CARACTERIZACIÓN DE POLVOS PARA USO COMO MATERIA PRIMA EN RECUBRIMIENTOS DEPOSITADOS MEDIANTE ROCIADO TÉRMICO

Characterization of Powders for Application in Thermal Spray Coatings

RESUMEN

Los esfuerzos realizados por la industria del rociado térmico para garantizar la calidad de los recubrimientos obtenidos con sus productos han llevado a la creación de catálogos técnicos que especifican las condiciones a las que debe ser depositado cada material, para obtener unas propiedades determinadas. Si bien es cierto que esto facilita el trabajo de los operarios, en algunos casos limita las posibilidades de aplicación y de obtención de un mejor desempeño para estos recubrimientos. Para demostrar lo anterior, se seleccionaron dos materiales de la casa comercial Eutectic - Castolin y se determinaron sus propiedades fisicoquímicas, para establecer el calor necesario para su fusión, posteriormente se depositaron mediante las antorchas Eutalloy Super jet y Terodyn 2000, aplicando con cada antorcha una cantidad de calor suficiente para su fusión, Finalmente, se evaluó la estructura y microdureza de cada uno de los recubrimientos obtenidos. Los resultados permitieron establecer que si se conoce claramente el material a depositar y se controlan adecuadamente los diferentes parámetros de aplicación, se pueden obtener recubrimientos similares con las antorchas utilizadas y cuyas propiedades pueden ser incluso mejores que las de los obtenidos en las condiciones establecidas por el fabricante.

Palabras Claves: Rociado térmico, recubrimientos, material particulado.

Abstract

Efforts made by the industry of the thermal spraying to guarantee the quality of the coatings obtained with their products have taken to the technical catalogue creation that specifies the conditions to which each material must be deposited, to obtain certain properties. All the more, this facilitates the roll of the workers, however, in some cases it limits the possibilities of application and obtaining of a better performance for those coatings. In order to demonstrate the above mentioned, two materials of the commercial trade mark Eutectic - Castolin were selected and its physic-chemicals properties were determined, to establish the necessary heat for its fusion. Later they were deposited by means of Eutalloy Super jet and Terodyn 2000 torches, applying with each torch an amount of sufficient heat for its fusion and then their structure and micro-hardness were evaluated. Obtained results allowed establishing that when the material to deposit is clearly known and the different parameters of application are properly controlled, it is possible to obtain similar coatings with the torches used and whose properties even can be better than those obtained by the conditions established by the manufacturer.

Key words: Termal spray, coatings, powders materials

1. INTRODUCCIÓN

El uso de recubrimientos depositados mediante rociado térmico ha crecido sustancialmente en los últimos años, en buena parte, gracias a la sinergia lograda entre el desarrollo tecnológico y el conocimiento, generados en

J. FREDY HERNRNÁNDEZ

Estudiante Ingeniería de Materiales Universidad de Antioquia Jhonfre66@gmail.com

JUAN D. ARBOLEDA

Estudiante Ingeniería de Materiales Universidad de Antioquia <u>davidarboled@gmail.com</u>

JHOMAN A. ARIAS

Estudiante Ingeniería de Materiales Universidad de Antioquia jhoman_arias@yahoo.es

JORGE E. PARRA

Estudiante Ingeniería de Materiales Universidad de Antioquia <u>Topanga62@hotmail.com</u>

FABIO VARGAS

Ingeniero Metalúrgico. M.Sc Profesor Asistente Universidad de Antioquia <u>vargasf@udea.edu.co</u>

busca de recubrimientos cada vez más resistentes a diversas exigencias.

La industria del rociado térmico ha realizado grandes esfuerzos en la búsqueda de equipos de mayor rendimiento y en el desarrollo de materias primas con las cuales se puedan obtener recubrimientos de buenas propiedades, no obstante, el desempeño de estos no ha podido ser desligado de la relación existente entre las características propias del material (composición química, forma y tamaño entre otras) y las condiciones a las cuales es obtenido el recubrimiento (tipo de equipo utilizado y sus variables de operación).

Por tal razón, al momento de aplicar cada recubrimiento, se debe tener un conocimiento pleno de las características fisicoquímicas de las materias primas y de las condiciones a las que estas deben ser aplicadas, de tal forma que se pueda obtener un material con unas propiedades adecuadas a las necesidades que se desea satisfacer.

