del acero. La reacción eutectoide permite que la austenita en estado sólido se transforme en ferrita y cementita, ambas también en estado sólido. Esta transformación es similar al solido eutéctico.

En la (**Figura 52**) s observa un cambio drástico en la superficie de las muestras tratadas por plasma, debido a la interacción que mantuvo con el gas (oxigeno) ionizado, esta interacción forma óxidos sobre la superficie debido a los iones que interactúan con la superficie de la muestras.



Figura 52: Pieza trata con plasma

### III.4.- Microscopio electrónico de barrido

El microscopio (**Figura 53**) electrónico de barrido SEM, utiliza electrones en lugar de luz para formar una imagen. Para lograrlo, el equipo cuenta con un dispositivo (filamento) que genera un haz de electrones para iluminar la muestra y con diferentes detectores se recogen después los electrones generados de la interacción con la superficie de esta para crear una imagen que refleja las características superficiales de la misma, pudiendo proporcionar información de las formas, texturas y composición química de sus constituyentes.

Al incidir el haz de electrones sobre la muestra, interactúa con ella y se producen diversos efectos que serán captados y visualizados en función del equipo que utilicemos. Se utilizó una MEB, para observar los cambios químicos sobre la superficie de las muestras de acero 1018 antes y después del tratamiento por plasma.



Figura 53: Microscopio electrónico de barrido (SEM).

### III.5.- Microscopio óptico

El Microscopio Óptico (**Figura 54**) está basado en el uso de lentes óptico lo cuales aumentan el tamaño de los objetos para poder ver las estructura y organización microscópica de ciertos elementos que no se pueden ver a simple vista humana.



Figura 54: Microscopio\_Óptico

El procedimiento para el uso del microscopio óptico utilizado es el siguiente: Se coloca la pieza sobre el porta <u>o</u>bjetos, se procede a analizar la pieza utilizando lentes de aumento de 5X,10X y 20X, con la ayuda del tornillo macrométrico y el tornillo micrométrico se enfoca la zona de la microestructura que se quiere observar. Para un análisis por zona se procede a ocupar nuestros tornillos de desplazamiento en X y Y (**Figura 55**) Por medio de un software se realizan capturas de las microestructuras pertenecientes a nuestras muestras de acero 1018. Este procedimiento se repite para cada una de las piezas.



Figura 55: Software y porta objetos del microscopio

# **Capítulo IV**

### IV.1.- Análisis elemental (microscopio electrónico de barrido (SEM)

En la (**Figura 56**) se observa la muestra de llegada, se puede ver que no hay indicios de oxigeno sobre la superficie de la muestra 1018 antes del tratamiento, mientras que después de 12 horas de tratamiento por plasma se observa la presencia de oxigeno la cual aumento alrededor de 36.6% porcentaje en peso (**Figura 57**), se puede asociar a la difusión del oxígeno durante el tratamiento por plasma, debido a que el proceso de difusión es un fenómeno presente en el tratamiento por plasma, en el cual los átomos de oxigeno se insertan en la superficie del acero 1018 aumentando la concentración oxígeno en la superficie del acero matriz.



FIGURA [56]. Muestra de llegada.



FIGURA [57]. Muestra Oxidada.

La imagen (**Figura 58**) muestra los análisis EDX de la muestra tratada a 4 Torr, se analizaron 7 puntos (espectros) sobre la capa en un desplazamiento que va de la superficie tratada hacia el centro de la muestra

De la imagen (**Figura 59**) a la (**Figura 65**) se muestran los resultados de los análisis EDX de la muestra tratada a 4 Torr, donde se presenta el análisis elemental obtenido en 7 puntos sobre la capa. Señalados en la imagen (**Figura 58**). Cabe destacar que no en todos los puntos se encontró el mismo porcentaje de oxígeno, esto se debe a que entre más profundo sea el análisis a la matriz de la muestra la concentración del oxígeno disminuye.



#### **Electron Image 1**

FIGURA [58]. Muestra tratada a 4 Torr.

La figura 59 representa al espectro 1 donde se observa un 23.4 % en peso de oxígeno.



FIGURA [59]. Espectro 1.

La figura 60 representa al espectro 2 donde se observa un 9.5 % en peso de oxígeno.



