

# Capítulo 3

## RESULTADOS

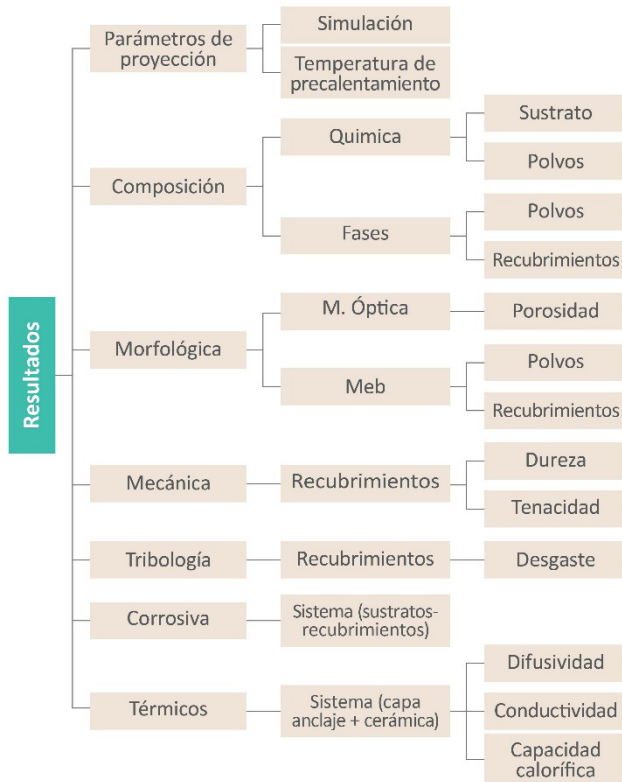


Figura 3.1: Esquema para la presentación de resultados. Fuente: el autor.

Los resultados y sus análisis se dividen en tres partes. De acuerdo con la Figura 3.1, la primera incluye la caracterización del material de aporte; la segunda, los resultados de la optimización de los parámetros de proyección; y la tercera, la caracterización de los recubrimientos.

## 3.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA

### 3.1.1 Sustrato

La composición química del acero AISI SAE 1020, se encuentra resumida en la Tabla 3.1, de donde se deduce que es un acero de bajo carbono según la norma ASTM A 29/A 29M – 03.

Tabla 3.1: Composición química del acero AISI 1020.

<b>Elemento</b>	<i>Al</i>	<i>B</i>	<i>C</i>	<i>Ca</i>	<i>Co</i>	<i>Cr</i>	<i>Cu</i>
Valor%	0,0101	0,00202	0,187	0,00073	0,0118	0,0652	0,00981
<b>Elemento</b>	<i>Fe</i>	<i>Mn</i>	<i>Mo</i>	<i>N</i>	<i>Nb</i>	<i>Ni</i>	<i>P</i>
Valor%	99,0	0,429	0,00643	<0,0010	0,00170	<0,0100	0,0177
<b>Elemento</b>	<i>S</i>	<i>Sb</i>	<i>Si</i>	<i>Sn</i>	<i>Ti</i>	<i>V</i>	<i>W</i>
Valor%	0,0141	0,00305	0,192	0,00175	0,00311	0,00298	0,0183

Fuente: el autor.

En la Figura 3.2, se muestra la microestructura del acero AISI 1020, la cual fue revelada con nital al 10 %, en ella se aprecia que está constituido principalmente por ferrita, con un bajo porcentaje de perlita, como es usual en aceros de bajo carbono.

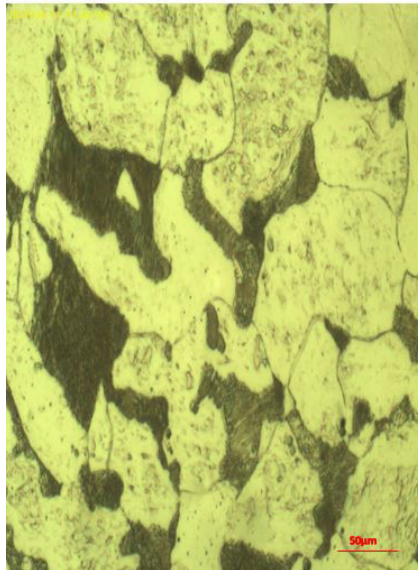


Figura 3.2: Micrografía óptica del acero AISI SAE 1020. Fuente: el autor.

El acero se preparó superficialmente antes de la proyección del recubrimiento, con partículas abrasivas de corindón, y se obtuvo una rugosidad media de  $Ra = 4,9 \pm 0,77 \mu m$ , la cual fue medida con un rugosímetro Mitutoyo SJ 201. Esta rugosidad es adecuada para realizar recubrimientos por proyección térmica oxiacetilénica.

### 3.1.2 Polvos de partida

#### 3.1.2.1 Aleación a base de Ni

Los resultados del análisis químico indican que este material está constituido principalmente por níquel aleado con hierro y silicio, con algunas impurezas de aluminio y cobre, como se muestra en la Tabla 3.2. Las aleaciones base *Ni* son ampliamente utilizadas en proyección térmica como capas de anclaje, ya que sirven para contrarrestar la diferencia en los coeficientes de expansión térmica entre el sustrato y una capa superior que normalmente es cerámica y porque su efecto autofundente permite la unión metalúrgica del recubrimiento al sustrato, mejorando la adhesión [5, 44–46]. Durante la elaboración de recubrimientos por proyección térmica, el silicio en cantidades superiores al 1,5 % en peso, así como el hierro, reaccionan fácilmente con el oxígeno presente en el medio para formar óxidos y de esta manera reducen la cantidad de oxígeno disponible para reaccionar con el níquel, evitando así su oxidación y manteniendo su capacidad para mojar la superficie del acero que va a ser recubierto.

Tabla 3.2: Composición elemental de la aleación base Ni (CPM 1205<sup>TM</sup>), por FRX.

CPM 1205 <sup>TM</sup>					
Elemento	<i>Ni</i>	<i>Si</i>	<i>Fe</i>	<i>Al</i>	<i>Cu</i>
(% en peso)	97,62	1,79	0,34	0,18	0,07

Fuente: el autor.

#### 3.1.2.2 Circona-alúmina

La composición química de los polvos fue obtenida por fluorescencia de rayos X (FRX), (ver Tabla 3.3). El polvo cerámico posee aproximadamente un 35,7 % en peso de alúmina y un 59,72 % en peso de circona, un 0,94 % en peso de hafnio que, junto con 0,25 % de itria, permite la retención de la fase

tetragonal o cúbica de la circonita a la temperatura ambiente, así como pequeñas concentraciones de otros óxidos.

Tabla 3.3: Composición química del MetaCeram 25088™.

MetaCeram 25088™						
Compuesto	ZrO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	HfO <sub>2</sub>	MgO	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Otros
(% en peso)	59,72	35,7	0,94	0,35	0,25	2,74

Fuente: el autor.

### 3.2 MICROESTRUCTURA DE LOS POLVOS DE PARTIDA

A continuación se encuentran los resultados del análisis microestructural para los diferentes polvos de partida. Los estándares utilizados para la identificación de las fases se encuentran en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4: Estándares utilizados para la identificación de las fases de los polvos de partida.

Aleación base Ni	Circona-Alúmina	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8YSZ
96 – 901 – 2970, 96 – 210 – 1146, 96 – 150 – 2690, 96 – 901 – 5705, 96 – 900 – 8803	96 – 230 – 0297, 96 – 901 – 2275	96 – 100 – 0430	96 – 210 – 1235 96 – 100 – 9017

Fuente: el autor.

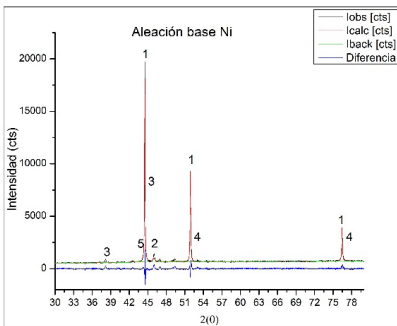
Los resultados de la cuantificación de las fases se encuentra en la Tabla 3.5, los cuales fueron obtenidos a partir de los refinamientos mostrados en las Figuras 3.3 y 3.4, en cada una de ellas aparece en color negro el espectro obtenido experimentalmente, en rojo el calculado, en verde el *background* y en azul la diferencia entre el espectro experimental y el ajuste. De los patrones de difracción se deduce que los polvos son cristalinos y su composición química está de acuerdo con lo reportado por el fabricante. Las fases se cuantificaron por el método de Rietveld, utilizando *software* X'pert HighScore Plus.



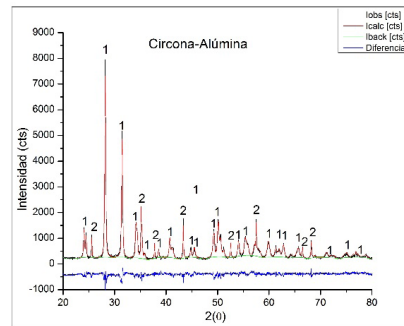
Tabla 3.5: Análisis cuantitativo de las fases presentes en los polvos de partida.

a). Polvos aleación base Ni			b). Polvos Cerámicos		
Referencia	Análisis de las fases		Referencia	Análisis de las fases	
	Fase	masa %		Fase	masa %
CPM105	$c - Ni_4$	79,8	MetaCeram25088	$m - O_8Zr_4$	63,5
	$m - Fe_8Al_{44}$	8,5		$\alpha - O_{18}Al_{12}$	36,5
	$c - Al_4$	6,9	8YSZ	$c - ZrO_8$	100
	$c - Fe_4$	4,4	$Al_2O_3$	$\alpha - Al_{12}O_{18}$	100
	$c - Al_1Ni_1$	0,4			

Fuente: el autor.

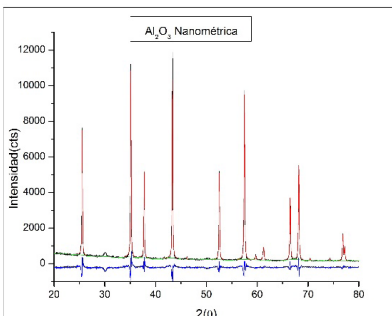


a)

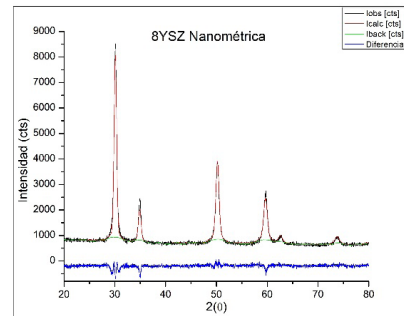


b)

Figura 3.3: Patrones de difracción y refinamiento de los polvos: a) Aleación base Ni (1.  $Ni_4Cu_4$  3.  $Al_{16}O_{24}$  4.  $Fe_{14}Si_2$ ) y b) Circona-alúmina (1.  $ZrO_2$  2.  $\alpha Al_2O_3$ ). Fuente: el autor.



a)



b)

Figura 3.4: Patrones de difracción y refinamiento de los polvos nanométricos: a) Alúmina ( $\alpha Al_2O_3$ ). b) Circona dopada con 8 % en peso de itria ( $ZrO_2$ ). Fuente: el autor.

### 3.3 ANÁLISIS MORFOLÓGICO DE LOS POLVOS DE PARTIDA

#### 3.3.1 Aleación base Ni

Las partículas son micrométricas, de forma redonda u ovalada, obtenidas por atomización (spray dry) en aire como se aprecia en la Figura 3.5 [5, 15, 47]. Un corte transversal de estas partículas se puede ver en la Figura 3.5, parte b, donde se observa que algunas son huecas, lo que facilita su fundición en la llama, la morfología redonda facilita su fluidez en el momento de la proyección, lo que favorece un apilamiento ordenado y por lo tanto recubrimientos con una estructura homogénea de baja porosidad, reduciendo la acumulación de esfuerzos durante el enfriamiento de la capa depositada [5].

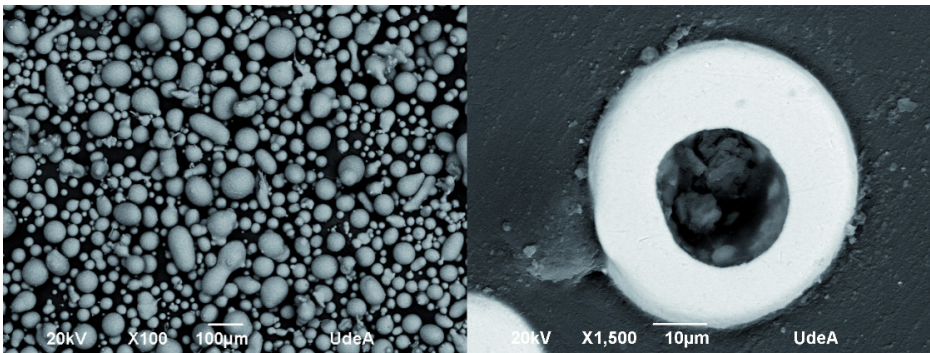


Figura 3.5: Micrografía usando MEB del polvo de la aleación a base de Ni. a) morfología del polvo. b) Corte transversal de un grano de polvo. Fuente: el autor.

El análisis granulométrico se realizó a partir de imágenes de MEB, usando el software de libre acceso ImageJ, con lo que se encontró una distribución de su tamaño de:  $d_{10} = 20 \mu m$  y  $d_{90} = 70 \mu m$ , con un  $d_{50} = 31 \mu m$ .

#### 3.3.2 Circona-alúmina

Las partículas de circonita-alúmina están formadas por esferas micrométricas aglomeradas y sinterizadas de nanopartículas de alúmina (zonas oscuras) y circonita (zonas claras) [48], como se ve en la Figura 3.6, en la parte b de la misma se muestra un corte transversal de una microsfera, lo que permite ver que está formada por partículas más pequeñas de circonita y alúmina.

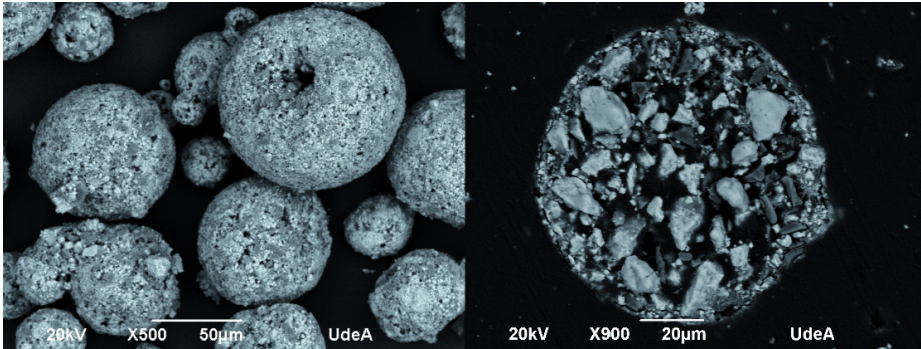


Figura 3.6: Micrografía usando MEB de los polvos de circona-alúmina. a) Morfología del polvo. b) Corte transversal de un grano de polvo. Fuente: el autor.

En cuanto a la distribución de tamaño, obtenida por dispersión láser, las partículas tienen el siguiente rango de distribución:  $d_{10} = 15\mu m$ ,  $d_{50} = 50\mu m$ ,  $d_{90} = 94\mu m$ . Tal como se observa en la Figura 3.7. Lo que muestra un tamaño medio adecuado para la proyección de cerámicos por llama [5].

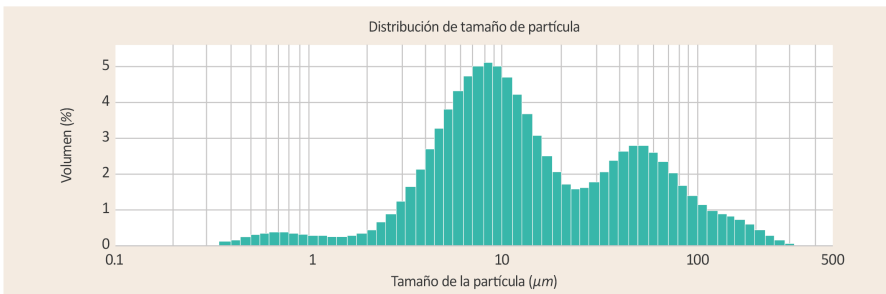


Figura 3.7: Ancho de distribución del polvo de circona-alúmina. Fuente: el autor.

### 3.3.3 Circona nanométrica aglomerada

El tamaño de los aglomerados de circona se obtuvo a partir del análisis de imágenes de MEB, el tamaño promedio  $d = 16,16 \pm 0,4 \mu m$ . En la Figura 3.8, se observan los aglomerados con formas irregulares y de diferentes tamaños. En la parte inferior derecha aparece un grano de polvo cortado transversalmente, donde no se aprecia la interfaz entre los granos nanométricos, lo cual significa que están muy bien adheridos los unos a los otros y que las partículas son densas.

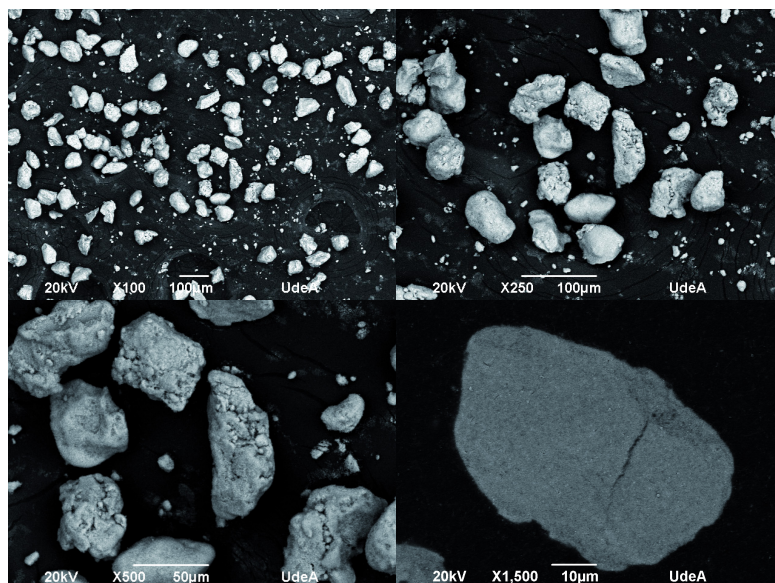


Figura 3.8: Micrografías usando MEB de las partículas de circonita nanométrica aglomerada, en la parte inferior derecha una partícula de polvo cortada transversalmente. Fuente: el autor.

### 3.3.4 Alúmina nanométrica aglomerada

El tamaño de los aglomerados de alúmina se obtuvo a partir del análisis de imágenes de MEB, con tamaño promedio de  $d = 12,93 \pm 0,25 \mu m$ . En la Figura 3.9, se observa que los aglomerados tienen formas de ovaladas a esféricas y están compuestos por aglomerados más pequeños y partículas nanométricas de diferente tamaño. En la parte inferior derecha aparece un grano de polvo cortado transversalmente, donde se nota que están formados por aglomerados de partículas nanométricas, también se puede decir que los aglomerados no son densos, porque hay espacios entre ellos que forman aglomerados porosos.



