



UNIVERSIDAD
NACIONAL
DE COLOMBIA

Efecto del acabado superficial sobre la resistencia adhesivo-cohesiva de recubrimientos aplicados por aspersión térmica por plasma sobre acero inoxidable

Diego Alejandro López Quiros

Universidad Nacional de Colombia
Facultad de Minas, Departamento de Materiales y Minerales
Medellín, Colombia
2017

Efecto del acabado superficial sobre la resistencia adhesivo-cohesiva de recubrimientos aplicados por aspersión térmica por plasma sobre acero inoxidable

Diego Alejandro López Quiros

Tesis presentada como requisito parcial para optar al título de:
Magister en Ingeniería - Materiales y Procesos

Director:

Ph.D., Alejandro Toro

Línea de Investigación:

Películas y recubrimientos

Grupo de Investigación:

Grupo de Tribología y Superficies

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Minas, Departamento de Materiales y Minerales

Medellín, Colombia

2017

Dedicatoria

A mis padres, hermanos y sobrina

*"God made solids, but surfaces were the work
of the Devil"*

Wolfgang Pauli

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue posible gracias al apoyo de diferentes personas que me permitieron compartir de alguna manera espacios de tiempo y lugares del trabajo. A Iván, Alex, Jonathan, y los demás participantes del proyecto por el apoyo durante los ensayos y reuniones de trabajo. A Mery, Cano, Romo, Santa, y las otras personas que han hecho parte del laboratorio de tribología y del laboratorio de caracterización de materiales.

A Pablo Gómez por permitir participar en un proyecto conjunto entre la Universidad Nacional de Colombia y EPM.

En especial al profesor Alejandro Toro quien ha sido una guía fundamental para lograr los objetivos propuestos y poder concluir este trabajo.

RESUMEN

En el presente trabajo se busca evaluar el efecto del acabado superficial sobre la resistencia adhesivo-cohesiva de superficies obtenidas mediante dos procesos de preparación superficial convencionales: mecanizado convencional y el arenado o *sandblasting*. Se usaron probetas de acero inoxidable martensítico del tipo ASTM A 743 grado CA15M, comúnmente conocido como 13-1. Se estudiaron dos recubrimientos comerciales de carburo de Tungsteno (WC/Co) fabricados para procesos de aspersion térmica y se encontraron correlaciones entre el tipo de acabado superficial y la resistencia adhesivo-cohesiva de los recubrimientos aplicados. Con estos resultados se hicieron recomendaciones sobre el tipo de acabado que deben llevar los componentes que serán recubiertos por medio de la técnica de aspersion térmica por plasma atmosférico (APS).

Palabras clave: Turbinas hidráulicas, Acero inoxidable, Aspersion térmica por plasma, Recubrimiento, Resistencia adhesiva.

ABSTRACT

The aim of this work was to evaluate the effect of surface finishing on the adhesive-cohesive strength of surfaces obtained by two conventional finishing processes, namely conventional machining and *sandblasting*, on martensitic stainless steel specimens of the ASTM A 743 grade CA15M type, commonly known as 13-1. Two commercial coatings of Tungsten Carbide (WC/Co) were studied, which are produced to be deposited by thermal spray processes. Correlations between type surface finish and the adhesive-cohesive strength of the applied coatings were established, which allowed formulating recommendations regarding the surface finish needed on the components that will be coated by atmospheric plasma thermal spray (APS).

Keywords: Hydraulic turbines, Stainless steel, Plasma thermal spray, Coating, Adhesive resistance.

TABLA DE CONTENIDO

Pág.

1. INTRODUCCIÓN	1
2. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE	3
2.1 Procesos de aspersión térmica	5
2.1.1 Aspersión térmica por arco eléctrico	6
2.1.2 Aspersión por llama	6
2.1.3 Aspersión térmica por detonación.....	7
2.1.4 Aspersión térmica fría de alta velocidad	7
2.1.5 Proceso de aspersión térmica por plasma atmosférico (APS).....	7
2.2 Preparación superficial.....	9
2.3 Adhesión de partículas.....	9
2.4 Caracterización superficial	10
2.5 Caracterización de recubrimientos.	12
2.6 Medición de adherencia.	13
3. OBJETIVOS.....	16
3.1 Objetivo general.	16
3.2 Objetivos específicos.	16
4. METODOLOGÍA	17
4.1 Diseño Experimental	17
4.2 Caracterización del sustrato	18
4.2.1 Análisis de material.....	18
4.3 Preparación de las superficies.....	19
4.3.1 <i>Sandblasting</i>	19
4.3.2 Maquinado.	19
4.3.3 Medición de rugosidad.	20
4.3.4 Limpieza superficial de las probetas	20
4.4 Caracterización de los polvos.....	21
4.4.1 Microscopía electrónica de barrido.	21
4.4.2 Distribución de tamaño de partículas DTP.	22
4.4.3 Caracterización mediante DRX.	22
4.5 Aplicación de los recubrimientos.	22
4.5.1 Determinación de los parámetros de aplicación de los recubrimientos	23
4.6 Caracterización de los recubrimientos finales.....	26

Efecto del acabado superficial sobre la resistencia adhesivo-cohesiva de
recubrimientos aplicados por APS sobre acero inoxidable

4.6.1	Medición de porosidad y espesor de capa.....	26
4.6.2	Microscopía electrónica de barrido (MEB)	27
4.6.3	Difracción de rayos X (DRX).....	27
4.7	Ensayos de adhesión bajo norma ASMT C-633.....	27
4.7.1	Puesta a punto de sellante para juntas.....	28
4.8	Revisión de las superficies de falla.	30
5.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	31
5.1	Análisis de material del sustrato.....	31
5.2	Preparación superficial del sustrato	33
5.3	Caracterización de los polvos	34
5.4	Caracterización de los recubrimientos aplicados por APS.	39
5.5	Resistencia adhesivo-cohesiva bajo norma ASTM C633.	45
5.6	Correlación entre la preparación superficial y la respuesta adhesivo-cohesiva.	56
6.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	57
6.1	Conclusiones.	57
6.2	Recomendaciones	58

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Capacidad instalada por tecnología/recurso en el sistema interconectado, valores en MW [1].	3
Figura 2. Características microestructurales de recubrimientos aplicados por aspersión térmica [8].	5
Figura 3. Clasificación de procesos de aspersión térmica [8].	6
Figura 4. Esquema de funcionamiento del proceso de aspersión térmica por plasma [10].	8
Figura 5. Descripción de los parámetros de rugosidad R_a , R_q y R_z [11].....	10
Figura 6. Definición del espaciamiento medio aritmético [11].	11
Figura 7. Descripción de la raíz cuadrática media de la pendiente $R_{\Lambda q}$ [11].	11
Figura 8. Esquema de equipo y probeta del ensayo de adhesión bajo norma ASTM C633 [11]......	14
Figura 9. Esquema de indentaciones realizadas sobre la interfaz entre el recubrimiento y el sustrato, a) Ensayo aceptable, b) Múltiples agrietamientos, c) Desalineamiento y d) desviación de grietas.....	15
Figura 10. Equipo usado para la aplicación de los recubrimientos, a) Pistola Sulzer Metco y b) Portaprobetas.	22
Figura 11. Sección transversal del recubrimiento aplicado en la primera aspersión de las pruebas de disparo, microscopio óptico (MO), a) 200X y b) 500X.	25
Figura 12. Sección transversal del recubrimiento aplicado en la segunda aspersión de las pruebas de disparo, microscopio óptico (MO), a) 200X y b) 500X.	25
Figura 13. Sección transversal del recubrimiento aplicado en la tercera aspersión de las pruebas de disparo, microscopio óptico (MO), a) 200X y b) 500X.	26
Figura 14. Esquema de montaje probetas para ensayo de resistencia adhesivo-cohesiva. Elaboración propia.	28
Figura 15. Resultados de los ensayos de resistencia adhesivo-cohesiva para la puesta a punto del sellante 13252.	29
Figura 16. Montaje de probetas para el ensayo de adhesión.....	30
Figura 17. Fotomicrografías sustrato. MO.	32
Figura 18. Imágenes superficies antes de la aplicación de los recubrimientos. a) Imagen de las probetas después del <i>sandblasting</i> ; b) Superficie después del <i>sandblasting</i> ,	

estereoscopio; c) Imagen de las probetas maquinadas; d) Superficie maquinada, estereoscopio.....	33
Figura 19. Valores promedio de Ra, Rq y Rsm de cada preparación superficial.	34
Figura 20. Morfología del polvo WOKA 3665. a) y b) Imágenes tomadas mediante microscopio electrónico de barrido (MEB), c) Espectro de elementos obtenido mediante EDX en una partícula del polvo WOKA.	35
Figura 21. Morfología del polvo Eutectic 29123. a) y b) Imágenes tomadas mediante microscopio electrónico de barrido (MEB); c) Espectro de elementos obtenido mediante EDX en una partícula esférica en mayor cantidad Ni y Cr; y d) Espectro de elementos obtenido mediante EDX en una partícula irregular en mayor cantidad W y C.	36
Figura 22. Resultados de distribución de tamaño de partículas del polvo WOKA 3665 (DTP).	37
Figura 23. Resultados de distribución de tamaño de partículas del polvo Eutectic 29123 (DTP).	37
Figura 24. Resultados difracción de Rayos X (DRX) del polvo WOKA 3665.	38
Figura 25. Resultado difracción de Rayos X (DRX) del polvo Eutectic 29123.	38
Figura 26. Aspecto de los recubrimientos aplicados por APS.	40
Figura 27. Superficie del recubrimiento usando el polvo WOKA 3665. MEB, 500X.....	40
Figura 28. Superficie recubrimiento usando el polvo Eutectic 29123. MEB. 500X.....	41
Figura 29. Sección transversal del recubrimiento usando como polvo WOKA 3665, microscopio electrónico de barrido (MEB), electrones retrodispersados, 250X.	42
Figura 30. Sección transversal del recubrimiento usando como polvo Eutectic 29123, microscopio electrónico de barrido (MEB), electrones retrodispersados, 250X.	42
Figura 31. Resultados difracción de rayos X (DRX) del recubrimiento usando el polvo WOKA 3665.....	43
Figura 32. Resultados difracción de rayos X (DRX) del recubrimiento Eutectic 29123. ...	44
Figura 33. Resultados ensayos de adhesión bajo norma ASTM C-633.....	45
Figura 34. Superficies de falla de las probetas de adhesión.....	46
Figura 35. Esquema de componentes y clasificación de los tipos de fallas tomada de la norma ASTM C-633 (traducción personal).	47
Figura 36. Superficies de falla probeta 6, la preparación superficial se realizó mediante maquinado y se aplicó el recubrimiento WOKA 3665, Imágenes estereomicroscopio a) y b) probeta con el recubrimiento WC, c) y d) probeta contracara.	48
Figura 37. Vista sección transversal probetas luego del ensayo de adhesión con preparación superficial mediante maquinado, a) Probeta con recubrimiento usando el polvo WOKA 3665 y b) Probeta con recubrimiento usando el polvo Eutectic 29123	49
Figura 38. Superficies de falla probeta 17, la preparación superficial se realizó mediante <i>sandblasting</i> y se aplicó el polvo WOKA 3665. Imágenes estereomicroscopio a) y b) probeta con el recubrimiento WC, c) y d) probeta contracara con adhesivo.....	50
Figura 39. Superficies de falla probeta 8, la preparación superficial se realizó mediante maquinado y se aplicó el recubrimiento Eutectic 29123, Imágenes estereomicroscopio a) y b) probeta con el recubrimiento WC, c) y d) probeta contracara.....	51

