

# Capítulo 2

## DISEÑO METODOLÓGICO

Este capítulo comprende aspectos como: la definición de las variables dependientes e independientes para la obtención de los recubrimientos, el proceso mediante el cual se consiguieron los polvos aglomerados a partir de polvos nanométricos, la metodología desarrollada para la optimización de los parámetros de proyección, la descripción de la cámara de proyección utilizada para la elaboración de los recubrimientos y, por último, el orden seguido para la caracterización del material de aporte y de los recubrimientos.

### **2.1 DISEÑO EXPERIMENTAL**

Para el desarrollo de esta investigación se definen tres variables o factores: el tipo de llama, la distancia de proyección y la clase polvo, cada uno de los cuales tiene tres niveles para un total de 27 combinaciones. Para la llama se utilizaron tres relaciones de gases que permitieron obtener llamas con diferente poder energético, y para la distancia de proyección se eligieron tres distancias de acuerdo con los criterios definidos en la sección 2.3. El efecto de combinar los factores con cada uno de los niveles se determina mediante las variables respuesta, las cuales dependen de la propiedad que se desee determinar, en este caso corresponde a las propiedades térmicas, tribológicas y anticorrosivas de los recubrimientos.

En la Tabla 2.1 se resumen los factores, los niveles y las variables respuesta.

Tabla 2.1: Factores y niveles del diseño experimental.

Factores	Niveles	Variables Respuesta
Llamas	1	Térmicas
	2	Tribológicas
	3	Corrosivas
Distancia	1	Térmicas
	2	Tribológicas
	3	Corrosivas
Polvo	Circona-Alúmina	Térmicas
	8YSZ aglomerada	Tribológicas
	$Al_2O_3$ aglomerada	Corrosivas

## 2.2 AGLOMERACIÓN DE PARTÍCULAS NANOMÉTRICAS

En esta investigación se aglomeraron polvos nanométricos de circonita y alúmina por separado, utilizando un disco peletizador diseñado y fabricado por el grupo GIMACYR de la Universidad de Antioquia [25], donde las partículas se mueven en un tambor que gira con una velocidad crítica dada por la Ecuación 2.1:

$$V_C = \sqrt{\frac{g \sin \phi}{2\pi^2 D}} \quad (2.1)$$

donde  $g$  es la aceleración de la gravedad,  $\phi$  es el ángulo de inclinación del disco con respecto a la vertical y  $D$  es el diámetro del disco. La velocidad de giro del disco es de aproximadamente a  $110 \text{ rpm}$ , para evitar que las partículas aglomeradas se fracturen.

El equipo de aglomeración mostrado en la Figura 2.1, consiste en un motor Siemens (1LA7 080-6YC60) de 0,6 caballos de fuerza sujetado a una estructura de inclinación variable en un rango entre  $(15 - 85^\circ)$ . Sobre el motor está montado un disco de 30 cm de radio, el cual se mueve de acuerdo con el movimiento rotacional que le transmite el motor, regulado por un variador Siemens Micromaster 420. El tiempo de aglomeración es regulado por un temporizador EBC HQ 76293, con la escala de tiempo en segundos. El flujo del aglomerante es controlado con una bomba peristáltica *Master flex*® L/S

de Cole-Parmer Instrument Company, a través de la cual se proporciona el aglomerante a una velocidad constante ( $mL/min$ ), durante el tiempo de operación. Para la inyección del aglomerante se utiliza una boquilla que fragmenta el aglomerante en finas gotas, lo que es necesario para obtener pequeños aglomerados. La boquilla de inyección consiste en un dispositivo coaxial en cuyo núcleo es transportado el aglomerante y en la parte externa se alimenta aire comprimido, lo que permite la fragmentación de las gotas de aglomerante a la salida de la boquilla.

La calidad de los aglomerados se mide con respecto a su tamaño y porosidad, lo cual depende de las variables de operación del granulador y de las características de los materiales: polvo y aglomerante. En cuanto a las variables de operación del granulador, están: el patrón de mezclado y los equipos de procesamiento; mientras que las variables de los materiales incluyen parámetros para las partículas como tamaño, coeficiente de fricción y densidad, entre otras; para el aglomerante se tienen la viscosidad, la tensión superficial, y las propiedades de adhesión del aglomerante solidificado. Estas variables definen los parámetros utilizados en el proceso de aglomeración como la velocidad de rotación, velocidad de humectación, flujo del aglomerante y tiempo de aglomeración [25].

Los parámetros utilizados en esta investigación para la aglomeración de los polvos, se basan en los resultados obtenidos previamente por Jhoman Arias en su trabajo de grado “Aglomeración de partículas cerámicas nanométricas mediante peletización en disco para uso en proyección térmica por llama oxiacetilenica” [25], donde aglomeró partículas nanométricas de circonita. En la Tabla 2.2, se resumen los parámetros utilizados para la aglomeración.

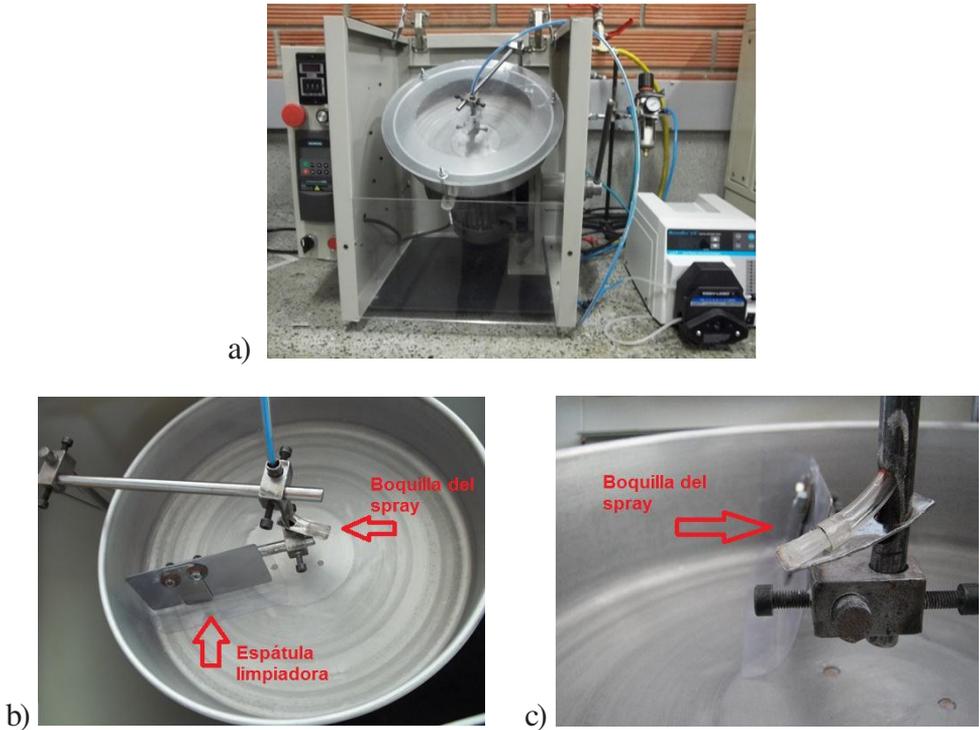


Figura 2.1: a) Equipo aglomerador de disco. b) Brazo que sostiene la espátula limpiadora y la boquilla de inyección del aglomerante sobre el disco. c) Vista lateral de la boquilla de inyección [25].

Tabla 2.2: Parámetros para la aglomeración de partículas nanométricas de circonita y alúmina respectivamente.

Parámetro	8YSZ	$Al_2O_3$
Flujo del aglomerante $mL/min$	2	2
Jet de aglomerante (presión)( $MPa$ )	0,05	0,05
Ángulo de inclinación del disco	$80^\circ$	$80^\circ$
Velocidad de rotación del disco ( $rpm$ )	75,3	75,3
Masa de polvo nanometrico ( $g$ )	15	15
Volumen de aglomerante ( $mL$ )	3,5	5,5
Tiempo de aglomeración ( $s$ )	120	180

Luego del proceso de aglomeración, viene la etapa de secado y clasificación de tamaño. Los aglomerados se llevan a una estufa a una temperatura de  $333\ K$

durante dos horas, con el fin de eliminar el exceso de humedad. A continuación, para determinar la distribución granulométrica, se hace un tamizado utilizando un “rotap” con una serie de tamices ASTM (malla 100, 140, 200, 270, 325, 400, 500 y Bandeja) de marca PINZUAR LTDA, durante 5 minutos, después se incluyen cuerpos molidores consistentes en esferas de alúmina en la malla 100, para romper los aglomerados más grandes, y se tamiza durante 5 minutos, así sucesivamente hasta clasificar todas las partículas según su tamaño.

