

# Designing, building and evaluating semi-industrial equipment for applying diffusional coating on steel

*Oladis Troconis de Rincón, Jesús Ludovic, Nelson Romero  
Ennie Huerta, Alfredo Navarro and Miguel Sánchez*

*Centro de Estudios de Corrosión, Universidad del Zulia, Apdo. 10482 Maracaibo, Venezuela.  
Telf. 58-61-598527 Fax 58-61-525732. E-mail: oladis@luz.ve*

## Abstract

This paper presents the design, construction and evaluating semi-industrial equipment for applying diffusional coatings on small, irregularly shaped carbon steel pieces. Evaluation was performed by optimizing the zinc-coating application process ("Sherardization"), thus guaranteeing proper functioning of the equipment.

The coatings were characterized by means of different techniques, such as metallographic analysis, Scanning Electron Microscopy (SEM-EDS/WDS) and microhardness tests.

The results indicate that the equipment enables adequate application of the coatings under evaluation, meeting the requirements of Standard BS-4921, "Sherardized Coatings on Iron and Steel Articles".

**Key words:** Atmospheric corrosion; diffusional coatings; zinc.

## Diseño, construcción y evaluación de un equipo semi-industrial para recubrimientos difusionales sobre acero

### Resumen

En este trabajo se presenta el diseño, construcción y evaluación de un equipo semi-industrial para la aplicación de recubrimientos difusionales sobre piezas pequeñas, de forma irregular, de acero al carbono. Para la evaluación del equipo, se optimizó el proceso de aplicación de recubrimientos de cinc ("Sherardizado"), garantizando así el adecuado funcionamiento del mismo.

Los recubrimientos fueron caracterizados utilizando diferentes técnicas, tales como análisis metalográfico, Microscopía Electrónica de Barrido (MEB -EDS/WDS) y ensayos de microdureza.

Los resultados obtenidos, demuestran que el equipo construido permite la aplicación adecuada de los recubrimientos evaluados, lo cual cumple con la Norma BS 4921, "Sherardized Coatings on Iron and Steel Articles".

**Palabras clave:** Corrosión atmosférica, recubrimientos difusionales, cinc.

### Introducción

La corrosión atmosférica es un problema mundial cuyos costos han alcanzado cifras significativas, representando éstos el 50% de los

gastos totales por corrosión. Cuando el acero al carbono se expone a la atmósfera requiere de un recubrimiento para alcanzar una vida de servicio aceptable. Este dependerá de la agresividad del

lugar donde se ubique la estructura en particular.

A nivel mundial existen diferentes publicaciones [1,2] donde se ha demostrado que los recubrimientos en base a aleaciones de aluminio y cinc proveen una mayor durabilidad en atmósferas agresivas, que cuando ellos son utilizados individualmente. Esto se debe a las propiedades de barreras resistentes también a efectos erosivos, que le proporciona el aluminio, unido esto al efecto galvánico protector suministrado por el cinc. En general, estos recubrimientos son aplicados por inmersión en caliente [3] o por metalizado [4]. Sin embargo, cuando se trata de piezas pequeñas de formas irregulares como tornillos, pernos, tuercas, arandelas, etc., donde es necesario mantener la tolerancia dimensional de los mismos, estos procedimientos de aplicación no son adecuados. A tal efecto, los recubrimientos difusionales son los que ofrecen una mejor opción para esta aplicación en particular. Comercialmente no existen equipos desarrollados para cumplir con esta aplicación específica, por lo cual en este trabajo se diseñó y construyó un equipo semi-industrial para recubrir piezas pequeñas de formas irregulares, por procesos difusionales. El funcionamiento del equipo fue evaluado, optimizando el recubrimiento de cinc, el cual fue caracterizado tanto desde el punto de vista morfológico como químico.

## Parte Experimental

### Diseño y construcción del equipo semi-industrial

Las características de este proceso difusional establecen las premisas de diseño a ser consideradas para el equipo: Rango de temperatura: 300°C - 700°C (Zn - punto de fusión: 420°C y Al - punto de fusión: 660,13°C); Volumen del cilindro interno: 0,56 m<sup>3</sup>; Intervalo de revoluciones (rpm): 10 -50 rpm; Control automático de temperatura; Fácil mantenimiento y transportación; Lugar de operación: ambiente cerrado; Potencia del motor: 1 Hp. En la construcción del mismo se utilizaron diferentes materiales y equipos:

Materiales: Láminas de acero SAE 1020 de 5,0 mm de espesor; Lámina y tornillos de acero inoxidable SAE 304, para la tapa del cilindro interno; Barra de acero SAE 1020 de 5,0 cm de

diámetro; Ladrillos refractarios tipo HL-22; Arcilla refractaria; Fibra cerámica; Chumaceras de 5,0 cm de diámetro; Resistencias eléctricas tubulares de 2,0 Kw; Termocuplas tipo K; Bobinas protectoras de 7,0 Kw y 1,0 Kw; Interruptor-protector de 30,0 A; Controlador/selector de temperatura; Motor eléctrico de 1,0 Hp.