Figura 40. Superficie de falla probeta 15, la preparación superficial mediante <i>sandblasting</i> y se aplicó el recubrimiento Eutectic 29123, Imágenes estereomicroscopio a) y b) probeta con el recubrimiento WC, c) y d) probeta contracara con pegamento.....	52
Figura 41. Superficies de falla recubrimiento WOKA 3665 preparación superficial mediante maquinado, a) Imagen mediante microscopio electrónico de barrido, electrones retrodispersados 1000X; b) Espectro de elementos obtenido mediante EDX en una zona del recubrimiento en mayor cantidad W, C, y Co; y c) Espectro de elementos obtenido mediante EDX en una zona del sustrato en mayor cantidad Fe y Cr.	53
Figura 42. Superficies de fractura para diferentes tratamientos, a) Preparación superficial mediante <i>sandblasting</i> y polvo WOKA 3665; b) Preparación superficial mediante <i>sandblasting</i> y polvo Eutectic 29123; y c) y d) Preparación superficial mediante maquinado y polvo Eutectic 29123.	55
Figura 43. Valores promedio de los resultados del ensayo de adhesión en MPa, para cada recubrimiento y las dos preparaciones superficiales.	56

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Resumen comparativo de características de los procesos de aspersión térmica [8].....	8
Tabla 2. Factores y niveles del diseño experimental.	17
Tabla 3. Parámetros de trabajo en el torno.	20
Tabla 4. Características polvos ficha técnica fabricante.	21
Tabla 5. Resumen de parámetros encontrados en la bibliografía de recubrimientos de WC aplicados por medio aspersión térmica por plasma (APS).	23
Tabla 6. Parámetros definidos para ensayos preliminares en el equipo de aspersión térmica por plasma atmosférico (APS).	24
Tabla 7. Pegamentos referenciados en la literatura.	29
Tabla 8. Composición química sustrato	31
Tabla 9. Valores de dureza en escala Vickers HV 31.25 kgf del sustrato.	32
Tabla 10. Descriptores y valores de rugosidad de las muestras antes de aplicación de los recubrimientos.	34
Tabla 11. Nomenclatura recubrimientos aplicados.	39

1. INTRODUCCIÓN

En Colombia un gran porcentaje de la energía generada se obtiene por medio de centrales hidroeléctricas las cuales tienen componentes críticos que según las propiedades del material obtenidas luego de fabricación o reparación pueden darle al sistema interconectado un alto grado de confiabilidad y durabilidad.

Los procesos de aspersion térmica son conocidos por la posibilidad de generar recubrimientos de propiedades superiores al sustrato sin generar zonas afectadas por el calor o esfuerzos residuales debidos a cambios de temperatura elevados. Este tipo de proceso es bien recibido en el campo de generación eléctrica, en el cual se tienen componentes críticos sometidos a fenómenos de desgaste como erosión, cavitación y abrasión por partículas sólidas.

Por medio de este trabajo se evaluó la adherencia de recubrimientos de Carburo de Tungsteno comerciales aplicados por medio de aspersion térmica por plasma sobre acero inoxidable comúnmente usado en la fabricación de elementos para generación hidráulica como lo son rodetes, anillos, agujas, entre otros.

En el capítulo 1 se encuentra una reseña y datos de generación de energía en Colombia y la descripción de procesos de aplicación de recubrimientos por medio de técnicas de aspersion térmica. En el capítulo 2 se muestran los objetivos planteados para llevar a cabo el desarrollo del trabajo. En el capítulo 3 se tiene la descripción de la metodología usada y el diseño experimental, así como el detalle y especificación de los equipos y ensayos realizados. Se realizaron mediciones de rugosidad, porosidad, espesor de capa, SEM y DRX de los recubrimientos aplicados, con la finalidad de tener una caracterización de los elementos aplicados y poder comparar entre ensayos.

En el capítulo 4 se encuentran los resultados obtenidos y una discusión de estos con lo encontrado en la literatura. Por último, el capítulo 5 presenta las conclusiones obtenidas a partir de los ensayos realizados y recomendaciones para trabajos futuros.

2. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE

La generación de energía eléctrica en Colombia por medios hidráulicos es la principal forma de abastecimiento al sistema interconectado. Según datos de la Unidad de Planeación Minero Energética (UPME) para el mes de diciembre del año 2016, las centrales hidroeléctricas contaban con una participación de 69.93% de la capacidad total instalada, correspondientes a 11606.4 MW como se puede ver en la Figura 1.

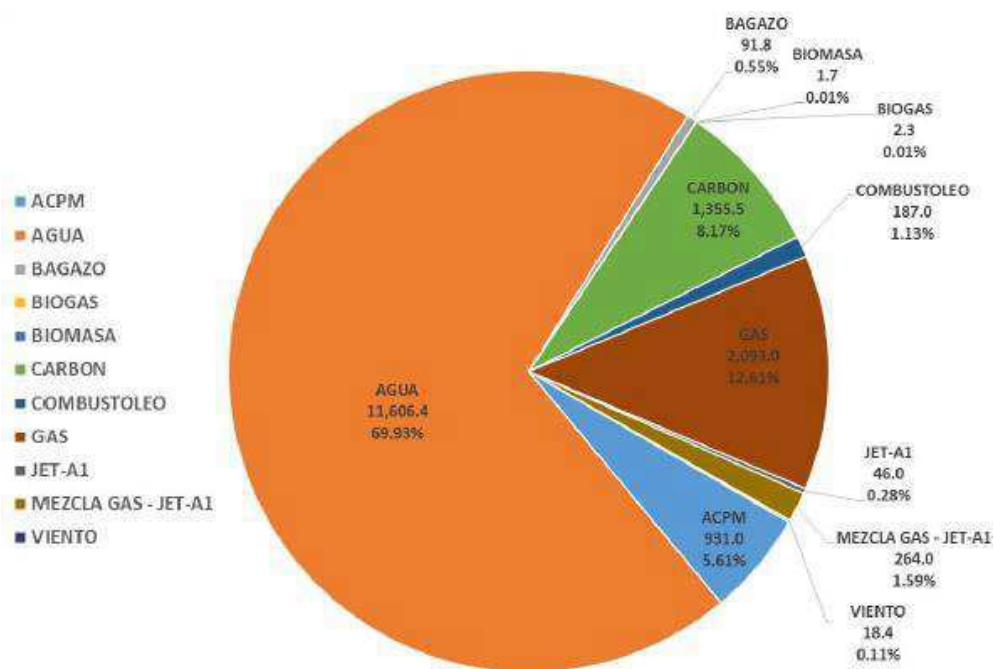


Figura 1. Capacidad instalada por tecnología/recurso en el sistema interconectado, valores en MW [1].

En los próximos años se tiene previsto un aumento en la demanda de energía debido al incremento en el uso de tecnologías de la información y la comunicación (TIC), al crecimiento de la población, la necesidad de expansión del sistema interconectado como por ejemplo el aumento previsto para la interconexión con otros países como Ecuador, como se hace mención en el documento “plan de expansión de referencia generación transmisión 2016-2030” de la UPME, en el cual con miras a cumplir con la demanda de la industria y los hogares en el futuro inmediato se tienen en cuenta proyectos de centrales de generación que han iniciado construcción, y que se espera puedan entrar en servicio en el corto y mediano plazo, como por ejemplo la central Hidroeléctrica de Ituango, de la cual se espera tener una capacidad instalada de 1200 MW para el segundo semestre del año 2019 [2].

Por lo tanto, uno de los factores importantes para tener en cuenta durante la puesta en marcha y operación de las centrales hidroeléctricas tiene que ver con asegurar los índices de confiabilidad en la generación de energía, esto se puede lograr por medio de mejoras sustanciales en la fabricación y reparación de componentes mecánicos críticos que hacen parte del conjunto central de generación hidráulica convencional como los son rodetes, anillos, sellos, agujas y entre otros componentes.

Usualmente durante la reparación o prolongación de la vida útil de los componentes como rodetes, anillos, agujas, entre otros, se deben tener en cuenta las formas más recurrentes de desgaste a las que están sometidos estos elementos debido a las condiciones de operación.

Entre las formas de desgaste se encuentran la cavitación, erosión y en algunos casos abrasión por partículas sólidas. Una de las soluciones encontradas se encuentra la aplicación de recubrimientos superficiales con propiedades significativamente superiores a las del componente que permitan tener una mayor resistencia ante fenómenos de desgaste como erosión y abrasión por partículas [3]–[7].

Una forma de mejorar las propiedades superficiales de los elementos ante fenómenos como abrasión, erosión y corrosión es la aplicación de recubrimientos con un espesor superior a 30 μm recomendados para combatir este tipo de desgaste. Los procesos mediante los cuales se pueden depositar este tipo de recubrimientos son *Chemical/electrochemical plating, brazing, Weld overlays* y *(aspersión térmica) thermal*

spray [8]. Un ejemplo encontrado de mejora superficial por medio de aspersión térmica es la planta de *Lavey* en Lausanne (Suiza) la cual fue recubierta exitosamente con polvos de CoCr – WC usando la técnica de aspersión térmica de alta velocidad por combustión, logrando disminuir la cantidad de mantenimientos realizados [9].

2.1 Procesos de aspersión térmica

Los procesos de aspersión térmica se pueden clasificar en función de la fuente de energía usada para el calentamiento de las partículas logrando temperaturas de fusión del recubrimiento en pleno vuelo y este se adhiere a la superficie del sustrato como se puede ver en la Figura 2, formando una estructura lamelar con características como poros, óxidos y partículas sin fundir.

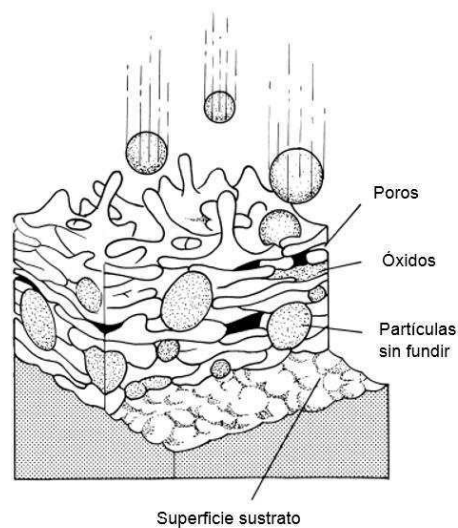


Figura 2. Características microestructurales de recubrimientos aplicados por aspersión térmica [8].

En los procesos de aspersión térmica se pueden identificar tres categorías principales: plasma, arco eléctrico y combustión como se muestra en la Figura 3 [8].

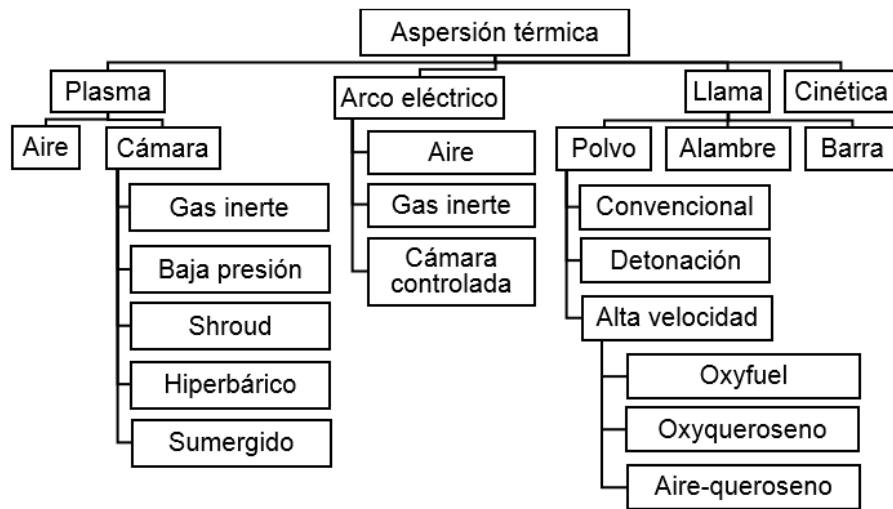


Figura 3. Clasificación de procesos de aspersión térmica [8].

2.1.1 Aspersión térmica por arco eléctrico

En el proceso de aspersión térmica por arco eléctrico, dos electrodos de alambre consumibles conectados a una alta corriente continua (dc) introducidos en una pistola, generan un arco entre ellos que funde la punta de los alambres. El metal fundido se atomiza y es propulsado hacia el sustrato por una corriente de aire. Usando nitrógeno o argón se puede evitar en gran parte la oxidación de los materiales base.

