



## ESTRUCTURA Y MORFOLOGÍA DE RECUBRIMIENTOS VÍTREOS DE POLVOS DE CENIZAS VOLANTES SOBRE TABLETAS CERÁMICAS USANDO PROYECCIÓN TÉRMICA OXIACETILENICA.

JESSICA DAZA<sup>1</sup>, SILVIA OROZCO<sup>1</sup>, GABRIEL PEÑA-RODRÍGUEZ<sup>2</sup>, H. DULCE MORENO<sup>2</sup>, FABIO VARGAS-GALVIS<sup>3</sup>

- <sup>1</sup> Plan de estudios de Ingeniería Industrial. Grupo SIMAC. Universidad Francisco de Paula Santander. Cúcuta-Colombia.
- <sup>2</sup> Facultad de Ciencias Básicas. Departamento de Física. Grupo GITEC. Universidad Francisco de Paula Santander. Cúcuta-Colombia.
- <sup>3</sup> Grupo de Investigaciones Pirometálgicas y de Materiales (GIPIMME), Universidad de Antioquia- Medellín- Colombia.

E-mail: dazayessica@yahoo.es

### RESUMEN

Se presenta caracterización estructural usando difracción de rayos X (DRX), y morfológica mediante microscopia electrónica de barrido (MEB) de recubrimientos vítreos de polvos de cenizas volantes suministrados por Termotasajero S.A, sobre tabletas cerámicas de arcilla roja. La técnica utilizada en los recubrimientos fue la de proyección térmica oxiacetilénica. El proceso de conformado de los sustratos o tabletas cerámicas fue por prensado uniaxial a 26.17 Bares, a partir de polvos de pasta cerámica atomizada obtenidos de la empresa Cerámica Italia S.A. y sinterizados a 1100 °C. Los polvos de ceniza volante proyectados fueron los obtenidos del pasante tamiz No. 270 y retenido el No. 325. Se realizaron tres recubrimientos, los cuales fueron dados en función del número de pases de la llama oxiacetilénica sobre el sustrato. Los resultados reportan una morfología superficial heterogénea de splats fundidos y semifundidos. Por otra parte al comparar la estructura cristalina de los polvos de cenizas volantes con la hallada para las muestras recubiertas, se encontró un incremento de la fase vítrea del 49,1% al 90,9% respectivamente, lo que permite inferir que los polvos de cenizas volantes son buenos candidatos para ser usados como recubrimientos vítreos sobre sustratos de arcilla roja.

**Palabras clave:** Pasta cerámica, proyección térmica, recubrimientos de polvos de cenizas volantes, DRX, MEB.

### 1. INTRODUCCIÓN

El término “arcilla” no tiene un significado claro, es preciso definirlo de diversas formas para comprender sus dimensiones (tamaño de partícula, mineralogía, petrografía, propiedades físicas, etc.). Las

arcillas son fruto de los agentes de meteorización físico-químicos que actúan sobre la roca madre original y a su vez, se consideran como unas acumulaciones naturales, consolidadas o no, de tamaño de grano fino (variable según los mineralogistas, investigadores del suelo,



sedimentólogos y los químicos que estudian los coloides) y constituidas por variados minerales arcillosos (silicatos aluminicos hidratados, con iones principalmente de Mg, Fe, K y Na) y otros minerales acompañantes como el cuarzo, los feldspatos, los carbonatos, etc. Además, poseen un comportamiento físico muy peculiar frente al agua, salvo algunas excepciones, la cual propicia su plasticidad, e incluso endurecen cuando son secadas o sometidas a tratamientos térmicos a altas temperaturas [1].

La proyección térmica es una técnica utilizada en la fabricación de componentes, que consiste en proyectar pequeñas partículas fundidas, semifundidas, calientes e incluso frías (cold spray) que se unen sucesivamente a una superficie.

El objetivo es proveer un tratamiento superficial a las piezas que van a estar sometidas a condiciones extremas de rozamiento, desgaste, calor y/o esfuerzos mecánicos. Escoger el material de recubrimiento, el proceso para recubrir y su grosor [2], es una de las decisiones más difíciles tanto para el fabricante como para los responsables del mantenimiento.

Los recubrimientos incrementan la durabilidad de una pieza mejorando su resistencia térmica, a la corrosión y al desgaste, haciendo la pieza más durable y conservando su cualidad atractiva, al mejorar su apariencia física y ornamental. Sumado a esto, los recubrimientos brindan un mejoramiento en el comportamiento de una pieza, ya que se incrementan las características de reflectividad de la luz o su absorbancia, la conductividad o su capacidad de ser aceptadas por el cuerpo humano, es decir, las hace biocompatibles [3].

