

RECUBRIMIENTOS CERAMICOS OBTENIDOS MEDIANTE PROYECCION TERMICA POR PLASMA ATMOSFERICO A PARTIR DE POLVOS RECONSTITUIDOS NANOESTRUCTURADO.

*M.D. Salvador¹, V. Bonache¹, E. Klyatskina¹, E. Rayon¹, E. Sanchez², M. Vicent²,
E. Bannier², R. Moreno³, I. Santacruz⁴*

*¹Instituto de Tecnología de Materiales. Universidad Politécnica de Valencia. Valencia.
²Instituto de Tecnología Cerámica (ITC) - Asociación de Investigación de las Industrias
Cerámicas (AICE). Universitat Jaume I. Castellón.³ Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC.
Madrid. ⁴Departamento de Química Inorgánica, Cristalografía y Mineralogía, Universidad
de Málaga, 29071 Málaga, Spain Madrid,
e-mail: ¹dsalva@mcm.upv.es, ²enrique.sanchez@itc.uji.es, ³rmoreno@icv.csic.es*

RESUMEN

La necesidad de materiales de altas prestaciones, resistentes al desgaste, erosión, corrosión y elevadas temperaturas motiva numerosos estudios en técnicas de protección de superficies. La obtención de recubrimientos cerámicos nanoestructurados empleando técnicas de proyección térmica mediante plasma atmosférico (APS), es una interesante solución dada su versatilidad, sencillez y coste frente a otros procesos superficiales basados en técnicas de condensación de gas (CVD, EB-CVD y similares). Los espesores y características finales obtenidas están fuertemente condicionados por la microestructura conseguida en los depósitos: tamaño de los splats, pérdida o retención de la nanoestructura, porosidad, etc. cuando se comparan con los obtenidos con otros procesos, especialmente en lo referente a propiedades mecánicas y térmicas. Además, las condiciones del proceso de proyección deben ser optimizadas, ya que éstas generalmente vienen descritas para el uso de polvos micrométricos comerciales.

Uno de los principales problemas que se plantean al emplear polvos nanométricos para proyección térmica es que éstos no pueden proyectarse con los sistemas de alimentación convencionales, dada su escasa fluidez, por lo que deben ser adecuadamente reconstituidos para obtener polvos nanoestructurados aglomerados. Este proceso consta básicamente de una etapa de atomización de la suspensión de nanopartículas de partida seguida, generalmente, de un tratamiento térmico del polvo atomizado.

El objetivo del presente trabajo es obtener recubrimientos nanoestructurados de altas prestaciones, a partir de polvos nanoestructurados reconstituidos. En el trabajo se presenta la metodología del proceso de reconstitución, partiendo de la suspensión concentrada de nanopartículas hasta obtener aglomerados nanoestructurados con características adecuadas para ser proyectados. Se evalúa el efecto del polvo proyectable obtenido en la morfología, distribución de fases presentes, porosidad y características de los recubrimientos, con el

objetivo final de obtener capas de prestaciones claramente superiores a sus homólogas convencionales (micrométricas). Se presentan resultados obtenidos sobre sistemas con numerosas aplicaciones en el desarrollo de superficies avanzadas expuestas a ambientes severos de elevada temperatura, fricción o corrosión, caso de la mezcla Al_2O_3 -13% TiO_2 , y el sistema ZrO_2 estabilizado con Y_2O_3 (5%mol), dada su aplicación en barreras térmicas y en aplicaciones relacionadas con la energía o los motores.

Palabras claves: *alúmina, titania, circonita, suspensiones, proyección por plasma atmosférico, polvo nanoestructurado.*

1. INTRODUCCIÓN.

Las propiedades físicas y mecánicas de los materiales exhiben enormes mejoras, así como interesantes propiedades, conforme se reduce su tamaño de grano del intervalo micro al nanométrico [1]. En estos últimos años, se han desarrollado o adaptado diferentes técnicas como sol-gel, deposición de vapor, pirólisis de llama, etc. para sintetizar nanomateriales. [2]. Sin embargo, una visión crítica al estado de la nanotecnología muestra que, la mayor parte de los trabajos se han centrado en la síntesis de algunos nanomateriales de naturaleza cerámica de gran interés [3], pero que se han empleado muchos menos esfuerzos en las técnicas de consolidación de estas nanopartículas [4].

Los estudios para consolidar nanomateriales han puesto de manifiesto que estos polvos tienen una metaestabilidad inherente y una fuerte tendencia hacia el crecimiento de grano, por lo que las rutas tradicionales de consolidación, como sinterización o prensado en caliente, pueden acarrear dificultades a la hora de alcanzar piezas densas en las que se preserve al mismo tiempo la nanoestructura de los materiales de partida [5].

Por esta razón, la proyección térmica en general, y la de plasma en particular, al combinar en una única operación la síntesis y la consolidación, resulta enormemente ventajosa para desarrollar materiales nanoestructurados, o al menos finamente estructurados, en una sola etapa. Muchas aplicaciones ingenieriles, como recubrimientos resistentes al desgaste o barreras térmicas [6-7], requieren propiedades mejoradas solo en la superficie, por lo que la deposición directa de nanomateriales, suspensiones o sus precursores [8-9] sobre la superficie puede ofrecer más posibilidades que las estructuras en masa. Además, esta técnica permite grosores de capa de entre los 50 μm a unos pocos milímetros, a diferencia del CVD y PVD, [10]

En la proyección térmica con plasma atmosférico, APS, el polvo de partida se calienta en una corriente de gas a elevada temperatura hasta un estado semi-fundido, al mismo tiempo que es acelerado hacia el sustrato a recubrir. Al impactar sobre el sustrato se forman pequeños depósitos de forma lenticular, splats, a partir del estado semi-fundido. Estos depósitos solidifican rápidamente, velocidades de enfriamiento de 100 K/s. Estos recubrimientos presentan numerosos defectos: micro y macro grietas, partículas infundidas, poros, área de contacto limitada entre splats [10] que pueden llegar al 20-50% del mismo.