2.1.2 Aspersión por llama

En la aspersión térmica por llama con polvo, el material de aporte en polvo se funde en una llama de acetileno/oxígeno y con la ayuda de los gases de combustión en expansión es lanzado sobre la superficie de la pieza a tratar con una velocidad de partícula baja (< 100 m/s). Mediante este proceso térmico se mejora considerablemente la adherencia del material del recubrimiento a la pieza base, el recubrimiento se hace hermético a gases y líquidos.

En la aspersión térmica por llama con varilla, se va fundiendo el material de aporte en el centro de la llama de acetileno/oxígeno. Es un método muy extendido y que aporta un recubrimiento de mucha calidad. Las temperaturas del sustrato a menudo varían de 95 a 205 °C debido al exceso de energía en el proceso de fusión.

2.1.3 Aspersión térmica por detonación

La aspersión térmica por detonación es un proceso de aplicación intermitente. El “cañón de detonación” consiste en un tubo de salida en cuyo extremo final se encuentra la cámara de combustión. Dentro de esta se hace detonar con una chispa la mezcla de acetileno, oxígeno y material de recubrimiento en polvo. La onda de choque que se produce en el tubo acelera las partículas del material, las cuales se calientan en la parte frontal de la llama y son proyectadas a gran velocidad, en un chorro dirigido sobre la superficie preparada de la pieza. Después de cada detonación tiene lugar un barrido de limpieza de la cámara de combustión y del tubo, usando nitrógeno.

2.1.4 Aspersión térmica fría de alta velocidad

Es un proceso mediante el cual se aceleran partículas de tamaño pequeño (5 – 50 μm) aceleradas por un gas presurizado, hasta alcanzar velocidades supersónicas, el cual se calienta hasta temperaturas entre 300 y 800 °C. El mecanismo de este proceso está basado en las propiedades adquiridas al realizar el recubrimiento a una determinada presión y temperatura. En este tipo de aspersiones la energía cinética se incrementa, mientras la energía térmica se reduce, obteniéndose así recubrimientos con menor cantidad de óxidos.

2.1.5 Proceso de aspersión térmica por plasma atmosférico (APS)

En el proceso de aspersión térmica por plasma atmosférico (APS) se alcanzan temperaturas en el rango de 6000 a 15000° C, lo cual permite fundir cualquier material conocido. La generación del plasma se da sobrecalentando un gas inerte como el argón o una mezcla de gases por medio de un arco de corriente continua, el cual logra ionizar y disociar los gases, logrando altas velocidades de salida y transfiriendo su energía a las partículas del recubrimiento durante la recombinación. Los polvos usados como materia prima son transportados a través de un gas inerte y son acelerados hacia el metal a recubrir por medio del chorro de plasma. En la Figura 4 se puede ver un esquema de funcionamiento del sistema de APS.

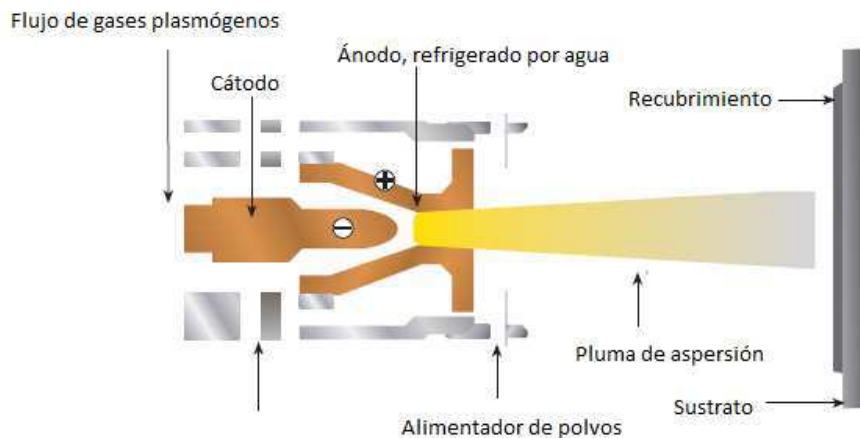


Figura 4. Esquema de funcionamiento del proceso de aspersión térmica por plasma [10].

En la tabla 1 se resumen las características de proceso y propiedades de los recubrimientos obtenidos por medio de algunas técnicas de aspersión térmica por plasma.

Tabla 1. Resumen comparativo de características de los procesos de aspersión térmica [8].

Característica	Proceso de aspersión térmica				
	Llama	Alta velocidad <i>Oxyfuel</i>	Detonación	Arco alambre	Plasma atmosférico
Gases					
Temperatura del gas, K	3500	5500	5500	> 25000	15000
Velocidad del gas, m/s	50 - 100	500 - 1200	> 1000	50 - 100	300 - 1000
Flujo de gas, L/min.	100 - 200	400 - 1100	N/A	500 - 3000	100 - 200
Tipo de gases	O ₂ , acetileno	CH ₄ , C ₃ H ₆ , H ₂ , O ₂	O ₂ , acetileno	Aire, N ₂ , Ar	Ar, He, H ₂ , N ₂
Partículas					
Temperatura partículas (máx.), °C	2500	3300	N/A	> 3800	> 3800
Velocidad de partículas, m/s	50 - 100	200 - 1000	N/A	50 - 100	200 - 800
Tasa de alimentación, g/min.	30 - 50	15 - 50	N/A	150 - 2000	50 - 150

Recubrimiento

Rango de densidad (%)	85 - 90	> 95	> 95	80 - 95	90 – 95
Resistencia recubrimiento, MPa	7-18	68	82	10 - 40	< 68
Resistencia cohesiva	Bajo	Muy alta	Muy alta	Alta	Alta
Óxidos	Alta	Moderada	Baja	Moderada-alta	Moderada

2.2 Preparación superficial

La preparación superficial del sustrato es una de las etapas cruciales en el proceso de aspersión térmica, ya que el principal mecanismo de adherencia del recubrimiento a la superficie es el anclaje mecánico entre picos y valles del sustrato con la estructura lamelar del material depositado. El primer paso para la preparación superficial es la limpieza de impurezas, grasas, óxido, y otros tipos de contaminantes por medio de solventes orgánicos como acetona, soluciones acuosas con ácido, entre otros. También se encuentra la limpieza por medio de *sandblasting* el cual remueve contaminantes en la superficie a la vez que permite modificar la rugosidad para lograr una superficie con las características adecuadas para un buen anclaje mecánico del recubrimiento que se requiere aplicar.

2.3 Adhesión de partículas.

La adhesión entre las partículas fundidas y el sustrato es fundamentalmente mecánica, pero en este caso el diámetro de los *splats* debe adaptarse al tamaño de los picos, aproximadamente el diámetro de los *splats* debería darse según la relación:

$$D = 2 - 3 \times R_z \quad [\text{Ecuación 1}]$$

Donde R_z es la distancia entre el pico más alto y el valle más profundo, si el diámetro del *splat* es muy inferior a R_z , la adhesión obtenida es baja. La distancia entre picos es importante, ya que el líquido penetra en los espacios. Otro parámetro importante es $R_{\Lambda q}$, correspondiente a la raíz cuadrática media de la pendiente del perfil de rugosidad [11].

El precalentamiento del sustrato es importante para la adhesión de recubrimientos aplicados por medio de aspersión por plasma, ya que teniendo una rugosidad óptima se pueden obtener valores de adhesión de 20 MPa sin precalentamiento en el sustrato,

mientras que con precalentamiento por encima de la temperatura de transición la resistencia adhesiva puede alcanzar valores entre 40 y 70 MPa [11].

Otro tipo de adhesión que puede ocurrir es la obtenida mediante difusión entre el sustrato y el material aplicado. Esto sólo puede ocurrir con una alta temperatura en el sustrato, en un rango de 0.6 a 0.7 veces la temperatura de fusión, y teniendo en cuenta que la capa de óxido del sustrato haya desaparecido. Esto se puede ver en casos en los cuales se realiza la aspersión en bajo vacío sobre sustratos de superaleaciones, donde previo a la aplicación del recubrimiento se hace un decapado por medio de un arco eléctrico para retirar la capa de óxido.

Por último, se puede presentar un enlace químico en el caso en el cual las partículas funden el sustrato y ambos materiales crean un nuevo material. Esto puede ocurrir cuando se aplican por medio de aspersión partículas de Molibdeno (Mo) sobre hierro (Fe) y reaccionan formando MoFe_2 [11].

2.4 Caracterización superficial

Una de las formas de caracterizar las superficies se hace por medio de descriptores que permiten explicar la topografía. En la industria son comunes el uso de la rugosidad promedio (R_a) y rugosidad media (R_q) en procesos de terminación o fabricación superficial. Se pueden encontrar otros parámetros como se mencionó anteriormente que brindan una descripción más completa de las características de una superficie y con los cuales se podría encontrar una mejor correlación con la adhesión del recubrimiento, entre estos se encuentra R_z que corresponde a la distancia entre el pico más alto y el valle más profundo, el cual es muy importante para adhesión mecánica de los *sp/ats*.

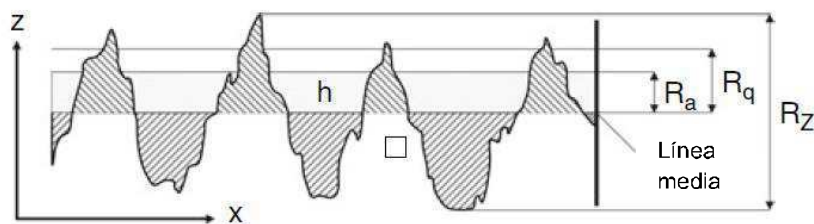


Figura 5. Descripción de los parámetros de rugosidad R_a , R_q y R_z [11].

También se encuentran parámetros que describen el espaciamiento medio entre picos como es el R_{sm} , que corresponde al promedio del ancho de los elementos definidos en el perfil como se puede ver en la Figura 6.

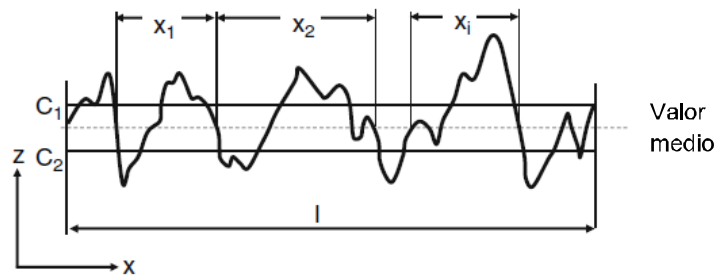


Figura 6. Definición del espaciamiento medio aritmético [11].

La raíz cuadrática media de la pendiente del perfil de rugosidad $R_{\Delta q}$, que corresponde a la medida de la desviación estándar del ángulo del perfil, como se puede ver en la Figura 7.

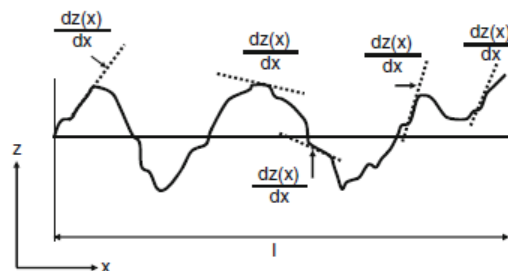


Figura 7. Descripción de la raíz cuadrática media de la pendiente $R_{\Delta q}$ [11].

Algunos autores han estudiado la influencia de la rugosidad sobre la adhesión de recubrimientos aplicados por aspersion térmica, Bahbou y Nylén [12] estudiaron el efecto de la rugosidad usando como sustrato Ti6Al4V encontrando una baja correlación entre la adhesión y parámetros de rugosidad como R_a o R_{sm} . Sin embargo, se encuentra una mejor correlación con el parámetro $R_{\Delta q}$.

Paredes et. Al. [13] depositaron Aluminio mediante varias técnicas de aspersion térmica como llama, alta velocidad por combustión de *oxyfuel* y arco eléctrico sobre acero AISI-SAE 1020 encontrando que al variar los valores de R_y no se obtiene un cambio significativo en la resistencia adhesiva de los recubrimientos.

Kromer et. Al. [14] estudiaron el efecto del texturizado láser de la superficie de un sustrato compuesto de aleación de magnesio y Al-SiC en la aplicación de recubrimientos mediante aspersión térmica en frío (cinética), obteniendo una mejora de hasta dos o tres veces en la resistencia a la adhesión para configuraciones de texturizado en las cuales se tienen cavidades adaptadas al tamaño de partícula de las aspersiones.