Máquinas y equipos utilizados: Máquina dobladora de láminas (Calandria); Máquina de soldar; Torno; Taladro; Fresadora.

### Puesta a punto del equipo semi-industrial

En un trabajo anterior [5], en un equipo a nivel de laboratorio, se optimizaron algunas variables operacionales que son utilizadas como base para la optimización del recubrimiento de cinc. Los parámetros seleccionados en estos primeros experimentos fueron el contenido de cinc de la mezcla (3,0% p/p + 97,0% de arena) y 10 rpm del horno rotativo. La temperatura se varió entre 335 y 360°C, con tiempos de aplicación entre 2 y 4 h.

### Aplicación del recubrimiento de cinc (Sherardizado)

Esta técnica implica un proceso de difusión por calentamiento en un cilindro rotativo hermético, donde las piezas pequeñas de forma irregular, se mezclan con arena y cinc, manteniendo un movimiento circular constante, a temperaturas y tiempos variables.

Antes de la aplicación del recubrimiento a las muestras (pernos, tuercas, tornillos y arandelas de acero al carbono grado 5), se midió su dureza utilizando un Durómetro Page Wilson en la escala Rockwell "C", y la composición química mediante Espectrofotometría de Absorción Atómica.

La arena o material soporte utilizado fue arena sílica fina, tamizada (Nº 50; 0,298 mm), casi esférica de depósito eólico y lavada con agua destilada varias veces hasta reducir la concentración de cloruros de 120,0 a 40,0 ppm. El cinc en polvo se pasó a través de un tamiz Nº 200 (0,075 mm) y se calentó previamente junto con la arena a 110°C, para eliminarle humedad.

### Caracterización de los recubrimientos

La caracterización de los recubrimientos se efectuó mediante: ensayo metalográfico, análisis microestructural y perfil de concentración de los diferentes elementos con medición de espesores utilizando el Microscopio Electrónico de Barrido (Philips Modelo XL-30-MEB-EDS-WDS).

Las muestras fueron seccionadas con disco diamantado y posteriormente fueron pulidas con papel de carburo de silicio N° 600 hasta llegar a alúmina 0,05  $\mu\text{m}$ , luego fueron atacadas con Nital al 5%, para revelar la microestructura del material base, diferenciándolo bien del recubrimiento y así poder observar la uniformidad del mismo a través del Microscopio Metalográfico Invertido.

Para la observación en el MEB las muestras fueron preparadas de la siguiente manera: Eliminación de huellas dejadas por el corte, utilizando papel de carburo de silicio N° 600 y velocidad de desbaste de 100 rpm aproximadamente; pulido posterior con  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 1; 0,3 y 0,05  $\mu\text{m}$ ; revelado de microestructura para lo cual se utilizó el método de microataque dado por la norma ASTM E- 407-70 para aceros al carbono.

### Resultados y Discusión

#### Diseño y construcción del equipo semi-industrial

El diseño comenzó por la construcción de dos cilindros coaxiales hechos de una lámina de

acero al carbono de 5,0 mm de espesor. El cilindro externo (horno no-rotativo) tiene 65,0 cm de diámetro por 62,0 cm de largo y el cilindro interno tiene 39,5 cm de diámetro por 46,0 cm de largo, ambos atravesados por un eje también de acero al carbono de 5,0 cm de diámetro por 100,0 cm de largo. El cilindro interno (cilindro rotativo) está fijado al eje por un cordón de soldadura y un par de retenedores, ya que éste estará girando a diferentes revoluciones. Dentro de este cilindro se colocaron tres deflectores hechos de un angular en forma de "L" de 5,0 cm formando un ángulo de 45° con la pared del cilindro y distanciados a 60° entre ellos, lo cual ayuda a homogeneizar la mezcla de arena y cinc o aluminio junto con los materiales a recubrir [5] (Figuras 1 y 2).

El cilindro externo (horno no-rotativo) contiene en sus extremos un par de rolineras, para que deslice sobre ellas el cilindro interno (rotativo) y se encuentra revestido internamente por una capa de ladrillos refractarios del tipo HL-22 con dimensiones (22,9 x 11,4 x 6,4cm), pegados al cilindro por una arcilla refractaria y sobre ellos otra capa de fibra-cerámica. En los extremos del eje que atraviesa a los cilindros se encuentran un par de chumaceras que sostienen todo este aparataje, transmitiendo movimiento al cilindro interno y cierta movilidad al cilindro externo, para el vaciado del contenido del cilindro interno cuando se termina el experimento. Las chumaceras son fijadas a una base construida por angulares de 6,4 cm, a una altura de 100,0 cm a través de cuatro pernos.