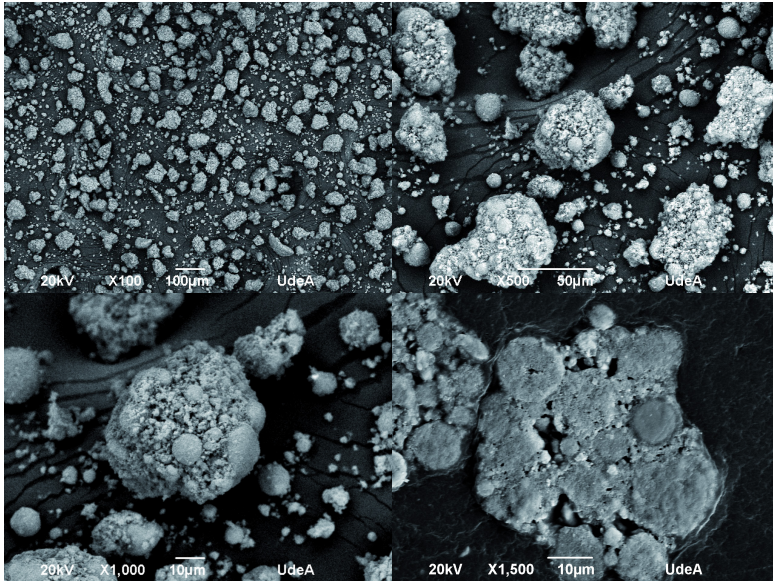


Figura 3.9: Partículas de alúmina nanométrica aglomerada, en la parte inferior derecha una partícula de polvo aglomerada y cortada transversalmente. Fuente: el autor.

## 3.4 OPTIMIZACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE PROYECCIÓN

### 3.4.1 Resultados de la simulación

Una partícula de circonalúmina de  $10\ \mu\text{m}$  de diámetro, interactúa con una llama de oxiacetileno y es propulsada sobre un sustrato a una distancia de proyección dada. El *software* Jets et Poudres permite conocer el número K-Sommerfeld, la temperatura y el porcentaje de fusión de la partícula en cualquier instante. En esta simulación se escogieron tres tipos de llamas: neutra (N), oxidante (O) y superoxidante (SO) y tres distancias de proyección de 8, 9 y 10 *cm*, para una partícula de circonalúmina. Los resultados de la simulación se encuentran en la Tabla 3.6, donde se han subrayado las condiciones en las cuales se obtiene un valor de K-Sommerfeld, aceptable [34, 35].

Tabla 3.6: Resultado de la simulación para una partícula de circonita-alúmina.

Muestra	Relación $C_2H_2 : O_2$	Distancia	Sommerfeld	Temperatura(°C)	% de Fusión
N8	Neutra	8	44	2323	13,45
			49	2323	25,72
			74	2323	20,25
			94	2323	17,79
N9		9	45	2323	12,97
			46	2323	44,06
			<u>57</u>	<u>2527</u>	100
			71	2370	100
N10		10	44	2323	16,45
			46	2323	44,06
	<u>53</u>		<u>2601</u>	100	
	<u>57</u>		<u>2680</u>	100	
O8	Oxidante	8	40	2323	6,15
			<u>50</u>	<u>2327</u>	<u>83,28</u>
			<u>50</u>	<u>2327</u>	<u>83,28</u>
			63	2327	76,86
O9		9	45	2323	12,97
			<u>47</u>	<u>2323</u>	<u>31,61</u>
			62	2600	100
			77	2596	100
O10		10	46	2323	17,9
			47	2323	99,74
	<u>55</u>		<u>2650</u>	100	
	61		2709	100	
SO8	superoxidante	8	<u>50</u>	<u>2584</u>	100
			<u>57</u>	<u>2579</u>	100
			79	2531	100
			95	2339	100
SO9		9	<u>47</u>	<u>2630</u>	100
			<u>50</u>	<u>2640</u>	100
			65	2682	100
			81	2681	100
SO10		10	<u>48</u>	<u>2602</u>	100
			<u>50</u>	<u>2635</u>	100
	<u>57</u>		<u>2731</u>	100	
	70		2751	100	

Fuente: el autor.

De igual forma se hizo para una partícula de  $Al_2O_3$  Aglomerada, con diámetro de  $10 \mu m$ , los resultados se encuentran en la Tabla 3.7, y para una partícula de  $8YSZ$  Aglomerada con  $8 \mu m$  de diámetro se encuentran en la Tabla 3.8.

Tabla 3.7: Resultado de la simulación para una partícula de alúmina aglomerada de  $10 \mu\text{m}$ .

Muestra	Relación $C_2H_2 : O_2$	Distancia	K-Sommerfeld	Temperatura( $^{\circ}\text{C}$ )	% de Fusión
N8	Neutra	8	68	2323	21,17
N9		9	<u>50</u>	<u>2536</u>	<u>100</u>
N10		10	<u>44</u>	<u>2619</u>	<u>100</u>
O8	Oxidante	8	66	2323	100
O9		9	<u>55</u>	<u>2599</u>	<u>100</u>
O10		10	<u>46</u>	<u>2665</u>	<u>100</u>
SO8	superoxidante	8	73	2552	100
SO9		9	59	2680	100
SO10		10	<u>47</u>	<u>2742</u>	<u>100</u>

Fuente: el autor.

Tabla 3.8: Resultado de la simulación para una partícula de circona aglomerada de  $8\mu$ .

Muestra	Relación $C_2H_2 : O_2$	Distancia	K-Sommerfeld	Temperatura( $^{\circ}\text{C}$ )	% de Fusión
N8	Neutra	8	0	2429	0
N9		9	0	2552	0
N10		10	0	2654	0
O8	Oxidante	8	0	2489	0
O9		9	48	2680	0,8
O10		10	50	2683	0,8
SO8	superoxidante	8	0	2591	0
SO9		9	67	2683	0,44
SO10		10	<u>52</u>	<u>2683</u>	<u>37,26</u>

Fuente: el autor.

En la Tabla 3.6, se observa que una partícula de circona-alúmina de  $10 \mu\text{m}$  de diámetro se funde completamente con una llama superoxidante (SO) sin importar la distancia a la cual es proyectada; sin embargo, de acuerdo con el valor de K-Sommerfeld, existe una mayor probabilidad de que se produzcan salpicaduras a las distancias de 8 y 9 *cm* de proyección, de donde se concluye que se obtienen recubrimientos más uniformes utilizando una llama SO a una distancia de proyección de 10 *cm*.

Con respecto a la llama oxidante (O) se observa que existe una mayor probabilidad de que la partícula se funda a una distancia de proyección de 10 *cm* y que se produzcan menos salpicaduras a esta distancia de acuerdo con el valor de K-Sommerfeld.

Al realizar un gráfico de interacción de la llama y la distancia de proyección sobre el número de K-Sommerfeld, en la Figura 3.10 se observa que el parámetro de Sommerfeld es mayor para las llamas superoxidantes que para las oxidantes y neutras, además, que dicho parámetros depende de la distancia para las llamas N y SO, para la llama oxidante tiene un comportamiento diferente en la distancia de 8 a 9 cm, donde el K-Sommerfeld aumenta con la distancia y a partir de 9 cm disminuye.

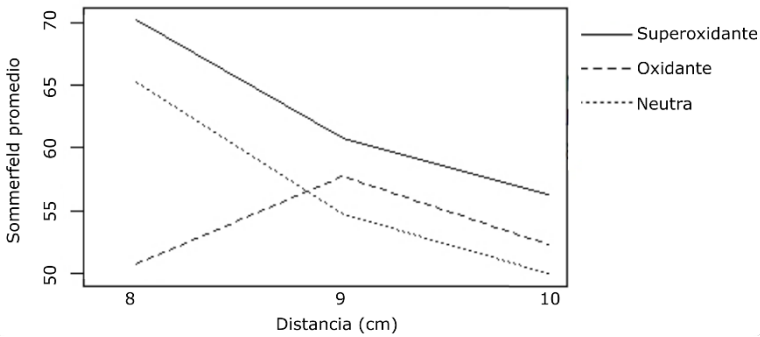


Figura 3.10: Diagrama de interacción de los factores llama y distancia sobre el K-Sommerfeld. Fuente: el autor.

En el gráfico de interacción de la llama y la distancia de proyección sobre la temperatura promedio de la partícula, Figura 3.11, se deduce que la temperatura de las partículas aumenta con la distancia y depende del tipo de llama que se utilice, siendo mayor para la llama SO.

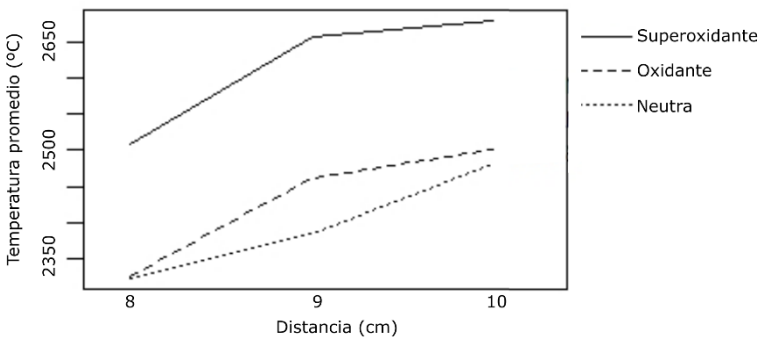


Figura 3.11: Diagrama de interacción de los factores llama y distancia sobre la temperatura de la partícula. Fuente: el autor.



En el gráfico de interacción de la llama y la distancia de proyección sobre el porcentaje de fusión de la partícula, Figura 3.12, se concluye que el porcentaje de fusión no depende de la distancia de proyección para una llama superoxidante, mientras que para la llama neutra (N) y oxidante (O) el porcentaje de fusión depende de la distancia.

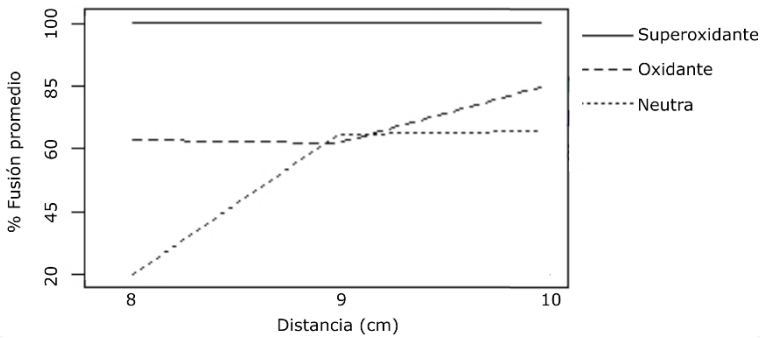


Figura 3.12: Diagrama de interacción de los factores llama y distancia sobre el % de fusión de la partícula. Fuente: el autor.

En la Figura 3.13, se muestran las fotografías de las llamas neutra, oxidante y superoxidante, en ellas aparece la longitud de la llama y de la parte más caliente de la misma. Es evidente que el tamaño de la zona caliente aumenta al incrementar la cantidad de oxígeno en la combustión [29]. Al lado derecho de cada llama aparece la temperatura de la llama obtenida de la simulación con el *software* Jets et Poudres, donde se observa que para llamas oxidantes y superoxidantes se alcanzan temperaturas de aproximadamente 2700 °C, cantidad suficiente para lograr un buen porcentaje de fusión de partículas de 10  $\mu\text{m}$ .

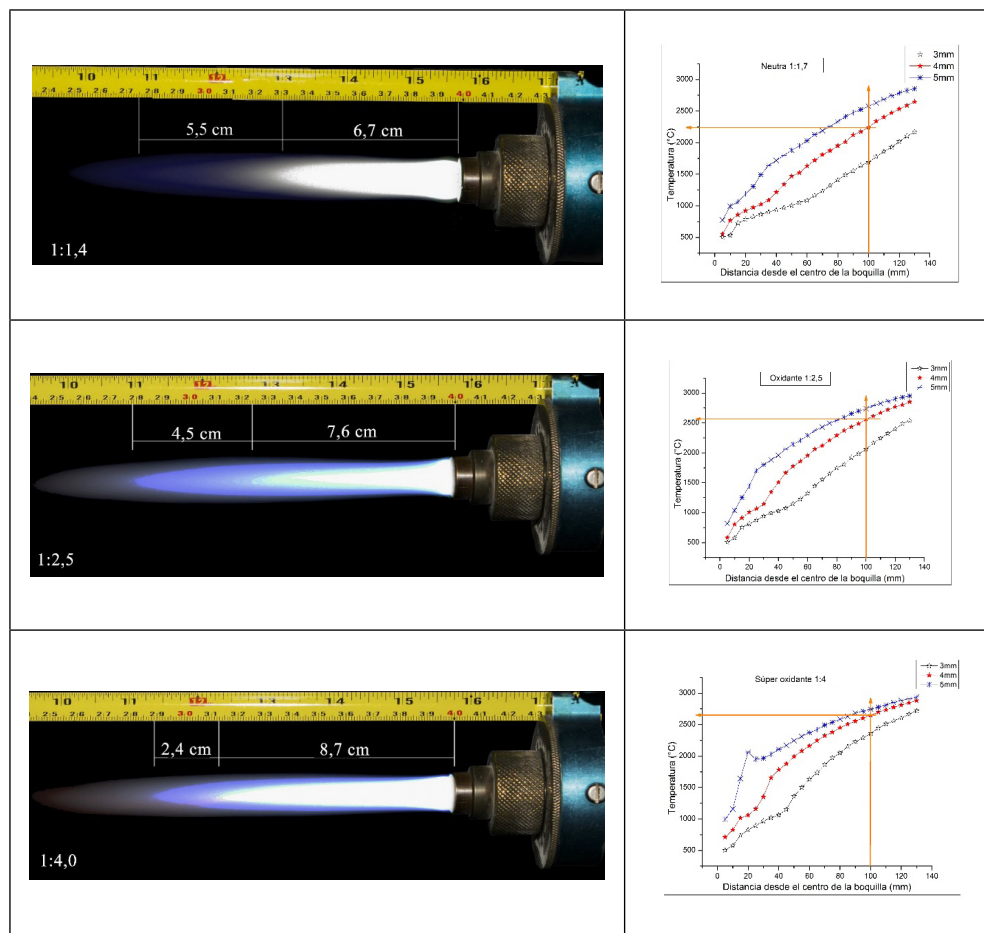


Figura 3.13: Fotografías de las llamas neutra, oxidante y superoxidante [29], acompañadas del perfil de temperatura de las llamas obtenido con el *software* Jets et Poudres.

### 3.4.2 Temperatura de precalentamiento

#### 3.4.2.1 Temperatura de precalentamiento del sustrato y la rugosidad

En la Figura 3.14, se presenta la temperatura de precalentamiento del sustrato en función de la velocidad lineal de la antorcha ( $V$ ) y del número de pases de 1 a 5, donde se aprecia que la temperatura de precalentamiento aumenta significativamente con el número de pases y disminuye ligeramente al aumentar la velocidad lineal de la antorcha.

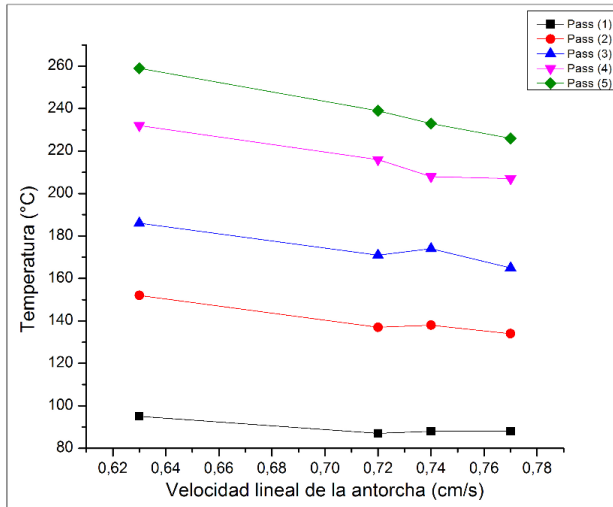


Figura 3.14: Temperatura del sustrato durante el precalentamiento en función de la velocidad lineal de la antorcha y el número de pases. Fuente: el autor.

A continuación se presenta el análisis de los resultados obtenidos en los diferentes ensayos descritos en la Tabla 2.6. En el ensayo número 1, realizado sobre el sustrato con una rugosidad  $Ra = 0,027 \pm 0,012 \mu\text{m}$  y sin precalentamiento, las partículas de la aleación base níquel depositadas, formaron una capa discontinua, con múltiples, grietas y cráteres, la cual no se adhirió a la superficie del sustrato (ver Figura 3.15 (a) y (b)). El análisis a altos aumentos de la superficie de la capa evidenció que las partículas que la constituyen tienen forma de salpicadura (ver Figura 3.15 (c) y (d)), lo cual indica que en el momento de impactar con la superficie se encontraban en estado líquido. Es importante aclarar que las salpicaduras mostradas en la Figura 3.15 (c) corresponden a las de la cara de la capa que estaba en contacto directo con el sustrato, mientras que las mostradas en la Figura 3.15 (d), pertenecen a las partículas en la superficie del recubrimiento, siendo más irregulares las salpicaduras depositadas directamente sobre el sustrato sin precalentamiento, que aquellas proyectadas sobre las capas depositadas previamente, las cuales tenían una cantidad de calor acumulado a causa de la misma proyección. En los procesos de proyección térmica, las partículas depositadas en forma de salpicadura (lo cual es indeseable, pues estas no se apilan adecuadamente y, por lo tanto, la estructura de la capa no es compacta como si tuviesen forma de disco) tienen dos posibles causas: i) su impacto con el sustrato a muy alta velocidad y ii) el impacto con un sustrato a una temperatura inferior a la temperatura crítica  $T_c$

o temperatura de transición  $T_t$  [47–49]. Sin embargo, el proceso de llama oxiacetilénica utilizado para depositar las partículas es de baja velocidad ( $< 40 \text{ m/s}$ ) [6,49]; por consiguiente, en este caso, la causa de los agrietamientos no sería la alta energía cinética con la que las partículas impactan el sustrato, sino el impacto de las partículas fundidas sobre un sustrato (sin precalentar) con una temperatura menor a la temperatura crítica o de transición.