FIGURA [60]. Espectro.2

La figura 61 representa al espectro 3 donde se observa un 29.2 % en peso de oxígeno.



FIGURA [61]. Espectro 3.

La figura 62 representa al espectro 4 donde se observa un 14.4 % en peso de oxígeno.



FIGURA [62]. Espectro 4.

La figura 63 representa al espectro 5 donde se observa un 7.6 % en peso de oxígeno.



FIGURA [63]. Espectro 5.





FIGURA [64]. Espectro 6.

La figura 65 representa al espectro 7 donde se observa un 0.2 % en peso de oxígeno.



FIGURA [65]. Espectro 7.

La imagen (**Figura 66**) muestra los análisis EDX de la muestra tratada a 4 Torr, se analizaron 10 puntos (espectros) sobre la capa en un desplazamiento que va de la superficie tratada hacia el centro de la muestra



FIGURA [66]. Muestra trata a 4 torr.





FIGURA [67]. Espectro 8.

La figura 68 representa al espectro 9 donde se observa un 20.3 % en peso de oxígeno.



FIGURA [68]. Espectro 9.

La figura 69 representa al espectro 10 donde se observa un 4.5 % en peso de oxígeno.



FIGURA [69]. Espectro 10.

La figura 70 representa al espectro 11 donde se observa un 20.5 % en peso de oxígeno.



FIGURA [70]. Espectro 11.

La figura 71 representa al espectro 12 donde se observa un 1.8 % en peso de oxígeno.



FIGURA [71]. Espectro 12.





FIGURA [72]. Espectro 13.

La figura 73 representa al espectro 14 donde se observa un 1.4 % en peso de oxígeno.



FIGURA [73]. Espectro 14.

La figura 74 representa al espectro 15 donde se observa un 7.8% en peso de oxígeno.



FIGURA [74]. Espectro 15.

La figura 75 representa al espectro 16 donde se observa un 6.6 % en peso de oxígeno.



FIGURA [75]. Espectro 16.

La figura 76 representa al espectro 17 donde se observa un 8.1 % en peso de oxígeno.



FIGURA [76]. Espectro 17

### IV.2.- Análisis óptico de la pieza sin tratar con ataque químico

El ataque es un proceso químico o electrolítico que se emplea tras los procedimientos de esmerilado y pulido metalográficos.

El ataque mejora el contraste (Figura 77) en las superficies a fin de visualizar la microestructura o macroestructura.

El ataque en metalografía ejerce una influencia controlada en el perfil de la superficie o en las propiedades ópticas en los límites de grano, fases o superficies del grano, lo que permite la inspección con microscopio y el uso de filtros ópticos en el microscopio. La preparación antes del proceso de ataque debe adaptarse al objetivo de la investigación.

En la pieza se pueden observar las fases que pertenecen al acero 1018, las fases que mostró el ataque químico son de Martensita, Ferrita y Perlita.



Figura 77: Pieza de llagada con ataque químico.

#### IV.3.- Análisis óptico de la muestra con tratamiento con plasma (Oxidación)

Las imágenes (**Figura 78**) siguientes presentan un tratamiento de oxidación por plasmas, se puede observar que la pieza trata presenta partículas de oxidación en su capa superior, la manchas negras que presenta la pieza es la oxidación que se presentó al exponer la pieza por 12 horas a un tratamiento por plasma a una presión de 4 torr. Se pude concluir que el experimento fue un éxito, ya que el objetivo era producir la oxidación de metal.



Figura 78: Muestras con tratamiento (Oxidación).

#### IV.4.- Análisis Raman.

Los espectros Raman (**Figura 79**) de la muestra tratada y sin tratar se muestran en la Fig. 12, el espectro en rojo corresponde a la muestra sin tratar en la cual no se observa ningún enlace presente en la superficie de la muestra. La curva en negro muestra varias estructuras ubicadas entre 225- 500 cm<sup>-1</sup>, otro aproximadamente en 613 cm<sup>-1</sup> y uno muy intenso en 1320 cm<sup>-1</sup>, estas estructuras correspondan al enlace Fe2O3 cristalino.[**11**]

En comparación con el espectro sin tratamiento es evidente que el tratamiento presenta una oxidación de la muestra muy notable que era el objetivo del presente trabajo.



Figura 79: Espectros de Raman.