Tabla 1. Clasificación de los recubrimientos de acuerdo al proceso.

Naturaleza del proceso	Naturaleza del proceso
Químico	CVD, Sol-gel, Agalvánico, Biomimético
Reacción – conversión	Reacciones de superficies como formación de capas de diamante sobre la superficie del sustrato
Físico	Termorrociado por Pirolysis, oxiacetilénico, HVOF, plasma y PVD
Electroquímico	Galvanizados
Difusivos	Soldaduras
recubrimiento por mojado e inmersión	Pintura por sol-gel, inmersión en material líquido o fundido

Los procesos utilizados para recubrir, son determinantes de las características y la calidad del recubrimiento. Ellos limitan los materiales usados, el grosor, desempeño, durabilidad y hasta las formas de las piezas o estructuras usadas. Algunos procesos permiten cubrir únicamente superficies externas y cuando mucho interiores, otros pueden ser aplicados en cavidades intrincadas, u operan mejor en geometrías particulares. En función de la interacción recubrimiento-sustrato, los procesos de recubrimiento pueden clasificarse como se muestra en la Tabla 1.



## 2. MATERIALES Y MÉTODOS

### 2.1. Preparación y caracterización de los polvos de cenizas volantes:

Como materia prima para la elaboración de los recubrimientos se utilizaron cenizas volantes suministradas por la central de Termotasajero S.A. los cuales fueron preparados mediante la técnica de tamizado vía seca, tamiz certificado para ensayo de laboratorio ASTM E-11-09 en donde se busca la eliminación de la materia orgánica y de inquemados presentes en las cenizas [4], y la obtención de los polvos con distribución granulométrica pasante tamiz malla No 270 y retenido tamiz malla No 325.

Se realizó composición química de las partículas de cenizas volantes y su cristalinidad usando Fluorescencia de Rayos X (FRX); se determinaron las fases presentes de dichos minerales mediante Difracción de Rayos X (DRX) utilizando difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con Geometría DaVinci; la morfología y distribución de tamaño de partícula se determinó utilizando Microscopia electrónica de Barrido (MEB).

### 2.2. Preparación de los sustratos y elaboración de los recubrimientos:

Los sustratos fueron elaborados a partir de una pasta de arcilla roja atomizada suministrada por la empresa Cerámica Italia S.A., (Cúcuta, Colombia), siguiendo el proceso utilizado en el Centro de Investigación de Materiales Cerámicos (CIMAC). Dichos sustratos consisten en prismas rectangulares con dimensiones aproximadas de Largo=10,76cm, Ancho=5,39cm, y espesor de H=0,79cm, los cuales se fabrican por prensado uniaxial, usando prensa hidráulica, con presión promedio de 26,17 bares ( $\approx 30,6 \text{ Kg/cm}^2$ ), y humedad entre el 5 y 9% en peso; el tratamiento térmico (cocción) se llevará a cabo usando horno tipo mufla

marca Ney D-130®, con una curva de cocción a una temperatura máxima aproximada de 1100 °C.

El proceso de elaboración de los recubrimientos se llevó a cabo usando la cámara ARESTE I, que contiene una antorcha de proyección Eutectic Castodin Terodyn 2000™ y portamuestras hexagonal con capacidad para seis (6) probetas (Ver Figura 1), ubicada en el Laboratorio de Proyección Térmica de la Universidad de Antioquía, en Medellín [5].

**Figura 1.** Imagen del porta-muestras y de antorcha Terodyn 2000™



Fuente: Grupo GIPIMME universidad de Antioquía.

Con la finalidad de obtener recubrimientos de diferentes espesores se realizaron tres proyecciones con diferentes números de pases de la llama oxiacetilénica sobre cada uno de los sustratos, estos fueron: 5, 9 y 14 pases de proyección. Las muestras obtenidas en cada proyección fueron codificadas como proyección 1, proyección 2 y proyección 3, respectivamente. En cada una de las proyecciones descritas anteriormente se utilizaron tres pases de calentamiento.

En la Tabla 1 se describen los parámetros utilizados en el proceso de proyección térmica, obtenidos mediante pruebas piloto, simulaciones realizadas con el software Jets et Poudres y siguiendo lo reportado en



la literatura [6], quienes utilizaron los mismos parámetros y el mismo equipo de sistema de proyección térmica para la elaboración de los recubrimientos de polvos de cenizas volantes.