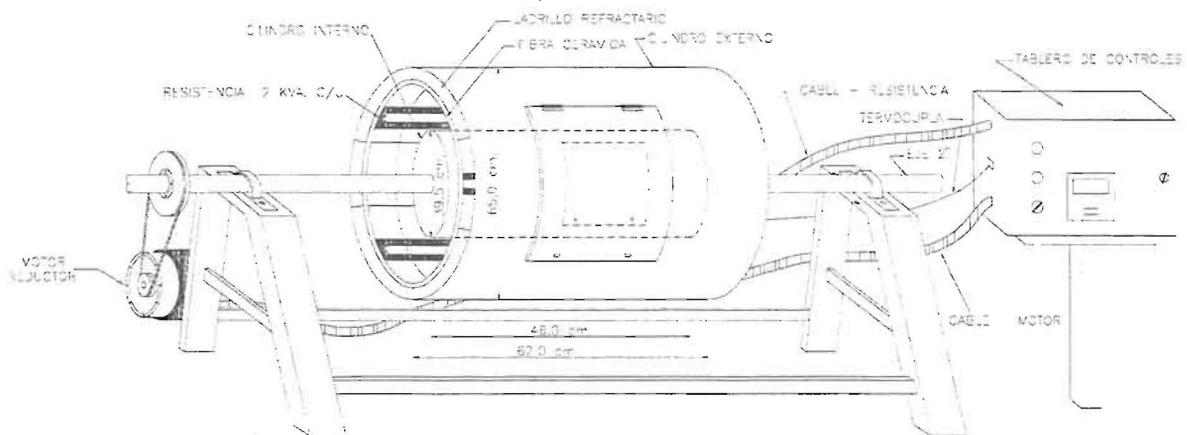


Figura 1. Esquema del equipo semi-industrial.

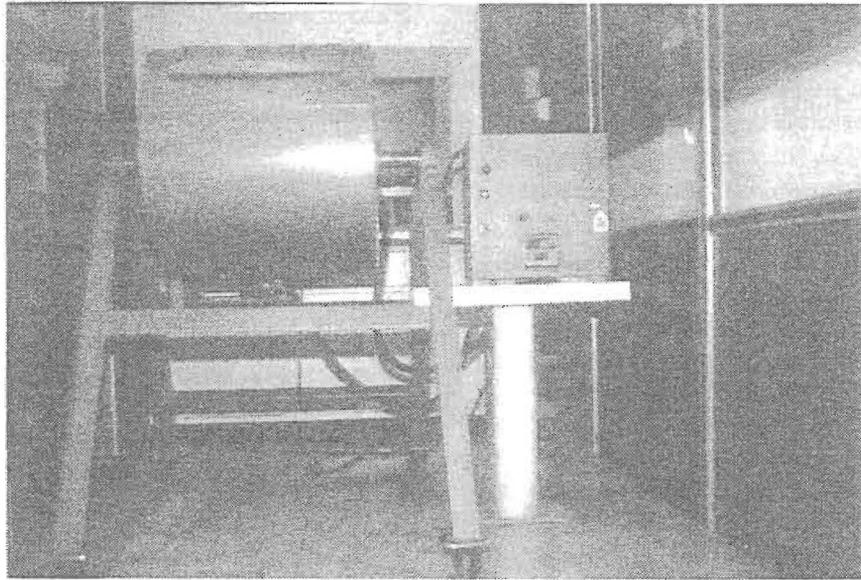


Figura 2. Equipo semi-industrial.

### Sistema mecánico

La transmisión mecánica se realizó a través de un motor de 1 HP, un reductor 40:1 y un juego de poleas.

Cálculo de la Potencia del Motor: (H)

$$H = \frac{T \cdot N}{63000} \quad (1)$$

donde: T (Torque) = 1949,34 Nw.m; N = 30,0 rpm

Aplicando esta fórmula se determinó la potencia de 1 HP del motor. Por lo tanto se puede trabajar sin problemas con un motor con estas características, ya que los cálculos fueron hechos para una carga mucho mayor que la carga máxima en el cilindro interno. Con este motor de 1 HP el reductor 40:1 y un juego de poleas se puede variar las revoluciones del cilindro interno hasta llegar a optimizar el proceso.

### Sistema térmico

En el cilindro externo (cilindro no-rotativo) sobre los ladrillos refractarios y la capa de fibra-cerámica, están montadas tres resistencias de 2,0 KVA, distribuidas a 60° cada una y una termocupla tipo K que atraviesa el cilindro externo lateralmente. Esta cantidad de calor se determinó de la siguiente forma [6]:

$$Q = (W_m \cdot C_p + W_c \cdot C_p) \cdot (\Delta T) + Q_p \cdot t \quad (2)$$

donde:

- Q : Requerimiento de calor (Kw.h)
- W<sub>m</sub>: Peso del material, kg.
- C<sub>p</sub>: Capacidad calorífica (Kcal/kg°C)
- W<sub>c</sub>: Peso del calentador, kg.
- VT: (T<sub>f</sub> - T<sub>i</sub>): Cambio de temperatura (°C)
- Q<sub>p</sub>: Pérdidas de calor (Kw.h)<sup>[6]</sup>
- t: tiempo (h).