Estos defectos, disminuyen las propiedades tribológicas y mecánicas de los recubrimientos, aunque en aplicaciones de barreras térmicas, YSZ, los defectos contribuyen a la baja conductividad térmica del mismo pero también a una baja resistencia al desconchado del mismo, [11]. Por esta razón, resulta de enorme interés la obtención de recubrimientos con splats de tamaño mucho más pequeño y menos microgrietas que en la proyección con polvos convencionales, micrométricos, así como pequeños tamaños de poro ya que el carácter nanométrico del polvo mejora la densidad de las capas, reduce los tamaños de splats y disminuye la densidad de microgrietas, aumentando su tenacidad [12]

Desgraciadamente, en la proyección por plasma resulta imposible proyectar partículas por debajo de las 5 μm debido a su pequeña masa, por lo que se recurre al empleo de suspensiones. Lo más común es partir de polvos nanométricos, o submicrométricos, comerciales y preparar suspensiones, que generalmente no están demasiado concentradas, hasta un 10% en volumen [13-14]. Los recubrimientos obtenidos presentan splats de tamaño extremadamente pequeño junto a la aparición de algunos granos orientados dentro de éstos que dan lugar a estructuras columnares, que mejoran las propiedades del recubrimiento resultante [15]. Resultados con $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ a partir de suspensiones poco concentradas, presentan recubrimientos de baja porosidad, con fina microestructura de splats que produce elevada dureza y una excelente resistencia a la abrasión [16].

El presente trabajo describe el desarrollo de recubrimientos de altas prestaciones generados mediante proyección térmica de plasma atmosférico (APS) basados en óxidos o mezclas de óxidos cerámicos de Al_2O_3 , TiO_2 y ZrO_2 a partir de polvos nanoestructurados reconstituidos. Se han estudiado las condiciones óptimas de dispersión de las suspensiones de partida para desarrollar los sistemas: Al_2O_3 , TiO_2 , $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-13wt\%TiO}_2$ y $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$, que permitan obtener de suspensiones altamente concentradas en sólidos. Se evalúa la microestructura de los recubrimientos obtenidos, así como sus propiedades, en relación con los convencionales, micrométricos.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

2.1 Materiales

Se parte de suspensiones comerciales de nanopartículas, cuyas características se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Características de las suspensiones de nanopartículas (datos del fabricante)

Suspensión	Al_2O_3	TiO_2	ZrO_2 (*)
Fabricante	Degussa (Evonik)	Degussa (Evonik)	Mel Chemicals
Referencia	VP Disp. W 630 X	AERODISP W 740 X	XZO1356/01&02
Tipo de suspensión	acuosa	acuosa	acuosa
Contenido en sólido	30 wt. %	40 wt. %	23 wt. %
pH	3-5	6-9	2,8
Tamaño de agregados	~ 70 nm	≤ 100 nm	---

(*) $\text{ZrO}_2\text{-3\%mol Y}_2\text{O}_3$

2 3

Se determina el tamaño de las partículas mediante un equipo de dispersión dinámica de luz, DLS de Malvern, modelo NanoZS, Para la suspensión de titania (W740X), el diámetro medio obtenido ha sido de ~32 nm. En las suspensiones comerciales de alúmina (W630X) y de circonia (Mel), no se ha podido medir el tamaño de partícula por este método pues las nanopartículas se aglomeran con mucha facilidad. Por ello, se ha realizado un estudio de las mismas por microscopía de transmisión, HRTEM, con un equipo Hitachi S4100 de 200 kV. La suspensión de nanopartículas de Al_2O_3 , figura 1, muestra un diámetro medio de 10-20 nm y la de TiO_2 , figura 2, muestra valores medios de 20-30 nm. En la figura 3 se muestra la morfología de los polvos de la suspensión comercial de $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$, con un tamaño medio de unos 15 nm, revelando también su aglomeración.

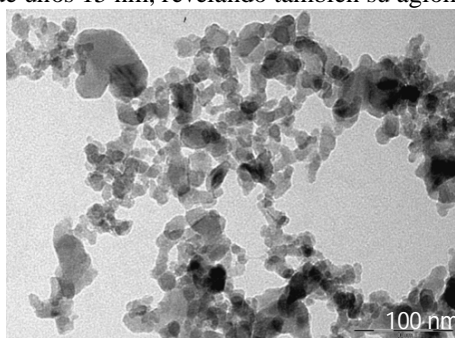


Figura 1. Imagen TEM de la suspensión comercial de Al_2O_3

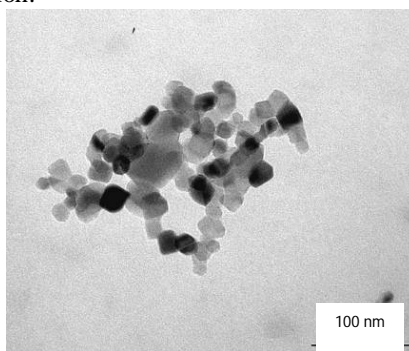


Figura 2. Imagen TEM de la suspensión comercial de TiO_2

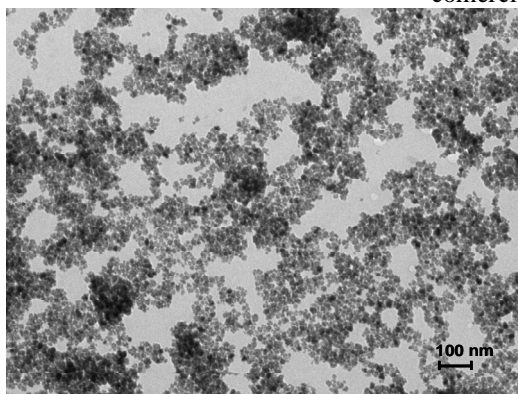


Figura 3. Imagen TEM de la suspensión comercial de ZrO_2

Para llevar a cabo la concentración de las suspensiones comerciales se emplean polvos de:

- Al_2O_3 de AEROXIDE® Alu C, Degussa-Evonik, de 13 nm de tamaño, superficie específica de $100\text{m}^2/\text{g}$ y pureza del 99.6%
- TiO_2 de AEROXIDE® P25, Degussa-Evonik, de 21 nm de tamaño, superficie específica de $50\text{m}^2/\text{g}$ y pureza del 99.5%
- ZrO_2 , parcialmente estabilizada Y_2O_3 , con 5% en peso, TZ-3Y-E, de TOSOH, de 40-50

nm de tamaño, superficie específica de 15 m²/g

Se han estudiado las condiciones óptimas de dispersión de las suspensiones de partida de para obtener suspensiones altamente concentradas en sólidos, en función de diferentes parámetros, pH, tipo y proporción de dispersante medidas de potencial Z, tiempo de ultrasonidos, estudios reológicos [17]. Para cada uno de los uno de los sistemas, se dispone pues tanto de suspensiones comerciales (diluidas) como de suspensiones, altamente concentradas en sólidos, preparadas utilizando por mezcla directa de los polvos nanométricos. Se han alcanzado contenidos en sólidos del 30% en volumen (72% en peso).

2.2 Atomización de suspensiones

El proceso empleado es el secado por atomización (spray dried). La suspensión pulverizada en finas gotas entra en contacto con una corriente de aire caliente y produce un gránulo sólido con bajo contenido en agua, más o menos esférico, de superficie lisa, con alta probabilidad de tener un poro grande y uniforme en su interior y uniforme, confiriéndole al polvo atomizado elevada fluidez y características para su proyección térmica por APS. Se ha empleado un atomizador Mobile Minor de la empresa NIRO, con capacidad de evaporación de agua de 7kg/h.

La microestructura de los polvos atomizados obtenidos se ha caracterizado mediante análisis de fases por DRX con un difractómetro de polvo Bruker (modelo D8) y observación con microscopía electrónica de barrido con un microscopio electrónico de emisión de campo FEG-SEM, JEOL (modelo 6300).

2.3 Tratamiento térmico de los gránulos

Se realiza un estudio de fusión de los polvos atomizados en un Microscopio de calefacción MISURA que permite su visualización durante el ciclo de calentamiento y la determinación de la curva contracción-temperatura para seleccionar el rango térmico mas adecuado. Por otro lado se comprueba el comportamiento del material obtenido frente a un material comercial para proyección térmica por plasma. Para el sistema Al₂O₃-TiO₂, frente al NanoxTM S2613S y para el sistema ZrO₂-Y₂O₃ frente al NanoxTM S4007, ambos de Inframat Advanced Materials,

2.4 Proyección Térmica

Se han proyectado polvos reconstituidos usando un equipo de proyección por plasma atmosférico de Sulzer Metco (pistola F4 MB), movido por un robot industrial. Antes de la proyección, el sustrato, acero inoxidable AISI 304, se granalló con corindón y se limpió con etanol para quitar cualquier resto de polvo o grasa de la superficie. Se emplean los mismos parámetros de proyección que en el caso de los polvos comerciales tal como se muestra en la tabla 2.

En el caso de la mezcla de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y de $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$, es necesario proyectar con una capa de anclaje entre el sustrato metálico y la capa cerámica para garantizar una buena adhesión. Además, es preciso controlar la temperatura de la muestra durante toda la proyección, procurando que la muestra permanezca entre 120 y 200°C para minimizar las tensiones entre pasadas sucesivas.

Tabla 2. Parámetros de proyección empleados para el sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$

Material	Ar (slpm)	H ₂ (slpm)	I (A)	d (mm)	T _i (°C)
Ni-Al (anclaje)	45	11	600	140	100
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$	35	12	600	120	120-150
Ni-Co-Cr (anclaje)	65	8	650	100	-
$\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$	35	12	600	100	-

I = Intensidad; *d* = distancia de proyección; *T_i* = temperatura inicial del sustrato, *slpm* = standard litre per minute (litro estándar por minuto)

3. RESULTADOS Y DISCUSION.

3.1 Proceso de atomización de polvos

Las figuras 4 y 5 muestran las imágenes de FE-SEM de los polvos reconstituidos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ con morfología esférica y hueca y con carácter nanoestructurado

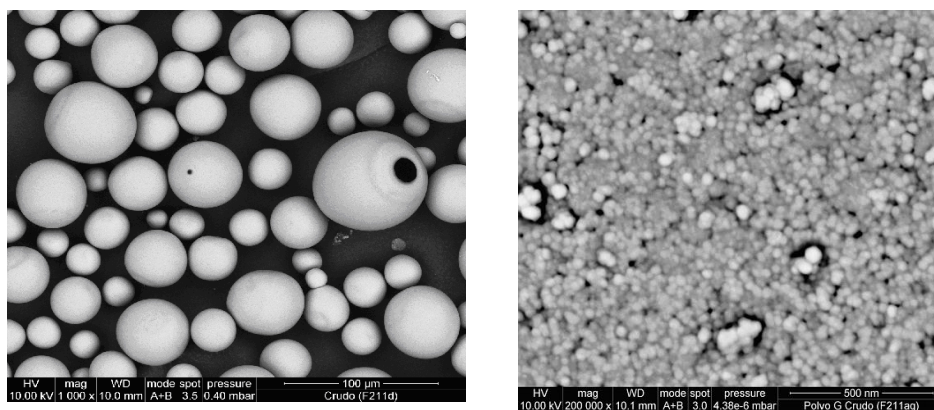


Figura 4. Micrografías FE-SEM del polvo atomizado de Al_2O_3 a diferentes aumentos

