

COMPORTAMIENTO AL CHOQUE TÉRMICO DE RECUBRIMIENTOS DE Al_2O_3 - 45% TiO_2 ELABORADOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA POR LLAMA

John Henao^{1,2}, Fabio Vargas¹, Andrés Gonzalez^{1,2}, Esperanza Lopez¹*

1: Investigador, Grupos GIPIMME-GIMACYR, Universidad de Antioquia. Medellín, Colombia

2: Estudiante, Universidad de Limoges. Limoges, Francia

* Contacto: johnpenenrey@gmail.com

RESUMEN

En este trabajo se evaluó el comportamiento al choque térmico de los recubrimientos de Al_2O_3 -45% en peso de TiO_2 elaborados mediante proyección térmica por llama sobre sustratos de acero al carbono AISI 1020. Para tal efecto fueron controlados los principales parámetros de la técnica de proyección térmica, tomando como variables la distancia de proyección y el uso de polvos de igual composición química pero diferente referencia comercial. Adicionalmente, se realizó un control sobre los espesores para determinar su efecto bajo carga térmica. El análisis por Difracción de Rayos X y la cuantificación de fases por el método de Rietveld permitió determinar las fases y su porcentaje en cada tipo de recubrimiento. Éstos fueron sometidos a ciclos repetitivos de enfriamiento-calentamiento entre 650 °C y temperatura ambiente con enfriamiento en agua. Se determinó que el espesor así como los defectos estructurales producidos durante la elaboración de los recubrimientos son características ligadas directamente con la resistencia al choque térmico. Así mismo, se determinó que las fases compuestas principalmente por titanatos de aluminio juegan un rol importante sobre el comportamiento al choque térmico.

Palabras Clave: *Proyección térmica por llama, Choque térmico, Rietveld, Titanatos de aluminio*

ABSTRACT

The purpose in this work was to evaluate the thermal shock behavior on coatings of Al_2O_3 -45% wt. TiO_2 deposited by flame thermal spray on carbon-steel substrates AISI 1020. For this, the main parameters of the flame spray process were controlled. The thermal spray distance and powders with identical chemical composition and different commercial reference were taken as the only variables. Thickness of the coatings was controlled to determine the effect of the thermal load. The results of X-Ray diffraction and quantitative analysis by the Rietveld Method allowed to identify the phases and the percentages of each one. The coatings were subjected to thermal cycles between 650°C and room temperature with cooling in water. The thickness and structural defects (derived from the manufacturing) were properties related directly with the thermal shock resistance in this work. In addition, it was found that the phases composed by aluminium titanate have an important role in the thermal shock behavior.

Key words: *Flame Spray, Thermal Shock, Rietveld Method, Aluminium Titanate*

1 INTRODUCCIÓN

Los recubrimientos cerámicos como la mayoría de materiales cerámicos son sensibles al choque térmico. Lo que significa que cambios abruptos de temperatura pueden causar daños catastróficos en éstos. Algunos materiales como los titanatos de aluminio han demostrado un buen comportamiento al choque térmico debido a su bajo coeficiente de expansión térmica [1]. Sin embargo, los recubrimientos cerámicos contienen una serie de esfuerzos que se generan en los diferentes procesos durante su fabricación, estos esfuerzos se superponen entre ellos dando como resultado los esfuerzos residuales.

La exposición de los recubrimientos a altas temperaturas puede generar esfuerzos térmicos que junto a los esfuerzos residuales podrían superar la resistencia mecánica del material, y que por lo tanto, pueden producir grietas, delaminación o falla total recubrimiento [2]. Este trabajo se realizó con el fin de identificar los principales parámetros que influyen en el comportamiento al choque térmico de recubrimientos de Al₂O₃-45% en peso de TiO₂ elaborados por proyección térmica por llama. Con estos resultados, se espera explotar las buenas propiedades de este material frente a los ciclos térmicos, así como impulsar la elaboración de este tipo de recubrimientos mediante la proyección térmica por llama, una técnica de bajo costo industrial en comparación con otras técnicas de proyección térmica.

