

EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DE UN
RECUBRIMIENTO CERÁMICO DE Al_2O_3 - TiO_2 ELABORADO POR
PROYECCIÓN TÉRMICA

JAIRO RAFAEL SEBÁ CUENTAS
NIDIA LILIANA CAMACHO ESPINOSA

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA

2012

EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DE UN
RECUBRIMIENTO CERÁMICO DE Al_2O_3 - TiO_2 ELABORADO POR
PROYECCIÓN TÉRMICA

JAIRO RAFAEL SEBÁ CUENTAS
NIDIA LILIANA CAMACHO ESPINOSA

TRABAJO DE GRADO PRESENTADO COMO REQUISITO PARA OPTAR AL
TÍTULO DE INGENIERO METALÚRGICO

DIRECTOR:
M.Sc. IVÁN URIBE PÉREZ

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA

2012

DEDICATORIA

A Lucho y Carmen;
Mis dos mejores profesores

Jairo

Dedicatoria

A Dios que siempre me ha indicado el camino

A mi madre por su sacrificio y entrega

A mi hermano Ru por confiar en mí

Liliana

AGRADECIMIENTOS

Al director del proyecto, el profesor Iván Uribe Pérez, por su orientación, apoyo, entendimiento y disposición siempre para resolver nuestras dudas e inconvenientes.

A Fabio Vargas, Freddy Vargas y a la señora Trini por todo su apoyo, paciencia y cariño durante este largo proceso que hubiera sido mucho más difícil y tedioso sin ellos.

Al grupo de investigación GIPIMME de la Universidad de Antioquia por el apoyo brindado.

Al grupo de investigación de corrosión GIC, en especial a los profesores Custodio Vasquez y Dario Yesid Peña que siempre nos hicieron sentir como en casa.

Al profesor Ely Dannier Valbuena por abrirnos las puertas del laboratorio de investigación de plasma y por todas sus enseñanzas a cerca de las repercusiones de una producción científica.

En general a todos y cada uno de los profesores de la escuela de ingeniería metalúrgica por la formación y las enseñanzas impartidas a lo largo de nuestro pregrado. A los técnicos de la escuela de Ingeniería metalúrgica, que sin ellos no hubiéramos llegado hasta donde llegamos: Ambrosio, Javier, Mario, Domingo y Fermín. ¡Gracias!

Finalmente, queremos expresar un agradecimiento muy especial a todos y cada uno de los compañeros de estudio que caminaron a nuestro lado durante estos años, aguantando nuestros días malos y compartiendo con nosotros los días buenos. A Jairito Vargas, Miladis Martínez, Yelitza López, Diego García, Andrea Pabón, El Negro Jose, Mauricio Torres, Hernando Escobar, Eliecer Méndez, Jesús Eduardo Rivera, Alexis Gómez, Ramiro Mejía, Cristian Laguado, David Barajas y todos aquellos que alguna vez nos recordaron que si se podía.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN.....	17
1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	18
2. OBJETIVOS	20
2.1 OBJETIVO GENERAL.....	20
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	20
3. FUNDAMENTO TEÓRICO	21
3.1 ESTADO DEL ARTE.....	21
3.2 MATERIALES CERÁMICOS.....	22
3.2.1 Alúmina.....	23
3.2.2 Óxido de titanio.....	24
3.3.3 Recubrimientos duros	25
3.4 PROYECCIÓN TÉRMICA.....	26
3.4.1 Proyección térmica por combustión (Flame spray).....	26
3.5 RUGOSIDAD	28
3.6 ENSAYO DE PERMEACIÓN	28
3.6.1 Permeación electroquímica.....	29
3.6.2 Parámetros de la permeación de hidrógeno	31
3.7 RESISTENCIA A LA ABRASIÓN	32
4. METODOLOGÍA.....	34
4.1 ADQUISICIÓN DE MATERIALES.....	35
4.2 PROCESO DE PROYECCIÓN TÉRMICA	36
4.3 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS.....	38
4.3.1 Rugosidad	38
4.3.2 Ensayo de resistencia a la abrasión.....	39
4.3.3 Evaluación de la porosidad.....	42
4.4 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES QUÍMICAS	42
4.4.1 Caracterización del recubrimiento.....	43
4.4.2 Técnicas electroquímicas.....	43

5. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	46
5.1 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS	46
5.1.2 Abrasión	48
5.1.3 Evaluación de la porosidad del recubrimiento obtenido	52
5.2 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES QUÍMICAS	54
5.2.1 Caracterización de los polvos utilizados para la elaboración de los recubrimientos	54
5.2.2 Caracterización química del recubrimiento de Alúmina – Oxido de titanio ...	58
5.2.3 Pruebas electroquímicas.....	59
CONCLUSIONES	67
RECOMENDACIONES.....	68
BIBLIOGRAFÍA.....	69

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Propiedades físicas y químicas del óxido de aluminio Al_2O_3 (alúmina).....	24
Tabla 2. Propiedades físicas y químicas típicas del óxido de titanio TiO_2	25
Tabla 3. Propiedades físicas, químicas y mecánicas del acero AISI – SAE 1020 .	35
Tabla 4. Dimensiones y cantidades de los sustratos preparados.....	36
Tabla 5. Condiciones de proyección para la deposición de Níquel	37
Tabla 6. Condiciones de proyección usadas para las muestras del grupo E y M. .	38
Tabla 7. Condiciones de proyección usadas para las muestras del grupo A.....	38
Tabla 8. Rugosidad medida en las muestras elaboradas para permeación (Grupo E).....	46
Tabla 9. Rugosidad medida en las muestras elaboradas para abrasión (Grupo A).	47
Tabla 10. Masa inicial y final para cada muestra sometida al ensayo de abrasión	49
Tabla 11. Índice de abrasión calculado para cada muestra ensayada	50
Tabla 12. Índices de abrasión promedio	52
Tabla 13. Porosidad calculada mediante el análisis de imágenes para la muestra M1	54
Tabla 14. Composición química y porcentajes en peso de los compuestos	57
Tabla 15. Composición química y porcentajes en peso del recubrimiento depositado.....	58
Tabla 16. Condiciones utilizadas para realizar el ensayo de permeación de hidrógeno	60
Tabla 17. Valores de la cinética de permeación de hidrógeno.	63
Tabla 18. Parámetros de permeación de hidrógeno para un recubrimiento cerámico compuesto por Al_2O_3 y TiO_2	64
Tabla 19. Parámetros de permeación para un acero AISI SAE 1012 normalizado y sin recubrimiento.	65
Tabla 20. Comparación de los parámetros de permeación entre el recubrimiento de Al_2O_3 . Ti_2O y el sustrato Acero AISI/SAE 1020.....	65

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Estructura cristalina del óxido de aluminio Al_2O_3	23
Figura 2. Estructura cristalina del óxido de titanio TiO_2	24
Figura 3. Diagrama de fases del sistema $Al_2O_3 - TiO_2$	25
Figura 4. Bosquejo de los componentes de una antorcha de rociado térmico por combustión utilizando material en polvo.	27
Figura 5. Esquema de una celda de dos compartimientos desarrollada por Devanathan para la realización de pruebas de permeación de hidrógeno.	30
Figura 6. Esquema de la metodología experimental.	34
Figura 7. Cámara de proyección térmica Areste 1.	37
Figura 8. Microscopio Hirox.	39
Figura 9. Abrasímetro TABER 5130.	40
Figura 10. Diagrama operacional del Abrasímetro.	40
Figura 11. Piedras abrasivas H-22 usadas para el ensayo de abrasión. Fabricante: Taber Industries.....	41
Figura 12. a) Bipotenciostato ACM Gill AC BI-STAT b) Montaje de la celda para polarización catódica	44
Figura 13. Celda utilizada para realizar el ensayo de permeación de hidrógeno...	45
Figura 14. Muestras preparadas para realizar el ensayo de abrasión.	49
Figura 15. Micrografía (200X) del corte transversal probeta M1 obtenida por medio del microscopio OLIMPUS GX 71 (Recubrimiento y sustrato).	52
Figura 16. Obtención de las imágenes binarias de la región de interés para determinar la porosidad de la capa de $Al_2O_3-TiO_2$, en la muestra con Matlab. Porosidad de la Capa de $Al_2O_3-TiO_2$: 46.57%. a) Imagen de la muestra 200x, b) Imagen de la muestra contrastada con el software imagenj, c) Magnificación de la imagen b en la zona analizada	53

Figura 17. Imagen de MEB realizada a los polvos de Alúmina – Óxido de Titanio mostrando la morfología de los polvos (referencia 25060) a) 250 X b) 500X.	56
Figura 18. Distribución de tamaño de las partículas de POLVOS MetaCeram 25060 (Alúmina-Óxido de Titanio).	56
Figura 19. Espectro de difracción de rayos x para los polvos de alúmina y Oxido de Titanio.....	57
Figura 20. Espectro de difracción de rayos x para los polvos de alúmina y oxido de titanio 25060	59
Figura 21. Curva de polarización potenciodinámica para un recubrimiento cerámico de $Al_2O_3 - TiO_2$	60
Figura 22. Curva de permeación a -1800 mV del recubrimiento de Alúmina – Oxido de titanio.....	61
Figura 23. Curva correspondiente a una muestra normalizada de acero AISI SAE 1020 sin recubrimiento.	61
Figura 24. Comparación de los parámetros de permeación entre el recubrimiento de $Al_2O_3 \cdot Ti_2O$ y el sustrato Acero AISI/SAE 1020.....	65

RESUMEN

TITULO: EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DE UN RECUBRIMIENTO CERÁMICO DE Al_2O_3 - TiO_2 ELABORADO POR PROYECCIÓN TÉRMICA*

AUTORES: SEBÁ CUENTAS, Jairo Rafael; CAMACHO ESPINOSA, Nidia Liliana**

PALABRAS CLAVES: Recubrimientos cerámicos, Recubrimientos Al_2O_3 - SiO_2 , proyección térmica, rugosidad, abrasión, porosidad, titanato de aluminio, permeación de hidrogeno.

DESCRIPCIÓN:

En los recubrimientos depositados por proyección térmica, son las propiedades físicas y químicas las que establecen las características específicas que adopte el recubrimiento tales como la temperatura fusión, la fuerza con que estén unidas las partículas que lo conforman, la resistencia al desgaste y la permeación de hidrógeno. Una baja unión de las partículas puede generar alta porosidad del recubrimiento, lo que se traduce en una alta permeación de hidrogeno y modificaciones en las propiedades mecánicas. Es por esto que el interés de este trabajo se centraliza en la evaluaciones de las propiedades físicas y químicas de recubrimientos compuestos por Al_2O_3 – TiO_2 , con el fin de establecer la capacidad de protección que pueda brindar dicho recubrimiento a equipos o tuberías expuestos ambientes altamente hidrogenados, en aplicaciones que requieran buena resistencia al desgaste o una combinación de las dos situaciones.

Las propiedades físicas evaluadas en este trabajo fueron la rugosidad, la resistencia a la abrasión y la porosidad del recubrimiento depositado por proyección térmica. La rugosidad y la porosidad se determinaron mediante imágenes obtenidas por microscopia electrónica y la resistencia a la abrasión se evaluó empleando el Abrasímetro TABER 5130. También se evaluaron propiedades químicas mediante caracterizaciones químicas del polvo depositado y del recubrimiento obtenido, además de un ensayo de permeación de hidrogeno.

Mediante los resultados obtenidos, se determino que el recubrimiento cerámico compuesto por Al_2O_3 – TiO_2 presenta mayor resistencia al desgaste a medida que se aumenta el numero de pases de proyección y mejora la permeación de hidrogeno del acero común sobre el cual sea depositado.

*Trabajo de Grado

**Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales.
Director: Iván Uribe Pérez.

ABSTRACT

TITLE: EVALUATION OF PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES OF $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ CERAMIC COATINGS ELABORATED BY THERMAL SPRAYING PROCESS*

AUTHORS: SEBÁ CUENTAS, Jairo Rafael; CAMACHO ESPINOSA, Nidia Liliana**

KEY WORDS: Ceramic coatings, $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ coatings, flame spraying, rugosity, wear resistance, porosity, aluminum titanate, hydrogen permeation.

DESCRIPTION:

In the coatings deposited by thermal spraying, are physical and chemical properties which establish the specific features adopted by the coating such as the melting temperature, the force with which the particles are bonded from it, the wear resistance and the hydrogen permeation. A low binding of the particles can generate high porosity of the coating, resulting in a high hydrogen permeation and modifications in the mechanical properties. That is why the interest of this work is centralized in the assessments of physical and chemical properties of coatings composed of $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$, in order to establish the capacity to provide such protection coating equipment and piping exposed to highly hydrogenated environments in applications requiring good wear resistance or a combination of the two situations.

The physical properties were evaluated in this study were roughness, abrasion resistance and porosity of the coating deposited by thermal spraying. The roughness and porosity were determined by electron microscopy images obtained and the abrasion resistance was evaluated using the Taber Abraser 5130. Chemical properties were also evaluated by chemical characterizations of the powder deposited and the coating obtained, and a hydrogen permeation test.

By the results, it was determined that the ceramic coating composed of $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ exhibits greater wear resistance when increases the number of projection passes and it also improves the hydrogen permeation on common steel onto which is deposited.

*Research Work

**Physical Chemistry Engineer School. Metallurgical Engineer and Materials Science College.
Director: Iván Uribe Pérez.

INTRODUCCIÓN

En la investigación de nuevas tecnologías, se necesitan materiales nuevos con propiedades específicas, que no poseen los materiales tradicionales que encontramos en el mercado; donde tuberías de acero están expuestas a altas presiones, temperaturas y en contacto con agentes corrosivos como el ácido sulfhídrico, dióxido de carbono. Lo que acentúa en la demanda de la industria, que se haga necesario la incorporación de nuevos materiales con unas propiedades determinadas, para que perdure la integridad de los equipos que son expuestos a las anteriores condiciones.

Los cerámicos juegan un papel importante al a hora de resistir altas temperaturas, por eso, esta investigación se llevo a cabo basados en evaluar la propiedades físicas y químicas de RECUBRIMIENTO CERÁMICO DE Al_2O_3 - TiO_2 ELABORADO POR PROYECCIÓN TÉRMICA, el cual puede ser utilizado para brindar un valor agregado en una tubería de acero de reactores y por supuesto incrementando de manera considerable la vida útil del equipo.

Esta tesis, evaluamos la propiedades del RECUBRIMIENTO CERÁMICO DE Al_2O_3 - TiO_2 ELABORADO POR PROYECCIÓN TÉRMICA, partiendo de la caracterización de los polvos con que están echo los recubrimientos, utilizando polvos comerciales de alta calidad haciendo fluorescencia de rayos X, Microcopia de Barrido, Microscopia Óptica, Ensayos de abrasión bajo norma ASTM, Permeación de hidrogeno.

1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Desde hace aproximadamente 40 años, la producción de gas natural y petróleo ha venido presentando un aumento considerable, lo cual ha incrementado también la necesidad de mejorar los sistemas de exploración y explotación. De esta forma, pozos petroleros que estuvieron clausurados durante años debido a la baja calidad del recurso natural o difíciles condiciones de acceso que dificultaban o no justificaban su extracción, pudieron ser reabiertos con la ayuda de nuevas tecnologías que se desarrollaron de acuerdo a las necesidades de la industria.

Uno de los avances más significativos en el área de explotación y transporte de petróleo, es la implementación de nuevos materiales capaces de resistir las diversas condiciones ambientales y operativas a las cuales se ven expuestos, como por ejemplo, tubos de acero sujetos a presiones elevadas y altas temperaturas en contacto con agentes corrosivos como el ácido sulfhídrico, dióxido de carbono o ácidos orgánicos que por lo general están presentes en los productos obtenidos y comprometen la integridad de la tubería y los equipos.

En la actualidad se cuenta con aceros resistentes a los diferentes mecanismos de corrosión y daños por hidrógeno, sin embargo dependiendo de la aplicación del acero se necesitan medidas complementarias para aumentar su resistencia al daño. Es así como durante las últimas tres décadas han surgido novedosas alternativas técnicas, tal como lo es la aplicación de recubrimientos de cerámicos en forma compacta por medio de la proyección térmica, que funciona como una barrera protectora al paso del hidrógeno evitando que este llegue al material base. La mayoría de los materiales cerámicos presentan alta resistencia mecánica y su implementación en recubrimientos para sustrato metálico ha ido aumentando gracias a que la mayoría presenta un excelente comportamiento ante choques térmicos, haciendo que sea el recurso ideal a la hora de trabajar en procesos industriales donde los metales puedan sufrir corrosión a altas temperaturas, mejorando su vida útil considerablemente.