## 2.3 OPTIMIZACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE PROYECCIÓN

Uno de los principales objetivos de esta investigación es determinar los parámetros de proyección que permitan obtener recubrimientos con buenas propiedades térmicas, tribológicas y anticorrosivas. Para dar cumplimiento a lo propuesto se escogieron los parámetros teniendo en cuenta varios aspectos: 1) los resultados encontrados en la literatura, 2) lo reportado por los proveedores de los polvos; en este punto es importante señalar que los parámetros de proyección que ellos facilitan están definidos para un modelo específico de antorcha, son cualitativos y están en una escala sin unidades, sin embargo son una guía y es necesario revisarlos, 3) los resultados la simulación numérica del proceso, usando un *software* diseñado especialmente para este tipo de aplicaciones, llamado Jets et Poudres, desarrollado por la Universidad de Limoges-Francia, y 4) la experiencia de los expertos que trabajan en esta área, quienes con la información antes mencionada, pueden sugerir cuáles son los parámetros más adecuados. A continuación se presenta un resumen que comprende los resultados encontrados en la literatura en cuanto al tipo de llama y la distancia de proyección.

### 2.3.1 Llama

Cuando se trabaja con materiales de alto punto de fusión, como la circona y la alúmina, es muy importante tener una atmósfera con la energía suficiente para fundir estos polvos. Como se mencionó en la sección 1.2.1, se pueden obtener diferentes tipos de llamas dependiendo de la relación combustible:oxígeno, estas llamas se conocen como carburante, neutra, oxidante y superoxidante. Se hace referencia a una llama superoxidante cuando hay exceso de oxígeno, como por ejemplo en una relación 1:4, donde por una unidad de acetileno se

tienen 4 de oxígeno. En una llama carburante, la cantidad del combustible (acetileno) es mayor que la del comburente (oxígeno); en una llama neutra, hay cantidad molar igual de combustible y comburente, es la de mayor temperatura, mientras que en las llamas oxidantes y superoxidantes la cantidad de oxígeno es mayor en relación con el combustible, esto hace que su temperatura sea un poco menor; sin embargo, a medida que la llama se hace más oxidante, hasta cierto punto, la longitud de la zona caliente en la llama se hace más larga, y aunque la temperatura de la zona caliente en la llama baje, su poder energético es mayor, ya que la zona caliente ocupa un volumen mayor.

En la literatura se encuentran investigaciones realizadas con proyección térmica por llama donde han utilizado llamas neutras y carburantes con el fin de alcanzar los puntos de fusión de algunos materiales, es el caso de C. Cano et al. [26], quienes hicieron recubrimientos de  $CaZrO_3$ , por tener un bajo punto de fusión (2550 °C) comparado en el punto de fusión de la YSZ. K.A. Habib et al. [27], hicieron recubrimientos de  $Al_2O_3/TiO_2$ , utilizando una llama neutra, y encontraron porosidades de 25 a 50 %, de donde concluyeron que la porosidad disminuye en la medida que aumenta el porcentaje de  $TiO_2$ , gracias a que disminuye el punto de fusión. J. F. Gil et al. [28] evaluaron el efecto de los parámetros de proyección, como la relación del flujo de gases y la dinámica del jet de aire sobre los defectos estructurales (porosidad y rugosidad superficial) de recubrimientos de  $Al_2O_3 - 43$  % en peso de  $TiO_2$ . Encontraron que la más baja porosidad del 8,5 % y la menor rugosidad superficial fueron las que se obtienen utilizando una llama oxidante recubierta por un jet de aire cilíndrico cuya presión fue de 30 *psi*. Un trabajo acerca de la entalpía de las llamas fue expuesto por E. Cadavid, et al. [29], quienes estudiaron el comportamiento físico y la entalpía de la llama oxiacetilénica, para las relaciones de acetileno:oxígeno: (1:1,4), (1:1,7), (1:2,5), (1:3,2) y (1:4), mediante simulaciones realizadas con el *software* Jets et Poudres. Observaron que llama estequiométrica en relación volumétrica acetileno:oxígeno (1:1,7), es la que alcanza la mayor temperatura, sin embargo, las llamas oxidantes correspondientes a las relaciones (1:2,5), (1:3,2) y (1:4), son las que tienen la mayor longitud de la zona más caliente.

### 2.3.2 Distancia entre la antorcha y el sustrato

La distancia de proyección, medida desde la boquilla de la antorcha hasta la superficie del sustrato, es de mucha importancia en las propiedades de los recubrimientos. De acuerdo con los resultados obtenidos por E. Cadavid et al.

[29], la longitud debe estar entre 7,6 y 8,7 *cm*, dependiendo de qué tan oxidante sea la llama. A estas distancias se puede garantizar que las partículas alcanzan a pasar por toda la parte caliente de la llama y máximo a una distancia de 11 *cm*, con el fin de que las partículas no se enfríen demasiado antes de llegar al sustrato. J. F. Gil et al. [28] utilizaron una distancia de 9 *cm*, C. Cano et al. [26] hicieron recubrimientos a 15 *cm*. K.A. Habib et al. [27] hicieron los recubrimientos de la capa de anclaje a 15 *cm* y los de la capa cerámica a 8, 5 y 10 *cm*. De acuerdo con esto se puede decir que la distancia para proyectar el cerámico debe estar entre 8 y 11 *cm* y para la capa de anclaje a 15 *cm*.

### 2.3.3 Flujo de los polvos

En la elección del flujo se deben tener en cuenta las propiedades químicas (composición química, distribución elemental, fases y distribución cristalina del polvo para proyectar), propiedades físicas (densidad, punto de fusión, calor latente de fusión), morfología de las partículas (forma esférica, irregular, angular), se prefiere una forma esférica para facilitar la fluidez y distribución del tamaño de las partículas: es recomendable un ancho de distribución estrecho con el fin de mejorar la eficiencia en la proyección.

### 2.3.4 Velocidad relativa de la antorcha y el sustrato

La velocidad con la cual se mueve la antorcha sobre el sustrato debe ser coordinada con la velocidad de giro del portamuestras, buscando que el recubrimiento se vaya formando uniformemente en cada paso de la antorcha. Esto se obtiene con una relación matemática entre la velocidad angular del portamuestras y la velocidad lineal de la antorcha dada por la Ecuación. 2.2

$$\omega = \frac{2\pi v_L}{d} \quad (2.2)$$

donde,  $\omega$  corresponde a la velocidad angular del portamuestras,  $v_L$  es la velocidad lineal de la antorcha y  $d = 2\pi r$ , es la longitud de avance de la antorcha y donde  $r$ , es el radio del portamuestras, quedando como  $\omega = \frac{v_L}{r}$ .

### 2.3.5 Pases de proyección

El espesor del recubrimiento está directamente relacionado con el tamaño del polvo, el flujo del mismo y con el número de pases de la antorcha sobre el sustrato, a mayor número de pases, mayor será el espesor. El espesor común para este tipo de recubrimientos está entre 50  $\mu\text{m}$  a unos pocos *mm* [6].

La formación de una lamelle por el impacto de una partícula fundida se produce en unos pocos microsegundos, sin embargo, la formación del recubrimiento por capas sucesivas formadas por las múltiples pasadas de la antorcha puede ser de unos pocos segundos, minutos u horas, dependiendo entre otras cosas del espesor del recubrimiento que se necesite, el tamaño de la pieza que va a ser cubierta y la velocidad relativa entre la antorcha y el sustrato [30]. La Figura 2.2 muestra los pasos y el tiempo característico para la formación de un recubrimiento.

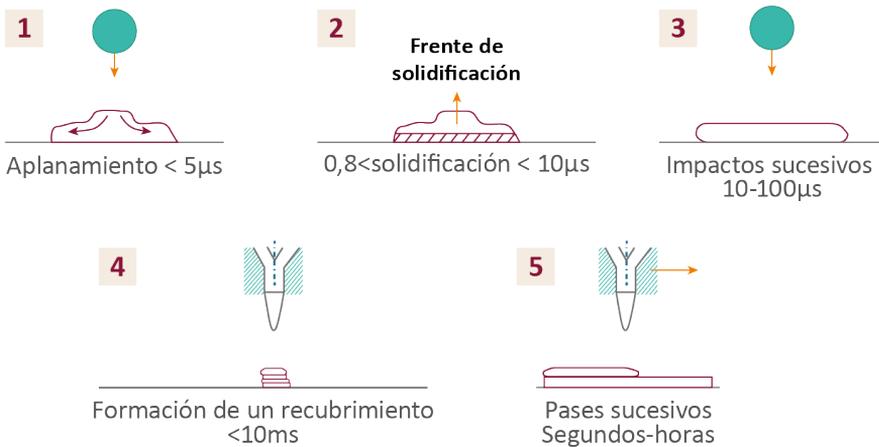


Figura 2.2: Etapas en la formación de un recubrimiento por el impacto sucesivo de partículas en la superficie [31].