2 MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Preparación de sustratos y selección de polvos

El sustrato metálico utilizado para la deposición de los recubrimientos fue un acero al carbono AISI-SAE 1020 con un diámetro de 25 mm, espesor de 6 mm y una rugosidad promedio (Ra) aproximada de 5 µm, la cual fue obtenida por medio de un proceso de chorro abrasivo con partículas de corindón. Esto es recomendado para que se dé una buena adherencia entre las partículas y el sustrato al momento de ser proyectadas; Posteriormente, se realizó una limpieza con ultrasonido, con el objetivo de eliminar cualquier película de óxido y de grasa que se pudiera haber quedado en las muestras después del tratamiento con las partículas abrasivas. Para la evaluación de la rugosidad se utilizó un rugosímetro bidireccional de contacto MITUTOYO SJ201 con punta de diamante de forma cónica.

Como material de partida para la elaboración de los recubrimientos fueron seleccionados 3 diferentes tipos de polvo comercial de Al₂O₃-45% en peso de TiO₂, (Saint Gobain Referencia 108TM, Saint Gobain 109TM y Eutectic Castolin referencia 25060TM). Estos polvos además de

tener un tamaño de partícula diferente, poseen diferentes fases cristalinas. En la Tabla 1 se presenta la distribución de tamaño de partícula y las fases presentes en cada referencia seleccionada para la elaboración de los recubrimientos.

Tabla 1. Distribución granulométrica y fases de los polvos utilizados para elaborar los recubrimientos

Referencia comercial	Tamaño de partícula (μm)			Fases presentes en cada tipo de polvo (% en peso)			
	$d_{10\%}$	$d_{50\%}$	$d_{90\%}$	Al_2TiO_5	$\text{Al}_6\text{Ti}_2\text{O}_{13}$	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$	TiO_2
SG-108TM	16	27	40	51.4 ± 2.6	40.4 ± 2.4	6.2 ± 0.7	2.0 ± 0.4
SG-109TM	9	16	22	33.1 ± 1.8	63.2 ± 2.4	2.8 ± 0.4	0.9 ± 0.2
Eutectic Castolin 25060TM	21	32	49	1.4 ± 0.3	0.67 ± 0.31	89.8 ± 1.4	8.2 ± 0.4

2.2 Elaboración, pruebas de choque térmico y caracterización de los recubrimientos

La deposición de la capa de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}45\%\text{TiO}_2$ se desarrolló con base en 2 experimentos, el primer experimento (experimento 1) consistió en elaborar cada uno de los recubrimientos a tres diferentes distancias de proyección térmica (6, 7.5 y 9 cm) y sin controlar el espesor final de cada uno de ellos. De este experimento se buscó determinar tanto el efecto de la distancia de proyección así como de los espesores. El segundo experimento (experimento 2) consistió en elaborar los recubrimientos controlando los espesores en cada uno de ellos (350 μm en promedio). Solo dos distancias de proyección fueron utilizadas para este experimento, las cual se seleccionaron con base a los resultados del experimento 1.

Para las pruebas de choque térmico se siguió un procedimiento experimental similar al expuesto por Wang et. al, [3,4] elevando la temperatura de las muestras en un horno Lindberg calentado previamente a 650 °C en atmósfera de aire, con un tiempo de sostenimiento de 10 minutos para cada ciclo y con posterior enfriamiento rápido en agua a temperatura ambiente como se muestra en la Figura 2. El criterio para determinar los ciclos térmicos máximos que resistió cada recubrimiento fue la aparición de macrogrietas o delaminación.