Con referencia a lo anterior, surge la necesidad de estudiar las propiedades físicas y químicas de un recubrimiento cerámico compuesto por alúmina Al_2O_3 y óxido de titanio TiO_2 con el fin de evaluar su comportamiento en aplicaciones de la industria petroquímica en las cuales se requiere proteger aceros expuesto a altas temperaturas y que brinde baja permeación de hidrógeno.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GENERAL

Evaluar la capacidad de protección que brinda el recubrimiento cerámico $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ elaborado por proyección térmica en aceros al carbono a partir de la determinación de sus propiedades físicas y químicas.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar la rugosidad de un recubrimiento cerámico de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ elaborado por proyección térmica.
- Realizar la caracterización del recubrimiento cerámico compuesto por $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ evaluando su morfología y composición química.
- Establecer cuantitativamente el porcentaje de hidrógeno que atraviesa un recubrimiento cerámico de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$
- Evaluar la resistencia a la abrasión de un recubrimiento cerámico de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ elaborado por proyección térmica.

3. FUNDAMENTO TEÓRICO

Los materiales cerámicos han ido aumentando su importancia en la industria gracias a los avances tecnológicos que han permitido su inclusión en diferentes aplicaciones donde las propiedades de los metales no alcanzan a satisfacer los requerimientos de funcionamiento y es por esto que se han estudiado diferentes técnicas de elaboración y composiciones con el fin de mejorar su desempeño e incrementar los campos de aplicación.

3.1 ESTADO DEL ARTE Se han conocido varios estudios de la permeación de hidrógeno en diversos materiales como aceros comunes, inoxidable y endurecidos, también en aleaciones de titanio y aluminio pero en realidad son muy pocos los avances que se han tenido sobre este fenómeno en materiales cerámicos. En el año 2003 se llevo a cabo un estudio del comportamiento de los recubrimientos termo-rociados expuestos a ambientes hidrogenados por parte de Fabio Vargas Galvis, tesis de maestría de la Universidad Industrial de Santander. En dicha investigación, se demostró que los recubrimientos termo-rociados en acero AISI 442 conservan su capacidad de detener el avance de hidrógeno y su integridad estructural, haciendo de estos una protección ideal en ambientes con altas concentraciones de hidrógeno.

Por otra parte, referente a la resistencia a la abrasión de cerámicos se han realizado una mayor cantidad de estudios. En el año 2008, E. Sánchez, E. Bannier, V. Cantavella, M.D. Salvador, E. Klyatskina, J. Morgiel, J. Grzonka, y A.R. Boccaccini compararon la resistencia al desgaste de dos recubrimientos cerámicos de Al_2O_3 y TiO_2 depositados por proyección térmica sobre acero inoxidable. En este estudio se concluyó que los recubrimientos nanoestructurados presentan mejor comportamiento que los recubrimientos estándar[1].

En el año 2010, E. Fagury Neto, R. H. G. A. Kiminami, analizaron la resistencia al desgaste de alúminas manométricas depositadas por proyección térmica mediante pruebas pin-on-disk, llegando a la conclusión de que los recubrimientos compuestos por α -Al₂O₃ presentan mejor actitud al desgaste en comparación por aquellos compuestos por γ -Al₂O₃.²

3.2 MATERIALES CERÁMICOS

Los cerámicos, una de las tantas familias de materiales importantes, son compuestos cristalinos de elementos metálicos y no metálicos. La familia de cerámicos es amplia y variada, incluyendo materiales tales como refractarios, vidrio, ladrillo, cemento y yeso, abrasivos, sanitarios, ferro-eléctricos, ferritas y aislantes dieléctricos. Hay otros materiales que, estrictamente hablando, no son cerámicos pero que, sin embargo, se incluyen dentro de esta familia a menudo. Estos son el carbono, el grafito, la mica y los asbestos. También clasifican compuestos intermetálicos, como aluminuros, que son clasificados como metales pero son mezclas de metales y cerámicos.

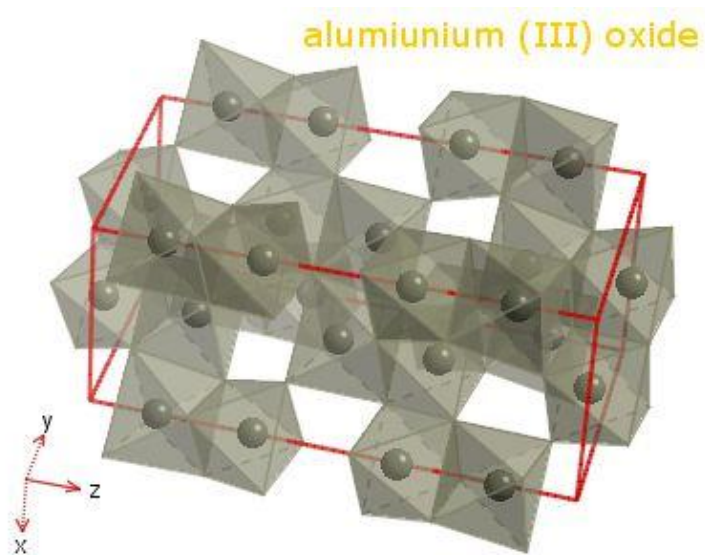
Los principales componentes de los materiales cerámicos son una amplia gama de metales y elementos no metálicos. Algunos de los metales más comunes son, aluminio, silicio, magnesio, berilio, titanio y boro. Elementos no metálicos con los que se combina comúnmente son oxígeno, carbono o nitrógeno. El cerámico puede ser simple, de una sola fase o materiales de múltiples fases, que consisten en una combinación de dos o más compuestos ¹

Por lo general, los materiales cerámicos son duros, frágiles, con un alto punto de fusión, baja conductividad eléctrica y térmica, buena estabilidad química y elevada resistencia a la compresión; todo esto debido a sus enlaces iónicos y/o covalentes.

¹ GEORGE S. BRANDY, HENRY H. CLAUSER, JOHN A. VACCARI. Materials Handbook: An Encyclopedia for Managers, Technical Professionals, Purchasing and Production Managers, Technicians, and Supervisors, Fifteenth Edition

3.2.1 Alúmina El óxido de aluminio Al_2O_3 , es un mineral cristalino natural también conocido como corindón que presenta una estructura cristalina octaédrica como se muestra en la Figura 1. Sus formas cristalinas son la alúmina alfa, compuesta por cristales hexagonales incoloros y la alúmina gama, formada de cristales cúbicos. Es el cerámico más duro, fuerte y rígido del grupo de los óxidos. También sobresale por su resistividad eléctrica y resistencia dieléctrica, es resistente a una amplia variedad de productos químicos y no son afectados por aire, vapor de agua o ambientes sulfurosos. Sin embargo, su punto de fusión de solo $2054\text{ }^\circ\text{C}$, hace que tenga baja refractariedad y a $1371\text{ }^\circ\text{C}$ puede retener solo el 10% de la temperatura ambiente ²

Figura 1. Estructura cristalina del óxido de aluminio Al_2O_3 .



Fuente http://www.webelements.com/_media/compounds/Al/Al2O3-1344281.jpg

Además de un amplio uso como aislantes eléctricos y químicos, también es usado en aplicaciones aeroespaciales y petroquímicas. La alta dureza y buena versatilidad hacen de la alúmina un cerámico resistente a la abrasión presente en piezas textiles, guías, pistones de bombas, revestimientos de tuberías, entre

² JAMES G. SPEIGHT. Chemical Process and Design Handbook.

otros. En la Tabla 1 se muestran las principales propiedades físicas y químicas e la alúmina.

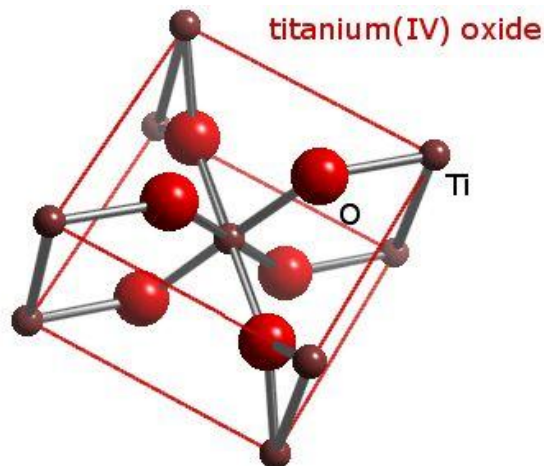
Tabla 1. Propiedades físicas y químicas del óxido de aluminio Al_2O_3 (alúmina).

Densidad (g/cm ³)	3,80
Modulo de Young (Kg/cm ²)	$3 \times 10^6 - 4 \times 10^6$
Dureza (HV10)	1350
Resistencia a la flexión (Kg/cm ²)	340
Resistencia a la compresión (Kg/cm ²)	2200
Coefficiente de expansión térmica (1/°C)	7,9
Conductividad térmica (W/mK)	24

3.2.2 Óxido de titanio

El dióxido de titanio se encuentra en la naturaleza de diversas formas, las mas conocidas son el rutilo y la anatasa con estructura cristalina tetragonal (ver Figura 2) y se producen industrialmente en grandes cantidades para ser utilizados como catalizadores, pigmentos o en la producción de materiales cerámicos.

Figura 2. Estructura cristalina del óxido de titanio TiO_2 .



Fuente http://www.webelements.com/_media/compounds/Ti/O2Ti1-13463677.jpg

El óxido de titanio es un buen aislante eléctrico y refractario. El material molido finamente presenta buena plasticidad sin aglomerantes y se usa moldeado para fabricar resistencias electrónicas. Es altamente usado en aplicaciones de aislamiento eléctrico para reemplazar la mica, presenta buena estabilidad química y no es vulnerable al ataque de agentes orgánicos e inorgánicos. [5]

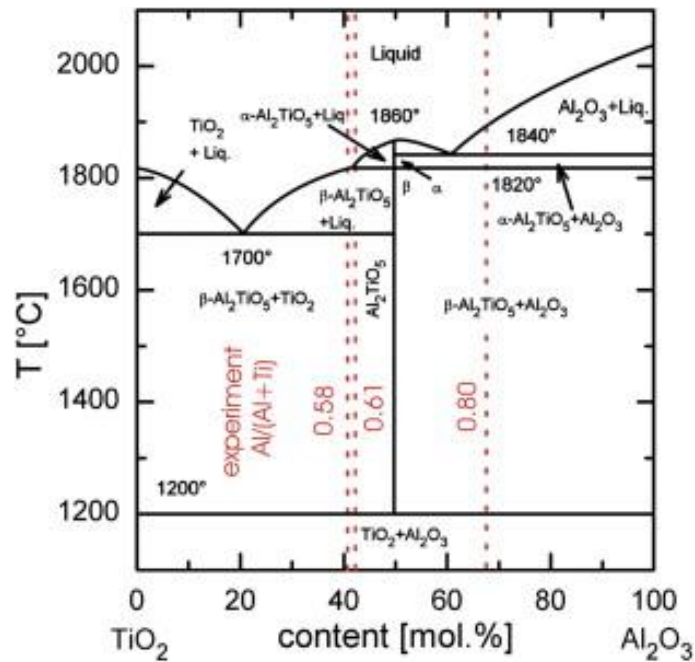
Las propiedades físicas y mecánicas del óxido de titanio se resumen en la Tabla 2.

Tabla 2. Propiedades físicas y químicas típicas del óxido de titanio TiO_2

Densidad (g/cm^3)	4,2
Modulo de Young (Kg/cm^2)	$1,8 \times 10^6$
Dureza (HV0.5)	880
Resistencia a la flexión (Kg/cm^2)	1500
Resistencia a la compresión (Kg/cm^2)	6628
Conductividad térmica (W/mK)	7,4

3.3.3 Recubrimientos duros

Figura 3. Diagrama de fases del sistema $Al_2O_3 - TiO_2$.



Fuente <http://ars.els-cdn.com/content/image/1-s2.0-S0257897208006415-gr6.jpg>

Los materiales cerámicos han ido aumentando su importancia en el mercado de los recubrimientos depositados por proyección térmica; su resistencia química, estabilidad térmica y alta dureza les permite tener un buen desempeño, no solo bajo condiciones de desgaste, sino también en ambientes altamente corrosivos y expuestos a altas temperaturas, donde pueden hacer las veces de barrera térmica para dar origen a los Thermal Barrier Coatings o TBC's. Dentro de los materiales más utilizados para estos fines está la alúmina mezclada con óxido de titanio.

La alúmina presenta una distribución de tamaño entre 5 y 45 μm , permite obtener recubrimientos con una dureza superior a 1.000 HV pero este material, por lo general, debe mezclarse con óxido de titanio para mejorar su resistencia a la fractura, lo cual afecta considerablemente la dureza. El diagrama de fase de estos recubrimientos se muestra en la Figura 3 y son utilizados en ambientes ácidos y alcalinos con temperaturas de trabajo hasta de 1649 °C gracias a su alta resistencia al desgaste erosivo y abrasivo. ³

3.4 PROYECCIÓN TÉRMICA

El termo-rociado es una técnica que se desarrolló a partir la necesidad de depositar recubrimientos duros en polvo y consiste básicamente en calentar un material hasta su punto de fusión o hasta sinterizarlo e impulsarlo sobre un substrato a una velocidad suficiente como para asegurar la adherencia, obteniendo como resultado la deposición de una película delgada.

Dentro de las técnicas de elaboración y aplicación de recubrimientos por termo-rociado, una de las más destacadas es el rociado térmico por combustión el cual se describe a continuación:

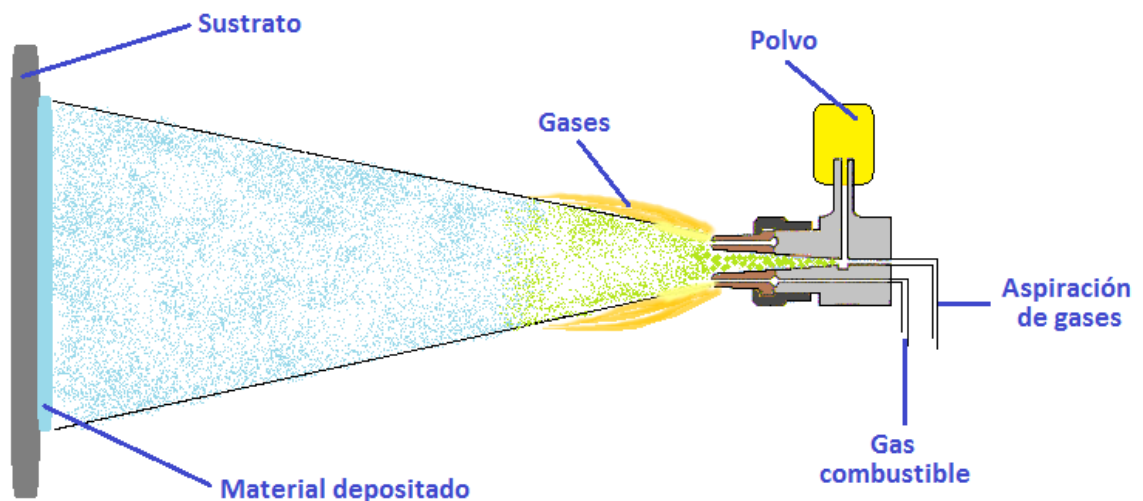
3.4.1 Proyección térmica por combustión (Flame spray) En esta técnica, la energía química producida por la combustión de la mezcla gas – oxígeno, se

[1]. ³ VARGAS, Fabio y LATORRE, Guillermo. Materiales de ingeniería. Capítulo 6. ECOPEPETROL.

utiliza para calentar el material a depositar, el cual puede estar en forma de finas partículas o de alambre.⁴

En la Figura 4 se muestra el esquema de los principales componentes de una antorcha usada en la aplicación de recubrimientos termo-rocidos por combustión.