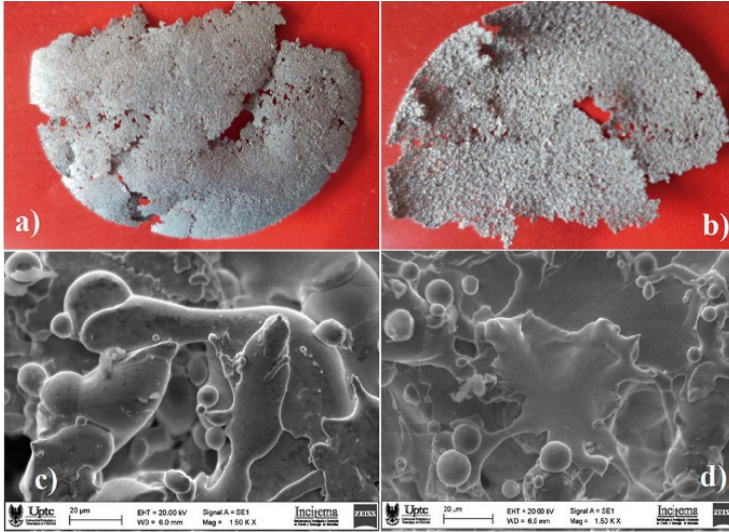


Figura 3.15: Imágenes de la capa obtenida con los parámetros referidos como ensayo N°1. a) Superficie que estuvo en contacto directo con el sustrato. b) Superficie superior de la capa. c) Micrografía de los *splats* de la capa en contacto directo con el sustrato. (d) Micrografía de los *splats* en la superficie superior de la capa. Fuente: el autor.

La influencia de la temperatura de precalentamiento del sustrato en la morfología de los *splats* y en los esfuerzos térmicos que esto causa al recubrimiento, ha sido ampliamente estudiado [49–51], donde se ha reportado que al calentar el sustrato de acero al carbono a  $200 \text{ }^\circ\text{C}$ , las partículas de molibdeno ( $Mo$ ) depositadas, cambian su forma de salpicadura (*flower*) a forma de disco (*pancake*) [50, 51], sin embargo, no se ha logrado encontrar valores de la temperatura de transición ( $T_t$ ) para sustratos de acero sobre los que se deposita níquel o aleaciones base níquel, que es el material utilizado para la capa de anclaje en esta investigación. El esfuerzo primario o de choque térmico ( $\sigma_T$ ) que experimenta cada una de las partículas fundidas al impactar con el sustrato fue determinado usando la Ecuación 2.4, para lo cual se utilizó el valor de  $E = 210 \text{ GPa}$  y  $\alpha = 13 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  reportado en la

literatura [52], obteniendo un valor de esfuerzo térmico ( $\sigma_T$ ) de 3,9 *GPa*. El gradiente de temperatura que experimenta la partícula se determinó a partir de la temperatura de fusión del níquel, pues como se evidencia en la Figura 3.15 (c), las partículas al impactar con el sustrato llegan en estado líquido y la temperatura ambiente a la que se encontraba el sustrato de acero. El esfuerzo térmico de 3,9 *GPa* producido por el enfriamiento súbito de cada partícula sería suficiente para que cada una de ellas se contraiga, dificultando así su apilamiento y, en consecuencia, favoreciendo la formación de grietas y cráteres por separación entre partículas, como se evidenció en la Figura 3.15 (a) y (b). Otros investigadores han reportado valores similares para el esfuerzo térmico máximo ( $\sigma_T = 3,6 \text{ GPa}$ ) en partículas de níquel depositadas sobre sustratos sin precalentamiento y, a su vez, han medido experimentalmente el esfuerzo global que causa este choque térmico en el recubrimiento, encontrando valores de 55 *MPa*. La diferencia entre el valor de esfuerzo térmico calculado y el medido experimentalmente se debe principalmente a que el valor calculado corresponde al esfuerzo primario (quenching stress) producido en cada partícula, mientras que el medido experimentalmente fue sobre la capa formada por el cúmulo de partículas. En este segundo caso, las grietas y cráteres entre partículas contribuye a la liberación de buena parte de la energía térmica a la cual fue sometida cada partícula [53, 54]. En lo que respecta al efecto de la rugosidad del sustrato, sobre la adhesión de la capa depositada, algunos autores han coincidido en afirmar que durante el enfriamiento la capa se contrae produciendo un esfuerzo de enfriamiento secundario (cooling stress), que es paralelo a la superficie del sustrato y que puede ser minimizado por los surcos de la rugosidad [5,54]. Según lo anterior, debido a que la rugosidad del sustrato es mínima ( $Ra = 0,027 \pm 0,012 \mu m$ ) la capa depositada no se adhirió, ya que los esfuerzos térmicos ( $\sigma_T$ ) provocados durante el proceso superan a los de anclaje entre las partículas y la superficie del sustrato. La baja diferencia en los coeficientes de dilatación térmica entre el sustrato ( $\alpha_s = 1,17 \times 10^{-5} \text{ C}^{-1}$ ) y el recubrimiento ( $\alpha_r = 1,3 \times 10^{-5} \text{ C}^{-1}$ ) [55–58], hace que los esfuerzos de enfriamiento secundario ( $\sigma_C$ ) (cooling stresses) sean pequeños, que no contribuya de manera significativa al desprendimiento de la capa depositada.

En el ensayo N.º 2, al igual que en el anterior, las partículas proyectadas sobre el sustrato sin precalentamiento experimentaron un esfuerzo primario o choque térmico (quenching stress) excesivo, que generó *splats* en forma de salpicadura y un fuerte agrietamiento en la capa depositada, ver Figura 3.16

(a) y (b); sin embargo aunque los *splats* continúan teniendo forma de salpicadura, ver Figura 3.16 (c) y (d), son menos irregulares que los evidenciados en la muestra del ensayo N.º 1. Así mismo, se observó que la capa depositada se fracturó mucho menos que la de la muestra anterior, lo que puede ser explicado por el incremento de la rugosidad, la cual aumentó aproximadamente tres veces favoreciendo la mojabilidad de las partículas depositadas [48] y, por ende, las salpicaduras fundidas son menos irregulares que las formadas en el ensayo N.º 1 (ver figuras 3.15 (c), (d) y 3.16 (c), (d)). En general, se concluye que para este caso, los esfuerzos primarios -o choque térmico- producidos en las partículas continúan siendo los principales responsables de la falla de adhesión de la capa.

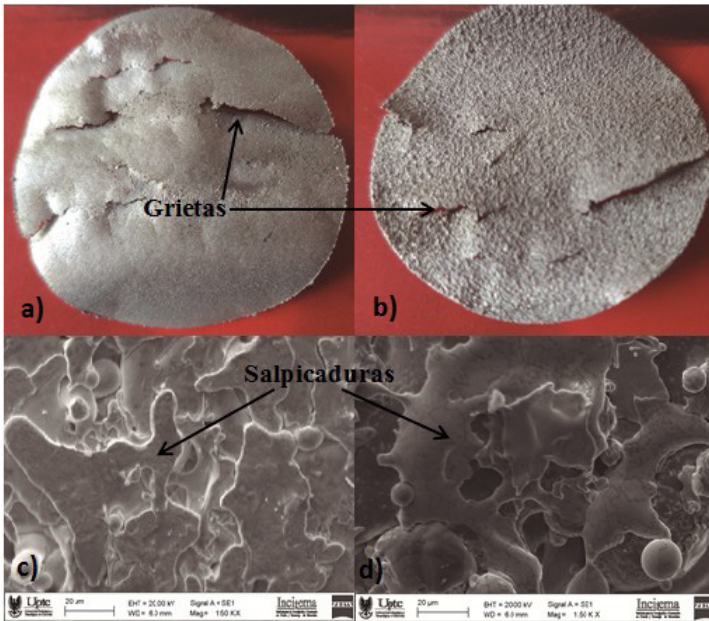


Figura 3.16: Imágenes de la capa obtenida con los parámetros referidos como ensayo N.º 2. a) Capa que estuvo en contacto directo con el sustrato. b) Superficie superior de la capa. c) Micrografía de los *splats* de la capa que estuvo en contacto directo con el sustrato. d) Micrografía de los *splats* en la superficie superior de la capa. Fuente: el autor.

Comparado con los dos ensayos anteriores, la aplicación de un pase de pre-calentamiento en el ensayo N.º 3, aumenta la temperatura del sustrato a aproximadamente  $87\text{ }^{\circ}\text{C}$ , lo que reduce a  $3,7\text{ GPa}$  el esfuerzo primario (quenching stress) producido por choque térmico en cada partícula en el



momento de impactar con el sustrato. Esta reducción del choque térmico sería suficiente para disminuir el agrietamiento de la capa y adquirir la forma de estrías en la cara del recubrimiento que queda en contacto con el sustrato. Adicionalmente, en la capa depositada se hizo evidente un encorvamiento en la periferia de la muestra (ver Figura 3.17). El encorvamiento de la capa es causado por la diferencia en las dilataciones que experimentan la capa y el sustrato durante su enfriamiento, lo que indica que en la medida que se reduce el agrietamiento de la capa, los esfuerzos de enfriamiento secundarios empiezan a ser importantes para la integridad y adhesión del recubrimiento, por cuanto la energía asociada a este tipo de esfuerzos ya no se disipa tan fácilmente a través de las grietas.

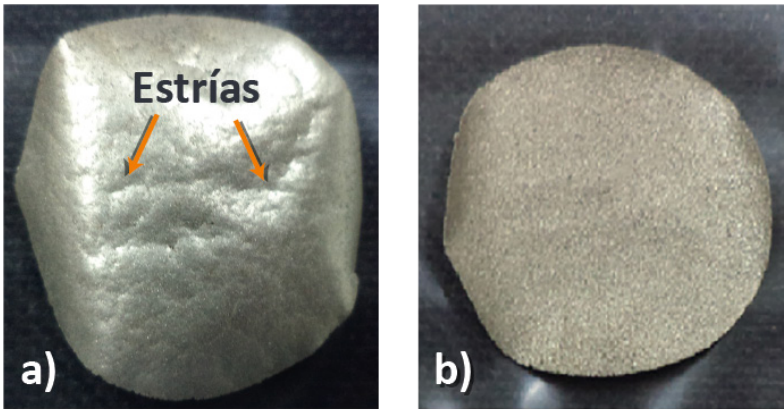


Figura 3.17: Imágenes de la capa obtenida con los parámetros referidos como ensayo N.º 3 a) Capa que estuvo en contacto directo con el sustrato. b) Superficie superior de la capa. Fuente: el autor.

En los ensayos 4, 5 y 6, se aumentó a 2, 3 y 4 el número de pases de precalentamiento del sustrato, incrementando así su temperatura a 137, 171 y 216 °C respectivamente, pero manteniendo el mismo acabado superficial ( $Ra = 0,079 \pm 0,077 \mu m$ ) que el empleado para depositar las capas en los ensayos 2 y 3. Los resultados obtenidos permitieron establecer que las capas depositadas sobre sustratos con 2 y 3 pases de precalentamiento continúan sin adherirse, mientras que con 4 pases de precalentamiento el recubrimiento se adhirió al sustrato, ver Figura 3.18. A medida que aumenta la temperatura con cada uno de los pases de precalentamiento del sustrato, el esfuerzo primario por choque térmico que experimenta cada una de las partículas disminuye a 3,6; 3,5 y 3,4 GPa respectivamente y con ello las estrías evidenciadas en la superficie de la

capa que estuvo en contacto directo con el sustrato son menos severas, ver Figura 3.18 (a) y (b). Lo que indica que las salpicaduras que en los sustratos sin precalentamiento dan origen a grietas son cada vez menos severas a medida que las partículas impactan con un sustrato más caliente, a tal punto que con un sustrato precalentado a  $216^{\circ}\text{C}$ , el esfuerzo producido por dichas salpicaduras no supera las fuerzas de anclaje del recubrimiento al sustrato. Así mismo, a partir de las capas depositadas en los ensayos 4 y 5, ver Figura 3.18 (a) y (b), es evidente que su curvatura aumenta con la temperatura de precalentamiento del sustrato, debido a que en la medida que las estrías producidas por el esfuerzo de choque térmico son menos severas, el recubrimiento no dispone de grandes disipadores de energía, por lo que los esfuerzos de enfriamiento (cooling

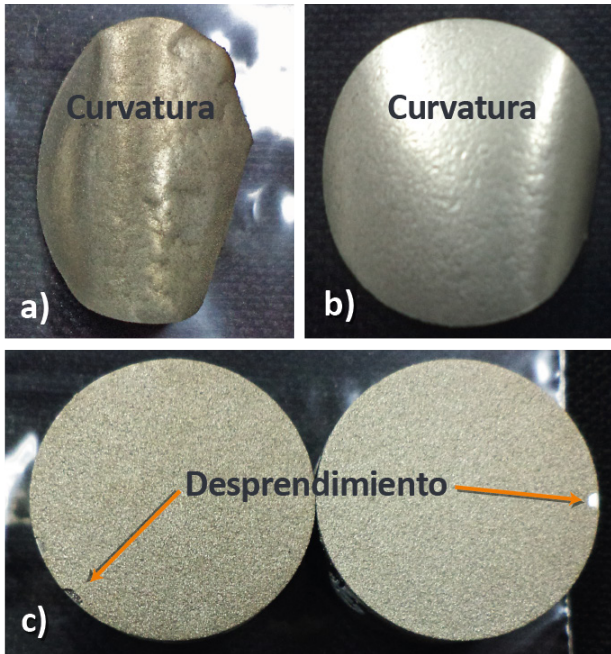


Figura 3.18: Imágenes de las muestras correspondientes a los ensayos 4, 5 y 6. (a) y (b) Superficie de las capas que estuvieron en contacto directo con el sustrato y que fueron elaboradas en los ensayos 4 y 5 respectivamente. c) Recubrimiento depositado según el ensayo N.º 6. Fuente: el autor.

stresses), que generan diferencias en las deformaciones experimentadas tanto por el sustrato, como por la capa, adquieren mayor relevancia en la integridad del recubrimiento. En la muestra elaborada en el ensayo N.º 6 estos esfuerzos secundarios o de enfriamiento generaron pequeños desprendimientos en la



periferia del recubrimiento, pero no fueron suficientes para producir encorvamiento de la capa ni su desprendimiento total de ella. Ver Figura 3.18 (c). Los resultados anteriores indican que el precalentamiento del sustrato de acero al carbono a una temperatura cercana a  $216\text{ }^{\circ}\text{C}$  favorece la adhesión de la capa, incluso cuando su rugosidad media es baja ( $Ra = 0,079 \pm 0,077\ \mu\text{m}$ ). Con el fin de identificar la temperatura de precalentamiento del sustrato a partir de la cual el choque térmico que experimenta cada una de las partículas proyectadas se reduce lo suficiente para que el recubrimiento empiece a adherirse, se realizaron dos ensayos (7 y 8) sobre sustratos con la misma rugosidad media que en los anteriores, pero con temperaturas de precalentamiento entre  $171\text{ }^{\circ}\text{C}$  (ensayo N.º 5) y  $216\text{ }^{\circ}\text{C}$  (ensayo N.º 6), para lo cual en los ensayos 7 y 8, (ver Figura 3.19) se mantuvieron los tres pases de precalentamiento, pero se disminuyó ligeramente la velocidad ( $0,72$  a  $0,67$  y  $0,63\ \text{cm/s}$  respectivamente) de la antorcha con respecto a los ensayos anteriores, alcanzando así temperaturas de precalentamiento de  $180$  y  $186\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

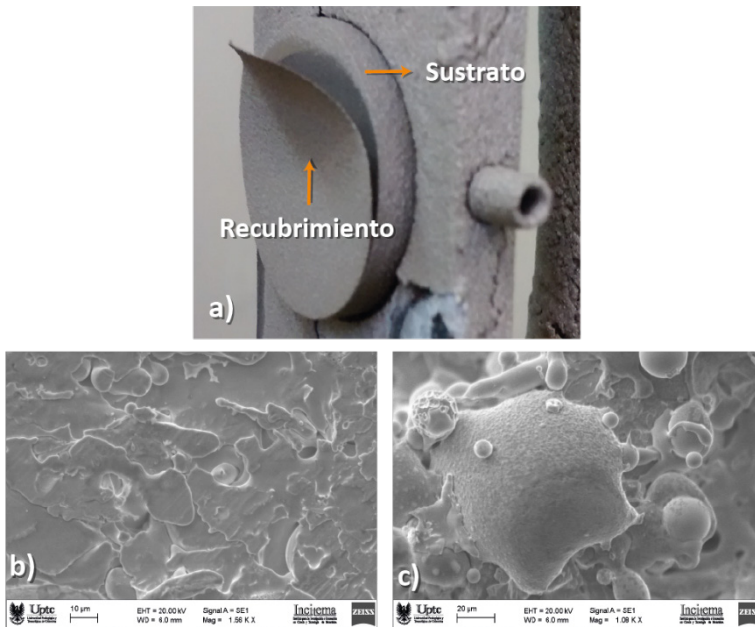


Figura 3.19: Micrografías usando MEB de: (a) Recubrimiento depositado según los parámetros del ensayo N.º 7. (b) *Splats* de la capa depositada según los parámetros del ensayo N.º 8 y que estuvo en contacto directo con el sustrato. (c) *Splats* de la superficie superior de la capa depositada según los parámetros del ensayo N.º 8. Fuente: el autor.

De acuerdo con los resultados de precalentamiento del sustrato se decide hacer los recubrimientos con una temperatura de precalentamiento del sustrato de 233 °C.

Con respecto a la temperatura de precalentamiento de la capa de anclaje, se obtuvieron los resultados mostrados en la Figura 3.20, tomando como temperaturas de precalentamiento 155, 160 y 196 °C, para las distancias de 8, 9 y 10 cm, respectivamente.

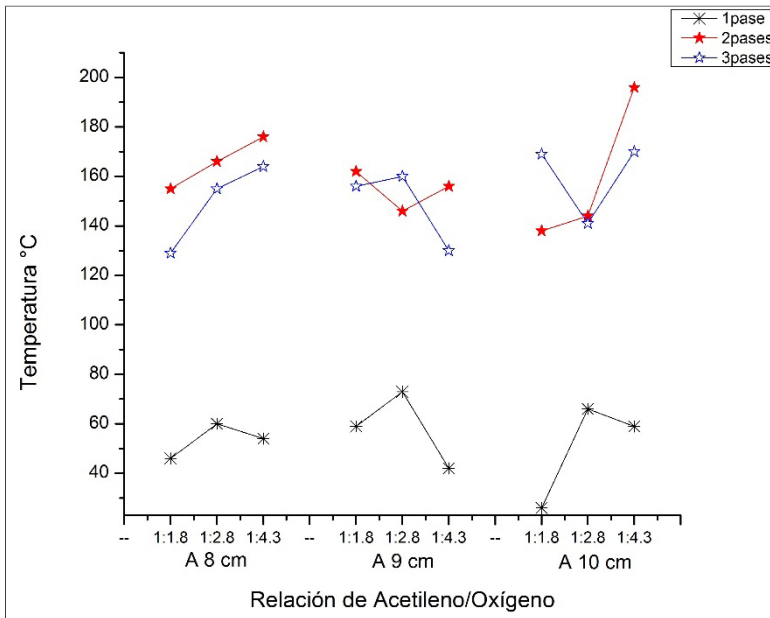


Figura 3.20: Temperatura de precalentamiento de la capa de anclaje en función de la la distancia de proyección y el número de pases, para tres relaciones de gases diferentes. Fuente: el autor.