Los recubrimientos pueden ser microestructurados (depósitos convencionales) o finamente estructurados (obtenidos de partículas a nanoescala aglomeradas o en suspensión que forman estructuras bimodales). En el caso de recubrimiento convencional, el diámetro de las partículas pulverizadas varía entre  $10$  y  $110\mu m$  y el espesor de las lamelles de  $1 - 3\mu m$ , dependiendo del grado de difusión (véase la Figura 2.3), el espesor del recubrimiento puede variar de decenas a cientos de micras. Para recubrimientos nanoestructurados obtenidos por proyección de partículas nanométricas aglomeradas de tamaño micrómetro (típicamente entre  $20$  y  $30\mu m$ ), es posible obtener lamellas de aproximadamente  $1\mu m$  de espesor. Para conservar estructuras nanométricas, la partícula debe estar parcialmente fundida. Otros métodos incluyen la proyección de partículas nanométricas en suspensión de partículas muy finas ( $30\text{ nm}$  a  $300\text{ nm}$ ), formando laminillas

de espesor entre 20 y 200 nm. La Figura 2.3 muestra la escala del tamaño de las partículas y las lamelles obtenidas.

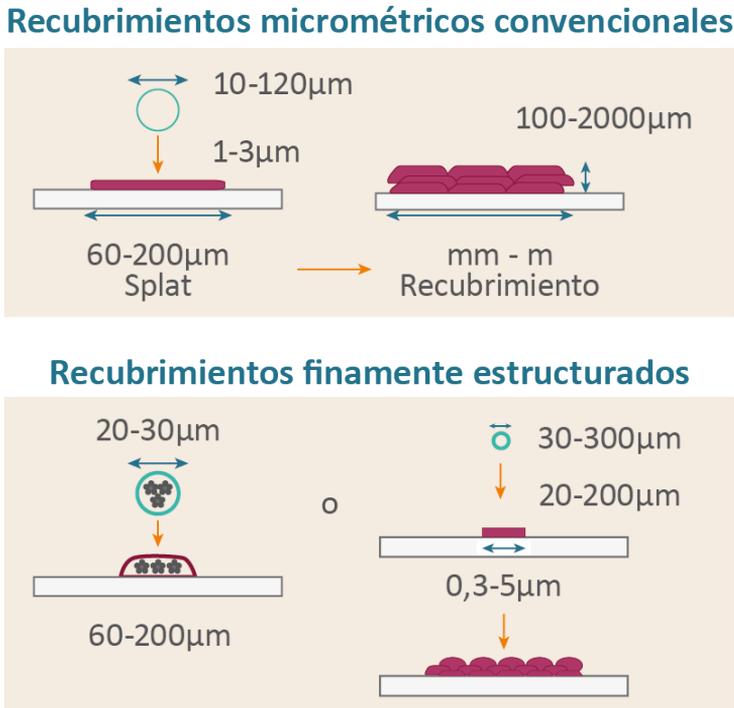


Figura 2.3: Tamaños de las lamellas que constituyen el recubrimiento obtenido a base de proyección de polvos [31].

## 2.4 SIMULACIÓN NUMÉRICA: INTERACCIÓN DE LA PARTÍCULA CON LA LLAMA

Para el desarrollo de la simulación se utilizó el *software* Jets et Poudres desarrollado por la Universidad de Limoges-Francia [32], el cual permite calcular el tratamiento termocinético de partículas de diversos materiales proyectados mediante una llama de combustión o un jet de plasma, así como la evaluación termodinámica de las llamas o jets de plasma, determinando los puntos más calientes, la entalpía y su velocidad, entre otros factores asociados al proceso. En esta investigación se utiliza el software para determinar la temperatura, el grado de fusión, la distancia recorrida y el número Sommerfeld

para cada una de las partículas que son sometidas a ciertas condiciones termocinéticas dentro de la llama. A continuación se define el número de K-Sommerfeld.

### Número adimensional de Sommerfeld ( $K$ )

Es un número que no tiene unidades físicas que lo definan y, por lo tanto es un número puro. Dependiendo de su valor, este número tiene un significado físico que caracteriza determinadas propiedades para algunos sistemas, en este caso caracteriza la mojabilidad de las gotas cuando impactan con un sustrato, lo que permite predecir y evitar fallas adhesivas y cohesivas de los recubrimientos depositados mediante proyección térmica. Este número está dado por la Ecuación 2.3.

$$K = We_e^{\frac{1}{2}} \Re^{\frac{1}{4}} \quad (2.3)$$

$$K = \left( \frac{\rho v d}{\mu} \right)^{\frac{1}{2}} \left( \frac{\rho \mu^2 d}{\sigma} \right)^{\frac{1}{4}}$$

Donde  $\rho$  es la densidad,  $v$  la velocidad,  $d$  el diámetro,  $\mu$  la viscosidad y  $\sigma$  la tensión superficial de la gota que impacta contra la superficie. Donde  $We$  es el número de Weber y  $\Re$  es el número de Reynolds, y representan la relación entre la inercia de la partícula fundida respecto a su tensión superficial, así como la relación entre las fuerzas de inercia de cada gota (partículas fundidas) y las asociadas a su viscosidad, respectivamente [33]. El K-Sommerfeld fue descrito por Kappel y Mundo cuando estudiaban el impacto de gotas de agua y etanol sobre superficies frías, las cuales tenían diámetros entre 60 y 150  $\mu\text{m}$  y en las que se evidenciaron los fenómenos de salpicadura y deposición; se ha utilizado para predecir el comportamiento de una partícula al impactar con una superficie que puede ser el sustrato o una capa de recubrimiento previamente depositada. Kappel y Mundo [ 34] [35], definieron que por medio de este número ( $K$ ) es posible predecir la interacción entre la partícula y el sustrato, ya que si el valor de  $K$  es menor que 3, la partícula rebotará al impactar contra el sustrato, mientras que si  $K$  se encuentra entre 3 y 57,7, la partícula se adhiere al sustrato formando un *splat*, y si el valor de  $K$  supera el 57,7, la partícula salpicará al impactar con el sustrato y, por lo tanto, gran parte del material que la conforma no será depositado [34, 35] .

En esta investigación se usó el *software* Jets et Poudres, con el fin de establecer los parámetros en los cuales las partículas se funden y depositan sobre el sustrato, sin que reboten o formen salpicaduras, buscando con ello obtener recubrimientos homogéneos con baja porosidad y con buenas propiedades mecánicas, térmicas y anticorrosivas. Se evaluó el efecto de tres tipos de llama: neutra, oxidante y superoxidante, obtenidas a partir de diferentes relaciones volumétricas acetileno:oxígeno, y el efecto de tres distancias de proyección: 8, 9 y 10 *cm*. Se utilizó un diseño factorial  $3^3$ , que corresponde a tres factores y tres niveles, para un total de nueve combinaciones. En la Tabla 2.3 se muestran las diferentes combinaciones. Como variable respuesta se escogieron: el número K-Sommerfeld, la temperatura y el porcentaje de fusión alcanzados por cada partícula. Este diseño se desarrolló para cada uno de los polvos cerámicos.

Tabla 2.3: Diseño de experimentos utilizados para la simulación con el *software* Jets et Poudres.

Factor	Nivel
Neutra	8
	9
	10
Oxidante	8
	9
	10
Súper-Oxidante	8
	9
	10

Fuente: el autor.

### Parámetros utilizados en la simulación Temperatura de Fusión

Se utilizaron partículas de 8  $\mu\text{m}$  de diámetro, para los polvos 8YSZ y de 10  $\mu\text{m}$  para las partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de y circonita-alúmina. Las variables fueron tres tipos de llama, las cuales se obtuvieron a partir de una mezcla de 21,2  $\text{l}/\text{min}$  de acetileno con 39,6; 59,5; 91,2  $\text{l}/\text{min}$  de oxígeno, para obtener llamas neutra, oxidante y superoxidante respectivamente y tres distancias de 8, 9 y 10 *cm*.

Las propiedades físico-químicas y térmicas de los materiales de partida, requeridas para la simulación, fueron obtenidas de bases de datos como

www.netzsch.com/TPoc y de las especificaciones de los proveedores de los polvos. (Ver Tabla 2.4).

Para el caso de los materiales compuestos (circona-alúmina, 8YSZ aglomerada), se utilizó la ley de mezclas para determinar las siguientes propiedades: densidad, conductividad térmica y masa molar del compuesto; incluyó un 10 % adicional en el volumen para los polvos de circona-alúmina, ya que los polvos son porosos; los puntos de fusión y los calores latentes de fusión se probaron para cada material por separado con el fin de alcanzar la temperatura de fusión. Para la alúmina aglomerada, la cual es 99 % pura, se utilizaron las propiedades de la alúmina reportadas por el fabricante. Los datos utilizados aparecen en la Tabla 2.5.

Tabla 2.4: Propiedades físico-químicas y térmicas de los materiales de partida.

Material	Densidad ( $kg/m^3$ )	Capacidad Calorífica ( $J/kgK$ )	Conductividad térmica ( $W/mK$ )	Temperatura de Fusión (K)	Calor latente de fusión ( $J/kg$ )	Masa molar ( $g/mol$ )
Circona	5700 – 6600	450	1,5 – 3	2953	211000	112,84
Alúmina	3940	770	24 – 39	2323	1431000	101,96
Itiria	5010	450	8 – 12	2683	211000	81

Tabla 2.5: Propiedades físico-químicas y térmicas de los materiales utilizados en la simulación.