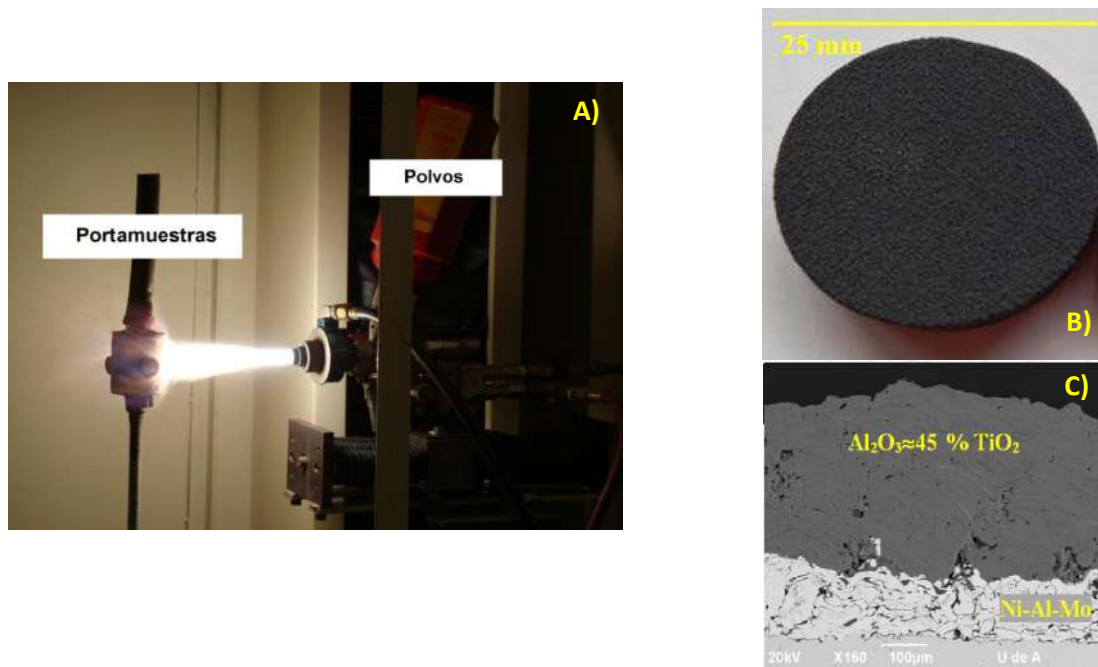


Figura 1. A) Imagen del proceso de proyección térmica por llama-Cámara Arete 1-UdeA; B) Superficie de un recubrimiento de Al_2O_3 -45% TiO_2 obtenido; C) Imagen por Microscopía Electrónica de Barrido sobre la sección transversal del recubrimiento. En esta puede observarse una primera capa correspondiente a la capa de anclaje y una capa segunda capa correspondiente a la capa de Al_2O_3 -45% TiO_2

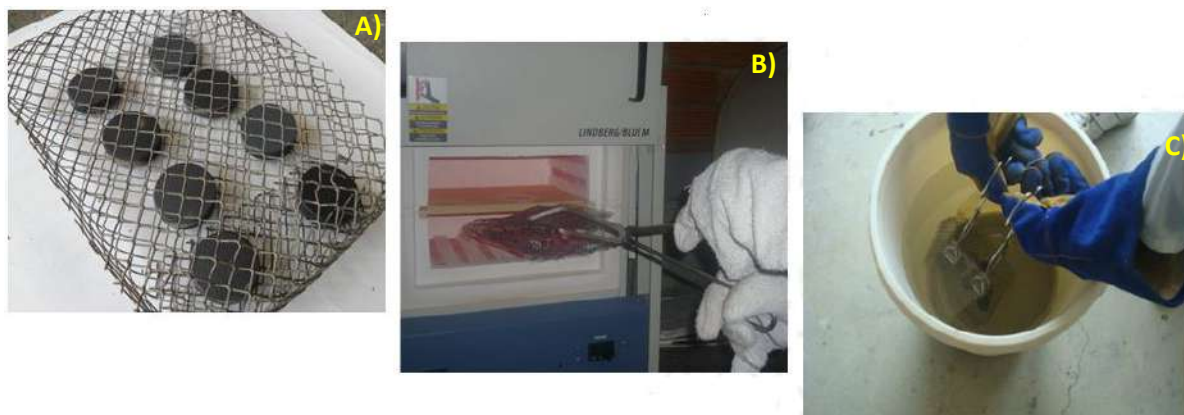


Figura 2. A) Muestras ubicadas dentro de un recipiente metálico el cual fue usado como soporte para la prueba de choque térmico; B) Muestras introducidas a un horno Lindberg calentado previamente a 650°C ; C) Enfriamiento de las muestras en agua a temperatura ambiente.

3 RESULTADOS Y ANÁLISIS

Los resultados mostrados en la Figura 3A, están originados por la diferencia de espesores obtenida durante el proceso de proyección térmica para cada uno de los recubrimientos. Se encontró que los recubrimientos con menor espesor y mayor porcentaje de poros (Eutectic-25060TM con 160 μ m y 24 % de poros en promedio) presentaron un mejor comportamiento al choque térmico. Así mismo, los recubrimientos con un mayor espesor y menor porcentaje de poros (518 μ m y 10% de poros en promedio para SG-108TM) presentaron la menor resistencia al choque térmico. Con el control de espesores realizado durante el experimento 2 (350 μ m en promedio para todos los recubrimientos) pudo evidenciarse el efecto que tienen las fases presentes en cada uno de los recubrimientos.