En el caso de los polvos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$, la figura 6 muestra los obtenidos tanto en suspensiones diluidas, izquierda, como los que proviene de concentradas, derecha. Estos presentan una distribución de tamaño de aglomerado algo más ancha que en el caso de los polvos comerciales, entre 15 y 80 µm. Los aglomerados están formados por nanopartículas, inferiores a 50 nm, unidas entre si. Para el sistema $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$, figura 7, se observa que los aglomerados no presentan una morfología esférica, si no más bien angulosa siendo el

obtenido de la suspensión diluida más denso.

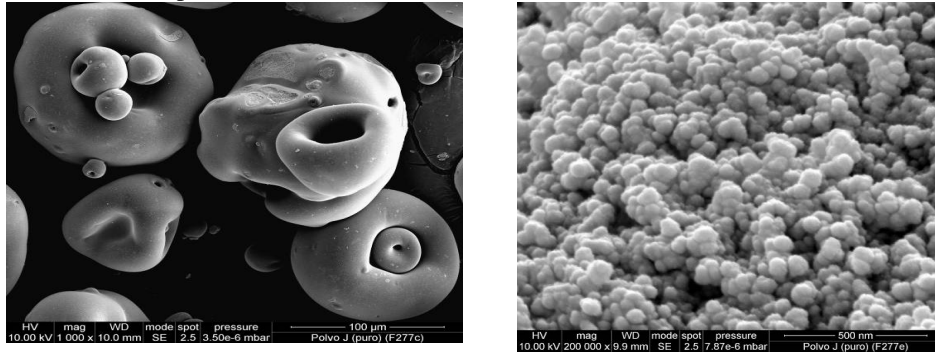


Figura 5. Micrografías FE-SEM del polvo atomizado de TiO₂ a diferentes aumentos

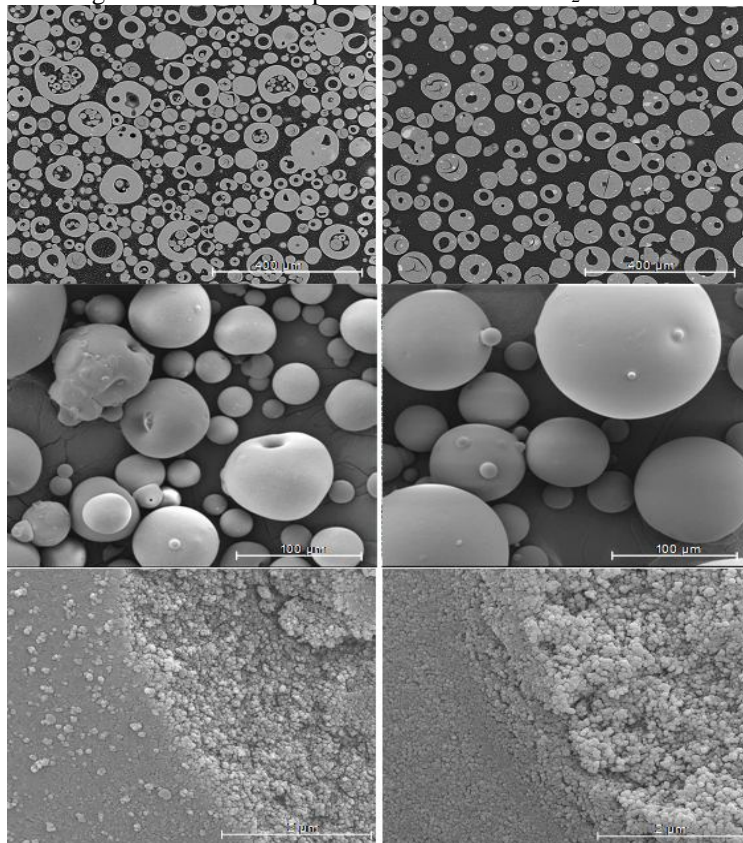


Figura 6. Micrografías del polvo atomizado de Al₂O₃-TiO₂ a diferentes aumentos. Izquierda: suspensión diluida. Derecha: suspensión concentrada.