Figura 4. Bosquejo de los componentes de una antorcha de rociado térmico por combustión utilizando material en polvo.



Fuente: Los autores

Los principales parámetros que se deben tener en cuenta en el proceso de deposición por combustión son:

- La proyección de la llama
- El material utilizado para elaborar el recubrimiento
- Las características del rociado

Las propiedades mas destacadas de los recubrimientos obtenidos mediante esta técnica son:

⁴ Pawlowski Lech, The science and Engineering of Thermal Spray Coatings, John Wiley & Sons

- Las fuerzas de adhesión entre el sustrato y el recubrimiento puede alcanzar hasta 60 MPa
- La porosidad esta entre el 10 y el 20%
- El espesor típico varia entre 100 y 250 μm

3.5 RUGOSIDAD

En los recubrimientos depositados por proyección térmica, la rugosidad superficial puede indicar el grado de fusión y la fuerza con que llegan las partículas al sustrato durante la formación de la capa. Teniendo esto en cuenta, se puede decir que una alta unión de las partículas permite que la porosidad del recubrimiento sea baja, lo cual se traduce en un mejoramiento de las propiedades mecánicas.⁵

3.6 ENSAYO DE PERMEACIÓN

En 1962 Devanathan y Stachurski [9] desarrollaron el principio de la permeación, el cual se basa en la medida instantánea del flujo de hidrógeno en función del tiempo a través de una membrana metálica, a partir del momento en que se inicia el paso del mismo dentro del metal⁶

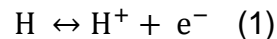
La definición de permeación dice que es la cantidad de gas que pasa a través de una membrana metálica durante un tiempo (t) y puede llevarse a cabo por vía gaseosa o electroquímica.

⁵ GONZALEZ H. Andres, Influencia de la rugosidad en la microdureza y en la resistencia al desgaste de recubrimientos aplicados mediante proyección térmica.

⁶ DEVANATHAN, M. y STACHURSKI, Z. The adsorption and diffusion of electrolytic hydrogen in palladium.

3.6.1 Permeación electroquímica

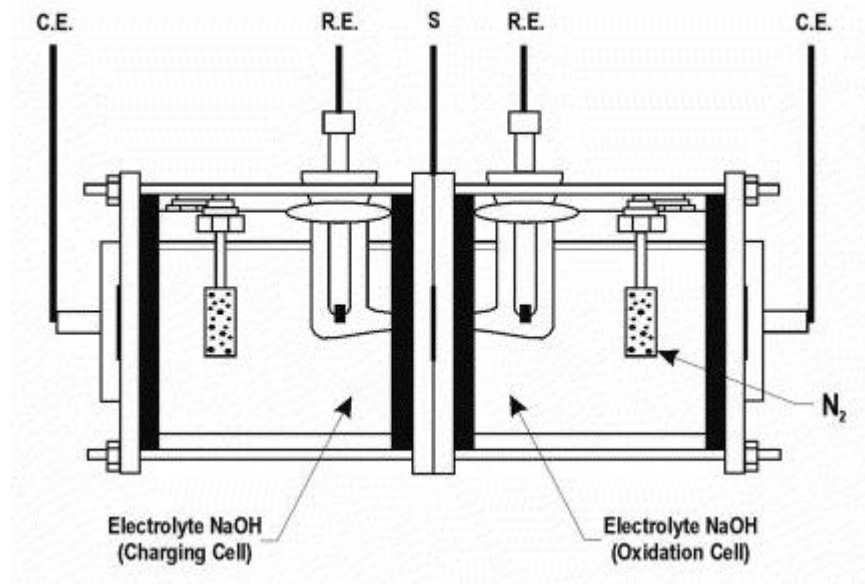
Se conocen diversos métodos para realizar la permeación electroquímica de hidrógeno, entre los ellos están el galvanostático y el bipotenciostático. Estos se basan en el principio de poner una muestra metálica en una solución de hidróxido donde se observa una diferencia de potencial en el sistema metal – hidrógeno, la cual viene acompañada de una migración de iones H^+ desde la solución hacia la superficie metálica y viceversa; significando que el cambio en la concentración de hidrógeno sobre la superficie metálica conduce necesariamente a que haya un cambio en el potencial electroquímico de dicha superficie, hasta que la diferencia de potencia deje de existir al llegar a un equilibrio electroquímico expresado mediante la siguiente reacción:



Para llevar a cabo las pruebas de permeación de hidrógeno por el método galvanostático o bipotenciostático se utiliza una celda de dos compartimientos separados por la muestra de ensayo, en uno de los cuales se genera la carga de hidrógeno y en el otro se detecta el hidrógeno que ha permeado la muestra ensayada.

En el centro de las dos celdas, está la muestra ensayo separando el electrolito contenido en la celda de generación y el contenido en la celda de detección de hidrógeno. Cada una de las celdas cuenta con un electrodo de referencia y un contra-electrodo como se muestra en la Figura 5.

Figura 5. Esquema de una celda de dos compartimientos desarrollada por Devanathan para la realización de pruebas de permeación de hidrógeno.



Fuente DICK, L. Estudos electroquímicos de permeação de hidrogenio e determinação de concentrações criticas de hidrogenio em um aço de alta dureza.

El método bipotenciostático para la permeación de hidrógeno es uno de los más usados en la técnica de permeación electroquímica, aunque también es uno de los más lentos y para llevarlo a cabo se deben determinar preliminarmente las condiciones de generación de hidrógeno, las cuales se calculan con ayuda de una curva de polarización potenciodinámica realizada utilizando las mismas condiciones que se usaran para llevar a cabo la prueba de permeación, es decir, mismo tipo de material y electrolito. El potencial que debe aplicarse en la generación de hidrógeno, se calcula en a partir de la curva catódica controlada por difusión.

3.6.2 Parámetros de la permeación de hidrógeno

Cada uno de los parámetros (incluyendo la corriente máxima de permeación) que se nombran a continuación se determinan a partir de la curva de corriente (i) vs. tiempo (t). [7]

Coeficiente de difusión aparente de hidrógeno: está en función de los defectos internos presentes en la microestructura del material, defectos que permiten que el hidrógeno se atrape con mayor o menor intensidad.

Este coeficiente puede determinarse por cualquiera de las siguientes expresiones:

$$D = \frac{s^2}{6t_{lag}} \quad (2)$$

$$D = \frac{s^2}{15.3 t_b} \quad (3)$$

Donde,

D = Coeficiente de difusión (cm²/s)

s = Espesor de la muestra ensayada (cm)

t_{lag} = Es el time lag que corresponde al tiempo requerido para alcanzar el 63% de la densidad de corriente

t_b = Corresponde al break thought time, que es la medida de tiempo obtenido al extrapolar la recta de corriente de permeación transitoria para i = 0

- Solubilidad: se refiere a la concentración de hidrógeno total permeado en la muestra ensayada, ya sea en solución solida intersticial o atrapado en sitios microestructurales.

Para determinar la solubilidad se emplea la expresión:

$$S = \frac{I^*s}{FD} \quad (4)$$

Donde,

S = Solubilidad aparente de hidrógeno (mol H/cm³)

⁷ H.A. Estupiñan, I. Uribe, P.A. Sundaram, Hydrogen permeation in gamma titanium aluminides, Corrosion Science

s = Espesor de la muestra ensayada (cm)
D = Coeficiente de difusión aparente (cm²/s)

- Permeabilidad de hidrógeno:

Se calcula multiplicando el coeficiente de difusión aparente de hidrógeno por la solubilidad aparente, así:

$$P = D * S \quad (5)$$

Donde,

P = Permeabilidad de hidrógeno (mol H/cm-s)
D = Coeficiente de difusión aparente (cm²/s)
S = Solubilidad aparente de hidrógeno (mol H/cm³)

3.7 RESISTENCIA A LA ABRASIÓN

Se conocen diversos modos de degradación de una superficie como lo son: deformación plástica, agrietamiento, cambios estructurales, corrosión y desgaste. De este último se conocen varios tipos a saber: abrasivo, erosivo, erosivo-corrosivo, triboquímico. El desgaste abrasivo en particular es un fenómeno complejo, ya que depende de múltiples variables del tribosistema como la geometría de las superficies en contacto, la temperatura del medio y de las superficies, las propiedades mecánicas de los materiales involucrados, entre otros. Éste ha sido un fenómeno ampliamente estudiado pero no así definido por las razones expuestas anteriormente. Diversos investigadores (Rabinowicz 1965, Zum Gahr 1987, entre otros), han intentado establecer una terminología única para el estudio de los mecanismos y causas del desgaste abrasivo, y algunos consensos se han logrado a partir de esas iniciativas.⁸

⁸ ASTM G-148 (Standard Practice for Evaluation of Hydrogen Uptake, Permeation, and Transport in Metals by an Electrochemical)

En general, la abrasión es un proceso mediante el cual partículas duras o protuberancias son forzadas a moverse a lo largo de una superficie sólida y el desgaste abrasivo será entonces, el resultado de la acción del movimiento relativo de estas partículas y/o protuberancias con respecto a la superficie.

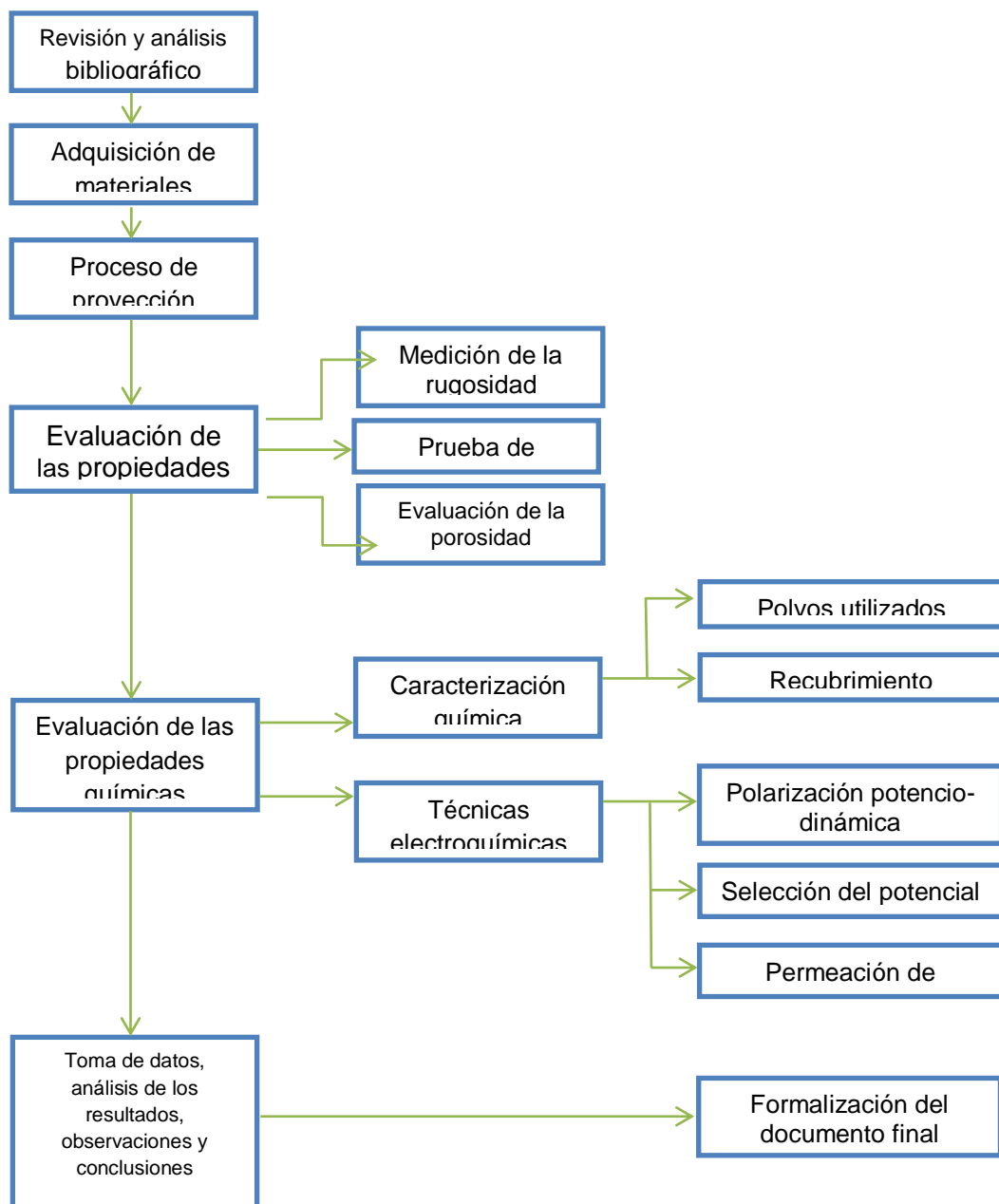
La abrasión es responsable por las pérdidas de masa por desgaste más acentuadas en sistemas productivos y por consiguiente, es el fenómeno de desgaste que presenta mayor impacto dentro del gasto de las industrias. Cerca de un 50% de los daños causados se atribuyen al desgaste abrasivo, convirtiéndose en un problema digno a ser tenido en cuenta.⁹

⁹ HAROLD ROTHBART, THOMAS H. BROWN. Mechanical Design Handbook, Measurement, Analysis, and Control of Dynamic Systems.

4. METODOLOGÍA

Para llevar a cabo este proyecto, se planteó la siguiente metodología, los pasos que se realizaron se exponen en la Figura 6.

Figura 6. Esquema de la metodología experimental.



Fuente: los autores.

La metodología experimental se llevo a cabo mediante las etapas que se describen a continuación, buscando la información necesaria para lograr determinar las propiedades físicas y químicas un recubrimiento de Al₂O₃ y TiO₂ depositado por proyección térmica y a partir de estas, establecer la capacidad de protección que brinda el mismo.

4.1 ADQUISICIÓN DE MATERIALES

Los recubrimientos fueron depositados sobre probetas de acero AISI – SAE 1020 cuyas propiedades físicas, químicas y mecánicas se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Propiedades físicas, químicas y mecánicas del acero AISI – SAE 1020

Propiedades Físicas	Densidad	7.87 g/cm ³
Propiedades químicas	%C	0.18 - 0.23
	%Mn	0.30 - 0.60
	%P (max)	0.04
	%S (max)	0.05
Propiedades mecánicas	Dureza HB	111
	Módulo de elasticidad GPa	205
	Esfuerzo de fluencia MPa	205
	Esfuerzo máximo	380 MPa
	Maquinabilidad	70%
	Reducción de área	50%

De acuerdo a los requerimientos de los equipos usados para llevar a cabo los ensayos, se tuvieron que preparar tres grupos de sustratos. En la tabla 4 se muestran las dimensiones y las cantidades de cada grupo de sustratos.

Antes de la deposición del recubrimiento, la superficie de las probetas usadas como sustrato fue desbastada con papel abrasivo desde número 80 hasta 400, previo a la elaboración de los recubrimientos los sustratos fueron preparados superficialmente mediante chorro abrasivo de corindón hasta obtener una rugosidad promedio (Ra) superior a 3 µm, con el fin de eliminar óxidos, grasas y

otras impurezas de la superficie a recubrir, y de aumentar la adherencia entre el sustrato y la capa base del recubrimiento.

Tabla 4. Dimensiones y cantidades de los sustratos preparados

NOMBRE	DIMENSIONES		CANTIDAD
	Diámetro (mm)	Espesor (mm)	
A	101.2	8	4
E	25.4	4	4
M	25.4	4	2

Para elaborar el recubrimiento se usó un polvo comercial compuesto por óxido de aluminio (Al_2O_3) y óxido de titanio (TiO_2) marca MetaCeram con referencia 25060, suministrados por el grupo de investigación GIPIMME de la Universidad de Antioquia.

4.2 PROCESO DE PROYECCIÓN TÉRMICA

Para llevar a cabo la deposición del cerámico, es necesario proyectar el material a través de una llama para fundirlo o semifundirlo con el fin de buscar un buen apilamiento de las partículas.

El proceso de proyección térmica se llevo a cabo con la colaboración del grupo de investigación GIPIMME de la Universidad de Antioquia, quienes facilitaron el uso la antorcha Terodyn 2000 la cual es operada electrónicamente por la cámara Areste 1 que se muestra en la Figura 7.