Kumar y et. Al. [15] depositaron polvos de Cobre, Titanio/Nickel, Aluminio y Titanio sobre sustratos de Cobre, Aluminio, Acero y Ti6Al4V por medio de aspersión térmica cinética, encontrando una relación óptima de parámetro de rugosidad (R_z) y tamaño de partícula de 0.5 a 0.75 teniendo en cuenta que la profundidad del valle debe ser menor que el tamaño del polvo.

2.5 Caracterización de recubrimientos.

La caracterización de los recubrimientos y polvos usados para en las técnicas de aspersión térmica es una parte importante para identificar las propiedades físicas y químicas. Para realizar este procedimiento se cuenta con diferentes técnicas para ver la composición, pureza, morfología y tamaño, fases presentes, resistencia adhesivo-cohesiva, entre otras características.

Para la identificación de fases y cristalinidad se tiene la técnica de difracción de rayos X (DRX), la cual es una técnica basada en la relación que existe entre el ángulo de difracción θ y el espaciado entre los planos cristalográficos de una fase de acuerdo con la ley de Bragg, el resultado obtenido como un espectro se compara normalmente con bases de datos con el fin de identificar los picos característicos de las fases presentes en la muestra. La morfología de los recubrimientos y polvos se puede identificar mediante microscopio electrónico de barrido (MEB), el cual cuenta con un equipo para microanálisis químico EDS (siglas en inglés de *Energy Dispersive Spectrometry*), que permite realizar análisis de los elementos presentes en la muestra.

También se tienen otras técnicas de caracterización como medición de porosidad por medio de tratamiento digital de imágenes, distribución de tamaño de partícula y medición de propiedades mecánicas como la adherencia de los recubrimientos.

2.6 Medición de adherencia.

La adherencia de los recubrimientos es un factor fundamental para obtener un buen desempeño y calidad de los materiales depositados en el proceso de aspersión térmica. Para el control de la adhesión de los recubrimientos aplicados se deben tener en cuenta diferentes variables como las condiciones de operación y parámetros de la aspersión térmica, morfología y tamaño de las partículas, características del sustrato como rugosidad, limpieza, precalentamiento y estado de oxidación, esfuerzos residuales y condiciones ambientales bajo las cuales se hace el proceso de aspersión.

La falla de los recubrimientos se puede clasificar principalmente como interfacial (adhesiva), cohesiva o mixta cohesiva/adhesiva. Para la evaluación de recubrimientos aplicados se tiene diferentes métodos entre los cuales se destaca la medición de la adhesión por medio del ensayo de tensión, la norma ASTM C633 brinda un estándar para la medición de la adherencia de recubrimientos de aplicados por medio de aspersión térmica mediante un equipo de tensión como se puede ver en la Figura 8, el ensayo consiste en aplicar una carga de tensión sobre dos probetas cilíndricas de una pulgada (1") de diámetro y mínimo una pulgada (1") unidas por medio de un pegamento o adhesivo comercial, sobre una de las probetas (sustrato) se realiza la deposición y la otra probeta funciona como contracuerpo, el ensayo se lleva hasta la falla total del conjunto sustrato/recubrimiento/pegamento/contracuerpo y se registra el valor de ruptura final en MPa.

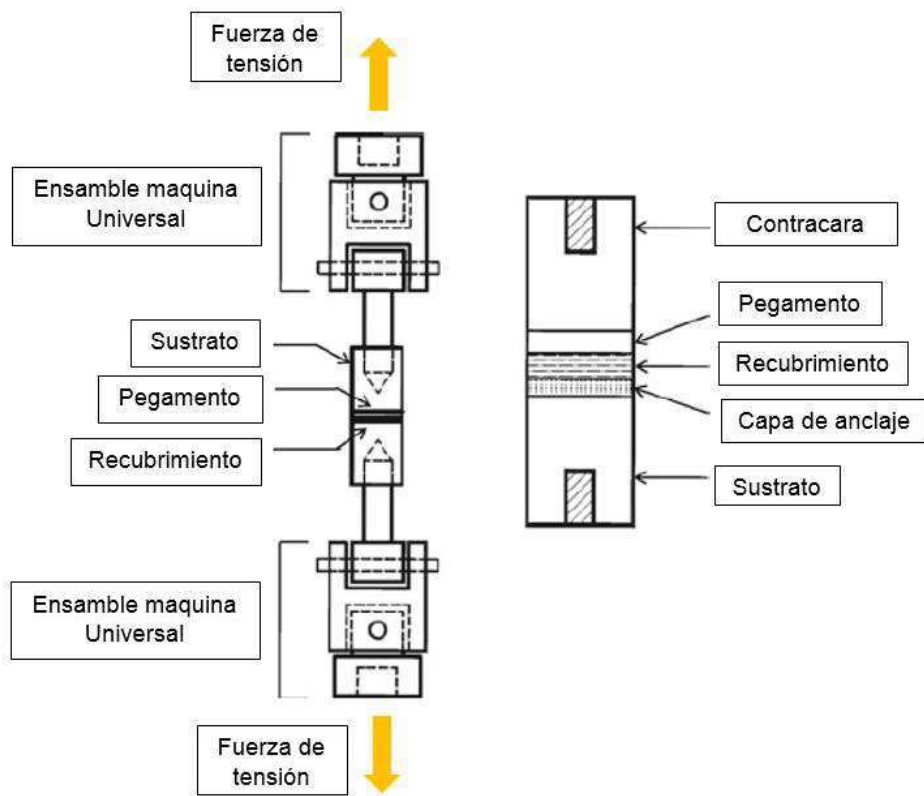


Figura 8. Esquema de equipo y probeta del ensayo de adhesión bajo norma ASTM C633 [11].

Otra forma de medir la adherencia de los recubrimientos aplicados se realiza por medio del ensayo de indentación Vickers usando diferentes cargas, este procedimiento genera una huella como se muestra en la figura 9. El propósito de este tipo de ensayo es obtener una medida cuantitativa de la tenacidad a la fractura aparente de la interfaz compuesta por el sustrato y el recubrimiento, el ensayo debe llevarse a cabo evitando múltiples agrietamientos, desalineamientos y desviación de grietas [11].

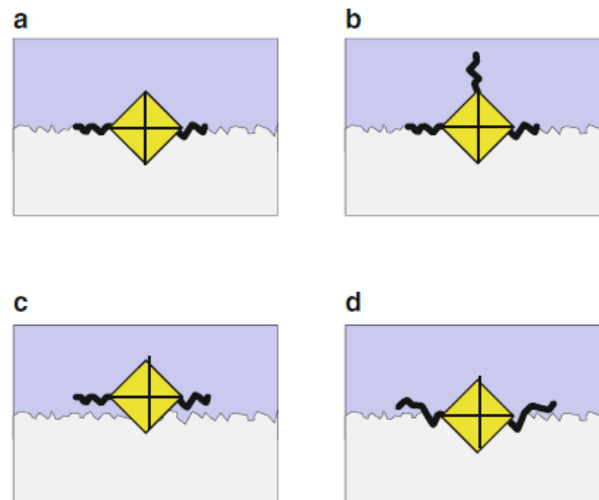


Figura 9. Esquema de indentación realizada sobre la interfaz entre el recubrimiento y el sustrato, a) Ensayo aceptable, b) Múltiples agrietamientos, c) Desalineamiento y d) desviación de grietas [11].

3. OBJETIVOS

3.1 Objetivo general.

Evaluar el efecto de la preparación superficial sobre la respuesta a la adhesión-cohesión de recubrimientos comerciales aplicados sobre acero inoxidable usado en componentes hidráulicos mediante la técnica de aspersion térmica por plasma (APS).

3.2 Objetivos específicos.

3.2.1. Caracterizar las superficies y recubrimientos usados en la técnica de aspersion térmica por plasma

3.2.2. Evaluar la resistencia adhesivo-cohesiva de los recubrimientos aplicados por medio de APS mediante pruebas bajo norma ASTM C633

3.2.3. Correlacionar el acabado superficial del sustrato con la resistencia adhesivo-cohesiva de los recubrimientos aplicados por APS.

4. METODOLOGÍA

En este capítulo se hace una descripción de la metodología que permitió el desarrollo de la presente investigación teniendo en cuenta el diseño experimental utilizado y la descripción de los ensayos llevados a cabo para validar las hipótesis y obtener resultados en busca de encontrar respuestas al problema planteado. Para alcanzar los objetivos se estudiaron dos polvos comerciales para aspersión térmica, Eutectic 29123 y WOKA 3665.

4.1 Diseño Experimental

Se utilizó un diseño experimental factorial del tipo 2^k con dos (2) factores y dos (2) niveles por cada factor, para obtener un total de cuatro (4) tratamientos, se fabricaron cuatro (4) réplicas de cada tratamiento, generando un total de 16 muestras para evaluar la resistencia adhesivo-cohesiva de los recubrimientos. Se recubrieron cuatro (4) muestras adicionales para caracterización de cada uno de los tratamientos planteados. Las mediciones de adhesión se realizaron siguiendo las indicaciones de la norma ASMT C-633. En la Tabla 2 se muestran los factores, los niveles y los tratamientos obtenidos.

Tabla 2. Factores y niveles del diseño experimental.

Diseño experimental		
Factor	Niveles	
Recubrimiento	WOKA 3665	Eutectic 29123
Proceso obtención del acabado superficial	<i>Sandblasting</i>	Maquinado

Ensayos Diseño experimental		
Tratamiento	Recubrimiento	Preparación superficial
Tratamiento 1	WOKA 3665	Maquinado
Tratamiento 2	WOKA 3665	<i>Sandblasting</i>
Tratamiento 3	Eutectic 29123	Maquinado
Tratamiento 4	Eutectic 29123	<i>Sandblasting</i>

4.2 Caracterización del sustrato

4.2.1 Análisis de material.

Para la caracterización del sustrato se usó espectrometría de emisión óptica, durómetro de banco y caracterización microestructural.

4.2.1.1. Composición química.

La identificación del tipo de aleación se realizó por medio de espectrometría óptica de emisión atómica por chispa en equipo Angstrom UV 950 ubicado en las instalaciones de EATIC de Empresas Públicas de Medellín (EPM), bajo condiciones ambientales con una temperatura promedio de 20.7° C y humedad relativa promedio de 52.9%. Para la curva de estandarización previa a las mediciones se usó un material de referencia certificado de Acero Inoxidable B.S. 81T.

4.2.1.2. Medición de dureza.

Las mediciones de dureza en escala Vickers se realizaron en un durómetro de banco universal Wolpert Dia Testor 2 Rc del laboratorio de Tecnología y Diseño de Materiales (LTDM) de la Universidad Nacional de Colombia. Las pruebas se realizaron siguiendo las especificaciones de la norma ASTM E-384 para el ensayo de dureza en escala Vickers de materiales metálicos, usando una carga de 32.5 kgf.

4.2.1.3. Caracterización microestructural.

Para la caracterización microestructural se realizó el montaje y preparación de muestras metalográficas según norma ASTM E-3 para pulido y observación de muestras metálicas, se utilizó un microscopio óptico (MO) NIKON ECLIPSE LV 100 del laboratorio de Tecnología y Diseño de Materiales (LTDM). En el procedimiento de pulido se usaron lijas papel de agua 240, 360, 400, 600, 1200 y 200. Luego de esto las muestras se llevaron a paños con suspensión de diamante de 6 μm y 1 μm . El ataque de las muestras se hizo con el reactivo Vilella.

4.3 Preparación de las superficies.

La preparación de las superficies se realizó mediante dos procedimientos convencionales usados a nivel industrial, *sandblasting* y maquinado.

4.3.1 Sandblasting.

El proceso de *sandblasting* se hizo en un equipo CLEMCO Inex 3048R W/ 300 REC ubicado en las instalaciones de Empresas Públicas de Medellín (EPM), para el proceso se usó *óxido de aluminio (Corindón)*, malla f24 y una presión en la línea de aire de aproximadamente 80 psi.