Tabla 2. Parámetros del proceso de proyección térmica oxiacetilénica.

Muestra	Flujo de Polvo
Proyección 1 = 5 pases	6 g/min
Proyección 2 = 9 pases	6 g/min
Proyección 3 = 14 pases	6 g/min
Parámetros del sistema	
Velocidad de rotación porta-muestra	116,0 rpm
Velocidad vertical de la antorcha	0,72cm/s
distancia de la antorcha al sustrato	8,0 cm
Presión del N	40,0 psi
Presión del O	50,0 psi
Presión del Acetileno	12,0 psi
Flujo de N	16,0 L/min
Flujo de O	94,0 L/min
Flujo de Acetileno	22,0 L/min

Fuente: Grupo de Investigaciones Pirometalúrgicas y de Materiales (GIPIMME)

En la Tabla 1, se observa que el flujo de polvos de cenizas volantes utilizado para las tres proyecciones es el mismo; que la distancia de la antorcha a la muestra fue de 8 cm.

La estructura fue estudiada usando Difracción de Rayos X (DRX, Bruker D8 Advance), se realizó en un difractor de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con Geometría DaVinci bajo las siguientes condiciones: Voltaje 40(KV); el análisis cualitativo de las fases presentes en las muestras se realizó mediante comparación del perfil observado con los

perfiles de difracción reportados XXX; el análisis cuantitativo de las fases encontradas se realizó mediante el refinamiento por el método de Rietveld del perfil observado habiéndole agregado a la muestra una cantidad de un estándar interno correspondiente al 20%; y microscopia electrónica de barrido (MEB, FEI Quanta FG 650) ; la resistencia mecánica a la flexión se llevó a cabo utilizando la norma NTC-4321-4

### 2.3 Caracterización estructural del recubrimiento:

Las fases que constituyen los recubrimientos se determinaron mediante los resultados de los análisis de Difracción de Rayos X, las muestras fueron pulverizadas en un mortero de ágata y llevadas a un tamaño de partícula menor a 38  $\mu\text{m}$ . El espécimen seleccionado de cada muestra fue montado en un portamuestra de polimetilmetacrilato (PMMA) mediante la técnica de llenado frontal, se realizó en un difractor de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con Geometría DaVinci.

El análisis a las secciones transversales del sistema sustrato-recubrimiento se realizó usando el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB), FEI Quanta FG650, ubicado en la Universidad Industrial de Santander UIS-Guatiguara. Para lo anterior la muestra se embebió en resina de poliéster y una vez sinterizada, se realizaron cortes, y proceso de pulido usando pasta de diamante de 3 micrómetros a 300 rpm.

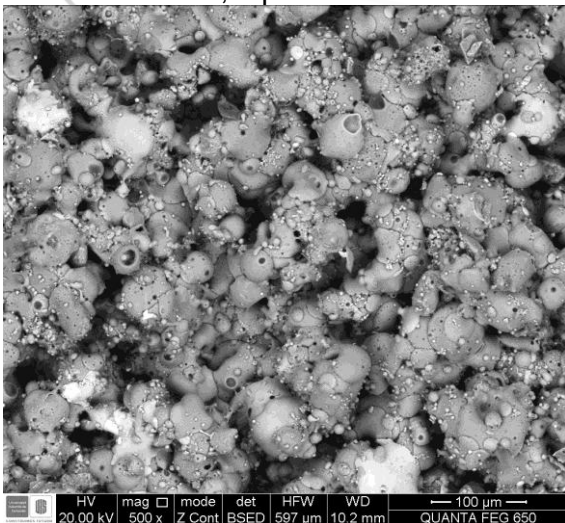
### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación se presenta la figura 2, una imagen usando MEB a 20KV y 500X de los polvos de cenizas volantes, en la cual se puede evidenciar una morfología irregular esférica, con tamaños de partícula con promedios de longitud que varían desde las



12.766  $\mu\text{m}$ , pasando por 33.8  $\mu\text{m}$ , hasta llegar a las 43.076  $\mu\text{m}$ . Se pueden evidenciar espacios significativos en la superficie, lo cual indica un cierto grado de porosidad en el sistema sustrato-recubrimiento.