Antes de realizar la deposición del recubrimiento, los sustratos de acero AISI – SAE 1020 se precalentaron a una temperatura entre 140 y 240 °C. Posteriormente se aplicó una capa de níquel como material de unión o amarre entre el sustrato y el recubrimiento. Finalmente se aplicó la capa de recubrimiento cerámico compuesto por Al_2O_3 y TiO_2 .

Las condiciones de proyección que se usaron para depositar la capa níquel y los recubrimientos para los sustratos E, M y A se describen en las Tabla 4, 5 y 6 respectivamente.

Figura 7. Cámara de proyección térmica Areste 1.

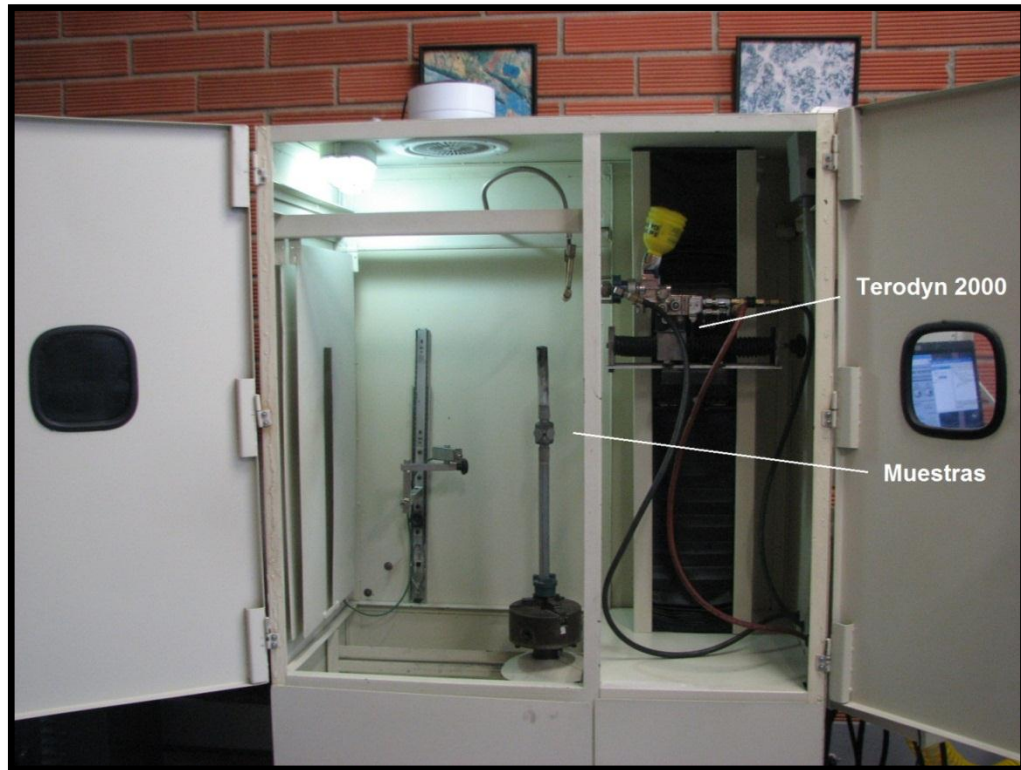


Tabla 5. Condiciones de proyección para la deposición de Níquel (Material de amarre).

Presión acetileno	15 psi
Presión de aire	30 psi
Flujo de oxígeno	50 psi
Flujo acetileno	26,7 l/min
Tipo de polvo	21021
Distancia de proyección	14 cm
Temperatura de precalentamiento	230 °C
Pases de proyección	6
Velocidad rotación porta-muestras	115 RPM
Velocidad lineal antorcha	1,07 mm/seg

Tabla 6. Condiciones de proyección usadas para las muestras del grupo E y M.

Presión acetileno	12 psi
Presión de aire	30 psi
Flujo de oxígeno	37 l/min
Flujo acetileno	22 l/min
Tipo de polvo	25060 Al ₂ O ₃ - TiO ₂
Flujo de polvo	15,05 g/min
Distancia de proyección	7,5 cm
Temperatura de precalentamiento	188°C
Pases de proyección	11
Velocidad rotación porta-muestras	112 RPM
Velocidad lineal antorcha	5 mm/seg

Tabla 7. Condiciones de proyección usadas para las muestras del grupo A.

Presión acetileno	12 psi	
Presión de aire	30 psi	
Flujo de oxígeno	37 l/min	
Flujo acetileno	22 l/min	
Tipo de polvo	25060 Al ₂ O ₃ - TiO ₂	
Flujo de polvo	16,02 g/min	
Distancia de proyección	7,5 cm	
Temperatura de precalentamiento	140°C	
Pases de proyección	Muestras código AC	7
	Muestras código AB	14
Velocidad rotación porta-muestras	112 RPM	
Velocidad lineal antorcha	6,7 mm/seg	

4.3 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS

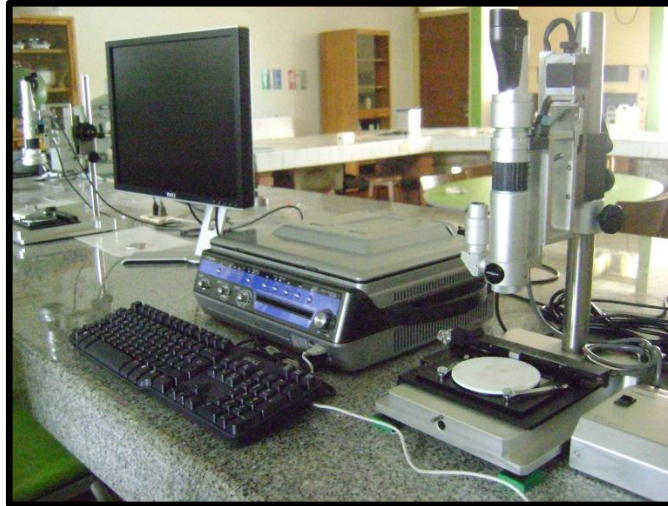
Las propiedades físicas estudiadas fueron la rugosidad y la resistencia a la abrasión, a continuación se describen los ensayos realizados:

4.3.1 Rugosidad

La rugosidad de cada una de las muestras usadas se midió con el fin de verificar que esta propiedad fuera una constante para todos los ensayos que se realizaron. Para la medición de la rugosidad se utilizó el microscopio Cofocal 3D Hirox del grupo de investigación GIMAT de la universidad industrial de Santander. Ver

Figura 8. Este microscopio permitió capturar medidas de rugosidad e imágenes de la superficies de las muestras.

Figura 8. Microscopio Hirox.



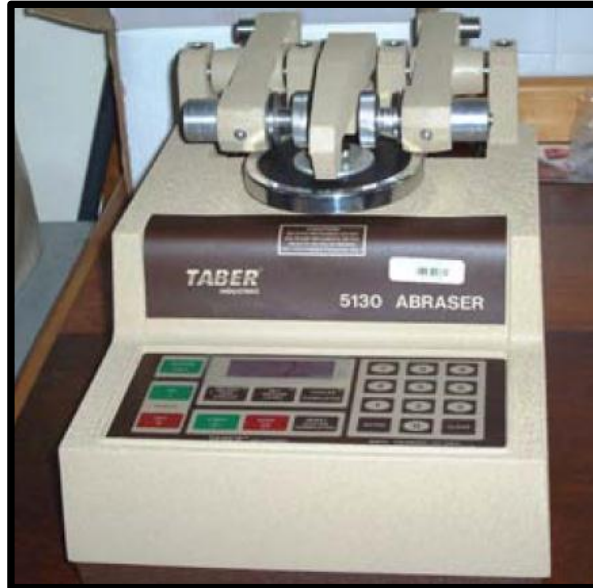
Fuente: Los Autores

4.3.2 Ensayo de resistencia a la abrasión

El ensayo de abrasión se realizó empleando el abrasímetro TABER 5130 perteneciente al laboratorio de Plasma de la escuela de física en la Universidad Industrial de Santander (Figura 9).

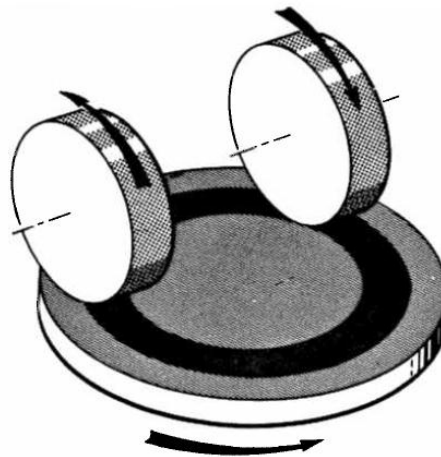
El abrasímetro presenta una acción de desgaste característica que se produce por el contacto de entre dos ruedas abrasivas y una muestra que gira sobre su eje vertical. Las ruedas giran sobre su eje horizontal al entrar en contacto con la muestra y son dirigidas por la misma en direcciones contrarias. En la Figura 10 se muestra un diagrama de la acción de desgaste del abrasímetro, las posiciones de la muestra y las ruedas abrasivas con sus direcciones relativas.

Figura 9. Abrasímetro TABER 5130.



Fuente: Los Autores

Figura 10. Diagrama operacional del Abrasímetro.



FUENTE: Operating Instructions for Taber Models 5130 and 5150 Digital Abrasers with LED Readouts, TABER Industries. 1994

Se debe mencionar que la característica más importante de este tipo de Abrasímetro es que las ruedas van trazando un círculo completo en la superficie

de la muestra, garantizando que haya desgaste en todos los ángulos relativos de la posición de grano del espécimen analizado.

El ensayo se realizó basado en la Norma ASTM C-501(Standard Test Method for Relative Resistance to Wear of Unglazed Ceramic Tile by the Taber Abraser) la cual indica que se deben usar ruedas abrasivas H-22 (Figura 11) y 1000 revoluciones por cada muestra. [10

El índice de abrasión se calculó utilizando la expresión que indica la norma ASTM C-501:

$$I_w = \frac{88}{w_o - w_f} \quad (6)$$

Donde,

I_w = Índice de abrasión

w_o = Masa inicial de la muestra (antes del ensayo)

w_f = Masa final de la muestra (después del ensayo)

Figura 11. Piedras abrasivas H-22 usadas para el ensayo de abrasión. Fabricante: Taber Industries.



Fuente: Los Autores.

¹⁰ Bhushan Bharat, Modern Tribology Handbook. Taylor & Francis,

4.3.3 Evaluación de la porosidad

Para evaluar la porosidad del recubrimiento depositado se tomaron las probetas del grupo M y se les hizo la preparación metalográfica correspondiente en resina, utilizada para la caracterización microestructural de muestras que serán examinadas por microscopía óptica, haciéndoles previamente un corte transversal.

El procedimiento utilizado para la caracterización de la porosidad consistió en seleccionar y cortar las muestras transversalmente para obtener imágenes de estas, con el software que opera con el microscopio OLIMPUS GX 71 perteneciente al laboratorio de Materiales I. Posteriormente, estas imágenes son procesadas y transformadas en imágenes binarias (Blancos y Negros) con ayuda del software ImageJ. Seguidamente, con ayuda de las herramientas se establece una relación entre los píxeles de las imágenes y las dimensiones reales de las mismas, posteriormente se hace el conteo por medio del contraste de Blancos y Negros que tiene cada imagen dando de manera cuantitativa la porosidad (píxeles negros de la imagen) de la región analizada en la imagen obtenida de la probeta. De esta manera se toman distintas imágenes de diferentes zonas en la misma imagen y se promedia los porcentajes obtenidos por medio del software nombrado anteriormente

4.4 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES QUÍMICAS

Teniendo en cuenta que el propósito principal de este trabajo es determinar la capacidad de protección de un recubrimiento cerámico de Al_2O_3 y TiO_2 depositado por proyección térmica, se caracterizó completamente el recubrimiento y también se evaluó la permeación de hidrógeno del mismo. A continuación se describen los por menores de los ensayos que se realizaron:

4.4.1 Caracterización del recubrimiento La caracterización del recubrimiento se desarrolló en tres fases:

I. Análisis químico:

La composición química de los polvos se determinó con la técnica de espectrometría por fluorescencia de rayos X con el fin de corroborar los constituyentes y las cantidades de estos.

II. Difracción de rayos X:

Las fases presentes en el recubrimiento fueron identificadas mediante difracción de rayos X y el software Panalytical, buscando comprender a profundidad las propiedades del recubrimiento.

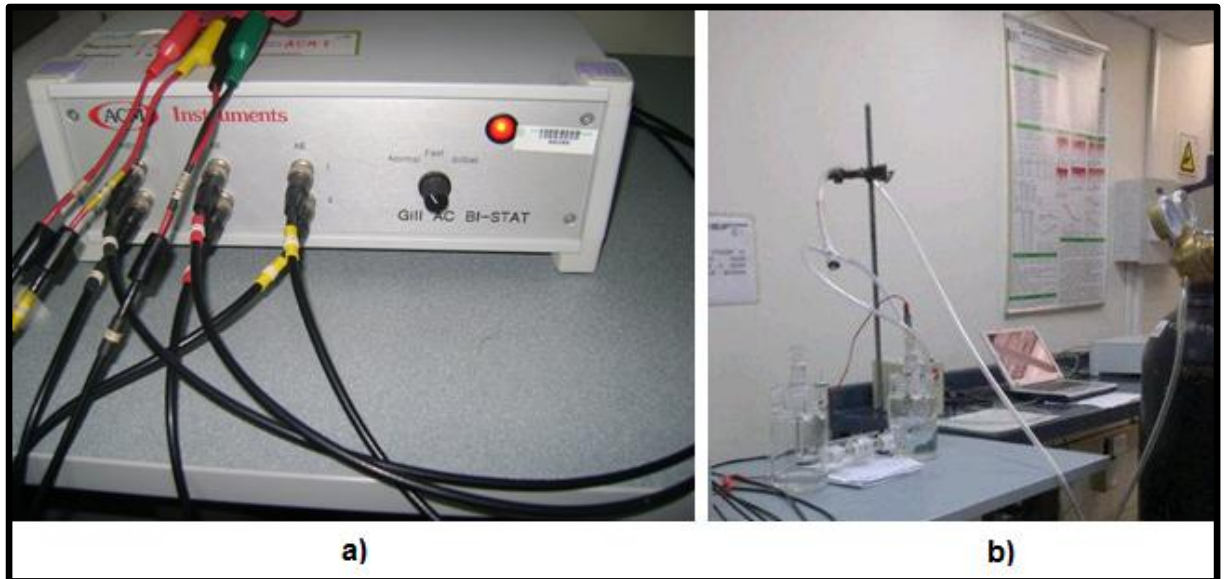
III. Microscopía electrónica:

Para el análisis de la morfología del polvo usado para elaborar el recubrimiento, se utilizó la técnica de microscopía electrónica de barrido. El equipo usado es marca JEOL JSM – 6490LV hecho en laboratorios UA.

4.4.2 Técnicas electroquímicas

Las técnicas electroquímicas han venido siendo utilizadas durante los últimos años, especialmente en el área de corrosión. Al variar los parámetros de la prueba se pueden obtener curvas de polarización (ensayos potenciodinámicos) o se pueden realizar ensayos de permeación de hidrógeno. Se trabajó con un cerámico no conductor con una capa de oro para el cual se adaptaron las técnicas usadas en los aceros teniendo en cuenta que probablemente el comportamiento del material sería diferente al comportamiento de los materiales ferrosos que han sido analizados por medio de estos métodos.