4.3.2 Maquinado.

El maquinado de las probetas se realizó mediante un torno de banco de referencia Pinacho sc-20, el cual se encuentra en las instalaciones de la Institución Universitaria Pascual Bravo (IUPB). Los parámetros seleccionados para realizar el maquinado se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Parámetros de trabajo en el torno.

Parámetro	Valor
Inserto	Carburo de tungsteno afilado en V
Sistema de sujeción	Buril P40
Velocidad de corte (rpm)	92
Avance (mm/rev.)	0.978
Profundidad de corte (mm)	0.2
Textura, Ra (μm)	17

4.3.3 Medición de rugosidad.

Luego de la preparación superficial del sustrato se procedió a realizar las mediciones de rugosidad en una estación Mitutoyo Surfest SV-3000, ubicada en la Universidad Nacional de Colombia. Se realizaron tres perfiles de rugosidad por cada muestra teniendo 5 longitudes de muestreo de 0.8 mm cada una. Esto con el fin de obtener información de características entre las dos preparaciones superficiales utilizadas sobre las muestras. Para la descripción de los perfiles se utilizaron los parámetros Ra (Rugosidad promedio), Rq (Rugosidad media) y Rsm (Distancia promedio entre picos).

4.3.4 Limpieza superficial de las probetas

La limpieza de las superficies previa a la aplicación de los recubrimientos se realizó usando el producto DEOXIPHOX 670 fabricado por Invesa S.A., el cual es una solución acuosa de ácidos fosfóricos con propiedades desoxidantes y desengrasantes. Se usó un cepillo de cerdas plásticas con el fin de eliminar impurezas en las superficies y otro tipo de contaminación en las probetas debidas al manejo y transporte, luego de esto se retiró el producto con agua y se procedió a secar con pistola de calor durante 10 minutos.

4.4 Caracterización de los polvos.

Los polvos usados como materia prima para la aplicación de los recubrimientos mediante aspersión térmica por plasma son dos recubrimientos comerciales: Eutectic 29123 fabricado por Eutectic Corporation y WOKA 3665 fabricado por Oerlikon Metco. Las características según las fichas técnicas de los fabricantes se muestran a continuación:

Tabla 4. Características polvos ficha técnica fabricante.

Característica	Polvo	
	Eutectic 29123 [16]	WOKA 3665 [17]
Composición de las partículas del polvo	Carburo de Tungsteno (WC), Cobalto (Co) y Níquel (Ni).	8.5 – 11.5% Cobalto (Co), 3.4 – 4.6% Cromo (Cr), 4.8 – 5.6% Carbono (C), 0.2% Hierro (Fe), Balance Tungsteno (W).
Microdureza	75 HRC	750 – 1450 HV 0.3
Dureza	50 HRC	> 90 HR15N
Temperatura máxima de servicio	649 °C	500 °C
Tamaño de partícula	-	-106 + 45
Densidad aparente (g/cm ³)	5.2	4.7 – 5.3

4.4.1 Microscopía electrónica de barrido.

Por medio de microscopio electrónico de barrido (MEB) se realizó la caracterización de la morfología de las partículas de cada uno de los polvos usados. Las imágenes se tomaron en un equipo Karl Zeiss EVO MA10BU y en un equipo JEOL JSM 5910LV, ambos ubicados en las instalaciones de la Universidad Nacional de Colombia.

4.4.2 Distribución de tamaño de partículas DTP.

Se determinó la distribución de tamaño de partícula de los polvos Eutectic 29123 y WOKA 3665. Para los respectivos análisis se usaron 3 gramos de polvo Eutectic 29123 y 3 gramos de polvo WOKA 3665, usando agua como dispersante de las muestras. El ensayo de DTP se llevó a cabo en un sistema Mastersize 2000 de la Universidad Nacional de Colombia.

4.4.3 Caracterización mediante DRX.

Se realizó la caracterización mediante Difracción de Rayos X (DRX) con el fin de determinar las fases presentes en los polvos, en un difractómetro X'Pert Pro MPD de la Universidad de Antioquia.

4.5 Aplicación de los recubrimientos.

Para la aplicación de los recubrimientos se utilizó un equipo de aspersion térmica por plasma ubicado en las instalaciones de Empresas Públicas de Medellín (EPM), el cual consta de un sistema robotizado FANUC para el movimiento de la pistola de manera automática, la generación del plasma para la aplicación de los recubrimientos se realiza mediante una pistola fabricada por Sulzer Metco referencia SInplexPro-90 (Figura 10.a.).

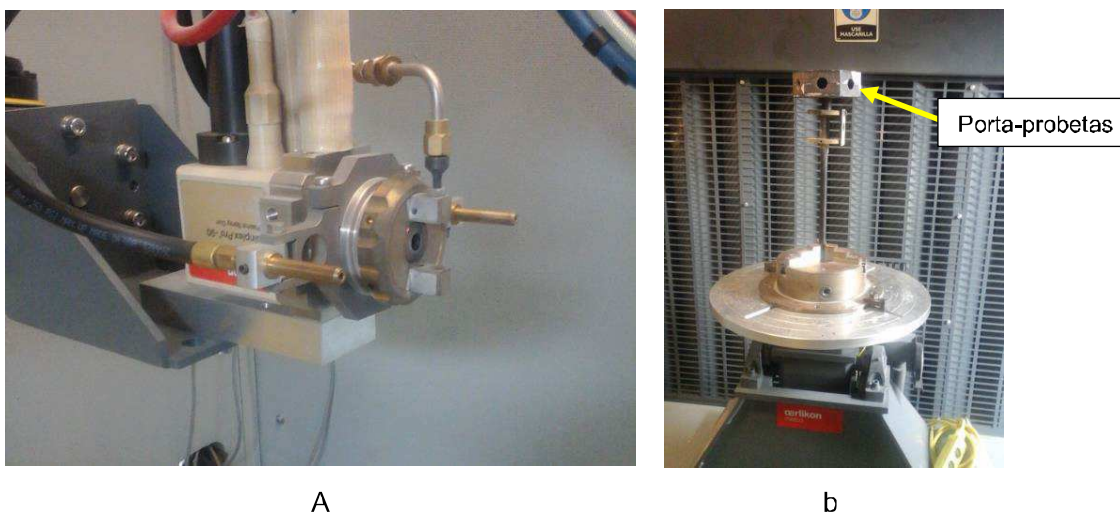


Figura 10. Equipo usado para la aplicación de los recubrimientos, a) Pistola Sulzer Metco y b) Portaprobetas.

4.5.1 Determinación de los parámetros de aplicación de los recubrimientos

Para la aplicación de los recubrimientos se realizaron pruebas preliminares con el fin de encontrar los parámetros de trabajo adecuados del equipo de aspersión térmica por plasma atmosférico (APS) para los polvos Eutectic 29123 y WOKA 3665. Inicialmente se realizó una revisión bibliográfica con el fin de encontrar información acerca de rangos y/o valores de parámetros de aplicación de recubrimientos de Carburo de Tungsteno (WC) por medio de aspersión térmica por plasma. En la Tabla 5 se muestra un resumen de algunos parámetros usados por diferentes autores para llevar a cabo sus experimentos, también se encuentra información de la cantidad recomendada para la tasa de alimentación de los polvos según la ficha técnica del material y otros autores.

Tabla 5. Resumen de parámetros encontrados en la bibliografía de recubrimientos de WC aplicados por medio aspersión térmica por plasma (APS).

		Referencia bibliográfica.									
Variable		Ficha técnica 29123	M. Afzal (2015), [18].	Jianhui Yuan (2013), [19].	F. Ghadami (2015), [20]	K.M. Deen (2017), [21]	Jianhui Yuan (2009), [22]	S. Al-Mutairi (2015), [23]	Qing Zhan (2012), [24]	F. Ghadami (2013), [25]	
Información recubrimiento	Tipo WC		WC - 12%Co	WC - 12%Co	WC - 12%Co	WC - 12%Co	WC - 12%Co	WC - 12%Co	WC - 12%Co	WC - 12%Co	WC - 12%Co
	Tamaño promedio partícula, μm		5 - 45	45 \pm 15	45 \pm 15	-	15 - 45	-	45 \pm 15	45 \pm 15	125 \pm 35
Aleación sustrato			AISI 321	AISI 304L	Mild Steel 0.23%C	AISI 321	Mild Steel	Carbon Steel API-5L	AISI 304	Mild Steel 0.23%C	
Parámetros APS	Corriente, A		500	-	700	500	400	744	-	700	630
	Voltaje, V		50	-	58	50	55	46	-	-	-
	Gas primario (Ar), Lt/min		75.5	42	65	-	50	-	42	65	50
	Gas secundario (H ₂), Lt/min		4.8	11	3	-	3	-	11	3	13
	No. Pases		59	-	8	59	-	3	-	-	-
	Tasa alimentación polvos	120.96	75.6	46	36	75.6	14	32	46	36	40
	Distancia de aspersión - mm		130	140	140	90	100	127	140	130	140

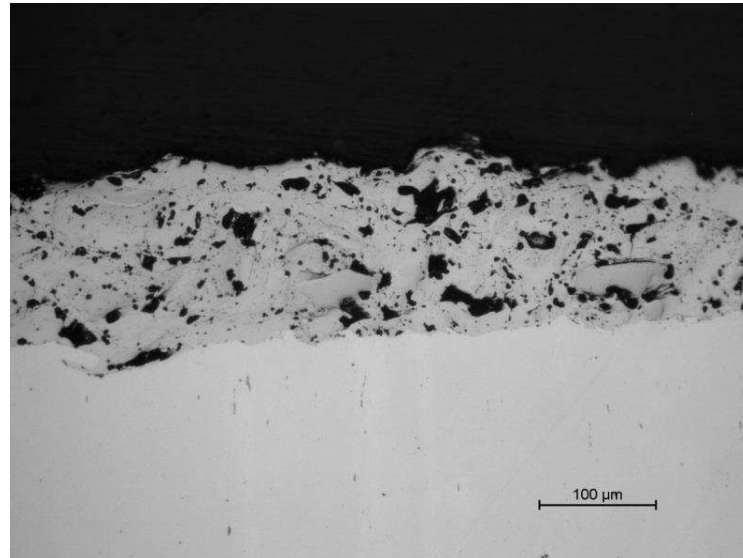
Medición recubrimiento	Espesor de capa - μm		-	300	200	-	300	160	-	200	200
	Porosidad promedio, %	-	-	-	-	-	-	-	-	4.96 \pm 5.10	8.07 \pm 6.22

Con la información obtenida de la revisión bibliográfica, y teniendo en cuenta los valores y/o rangos conocidos de los parámetros de trabajo que se pueden manejar en el equipo de APS utilizado, se procedió a realizar unas aspersiones preliminares usando como insumo el recubrimiento Eutectic 29123 sobre acero inoxidable AISI-SAE 304. Los parámetros de operación seleccionados se muestran en la Tabla 6, de estos cabe destacar que la corriente (I), el flujo de hidrógeno (H₂) y Argón (Ar) se seleccionaron según la experiencia de operación en el equipo, la tasa de polvos se seleccionó una tasa de 25-30 gramos por minuto, la distancia de aspersión se estableció entre 140 y 150 mm debido a que el tamaño de partícula de los polvos usados es mayor al encontrado en la revisión bibliográfica.

Tabla 6. Parámetros definidos para ensayos preliminares en el equipo de aspersión térmica por plasma atmosférico (APS).