### 3.4.3. Parámetros utilizados

De acuerdo con la literatura, con los resultados de la simulación y de lo encontrado para la rugosidad y la temperatura de precalentamiento del sustrato y de la capa de anclaje, se definen los parámetros de proyección consignados en las Tablas 3.9 y 3.10, para la obtención de los recubrimientos de la capa de de anclaje y la cerámica de “circonita-alúmina”.

Tabla 3.9: Parámetros de proyección de los recubrimientos de circona-alúmina y aleación base Ni.

Parámetro	Circona-Alúmina			Aleación base- Ni
Presión O <sub>2</sub> (Psi)	50			50
Presión C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (Psi)	12			12
Presión N <sub>2</sub> (Psi)	40			40
Presión Aire <sub>2</sub> (Psi)	30			30
Flujo O <sub>2</sub> (l/min)	59,46*	91,18**		59,46*
Flujo C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (l/min)	21,18*	21,18**		21,18*
Flujo N <sub>2</sub> (l/min)	17			17
Velocidad antorcha (cm/s)	0,59			0,72
Velocidad portamuestras (rpm)	116			116
Temperatura precalentamiento (°C)	155	160	196	233
Emisividad sustrato	0,685			0,8
Pases de proyección	7			3
Distancia proyección (cm)	8	9	10	15
Flujo de polvo (g/min)	9			46,8
* Llama oxidante. ** Llama superoxidante.				

Fuente: el autor.

Tabla 3.10: Parámetros de proyección de los recubrimientos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y 8YSZ.

Parámetro	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Aglo	8YSZ Aglo
Presión O <sub>2</sub> (Psi)	50	50
Presión C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (Psi)	12	12
Presión N <sub>2</sub> (Psi)	40	40
Presión Aire <sub>2</sub> (Psi)	30	30
Flujo O <sub>2</sub> (l/min)	59,46	59,46
Flujo C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (l/min)	21,18	21,18
Flujo N <sub>2</sub> (l/min)	17	17
Velocidad antorcha (cm/s)	0,59	0,51
Velocidad portamuestras (rpm)	116	92,2
Temperatura precalentamiento (°C)	159	159
Emisividad sustrato	0,685	0,685
Pases de proyección	7	7
Distancia proyección (cm)	9	9
Flujo de polvo (g/min)	7,2	9

Fuente: el autor.

En la Tabla 3.11, se encuentran los nombres con los cuales son designados los recubrimientos dentro de esta investigación.

Tabla 3.11: Designación de las muestras recubiertas según el material, el tipo de llama y la distancia de proyección.

Nombre	Tipo de llama	Material de aporte	Distancia cm
O <sub>8</sub>	Oxidante	circona-alúmina	8
O <sub>9</sub>			9
O <sub>10</sub>			10
SO <sub>8</sub>	Superoxidante	circona-alúmina	8
SO <sub>9</sub>			9
SO <sub>10</sub>			10
<i>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Aglomerado</i>	Oxidante	<i>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	9
<i>8YSZAglomerado</i>	Oxidante	<i>8YSZ</i>	9

Fuente: el autor.

## 3.5 CARACTERIZACIÓN DE LOS RECUBRIMIENTOS

### 3.5.1 CARACTERÍSTICAS FÍSICAS

En la Tabla 3.12 aparece el espesor de los recubrimientos, (capa de anclaje + capa cerámica). Se observa que el espesor de los recubrimientos depende de la distancia de proyección, siendo mayor para 8 *cm*. El recubrimiento que obtiene el mayor espesor es el SO8.

Tabla 3.12: Características físicas de los recubrimientos cerámicos.

Referencia Comercial	Código de la muestra	Tamaño promedio polvo( $\mu m$ )	Espesor ( $\mu m$ )
MetaCeram 25088	O8	50	670,9 ± 27
	O9		624,6 ± 28
	010		570,5 ± 26
	SO8		775,5 ± 20
	SO9		612,9 ± 29
	SO10		624,6 ± 22
$Al_2O_3$	$Al_2O_3$ Aglomerado	12,93 ± 0,25	377,1 ± 21
8YSZ	8YSZ Aglomerado	16,16 ± 0,4	355,5 ± 23

Fuente: el autor.

### 3.6 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

Es importante conocer la composición de las fases de los recubrimientos, ya que estas influyen en sus propiedades. Además, los recubrimientos pueden sufrir una transformación de fase debido al calentamiento durante el servicio, lo cual afecta la estructura del recubrimiento y por lo tanto la vida útil del mismo [59–62].

Los recubrimientos elaborados por proyección térmica van acompañados de transformaciones de fase durante su procesamiento, debido al calentamiento y a la rápida solidificación y enfriamiento durante el proceso de elaboración, lo que ocasiona la presencia de fases cristalinas y amorfas; por lo tanto, las fases presentes en los recubrimientos son diferentes a las de los polvos de partida.

Los estándares utilizados para la identificación de las fases se encuentran consignados en la Tabla 3.13

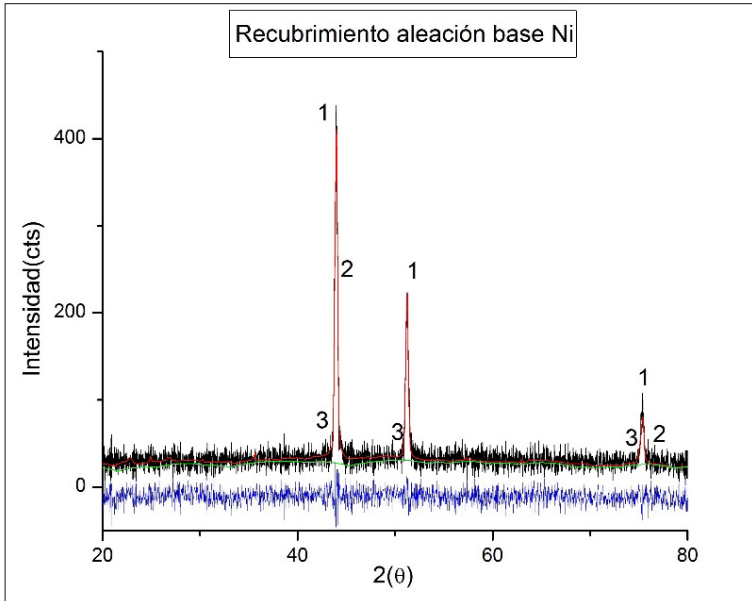
En la Figura 3.21, está el patrón de difracción y el refinamiento obtenido para la capa de anclaje, donde se encuentra que dicho recubrimiento es cristalino y está compuesto principalmente por las siguientes fases:  
(ver Tabla 3.14:)

$c - Ni_4O$ ,  $o - Fe_{12}Al_8Si_{16}$ ,  $m - Ni_{1,97}Fe_{2,03}$ ,  $c - Fe_{24}O_{32}$ ,  $c - Cu_4O$ .

Tabla 3.13: Estándares utilizados para la identificación de las fases de los recubrimientos.

Aleación base Ni	Circona-Alúmina	$Al_2O_3$ .Aglomerado	8YSZ <sub>Aglomerado</sub>
96 – 210 – 2246,	96 – 230 – 0297	96 – 120 – 0016	96 – 500 – 0029
96 – 901 – 1507,	96 – 210 – 0390	96 – 900 – 7497	96 – 900 – 5835
96 – 900 – 2320,	96 – 500 – 0039	96 – 101 – 0462	96 – 230 – 0298
96 – 431 – 3211,	96 – 100 – 0018	96 – 201 – 5531	
96 – 200 – 5763	96 – 431 – 3218		
	96 – 101 – 0462		
	96 – 120 – 0016		

Fuente: el autor.



1.c –  $Ni_4O$ , 2.o –  $Fe_{12}Al_8Si_{16}$ , 3.m –  $Ni_{1,97}Fe_{2,03}$

Figura 3.21: Patrón de difracción de recubrimientos obtenidos para la capa de anclaje, con llama oxidante y con una distancia de proyección de 15cm.Fuente: el autor.

Tabla 3.14: Porcentaje de las fases presentes en el recubrimiento de la capa de anclaje.

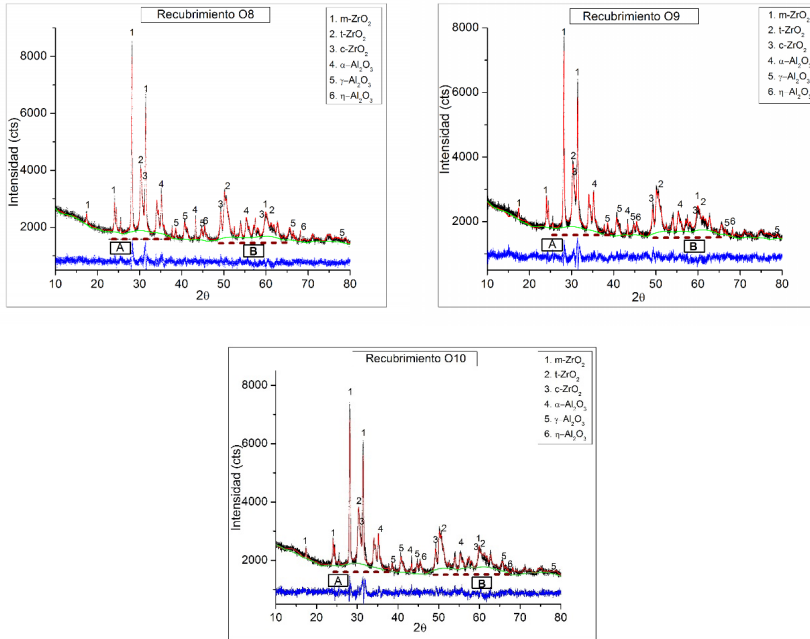
Código muestra	Porcentaje en masa de las fases (%)				
	$c - Ni_4O$	$m - Ni_{1,97}Fe_{2,03}$	$o - Fe_{12}Al_8Si_{16}$	$c - Fe_{24}O_{32}$	$c - Cu_4O$
Anclaje	57,1	15,8	25,2	1,6	0,3

Fuente: el autor.

En la Figura 3.22, aparecen los patrones de difracción y refinamientos de las capas de “circona-alúmina”, obtenidos con las llamas oxidantes y nombrados como O8, O9, O10. De igual forma, en la Figura 3.23, están los patrones de difracción junto con los refinamientos para las capas obtenidas con llamas superoxidantes, nombrados como: SO8, SO9, SO10. En general, los recubrimientos obtenidos con llamas oxidantes y superoxidantes, están constituidos principalmente por las fases:  $m - ZrO_2$ ,  $t - ZrO_2$ ,  $c - ZrO_2$ ,  $\alpha - Al_2O_3$ ,  $\gamma - Al_2O_3$  y  $\eta - Al_2O_3$ . En la Tabla 3.15, se encuentran los porcentajes de las fases presentes correspondientes a la parte cristalina de la muestra. Las fases que predominan son circona monoclinica y alúmina alpha, las cuales son aportadas desde los polvos de partida, lo que indica que hubo partículas que no alcanzaron el punto de fusión; sin embargo, también están presentes las fases cúbica y tetragonal de la circona, las cuales son retenidas gracias a la presencia de óxidos de itrio y hafnio. Las fases  $\gamma$  y  $\eta$  de la alúmina corresponden a partículas que se fundieron y solidificaron en estas fases, siendo la fase  $\eta$  metatestable o de transición. Resultados similares fueron obtenidos por Y. Zheng et al. [61].

En cada patrón de difracción se diferencian dos zonas con las letras A y B, correspondientes a la parte amorfa, la primera en  $22 - 37^\circ$  y la segunda en  $52 - 65^\circ$ , los recubrimientos con llamas oxidantes parecen tener un menor porcentaje de amorficidad. Resultados similares han sido encontrados por otros investigadores. Según Fauchais et al. [63] las fases amorfas siempre están presentes y se forman por las altas velocidades de enfriamiento hasta de  $600 \times 10^6 \text{ K/s}$ , en un proceso de pulverización por plasma convencional utilizando partículas de tamaño micrométrico. McDonald et al. [64, 65], reportaron velocidades de enfriamiento de los *splat* en el orden de  $10^7 \text{ K/s}$  y  $10^8 \text{ K/s}$ , dependiendo del material de aporte y del sustrato.

En sistemas compuestos como la circona-alúmina, la formación de fases amorfas es más severa a causa de la diferencia de tamaño atómico entre *Al* y *Zr*. De hecho, hay informes de recubrimientos casi completamente amorfos, obtenidos por APS del material compuesto de circona estabilizada con



1.  $m - ZrO_2$  2.  $\alpha - Al_2O_3$  3.  $t - ZrO_2$  4.  $c - ZrO_2$

Figura 3.22: Patrones de difracción de recubrimientos obtenidos con el polvo compuesto zircona-alúmina, con una llama oxidante. Fuente: el autor.

alúmina [59]. J. Suffner et al. [66] reportan un 29 % de amorficidad en recubrimientos obtenidos en la composición eutéctica de la zircona-alúmina.

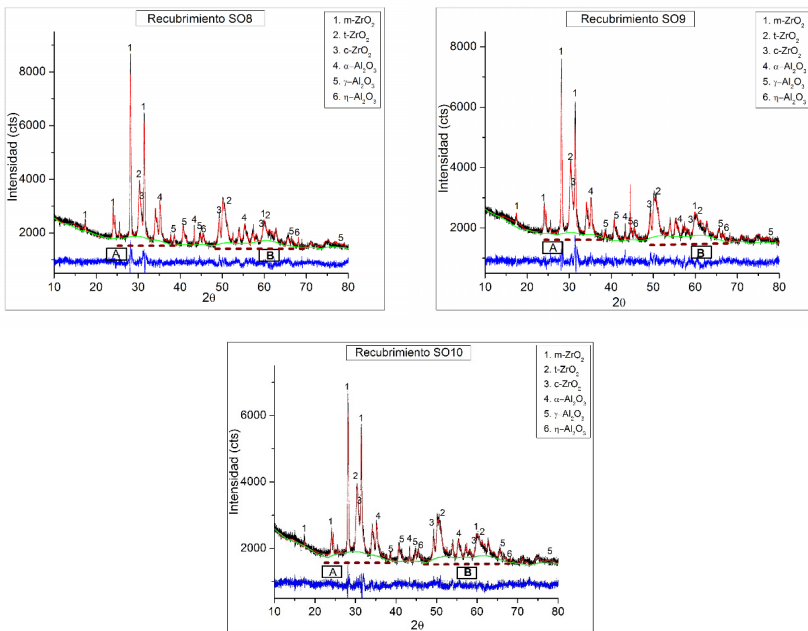
Tabla 3.15: Porcentaje de las fases (%), de los recubrimientos de la capa superior cerámica.

Código muestra	Porcentaje de las fases (%)					
	$m - ZrO_2$	$t - ZrO_2$	$c - ZrO_2$	$\alpha - Al_2O_3$	$\gamma - Al_2O_3$	$\eta - Al_2O_3$
O8	51,7	6,4	21,9	15,4	3,2	1,4
O9	51,6	4,8	26,9	13,9	2,3	1,5
O10	49	15,6	9,6	15,2	9,8	1,7
SO8	55,3	14,7	4,8	16,8	2,3	6,1
SO9	48,7	9,2	23,7	11,3	6,2	0,8
SO10	47,1	7	27,2	6,1	12	0,7

Fuente: el autor.



De acuerdo con los resultados se puede concluir que los recubrimientos que presentan mayor porcentaje de circona cúbica (c) y tetragonal (t) son en orden el SO9 y O9, es decir, que bajo estas condiciones se encuentran las mejores propiedades estructurales de la circona; particularmente para la distancia de 9 cm, el recubrimiento que presenta el menor porcentaje de estas fases es el SO8, lo cual indica que para esta condición el tiempo de residencia de las partículas en la llama no es suficiente para fundir la mayoría de las partículas. De igual forma se observa que el recubrimiento que presenta el mayor porcentaje de fase blanda de la alúmina  $\gamma - Al_2O_3$  es el SO10, de donde se deduce que gran parte de las partículas de alúmina alcanzaron su punto de fusión, además que en los recubrimientos obtenidos con llamas SO la fase  $\gamma - Al_2O_3$  aumenta con la distancia de proyección; lo cual es de esperarse, ya que al aumentar la distancia de proyección, las partículas permanecen más tiempo dentro de la llama. De acuerdo con la Figura 3.13 la longitud total de la llama es de 11,1 cm.

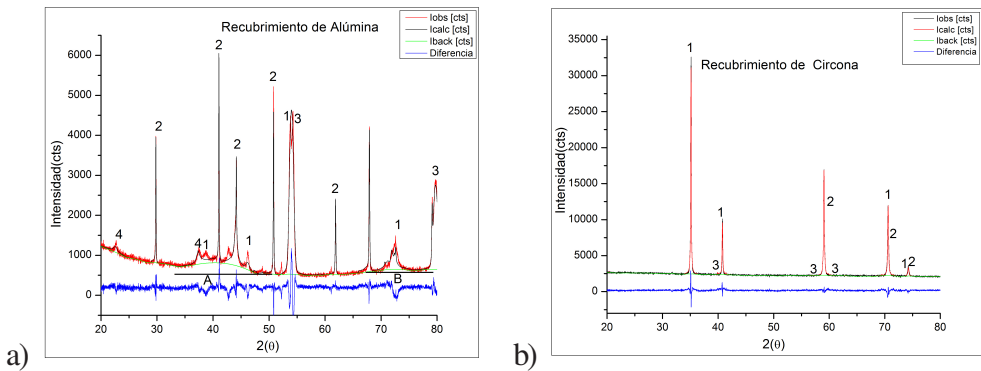


1.  $m - ZrO_2$  2.  $\alpha - Al_2O_3$  3.  $t - ZrO_2$  4.  $c - ZrO_2$

Figura 3.23: Patrones de difracción de recubrimientos obtenidos con el polvo compuesto circona-alúmina, con llama superoxidante. Fuente: el autor.