Parámetro	Circona-Alúmina	8YSZ	$Al_2O_3$
Capacidad Calorífica ( $J/kgK$ )	538	450	770
Densidad ( $kg/m^3$ )	4471	5562	3940
Conductividad térmica ( $W/mK$ )	10,4	4,8	39
Temperatura de Fusión (K)	2323	2686	2323
Calor latente de fusión ( $kJ/kg$ )	1431	2272	2564
Masa molar ( $g/mol$ )	103	135	102
Diámetro ( $\mu m$ )	10	8	9
Temperatura inicial (K)	300	300	300

Fuente: el autor.

## 2.5 TEMPERATURA DE PRECALENTAMIENTO

### 2.5.1 Temperatura superficial del sustrato

Como es bien sabido, la formación de un recubrimiento depositado mediante proyección térmica ocurre principalmente en dos etapas. En la primera de ellas, las partículas (que deberían llegar en estado líquido y en forma esférica, producto de los esfuerzos cortantes que experimentan durante su paso por las corrientes de gas en las que viajan desde la antorcha hacia el sustrato) impactan con el sustrato y se deforman mediante un flujo lateral que en la mejor de las condiciones debería conferirles la forma de discos con alto factor de empaquetamiento. En la segunda etapa, cada uno de los discos formados se enfría y solidifica completamente [6, 15, 36].

Durante la primera etapa, cada partícula total o parcialmente fundida experimenta un esfuerzo primario o choque térmico al impactar con el sustrato, cuya magnitud ( $\sigma_T$ ) es proporcional al módulo de elasticidad de la partícula ( $E$ ), a su coeficiente de dilatación térmica ( $\alpha$ ) y al gradiente de temperatura entre la partícula y el sustrato ( $\Delta T$ ). La expresión general para describir el esfuerzo producido por el choque térmico se presenta en la Ecuación 2.4:

$$\sigma_T = E\alpha\Delta T \quad (2.4)$$

Por su parte, en la segunda etapa se produce un esfuerzo secundario o de enfriamiento ( $\sigma_e$ ) de las partículas que conforman el recubrimiento, a causa de la diferencia en la deformación ( $\Delta\epsilon$ ) que se presentan entre el sustrato y la capa, la cual depende del gradiente de los coeficientes de dilatación térmica del sustrato  $\sigma_s$  y del recubrimiento  $\sigma_r$  como se muestra en la Ecuación 2.5:

$$\Delta\epsilon = \int_{T_2}^{T_1} (\alpha_s(T) - \alpha_r(T)) dT \quad (2.5)$$

Si  $\Delta\epsilon$  es considerable, el sistema conformado por el sustrato y el recubrimiento tiende a flectarse con un radio de curvatura ( $\kappa$ ) proporcional al esfuerzo producido a causa de la diferencia de las dilataciones, tal y como se presenta en la siguiente expresión, conocida como la ecuación de Stoney modificada. (Ecuación 2.6) [36, 37].

$$\sigma = \frac{E d_s^3}{6(1-\nu) R d_r^2 \left(1 + \frac{d_s}{d_r}\right)} \quad (2.6)$$

Siendo  $E$  el módulo de elasticidad del sustrato,  $d_s$  y  $d_r$  el espesor del sustrato y del recubrimiento respectivamente,  $R$  el radio de curvatura del sustrato ( $R = 1/\kappa$ ) y  $\nu$  el coeficiente de Poisson del sustrato.

De acuerdo con lo anterior, la adherencia del recubrimiento es el resultado de la interacción de las fuerzas de unión (bien sea por anclaje mecánico entre las asperezas de la superficie del sustrato y las partículas depositadas o por las microaleaciones producidas al depositar aleaciones autofundentes), con los esfuerzos térmicos producidos durante la formación de la capa y, por lo tanto, se requiere de una preparación superficial y de un precalentamiento del sustrato para evitar el desprendimiento del recubrimiento depositado [37–40].

Con fin de determinar el efecto de la temperatura de precalentamiento del sustrato, para cada ensayo se varió el número de pases y la velocidad relativa entre la antorcha y la superficie de las muestras de acero al carbono, manteniendo constante la llama oxidante y la distancia de proyección. La llama utilizada para tal fin fue obtenida a partir de una mezcla de 21,8  $l/min$  de acetileno con 59,5  $l/min$  de oxígeno y la distancia de proyección fue 15  $cm$ , mientras que la velocidad relativa entre la antorcha y el sustrato fue aumentada entre los diferentes ensayos desde 0,63 hasta 0,77  $cm/s$ . La velocidad de rotación del portamuestras fue de 116  $rpm$ . Por su parte, el flujo de polvo proyectado se mantuvo constante en 48  $g/min$  y fue alimentado utilizando una corriente de nitrógeno de 17  $l/min$ . En la Tabla 2.6 se encuentran los parámetros utilizados para evaluar la influencia de la rugosidad y de la temperatura de precalentamiento del sustrato en la adhesión de la capa de anclaje.

Tabla 2.6: Parámetros utilizados para determinar experimentalmente, la temperatura crítica y la rugosidad de sustratos de acero AISI 1020, cuando se deposita sobre él, una aleación base *Ni*.

Ensayo	Rugosidad media Ra[ $\mu\text{m}$ ]	Vprecal [cm/s]	Vproy [cm/s]	Pases de Pre-calentamiento
1	0,027 $\pm$ 0,012	0	0,72	0
2	0,079 $\pm$ 0,077	0	0,72	0
3		0,72	0,72	1
4		0,72	0,72	2
5		0,72	0,72	3
6		0,72	0,59	4
7		0,67	0,67	3
8		0,63	0,72	3
9	4,9 $\pm$ 0,77	0,74	0,72	5

Fuente: el autor.

En la tabla anterior, Vprecal y Vproy corresponden a la velocidad lineal de la antorcha durante el precalentamiento del sustrato y la proyección de las partículas respectivamente.

### 2.5.2 Temperaturas de precalentamiento de la aleación a base de níquel

Con el fin de minimizar los esfuerzos residuales producidos por: el choque térmico y por la diferencia en los coeficientes de expansión térmica entre la capa de anclaje y la capa cerámica, se hace un calentamiento al recubrimiento previamente depositado. Para determinar la temperatura de precalentamiento se diseñó, un ensayo consistente en calentar el sistema sustrato-capa de anclaje con la llama de la antorcha, variando: el tipo de llama, la distancia de proyección y el número de pases de la antorcha sobre el sistema. Las llamas utilizadas para tal fin fueron obtenidas a partir de una mezcla de 21,2  $l_{min}$  de acetileno con 39,6, 59,5, 91,2  $l_{min}$  de oxígeno, para obtener llamas neutra, oxidante y superoxidante respectivamente, las distancias fueron de 8, 9 y 10 *cm*, por último el número de pases fue de 1, 2 y 3 para cada ensayo. La velocidad de rotación del portamuestras se mantuvo constante en 116 *rpm*, al igual que la velocidad lineal de la antorcha en 0,59  $cm/s$ . En la Tabla 2.7 se resumen los

parámetros utilizados para evaluar la temperatura de precalentamiento en cada paso de la antorcha.

Tabla 2.7: Combinaciones de cada tipo de llama con cada distancia de proyección.

Llamas	1 : 1,8									1 : 2,8									1 : 4,3											
Distancia de proyección (cm)	8			9			10			8			9			10			8			9			10					
Número de pases	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3

Fuente: el autor.

## 2.6 CÁMARA DE PROYECCIÓN

Los recubrimientos fueron depositados utilizando una antorcha Eutectic Castolin-Terodyn 2000, modificada con un distribuidor de polvos que permite controlar el flujo deseado, cuenta con flujómetros de oxígeno y acetileno para garantizar la relación de los mismos en la formación de la llama, y con un pirómetro infrarrojo RAYTEK que permite medir la temperatura de la superficie de las muestras antes de proyectar el recubrimiento, así como de sistemas electromecánicos que controlan la velocidad de la antorcha y del portamuestras. (Ver Figura 2.4).

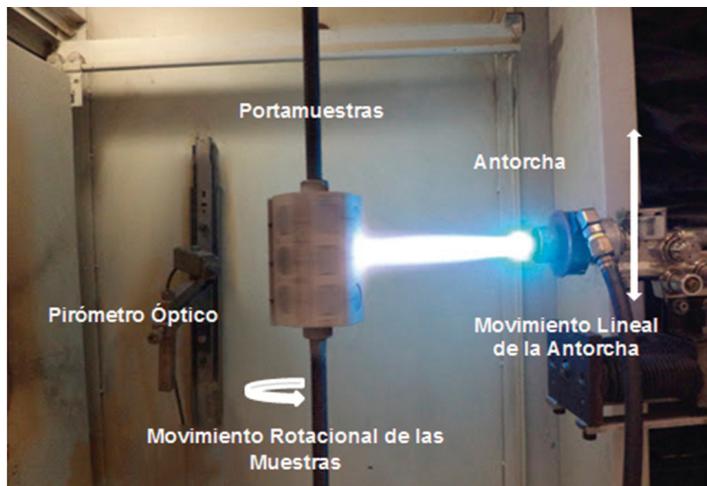


Figura 2.4: Cámara de proyección térmica ARESTE I, desarrollada por el Grupo GIPIMME de la Universidad de Antioquia (Colombia). Fuente: el Autor.