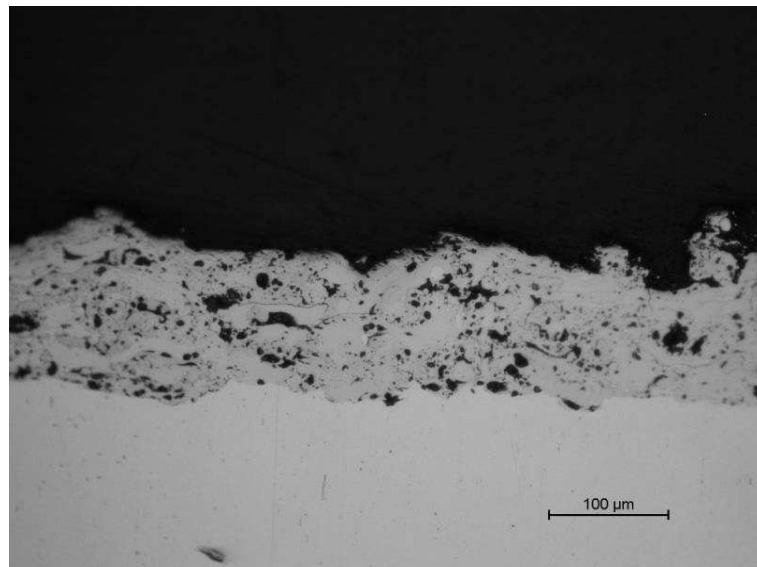
Variable	Valores			
	Primera aspersión	Segunda aspersión	Tercera aspersión	
Corriente - I (A)	520	520	520	
Flujo Ar (NLPM)	60	60	60	
Flujo H ₂ (NLPM)	7	9	9	
Tasa de polvos (g/min)	25-30	25-30	25-30	
Presión de gases	4 bar	4 bar	4 bar	
Distancia de aspersión (mm)	150	150	140	
Características recubrimientos aplicados	Espesor (μm)	106 - 130	110 - 140	114 - 140
	Porosidad (%)	15 \pm 4	12 \pm 3	16 \pm 4

En las Figura 11 a 15 se muestran las secciones transversales de las pruebas de disparo realizadas con el fin de establecer los parámetros de trabajo del equipo de aspersión térmica por plasma (APS).



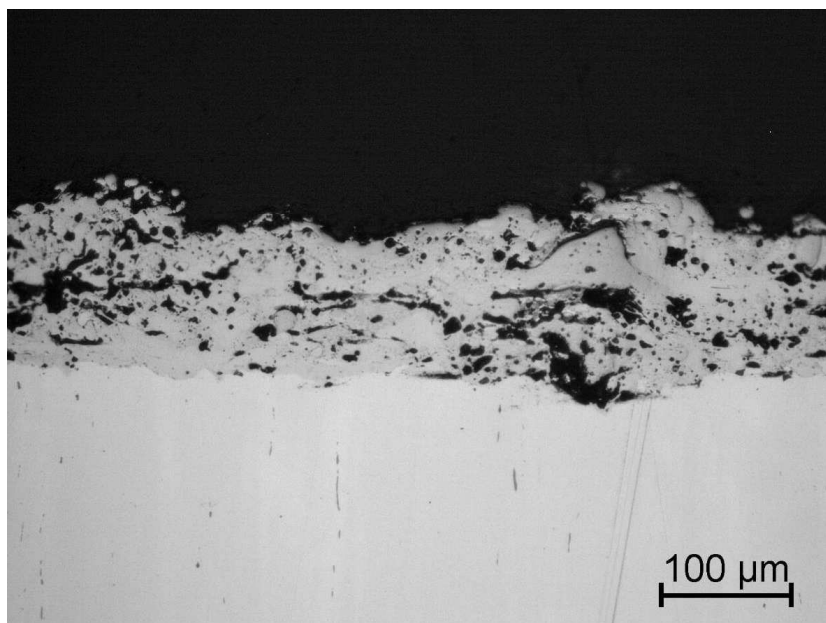
a) 200X

Figura 11. Sección transversal del recubrimiento aplicado en la primera aspersión de las pruebas de disparo, microscopio óptico (MO), a) 200X y b) 500X.



a) 200X

Figura 12. Sección transversal del recubrimiento aplicado en la segunda aspersión de las pruebas de disparo, microscopio óptico (MO), a) 200X y b) 500X.



a) 200X

Figura 13. Sección transversal del recubrimiento aplicado en la tercera aspersión de las pruebas de disparo, microscopio óptico (MO), a) 200X y b) 500X.

Luego de los resultados obtenidos se evidenció que los recubrimientos que cualitativamente tienen una menor cantidad de poros y defectos encontrados son los aplicados mediante los parámetros de trabajo de la segunda aspersión (ver Tabla 6), por lo tanto, se tienen en cuenta estos parámetros de aspersión para realizar las aspersiones finales.

4.6 Caracterización de los recubrimientos finales

4.6.1 Medición de porosidad y espesor de capa

Por medio de microscopía óptica (MO) se realizó la medición de espesor de capa de los recubrimientos aplicados, las mediciones se realizaron en un NIKON ECLIPSE LV 100 ubicado en la Universidad Nacional de Colombia. Las muestras se montaron en frío en un equipo de impregnación al vacío usando una resina poliéster ortoftálica insaturada de

estireno. Posterior al montaje se hizo el corte de las muestras mediante disco diamantado en un equipo Buehler ISOMET 5000, con una velocidad de avance de 1.2 mm/min y una velocidad de rotación del disco de 4500 rpm.

Para el pulido de las muestras se usaron lijas papel de agua 240, 320, 400, 600, 1200 y 2000. Luego se pulieron mediante paños con suspensión de diamante de 6 y 3 μm .

Para la medición de porosidad de los recubrimientos se tuvo en cuenta el estándar establecido en la norma ASTM E2109-01, en el cual se hacen recomendaciones acerca de la medición de porosidad mediante tratamiento digital de imágenes. Se realizó una toma de 25 a 30 fotomicrografías a 400 aumentos.

Luego de tomar las imágenes, se utilizó el software *ImageJ* para llevar a cabo el tratamiento digital de imágenes necesario para realizar una estimación de la porosidad.

4.6.2 Microscopia electrónica de barrido (MEB)

Por medio de microscopio electrónico de barrido (MEB) se caracterizó la morfología y características de los recubrimientos aplicados sobre la superficie del sustrato y en una sección transversal montada en resina y pulida. Los ensayos se llevaron a cabo en el microscopio electrónico de barrido JEOL JSM 5910 LV de la Universidad Nacional de Colombia.

4.6.3 Difracción de rayos X (DRX)

Para identificar las fases presentes en los recubrimientos aplicados se utilizó la técnica de difracción de rayos X (DRX), en un difractómetro X'Pert Pro MPD de la Universidad de Antioquia. Según revisión bibliográfica se eligió un barrido de 2θ de 20° a 80° para realizar una identificación previa de las fases y picos principales en los recubrimientos [19], [21]–[30].

4.7 Ensayos de adhesión bajo norma ASMT C-633

Los ensayos de adhesión se realizaron siguiendo los lineamientos descritos en la norma ASTM C-633. Se fabricaron probetas cilíndricas de una pulgada (1") de diámetro y dos

pulgadas (2") de longitud para realizar las pruebas de tensión. En la Figura 14 se puede ver un esquema en el cual se tiene la probeta con la preparación superficial (maquinado/*sandblasting*), sobre ésta se aplica el recubrimiento comercial de Carburo de Tungsteno (WC) por medio de aspersión térmica por plasma, y por último se hace la unión del sistema recubrimiento/probeta con la probeta contracara (probeta superior) por medio de un pegamento el cual se aplica entre el recubrimiento y la superficie de la contracara. Los ensayos se llevaron a cabo en un equipo para ensayos de tracción SHIMADZU AG-20kN/50kNICD de la Institución Universitaria Pascual Bravo (IUPB).

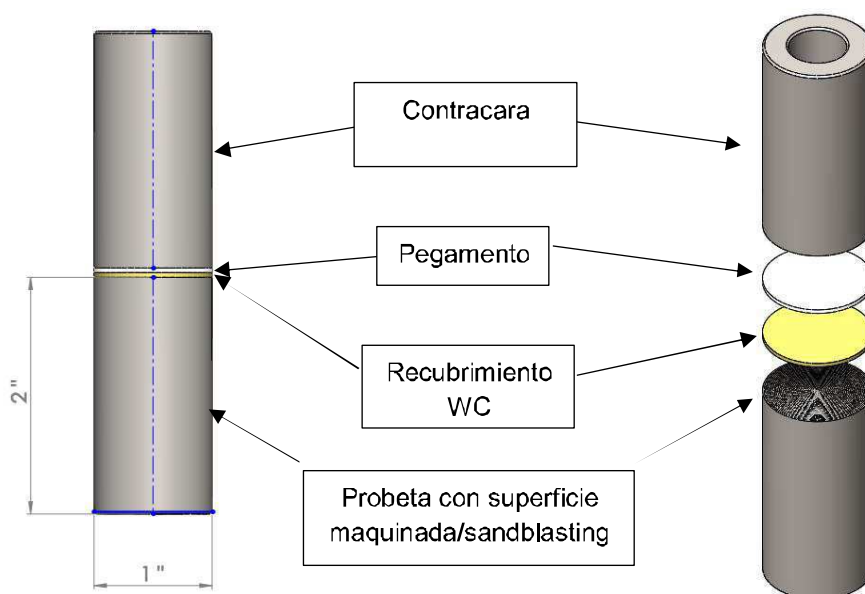


Figura 14. Esquema de montaje probetas para ensayo de resistencia adhesivo-cohesiva.
Elaboración propia.

4.7.1 Puesta a punto de sellante para juntas

Se realizó una revisión previa acerca de los adhesivos (pegamentos o sellantes) mencionados en la literatura con el fin de tener conocimiento de valores de referencia de resistencia para realizar el ensayo y poder de esta manera comparar con algún pegamento comercial que pueda dar una resistencia cercana o en el rango de los pegamentos usados por diferentes autores, en la Tabla 7 se muestran las referencias y valores de resistencia (MPa) encontrados en la literatura.

Tabla 7. Pegamentos referenciados en la literatura.

Adhesivo	Resistencia teórica (MPa)	Autor
Polyamide-epoxy FM 1000	-	ASM Thermal Spray Society [31]
Cytec FM - 1000	69 - 75	ASTM C-633 [32], [33]
Magna-Tac M666 or M777	28	ASTM C-633 [32]
Armstrong A-12	28	ASTM C-633 [32]
3M Scotch Weld SW 2214	70	Ghasemi, R. [34]
HTK Ultra Bond 100	-	Bernardie, R. et Al. [35]

Para los ensayos de adhesión se usó un pegamento (adhesivo) comercial de referencia 13252 (sellante blanco para juntas) fabricado por Pintuco. Se comparó el curado en horno durante 1 y 2 horas con el curado a temperatura ambiente por un tiempo superior a dos días como recomienda la ficha técnica del fabricante por medio de estos se pudo obtener una resistencia superior a 35 MPa y en algunos casos alcanzando los 44 MPa para el curado mediante horno, como se puede ver en la Figura 15. El montaje para el curado de las muestras se muestra en la Figura 16.

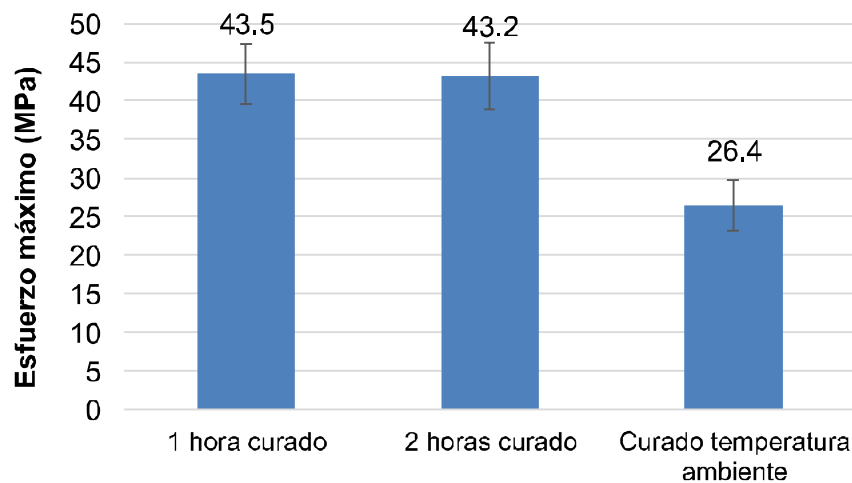


Figura 15. Resultados de los ensayos de resistencia adhesivo-cohesiva para la puesta a punto del sellante 13252.



Figura 16. Montaje de probetas para el ensayo de adhesión.