En general, para los recubrimientos obtenidos con llamas SO el porcentaje de fase  $t - ZrO_2$  y  $c - ZrO_2$ , aumenta con la distancia de proyección, lo que se debe a un mayor poder energético de la llama y a un mayor tiempo de residencia de las partículas en la llama. Estos resultados están de acuerdo con lo encontrado en la simulación en la sección 3.4.1

En la Figura 3.24, aparecen los patrones de difracción junto con los refinamientos de las capas  $Al_2O_3(Recubrimiento)$  y  $8YSZ(Recubrimiento)$ . Los recubrimientos obtenidos con la alúmina aglomerada presentan las siguientes fases:  $\eta - Al_2O_3$ ,  $\alpha - Al_2O_3$ ,  $\gamma - Al_2O_3$  y los obtenidos con circonita aglomerada constituidos por:  $c - ZrO_2$ ,  $t - ZrO_2$ ,  $o - ZrO_2$ , cuyos porcentajes se encuentran en la Tabla 3.16. Para el caso de los recubrimientos de alúmina se observan dos zonas amorfas marcadas como A y B. El porcentaje de la zona amorfa ha sido determinada por algunos autores como M.L. Gualtieri et al. [67] quienes reportaron un 12 % de amorficidad en recubrimientos de alúmina. Para los recubrimientos con circonita hay un gran porcentaje de circonita cúbica y no se observa la presencia de fases amorfas, esto también fue encontrado por F. Tarasi et al. [68] donde mostraron recubrimientos de circonita totalmente en fase tetragonal.



a) 1.  $\eta - Al_2O_3$ , 2.  $\alpha - Al_2O_3$ , 3.  $\gamma - Al_2O_3$ , 4.  $Al_2O_3$  b) 1.  $c - ZrO_2$ ,  
2.  $t - ZrO_2$ , 3.  $o - ZrO_2$

Figura 3.24: Patrones de difracción de recubrimientos obtenidos con a) Alúmina nanométrica aglomerada. b) Recubrimientos de circonita nanométrica aglomerada. Fuente: el autor.

Tabla 3.16: Porcentaje de las fases de los recubrimientos obtenidos con los polvos aglomerados.

Código muestra	Porcentaje de las fases (%)			
	$Al_2O_3$ Aglomerado	$\eta - Al_2O_3$	$\alpha - Al_2O_3$	$\gamma - Al_2O_3$
36,6		28,4	21,1	13,0
8YSZAglomerado	$c - ZrO_2$	$t - ZrO_2$	$o - ZrO_2$	
	83	14,1	2,9	

Fuente: el autor.

### 3.7 MORFOLOGÍA DE LOS RECUBRIMIENTOS

#### 3.7.1 Recubrimientos obtenidos como capa de anclaje

En la Figura 3.25, se presenta la morfología del recubrimiento de la capa de anclaje, se observan las lamellas formadas por partículas completamente fundidas de diferentes tamaños, así como defectos de apilamiento y microporos propios de este tipo de recubrimientos. El espesor promedio es de  $249 \mu m$ , con una porosidad promedio de  $4,9 \pm 1,6 \%$ , la cual es inferior a la reportada por otros autores ( $7,2 \pm 1,6 \%$  y  $23,7 \pm 3,4 \%$ ) para recubrimientos similares [15, 65]. Lo anterior permite inferir que los parámetros utilizados para la proyección de esta capa (ver Tabla 3.9) son adecuados, ya que permiten fundir la mayor cantidad de partículas del polvo de partida y tener una buena mojabilidad con el sustrato, con una menor porosidad.

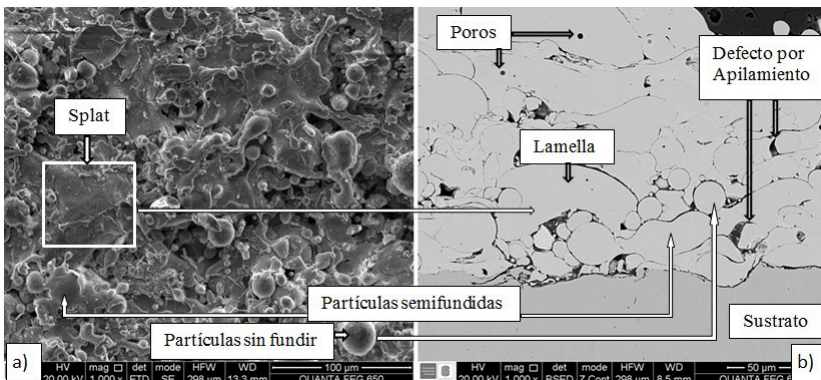


Figura 3.25: Micrografías MEB de la estructura del recubrimiento obtenido para capa de anclaje a partir de polvos de una aleación base Ni. a) Parte superficial del recubrimiento. b) Imagen del corte transversal del mismo recubrimiento. Fuente: el autor.

### 3.7.2 Recubrimientos obtenidos con el polvo circonita-alúmina

En las Figuras 3.26 y 3.27, se presenta la morfología de los recubrimientos obtenidos con llamas oxidantes (O8, O9, O10) y con llamas superoxidantes (SO8, SO9, SO10), respectivamente. La parte a) de las figuras corresponde a la superficie del recubrimiento, donde se aprecian principalmente aspectos como: *splats* (1), zonas bimodales (2), grietas (3), burbujas (4) y defectos de apilamiento (5). Mientras que la parte b) corresponde a la micrografía de un corte transversal del recubrimiento, en la cual se observan: lamellas (1), zonas bimodales (2), grietas (3), poros (4), defectos de apilamiento (5) y el sustrato (6). Los *splats* son formados por partículas fundidas que al chocar con la superficie se aplanan en forma de disco o salpicadura. Las lamellas son el resultado de las partículas bien fundidas y se forman paralelas al sustrato. Las zonas bimodales provienen de partículas nanométricas aglomeradas (ver Figura 3.6), que forman las partículas micrométricas, las cuales al pasar por la llama se funden parcialmente, quedando partículas sin fundir atrapadas por otras que se han fundido completamente. La formación de dichas zonas también fue reportada por A. González et al. [10], para recubrimientos conseguidos con el mismo polvo, pero donde se usó plasma atmosférico para la obtención de los recubrimientos. Dichas zonas bimodales mejoran las propiedades mecánicas de los recubrimientos, como la resistencia a la fractura, ya que impiden la propagación de grietas al disiparse la energía en las zonas nanométricas [10]. Cuando las partículas alcanzan su temperatura de fusión, empiezan rápidamente a fundirse y evaporarse, lo que ocasiona que se formen burbujas, al enfriarse rápidamente [6]. Las grietas se generan por el impacto y la rápida solidificación de los *splat* y son típicas de este tipo de recubrimientos [6, 15, 70]. Los defectos de apilamiento suceden por las irregularidades del sustrato o de capas previamente depositadas [10]. Los poros circulares corresponden a burbujas provenientes de la evaporación parcial de las partículas.

En las imágenes de las Figuras 3.26 y 3.27, aparecen zonas de color blanco, gris oscuro y gris claro; donde las zonas blancas corresponden a la fase de  $ZrO_2$ , las de color gris oscuro a la fase de  $Al_2O_3$  y las lamellas de color gris claro están asociadas a una solución sólida de  $ZrO_2$  y  $Al_2O_3$ . Algunos investigadores reportan resultados similares en recubrimientos hechos con el mismo polvo, pero usando proyección térmica por plasma APS convencional y el material de aporte en polvo y en suspensiones [69, 71].

Se encontraron porosidades de aproximadamente el 5 % para los recubrimientos logrados con una llama oxidante y entre el 6 y 9 % para la llama súperoxidante (ver Tabla 3.17). Lo que deja ver una relación entre la porosidad y el tipo de llama, donde la porosidad para los recubrimientos conseguidos con llamas oxidantes es menor que para las obtenidas con llamas superoxidantes. Este comportamiento también fue encontrado por C. Cano et al., quienes observaron que al bajar la temperatura de la llama, el tamaño del *splat* disminuye y la cantidad de partículas sin fundir aumenta y, por lo tanto, la porosidad se incrementa; sin embargo, también influye la distancia de proyección [26].

En la Tabla 3.17 se encuentran los datos de porosidad, tamaño de poro y densidad para los recubrimientos obtenidos con el polvo “circona-alúmina”. Los resultados muestran que la porosidad tiende a disminuir al aumentar la distancia de proyección en los recubrimientos conseguidos con llamas superoxidantes, ver Figura 3.28. Esto se debe a que al aumentar la distancia entre el sustrato y la boquilla de la antorcha, las partículas permanecen más tiempo en la llama, lo que facilita la fusión de un mayor número de partículas y como resultado se tiene un recubrimiento más uniforme. Las porosidades encontradas son menores con respecto a las reportadas por A. González et al., entre 15 y 18 % aproximadamente [72], quienes hicieron recubrimientos con el mismo polvo e igual técnica pero con parámetros de proyección diferentes. El área de poro es mayor para los recubrimientos obtenidos con llamas superoxidantes, esto se debe a que, como se mencionó, hay un mayor número de partículas semifundidas, lo que ocasiona defectos de apilamiento.

Tabla 3.17: Propiedades físicas de los recubrimientos cerámicos.

Muestra	Área promedio( $\mu\text{m}^2$ )	% Porosidad	Densidad $\text{kg}/\text{m}^3$
O8	14,9±1,2	5,3±0,9	5884,5
O9	15,4±1,7	5,1±0,9	6272,6
O10	16,1±1,6	5,4±1,2	6281,6
SO8	18,2±1,3	9,1±1,1	5918,7
SO9	17,7±1,5	6,9±1,1	5924,2
SO10	17,0±1,9	5,8±0,9	6153,6
$\text{Al}_2\text{O}_3$ Aglomerado	15,56±2,1	5,38±1,4	5657,9
8YSZ <sub>Aglomerado</sub>	15,27±2,2	6,71±1,7	6620,9

Fuente: el autor.

En conclusión, los recubrimientos logrados con llamas superoxidantes tienen una mayor porosidad, la cual disminuye con la distancia de proyección; así mismo, el tamaño de poro es mayor para estos recubrimientos. La condición en la cual se obtiene una mayor porosidad es para una llama superoxidante a una distancia de 8cm (SO8). Esto se aprecia también en la Figura 3.27, donde hay una mayor cantidad de poros en la superficie del recubrimiento, lo cual es predicho también por la simulación de la sección 3.4.1, donde bajo esta condición se presenta mayor probabilidad de salpicadura.

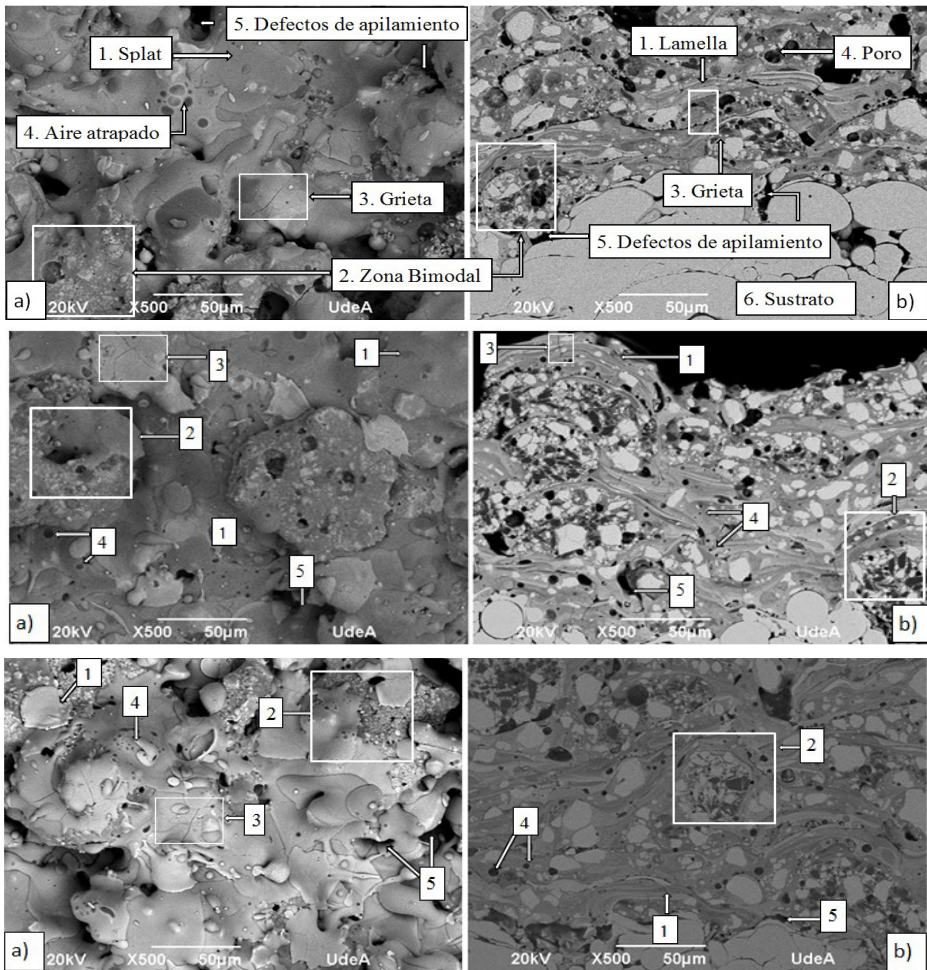


Figura 3.26: Micrografías MEB de la estructura de los recubrimientos obtenidos con los polvos de “circonita-alúmina” con llama oxidante a tres distancias de proyección 8, 9 y 10cm. (O8, O9, O10). Fuente: el autor.



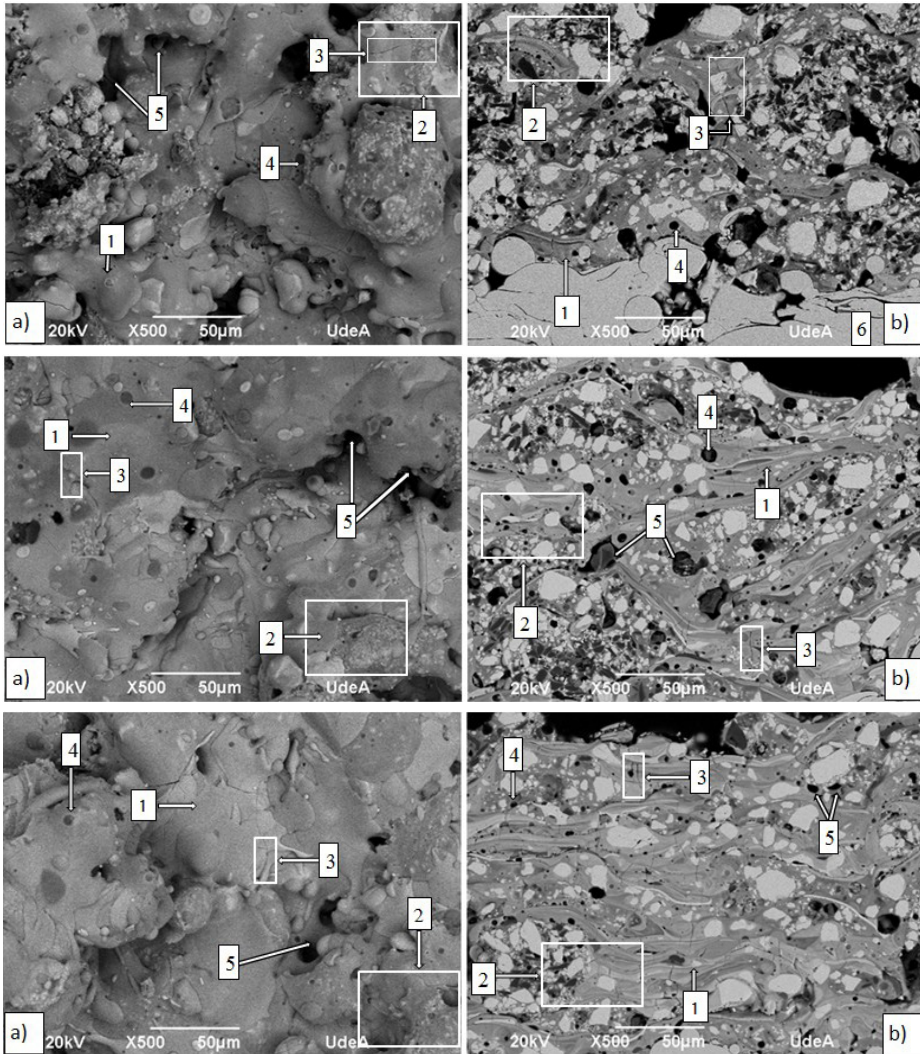


Figura 3.27: Micrografías MEB de la estructura de los recubrimientos obtenidos con los polvos de “circona-alúmina”, con llama súperoxidante a tres distancias de proyección 8, 9 y 10cm.(SO8, SO9, SO10). Fuente: el autor.

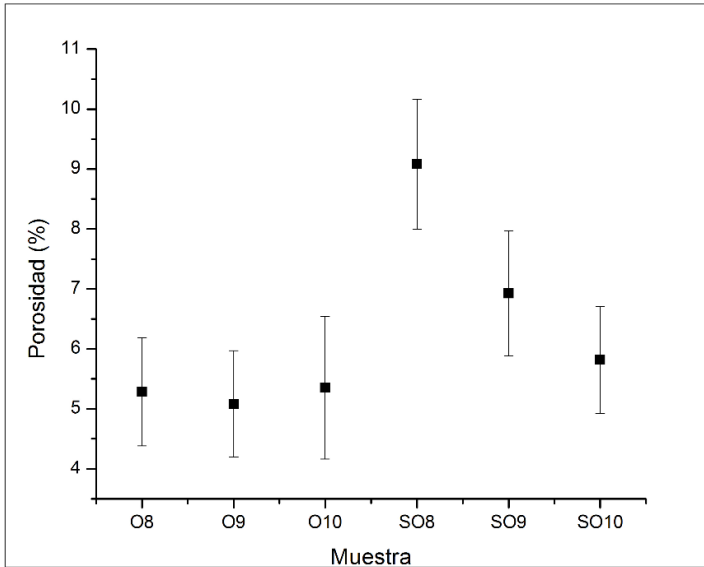


Figura 3.28: Porosidad de los recubrimientos conseguidos con el polvo circonita-alúmina, con llamas oxidante y súperoxidante a las diferentes distancias de trabajo. Fuente: el autor.

### 3.7.3 Recubrimientos obtenidos con los polvos nanométricos aglomerados

#### $Al_2O_3$ <sub>Aglomerado</sub> y 8YSZ<sub>Aglomerado</sub>

En las Figuras 3.29, 3.30, se encuentra la morfología de los recubrimientos obtenidos con los polvos nanométricos aglomerados de  $Al_2O_3$ <sub>Aglomerado</sub> y 8YSZ<sub>Aglomerado</sub>, respectivamente. Los recubrimientos de  $Al_2O_3$ <sub>Aglomerado</sub>, en su superficie muestran *splat* en forma de disco, lo que indica que las partículas aglomeradas fueron fundidas; sin embargo, en el interior de estos discos se encuentran partículas nanométricas sin fundir, que dan lugar a la formación de zonas bimodales. El recubrimiento se ve uniforme con grietas en el interior de las lamellas, generadas por el impacto y el rápido enfriamiento; no se aprecian mayores defectos por apilamiento, se observan huellas de burbujas formadas por material evaporado, lo que permite decir que algunas partículas se fundieron, por lo menos el 70 % [6]. En cuanto a la morfología de la sección transversal, se aprecian las lamellas completamente diferenciadas muy ordenadas. De igual manera se observan microgrietas transversales interlamellares. Las estructuras bimodales no se diferencian debido al acabado a espejo de la superficie. Recubrimientos similares fueron conseguidos por



J. Nohava et al. [73], para recubrimientos de alúmina pero con partículas de polvo de 30 a 80  $\mu\text{m}$ , lo que les permitió obtener recubrimientos de 1,23 mm de espesor y porosidades de 6,3 %.