Para facilitar este trabajo, los proveedores de equipos y materias primas han elaborado catálogos en los que se puede obtener información acerca de las condiciones a las que se debe depositar cada materia prima para obtener unas propiedades particulares (adherencia, dureza, resistencia al desgaste, resistencia a la corrosión entre otras), no obstante, aún se requiere de trabajos en los que se indague más allá de lo que establecen los catálogos de fabricantes, en búsqueda de mayores y mejores posibilidades para este tipo de recubrimientos.

1. METODOLOGÍA

En este trabajo se seleccionaron dos materias primas de la casa comercial Eutectic - Castolin, una de ellas (Referencia 10112), especificada según el catálogo para aplicación mediante proceso de fusión con equipo Eutalloy y la otra (referencia 25060) especificada para aplicación en frío con equipo Terodyn, los dos equipos de la misma casa comercial.

A estas materias primas se les realizó caracterización fisicoquímica mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) complementada con Análisis químico mediante Espectroscopia de Energía Dispersiva (EDS).

Una vez conocidas las características de estos materiales se seleccionaron las condiciones de aplicación para cada una de las antorchas a utilizar (Eutalloy y Terodyn) y posteriormente se depositaron los recubrimientos.

Finalmente, se realizó la caracterización mecánicoestructural de los recubrimientos obtenidos mediante Microscopía Óptica y Microindentación y se

contrastaron los resultados obtenidos con lo establecido en los catálogos del fabricante para cada uno de estos recubrimientos.

Los resultados obtenidos permitieron establecer que a pesar de las buenas propiedades que se pueden obtener en un recubrimiento depositado mediante las especificaciones establecidas por el fabricante, es posible mejorarlas si estos materiales se depositan en unas condiciones adecuadas para las características fisicoquímicas de las materias primas de las que se dispone.

3. RESULTADOS Y ANALISIS

3.1 Análisis Químico

El análisis químico realizado mediante espectroscopia de Energía Dispersiva (EDS) permitió determinar que los polvos con referencia 10112 corresponden a una mezcla de partículas de níquel (Ni), con carburos de tungsteno (WC) y trazas de cromo. En la figura Nº 1 se muestra el espectro obtenido en este análisis.



Figura Nº 1 Espectro obtenido en el análisis EDS de la muestra referencia 10112.

Los resultados del análisis EDS realizado a la muestra referencia 25060, permiten establecer que esta corresponde a una mezcla de partículas de óxido de aluminio (Al_2O_3), con partículas de dióxido de titanio (TiO_2), en la figura N° 2 se muestra el espectro obtenido en el análisis de esta muestra.



Figura Nº 2 Espectro obtenido en el análisis EDS de la muestra referencia 25060.

3.2 Análisis Morfológico

El análisis mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) realizado a la muestra referencia 10112, permitió establecer que las partículas de Níquel que conforman este polvo poseen una geometría esférica, son bastante homogéneas y tienen un tamaño de partícula que oscila

200

Scientia et Technica Año XIII, No 36, Septiembre de 2007. Universidad Tecnológica de Pereira.

entre 10,61 y 73,79 µm, mientras que las partículas de carburo de tungsteno poseen una forma aguda e irregular, con tamaño de partícula que varía entre 24.9 y 91.6 µm, tal y como se muestra en la figura Nº 3.



Figura Nº 3 Imagen de MEB realizada a la muestra referencia 10112.

El análisis digital de imágenes realizado a la figura Nº 3 permitió establecer que el material de referencia 10112 posee un 60% en volumen de Ni y 40% en volumen de WC.

Por su parte, en el análisis morfológico realizado a la muestra referencia 25060, se estableció que tanto las partículas de Al₂O₃, como las de TiO₂, poseen una geometría en forma de facetas agudas e irregulares, con tamaño de partícula que oscila entre 30.75 y 54 µm para el caso de la alúmina y entre 23.12 y 34.62 µm para el caso del óxido de titanio, tal y como se muestra en la figura Nº 4.



Figura Nº 4 Imagen de MEB realizada a la muestra referencia 25060.

El análisis digital de imágenes realizado a la figura Nº 4 permitió establecer que el material de referencia 25060 posee un 60% en volumen de Al₂O₃ y 40% en volumen de TiO₂.