Cálculo de W<sub>m</sub>: Si el cilindro interno (cilindro rotativo) tiene un diámetro,  $\phi = 39,5$  cm y un largo  $h = 46,0$  cm.

$$V = \pi \cdot r^2 \cdot h \quad (3)$$

Aplicando esta fórmula se obtiene un volumen de 0,5637 m<sup>3</sup>. Para que exista una buena homogeneización, es necesario que el cilindro interno no se use completamente lleno por lo que se usará solamente el 30% de su volumen total o teórico, es decir 0,1691 m<sup>3</sup> (volumen de la carga), con lo cual se determinó el peso del material en función de la densidad específica de los mismos y su proporción (W<sub>m</sub> Zn = 36,9 kg, W<sub>m</sub> Al = 13,8 kg, W<sub>m</sub> Arena = 26,5 kg). Es importante destacar que el equipo será utilizado para aplicar también recubrimientos de Al, lo cual requiere mayor temperatura.

Tabla 1  
Propiedades de los materiales utilizados en las pruebas

Propiedades	Aluminio	Cinc	Acero	Arena
Cp (kcal/kg°C)	0,2140	0,0918	0,1110	0,1920
$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	2710	7140	7830	2230

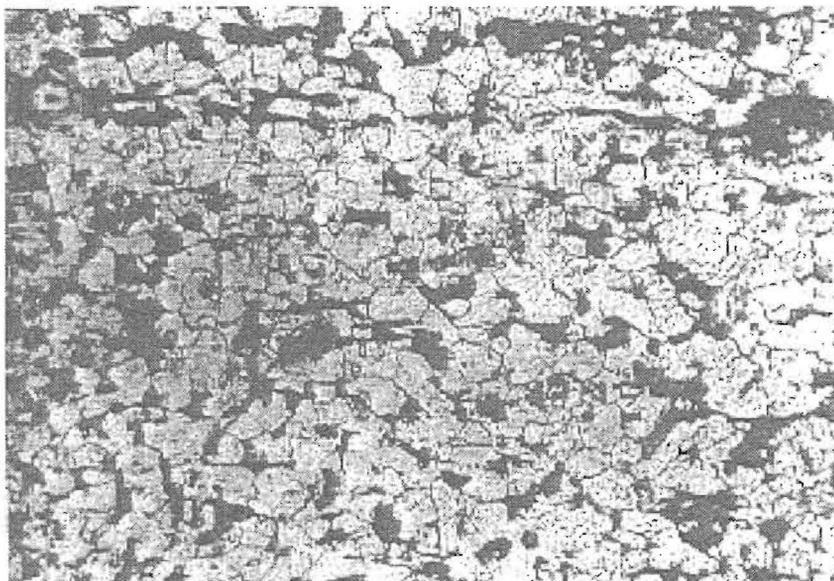


Figura 3. Microestructura del material base correspondiente a un acero al carbono (Muestra original). Mag. 200X, Nital 5%.

Utilizando los datos de la Tabla 1, se calculó la cantidad de calor requerido para cada material.

Con los valores calculados ( $Q_{Zn} = 4,7$  Kw.h,  $Q_{Al} = 6,6$  Kw.h) se selecciona la resistencia requerida para obtener el calor necesario para el recubrimiento de las piezas. Es decir, se colocaron tres resistencias de 2 KVA cada una, distribuidas equidistantes en el cilindro externo. Las dimensiones de cada resistencia son: largo: 40,0 cm; ancho: 20,0 cm y diámetro: 1,3 cm.

#### Sistema de control

El sistema de control del horno (no-rotativo) permite seleccionar la temperatura y el tiempo de ensayo. Este está formado por dos bobinas, una de 7,0 Kw para las resistencias y otra de 1,0 Kw para el motor como sistema de protección para los contactos en el momento de arranque del equipo, un interruptor - protector de 30 A como sistema de protección para el equipo en

general, un par de fusibles de 35 A para proteger las resistencias, un controlador/selector de temperatura, dos interruptores para el motor y un interruptor para la resistencia.

Una vez diseñadas y construidas las partes del equipo se ensambló el mismo incluyendo el sistema de controles automáticos, quedando listo para su funcionamiento.

#### Caracterización del acero base

La composición química del acero al carbono seleccionado (Pernos 1/2 x 1,3 x 7,6 cm; °5) para efectuar estas pruebas, determinada por absorción atómica, coincide con la especificada por el fabricante (C:0,41; S:0,04 : Mn:0,82 -SAE J429H °5). La estructura básica del metal está formada por dos fases bien definidas, la perlita y la ferrita con un tamaño de grano entre 7 y 8 (Figura 3). En relación a las propiedades mecánicas, este acero mostró una dureza promedio de 26,5 HRc. Según estos resultados este acero no

