

3. Caracterización de películas sol-gel

Con el fin de determinar la calidad y eficiencia de los recubrimientos, se evaluaron las propiedades mecánicas y microestructurales. Se realizó el ensayo de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS) para determinar las propiedades anticorrosivas, y se evaluaron las características superficiales de las películas por Microscopía Electrónica de Barrido, Difracción de Rayos X (DRX) y ensayos de Adhesión, Desgaste y Microdureza para las propiedades mecánicas superficiales.

La figura 3.1 muestra la celda electroquímica utilizada en la evaluación electroquímica de los recubrimientos. El electrodo de trabajo es la muestra por analizar, el contraelectrodo es de platino y el electrodo de referencia es de Ag/AgCl.

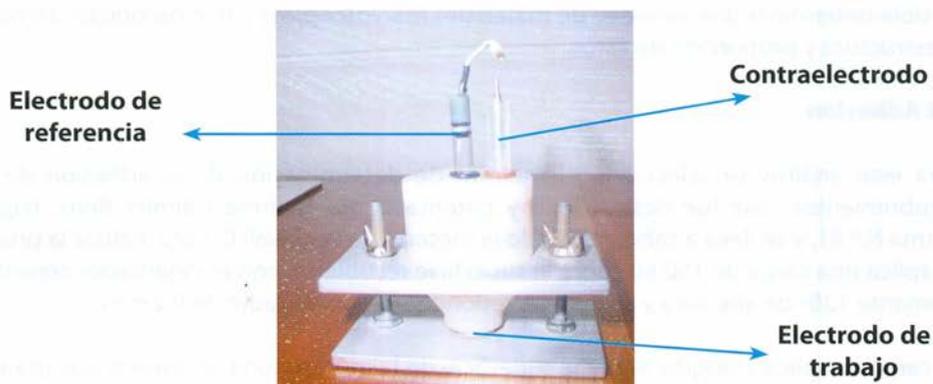


Figura 3.1. Celda electroquímica para los análisis de corrosividad.

3.1 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

La Microscopía Electrónica de Barrido es una herramienta muy importante para la caracterización morfológica de los recubrimientos, ya que permite observar los defectos y discontinuidades presentes en este tipo de películas. En el microscopio electrónico de barrido se hace incidir un delgado haz de electrones acelerados, con energías desde unos cientos de eV hasta decenas de keV, sobre una muestra gruesa, opaca a los electrones. Este haz se focaliza sobre la superficie de la muestra, de forma que realiza un barrido de ella, siguiendo una trayectoria en líneas paralelas. El resultado es una imagen topográfica muy ampliada de la muestra. El aumento de la imagen producida por el microscopio de barrido resulta de la relación entre las dimensiones de la imagen final y el área de la muestra que ha sido barrida; así, por ejemplo, si la onda barre un área de 1 mm^2 y la imagen en la pantalla es de 100 mm^2 , esta ha sido ampliada 100 veces.

3.2 Difracción de Rayos X (DRX)

La aplicación fundamental de la Difracción de Rayos X es la identificación cualitativa o cuantitativa de la composición de una muestra cristalina. La difracción está basada en las interferencias ópticas que se producen cuando rayos X inciden en la estructura de una muestra, o cuando una radiación monocromática atraviesa una rendija de espesor comparable a la longitud de onda de la radiación.

La Difracción de Rayos X es el método más importante, de tipo no destructivo, para analizar materiales más variados: polvos, metales, productos de corrosión, cristales perfectos, recubrimientos, etc. El ensayo por DRX es una herramienta muy útil para la determinación de materiales y el control de calidad. Si se trata de desarrollar nuevos compuestos, materiales o procesos u optimizar procesos de fabricación, el análisis no destructivo, utilizando rayos X, ofrece varias posibilidades. Con la Difracción de Rayos X es posible determinar una variedad de materiales macroscópicos y microscópicos, así como la estructura y proporción de estos.

3.3 Adhesión

Para este análisis se seleccionó el método de determinación de la adhesión de los recubrimientos, que fue desarrollado y patentado por la firma Daimler Benz, bajo la norma N.º 81, y se lleva a cabo aplicando el método de Rockwell C. Para realizar la prueba se aplica una carga de 150 kg sobre la superficie recubierta, con el indentador cónico de diamante 120° de apertura y una punta redondeada con un radio de 0,2 mm.

La carga se aplica y origina sobre la superficie de la muestra una impresión con grandes tensiones inducidas de tracción y compresión a su alrededor. El valor de las tensiones puede superar la energía de adhesión de la interfase sustrato-recubrimiento, causando el

desprendimiento en algunas zonas. Para realizar el ensayo se necesita:

Equipo para la medición de dureza Rockwell C.

Microscopio con aumento mínimo de 50.

Cartas o tarjetas de comparación de Daimler Benz, para los diferentes tipos de impresiones Rockwell existentes, para determinar el grado de adherencia sustrato-recubrimiento.

Procedimiento para determinar el grado de adherencia

1. Se genera la huella en la muestra con el recubrimiento; esta etapa se realiza según el procedimiento para determinar la dureza Rockwell C.
2. La huella se observa en el microscopio, normalmente a 50 aumentos.
3. Se debe buscar alrededor de la huella:
 - Grietas
 - Cuarteamiento del recubrimiento
 - Desprendimiento total o parcial
 - Hundimiento de la superficie alrededor de la huella
4. Se determina el grado de adherencia comparando la huella con el patrón, que presenta seis grados de adherencia (ver figura 3.2).