Figura 12. a) Bipotenciostato ACM Gill AC BI-STAT b) Montaje de la celda para polarización catódica



Ensayo de polarización

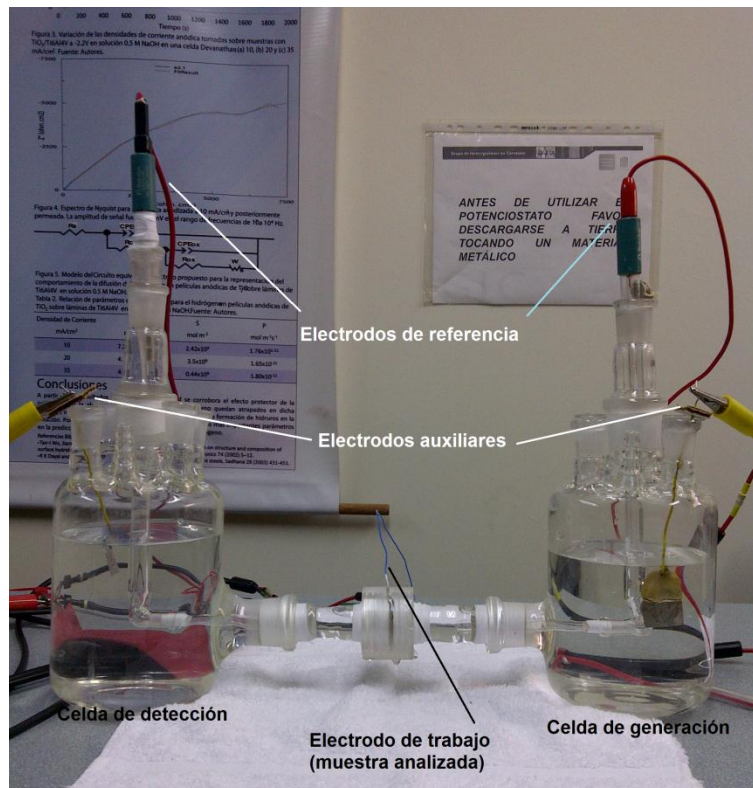
La polarización catódica se llevó a cabo con el fin de obtener información acerca de las interacciones electroquímicas entre el electrolito y la superficie de la muestra analizada, tales como el comienzo de la reacción de reducción o el potencial de evolución del hidrógeno que es la información necesaria para poder realizar posteriormente la permeación hidrógeno y por esta razón, las condiciones que se usaron son las mismas en ambos ensayos, es decir, las dos pruebas se desarrollaron a temperatura ambiente y con una solución 0.1 N de NaOH permanentemente desairada con N_2 como se muestra en la Figura 12b.

Para obtener la curva de polarización se empleó el bipotenciostato ACM Gil AC BI-STAT (Figura 12a) a una velocidad de barrido de 60mV/min y el rango fue de 500 mV a -2500 mV.

Ensayo de permeación de hidrógeno

El ensayo se realizó utilizando la celda de permeación diseñada por Devanathan-Stachurski la cual está compuesta por un compartimiento de generación y otro de detección de hidrógeno separado por la muestra analizada, que hace las veces de electrodo de trabajo, tal y como se describe en la Figura 13. Tanto en el compartimiento de generación como en el de detección se utilizó una solución de NaOH a 0.1 N, un electrodo de referencia de Ag/AgCl, un contra-electrodo de platino y N₂ como gas burbujeador. Para obtener las curvas de permeación, se usó el bipotenciostato ACM Gill AC BI-STAT (Figura 12a), que también controló la generación de hidrógeno bajo condiciones potencioestáticas y el potencial en la celda.

Figura 13. Celda utilizada para realizar el ensayo de permeación de hidrógeno.



Fuente: Los Autores

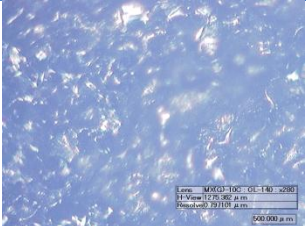
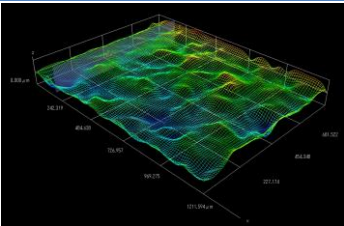
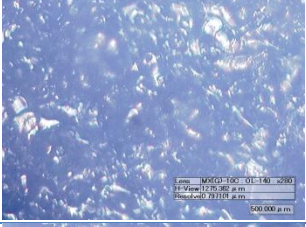
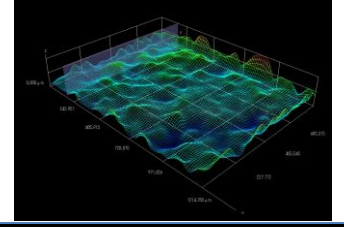
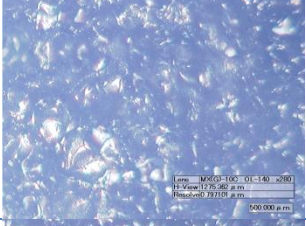
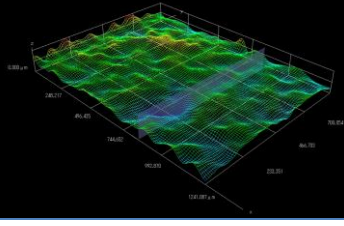
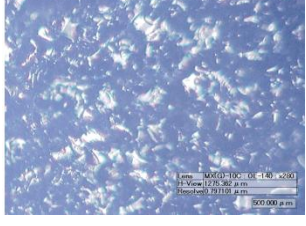
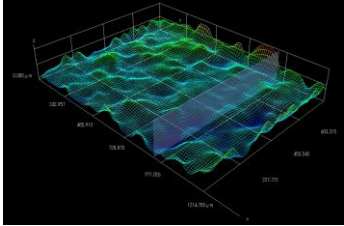
5. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

5.1 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS

5.1.1 Rugosidad

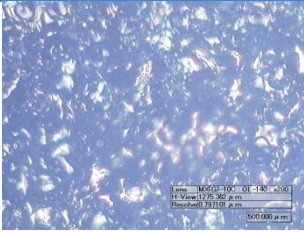
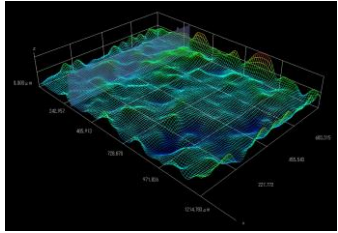

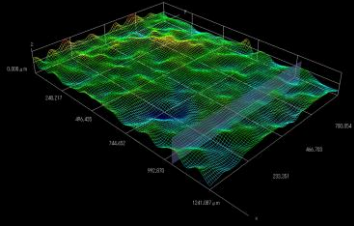
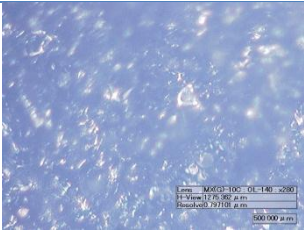
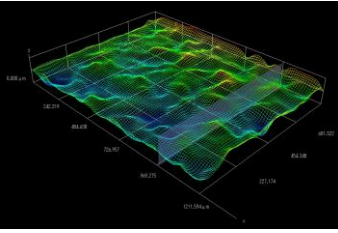
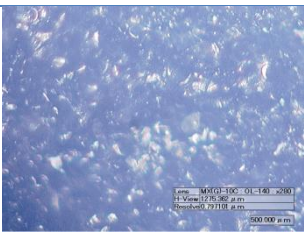
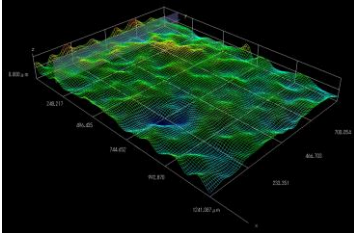
La rugosidad en la superficie de los recubrimientos elaborados se midió con el fin de establecer esta característica como una constante después de la deposición de los mismos.

Tabla 8. Rugosidad medida en las muestras elaboradas para permeación (Grupo E).

NOMBRE	IMAGEN 2D	IMAGEN 3D	RUGOSIDAD PROMEDIO Ra (μm) (Aprox)
E – 1	 <p>Micrograph showing the surface morphology of sample E-1. The surface is highly textured and porous. Technical data: Lens: M0031500 C01140 x2000, H-V: 1725.960 μm, H-Res: 0.22110 μm, Scale: 500.000 μm.</p>	 <p>3D surface topography map for sample E-1, showing a highly textured and porous surface. Technical data: Lens: M0031500 C01140 x2000, H-V: 1725.960 μm, H-Res: 0.22110 μm, Scale: 500.000 μm.</p>	63.6003 ± 0.21
E – 2	 <p>Micrograph showing the surface morphology of sample E-2. The surface is highly textured and porous. Technical data: Lens: M0031500 C01140 x2000, H-V: 1725.960 μm, H-Res: 0.22110 μm, Scale: 500.000 μm.</p>	 <p>3D surface topography map for sample E-2, showing a highly textured and porous surface. Technical data: Lens: M0031500 C01140 x2000, H-V: 1725.960 μm, H-Res: 0.22110 μm, Scale: 500.000 μm.</p>	60.394 ± 0.18
E – 3	 <p>Micrograph showing the surface morphology of sample E-3. The surface is highly textured and porous. Technical data: Lens: M0031500 C01140 x2000, H-V: 1725.960 μm, H-Res: 0.22110 μm, Scale: 500.000 μm.</p>	 <p>3D surface topography map for sample E-3, showing a highly textured and porous surface. Technical data: Lens: M0031500 C01140 x2000, H-V: 1725.960 μm, H-Res: 0.22110 μm, Scale: 500.000 μm.</p>	62.1904 ± 0.20
E – 4	 <p>Micrograph showing the surface morphology of sample E-4. The surface is highly textured and porous. Technical data: Lens: M0031500 C01140 x2000, H-V: 1725.960 μm, H-Res: 0.22110 μm, Scale: 500.000 μm.</p>	 <p>3D surface topography map for sample E-4, showing a highly textured and porous surface. Technical data: Lens: M0031500 C01140 x2000, H-V: 1725.960 μm, H-Res: 0.22110 μm, Scale: 500.000 μm.</p>	61.476 ± 0.24

Se tomaron 10 mediciones para cada muestra y se sacó un promedio (Ra). Los resultados para los dos grupos de muestras se muestran en las Tablas 8 y 9.

Tabla 9. Rugosidad medida en las muestras elaboradas para abrasión (Grupo A).

NOMBRE	IMAGEN 2D	IMAGEN 3D	RUGOSIDAD PROMEDIO Ra (µm) (Aprox)
AB – 1			61.3117 ± 0.19
AB – 2			62.1236 ± 0.21
AC – 3			61.4628 ± 0.20
AC – 4			60.7748 ± 0.18

Como se observa en los resultados presentados en las tablas 8 y 9, se puede establecer que los materiales depositados presentan rugosidades similares y que su valor es relativamente alto, lo cual sugiere que el recubrimiento analizado es de baja calidad, ya que a medida que la rugosidad se hace menos suave, el

aplanamiento de las partículas es menor lo cual disminuye el contacto entre ellas y esto reduce la cohesión entre las capas del recubrimiento y aumenta la porosidad.

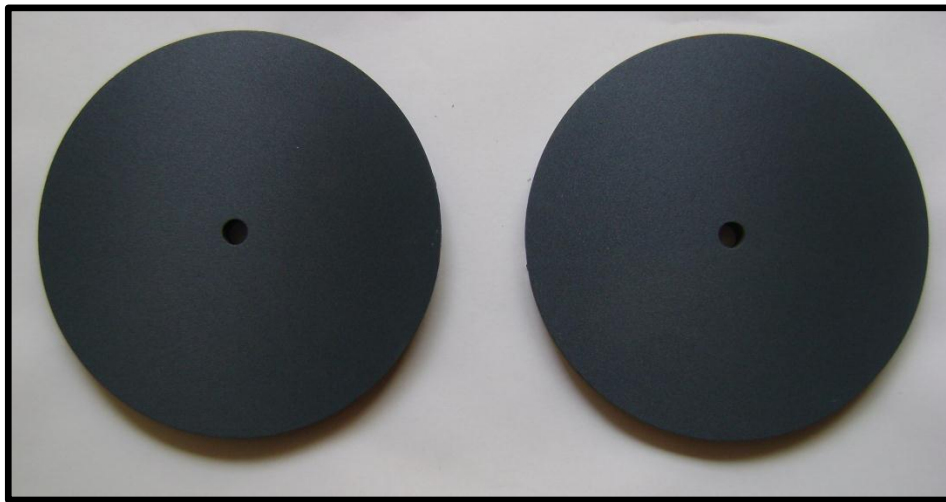
5.1.2 Abrasión

Este ensayo se realizó con el fin de establecer si el recubrimiento estudiado puede presentar problemas de adherencia que comprometa su desempeño bajo condiciones tribológicas. Para la evaluación de la resistencia a abrasión del recubrimiento se prepararon 4 probetas de acero AISI – SAE 1020 de 101.2 mm de diámetro y 8 mm de espesor y se preparó su superficie adecuadamente para la aplicación del recubrimiento. Las probetas que se utilizaron para el ensayo de abrasión se muestran en la Figura 13.

Inspección visual de las probetas antes del ensayo:

Antes de realizar el ensayo de abrasión, se hizo una inspección visual preliminar a cada una de las probetas con el fin de detectar alguna imperfección o detalle a tener a cuenta. El recubrimiento presentó una uniformidad en su superficie, color gris oscuro característico con algunas zonas mas claras, probablemente como consecuencia del proceso de proyección térmica. Se encontró que la planitud de las probetas no estaba uniforme debido a dos posibles causas, la preparación de la superficie del sustrato antes de la proyección del cerámico o los cambios de temperatura a los que se sometió el acero pudieron hacer que en algunas áreas de las probetas hubiera variación de las dimensiones.

Figura 14. Muestras preparadas para realizar el ensayo de abrasión.



La prueba se realizó siguiendo la norma ASTM C-501 la cual indica las especificaciones que se deben tener en cuenta para un ensayo de abrasión a un material cerámico mediante un Abrasímetro Taber. Se usaron las piedras abrasivas H-22 del mismo fabricante del Abrasímetro, una carga de 1000 g en cada piedra y 500 ciclos por muestra. El sistema de aspiración se ubicó aproximadamente a 3 mm sobre la muestra en movimiento y se controló también el desprendimiento de viruta en las piedras con una aspiradora adicional.

Las masas inicial y final se registran en la Tabla 10 y el índice de desgaste se calculó mediante la expresión que indica la norma C-501 (ecuación 6). Los resultados se presentan en la Tabla 10.



Tabla 10. Masa inicial y final para cada muestra sometida al ensayo de abrasión



MUESTRA	MASA INICIAL (g)	MASA FINAL (g)
AB-1	523.15	521.87
AB-2	527.38	526.10
AC-3	481.45	480.42
AC-4	503.43	502.42

Inspección visual de las probetas después del ensayo:

Al terminar el ensayo se realizaron una serie de observaciones en las probetas. Teniendo en cuenta que el espesor del recubrimiento depositado en el sustrato está entre 300 y 400 μm aproximadamente, era de esperarse que hubiera tanta pérdida de recubrimiento como para que se viera expuesta la superficie del sustrato. Además, también se observó que el desgaste del cerámico fue disímil debido a la falta de uniformidad en la superficie de las probetas haciendo que el círculo que traza el abrasímetro, a medida que hace contacto entre las piedras y la muestra, tuviera zonas mas profundas que otras (Ver imágenes Tabla 11).

Tabla 11. Índice de abrasión calculado para cada muestra ensayada

MUESTRA	PASES DE PROYECCIÓN	ÍNDICE DE ABRASIÓN	IMAGEN
AB-1	14	68.75	
AB-2	14	68.75	

AC-3	7	85.44	
AC-4	7	87.13	

Al observar las probetas del grupo AC, en las cuales se depositaron solo 7 pases de proyección, se pudo apreciar bastante pérdida en el espesor del recubrimiento y gran exposición del sustrato, lo cual evidencia que la resistencia a la abrasión de estas muestras es baja. Por otra parte, al analizar las probetas del grupo AB en las que se depositaron el doble de pases de proyección (14 pases) se puede apreciar claramente que la resistencia al desgaste es mayor, ya que la pérdida en el espesor del recubrimiento es menor y presenta menos exposición del sustrato.

Los promedios reportados en la Tabla 12 confirman que la resistencia al desgaste aumenta a medida que se incrementan el número de pasadas de proyección. Es decir, entre menor sea el espesor del recubrimiento, su resistencia a la abrasión será menor.