Una vez conocidas las características químicas y morfológicas de las partículas, se determinaron sus propiedades fisicoquímicas y se calculó el calor requerido para su fusión mediante la siguiente expresión:

$$Q_f = \rho * V * c_p * (Tf - Ta) \quad (Ecuación 1)$$

Donde:

- Qf: Calor de fusión ρ: Densidad de la partícula a fundir V: Volumen de la partícula a fundir C_p: Capacidad calorífica T_f: Temperatura de fusión del material
- T_a: Temperatura ambiente

Para efectos de facilitar el cálculo del calor de fusión, se inscribió cada una de las partículas a la forma geométrica regular más parecida, que para el caso del níquel es una esfera y para el carburo de tungsteno, la alúmina y el óxido de titanio es un paralelepípedo. En la figura Nº 5 se muestran las geometrías utilizadas para el cálculo del volumen de cada una de las partículas.



Figura Nº 5 Geometrías asumidas para el cálculo del volumen de cada partícula. (a) Níquel (b) Carburo de tunasteno (c) Alúmina (d) Óxido de titanio

En la tabla N° 1 y 2 se muestran las propiedades fisicoquímicas requeridas para el cálculo del calor de fusión de cada partícula de acuerdo con la ecuación Nº1.

201

MATERIAL	DENSIDAD ⁽⁶⁾ (g/cm ³)	TAMAÑO DE PARTÍCULA (µm)	VOLÚMEN (cm ³)
Níquel	89	10.61	6.25*10 ⁻¹⁰
Iviquei	0.9	73.79	2.1*10 ⁻⁷
Carburo de	15.6	24.9	4.93*10 ⁻⁸
tungsteno	15.0	91.6	2.14*10 ⁻⁷
Alúmina	3.96	30.75	1.96*10-9
		54	1.86*10-8
Óxido de	4.0	23.12	9.73*10 ⁻¹⁰
titanio	т.0	34.62	8.72*10-9

Tabla N° 1 Densidad, tamaño y volumen de cada partícula, requeridos para el calculo del calor de fusión

MATERIAL	TEMPERATURA FUSIÓN ⁽⁶⁾ (°C)	C _P ⁽⁶⁾ (J/g-°C)	Q _f (J)
Níquel	1453	0.44	3.49*10 ⁻⁶
inquei	1.00	0.11	$1.17*10^{-3}$
Carburo de	2780	0.48	1.01*10 ⁻³
tungsteno	2700	0.10	4.41*10 ⁻³
Alúmina	2072	085	1.35*10 ⁻⁵
1 Hummu	2072	005	1.28*10 ⁻⁴
Óxido de titanio	1855	0.7	4.98*10 ⁻⁶
Oxido de titalito	1055	0.7	4.46*10 ⁻⁵

Tabla N° 2. Temperatura de fusión, capacidad calorífica y calor de fusión de cada partícula.

Sabiendo que la estructura y por lo tanto, las propiedades de los recubrimientos depositados mediante proyección térmica depende del calor y de la energía cinética aportados por la relación molar y la presión de los gases respectivamente, se establecieron los parámetros que se utilizarán para depositar los recubrimientos con cada una de las antorchas seleccionadas, teniendo en cuenta que para que se lleve a cabo una combustión neutra se requiere una relación inferior a 1,5 dará como resultado una combustión carburante, mientras que una relación molar superior a 1,5 dará como resultado una combustión combustión combustión oxidante.[1]

En la tabla N° 3 se muestra la codificación que se utilizará en adelante para distinguir cada uno de los polvos a depositar con cada antorcha y los flujos de los gases, que se utilizarán para la aplicación de los recubrimientos.

Los moles aportados a la combustión por cada gas se calcularon mediante la ecuación de gas ideal que se presenta a continuación:

$$P * V = n * R * T$$
 (Ecuación 2)
Donde,

P, es la presión, se asumió que la combustión se realizaría a presión atmosférica.