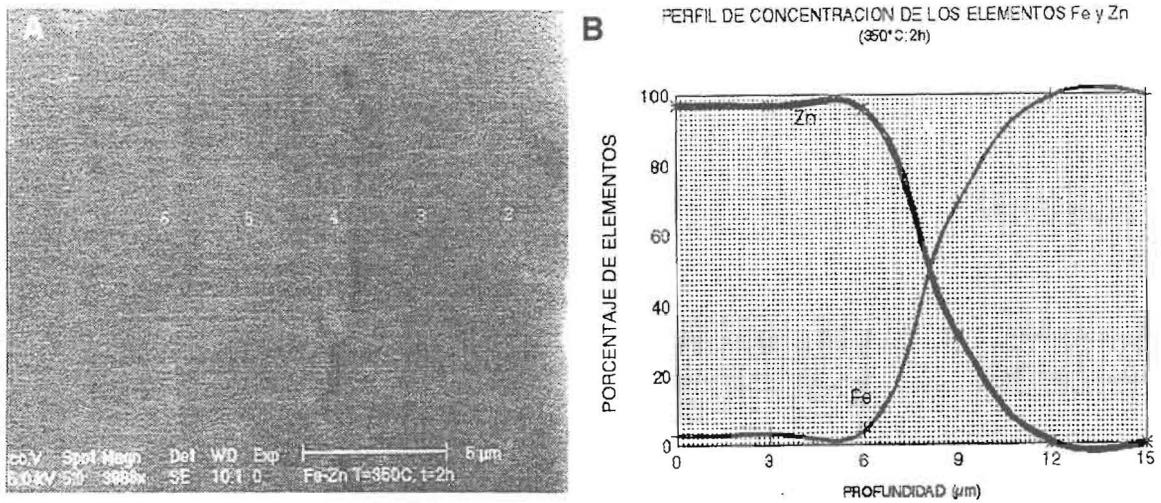


Figura 4. Perno °5, recubierto con Zn a 350°C/2h. (a) Imagen del recubrimiento por MEB). (b) Perfil de concentraciones de los elementos Zn/Fe por EDS.

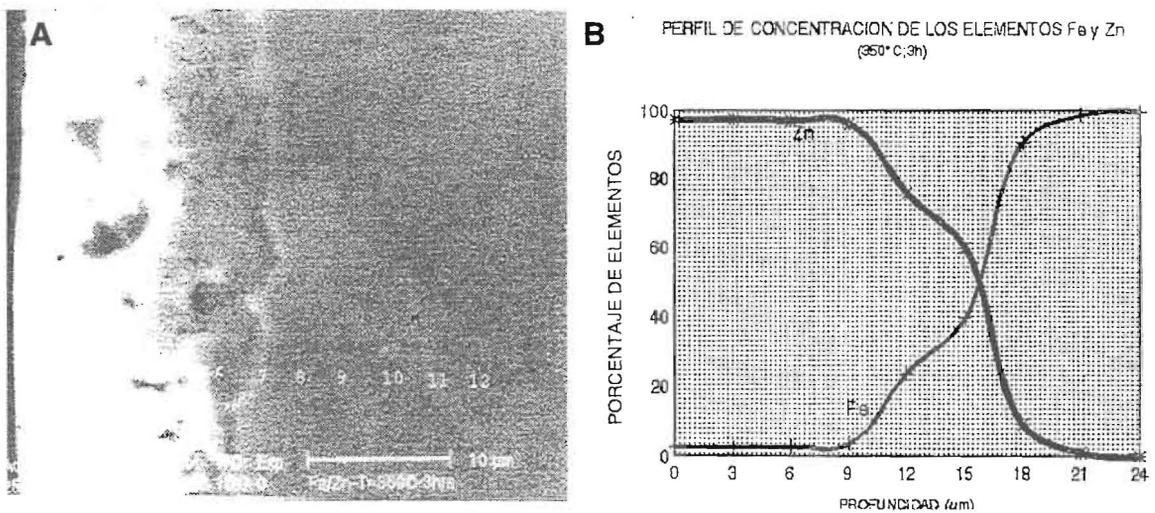


Figura 5. Perno °5, recubierto con Zn a 350°C/3h. (a) Imagen del recubrimiento por MEB). (b) Perfil de concentraciones de los elementos Zn/Fe por EDS.

ha sido tratado térmicamente, aun cuando este tipo de componente, puede tener tratamiento térmico, de acuerdo a su utilización, según las exigencias del usuario [7].

#### Puesta a punto del equipo con la aplicación del recubrimiento de Zn

Se utilizaron temperaturas entre 335 y 360°C [8] y tiempos de aplicación de 2 - 4 h, en la obtención de este recubrimiento. Sin embargo, en este trabajo se reportan solamente los resultados obtenidos a las temperaturas de 350°C,

que fue la óptima en la aplicación de este recubrimiento.

Las Figuras 4 - 6 muestran los resultados obtenidos a 350°C y tiempos de exposición entre 2 - 4 h. Para 2 h de aplicación no se obtuvo un espesor de recubrimiento adecuado (8 μm), por debajo de lo especificado en la Norma BS-4921 (15-30 μm), aun cuando éste se extiende hasta 15 μm pero con concentraciones de Zn muy bajas, entre 0,54 - 0,27.