## 2.7 CARACTERIZACIÓN

La descripción de la caracterización se desarrolla de acuerdo con el orden mostrado en la Figura 2.5. Inicia con la definición de los materiales utilizados en la investigación y luego se muestran los principios y la metodología seguida en cada una de las pruebas.

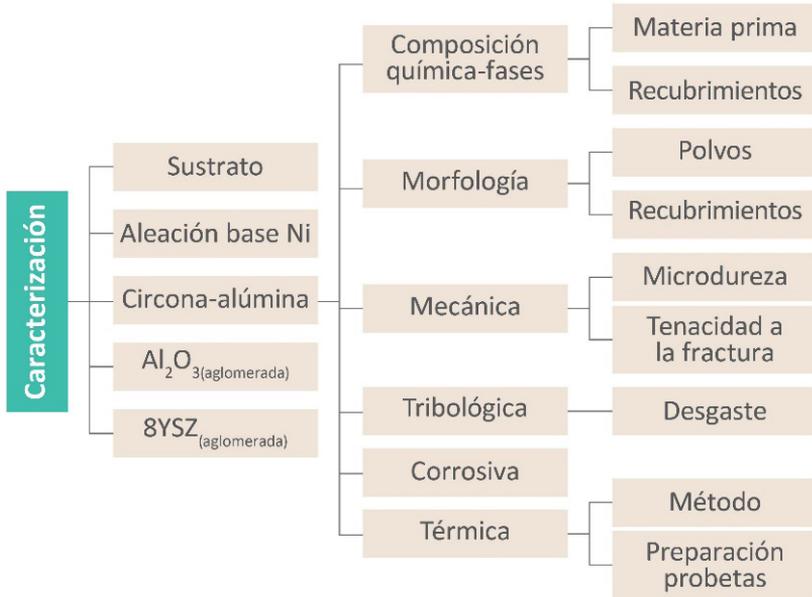


Figura 2.5: Métodos de caracterización utilizados para el material de aporte y los recubrimientos obtenidos. Fuente: el autor.

A continuación se describen los materiales utilizados como sustrato y material de aporte para la elaboración de los recubrimientos:

### 2.7.1 Sustrato

Como sustratos se emplearon discos de acero al carbono AISI SAE 1020, de 25 mm de diámetro y 10 mm de espesor, la preparación superficial se hizo con chorro abrasivo con partículas de corindón (malla10-20) a una distancia de 15 cm y un ángulo de 80°, según norma ASTM D7055-09, seguida de una limpieza en un baño ultrasónico con alcohol para eliminar impurezas; la rugosidad media *Ra* fue medida utilizando un rugosímetro Mitutoyo SJ 201.

### 2.7.2 Polvos utilizados como material de aporte

### 2.7.2.1 Aleación base Ni

Para la elaboración de la capa de anclaje se utilizó un polvo de referencia comercial CPM 1205<sup>TM</sup> de la casa comercial Eutectic-Castolin, la cual es una aleación base Ni, se eligió por sus propiedades autofundentes y por servir de anclaje entre el sustrato y el cerámico. En esta investigación se nombra como “aleación base Ni”.

### 2.7.2.2 Circona-alúmina

Para la elaboración de la capa cerámica se utilizó un polvo comercial de referencia MetaCeram 25088<sup>TM</sup> de la casa comercial Eutectic-Castolin, el cual es una mezcla de circonita y alúmina ( $ZrO_2 - 36\%$  en peso de  $Al_2O_3$ ), en una relación cercana a la temperatura eutéctica, lo que facilita su fundición dentro de la llama. Además, esta composición permite aprovechar las buenas propiedades térmicas de la circonita y tribológicas de la alúmina. En esta investigación nos referimos a él como el polvo de “circona-alúmina”.

### 2.7.2.3 Polvos nanométricos

Para la elaboración de los aglomerados se utilizaron polvos nanométricos fabricados por la casa comercial US Research Nanomaterials, Inc. (Houston, Texas) [41, 42]. Estos polvos fueron aglomerados con el fin de facilitar su fluidez en los conductos de la antorcha, y poder ser utilizados como materia prima en la elaboración de recubrimientos por llama (FS), este proceso se describe en la sección 2.2. La caracterización química y la morfología de estos polvos se basa en lo reportado en la literatura por otros investigadores y en la información del fabricante. A continuación se describen algunas de sus propiedades.

#### *Polvo circonita nanométrica*

Los polvos de circonita nanométrica utilizados se designan como 8YSZ, lo que significa que es circonita estabilizada con 8 mol de itria. En lo sucesivo se llamará como “8YSZ”. La composición química encontrada en la literatura se describe en la Tabla 2.8, en la parte a) lo reportado por el fabricante, y en la parte b) lo obtenido por fluorescencia de rayos X (FRX), reportado por A. González [10]. Se puede concluir que los polvos están compuestos principalmente por circonita, itria y hafnio. En cuanto el tamaño de las partículas, el fabricante reporta, un valor promedio de 40 nm, sin embargo A. González,

utilizó difracción láser para determinar su tamaño y encontró que las partículas están en un rango de,  $d_{10} = 520$ ;  $d_{50} = 700$ ;  $d_{90} = 940 \text{ nm}$ . Los resultados difieren, lo que es posible ya que las partículas se unen por atracción electrostática formando partículas de mayor tamaño.

En la Figura 2.6 se muestra la morfología, la parte a) corresponde a lo suministrado por el fabricante, y la parte b) corresponde a una imagen de microscopía electrónica de emisión de campo (conocida en inglés como FE-SEM: Field Emission Scanning Electron Microscopy), reportada por A. González. Se observa que tienen una forma casi esférica, y se unen formando cúmulos debido a su gran superficie efectiva de contacto, lo que ocasiona que se carguen electrostáticamente, dificultando a su vez la fluidez.

Tabla 2.8: Composición química de la circona nanométrica 8YSZ.

a)

$ZrO_2(HfO_2) + Y_2O_3$	$Al_2O_3$	$Fe_2O_3$	$Na_2O$	$SiO_2$	$TiO_2$
>9 9,9%	<0 ,05%	<0 ,01%	<0 ,02%	<0 ,01%	<0 ,01%

b)

8YSZ nanométrica				
Compuesto	$ZrO_2$	$Y_2O_3$	$HfO_2$	Otros
Porcentaje en peso %	85,68	12,69	1,34	0,29

Fuente: a) [41] y b) [10].

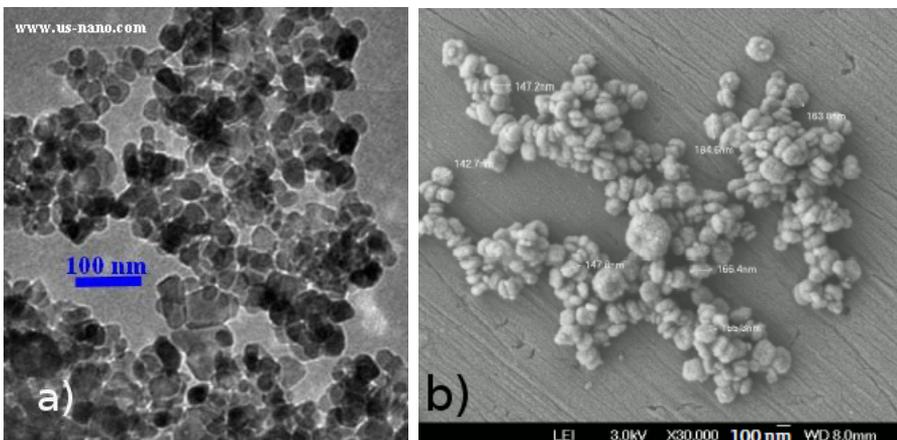


Figura 2.6: Polvos nanometricos de 8YSZ. a) Morfología del polvo nanométrico de 8YSZ, según el proveedor [41] b) Morfología del polvo nanométrico de 8YSZ por FE- MEB [10].

### Polvo de alúmina nanométrica

Se usaron polvos nanométricos  $Al_2O_3$ , para aglomerarlos y formar partículas micrométricas, con el fin de elaborar recubrimientos con ellos por *spray* térmico. En lo sucesivo se nombra como " $Al_2O_3$ ". La composición química de los polvos informada por el fabricante se encuentra en la parte a) de la Tabla 2.9, por su parte A. González reporta la composición química obtenida por FRX, parte b) de la misma tabla, de donde se deduce que el polvo está compuesto principalmente por alúmina con alto grado de pureza.

En cuanto al tamaño de las partículas, el fabricante comunica un valor promedio de 80 nm, mientras que A. González, usando imágenes obtenidas por MEB, encuentra que el tamaño está en un rango de entre 50 nm y 400 nm, se puede decir que el resultado está de acuerdo con lo informado por el fabricante.