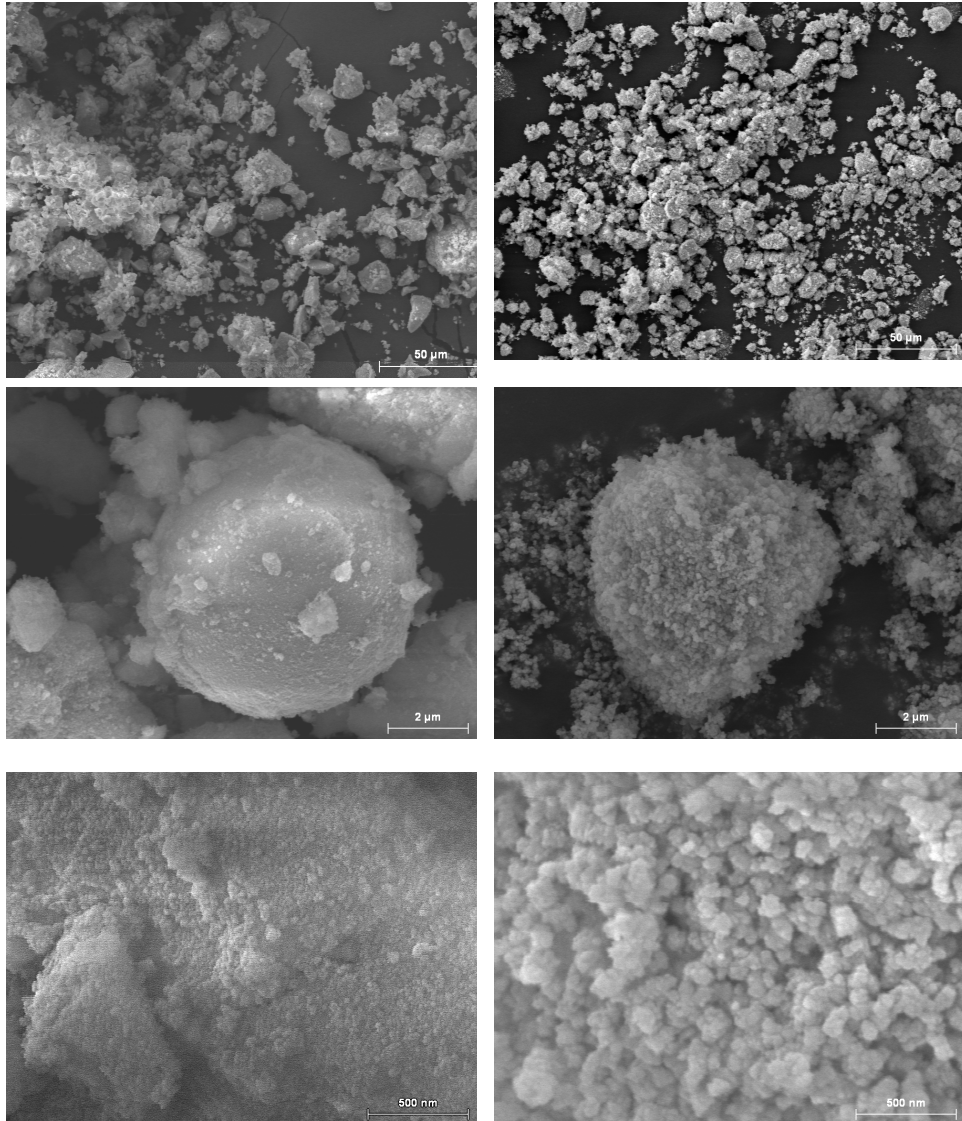


Figura 7. Micrografías del polvo atomizado de $ZrO_2-Y_2O_3$ a diferentes aumentos. Izquierda: suspensión diluida. Derecha: suspensión concentrada.

Los polvos reconstituidos de $Al_2O_3-TiO_2$, contienen dos tipos de alúmina, figura 8, $\gamma-Al_2O_3$ y $\delta-Al_2O_3$, no detectando la presencia de la fase corindón ($\alpha-Al_2O_3$); lo que puede ser consecuencia de los diferentes procesos de obtención de las nanopartículas. El óxido de

titanio presente, figura 9, está formado por rutilo y anatasa. Es importante destacar la anchura de los picos obtenidos, ya que es característica de los difractogramas de materiales nanométricos

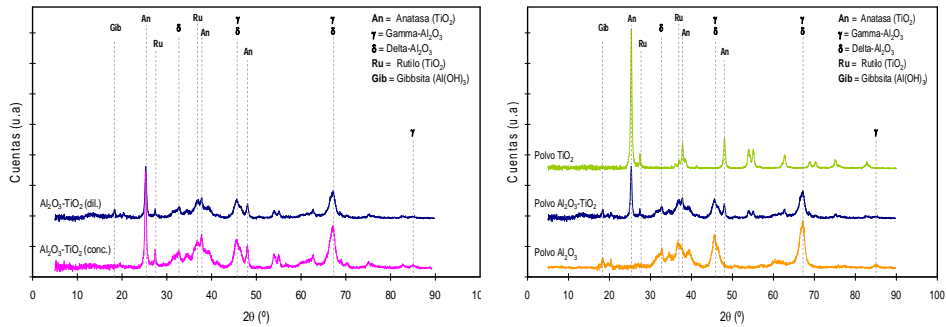


Figura 8. DRX de polvos nanoestructurados de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$, diluido y concentrado
 Figura 9. DRX de polvos nanoestructurados atomizados Al_2O_3 , $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y TiO_2

3.2 Tratamiento térmico de los gránulos

El estudio de contracción realizado a diferentes temperaturas y el análisis de la distribución de tamaños, determinada por porosimetría de mercurio, permite establecer las condiciones térmicas más adecuadas en cada caso. La figura 10 muestra el registro obtenido en el sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$.