Para 3 y 4 h, se obtuvieron mayores espesores con muy buena adherencia observada con

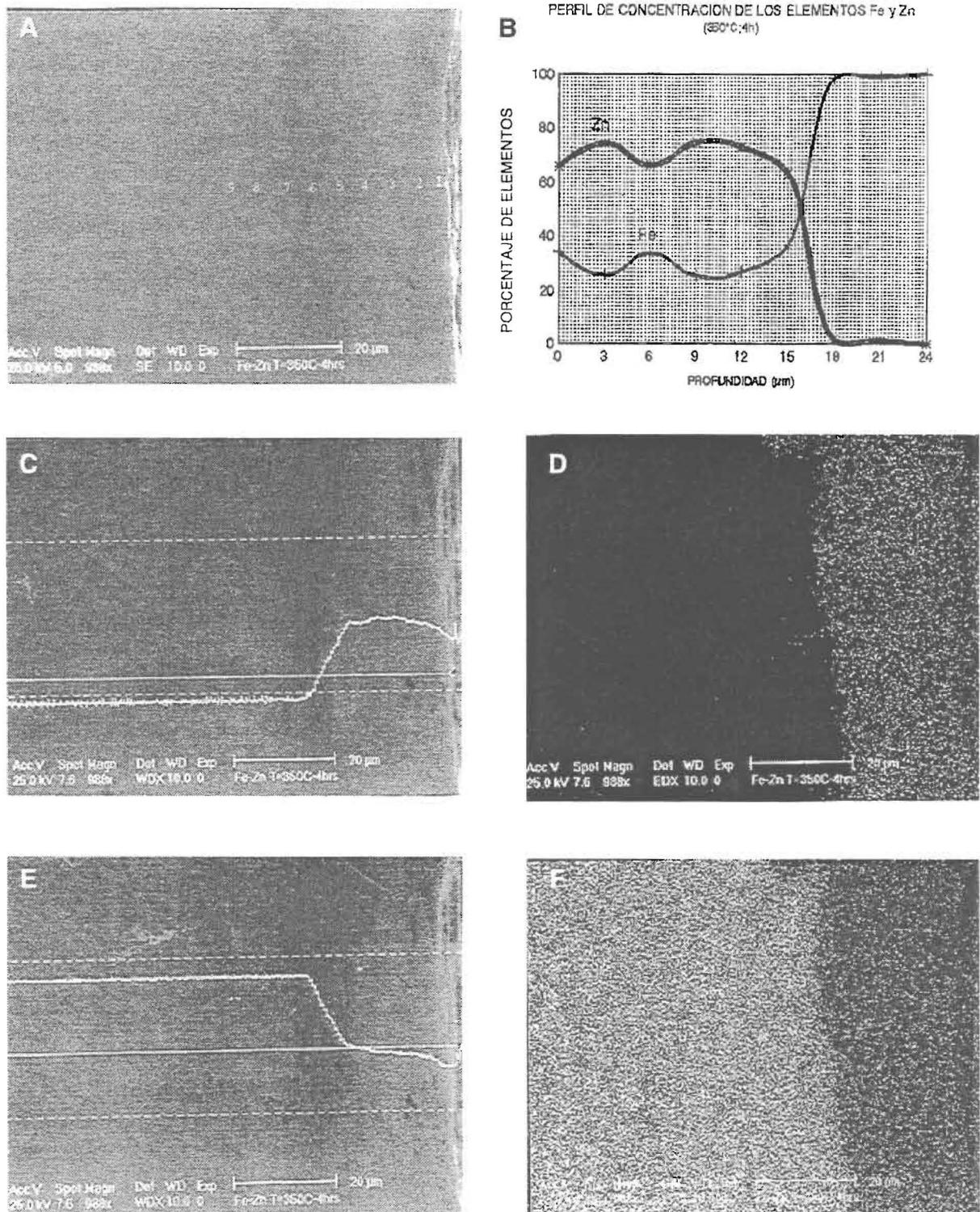


Figura 6. Perno °5, recubierto con Zn a 350°C/4h. (a) Imagen del recubrimiento por MEB. (b) Perfil de concentraciones de los elementos Zn/Fe por EDS. (c) Perfil de Zn por WDS. (d) Mapeo de Zn por WDS. (e) Perfil de Fe por WDS. (f) Mapeo de Fe por WDS.

el MEB. Nótese, sin embargo un enriquecimiento de Fe en la capa del recubrimiento cuando se incrementa el tiempo de aplicación de 3 a 4 h con una variación apreciable de espesores aproximada de 10  $\mu\text{m}$ . Como ya es conocido [9], la formación del recubrimiento por difusión de sólido Fe/Zn, procede solamente por contacto físico y posteriormente la difusión ocurre principalmente por un proceso de migración del Fe hacia el Zn. Esto es específicamente lo que se ha obtenido en este trabajo (Figura 6-f), lo cual demuestra el funcionamiento adecuado del equipo construido. Sin embargo, al enriquecerse el recubrimiento en hierro, entre 25,0 y 30,0% (Figura 6 - b), se forman compuestos intermetálicos del tipo  $\Gamma$  (Gamma) y  $\Gamma_1$  (Gamma 1), los cuales son los compuestos más duros en el sistema Fe/Zn y por tanto muy frágiles. Estos corresponden a la fórmula  $\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$ . Adicionalmente, existen evidencias<sup>[10]</sup> que los recubrimientos ricos en Fe (>11%), son apreciablemente menos resistentes a la corrosión que aquellos con bajo contenido de este elemento. Esta diferencia, en vida en servicio, se atribuye mayormente a la diferencia en la naturaleza de las películas formadas en ambos casos. En el caso de recubrimientos bajos en hierro, se forma una capa compacta protectora, mientras que en las capas con alto contenido de hierro da como resultado una herrumbre floclante, poco adherente, la cual da muy poca protección al metal base.