4.8 Revisión de las superficies de falla.

Luego de realizar los ensayos de adhesión, se procedió a revisar las superficies de falla mediante microscopio estereoscópico (ME) y microscopio electrónico de barrido (MEB), con el fin de identificar inicios de falla de los recubrimientos aplicados. Los ensayos se llevaron a cabo en un estereomicroscopio NIKON SMZ1500 y en un microscopio electrónico de barrido (SEM) JEOL JSM 5910 LV de la Universidad Nacional de Colombia.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el presente capítulo se presentan los resultados de caracterización del sustrato por medio de composición química y dureza. La caracterización por medio de microscopio óptico, microscopio electrónico de barrido y DRX de los polvos y recubrimientos aplicados mediante APS. Igualmente se tienen los resultados y análisis posteriores al ensayo de adhesión, con la identificación del tipo de falla según norma ASTM C-633. Y por último la relación entre el tipo de preparación superficial y los resultados en los ensayos de adhesión.

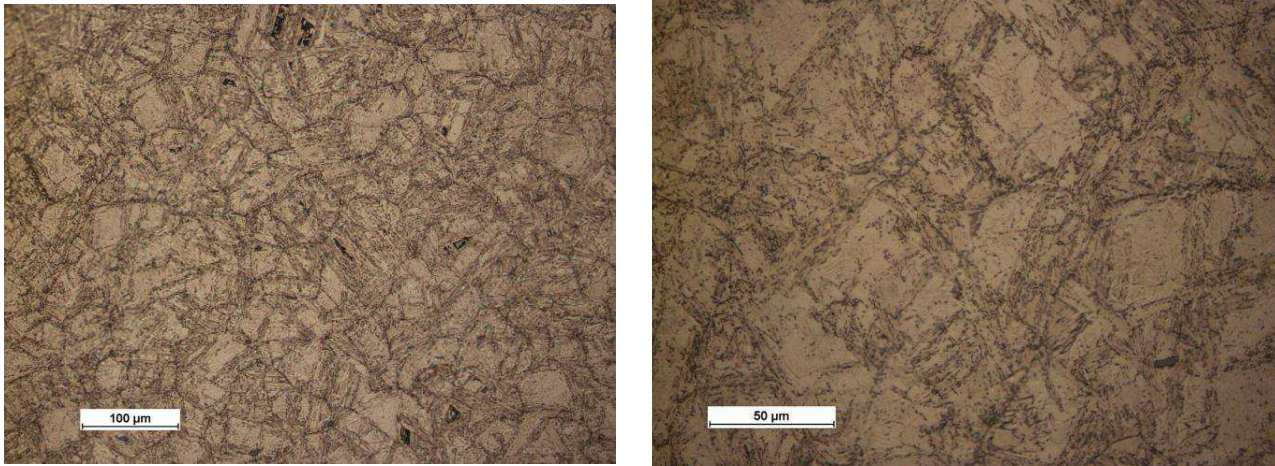
5.1 Análisis de material del sustrato

En la Tabla 8 se presentan los resultados de la medición de la composición química de una muestra del sustrato utilizado. El material presenta una composición química correspondiente a la de un acero inoxidable martensítico del tipo ASTM A743 grado CA15M, comúnmente conocido como 13-1.

Tabla 8. Composición química sustrato

Elemento	(% Promedio) Muestra sustrato	Composición ASTM A743 Grado CA15M
Carbono (C)	0.078	0.15 máx.
Silicio (Si)	0.28	0.65 máx.
Manganeso (Mn)	0.61	1.00 máx.
Fósforo (P)	0.011	0.04 máx.
Azufre (S)	0.009	0.04 máx.
Cromo (Cr)	12.5	11.5 – 14.0
Molibdeno(Mo)	-	0.15 – 1.00
Níquel (Ni)	0.56	1.0

En la Figura 17 se presenta la microestructura de la muestra del sustrato usado para los recubrimientos, la correspondiente a martensita revenida.



a. Micrografía muestra a 200X

b. Micrografía muestra a 500X

Figura 17. Fotomicrografías sustrato. MO.

En la Tabla 9 se muestran los valores de las mediciones de dureza realizadas. El valor medio es 231 HV_{31.25}, el cual es menor al usualmente encontrado en componentes de sistemas hidráulicos fabricados con el acero 13-1 (típicamente del orden de 260 a 280 HV). Para efectos de este estudio, una posible consecuencia de trabajar con un sustrato más blando es la mayor cantidad de deformación plástica que se genera en su superficie durante procesos de preparación como el *sandblasting*. Sin embargo, no está suficientemente bien establecido qué grado de reducción de dureza es necesario para generar un cambio en la calidad superficial que sea medible y que además lleve a una respuesta diferencial en las pruebas de resistencia adhesivo-cohesiva.

Tabla 9. Valores de dureza en escala Vickers HV 31.25 kgf del sustrato.

	Dureza Mínima (HV)	Dureza Máxima (HV)	Promedio (HV)
Muestra sustrato	227	232	231 ± 2

5.2 Preparación superficial del sustrato

En la Figura 18 se muestra el aspecto de las superficies obtenidas mediante los procesos de maquinado y *sandblasting*.

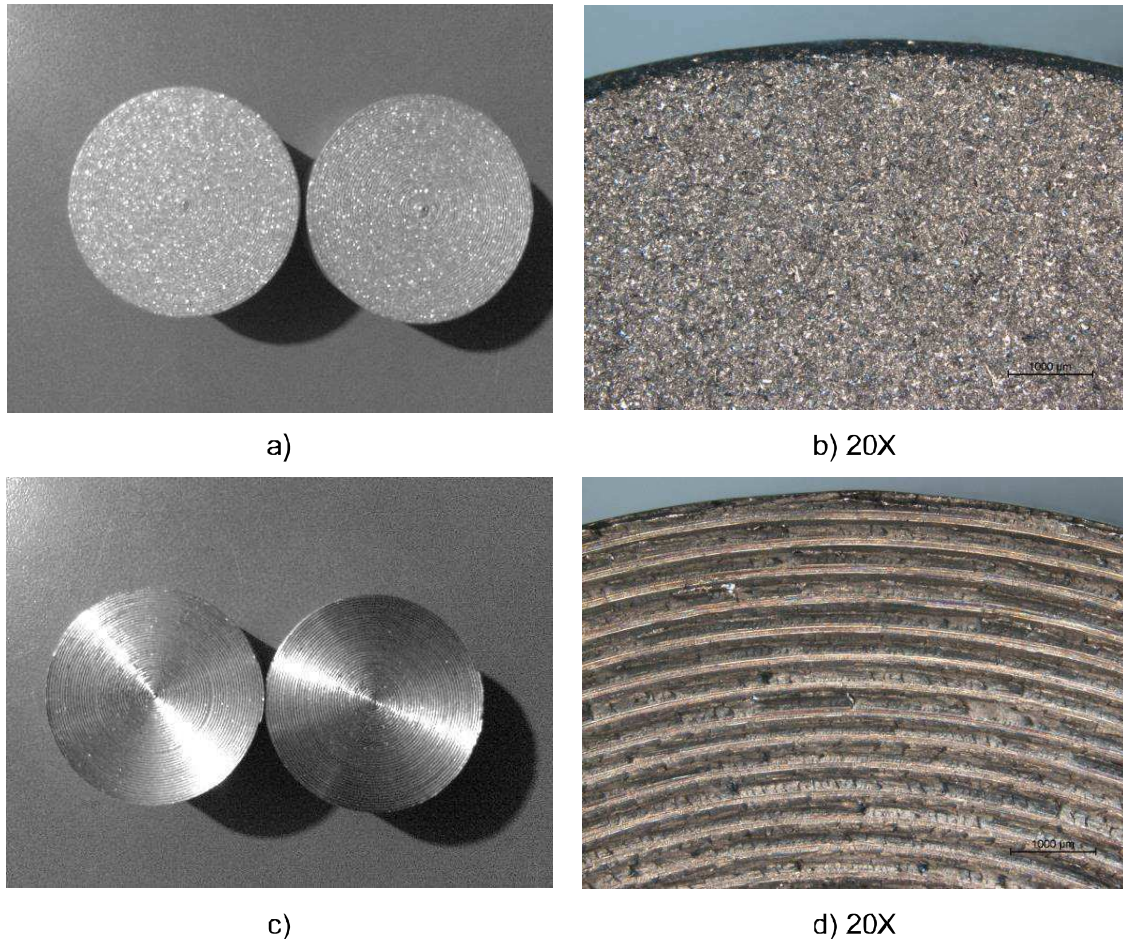


Figura 18. Imágenes superficies antes de la aplicación de los recubrimientos. a) Imagen de las probetas después del *sandblasting*; b) Superficie después del *sandblasting*, estereoscopio; c) Imagen de las probetas maquinadas; d) Superficie maquinada, estereoscopio.

La Tabla 10 y Figura 19 se presentan los valores de R_a (rugosidad promedio), R_q (rugosidad media cuadrática) y R_{sm} (espaciamiento entre picos) de cada preparación superficial de las probetas antes de aplicar los recubrimientos. Se encuentran que el valor promedio de R_a para el proceso de maquinado es de $17.9 \pm 2.2 \mu\text{m}$, estos valores se deben a la profundidad de corte del maquinado usada (0.2 mm), y un espaciamiento promedio

entre picos de $0.331 \pm 0.017 \mu\text{m}$. Mientras que para el proceso de *Sandblasting* la rugosidad promedio es menor, y se encuentra en $4.6 \pm 0.7 \mu\text{m}$, debido a que esa trata de un proceso con una profundidad de remoción o deformación de material menor a la usada en el maquinado.

Tabla 10. Descriptores y valores de rugosidad de las muestras antes de aplicación de los recubrimientos.

No. Probeta	Valor parámetro		
	Ra (μm)	Rq (μm)	Rsm (mm)
Promedio maquinado	17.9 ± 2.2	21.4 ± 2.5	0.331 ± 0.017
Promedio <i>Sandblasting</i>	4.6 ± 0.7	$6.1 \pm 1,0$	0.196 ± 0.018

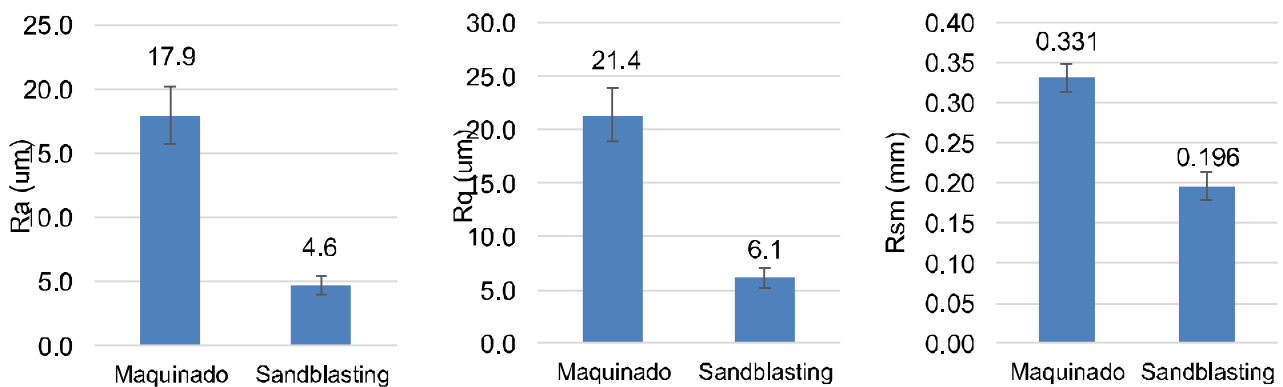
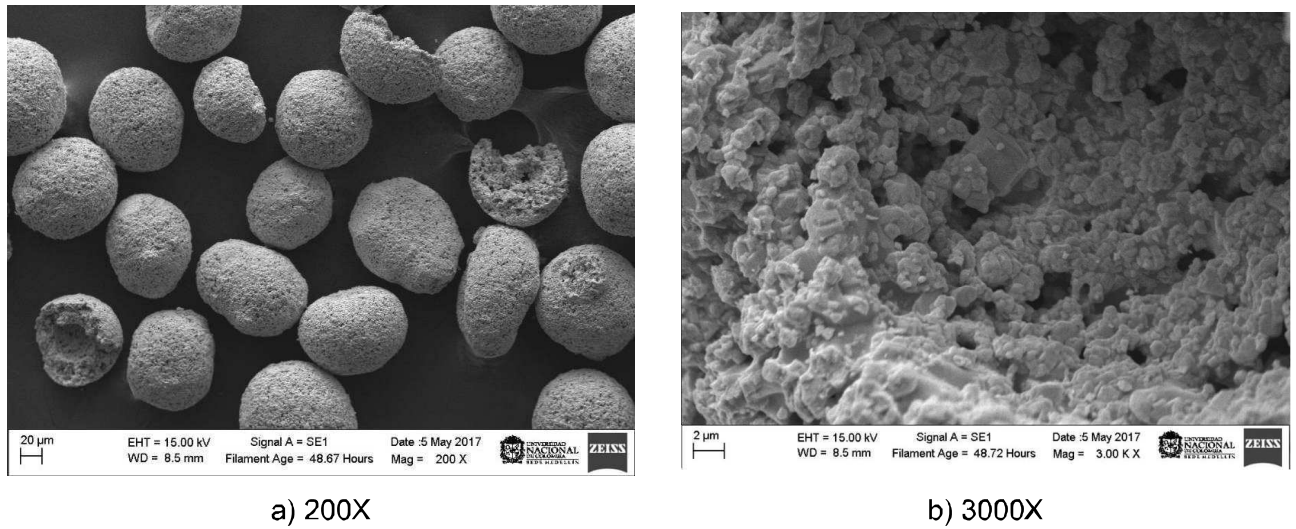


Figura 19. Valores promedio de Ra, Rq y Rsm de cada preparación superficial.