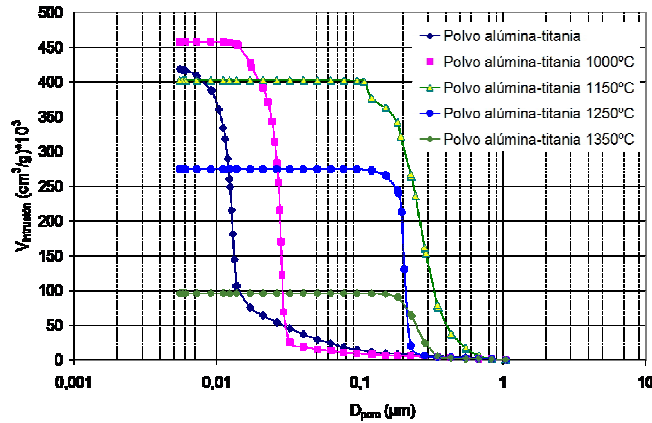


Figura 10. Gráfico representativo de las distribuciones de tamaños de poro acumuladas de los polvos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ atomizados, sin tratar y tratados térmicamente

Se observa que el tamaño medio de poro aumenta progresivamente a medida que lo hace la

temperatura del tratamiento térmico hasta llegar a un valor umbral en el que se mantiene prácticamente constante de 1150°C. Respecto a la porosidad abierta, el tratamiento a 1000°C provoca un ligero aumento de la misma, debido posiblemente a la desgasificación de alguna fase inicial de la muestra. Para temperaturas superiores, la porosidad abierta se va reduciendo progresivamente. Estos fenómenos se producen para las diferentes tipologías de polvos reconstituidos ensayados, tanto los de Al_2O_3 como los de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$.

El estudio realizado del comportamiento del polvo atomizado, obtenido de las suspensiones concentradas, frente a materiales comerciales indica que el tratamiento a 1250°C durante una hora muestra un comportamiento más similar al comercial respecto a la porosidad.

3.3 Recubrimientos obtenidos

En el caso de los recubrimientos del sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$, el análisis por DRX de los polvos que provienen de una suspensión diluida, figura 11 y de los que provienen de una suspensión concentrada, figura 12 muestra que ambos están formados por $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ y rutilo. Si se comparan con sus homólogos tratados térmicamente, se observa una gran cantidad de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ debido a que la fase α es más estable con la temperatura. Se observan otras fases minoritarias, como la Al_2TiO_5 formada en el recubrimiento a 1200° y un poco de anatasa residual en el recubrimiento que proviene de la suspensión concentrada, probablemente debido a la aglomeración de partículas de anatasa en la preparación de la suspensión concentrada de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$. En el caso del sistema $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ el difractograma muestra que está constituido por dos estructuras: tetragonal y monoclinica con una proporción de 82.2% de tetragonal.

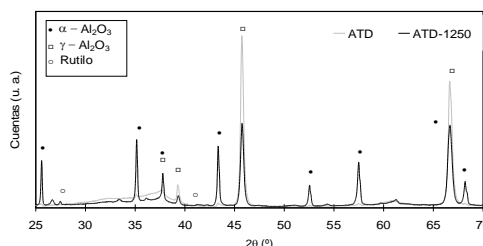


Figura 11. DRX de recubrimientos obtenidos con polvos nanoestructurados reconstituidos de suspensiones diluidas

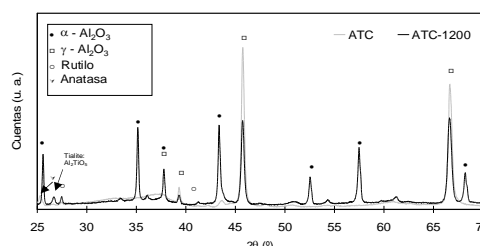


Figura 12. DRX de recubrimientos obtenidos con polvos nanoestructurados reconstituidos de suspensiones concentradas

Mediante imágenes FEG-SEM de los recubrimientos se observó la microestructura clásica en forma de “splats” y la abundancia de porosidad. En la figura 13 y en el detalle, figura 14 se muestra un ejemplo del recubrimiento de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ obtenido con polvos tratados térmicamente. En general presentan una microestructura bimodal en la que coexisten zonas de fusión completa y zonas donde los gránulos no han llegado a fundir y, que mantienen la

microestructura inicial del polvo. La presencia de las zonas no fundidas es menor en los que provienen de las suspensiones concentradas.

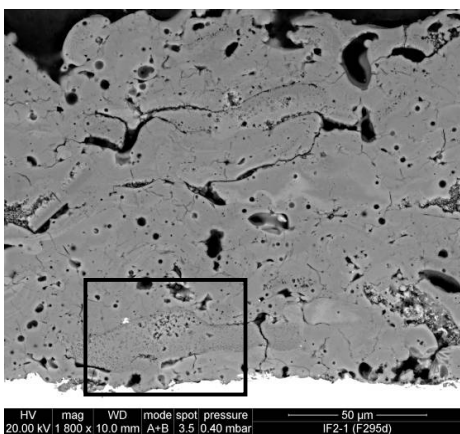


Figura 13. Recubrimiento obtenido a partir de polvo de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ a 1250°C

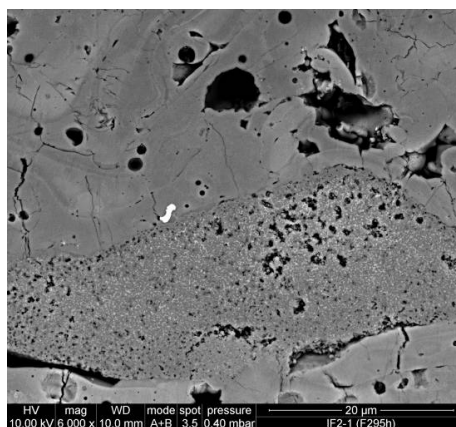


Figura 14. Ampliación de la zona señalada en la figura 14

Los recubrimientos obtenidos de polvos sin tratamiento térmico, revelan alta porosidad, por ello que es imprescindible obtener recubrimientos partiendo de polvos reconstituidos tratados térmicamente para obtener menor porosidad. En la tabla 3, se muestran valores de porosidad y de las zonas parcialmente fundidas que mantienen la nanoestructura.