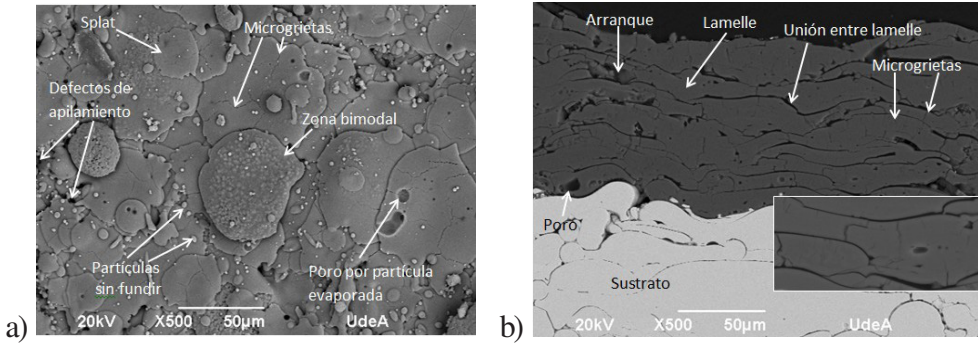


Figura 3.29: Micrográficas MEB de la estructura de los recubrimientos obtenidos con los polvos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Aglomerado. a) Superficie del recubrimiento. b) Morfología por la parte transversal. Fuente: el autor.

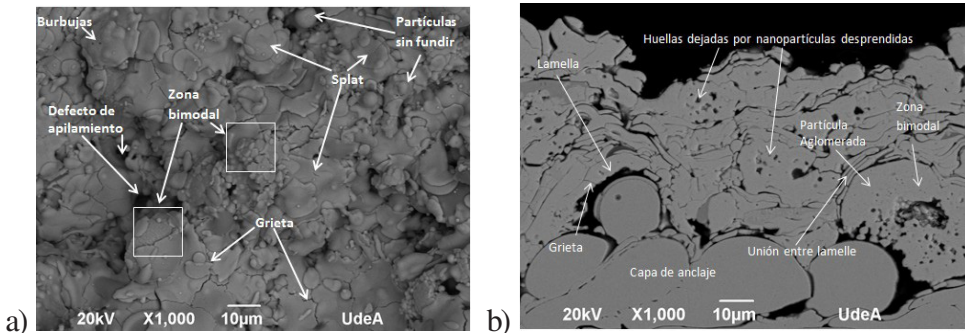


Figura 3.30: Micrográficas MEB de la estructura de los recubrimientos obtenidos con los polvos de  $8\text{YSZ}$  Aglomerado. a) Superficie del recubrimiento. b) Morfología por la parte transversal. Fuente: el autor.

Con respecto a los recubrimientos  $8\text{YSZ}$  Aglomerado, se observan las estructuras bimodales formadas por partículas aglomeradas semifundidas, también se notan *splat* en forma de disco, formadas por las partículas pequeñas que se fundieron completamente. Por la cara transversal se aprecia la falta de mojabilidad con el sustrato, debido a las partículas semifundidas que no logran acomodarse a las imperfecciones de este, además aparecen grietas que atraviesan el recubrimiento e interlamellares. Por otro lado, el recubrimiento no tiene un espesor uniforme.

En conclusión, la energía suministrada a las partículas porosas de alúmina aglomerada fue suficiente para fundir las partículas y obtener estructuras bimodales. Para los recubrimientos obtenidos con partículas densas de la circonita aglomerada, se puede concluir que la energía suministrada a las partículas no alcanzó para lograr un mayor porcentaje de fusión del polvo, lo cual obedece al alto punto de fusión de la circonita y a que las partículas son densas.

### 3.8. PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS

La Figura 3.31 muestra las curvas características para la dureza de recubrimientos cerámicos versus la carga aplicada. Las curvas indican un comportamiento típico para un cerámico frágil, con una sobrestimación de la dureza para bajas cargas, la cual es debida a la recuperación elástica excesiva y a una subestimación con cargas altas por fractura del cerámico. La “carga crítica”, se presentó en la zona donde se estabiliza el valor de dureza; para el caso de los recubrimientos obtenidos con llamas oxidantes, dicha carga está entre 115 y 150 g, por lo que se escogió una carga de 120 g para determinar la dureza. De igual manera, para recubrimientos obtenidos con llamas superoxidantes la carga está entre 120 y 180 g, se escogió un valor de 150 g para determinar la dureza. Es de notar que los valores de desviación estándar son altos debido a los defectos estructurales propios de este tipo de recubrimientos, lo que ocasiona que las propiedades mecánicas de materiales con la misma composición química sean diferentes.

En la Figura 3.32 se muestran curvas de dureza versus carga, características para los recubrimientos  $Al_2O_3$  Aglomerada y de 8YSZ Aglomerado. Para los recubrimientos de alúmina, la dureza se estabiliza para cargas entre 90 y 110 g, por lo que se escogió una carga crítica de 100 g para determinar su dureza. De la misma forma, para los recubrimientos de circonita la dureza tiende a estabilizarse con una carga entre 50 y 65 g, por lo que se escoge una carga de 60 g. Se aprecia una mayor dispersión en los datos del recubrimiento 8YSZ Aglomerado de donde se puede inferir que este tiene una mayor cantidad de defectos estructurales.

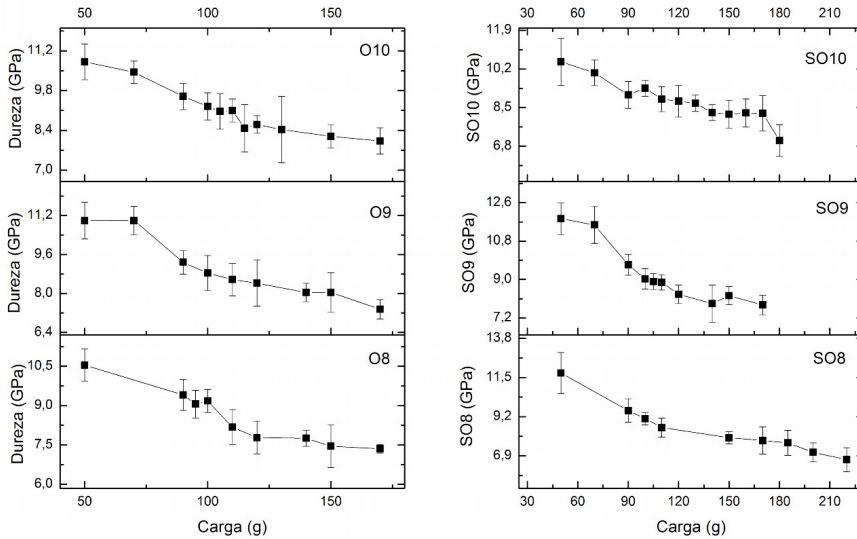


Figura 3.31: Curva característica para determinar la carga crítica de los recubrimientos de “circona-alúmina”. Fuente: el autor.

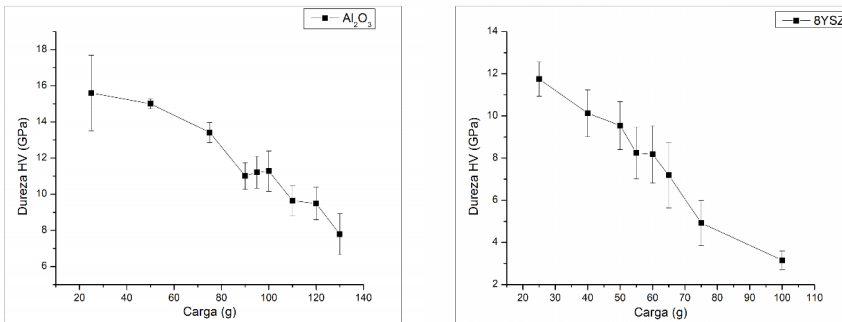


Figura 3.32: Curvas características para determinar la carga crítica de los recubrimientos de  $Al_2O_3$  Aglomerada y 8YSZ Aglomerado. Fuente: el autor.

En la Tabla 3.18, están las propiedades medidas por microindentación. Los valores de microdureza están en un rango  $7,8 \pm 0,6$  y  $8,6 \pm 0,4$  GPa. Es conocido que la medida de la microdureza en recubrimientos obtenidos por proyección térmica es ampliamente afectada por los defectos propios de este tipo de recubrimientos [6, 15] y por la microestructura; los resultados aquí lo confirman; por ejemplo, el recubrimiento SO8 presenta el mayor porcentaje de

fase dura  $\alpha - Al_2O_3$ , el menor porcentaje de fase blanda  $\gamma - Al_2O_3$ , y a su vez es el recubrimiento que presenta mayor grado de porosidad, lo que hace que el valor efectivo de la dureza baje. En el caso del recubrimiento SO10 tiene el porcentaje de fase  $\gamma$  más alto, sin embargo es 64 % menos poroso que el SO8, lo que hace que la dureza aumente, de esta manera se compensa la porosidad y el porcentaje de fase dura y blanda de la alúmina y como resultado se obtienen valores de dureza similares. A. González et al., hicieron recubrimientos con el mismo polvo por proyección térmica por llama FS, obtuvieron durezas entre 2,02 y 6,22 *GPa* [69]. Los mismos autores, en otra de sus investigaciones, reportan durezas de 10,1 *GPa* para recubrimientos conseguidos con el mismo polvo pero por proyección térmica por plasma atmosférico APS, la cual es superior a la encontrada en este trabajo; esto se justifica en un menor porcentaje de porosidad y una mayor cantidad de partículas fundidas, lo cual es propio para recubrimientos obtenidos por APS [44].

En el caso de los recubrimientos conseguidos con polvos nanométricos aglomerados  $Al_2O_3$ *Aglomerada* y 8YSZ*Aglomerado*, se obtuvo un valor de  $8,1 \pm 0,9$  *GPa* y de  $6,1 \pm 1,1$  *GPa* respectivamente. El bajo valor de la dureza de la alúmina se debe al mayor porcentaje de fase gamma presente en el recubrimiento en relación con la concentración de la fase metaestable  $\eta$  y la fase  $\alpha$ . Con respecto al resultado para el recubrimiento de circonita, se justifica en la presencia de un gran número de defectos estructurales, debido a que existe gran cantidad de partículas semifundidas. Los valores que pueden alcanzar la alúmina y la circonita son 15,7 *GPa* y 13,24 *GPa*, respectivamente [74].

### 3.8.1 Módulo de elasticidad

La dureza Knoop (*HK*), para los recubrimientos de “circonita-alúmina” se determinó con una carga de 500 g, y para los recubrimientos de polvos aglomerados  $Al_2O_3$ *Aglomerada* y 8YSZ*Aglomerado*, con una carga de 300 g.

Para los recubrimientos de “circonita-alúmina” el que obtuvo mayor módulo de elasticidad fue el O9, es decir, el obtenido con una distancia de 9 cm con una llama oxidante. Con respecto a la tenacidad a la fractura, el recubrimiento de “circonita-alúmina” que logró mayor tenacidad fue el SO9, el cual también obtuvo el mayor porcentaje de fase tetragonal y cúbica de la circonita. Estas fases son las que le confieren mayor tenacidad a la fractura.

Tabla 3.18: Propiedades mecánicas de los recubrimientos cerámicos.

Muestra	Microdureza HV (GPa)	Módulo de elasticidad E (GPa)	Tasa desgaste $\times 10^{-4}$ [mm <sup>3</sup> /Nm]	Tenacidad a la fractura $\times 10^{-5}$ MPa√m
O8	7,8 ± 0,6	68,6 ± 16,0	1,23 ± 0,13	2,26 ± 0,726
O9	8,4 ± 0,9	130,2 ± 29,7	1,73 ± 0,313	2,72 ± 0,645
O10	8,6 ± 0,3	81,6 ± 19,6	1,31 ± 0,2	3,37 ± 0,760
SO8	8,0 ± 0,4	89,7 ± 36,9	1,25 ± 0,75	3,27 ± 0,571
SO9	8,3 ± 0,4	82,2 ± 15,0	2,12 ± 0,197	3,67 ± 0,836
SO10	8,2 ± 0,6	74,2 ± 19,9	2,07 ± 0,456	2,87 ± 0,114
<i>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>A<sub>glo</sub></i>	8,1 ± 0,9	88,5 ± 23	7,68 ± 4,81	1,21 ± 0,501
<i>8YSZA<sub>glo</sub></i>	6,1 ± 1,1	46,6 ± 13,8	8,6 ± 1,01	1,95 ± 0,534

Fuente: el autor.

La dispersión de datos de microdureza, módulo de elasticidad y tenacidad a la fractura se trató usando el análisis estadístico de Weibull. La función de distribución Weibull está dada por:

$$\ln \left\{ \ln \left[ \frac{1}{1 - F(x)} \right] \right\} = \beta [\ln(x) - \ln(x_0)] \tag{3.1}$$

Donde F(x) es la función de densidad acumulada de probabilidad; x es la propiedad para analizar; x<sub>0</sub> es el factor de escala y β es el módulo de Weibull. Una gráfica de Weibull, se puede conseguir a partir de la Ecuación 3.1 de la cual se obtiene el módulo de Weibull que es la pendiente de la curva de la probabilidad acumulada. El módulo de Weibull refleja la dispersión de los datos dentro de la distribución, un módulo de Weibull alto representa una buena confiabilidad del diseño, una pendiente abrupta significa un cerámico con un rango angosto de tamaño de defectos, lo que ayuda con el diseño de componentes mas confiables [75]. Cuanto mayor sea el valor β, menor será el grado de dispersión de la propiedad, un módulo de Weibull entre 10 y 20 es propio de cerámicos avanzados [75], lo que indica mayor homogeneidad de la microestructura. Algunos autores, como [76], incluyen este tipo de análisis.

En las Figuras 3.33 a la 3.40, se observan las curvas del modelo estadístico Weibull para las propiedades mecánicas de los recubrimientos. En ellas se aprecia una distribución de Weibull monomodal para todas las propiedades mecánicas, lo cual es característico de este tipo de recubrimientos. Los

resultados de microindentación estuvieron influenciados por la presencia de la estructura bimodal y por la morfología no uniforme de los recubrimientos, la cual no aparece reflejada en la distribución Weibull debido a que el área del contacto del indentador abarca zonas monomodales y bimodales. El módulo de Weibull muestra que la dureza para este tipo de recubrimientos es bastante uniforme, pues en todos los casos se obtiene una constante de Weibull superior a 10, teniendo en cuenta que para cerámicos avanzados está constante esta entre 10 y 20. No ocurre lo mismo con el módulo de elasticidad y la tenacidad a la fractura, aunque el recubrimiento SO8, tiene un módulo cercano a 10, lo que indica que esta propiedad es más uniforme que en los otros recubrimientos.

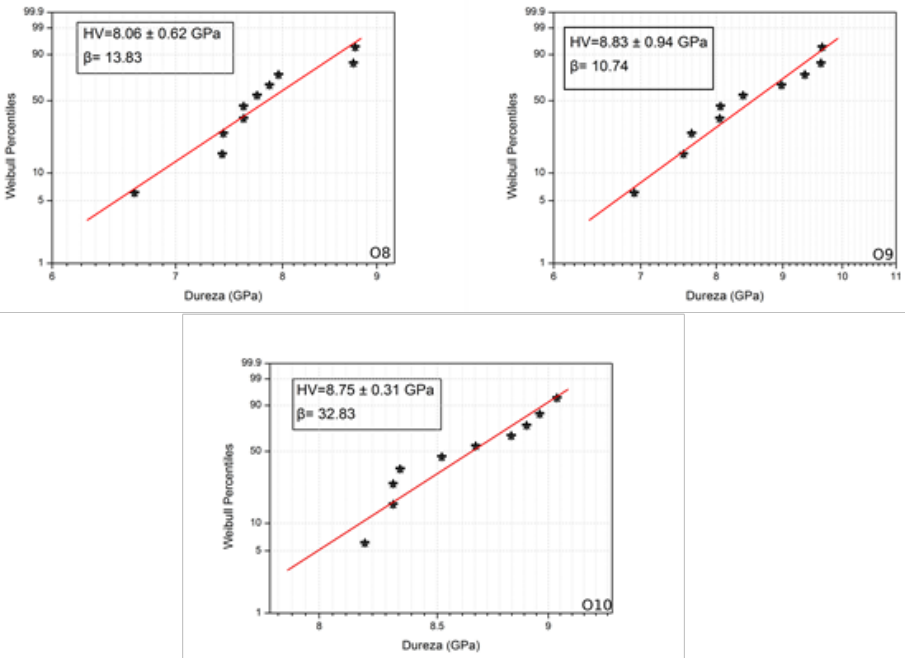


Figura 3.33: Curvas del modelo estadístico Weibull para la dureza de los recubrimientos nombrados como O8, O9 y O10. Fuente: el autor.



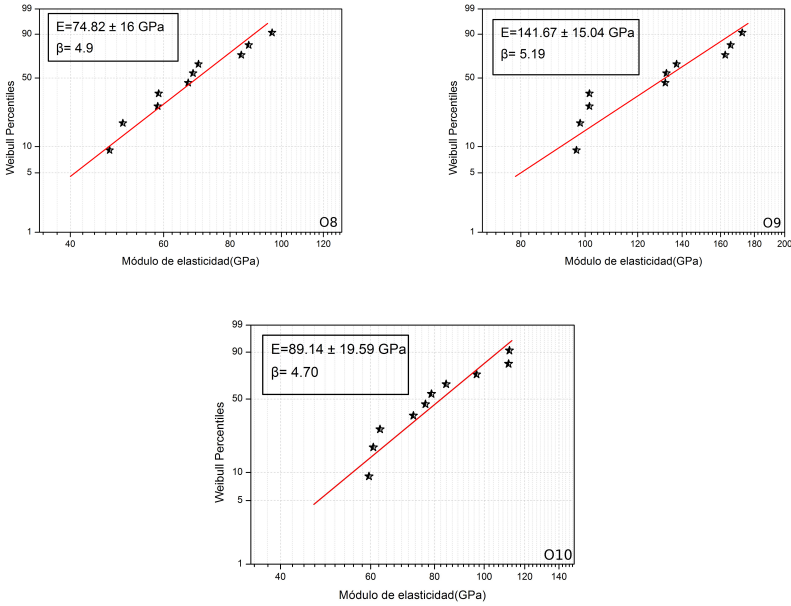


Figura 3.34: Curvas del modelo estadístico Weibull para el módulo de elasticidad de los recubrimientos nombrados como O8, O9 y O10. Fuente: el autor.