**Figura 2.** Morfología superficial de las cenizas volantes, 9 pases.



Se aplicó la técnica de proyección térmica oxiacetilénica, para elaborar recubrimientos de polvos de cenizas volantes, sobre sustratos de arcilla roja atomizada elaborados por prensado uniaxial, a unas condiciones de proyección térmica constantes (ver tabla 1), seleccionadas mediante pruebas pilotos. Del análisis microestructural a la sección transversal de las muestras usando MEB, se encontró que los recubrimientos a medida que se incrementa el número de pases, son más porosos y sus espesores aumentan, reportándose valores promedios de  $96,73 \pm 13,97 \mu\text{m}$  para 5 pases; de  $256,83 \pm 13,23 \mu\text{m}$  para 9 pases y de  $263,20 \pm 10,30 \mu\text{m}$  para 14 pases. Se observó que los recubrimientos para 14 pases, presentan un desprendimiento del sustrato, lo cual fue consistente con los resultados de la adherencia y las propiedades mecánicas estudiadas. Del análisis estructural usando DRX, los recubrimientos producidos por

combustión de llama oxiacetilénica se evidencia el cambio de fase de Mullita ( $\text{Al}_{1,272} \text{Si}_{0,728} \text{O}_{4,864}$ ), donde este se transforma aumenta el porcentaje de Magnesioferrita ( $\text{Mg Fe}_2 \text{O}_4$ ), en donde el porcentaje de material fase cristalina disminuye en un orden de 50,9% a 9,1%, lo cual me indica que los recubrimientos de polvos de cenizas volantes son cristalinos aumentando su porcentaje de 49,1% a 90,9%. En el análisis de difracción de rayos X se tienen las siguientes características para los polvos sin depositarse en el sustrato:

**Tabla 3.** Análisis cualitativo de los polvos de cenizas volantes sin depositar

FASE	NOMBRE	CANTIDAD (%)
$\text{Al}_{1,272} \text{Si}_{0,728} \text{O}_{4,864}$	Mullita	33.0
$\text{Si O}_2$	Cuarzo	4.3
$\text{Fe}_2 \text{O}_3$	Hematita	0.5
$\text{Mg Fe}_2 \text{O}_4$	Magnesioferrita	3.9
$\text{Si O}_2$	Cuarzo Alfa	9.1
$\text{Al}_{5,65} \text{Si}_{0,35} \text{O}_{9,175}$	Mullita	N.C
$\text{Fe}_2 (\text{Si O}_4)$	Ringudita	N.C
	Total cristalino	50.9
	Amorfos y otros	49.1

Fuente: Laboratorio de rayos X, UIS sede Guatimar .

Después de depositarse el polvo mediante proyección térmica,



**Tabla 3.** Análisis cualitativo de los polvos depositados por proyección térmica

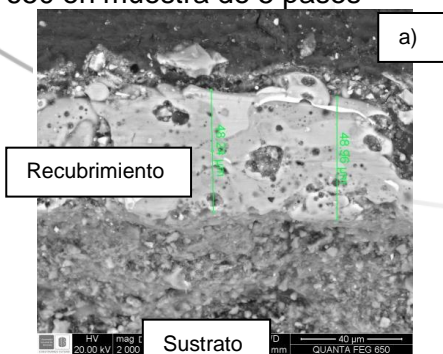
FASE	NOMBRE	CANTIDAD (%)
Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	4.2
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Hematita	0.1
Mg Fe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Magnesioferrita	4.8
Si O <sub>2</sub>	Cuarzo Alfa	N.C
Fe <sub>2</sub> (Si O <sub>4</sub> )	Ringwoodita	N.C
	Total cristalino	9.1
	Amorfos y otros	90.9

Fuente: Fuente: Laboratorio de rayos X, UIS sede Guatiguará

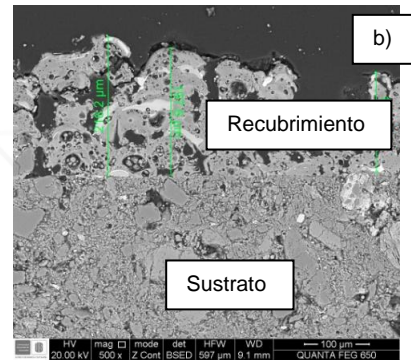
Los resultados del estudio de DRX permiten conocer los compuestos por los cuales están formadas las cenizas. A su vez se puede evidenciar la característica amorfa que toman las partículas depositadas, puesto que no se llega a una estructura ordenada de las mismas.