Las barras de color amarillo y color rojo en la Figura 3B, correspondientes a los recubrimientos elaborados durante el experimento 2, evidencian un aumento importante en la resistencia al choque térmico para los recubrimientos SG-108TM y SG-109TM. Por el contrario, los recubrimientos Eutectic 25060TM presentaron una disminución en la resistencia al choque térmico con respecto al experimento 1.

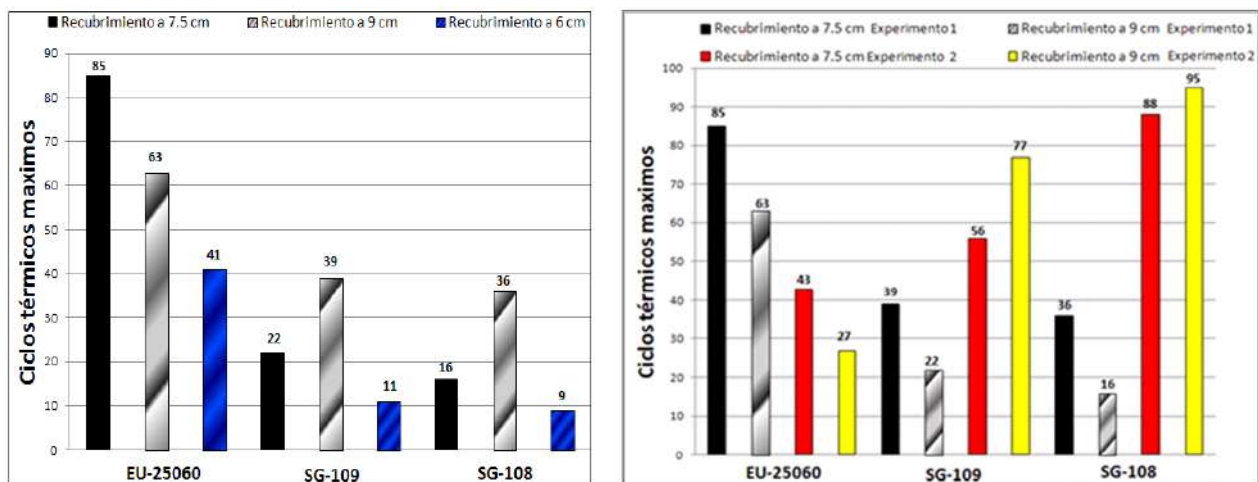


Figura 3. A) Resultado del comportamiento al choque térmico de los recubrimientos elaborados durante el experimento 1. B) Resultado global de las pruebas de choque térmico.

La tabla 2 muestra los resultados de la cuantificación de fases para cada uno de los recubrimientos antes y después de las pruebas de choque térmico. Se advierte que los recubrimientos SG-108TM y SG-109TM con presencia de titanatos de aluminio fueron aquellos que presentaron el mejor comportamiento al choque térmico durante el experimento 2.

Tabla 2. Fases presentes en los recubrimientos antes (AC) y después (DC) de la prueba de choque térmico. *No cuantificado pero identificado en el espectro de difracción.

Recubrimientos	% en peso de las fases				
	TiO_2	Al_2TiO_5	$\text{Al}_6\text{Ti}_2\text{O}_{13}$	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$
SG-108 TM AC	-	56.9 ± 1.5	42.3 ± 1.9	-	0.62 ± 0.05
SG-108 TM DC	*	42.4 ± 1.2	55.6 ± 1.0	0.6 ± 0.1	1.3 ± 0.1
SG-109 TM AC	-	40.3 ± 1.7	58.9 ± 1.7	-	0.77 ± 0.07
SG-109 TM DC	*	33.7 ± 1.0	63.4 ± 1.6	1.1 ± 0.1	1.7 ± 0.1
Eutectic 25060 TM AC	39.1 ± 0.7	-	-	9.18 ± 1.9	51.7 ± 3.0
Eutectic 25060 TM DC	29.4 ± 0.4	-	-	27.2 ± 0.5	43.3 ± 1.2