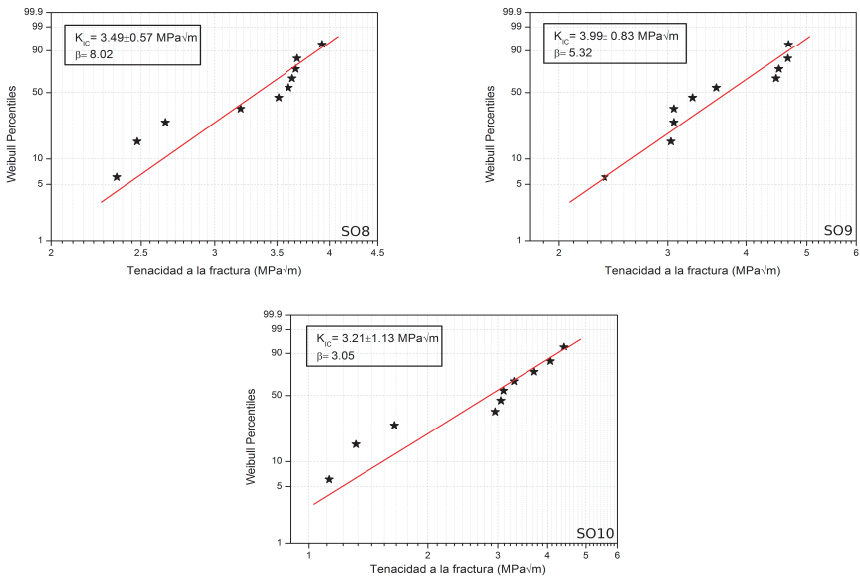
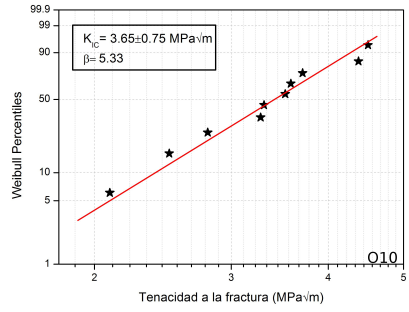
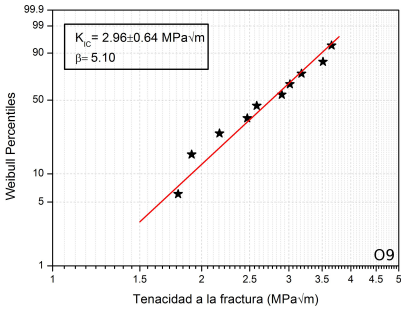


Figura 3.35: Curvas del modelo estadístico Weibull para la tenacidad a la fractura de los recubrimientos nombrados como SO8, SO9, SO10, O9 Y O10. Fuente: el autor.



Continuación Figura 3.35.

De acuerdo con la Figura 3.39, el módulo de Weibull para la dureza de los recubrimientos de  $Al_2O_3$  Aglomerada, es alto y se comporta como materiales avanzados, mientras que para los recubrimientos de  $8YSZ$  Aglomerado el módulo de Weibull tiene valores de cerámicos convencionales. Este valor se puede mejorar al cambiar los parámetros de proyección de tal forma que se fundan un mayor número de partículas aglomeradas.

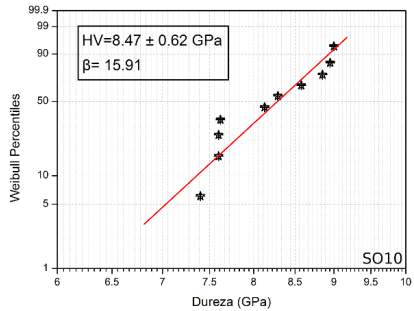
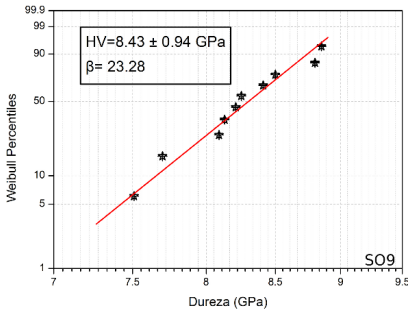


Figura 3.36: Curvas del modelo estadístico Weibull para la dureza de los recubrimientos nombrados como SO9 y SO10. Fuente: el autor.

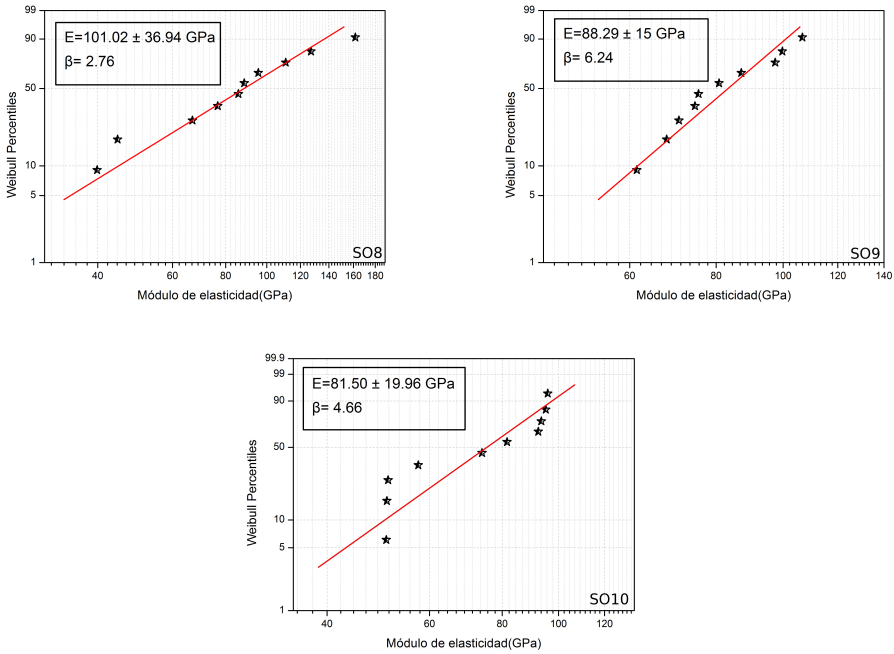


Figura 3.37: Curvas del modelo estadístico Weibull para el módulo de elasticidad de los recubrimientos nombrados como SO8, SO9 y SO10. Fuente: el autor.

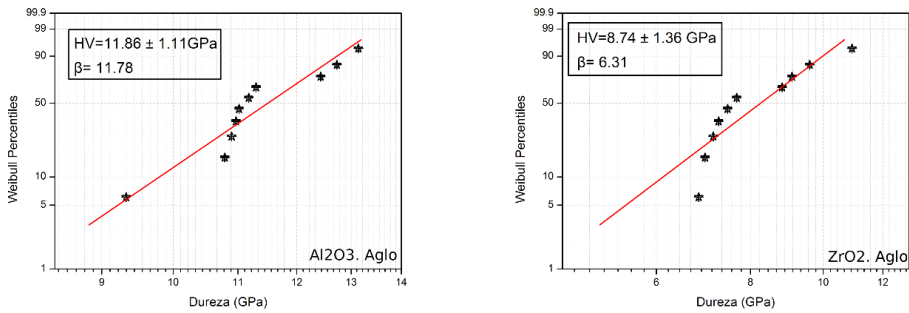


Figura 3.38: Curvas del modelo estadístico Weibull para la dureza de los recubrimientos de  $Al_2O_3$  Aglomerada y  $8YSZ$  Aglomerado. Fuente: el autor.

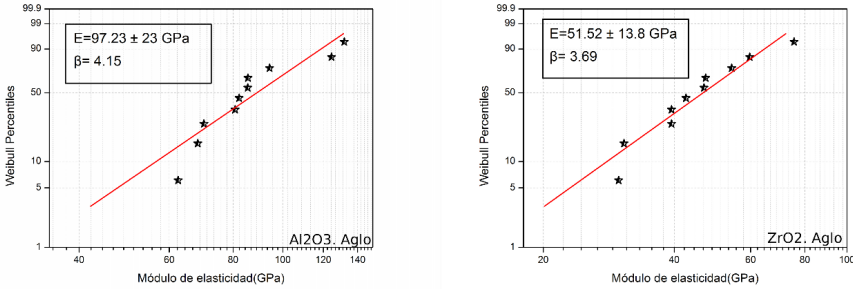


Figura 3.39: Curvas del modelo estadístico Weibull para el módulo de elasticidad de los recubrimientos de  $Al_2O_3$  Aglomerada y  $8YSZ$  Aglomerado. Fuente: el autor.

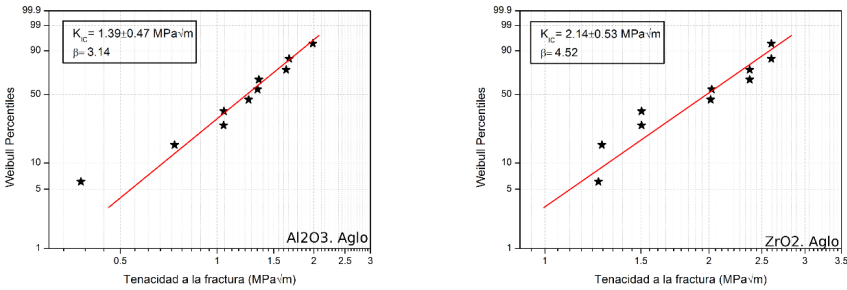


Figura 3.40: Curvas del modelo estadístico Weibull para la tenacidad a la fractura de los recubrimiento de  $Al_2O_3$  Aglomerada y  $8YSZ$  Aglomerado. Fuente: el autor.

### 3.9 EVALUACIÓN TRIBOLÓGICA DE LOS RECUBRIMIENTOS

De los resultados para la resistencia al desgaste mostrados en la Tabla 3.18 se aprecia que el desgaste para los recubrimientos de circona-alúmina es del mismo orden de magnitud, oscilando entre  $1,2$  y  $2 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ , resultados que son mayores que los reportados por A. González et al, [69] de  $(4,6 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm})$ , y del mismo orden de magnitud que los informados por J. Suffner et al. [71] de  $(1,103 \pm 0,17 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm})$ , para este mismo tipo de recubrimiento, pero obtenidos mediante proyección térmica por plasma atmosférico APS. En la Figura 3.41 se presenta la morfología usando MEB de la superficie de la pista de desgaste producida durante el ensayo para una de las muestras. En esta se aprecian zonas de deformaciones dúctiles, las cuales

fueron causadas por contacto entre el recubrimiento y la bola de alúmina usada como contracuerpo [77]. Este fenómeno generó un arrancamiento de partículas (debris) y marcas de abrasión en la superficie de deslizamiento (surcos). Las partículas arrancadas, también generaron deformación plástica, donde aquellas más duras araron la superficie más blanda produciendo cantos, que se aplanaron por el contacto de las continuas pasadas de la bola y formaron protuberancias que se convirtieron en escamas de desgaste por deformación plástica [77]. En la Figura 3.42, aparece la reconstrucción, con un analizador de imágenes, de la huella dejada por las múltiples pasadas de la esfera de alúmina, y en la Figura 3.43, aparece el perfil de la huella dejada, con la que se calculó la tasa de desgaste.

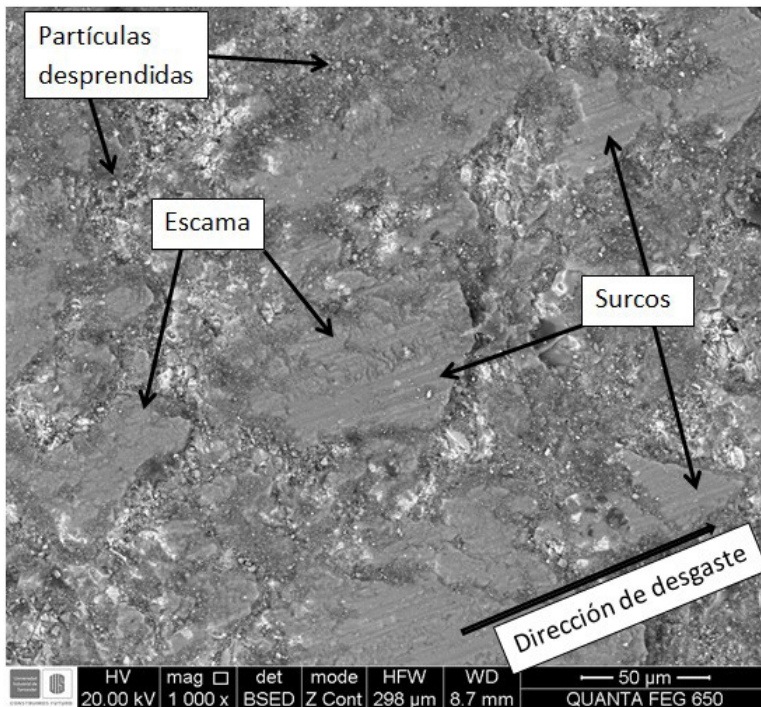


Figura 3.41: Micrografía MEB del perfil de la ranura de desgaste. Fuente: el autor.

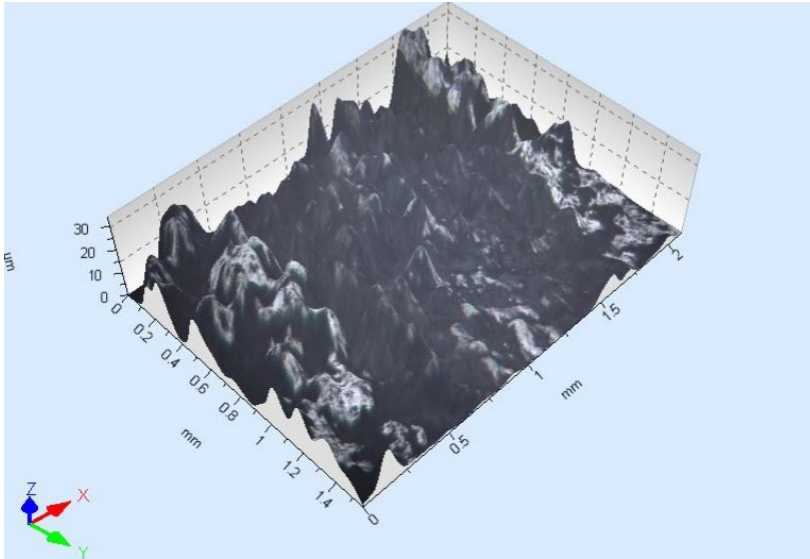


Figura 3.42: Reconstrucción en 3D del camino de desgaste de los ensayos de bola-disco. Fuente: el autor.

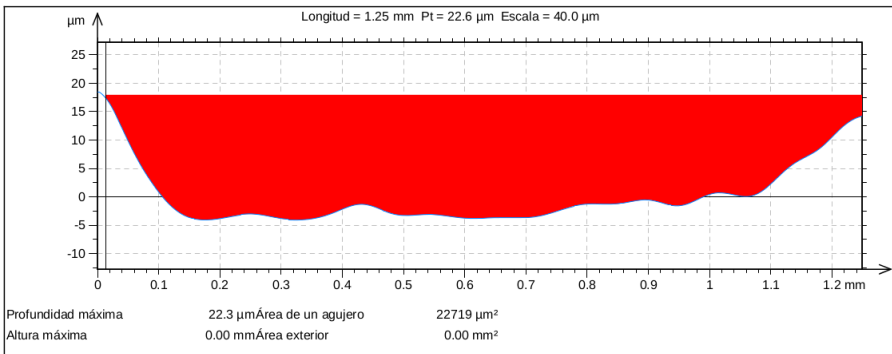


Figura 3.43: Perfil de la huella de desgaste. Fuente: el autor.

Los resultados con respecto al coeficiente de rozamiento entre los recubrimiento y la esfera de alúmina se encuentran ilustrados en la Figuras 3.44 y 3.45. Con relación a los recubrimientos conseguidos con llama superoxidante, presentan un menor coeficiente de rozamiento cuando los recubrimientos son obtenidos a distancias de 9 y 10 cm. En cuanto a los recubrimientos adquiridos con los polvos nanométricos aglomerados el que presenta un menor coeficiente de rozamiento es el recubrimiento 8YSZ<sub>Aglomerado</sub>.



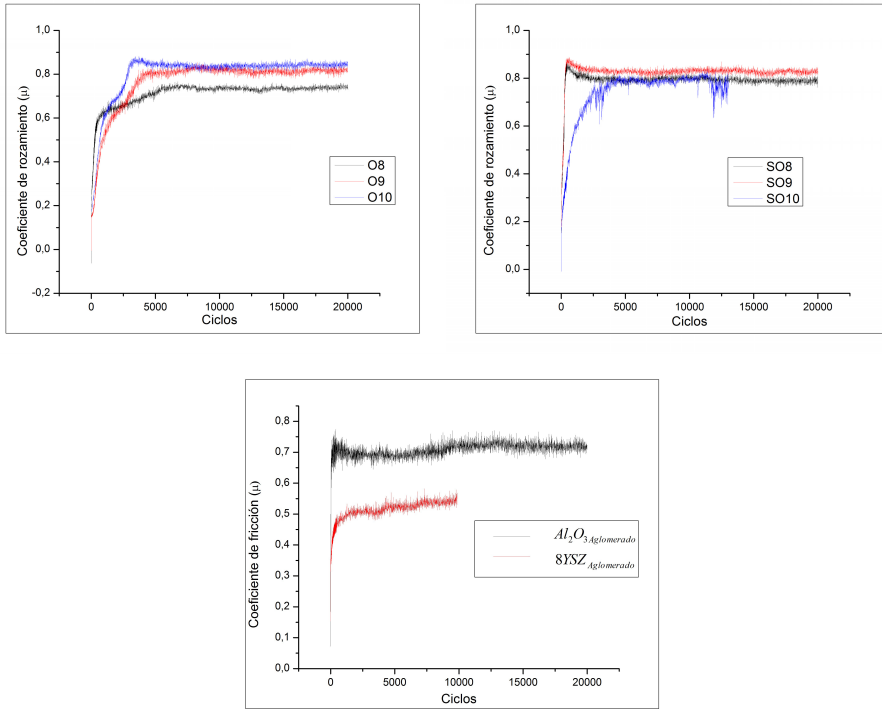


Figura 3.44: Coeficiente de rozamiento. a) Recubrimientos de circona-alúmina obtenidos con llama oxidante. b) Recubrimientos de circona-alúmina conseguidos con llama súperoxidante. c) Recubrimientos de circona y alúmina nanométrica aglomerada, obtenidos con llama oxidante. Fuente: el autor.