- V, es el volumen, se determinó a partir del flujo de gas aportado en 1 segundo a la combustión.
- n, es el número de moles aportado por el gas a la combustión.
- R, es la constante de los gases
- T, es la temperatura, se asumió que la combustión se realizaría a temperatura ambiente de 25°C

ANTORCHA	MATERIAL	CÓDIGO DE LA	FLUJO DE GASES (10 ⁻⁴ m ³ /s)	
		MUESTRA	02	C_2H_2
Eutalloy Super	Referencia 10112	M1	3.63	2.03
jet	Referencia 25060	M2	5.28	2.03-
Terodyn 2000	Referencia 10112	M3	5.77	4.59
	Referencia 25060	M4	6.27	3.63

Tabla N° 3. Codificación de los polvos y flujo de los gases de combustión.

La relación molar de los gases utilizados para la combustión producida para la aplicación de los recubrimientos con la antorcha Eutalloy Superjet, es superior que la utilizada para la aplicación de los recubrimientos con la antorcha Terodyn 2000, debido a que esta última utiliza adicionalmente aire a alta presión para proporcionar energía cinética adicional a las partículas y dado que se desea obtener recubrimientos de similares características, se compensó la deficiencia en la energía cinética suministrada a las partículas por la antorcha Eutalloy Superjet, con la energía calórica aportada por una mayor relación molar . Ver tabla N° 4.

La relación molar de los gases utilizada para la aplicación del recubrimiento con el polvo 10112 es menor que la utilizada para los polvos 25060, esto se debe a que el material 10112 contiene partículas de carburo de tungsteno, las cuales son susceptibles de degradarse en condiciones oxidantes, por lo tanto se debe utilizar una atmósfera neutra o ligeramente carburante para su calentamiento. Ver tabla N° 4.

A partir del número de moles determinado para cada gas, se calculo el calor producido por la combustión, sabiendo que el calor de combustión del acetileno es $1,3*10^6$ J/mol. Ver tabla N° 4.

CODIGO DE	MOLES DE LOS GASES (1*10 ⁻³)		Relación	O _{Combustión} *	
LA MUESTRA	02	C_2H_2	$\begin{array}{c} molar \\ (nO_2/nC_2H_2) \end{array}$	(J)	
M1	14,85	8,32	1.78	10.835,4	
M2	21,6	8,32	2.59	10.835,4	
M3	23,61	18,78	1.25	24.457,9	
M4	25,65	14,85	1.72	19.339,7	

* Calor producido en 1 segundo por la combustión del acetileno. Tabla N° 4. Relación molar y calor producido en la combustión.

La presión de acetileno utilizada para la aplicación de los recubrimientos fue de 82,74 KPa y la de oxígeno fue de 344,74 KPa. Además es importante aclarar que en todos los recubrimientos depositados se utilizó una capa base de níquel, la cual facilita la adhesión de los recubrimientos de estudio con el acero utilizado como sustrato.

Para saber si el calor producido por la combustión del acetileno puede fundir las partículas a depositar, se determinó el volumen y el número de partículas presentes en cada material, a partir del flujo másico de cada uno de los polvos proyectados en cada una de las antorchas. Este flujo de partículas se midió proyectando cada uno de los materiales a depositar en las condiciones de flujo calculadas previamente, y posteriormente se pesó la cantidad de partículas proyectadas en una unidad de tiempo. En la tabla N° 5 se presenta el promedio de tres mediciones de flujo másico realizadas para cada muestra.

Una vez medido el flujo másico de cada uno de los polvos, se calculó el volumen de cada una de las partículas a proyectar en l segundo, teniendo en cuenta la densidad de cada una de ellas y los porcentajes en volumen determinados en el análisis morfológico. Ver tabla N° 5.

A partir del volumen máximo (que sería la partícula más difícil de fundir) determinado para cada material, presentado en la tabla N° 1, se calculó el número de partículas depositadas por segundo y el calor requerido en este mismo lapso de tiempo para la fusión de este número de partículas. En las tablas 5 y 6 se muestran los resultados obtenidos.

El calor requerido para fundir todas las partículas de cada referencia de material se calculó con el número de partículas de cada material y el calor de fusión de cada partícula, mostrado en la tabla N° 2.