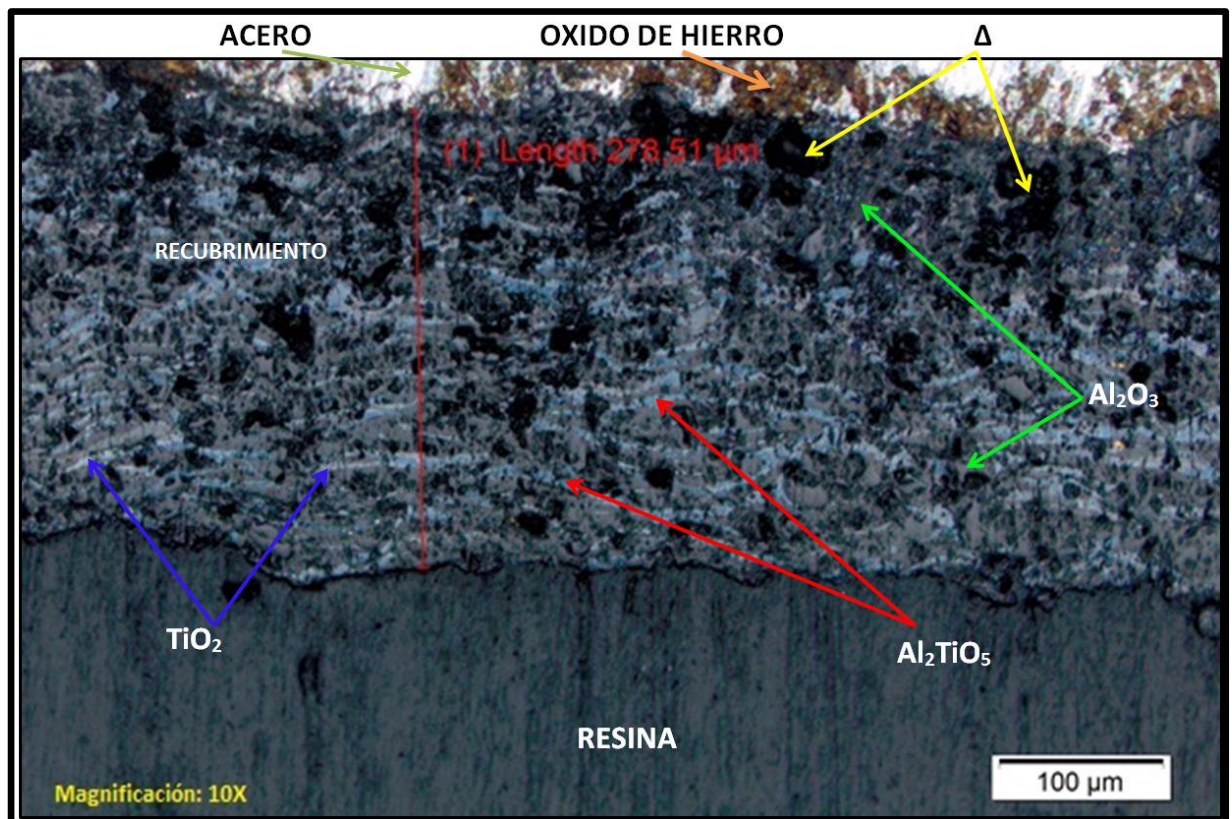
Tabla 12. Índices de abrasión promedio

Índice de abrasión promedio	Muestras AB	68.75
	Muestras AC	86.285

5.1.3 Evaluación de la porosidad del recubrimiento obtenido

En la Figura 15 se puede observar la estructura del recubrimiento cerámico con un espesor aproximado de 300 μm anclado al sustrato. Podemos observar el espesor del recubrimiento sobre el sustrato y las fases presentes, donde la fase de color gris oscuro es la Alúmina, La fase de color gris claro (blanco) es el óxido de Titanio y la fase de color Gris Azulado es Titanato de Aluminio, el cual se forma al momento de la aplicación del recubrimiento al sustrato al pasar por la llama de la antorcha con que se aplica este.

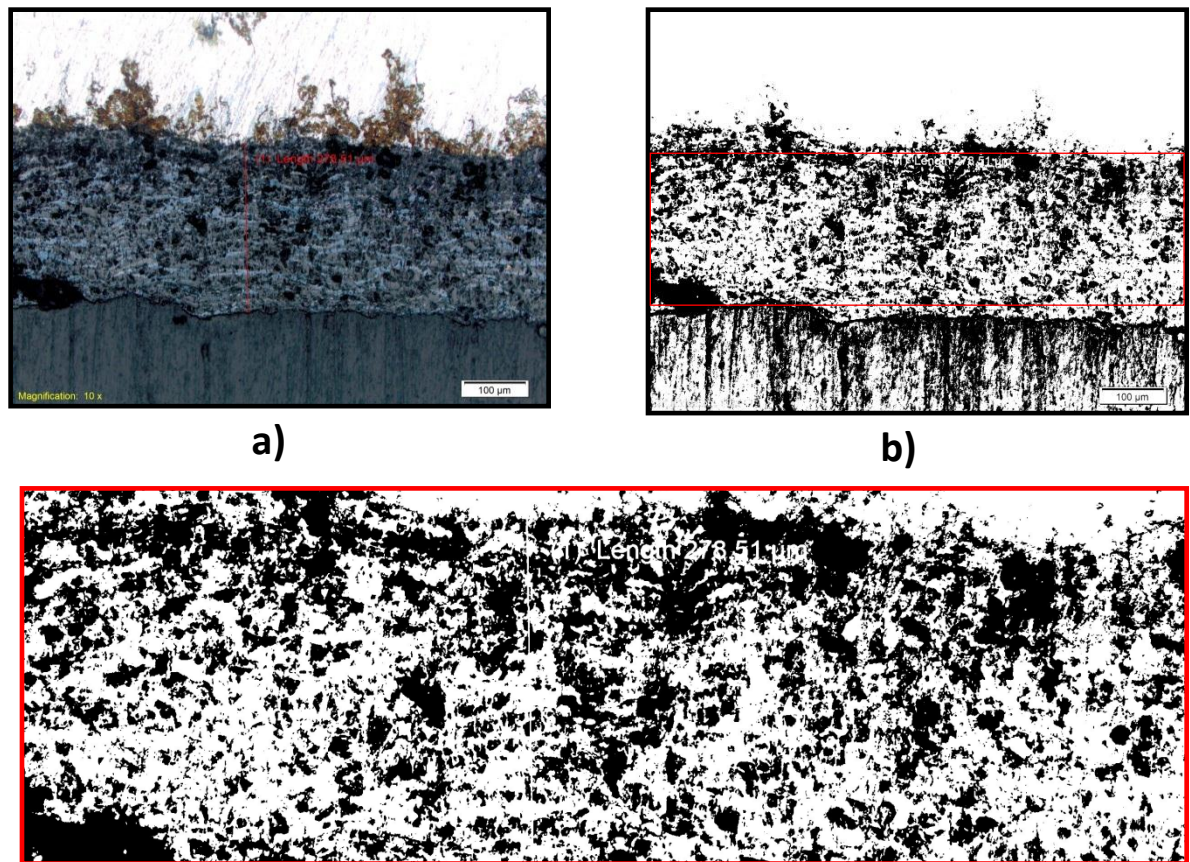
Figura 15. Micrografía (200X) del corte transversal probeta M1 obtenida por medio del microscopio OLIMPUS GX 71 (Recubrimiento y sustrato).



Δ = Espacio formado por el desprendimiento del material del recubrimiento, al hacer el corte transversal

La Figura 16 y Tabla 13 muestran la porosidad calculada mediante el análisis de 18 imágenes de la capa de superior e inferior del recubrimiento de la muestra M1. Según los análisis de imágenes este recubrimiento tiene una porosidad promedio de 46.56% en la capa cerámica ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$), lo cual indica que el recubrimiento depositado presenta una porosidad tolerable la cual no afecta de manera considerable las propiedades mecánicas del recubrimiento.

Figura 16. Obtención de las imágenes binarias de la región de interés para determinar la porosidad de la capa de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$, en la muestra con Matlab. Porosidad de la Capa de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$: 46.57%. a) Imagen de la muestra 200x, b) Imagen de la muestra contrastada con el software imagenj, c) Magnificación de la imagen b en la zona analizada.



La Tabla 13 muestra la porosidad calculada mediante el análisis de 10 imágenes del recubrimiento de la muestra M1. Según los análisis de imágenes este recubrimiento tiene una porosidad promedio de 46.56% aproximadamente en la capa cerámica (Al₂O₃-TiO₂)

Tabla 13. Porosidad calculada mediante el análisis de imágenes para la muestra M1

PORCENTAJE DE POROSIDAD EN LA IMAGEN DE LA CAPA DEL RECUBRIMIENTO Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (%)	PROMEDIO (%) aprox	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
48.30	46.56	7.82
63.45		
45.53		
46.52		
35.12		
46.59		
38.18		
46.59		
53.02		
42.31		

5.2 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES QUÍMICAS

La metodología experimental se llevó a cabo mediante las etapas que se describen a continuación, buscando obtener la información que conduzca a establecer si los recubrimientos de Al₂O₃-TiO₂ depositados por proyección térmica tienen la capacidad de retrasar la difusión del hidrógeno a través del recubrimiento Al₂O₃-TiO₂ y analizar las propiedades de abrasión de este según la norma.

5.2.1 Caracterización de los polvos utilizados para la elaboración de los recubrimientos

Se realizó un análisis químico mediante difracción de rayos X (DRX) a los materiales utilizados para la obtención de los recubrimientos, con el fin de corroborar la composición de los MetaCeram 25060 (Alúmina-Óxido de Titanio) de

la marca Eutectic-Castolín y establecer su grado de pureza y la confiabilidad de la caracterización.

Polvos de Níquel

La composición de estos polvos (ProXon 21021-Níquel), utilizada como capa de anclaje o enlace entre el recubrimiento (Cerámico o Cermet) y el sustrato ya habían sido caracterizados y las condiciones óptimas para su proyección habían sido determinadas en trabajos realizados previamente por el Grupo GIPIMME de la Universidad de Antioquia¹¹, por lo que se decidió seguir estas condiciones, que fueron mencionadas en la Tabla 5.

Polvos de alúmina: óxido de alúmina – óxido de titanio

En el análisis morfológico realizado a la muestra referencia MetaCeram 25060, se estableció que tanto las partículas de Al_2O_3 , como las de TiO_2 , poseen una geometría irregular y bordes agudos que evidencian que fueron obtenidos por molienda (Figura 17), con un tamaño de partícula aproximado 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 18.

¹¹ CANABAL M. Cristian, VILLAMIZAR U.

Jose. Efecto de un recubrimiento protector en la superficie de salida de hidrogeno para la prueba de permeación electroquímica en acero de bajo carbono

Figura 17. Imagen de MEB realizada a los polvos de Alúmina – Óxido de Titanio mostrando la morfología de los polvos (referencia 25060) a) 250 X b) 500X.

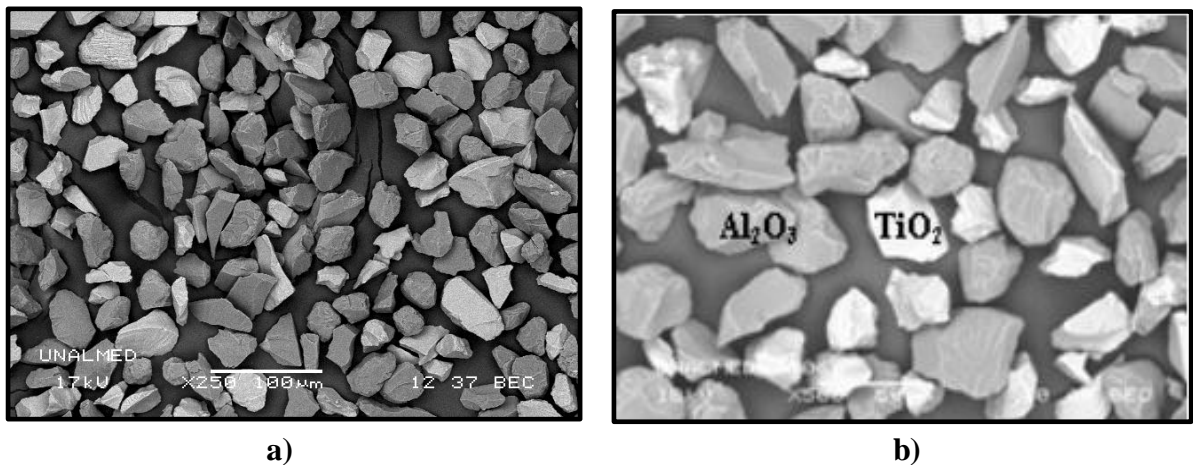


Figura 18. Distribución de tamaño de las partículas de POLVOS MetaCeram 25060 (Alúmina-Óxido de Titanio).

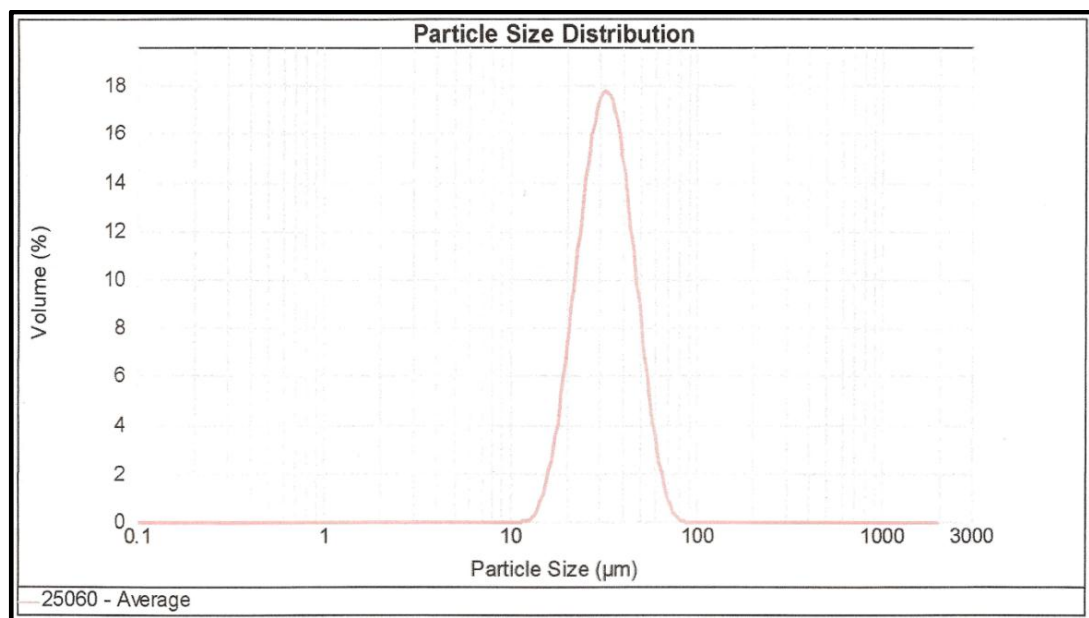
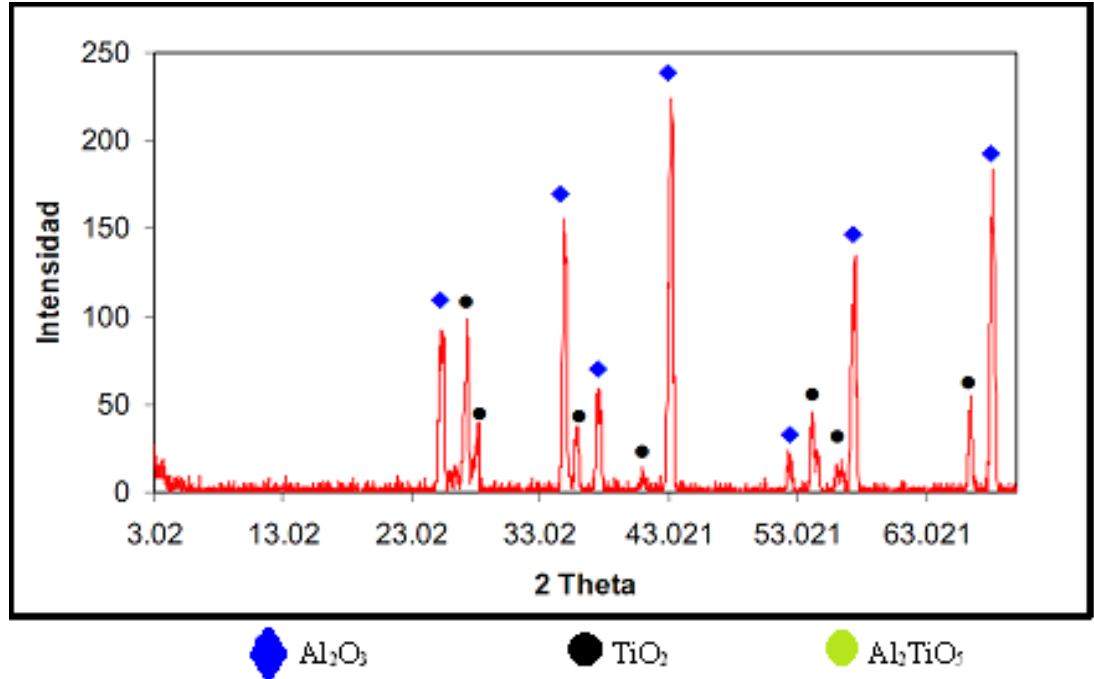


Figura 19. Espectro de difracción de rayos x para los polvos de alúmina y Oxido de Titanio



Por su parte, los resultados del análisis químico y de fases realizados mediante fluorescencia de rayos X y por difracción de rayos X respectivamente, indican que este material está constituido principalmente por alúmina como se muestra en la Tabla 14 y en la Figura 19. Según la difracción de rayos X realizada la fase.