#### IV.5.- Coeficiente de difusión o difusitividad.

Para obtener el coeficiente de difusión o difusividad, los resultados experimentales obtenidos por MEB se ajustan con una solución matemática de la ecuación diferencial parcial que describe la difusión en estado no estacionario bajo la condición en la que se supone que D es constante, que se obtiene mediante el método matemático solución al perfil de la función gaussiana (FG):

$$c(x) = \frac{c_0}{\sqrt{4\pi Dt}} e^{\left(-\frac{x^2}{4Dt}\right)}$$

Donde c (x) es la concentración, x es la distancia desde la superficie,  $c_0$  es la concentración en la superficie y t es el tiempo de tratamiento.

De las Figura 80, se observa como el perfil FG se ajusta a los datos experimentales (líneas punteadas y continuas), porque el perfil FG ajustado tiene un parámetro libre, es decir, el coeficiente de difusión (D), cuyo valor se puede obtener del ajustamiento. Se encontró que los datos ajustados coincidían con los datos experimentales. Obteniendo un coeficiente de difusión de  $2.1612x^{-12} m/s$ , lo cual muestra una correlación con el tiempo de tratamiento utilizado



# Capítulo V

## V.1. Conclusiones

Las conclusiones de este trabajo se pueden resumir de la siguiente manera:

- Se realizó una oxidación por plasma de un acero 1018, esto fue corroborado por Raman y SEM.
- El análisis por Raman mostró la presencia de Oxígeno. Se observó el compuesto de óxido de hierro en fase magnetita (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) por lo que se le atribuye la mejora en el desempeño a la oxidación electroquímica.
- Mediante análisis elemental (SEM) se observó la presencia de oxígeno en todas las muestras tratadas por plasmas. Resultados que están de acuerdo con los obtenidos en el análisis óptico.
- De los resultados del SEM se concluye que la muestra tratada a 4 Torr presenta una mayor cantidad en peso de oxígeno.

### V.2.Recomendaciones

Para un trabajo a futuro se recomienda hacer el tratamiento a mayor presión y a diferentes tiempos para poder determinar las condiciones óptimas de oxidación.

Variar el tipo de acero para poder ver las características que presentan cada uno de ellos debido a que tienen diferentes elementos químicos en su superficie.

### V.3. Referencias

[1] Chang, R. (2002). Química General (Séptima edición ed.). Madrid: McGraw-Hill.

[2] Vázquez, Luis B. López, Tipos de acero, 4.3 Clasificación en función de la composición(% de carbono). Aceros y fundiciones. Editorial Club Universitario. ISBN 9788417262457.

[3] Ashby, Michael F.; David R. H. Jones (1992). Engineering Materials 2. Oxford: Pergamon Press. ISBN 0-08-032532-7.

[4] VV. AA. (1984). Enciclopedia de Ciencia y Técnica. Tomo 1 Acero. Salvat Editores S.A. ISBN 84-345-4490-3.

[5] Callister, W. D. Fundamentals of Materials Science and Engineering, 50 ed., John Wiley & Sons, EE.UU., 2001.

[6] Anderson J. C. (1998) Ciencia de los Materiales. Limusa-Noriega Editores, 2da ed., México.

[7] Van Vlack LH. "Elements of Materials Science and Engineering". 6ª Edition, Addison-Wesley Publishing Co., 19

[8] Askeland D.R. "The Science and Engineering of Materials". Plus-Kent, Boston, 1995.

[9] Smith, W. F. "Ciencia e Ingeniería de Materiales" 3era ed. McGraw-Hill / Interamericana de España, España, 2004.

[10] Tema 11.-Fundamentos de Corrosión 2007-2008

[11] Qian Li, Juncao Bian, Ning Zhang, Dickon H.L. Ng, Electrochimica Acta 155 (2015) 383–39041.

Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el

27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE

ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

#### Sello electrónico

#### VICTOR MANUEL ZEZATTI FLORES | Fecha: 2020-11-03 12:40:17 | Firmante

Ja5jhq485NZXvcBEMhJK5f0AlsIF442Zu1ywDaCXvbvuyYjHU7NQZLV3DLEzcz0cfbhPIFM0nlCvNrtTZ8HHBUbogywed6Y9N9ZPkw+M7c/BH5iOmotJXGSrRdY8w3nmz+poYcYilf

Hpt0n5BC77xhTkrdThJivyCCKAukZ+609YAahQJ+eCY/XoHoaTF9x7K+HGL6LUzZvFaaABzilFnAzCqMrihC5n/TspfeOBw41eTHfH83PgV 4q+d5b8FPjpG8stmRCweqGjBhKfQPC fmhdnlfmHQEmPhsgTP4g5V3Qo9gXd8fzRS7A39HDNXwhWOvxWINScwvL6NXO6rVRfVg==

#### HORACIO MARTINEZ VALENCIA | Fecha: 2020-11-03 15:58:38 | Firmante

sOZ7wsru6R80FXhHTm0q+YoOocMqvUeHx8202NcmxzayO6hKBLW4xpQ0vgJg0Dej8nDYO0xEl2kKfvTo4tSOR+vWVn3MIPPtaBf3ej3/ +VdbXAN2i0pd8aOlt8hEgZ2sEMVF8S1

DwnlNGsgSE9/N3ry8jgO4cj2vo+wZBUrnv0xQBeuQYmmgZ+zJhQ5fbAzmnNJUGZfHvaBlZuRRP0cRxYDEKVqTnOndeLxcyznpPQWj7zv gzVfyjx61ccJckFFgteCHunfIV/UWWQn cYDQorii77aMqBqIILtcSxMMyx9PvIRq+iCtV+C2SeftvW2Wigr3t18b8sSGDRLNX3/ui9A==

#### BERNARDO FABIAN CAMPILLO ILLANES | Fecha:2020-11-04 08:51:33 | Firmante

aramB4xwphs9K+pPf7NJCodQ2gKFnoemieFpcQPzi7pJSwZQdrMgBUc9HYLyTxC7kzBgBskYfJY78OyfabexHgsKsUaYiw/OmZLWJ3tgOi JGhFn28WvGGPSskpGhnFGzoaOSS

7TAVAphnPORSMXaMuMR4svsWD4SfOj6hUCLnIRaq8HLTuV+B90WZ07DktOjQ77M+qfex1QEOe9fQGtgMMuLxrH4VU9uBK70o01Fia ME2fS0U51xPPeshzLotCqX2laVvTUsW

FPwyu6LVkWwtUc+YXSPuE4ZXSA7wjuA6FQcrZn5B4Ui8Wvpi6DPQSY6tsnCt5WXe+WxlUvq13XngQ==

#### ROBERTO ANDRES ALVAREZ ALCANTARA | Fecha: 2020-11-04 20:04:48 | Firmante

p/IF6eKchEFLF2uIBXeI9kFEaHf8qxDke88vgb/ZCFAdIAKFj7xoj5halUjM+Na3M0L3j+VqWJePk7lc1p1EjWv/EFia8cFw/jBYUFogXQ+wC7Y 6QE5dWDJfWwUuJ+fceJI1taELXDFn7

ClscW7HBxaohVUj9eS345DnQRPxjZ0swfoDKOZDOletu35Lmpw0PWfoFEZLhFB1Yx8eH0Lp854xPFX+kJV40ZPA+Kt7tLWNDSDLru6l0 3c6qunnQQxp4tQFYHqb2UpZhKqHqne

/t2gyz9Qq0CMPC7IYMTrO6y8bMOcpuYeBfbYVgQLNS7ZE1ytM/l68lZFWvzNjz5lknQ==

#### JOSE ALFREDO ARIZA ESPINOZA | Fecha: 2020-11-05 09:13:38 | Firmante

jon1WihUFcauOlcSrcCAFjnQlvd5ETApQQMjZ0HiJMRMrLtkel/YLLxAIRF/VUKZfL/IREcUnzXgJ9b1h7I91g4tS5olPzvFJfTwn9SxrGOEQ4h UVydlmi/0JWHb/vJA75agiwego0yqWg

P7eNo/07tMCSOev7xbw/Yx32MuwCiYfgozKAe6UbAleTMISZnG8j7Tlbf6JXHjLfUKyBOeXbMoTAegRCLUw11usJfzZaEhicUs7r+hGsMGk sx8gNEbgvS305Z/q9rucsZ6V3GpVzGX 5uqw+HaTShZCIIE2grbM0liMrrDc+vctVDCcMb7otFdl3hLw2zA+4pWvP/DImw==