En el recubrimiento formado a 350°C y a un tiempo de 3 h, se forman dos capas: una primera capa de 9  $\mu\text{m}$ , donde la concentración de Fe es del orden del 3,0% y una segunda capa intermedia de 6  $\mu\text{m}$ , entre la capa principal y el metal base, enriquecida en Fe (24,0 - 39,8%) que corresponde a las fases  $\Gamma$  y  $\Gamma_1$  ( $\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$ ), cuyos compuestos, como ya se indicó, son frágiles y poco protectores. Debido a estos resultados se procedió a efectuar un ensayo a 350°C y 3,5 horas. La Figura 7 muestra los resultados de esta prueba.

En la misma se observa un recubrimiento de 30  $\mu\text{m}$ . Sin embargo, existen 5  $\mu\text{m}$  adicionales donde el Zn ha disminuido hasta 1,2% (similar al obtenido a 4 h). En estos 30  $\mu\text{m}$  se presenta una distribución uniforme de Fe y Zn, siendo el porcentaje de Fe entre 8,0 y 9,0%. Estos son los porcentajes indicados en un trabajo anterior [8], para la obtención de un buen Sherardizado (8,0 - 10,0%), correspondiendo este porcentaje a la formación de la fase  $\delta_1$ , la cual tiene una red cristalina hexagonal compacta, concerniente a la fórmula  $\text{FeZn}_{10}$  [8]. Adicionalmente, a estas condiciones de operación, se logró mantener una tolerancia dimensional, tal como se observa en la rosca del perno "Sherardizado" de la Figura 8.

En función de estos resultados, el mejor recubrimiento se obtuvo a temperaturas de 350°C y 3,5 h. Es importante señalar que en todos los casos no se observó cambios en la

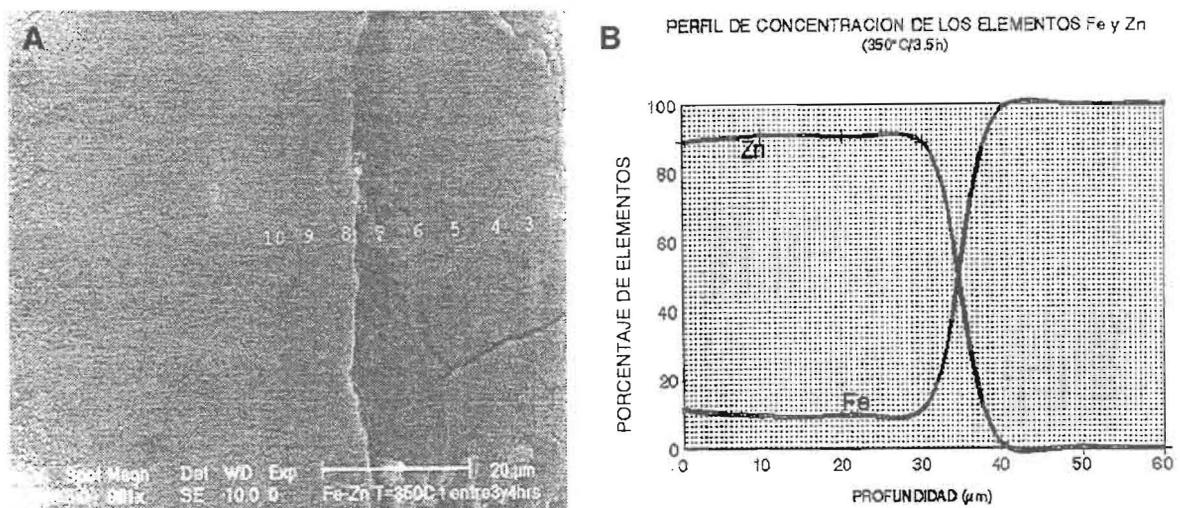


Figura 7. Perno °5, recubierto con Zn a 350°C/3,5h. (a) Imagen del recubrimiento por MEB). (b) Perfil de concentraciones de los elementos Zn/Fe por EDS.