Como se puede apreciar en la tabla N° 6, el calor producido por la combustión del acetileno en 1 segundo es suficiente para que todas las partículas de cada polvo que son proyectadas en este mismo lapso de tiempo alcancen a fundirse o por lo menos a sinterizarse, no obstante, para verificar esto se evaluó mediante microscopía óptica la estructura de los recubrimientos depositados según los flujos y presiones establecidas previamente en este trabajo y se midió la microdureza con el fin de verificar si existe alguna variación en las propiedades mecánicas de un mismo material depositado con dos antorchas diferentes. En la figura N° 6 y 7, se presentan las estructuras de los recubrimientos y en la tabla N° 7 se presentan los resultados obtenidos en el ensayo de microdureza.

CÓDIGO DE LA MUESTRA	FLUJO MÁSICO PROMEDIO (g/s)	Volumen total* (cm ³)		$\begin{array}{c} \mathbf{N}^{\circ}\\ \mathbf{PARTICULAS}\\ **\\ (1^{*10^{3}}) \end{array}$
M1	0,422	Ni	0,028	133,33
		WC	0,010	46,72
M2	0,602	TiO ₂	0,091	<u>4892,4</u> 6.880,7
M3	0,571	Ni	0.038	180.95
		Wc	0.015	70,09
M4	0,274	Al ₂ O ₃	0.041	2.204,3
		TiO ₂	0.0274	3.142,2

 * Volumen de partículas a proyectar en 1 segundo.
** Valor determinado a partir del volumen de la partícula más grande en el material reportado en la tabla N° 1.

Tabla N°5. Flujo másico, volumen y número de partículas proyectadas en 1 segundo.

CÓDIGO DE LA MUESTRA	Q _{rr} * (J)		Q _{fP} ** (J)	Q _{Combustión} (J)
M1	Ni	155,99	362,02	10.835,4
1011	Wc	206,03		
M2	Al_2O_3	626,22	928,97	10 835 4
1012	TiO ₂	302,75		10.855,4
M2	Ni	211,71	520,8	24.457,9
IVI 5	Wc	309,09		
M4	Al_2O_3	282,15	422,92	10 220 7
1014	TiO ₂	140,142		17.339,7

* Calor necesario para fundir todas las partículas de un material.

** Calor necesario para fundir toda la masa de cada polvo.

Tabla N° 6. Calor necesario para fundir las partículas depositadas y calor producido por la combustión del acetileno.



(a) (b) Figura N° 6. Estructura del recubrimiento de Ni - WC. (a) M1 (b)M3



Figura N° 7. Estructura del recubrimiento de Al_2O_3 - TiO_2 . (a) M2 (b) M4

Como se puede observar en las figuras N° 6 y 7 la estructura obtenida para cada material depositado con diferente antorcha es similar y con los defectos característicos de este tipo de recubrimientos, lo cual indica que la energía total (calor y energía cinética) utilizada en cada antorcha es similar y la adecuada para obtener recubrimientos de buenas propiedades mecánicas.

CÓDICO	DUREZA	MEDIDA	DUREZA SEGÚN
DE LA MUESTRA	(HV _{100g})	HRC*	CATÁLOGO DEL FABRICANTE (HRC)
M1	824	65	57-66
M2	1078,8	>70	*
M3	727,6	61	*
M4	784	64	57

* Material no aplicable mediante esta antorcha según catálogo del fabricante.

Tabla N° 7. Valores de microdureza obtenidos con cada uno de los materiales depositados con diferente antorcha.

CONCLUSIONES

El conocimiento de las características fisicoquímicas de cada uno de los materiales a depositar y del calor y energía cinética que se puede lograr con una antorcha de proyección térmica permiten obtener recubrimientos de buena calidad estructural y con propiedades mecánicas que en algunos casos superan las especificadas por el fabricante del material.

BIBLIOGRAFÍA

- 1. Barraza Lorenzo, Combustibles y Combustión, Universidad de Antioquia, Medellín 1995.
- Davis Joseph R., Handbook of Thermal Spray Technology, ASM International, Thermal Spray Society, Training Committee, J.R. Davis & Associates, 2004.
- Framroze Rointan, Handbook of Hard Coatings: Deposition Technologies, Properties and Applications, William Andrew Publishing, 2001
- Knotek Otto, Thermal spraying and detonation gun processes, en Handbook of Hard Coatings Depositions, Technologies Properties and Aplications, Noyes Publications, Park Ridges New Jersey USA,2001, Página 77 – 107.
- Pawlowski Lech, The science and Engineering of Thermal Spray Coatings, John Wiley & Sons, 1995.
- 6. www.matweb.com