Tabla 3. Valores de porosidad y zonas parcialmente fundidas del sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ medidas en sección por microscopía óptica con Análisis de Imagen

Referencia Recubrimiento	Porosidad (%)	Zonas parcialmente fundidas (%)
Suspensión Diluida	33 ± 12	8 ± 4
Suspensión Concentrada	30 ± 4	6 ± 3
Suspensión Diluida TT 1250°	14 ± 3	6 ± 3
Suspensión Concentrada TT 1200°	10 ± 2	4 ± 1

En las figuras 15 a 18 se muestra la microestructura de los recubrimientos de $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ obtenidos con polvos atomizados de suspensiones concentradas y diluidas. En ambos casos se aprecia la buena adherencia al sustrato debido a la capa de anclaje. Se detectan pequeñas grietas de cohesión entre splats, y del resultado de la solidificación. Destaca la abundante porosidad resultado del material que no ha fundido, no se encuentran diferencias significativas entre ambos recubrimientos pero los valores alcanzados resultan superiores a los recubrimientos obtenidos con polvos nanométricos comerciales, tabla 4.

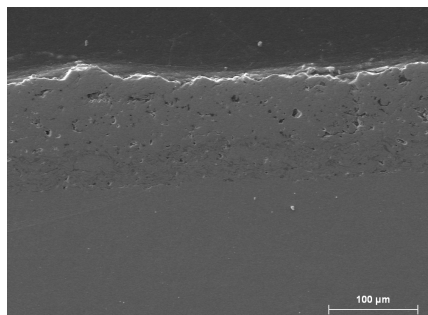


Figura 15. Recubrimiento de YSZ obtenido de suspensiones concentradas

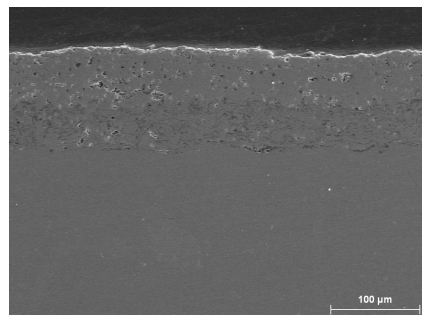


Figura 16. Recubrimiento de YSZ obtenido de suspensiones diluidas

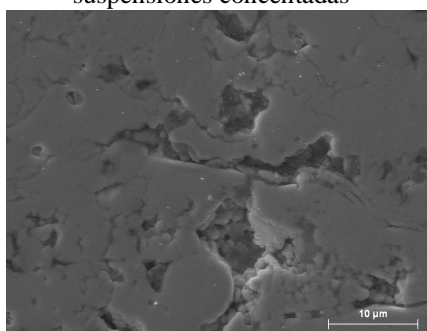


Figura 17 Detalle zonas parcialmente fundidas del recubrimiento de YSZ-ATC

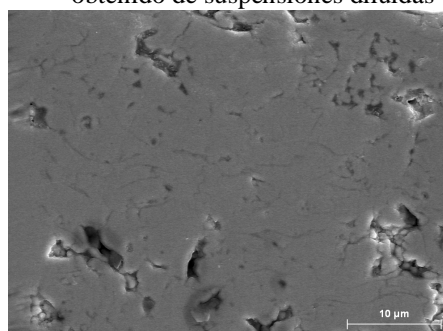


Figura 18 Detalle zonas parcialmente fundidas del recubrimiento de YSZ-ATD

Tabla 4. Valores de porosidad del sistema ZrO_2 - Y_2O_3 (Microscopía óptica con Análisis de Imagen, x200) junto a microdureza y tenacidad de recubrimientos.

Referencia Recubrimiento	Porosidad (%)	HV100g	$K_{IC}(Mpa \cdot m^{-1/2})$
Suspensión Diluida	29,2	507	1.20
Suspensión Concentrada (66% sólidos)	26.2	589	1.20
Nanométrico Comercial	16.6	751	1.47

Los valores de microdureza Vickers y tenacidad de los recubrimientos de Al_2O_3 - TiO_2 obtenidos con los polvos atomizado aparecen reflejados en la tabla 5 donde se comparan con valores de recubrimiento obtenido a partir de polvo micrométrico comercial (Metco 130, Sulzer) y polvo nanométrico comercial (NanoxTM S2613S, Inframat). Aunque los valores de microdureza se sitúan por debajo de los recubrimientos que provienen de polvos nanométricos comerciales, para el polvo atomizado de suspensiones concentradas y tratados térmicamente sí es muy superior al obtenido con polvo micrométrico comercial. En cuanto a los resultados de tenacidad, en ambos casos, se superan los obtenidos utilizando polvos comerciales. Algo similar ocurre en el sistema ZrO_2 - Y_2O_3 , los valores de microdureza Vickers, tabla 4, se ven ligeramente incrementados por el empleo de suspensiones

concentradas, no así en tenacidad. No obstante el aumento de porosidad así como la presencia de pequeñas grietas puede favorecer su uso como barreras térmicas. Hay que indicar que las condiciones de proyección todavía no han sido optimizadas para cada uno de los polvos atomizados descritos por lo que estos resultados probablemente podrían ser mejorados.