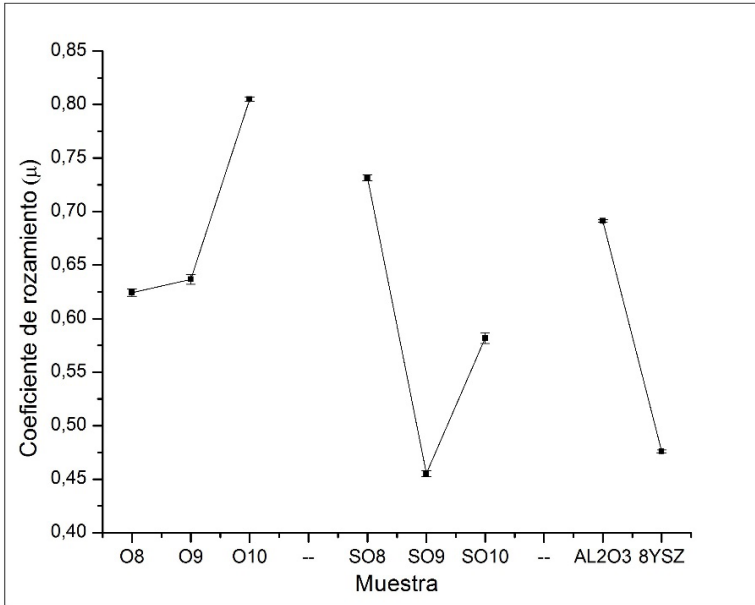


Figura 3.45: Coeficiente de rozamiento promedio para cada uno de los recubrimientos analizados. Fuente: el autor.

### 3.10 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES TÉRMICAS

Las propiedades térmicas se resumen en las Tablas 3.19, 3.20 y 3.21 y se ilustran en las Figuras 3.46, 3.47 y 3.48 con lo cual se hace el siguiente análisis:

Con respecto a la difusividad térmica, se aprecia que esta disminuye con la temperatura, es decir, que al aumentar la temperatura se dificulta el paso de la energía calórica a través del recubrimiento. La difusividad térmica es menor en todos los casos, al compararla con la del acero desnudo de  $16 \times 10^{-2} \text{ cm}^2/\text{s}$ , lo que indica que los recubrimientos dificultan el paso de la energía calórica en al menos un orden de magnitud. Con respecto a los recubrimientos obtenidos con los polvos de zircona-alúmina, el recubrimiento que presenta menor difusividad es el SO8.

Tabla 3.19: Difusividad térmica efectiva de recubrimientos cerámicos proyectados sobre la capa de anclaje.

Muestra	Difusividad térmica ( $\times 10^{-3} \text{cm}^2/\text{s}$ )			
	323	373	423	473
O8	28,0±0,42	28,0±0,12	26,6±0,13	26,5±0,15
O9	43,9±1,59	40,3±2,06	31,5±1,29	24,9±2,01
O10	35,2	32,5±0,36	29,6±0,15	28,5±0,01
SO8	18,33±0,06	18,33±0,06	15,63±0,12	14,80±0,78
SO9	30,2±1,02	30,6±0,15	29,7±0,35	28,7±0,47
SO10	31,5±1,76	21,3±13,8	25,0±6,19	29,9±2,48
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Aglomerado	20	17,3	15,0±0,57	11,4±5,69
8YSZ <sub>Aglomerado</sub>	55,2±0,72	49,9±0,5,29	33,2±1,74	36,4±6,12

Fuente: el autor.

Tabla 3.20: Conductividad térmica efectiva de recubrimientos cerámicos proyectados sobre la capa de anclaje.

Muestra	Conductividad térmica (W/mK)			
	323	373	423	473
Temperatura(K)				
O8	9,47	10,7	10,9	11,09
O9	9,07	11,28	11,41	8,11
O10	NL	8,14	8,41	7,87
SO8	5,39	5,8	6,24	5,94
SO9	9,16	9,96	10,38	10,44
SO10	7,12	7,23	8,48	13,98
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Aglomerado	6,13	6,55	7,76	7,23
8YSZ <sub>Aglomerado</sub>	10,59	11,87	11,21	13,93

Fuente: el autor.

Tabla 3.21: Calor específico de recubrimientos cerámicos proyectados sobre la capa de anclaje.

Muestra	Calor específico (J/KgK)			
Temperatura(K)	323	373	423	473
O8	573,6	648,8	695,2	712,7
O9	329,9	446,2	576,8	519,1
O10	NL	398,8	452,2	439,1
SO8	496,7	576,6	672,6	677,1
SO9	512,5	550	589,9	612,5
SO10	366,8	531,4	549	759,2
$Al_2O_3$ Agglomerado	542,3	668,8	911,4	1126,2
8YSZAgglomerado	289,3	359,2	509,8	580,1

Fuente: el autor.

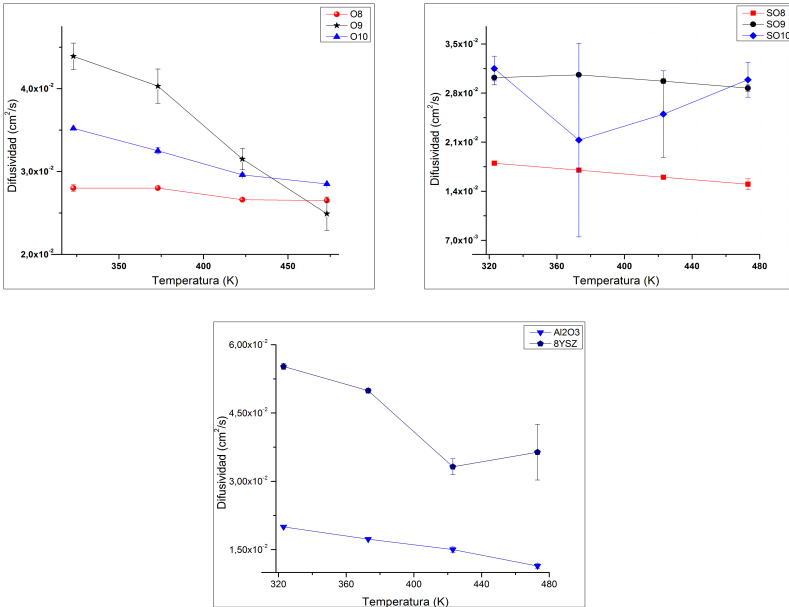


Figura 3.46: Difusividad térmica de los recubrimientos en función de la temperatura. Fuente: el autor.

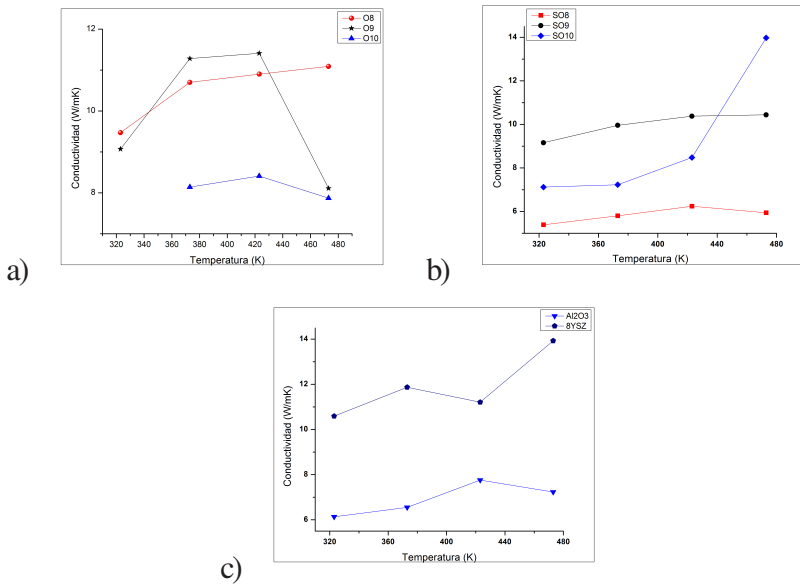


Figura 3.47: Conductividad térmica de los recubrimientos en función de la temperatura. a) Recubrimientos con llamas oxidantes. b) Recubrimientos con llamas superoxidantes. c) a) Recubrimientos de alúmina y circona aglomerada. Fuente: el autor.

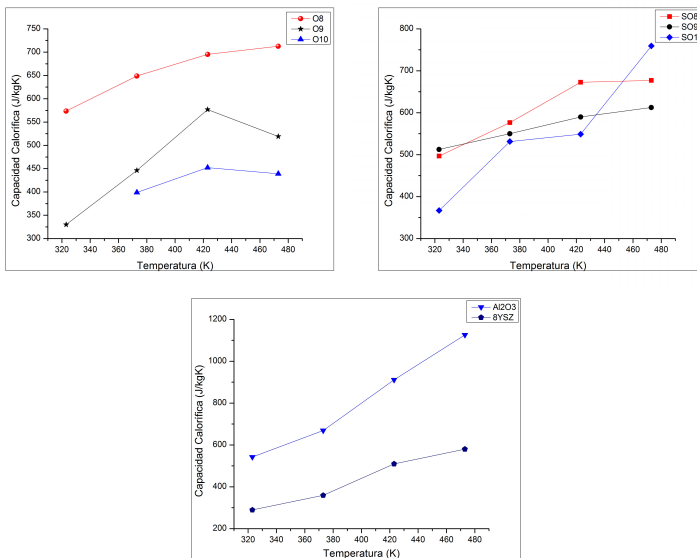


Figura 3.48: Calor específico de los recubrimientos en función de la temperatura. a) Recubrimientos con llamas oxidantes. b) Recubrimientos con llamas superoxidantes. c) a) Recubrimientos de alúmina y circona aglomerada. Fuente: el autor.

Los resultados de conductividad térmica muestran que esta aumenta con la temperatura; al comparar la conductividad térmica del acero AISI 1020 de 51,9 ( $W/mK$ ), con la conductividad más alta del recubrimiento SO10 de 13,98 ( $W/mK$ ), se encuentra que este aísla al sustrato 3,7 veces y en el mejor de los casos con el recubrimiento de circonita-alúmina SO8 que presenta menor conductividad, la protección es de 8,7 veces.

De acuerdo con los resultados de difusividad y conductividad térmica, se concluye que el recubrimiento que ofrece mejores propiedades de aislamiento térmico es el SO8, esto se justifica por el hecho de que es el recubrimiento que presenta mayor porosidad y porque, a juzgar por los resultados, esta porosidad es cerrada.

El recubrimiento  $Al_2O_3$ *Aglomerado* presenta buenos resultados como aislante térmico, debido a la morfología del recubrimiento, el cual se conforma de lamellas ordenadas en las cuales no se aprecian grietas que atraviesen el recubrimiento, además la microestructura muestra la presencia de fase amorfa, lo que dificulta la propagación fonónica de la energía. El recubrimiento de 8YSZ*Aglomerado*, muestra una mayor conductividad térmica con respecto a la de la alúmina, esto se justifica por los múltiples defectos de apilamiento, de mojabilidad y de grietas que atraviesan las lamellas desde el sustrato hasta la superficie, lo que facilita el paso de la energía; además, el recubrimiento presenta una microestructura altamente cristalina, lo cual favorece la conducción fonónica de la energía, a todo esto se suma el hecho de que es delgado y poco uniforme.

### 3.11 EVALUACIÓN DE LA RESISTENCIA A LA CORROSIÓN DE LOS RECUBRIMIENTOS DESARROLLADOS

En la Figura 3.49 se presenta el diagrama de Bode para la muestra del acero desnudo, mientras que en las Figuras 3.50 y 3.51 se aprecian estos diagramas para las muestras recubiertas usando llama oxidante y superoxidante respectivamente. De estas se aprecia que a baja frecuencia el acero tiene una resistencia a la polarización ( $R_p$ ) de 4,908  $k\Omega$ , lo cual es semejante a lo reportado en la referencia [78] para este mismo tipo de acero.

Es claro que para los recubrimientos realizados con llama súperoxidante la resistencia a la polarización se incrementa notablemente al aumentar la distancia de proyección, (ver Figura 3.51), lo que indica un mejoramiento en



la capacidad de protección a la corrosión del material, hecho que se observa en la morfología de los recubrimientos, donde a mayor distancia de proyección mejor es la morfología superficial (ver Figura 3.27). Caso contrario se infiere para los recubrimientos realizados con llama oxidante, donde se aprecia que a menor distancia de proyección mayor es la resistencia a la polarización (ver Figura 3.50). Además se nota el efecto de los dos tipos de metal (*Ni* y Acero), ya que se advierten dos elementos de fase constante, el primero entre 100 y 1 *kHz* y el segundo entre 1 y 0 *Hz*, esto indica que el *Ni* está formando su propio elemento de fase constante. En la Tabla 3.22, se resume la resistencia a la polarización para cada una de las muestras y el potencial de corrosión.

Tabla 3.22: Resistencia a la polarización

Muestra	Impedancia ( <i>kΩ</i> )	Potencial de corrosión ( <i>mV</i> )
O8	224,4	-496,8
O9	194,6	-453,1
O10	188,7	-482,3
SO8	130,9	-475,6
SO9	175,4	-489,5
SO10	233,4	-472
<i>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i> <i>Aglomerado</i>	194	-510
<i>8YSZ</i> <i>Aglomerado</i>	65	-597

Fuente: el autor.

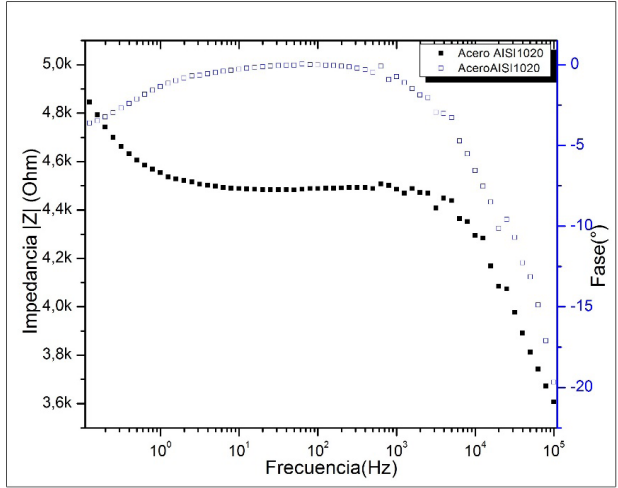
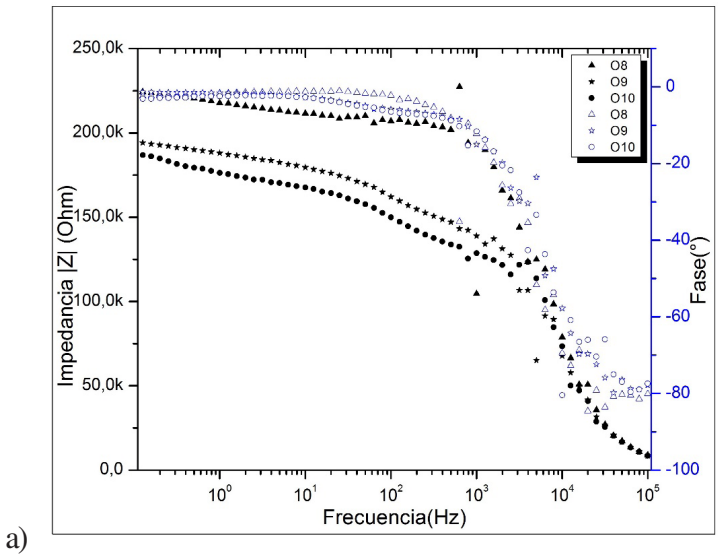


Figura 3.49: Diagrama de Bode para el acero AISI SAE 1020, en una solución al 0,012 % de ácido acético con un pH de 5, 5. Fuente: el autor.



a)

Figura 3.50: Diagramas de Bode para los sustratos recubiertos con O8, O9 y O10, en una solución al 0, 012 % de ácido acético con un pH de 5, 5. Fuente: el autor.

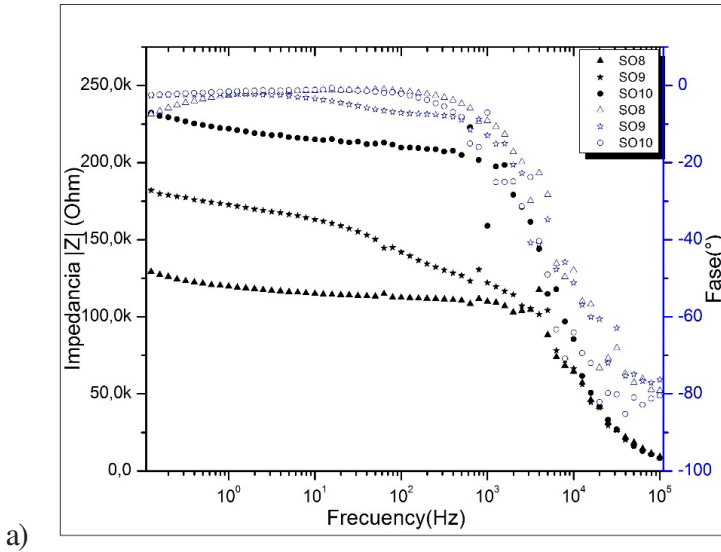


Figura 3.51: Diagramas de Bode para los sustratos recubiertos SO8, SO9 y SO10, en una solución al 0,012 % de ácido acético con un pH de 5,5. Fuente: el autor.

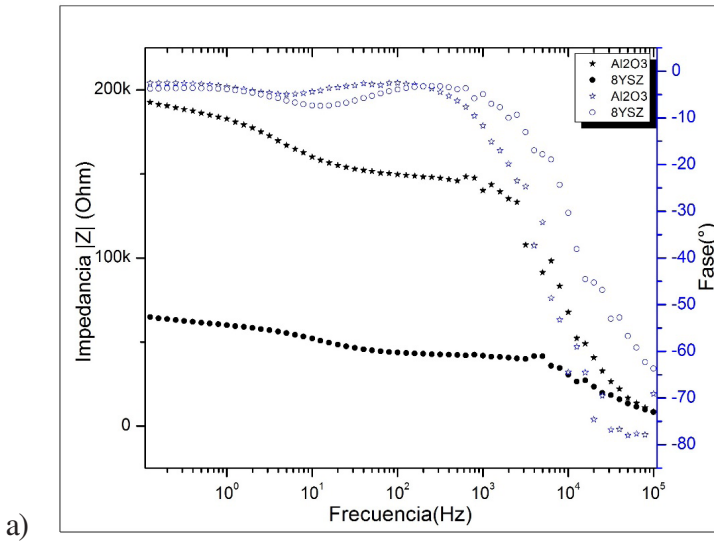


Figura 3.52: Diagramas de Bode para los sustratos recubiertos con  $Al_2O_3$ Agglomerada y 8YSZAgglomerado, en una solución al 0,012 % de ácido acético con un pH de 5,5. Fuente: el autor.