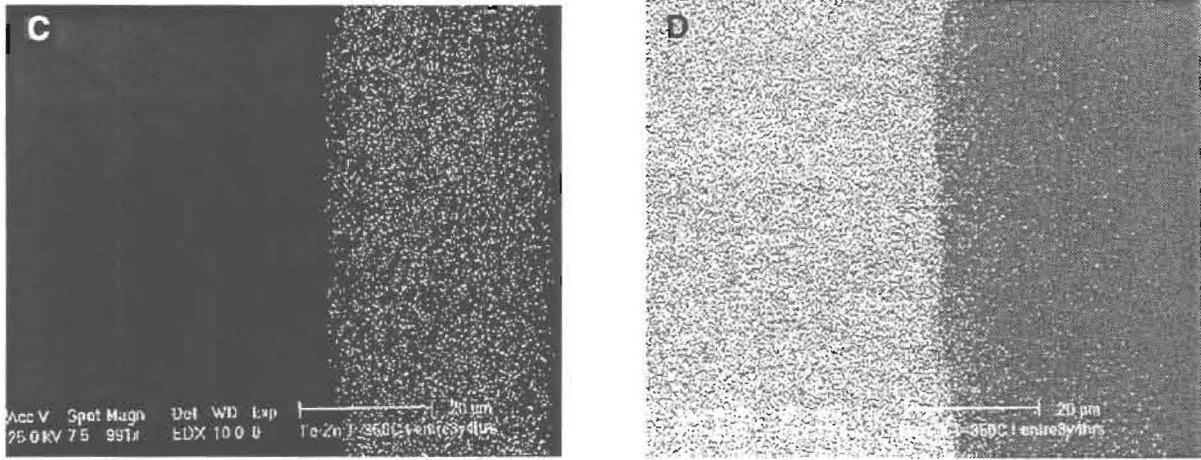


Figura 7. Perno °5, recubierto con Zn a 350°C/3,5h. (c) Mapeo de Zn por WDS. (d) Mapeo de Fe por WDS.

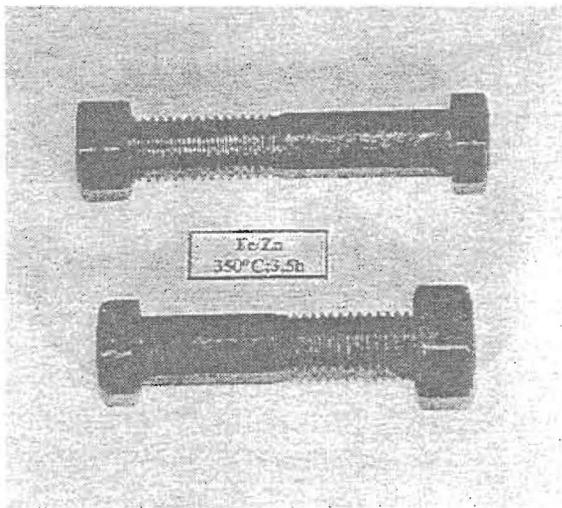


Figura 8. Perno °5, "Sherardizado" a 350°C/3.5h. Obsérvese la tolerancia de la rosca.

microestructura del material, luego de la aplicación de los recubrimientos, lo cual era de esperarse dada la baja temperatura utilizada (335 - 360°C).

### Conclusiones

El equipo construido funciona adecuadamente para la producción de recubrimientos difusionales de Fe/Zn, de piezas de acero de forma irregular.

El mejor recubrimiento de Fe/Zn (30 µm), se obtuvo a una temperatura de 350°C, con un tiempo de aplicación de 3,5 h, cumpliendo con la Norma BS4921.

### Agradecimiento

Nuestro especial agradecimiento al CONICIT por el soporte económico en la ejecución de este proyecto.

### Referencias Bibliográficas

1. Morcillo M., Proceedings 2nd NACE Latin American Region Corrosion Congress. Rio de Janeiro (Brazil), Sept. 1996.
2. Townsend H. E. y Borzillo A.R.: "Twenty-year atmospheric corrosion test of hot-dip coated sheet steel". Corrosion/87, paper N° 421, NACE, San Francisco, CA, (1987).
3. Ruder W. E.: "Trans. Am. Electrochem. Soc". 27,253 (1915).
4. Lohrey Eric: "Metallizing Steel Bridges in the Field". Journal of Protective Coating & Linings. (1995). pp. 39 -49.
5. Ludovic Jesús. "Estudio de Parámetros de Operación en la Técnica de Cementación con Cinc". Trabajo de Grado. Facultad de Ingeniería. Universidad del Zulia. Maracaibo, Diciembre (1991).

6. Chromalox. "Industrial Designs". Technical Information. (1989). pp. 94 -105.
7. Norma SAE j429h.: "Mechanical and Material Requirements for Externally Threaded Fasteners". Sección 5/Steel Fasteners. (1974).
8. Troconis de Rincón, O., Ludovic J., Huerta E., Romero N., de Romero M. F., Pérez O., Campos W., and Navarro A.: "A Study of diffusional Zinc and Aluminium and Zinc based Coating Steel". Materials Performance. NACE, June 1997, Vol 36, N° 6 , pp 28-37.
9. Burns R., y Bradley W.: "Protective Coatings for Metals". Third Edition. American Chemical Society Monograph Series. Reinhold Publishing Corporation. New York Amsterdam London. (1967). pp. 55 - 81, 103 - 133, 25 - 300.
10. Short N. R. and Mackowiak, J.: Metal Science, 9, (1975), p.496.

Recibido el 25 de Febrero de 1997

En forma revisada el 25 de Julio de 1997