Tabla 14. Composición química y porcentajes en peso de los compuestos

POLVOS MetaCeram 25060 (Alúmina-Oxido de Titanio).				
NÚMERO	Código Referente	Compuesto	Formula Química	% en Peso
1	01-075-1865	Alúmina – α	Al ₂ O ₃	51.4
2	01-071-1684	Alúmina – γ	Al ₂ O ₃	9.16
3	01-076-0320	Oxido de Titanio	TiO ₂	39.12

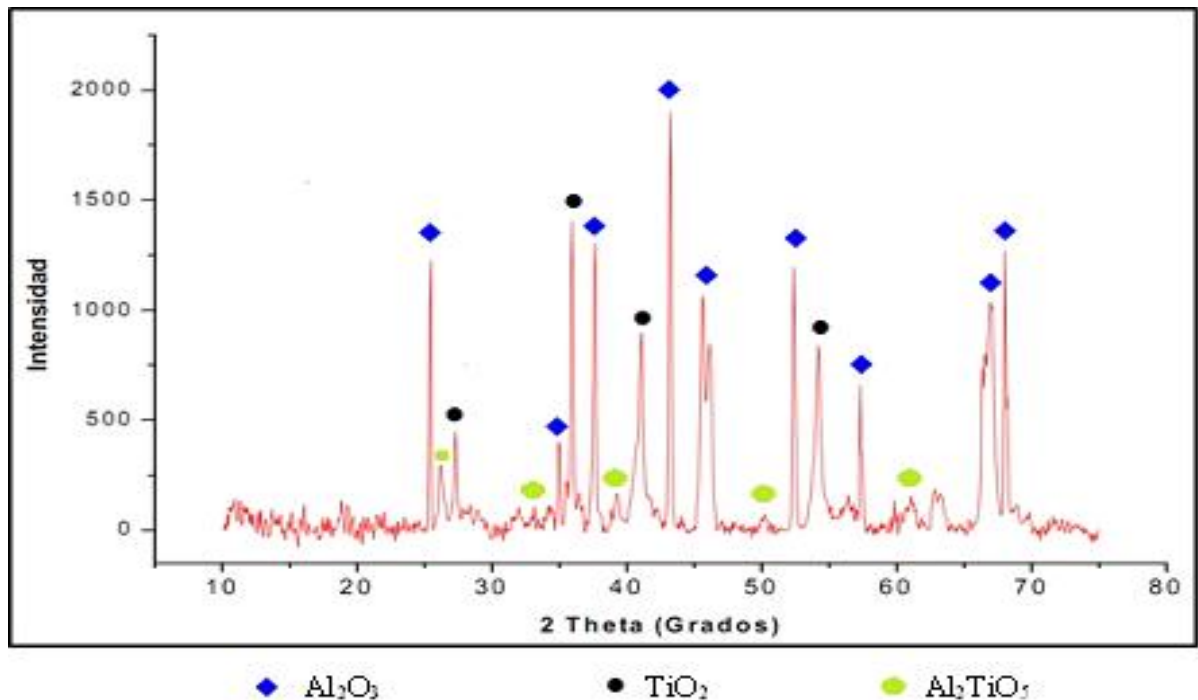
5.2.2 Caracterización química del recubrimiento de Alúmina – Óxido de titanio

En la Figura 20 se observan los resultados de los análisis de difracción de rayos x realizada a los recubrimientos utilizados (Recubrimiento de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$, aplicado con la antorcha Terodyn 2000) donde se revelan los picos representativos de las fases presentes en el recubrimiento o capa superior como: Alúmina, Óxido de Titanio (Rutilo, Tetragonal) y un óxido titanio-aluminio (Al_2TiO_5 , Ortorrómbico) y en la tabla 15 podemos observar la composición del recubrimiento después de ser proyectados donde se observa que después de la proyección se forma Al_3TiO_2 y la fase de Alúmina – γ , pasa a Alúmina – α debido a la estabilidad que presenta esta ultima fase a altas temperaturas.

Tabla 15. Composición química y porcentajes en peso del recubrimiento depositado

• RECUBRIMIENTOS CON POLVOS MetaCeram 25060 (Alúmina-Óxido de Titanio).			
NÚMERO	Código Referente	Compuesto	Formula Química
1	01-075-1865	Alúmina	Al_2O_3
2	01-076-0320	Oxido de Titanio	TiO_2
3	00-026-0040	Titanato de Aluminio	Al_2TiO_5

Figura 20. Espectro de difracción de rayos x para los polvos de alúmina y oxido de titanio 25060



5.2.3 Pruebas electroquímicas

Con el fin de conocer el comportamiento del recubrimiento bajo ambientes hidrogenados, se realizaron pruebas electroquímicas basadas en el sistema experimental de la celda de permeación Devanathan – Stachurski y una adaptación de la norma G – 148 que indica los procedimientos y los cálculos que se deben tener en cuenta en este tipo de ensayos.

Curva de polarización catódica

La curva obtenida para la de polarización catódica de la Figura 21 muestra el comportamiento de un recubrimiento cerámico compuesto por Al₂O₃ y TiO₂ expuesto en una solución de NaOH a 0.1 N continuamente burbujeada con N₂ y de la cual se estableció que el potencial necesario para que de la reducción de hidrogeno es -1800 mV.

Figura 21. Curva de polarización potenciodinámica para un recubrimiento cerámico de $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$

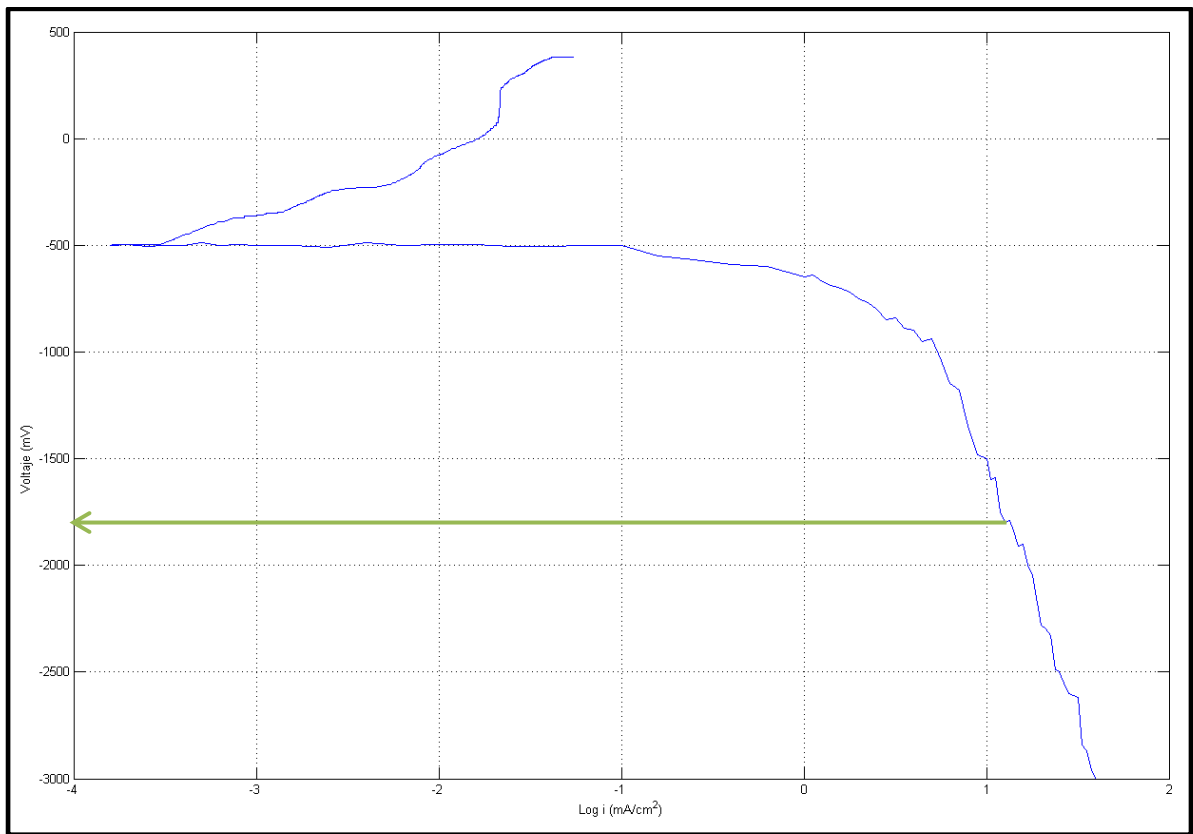


Tabla 16. Condiciones utilizadas para realizar el ensayo de permeación de hidrógeno

Condición	Celda de generación	Celda de detección
Temperatura	Ambiente	
Solución	0.1 N de NaOH	
Electrodo de referencia	Ag/AgCl	
Electrodo auxiliar	Platino	
Potencial	-1800mV	

Ensayo de permeación de hidrogeno

Figura 22. Curva de permeación a -1800 mV del recubrimiento de Alúmina – Oxido de titanio

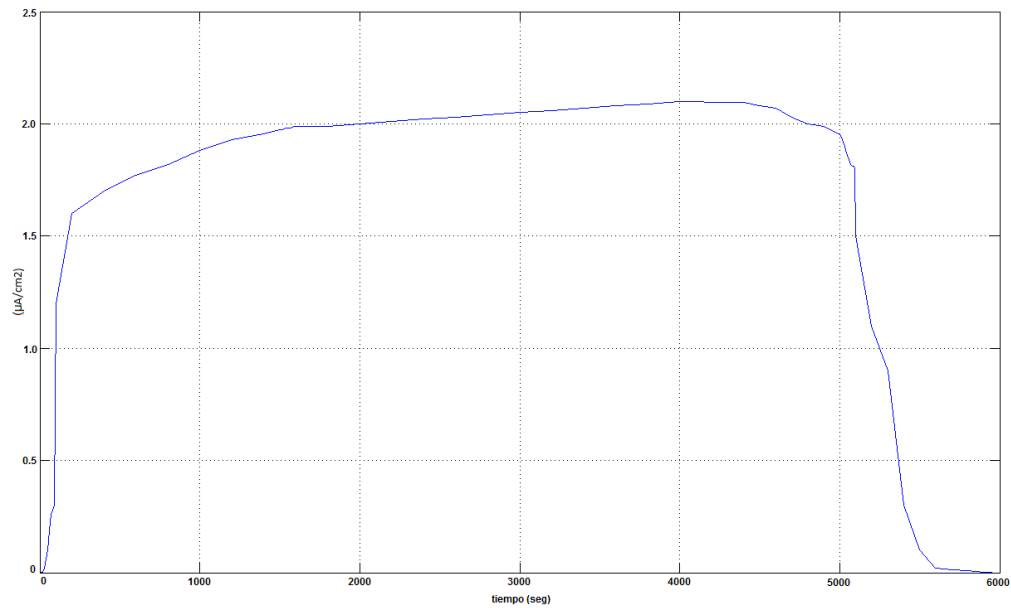
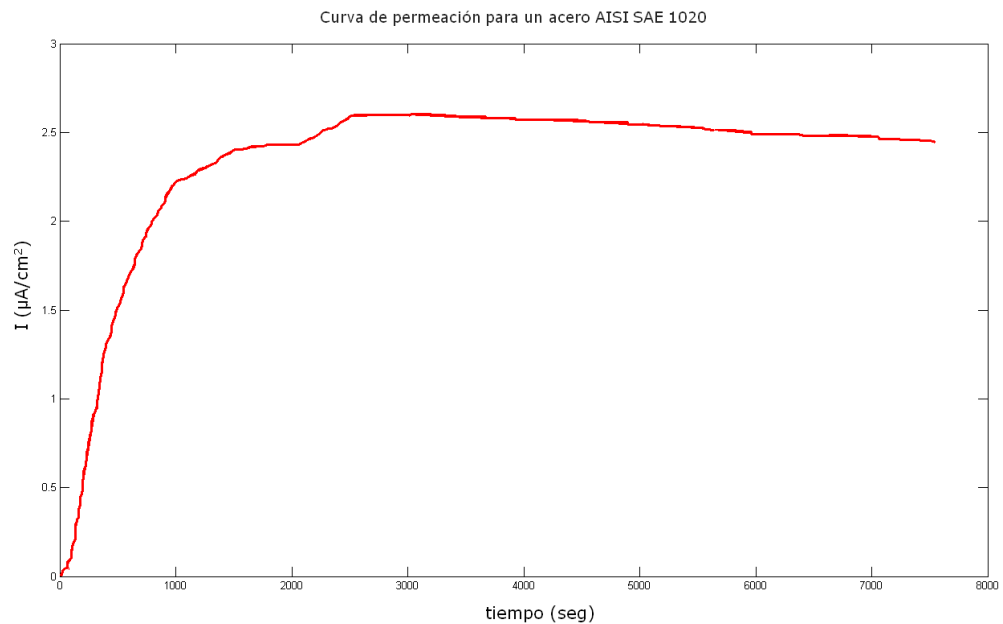


Figura 23. Curva correspondiente a una muestra normalizada de acero AISI SAE 1020 sin recubrimiento.



Fuente CANABAL M. Cristian, VILLAMIZAR U. Jose. Efecto de un recubrimiento protector en la superficie de salida de hidrogeno para la prueba de permeación electroquímica en acero de bajo carbono

En la Figura 22 se observa la grafica experimental corriente Vs tiempo. El potencial utilizado para la generación de hidrogeno fue -1800 mV previamente establecido mediante la curva de polarización catódica. Por otra parte

Por otra parte para llevar a cabo el ensayo se utilizó el la celda descrita en la Figura 12 y la curva de permeación de hidrógeno se obtuvo por el método duplo-potenciostático, el cual registra la evolución de la corriente anódica en función del tiempo transcurrido hasta que se alcanza el estado estacionario. Las condiciones del ensayo se muestran en la Tabla 16.

La curva de la Figura 22 muestra la intensidad de la corriente de permeación de hidrógeno, que fluye entre la muestra (electrodo de trabajo) y el contra electrodo en la celda de detección, en función del tiempo. Asimismo, en la Figura 23 se muestra la curva de permeación para un acero AISI SAE 1020 obtenida por C. Canabal y J. Villamizar [18] quienes analizaron la cinética de permeación de hidrogeno en muestras de dicho acero normalizado y sin recubrimiento que es el mismo material que se uso como sustrato para la deposición del recubrimiento cerámico.

Al analizar las figuras 22 y 23 se observa que la corriente de permeación es mayor en el acero 1020 por ser un material con menos defectos internos que puedan impedir el paso del hidrógeno.

Determinación de los parámetros de permeación de hidrógeno

Los datos de la cinética de permeación están registrados en la Tabla 17 y a continuación se describen los cálculos realizados para determinar los parámetros para la permeación de hidrógeno en un recubrimiento cerámico compuesto por Al_2O_3 y TiO_2 a partir de datos tomados en la celda de detección, a un potencial de generación de -1800 mV y un espesor de 0.027 cm.