Tabla 5. Microdureza Vickers y tenacidad de recubrimientos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ obtenidos de suspensiones tratadas térmicamente y de obtenidos con polvos comerciales

Referencia Recubrimiento	HV	K_{IC} ($\text{MPa m}^{1/2}$)
Suspensión Diluida TT 1250 ^a	527	1,46
Suspensión Concentrada TT 1200 ^a	686	1,55
Micrométrico comercial	539	0,81
Nanométrico comercial	880	1,38

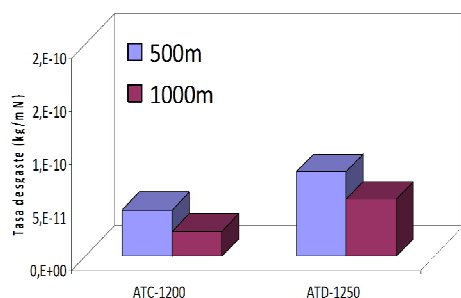


Figura 19. Desgaste de recubrimientos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ obtenidos a partir de polvos de suspensiones concentradas y diluidas tratadas térmicamente

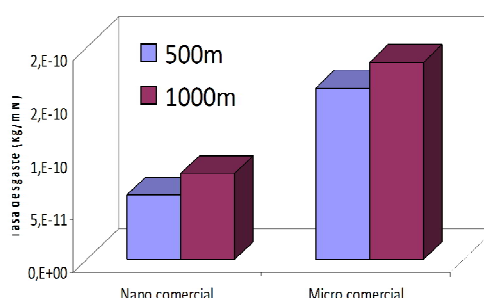


Figura 20. Desgaste de recubrimientos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ obtenidos a partir de polvos comerciales nanométricos y micrométricos

Se ha estudiado la resistencia al desgaste de algunos recubrimientos frente a Si_3N_4 empleando 10N de carga y 500 y 1000 m de recorrido. Los resultados obtenidos, figura 19, muestran que los recubrimientos obtenidos a partir de polvo reconstituido que proviene de suspensiones concentradas (ATC-1200) posee una mejor resistencia al desgaste que sus homólogos que provienen de suspensiones diluidas de nanopartículas (ATD-1250). Comparando estos resultados con recubrimientos realizados con polvos comerciales, figura 20, se obtiene un comportamiento muy mejorado frente al desgaste comparando con los recubrimientos obtenidos con alúmina-titania micrométrica superando en el caso de la suspensión concentrada al del material comercial nanométrico.

4. CONCLUSIONES

- Se ha desarrollado una metodología para la obtención de suspensiones concentradas estables en nanopartículas de Al_2O_3 , TiO_2 y $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ que permiten la obtención de aglomerados con las características adecuadas para la proyección térmica por APS.
- Se ha realizado una optimización térmica de los aglomerados del sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-13 TiO}_2$ mostrando ser un proceso muy eficiente ya que permite la obtención de recubrimientos con menor porosidad, independientemente de la concentración en sólidos empleada en la obtención de aglomerados que constituyen la materia prima.
- Los recubrimientos obtenidos muestran una microestructura con porcentajes apreciables de aglomerados parcialmente fundidos que retienen la nanoestructura inicial inmersos en una matriz totalmente fundida, que proporciona una notable mejora de la densidad de capas, reduce el tamaño de los splats y mejora del comportamiento mecánico y frente al desgaste de la mezcla $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-13 TiO}_2$.

AGRADECIMIENTOS.

Los autores agradecen al Ministerio de Ciencia e Innovación, la financiación recibida a través de los proyectos CIT-420000-2008-3 y MAT2009-14144-CO3-01 y 02, así como a la Generalitat Valenciana por la Acción Complementaria recibida ACOMP/2009/221

5. REFERENCIAS.

- [1] <http://www.wtec.org/loyola/pdf/nano.pdf>. Nanostructured Science and Technology, (1999).
- [2] G. Fantozzi, D. Rouby, J. Chevalier, P. Reynaud, European White Book on Fundamental Research in Materials Science. Max Plank Multimedia. (2006).
- [3] P.R. Arya, P. Jha, A.K. Ganguli, J. Mater. Chem. 13 (2003) 415.
- [4] G.K. Goh, F.F. Lange, S.M. Haile, C.G. Levi, J. Mater. Res. 18 (2003) 338
- [5] P. Bose, S.K. Pradham, S. Sen, Mat. Chem Phys. 80 (2003) 73.
- [6] N.P. Padture, M. Gell, E.H. Jordan, Science, 296, (2002) 280-284
- [7] X.Q.Cao, R. Vassen, D. Stoeber, J. Eur. Ceram. Soc., 24(1), (2008), 1-10
- [8] N.R. S. Lima, B.R. Marple, J Therm. Spray Technol. 16, (2007) 40-62
- [9] P. Fauchais, G. Montavon, G. Bertrand, J. Therm. Spray Technol. 19 (1-2) (2009) 40-62.
- [10] L. Pawlowski, A review. Surf. Coat Technol. 202, (2008) 4318-4328
- [11] J.R. Nicholls, K.J. Lawson, A. Johnstone, D.S. Rickerby, Surf. Coat. Tech. 383 (2002) 151-152
- [12] E. Sánchez, V. Cantavella, E. Bannier, M.D. Salvador, E. Klyastkina, J. Morgiel, J. Grzonka and A. Boccaccini, J. Therm. Spray Technol., 17 (2008) 329-337.
- [13] P. Fauchais, R. Etchart-Salas, V. Rat, J.F. Coudert, N. Caron, K. Wittmanténèze, J. Therm. Spray Technol., 17(1), 31-59, 2008.
- [14] P. Fauchais, V. Rat, J.F. Coudert, R. Etchart-Salas, G. Montavon, Surf. Coat. Technol., 202(18), 4309-4317, 2008
- [15] A.D. Jadhav, N.P. Padture, Surf. Coat. Technol., 202(20), 4976-4979, 2008.
- [16] N. Dejang, A. Watcharapasorn, S. Wirojupatump, P. Niranatlumpong and S. Jiansirisomboon. Surf. Coat. Tech. 204 (2010) 1651-1657.
- [17] E. Sanchez, A. Moreno, M. Vicent, M.D. Salvador, V. Bonache, E. Klyatskina, I. Santacruz, R. Moreno. Surf. Coat. Technol., in press, 2010