La morfología del polvo de alúmina ( $Al_2O_3$ ) se muestran en la Figura 2.7, donde a) corresponde a la imagen suministrada por el fabricante y b) a la obtenida por A. González, mediante FE-MEB. Se puede ver que el polvo está ligeramente aglomerado y por lo tanto presenta formas irregulares, lo que dificulta medir su tamaño promedio, por esta razón el rango medido para el tamaño es amplio.

Tabla 2.9: Composición química de la alúmina nanométrica  $Al_2O_3$  [42].

	$Al_2O_3$	Ca	V	Cl	Na	Mn	Co
a)	$\geq 99\%$	$\leq 20ppm$	$\leq 5ppm$	$\leq 280ppm$	$\leq 30ppm$	$\leq 5ppm$	$\leq 5ppm$

	Compuesto	Porcentaje en peso %
b)	$Al_2O_3$	99,05
	$TiO_2$	0,33
	Otros	0,62

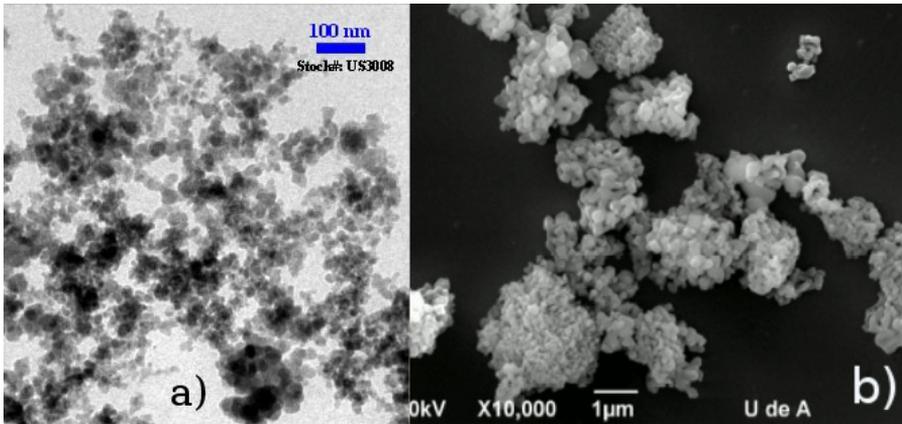


Figura 2.7: Polvos nanometricos de  $Al_2O_3$ . a) Morfología del polvo nanométrico según el proveedor [42]. b) Morfología del polvo nanométrico de  $Al_2O_3$  por FE- MEB [10].

## 2.8 COMPOSICIÓN QUÍMICA Y MICROESTRUCTURAL

La composición química de los sustratos fue determinada usando un difractómetro de chispa de marca Magellan Q8. Mientras que los polvos fueron analizados por fluorescencia de rayos X (FRX). La identificación de las fases presentes en los polvos de partida y en los recubrimientos se hizo por difracción de rayos X (DRX). Los difractogramas fueron tomados con un equipo tipo D5000 TM SIEMENS, provisto de un tubo de rayos X con un anticátodo de cobre, con un voltaje de aceleración de 40 kV y una corriente de 30 mA y tomados a ángulo  $2\theta$  entre 20 y 80°. La cuantificación de las fases se efectuó por el método Rietveld utilizando el *software* X'pert HighScore Plus, que compara las líneas de los patrones de difracción de rayos X con los patrones de los estándares utilizados.

## 2.9 MORFOLOGÍA

La morfología de los polvos y de los recubrimientos fue analizada a partir de imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido MEB, para lo cual se utilizó un equipo JEOL JSM-6490LV.

El tamaño de partícula de los polvos: aleación base Ni,  $Al_2O_3$ (aglomerado) y 8YSZ(aglomerado) fue determinada por análisis de microfotografías con el

*software* de uso libre Image J. El tamaño de las partículas de circonita-alúmina se determinó por dispersión láser, mediante un equipo Master Size 2000E.

La porosidad de los recubrimientos fue establecida a partir de análisis de imágenes de microscopía óptica (MO). Las probetas se prepararon según la norma ASTM E 1920-03. Se montaron en resina polimérica de baja contracción, se dejaron un tiempo de 48 h y luego se cortaron con un disco diamantado a alta velocidad, de tal forma que quedara expuesta la sección transversal del recubrimiento. Después del corte, se realizó un desbaste con papel lija de SiC de diferentes granos con una secuencia de P1000, P1200, P1500, P2000 y P2500. Por último, se realizó un pulido con pasta de diamante de 1  $\mu\text{m}$  y dispersante. La velocidad de rotación en la máquina de pulido estuvo entre 200 – 300 rpm, acorde a lo estipulado en la norma ASTM E1920-03, con el fin de evitar el desprendimiento de material del recubrimiento, lo que podría afectar las medidas. Seguidamente se tomaron al menos 30 imágenes de microscopía óptica a cada recubrimiento según lo especificado en la norma propia para este tipo de recubrimientos ASTM 2109.

A continuación se describe el procedimiento seguido para la obtención de la porosidad haciendo uso del *software* libre “image J”.

1. De la imagen por analizar se selecciona una región teniendo en cuenta no incluir otros recubrimientos, parte del sustrato o leyendas, tal como aparece en la Figura 2.8 , parte b).
2. Con la herramienta Threshhold, la cual distribuye la imagen por tono, saturación y brillo, se dibuja un mapa donde la porosidad aparece de color oscuro o rojo en este caso. Con la ayuda de la barra de frecuencias se puede graduar de tal manera que queden pintadas todas las zonas de poros con el color rojo y las zonas sólidas de color claro. En este punto es muy importante la experticia de quien lo hace y el conocimiento del recubrimiento que se está analizando. Las zonas rojas corresponden a los poros o arranques y las zonas claras son el resto del recubrimiento. En la barra de frecuencias aparece un número que marca la diferencia entre las zonas claras y oscuras, este número es por lo general 140, para el tipo de recubrimientos analizados en esta investigación. En la Figura 2.8, parte c), se aprecia que toda la parte roja corresponde a poros o arranques producidos durante el corte o el pulido.

3. Con una herramienta de selección libre se quitan las zonas que no sirven para el cálculo de la porosidad, ya que corresponden a arranques producidos en el corte o pulido, como se ilustra en la Figura 2.8, parte d), al final estas zonas no cuentan en el cálculo de la porosidad.

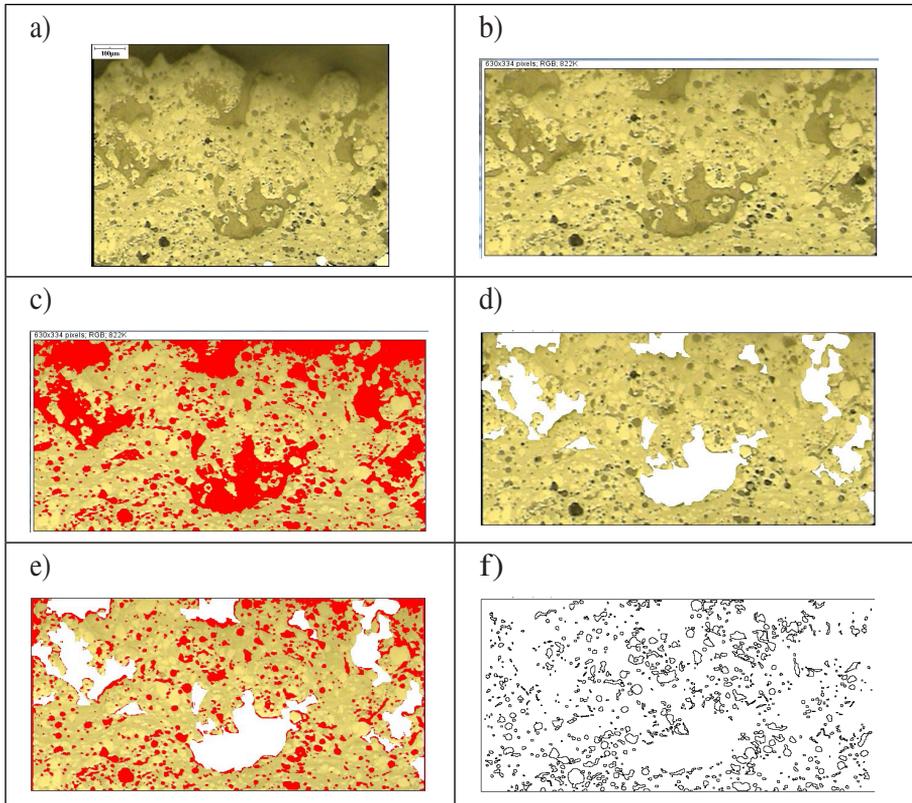


Figura 2.8: Imágenes utilizadas para el cálculo de la porosidad, utilizando el *software* Image J. Fuente: el autor.