Tabla 17. Valores de la cinética de permeación de hidrógeno.

Potencial (mV)	Tiempo t_{ss} (seg)	Corriente (A/cm ²)
-1800	14084	$2,0517 \cdot 10^{-6}$

Para calcular el coeficiente de difusión se empleó el método del “time lag” el cual se encuentra descrito en la norma ASTM G-148 e incluye las expresiones indicadas.

$$t_{lag} = 0.63 * t_{ss}$$

$$t_{lag} = 0.63 * 14084$$

$$t_{lag} = 8872,92 \text{ (s)}$$

Mediante la expresión (2) se calculó el coeficiente de difusión D, así:

$$D = \frac{s^2}{6 * t_{lag}}$$

$$D = \frac{(0.027851)^2}{6 * 8872.92}$$

$$D = 1.457 * 10^{-8} \text{ (cm}^2/\text{s)}$$

Para poder determinar la permeabilidad del hidrógeno (P), es necesario calcular previamente la solubilidad del hidrógeno por medio de la expresión (4)

$$S = \frac{I * s}{FD}$$

$$S = \frac{2.0517 * 10^{-6} \text{ (A/cm}^2) * 0.027851 \text{ (cm)}}{96485 \text{ mol} * 1.457 * 10^{-8} \text{ (cm}^2/\text{s)}}$$

$$S = 4.0647 * 10^{-5} \text{ (mol H/cm}^3)$$

Finalmente se tiene que la permeabilidad es igual a (expresión 5):

$$P = D * S$$

$$P = 1.457 * 10^{-8} * 4.0647 * 10^{-5}$$

$$P = 5.9224 * 10^{-13} \text{ (molH/cm * s)}$$

En la Tabla 18 se resumen los valores calculados para la permeación de hidrógeno del recubrimiento cerámico.

Tabla 18. Parámetros de permeación de hidrógeno para un recubrimiento cerámico compuesto por Al₂O₃ y TiO₂.

Potencial Mv	t _{ss} (s)	t _{lag} (s)	I (A/cm ²)	D (cm ² /s)	S (mol H/cm ³)	P (mol H/cm*s)
-1800	14084	8872.92	2,0517*10 ⁻⁶	1.457 * 10 ⁻⁸	4.0647 * 10 ⁻⁵	5.9224 * 10 ⁻¹³

Teniendo en cuenta que el coeficiente de difusión (D) depende directamente de los defectos presentes en el interior de la microestructura del material, se debe mencionar que el valor obtenido es congruente con el análisis realizado preliminarmente ya que el material cerámico analizado debe presentar bajo coeficiente de difusión por su alta porosidad.

Adicionalmente, la solubilidad calculada indica que hubo una alta concentración de hidrógeno total introducido y almacenado en la muestra ensayada, lo cual sugiere que dicho hidrógeno quedo atrapado dentro de los defectos presentes internamente.

En general, se puede decir que la permeabilidad del recubrimiento cerámico es bastante baja comparando con la permeación de un Acero AISI/SAE 1020 como era de esperarse ya que la permeación de hidrógeno a través de dicho material es un proceso complejo que envuelve esta altamente influenciado por las características internas y estructurales del mismo.

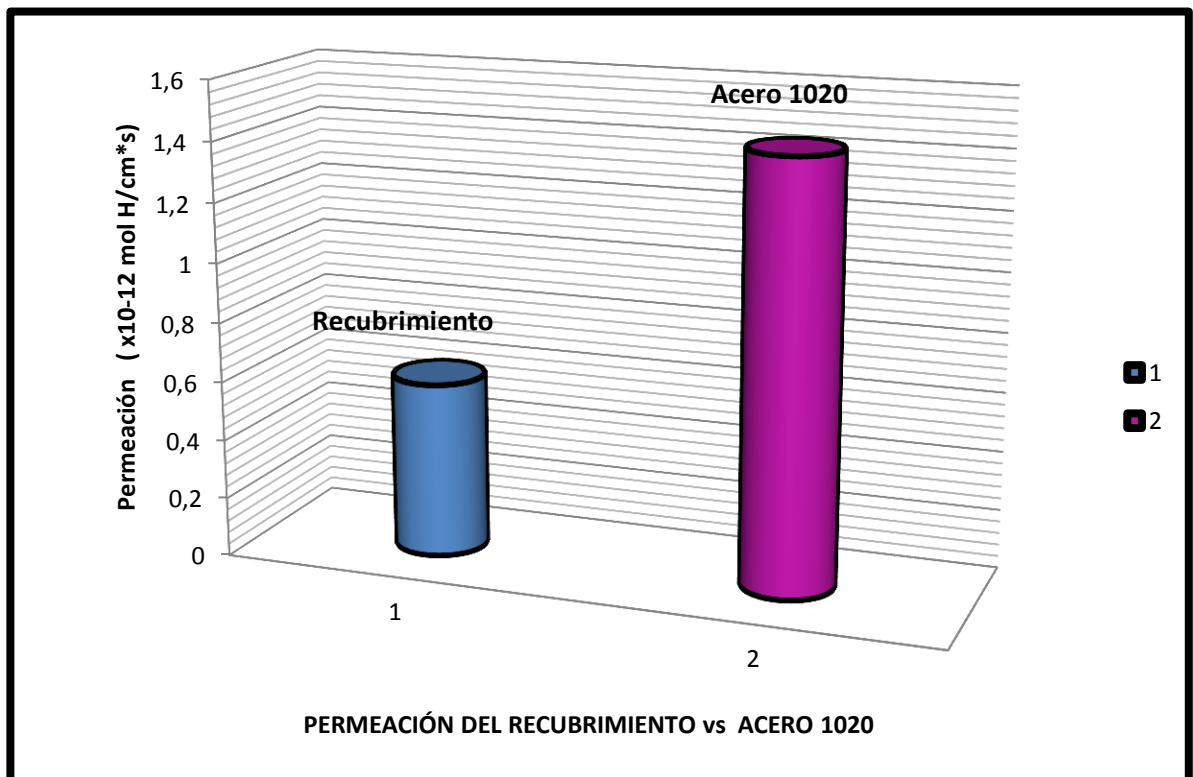
Tabla 19. Parámetros de permeación para un acero AISI SAE 1012 normalizado y sin recubrimiento.

Potencial mV	t_{lag} (s)	I (A/cm ²)	D (cm ² /s)	S (mol H/cm ³)	P (mol H/cm*s)
-1500	490	$2,3 \cdot 10^{-6}$	$7.3 \cdot 10^{-7}$	$41.95 \cdot 10^{-6}$	$1.43 \cdot 10^{-12}$

Tabla 20. Comparación de los parámetros de permeación entre el recubrimiento de Al₂O₃.Ti₂O y el sustrato Acero AISI/SAE 1020

Permeación Sustrato	Permeación Recubrimiento
$0,59224 \cdot 10^{-12}$ mol H/cm*s	$1.43 \cdot 10^{-12}$ mol H/cm*s

Figura 24. Comparación de los parámetros de permeación entre el recubrimiento de Al₂O₃.Ti₂O y el sustrato Acero AISI/SAE 1020



Por otra parte, al comparar los parámetros de permeación obtenidos para el recubrimiento cerámico con los parámetros calculados previamente en la tesis de grado de C. Canabal y J. Villamizar [18], se demuestra que la deposición térmica de un recubrimiento cerámico compuesto por Al_2O_3 y TiO_2 , mejora considerablemente el daño por hidrógeno sobre un acero AISI SAE 1020 lo cual puede ser atribuido a la gran cantidad de poros presentes en el recubrimiento que se comportan como sitios propicios para la recombinación del hidrógeno atómico, formándose moléculas o compuestos de hidrógeno que por su mayor tamaño presentan más dificultad a la hora de difundirse o desplazarse por la estructura del material.

CONCLUSIONES

Los datos obtenidos a partir del ensayo de permeación de hidrogeno nos muestran que el recubrimiento cerámico compuesto por Alúmina y óxido de titanio actúa como barrera a la difusión de H_2 lo cual se ve reflejado en una baja difusividad de este elemento en la estructura del recubrimiento estudiado, comparada con la difusividad del hidrogeno en el acero al carbono empleado como sustrato.

Se ha encontrado que la resistencia a la abrasión del recubrimiento cerámico evaluado aumenta a medida que aumenta el número de pases de proyección influyendo directamente sobre su utilidad en la industria lo cual permite que sea usado en equipos que requieran la protección de un recubrimiento resistente al choque térmico, a la abrasión y que además presente propiedades de recubrimiento duro.

La caracterización química que se realizó al recubrimiento depositado muestra que durante el proceso de proyección térmica se da la formación de Titanato de aluminio $AlTiO_5$, el cual además de las fases de TiO_2 y Al_2O_3 presentes proporciona al recubrimiento características de un material cerámico.

A partir de los resultados obtenidos se concluye que el recubrimiento cerámico evaluado puede ser un buen candidato para la protección de equipos expuestos a altas temperaturas que además requieran una baja permeación de hidrógeno y buena resistencia al desgaste como lo son tuberías de calderas, intercambiadores de calor u hornos usados para la eliminación de residuos peligrosos.

RECOMENDACIONES

Una continuación de esta investigación podría ser el estudio de la resistencia a la abrasión del recubrimiento cerámico mediante la misma técnica (usando el Abrasímetro Taber) aplicando diferentes cargas sobre las piedras abrasivas, números de ciclos y pases de proyección para evaluar cual serias las condiciones optimas sobre las cuales debe operar el material.

Adicionalmente se recomienda continuar con la realización de estudios direccionados al análisis de las variaciones en la permeación de hidrogeno sobre un recubrimiento cerámico para diferentes condiciones tales como, la variación del potencial o aumentar la temperatura ya que bajo dichas circunstancias se presentan otras dificultades.

BIBLIOGRAFÍA

ALUMINIUM III OXIDE. Consultado el 23 octubre de 2012. Disponible Pagina web: http://www.webelements.com/_media/compounds/Al/Al2O3-1344281.jpg

ASTM G-148 (Standard Practice for Evaluation of Hydrogen Uptake, Permeation, and Transport in Metals by an Electrochemical)

Bhushan Bharat, Modern Tribology Handbook. Taylor & Francis, Dec 28, 2000. Section 23.

CANABAL M. Cristian, VILLAMIZAR U. Jose. Efecto de un recubrimiento protector en la superficie de salida de hidrogeno para la prueba de permeación electroquímica en acero de bajo carbono. Tesis de pregrado. Universidad Industrial de Santander. 2001

DEVANATHAN, M. y STACHURSKI, Z. The adsorption and diffusion of electrolytic hydrogen in palladium. Proc. Roy. Soc. A, Vol. 270, 1962.

Diagrama de fases. Aluminio titanio Consultado el 2 de octubre de 2012. Disponible en Pagina web: <http://ars.els-cdn.com/content/image/1-s2.0-S0257897208006415-gr6.jpg>

DICK, L. Estudos electroquimicos de permeação de hidrogenio e determinação de concentrações criticas de hidrogenio em um aço de alta dureza. Brasil, 1986.

H.A. Estupiñan, I. Uribe, P.A. Sundaram, Hydrogen permeation in gamma titanium aluminides, Corrosion Science, Volume 48, Issue 12, December 2006, Pages 4216-4222.

HAROLD ROTHBART, THOMAS H. BROWN. Mechanical Design Handbook, Measurement, Analysis, and Control of Dynamic Systems. Section 7.6

JAMES G. SPEIGHT. Chemical Process and Design Handbook. Section 2.44

GEORGE S. BRANDY, HENRY H. CLAUSER, JOHN A. VACCARI. Materials Handbook: An Encyclopedia for Managers, Technical Professionals, Purchasing and Production Managers, Technicians, and Supervisors, Fifteenth Edition. Section 1.185.

GONZALEZ H. Andrés, Influencia de la rugosidad en la microdureza y en la resistencia al desgaste de recubrimientos aplicados mediante proyección térmica. Universidad Tecnológica de Pereira. Septiembre 2007

GONZALEZ, H. Andrés, estudio de la influencia de las propiedades físicas y mecánicas en el comportamiento tribológico de recubrimientos duros para herramientas de corte y procesamiento de polietileno, informe maestria en ingeniería, UNIVERSIDAD DE ANTIOQUIA, 2008.

Operating Instructions for Taber Models 5130 and 5150 Digital Abrasers with LED Readouts, TABER Industries. 1994

MARK R. WIESNER JEAN-YVES BOTTERO. Environmental Nanotechnology: Applications and Impacts of Nanomaterials. Section 11.6

Pawlowski Lech, The science and Engineering of Thermal Spray Coatings, John Wiley & Sons, Paginas 220-240, 1995.

TITANIUM IV OXIDE. Consultado 4 octubre de 2012. Disponible Pagina web: http://www.webelements.com/_media/compounds/Ti/O2Ti1-13463677.jpg

VARGAS, Fabio y LATORRE, Guillermo. Materiales de ingeniería. Capitulo 6. ECOPETROL.

BIBLIOGRAFÍA

ALUMINIUM III OXIDE. Consultado el 23 octubre de 2012. Disponible Pagina web: http://www.webelements.com/_media/compounds/Al/Al2O3-1344281.jpg

ASTM G-148 (Standard Practice for Evaluation of Hydrogen Uptake, Permeation, and Transport in Metals by an Electrochemical)

Bhushan Bharat, Modern Tribology Handbook. Taylor & Francis, Dec 28, 2000. Section 23.

CANABAL M. Cristian, VILLAMIZAR U. Jose. Efecto de un recubrimiento protector en la superficie de salida de hidrogeno para la prueba de permeación electroquímica en acero de bajo carbono. Tesis de pregrado. Universidad Industrial de Santander. 2001

DEVANATHAN, M. y STACHURSKI, Z. The adsorption and diffusion of electrolytic hydrogen in palladium. Proc. Roy. Soc. A, Vol. 270, 1962.

Diagrama de fases. Aluminio titanio Consultado el 2 de octubre de 2012. Disponible en Página web: <http://ars.els-cdn.com/content/image/1-s2.0-S0257897208006415-gr6.jpg>

DICK, L. Estudos electroquimicos de permeação de hidrogenio e determinação de concentrações criticas de hidrogenio em um aço de alta dureza. Brasil, 1986.

H.A. Estupiñan, I. Uribe, P.A. Sundaram, Hydrogen permeation in gamma titanium aluminides, Corrosion Science, Volume 48, Issue 12, December 2006, Pages 4216-4222.

HAROLD ROTHBART, THOMAS H. BROWN. Mechanical Design Handbook, Measurement, Analysis, and Control of Dynamic Systems. Section 7.6

JAMES G. SPEIGHT. Chemical Process and Design Handbook. Section 2.44

GEORGE S. BRANDY, HENRY H. CLAUSER, JOHN A. VACCARI. Materials Handbook: An Encyclopedia for Managers, Technical Professionals, Purchasing and Production Managers, Technicians, and Supervisors, Fifteenth Edition. Section 1.185.

GONZALEZ H. Andres, Influencia de la rugosidad en la microdureza y en la resistencia al desgaste de recubrimientos aplicados mediante proyección térmica. Universidad Tecnológica de Pereira. Septiembre 2007

GONZALEZ, H. Andres, estudio de la influencia de las propiedades físicas y mecánicas en el comportamiento tribológico de recubrimientos duros para herramientas de corte y procesamiento de polietileno, informe maestría en ingeniería, UNIVERSIDAD DE ANTIOQUIA, 2008.

Operating Instructions for Taber Models 5130 and 5150 Digital Abrasers with LED Readouts, TABER Industries. 1994

MARK R. WIESNER JEAN-YVES BOTTERO. Environmental Nanotechnology: Applications and Impacts of Nanomaterials. Section 11.6

Pawlowski Lech, The science and Engineering of Thermal Spray Coatings, John Wiley & Sons, Paginas 220-240, 1995.

TITANIUM IV OXIDE. Consultado 4 octubre de 2012. Disponible Pagina web:

http://www.webelements.com/_media/compounds/Ti/O2Ti1-13463677.jpg

VARGAS, Fabio y LATORRE, Guillermo. Materiales de ingeniería. Capítulo 6.
ECOPETROL.