La Figura 4, A, B, C muestra el tipo de fallo presentado en los recubrimientos, generalmente por astillado y crecimiento de macrogrietas. La Figura 4D muestra la presencia de microgrietas verticales pre-existentes en los recubrimientos SG-108TM, las cuales también fueron evidenciadas en los recubrimientos SG-109TM y en los de Eutectic 25060TM, pero en éstos últimos en menor cantidad. La gran cantidad de microgrietas provenientes del proceso de elaboración de estos recubrimientos fue un factor que contribuyó a su mejor comportamiento al choque térmico. Se sugiere que las microgrietas verticales permiten al recubrimiento liberar los esfuerzos térmicos producidos bajo carga térmica cíclica. Por el contrario, la no presencia de estas favorece la acumulación de esfuerzos.

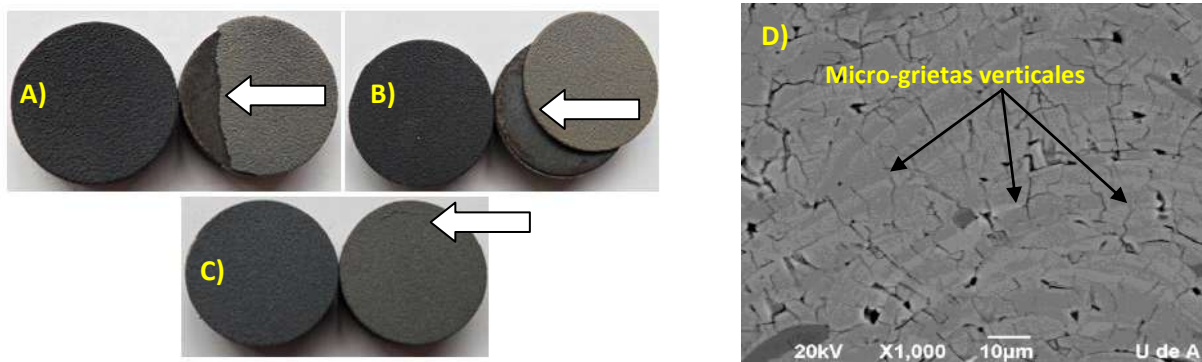


Figura 4. A, B, C Fotografías antes (izq) y después (der) de la falla de los recubrimientos en la prueba de choque térmico. A) Recubrimiento SG-108TM; B) Recubrimiento SG-109TM; C) Recubrimiento Eutectic 25060TM; D) Imagen por Microscopia Electrónica de la sección transversal del recubrimiento SG-108TM antes de la prueba de choque térmico.

4 CONCLUSIONES

Los principales parámetros de los que depende la resistencia al choque térmico de los recubrimientos de Al_2O_3 -45% en peso de TiO_2 elaborados por proyección térmica por llama son las fases que los constituyen, los defectos estructurales (poros y grietas) y su espesor. La resistencia al choque térmico de los recubrimientos aumenta con la presencia de titanatos de aluminio, pero se reduce con el aumento del espesor y con la reducción de poros en su estructura.

5 AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo agradecen al proyecto CODI PR11-2-02 del fondo para proyectos de grados en la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Antioquia por la financiación de este trabajo.

6 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Baudin, C., Berger, M.H., Sayir, A. “Mechanical behaviour of directionally solidified alumina/aluminium titanate ceramics”, *Acta Materialia*, Vol, No., (54), pp. 3835–3841, 2006.
2. Pawlowski, L. “The science and engineering of thermal spray coatings”. France, Wiley, 2008.
3. Wang, Y., Tian, W., Yang, Y., Li, C.G. & Wang, L. “Investigation of stress field and failure mode of plasma sprayed Al_2O_3 -13% TiO_2 coatings under thermal shock”, *Materials Science and Engineering*, , Vol, No., A 516, pp. 103-110, 2009.
4. Wang, Y., Wang, L., Sung, X., Pan, Z.Y. & He, J. “Thermal shock behavior of 8YSZ and double-ceramic-layer $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ /8YSZ thermal barrier coatings fabricated by atmospheric plasma spraying”, *Ceramics International*, , Vol, No., 38 , pp. 3595-3606, 2012.