4. Luego se hace uso de la herramienta “Análisis” y “Análisis de partículas”. Esta herramienta permite seleccionar el tamaño promedio de la porosidad que se va a contabilizar, para este caso el valor fue de 2. En esta misma opción se puede seleccionar qué tan circulares son los poros que se desean analizar, la opción escogida para este trabajo fue entre 0,2 y 0,3, ya que estos valores permiten contabilizar poros circulares, ovalados y los que se aproximen a alguna de esta formas.
5. Por último se muestran los contornos externos de los poros. En la Figura 2.8, parte f), se observa que el *software* no contabiliza las zonas que se

quitaron en el paso 3, así como tampoco las zonas rojas que no tienen cierto grado de circularidad. Luego de aceptar los parámetros aparece un listado con cada uno de los diámetros de los poros y el área promedio del tamaño de los poros.

Este procedimiento se realizó con cada una de las 30 imágenes por cada recubrimiento, con el fin de tener un valor de porosidad confiable.

## 2.10 MECÁNICA

### 2.10.1 Microdureza

La microdureza y la tenacidad a la fractura son propiedades que determinan la resistencia al desgaste, mientras que el módulo elástico (módulo de Young) permite calcular la deformación elástica resultante de la aplicación de un esfuerzo determinado y, por lo tanto, permite entender y calcular la resistencia a la propagación de grietas, la tenacidad a la fractura del material [43].

La microdureza de los recubrimientos cerámicos elaborados por proyección térmica es medida utilizando un indentador piramidal de base cuadrada diamantada, denominado indentador Vickers, cuya geometría es presentada en la Figura 2.9.

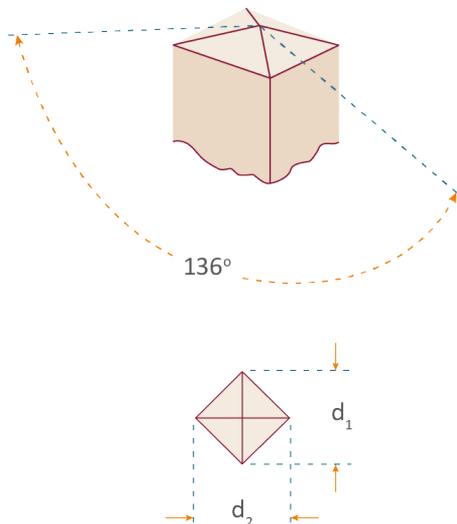


Figura 2.9: Indentador Vickers. Norma ASTM C1327 – 15.

El valor de la microdureza es proporcional a la relación entre la carga aplicada ( $P$ ) y el área de la huella producida en la muestra y puede ser calculada mediante la Ecuación 2.7.

$$H = \alpha \frac{P}{A_R} \quad (2.7)$$

$H$  es la dureza,  $\alpha$  es una constante que depende de la geometría del indentador,  $P$  es la carga aplicada y  $A_R$  es el área residual de la huella obtenida.

Para el caso de las indentaciones Vickers, la microdureza puede ser calculada utilizando la Ecuación 2.8.

$$HV = 0,0018544 \frac{P}{d^2} \quad (2.8)$$

$P$  es la carga en  $N$  y  $d$  es la diagonal de la huella producida por la indentación en  $mm$ .

### 2.10.2 Módulo de elasticidad de materiales cerámicos

Una forma de medir el módulo de elasticidad es utilizando la huella residual producida por un indentador Knoop. En este método se aprovecha la recuperación elástica que se produce preferentemente en una de las diagonales de la huella dejada por el indentador en el material.

El indentador Knoop tiene forma romboédrica diamantada, su diagonal más larga es siete veces mayor que la diagonal corta, de tal forma que la recuperación elástica de la diagonal mayor es mínima con respecto a la de la diagonal menor. (Ver Figura 2.10).

El módulo de elasticidad puede ser determinado mediante la Ecuación 2.9.

$$E = -\alpha \frac{HK}{\frac{b'}{a'} - \frac{b}{a}} \quad (2.9)$$

$\alpha$  es una constante (0, 45),  $HK$  es la dureza Knoop en  $Pa$ ,  $a'$  y  $b'$  son las longitudes de la diagonal mayor y menor de la huella producida por la indentación y  $a/b = 7, 11$ .

La dureza Knoop en  $GPa$  se determina mediante la Ecuación 2.10.

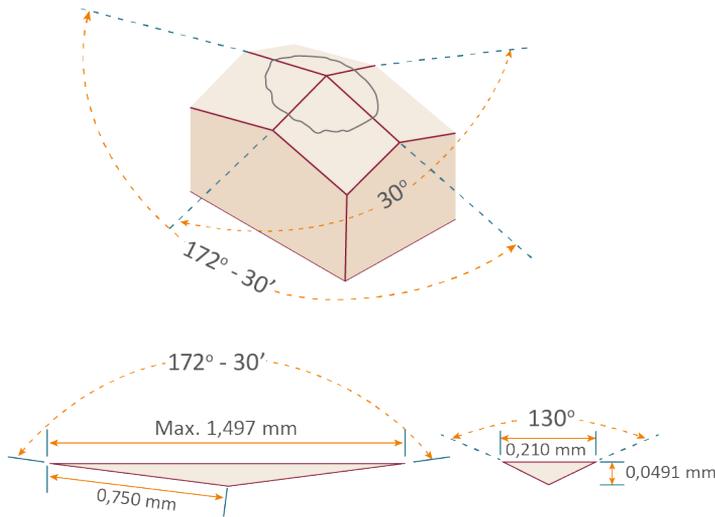


Figura 2.10: Características físicas del indentador y de la huella Knoop. Norma ASTM C1326-03.

$$HK = 0,014229 \frac{P}{d^2} \quad (2.10)$$

donde  $P$  es la carga en  $N$  y  $d$  el promedio de las diagonales de la indentación en  $mm$ .

### 2.10.3 Tenacidad a la fractura

La tenacidad a la fractura define la resistencia de un material a la propagación de grietas. Esta resistencia es una propiedad específica del material y es proporcional a la energía crítica por unidad de área necesaria para propagar una grieta.

La microindentación Vickers es un método fácil, apropiado y útil para la medición de la tenacidad a la fractura de materiales frágiles como los cerámicos. Las indentaciones realizadas a cargas superiores a los valores críticos tienden a desarrollar grietas radiales (particularmente en materiales frágiles) durante el ciclo de descarga de la indentación, debido principalmente a los esfuerzos residuales de tensión. La longitud de las grietas radiales mostradas en la Figura 2.11 y que resultan inconvenientes para la medida de la dureza, han sido utilizadas para desarrollar ecuaciones semiempíricas

para determinar la tenacidad a la fractura del material, las cuales pueden tener hasta un 75 % de confiabilidad.

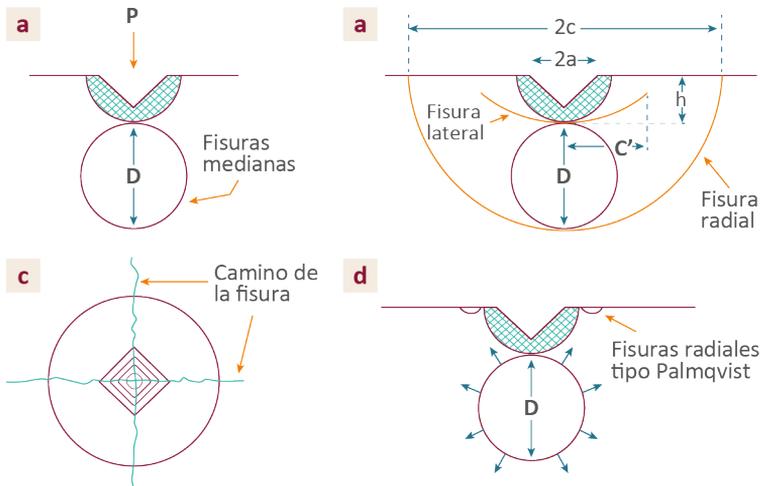


Figura 2.11: Esquema de la nucleación y propagación de grietas producidas por indentación. Norma ASTM C1327-08.

$$K_{IC} = 0,016 \left( \frac{E}{HV} \right)^{0,5} \frac{P}{C^{\frac{3}{2}}} \quad (2.11)$$

$E$  dado en  $GPa$ ;  $HV$  en  $GPa$ ;  $P$  en  $kgf$  y  $C$  en  $mm$ ; así se obtiene  $KIC$  en  $MPa\sqrt{m}$  y  $C$  corresponde a la longitud de la grieta medida desde el centro, como lo muestra la Figura 2.11.

De acuerdo con lo anterior, la dureza y la tenacidad a la fractura se calcularon a partir de las huellas residuales obtenidas por microindentación Vickers, bajo la norma ASTM C1327-08, mientras que el módulo de elasticidad se calculó a partir de la huella residual obtenida con un microindentador Knoop, bajo la norma ASTM C1326-03.

Los ensayos por microindentación se hicieron con el microindentador Shimadzu G20 series. Con el fin de determinar la dureza Vickers (HV) de cada uno de los recubrimientos, se encontró la carga crítica a la cual no hay una sobreestimación ni subestimación de la dureza respectivamente. Para ello se varió la carga entre 50 y 200 g con al menos 20 medidas para cada una, en cada recubrimiento. Finalmente, la dureza se midió con la carga crítica

realizando 20 indentaciones, cada una durante 15 s, y separadas la una de la otra al menos 40  $\mu\text{m}$  para evitar la influencia de las indentaciones vecinas. Se seleccionaron 10 huellas aceptables de las 20 realizadas y con las que se determinó la dureza.