A continuación se muestran los espesores de los diferentes pases logrados mediante microscopía electrónica de barrido. Los cuales arrojan que para la muestra de 5 pases (a) se tiene un promedio de espesor de 48.6 μm, para la muestra de 9 pases (b), se tiene 189.03 μm y para la muestra de 14 pases (c) se tiene 292.36 μm de espesor

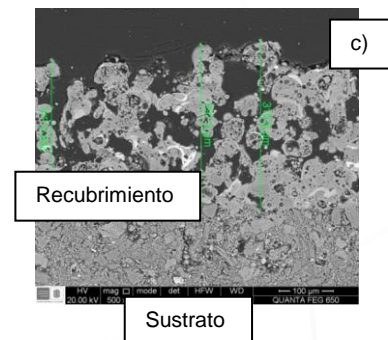
**Figura 3.** Micrografía de la sección transversal de los recubrimientos de las cenizas volantes sobre sustratos de arcilla roja atomizada usando MEB-FEI Quanta FEG 650 en muestra de 5 pases



**Figura 4.** Micrografía de la sección transversal de los recubrimientos de las cenizas volantes sobre sustratos de arcilla roja atomizada usando MEB-FEI Quanta FEG 650 en muestra de 9 pases



**Figura 5.** Micrografía de la sección transversal de los recubrimientos de las cenizas volantes sobre sustratos de arcilla roja atomizada usando MEB-FEI Quanta FEG 650 en muestra de 5 pases



#### 4. CONCLUSIONES

se afirma que la técnica de proyección térmica oxiacetilénica de polvos de cenizas volantes sobre sustratos de arcilla roja es viable, ya que esto permite el uso de residuos industriales para la aplicación de nuevos productos, obteniendo buenos porcentajes de material vítreo y que sus propiedades mecánicas aumenten y permitan la versatilidad del producto ya que éstos permiten el anclaje directo de los



polvos de cenizas volantes, por ser el sustrato poroso y compatible mecánica y químicamente; además se obtuvieron buenos resultados en cuanto al mejoramiento de las propiedades físicas, mecánicas.

Del análisis microestructural a la sección transversal de las muestras usando MEB, se encontró que los recubrimientos a medida que se incrementa el número de pases, son más porosos y sus espesores aumentan, reportándose valores promedios de 48,6  $\mu\text{m}$  para 5 pases; de 189,03  $\mu\text{m}$  para 9 pases y de 292,36  $\mu\text{m}$  para 14 pases. Se observó que los recubrimientos para 14 pases, presentan una separación o desprendimiento del sustrato, indicando que la buena adherencia del recubrimiento puesto que no sólo se desprende el recubrimiento sino el sustrato.

Finalmente, se concluye que, con el recubrimiento R2 (9 pases) se obtuvo las mejores propiedades físicas y mecánicas del sistema sustrato-recubrimiento ya que este presenta mejor adherencia de recubrimiento.

**Agradecimientos:** al FINU-UFPS, por el apoyo económico contrato No.026-2015.

## REFERENCIAS

[1] Rodríguez, L, Torrecillas R. (2002) Arcillas cerámicas: una revisión de sus distintos tipos, significados y aplicaciones. Instituto Nacional del Carbón (CSIC). Dpto. de Química de Materiales

[2] Lira-Olivares J. (2003). Recubrimientos metálicos y cerámicos solucionan el problema económico y ambiental de países desarrollados y en desarrollo. Centro de Ingeniería de Superficies, CIS, Universidad Simón Bolívar. Caracas, Venezuela.

[3] Santaella, L. H. (Julio de 2001). Caracterización física, química y mineralógica de las cenizas volantes. *Ciencia e Ingeniería Neogranadina*(10), 47-62.

[4] Velásquez Vallejo, L. F., De la Cruz Morales, J. F., Sánchez Morales, J. F., & Marin Laverde, M. A. (2007). Remoción de carbón inquemado de las cenizas volantes producidas en el proceso de la combustión del carbón. *Revista Energética*(38), 107-112

[5] Elaboración de recubrimientos cerámicos mediante proyección térmica por combustión a partir de residuos sólidos industriales

[6] Araque, M. (2015). Crecimiento y caracterización de recubrimientos mediante proyección térmica de óxido de aluminio sobre sustratos de arcilla roja. (Tesis de Maestría), Universidad Francisco de Paula Santander, Cúcuta, Colombia.

[7] D. Franco, F. Vargas, M. E. López, and J. Rodríguez, "Development of a metal/ceramic coating applied by flame thermal spraying process to protect molds used in glass manufacturing from the effects of temperature" *Revista Colombiana de Materiales.*, Vol 5, pp. 114-119, 2013.