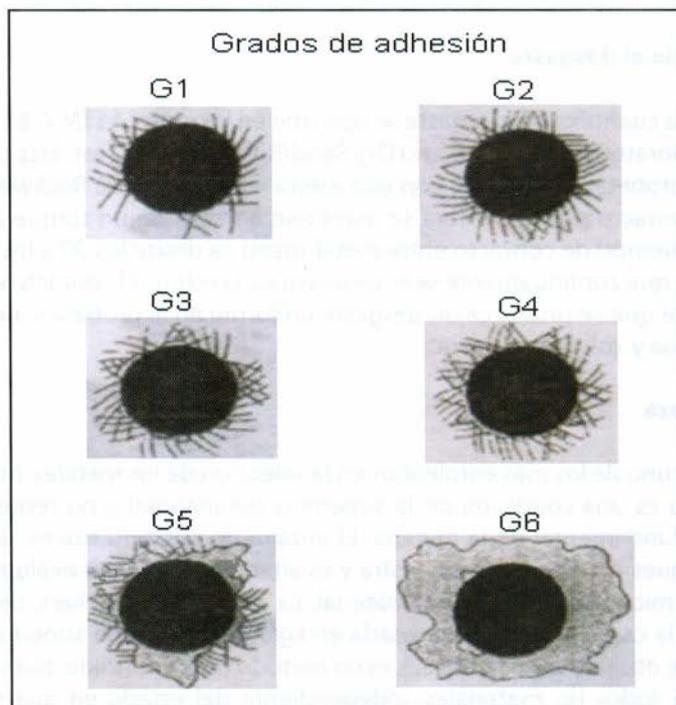


Figura 3.2. Carta de comparación de Daimler Benz para determinar el grado de adherencia.

G1. Superficie totalmente lisa o con algunas grietas alrededor de la huella. Sin cuarteamiento del recubrimiento, sin desprendimiento del recubrimiento, sin hundimiento de la superficie.

G2. Presencia de grietas alrededor de las huellas con escaso cuarteamiento del recubrimiento.

G3. Presencia de mayor número de grietas y cuarteamiento alrededor de la huella.

G4. Superficie cuarteada alrededor de la huella, con escasas grietas y escaso desprendimiento de película.

G5. Superficie cuarteada alrededor de la huella, con escasas grietas, con parte del recubrimiento desprendido o con superficie parcialmente hundida.

G6. La mayor parte de la superficie alrededor de la huella está hundida o desprendida.

Es necesario que el indentador penetre la matriz (sustrato), de modo que garantice la deformación de la interfase recubrimiento sustrato.

3.4. Resistencia al desgaste

El método para cuantificar el desgaste se describe en la norma ASTM G 65-91, que es una práctica de laboratorio conocida como Dry Sand/Rubber Wheel Test. Esta prueba consiste en colocar la probeta en contacto con una esfera endurecida (62 Rockwell C) que rota a 535 rpm; el contacto probeta-esfera se mantiene a través de un torque aproximado de 15 lb/pie, y el tiempo de contacto entre metal-metal va desde los 20 a los 120 segundos, con lubricante que continuamente se le suministra a la esfera. El contacto entre la esfera y la probeta hace que se produzca un desgaste uniforme en la probeta y, por lo tanto, una pérdida en masa y volumen de esta.

3.5 Microdureza

Este ensayo es uno de los más empleados en la selección de los metales. Intrínsecamente, la microdureza es una condición de la superficie del material y no representa ninguna característica fundamental de la materia. El ensayo de microdureza es simple y de alto rendimiento, pues no destruye la muestra y es altamente útil para evaluar los diferentes componentes microestructurales del material. La microdureza Vickers, definida como la relación entre la carga aplicada (expresada en kgf) y el área de la superficie lateral de la huella, como se observa en la figura 3.3, es un método muy difundido, pues permite medir dureza en casi todos los materiales, independiente del estado en que se encuentren. El procedimiento emplea un indentador de diamante en forma de pirámide de base

cuadrada; tal penetrador es aplicado perpendicularmente a la superficie cuya dureza se desea medir, bajo la acción de una carga P ; esta carga es mantenida durante cierto tiempo, después del cual es retirada y medida la diagonal d de la huella sobre la superficie de la muestra; con esto, el equipo automáticamente suministra la medida de microdureza Vickers (HV).

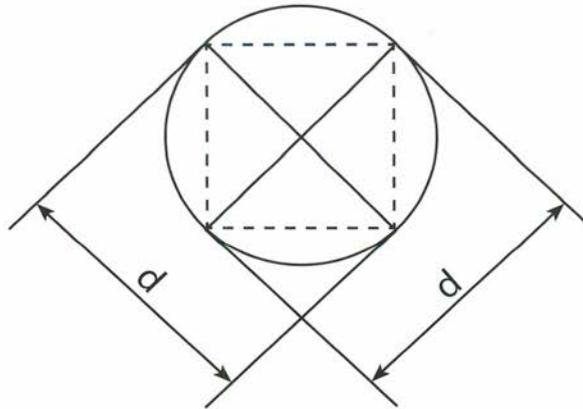


Figura 3.3. Huella impresa sobre la superficie de las probetas.