Para hallar la dureza Knoop ( $HK$ ), la cual es necesaria para calcular el módulo de elasticidad ( $E$ ) y este a su vez para determinar la tenacidad a la fractura ( $KIC$ ), se utilizó un indentador Knoop. Para el ensayo se hicieron 20 indentaciones Knoop por cada muestra a una carga de 500 g para los recubrimientos de circonita-alúmina, de 130 g para los recubrimientos  $Al_2O_3$  Aglomerada y de 60 g para el recubrimiento 8YSZ Aglomerado. La carga se aplicó durante 15 s y las huellas fueron distribuidas en toda la muestra a una distancia de aproximadamente 150  $\mu\text{m}$  una de la otra, para evitar la influencia de las indentaciones vecinas. Se seleccionaron 10 huellas aceptables de las 20 realizadas.

Los datos del módulo de elasticidad, dureza y tenacidad a la fractura hallados por indentación, fueron analizados mediante la distribución estadística Weibull. Esta distribución es un indicador de la variabilidad de la resistencia de los materiales, debido a una distribución de tamaños de las imperfecciones y cuanto mayor es su valor, menor es la variabilidad de la propiedad medida.

## 2.11 PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS

Las características tribológicas entre dos cuerpos sólidos en contacto y movimiento relativo se determinan principalmente por la fricción y el desgaste producidos bajo ciertas condiciones de lubricación. En esta investigación se trata el desgaste por contacto deslizante entre dos superficies. Ni la fricción ni el desgaste son propiedades del material, sino una respuesta integral del sistema tribológico.

Las deformaciones pueden ser puramente elásticas o también pueden ser plásticas. En consecuencia, los cambios permanentes pueden ocurrir en escalas macroscópicas y microscópicas en la superficie de los cuerpos en contacto. Hay solo una fracción de la superficie total en contacto entre sí, como se muestra en la Figura 2.12, los puntos de contacto reales son las superficies rugosas en que se transmite la carga y, por lo tanto, el comportamiento mecánico del par tribológico depende de la tensión y la deformación producida en estas asperezas.

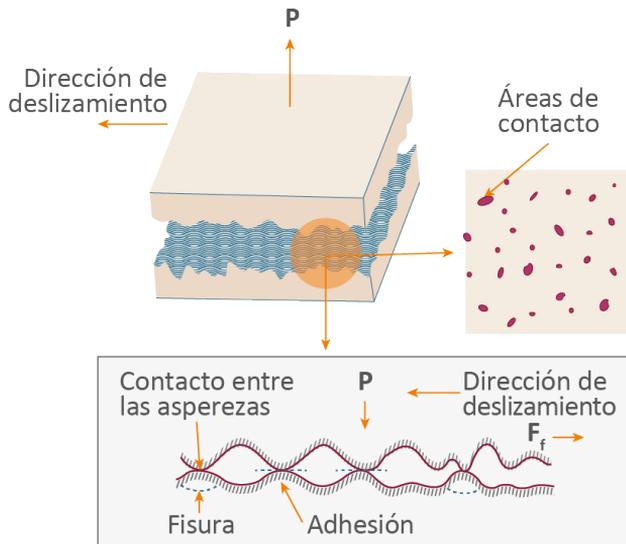


Figura 2.12: Los parámetros relacionados con el desgaste abrasivo por deslizamiento,  $P$  es la carga normal aplicada y  $F_f$  la fuerza de fricción [7].

El comportamiento frente al desgaste se evaluó en la parte superficial del recubrimiento, para lo que se utilizó un tribómetro en la configuración bola-disco de marca MicroTest Figura 2.13. Se usó una esfera de alúmina pulida de 6 mm de diámetro y como disco las muestras recubiertas de 2,56 cm de diámetro y 1 cm de espesor, las cuales fueron pulidas con papel abrasivo de SiC hasta obtener una rugosidad promedio ( $R_a$ ) de  $11, 12 \pm 0,24 \mu\text{m}$ . Luego se sometieron a las pruebas de desgaste manteniendo constante los siguientes parámetros: velocidad de disco a 95,5 rpm, durante 20000 ciclos, con una carga de 5 N y una velocidad de deslizamiento de 0,1 m/s, el diámetro de la pista fue de 10 mm para un perímetro recorrido de 1256,6 m en 3,5 h. La tasa de desgaste ( $T.D$ ) se calculó usando la Ecuación 2.12, según lo reportado por [7, 10].

$$TD = \frac{\text{Volumen de desgaste}}{\text{carga} \times \text{distancia recorrida}} = \frac{2\pi r A_d}{P 2\pi r N_c} = \frac{A_d}{P N_c} \quad (2.12)$$

Donde  $A_d$  es el área del perfil de la huella en [ $\mu\text{m}^2$ ],  $P$  es la carga normal aplicada [N] y  $N_c$  el número de ciclos. El  $A_d$  fue determinado a partir de 10 medidas en la huella de desgaste, para lo cual se utilizó un microscopio confocal de marca Leica.

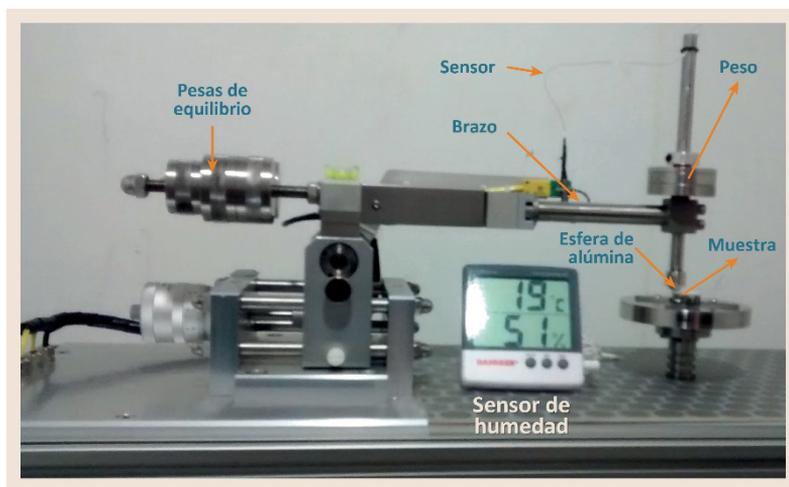


Figura 2.13: Tribómetro en la configuración bola-disco utilizado para los ensayos de desgaste. Fuente: el autor.

## 2.12 PROPIEDADES CORROSIVAS

La resistencia a la corrosión fue evaluada por espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS), usando un potenciostato galvanostato marca Gamry. Los experimentos de polarización fueron elaborados usando una celda electroquímica con tres electrodos. El acero fue utilizado como electrodo de trabajo, un alambre de platino como contraelectrodo y uno de cloruro de plata como electrodo de referencia. Como electrolito se utilizó una solución al 0,012 % de ácido acético con un pH de 5,5. Las pruebas de impedancia electroquímica (EIS) fueron realizadas a una frecuencia  $10^5 - 10^{-1} \text{ Hz}$ , con un potencial de amplitud  $V_{rms} = 5 \text{ mV}$ , en un potencial de circuito abierto.

## 2.13 PROPIEDADES TÉRMICAS

Se utilizó la técnica conocida como “flash method” para la determinación de las propiedades térmicas de los recubrimientos obtenidos tanto a partir de polvos micrométricos como de polvos nanométricos aglomerados.

Las probetas consistieron en recubrimientos de dos capas: la primera de anclaje (aleación base *Ni*) y la segunda o superior de cerámica, sin sustrato.

Con el fin de obtener los recubrimientos sin sustrato, se utilizaron sustratos de electroporcelana, ya que los recubrimientos al enfriarse se despegan del sustrato a causa de las tensiones residuales. El tamaño inicial de las probetas fue de 127 *mm* de diámetro, las cuales fueron cortadas al tamaño requerido por el equipo utilizando chorro de agua a alta presión con abrasivo. Esta técnica es conveniente por la precisión y porque la muestra no se calienta y por lo tanto no hay transformaciones de fase.

Luego se lleva a secado en una estufa a 100 °C para eliminar el exceso de humedad. Las probetas son recubiertas con una capa de grafito (Sprayon W204) por ambas caras, con el fin de garantizar que la radiación sea absorbida por la muestra, después se pinta con pintura de plata la cara por la que van a estar en contacto los pines de los sensores de temperatura, y por último, antes de realizar la prueba, se mide el espesor de cada probeta.

Las pruebas se realizaron con un equipo DXF200 (Flash Diffusivity System), el cual está provisto de un horno “Furnace Type Select Cyro 3000”, una lámpara de xenón, bajo la norma ASTM E 1461-1; a cuatro temperaturas diferentes (323, 373, 423 y 473 *K*). El gas de trabajo fue nitrógeno a 10 *psi*, la rampa de calentamiento es a razón de 5 °C/*min*, para cada dato se realizó un total de tres mediciones.