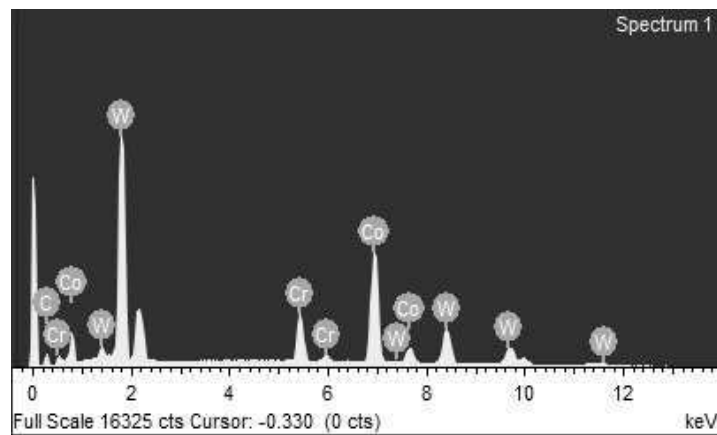
5.3 Caracterización de los polvos

En la Figura 20 se muestra la morfología del polvo WOKA 3665 caracterizado por partículas en forma esférica con aspecto superficial rugoso, típico de procesos de fabricación por aglomeración/sinterización o por HOSP (*Hollow Oxide Spherical Powder*), en las cuales se observa la presencia de Co, Cr, W y C.



a) 200X

b) 3000X



c)

Figura 20. Morfología del polvo WOKA 3665. a) y b) Imágenes tomadas mediante microscopio electrónico de barrido (MEB), c) Espectro de elementos obtenido mediante EDX en una partícula del polvo WOKA.

En la Figura 21 se muestra la morfología del polvo Eutectic 29123 en el cual se encuentran partículas con forma esférica de carácter metálico (ricas en Ni, Cr) con aspecto superficial liso provenientes del proceso de atomización con gas inerte, partículas con forma irregular producidas mediante procesos de molienda del tipo carburo de tungsteno.

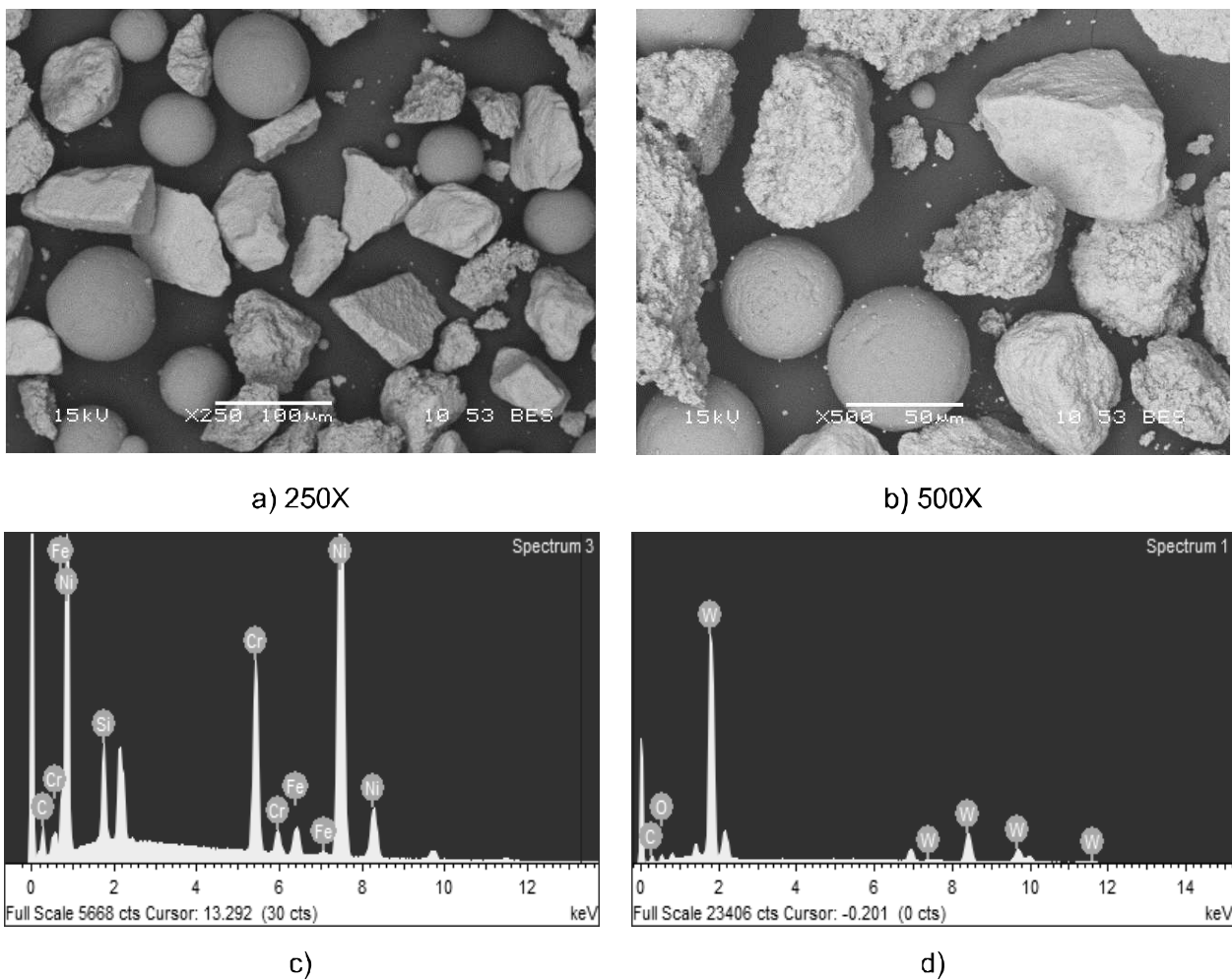


Figura 21. Morfología del polvo Eutectic 29123. a) y b) Imágenes tomadas mediante microscopio electrónico de barrido (MEB); c) Espectro de elementos obtenido mediante EDX en una partícula esférica en mayor cantidad Ni y Cr; y d) Espectro de elementos obtenido mediante EDX en una partícula irregular en mayor cantidad W y C.

En la Figura 22 se muestra la curva de distribución de tamaño partículas del polvo WOKA 3665, con un tamaño medio de partículas de 75.5 μm , en la curva el eje vertical corresponde al porcentaje en volumen de cada tamaño de partícula del eje horizontal. En la Figura 23 se muestra la curva de distribución de tamaño de partículas del polvo Eutectic 29123, con un tamaño medio de partículas de 68.5 μm .

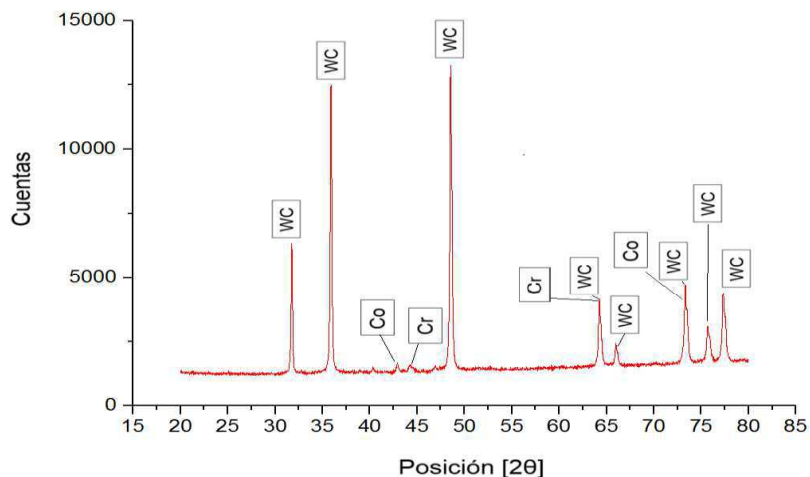


Figura 24. Resultados difracción de Rayos X (DRX) del polvo WOKA 3665.

En la Figura 25 se muestran los resultados de difracción de rayos X (DRX) del polvo Eutectic 29123. Se utilizó la base de datos COD, se evidencia la presencia Carburo de Tungsteno (WC) fase hexagonal (patrón de referencia 96-900-7457), de Níquel (Ni) fase cúbica (patrón de referencia 96-210-0653) y de Cromo (Cr) fase cúbica (patrón de referencia 96-901-1599). Las fases encontradas de Carburo de Tungsteno (WC), Níquel (Ni) y Cromo (Cr), corresponden en gran medida a lo indicado en la ficha técnica del fabricante y a los EDX realizados.

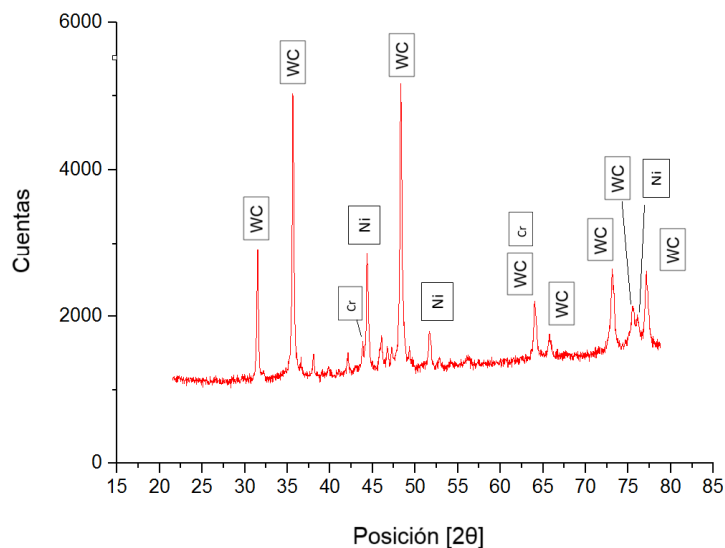


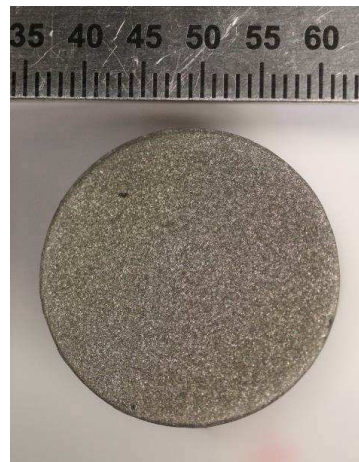
Figura 25. Resultado difracción de Rayos X (DRX) del polvo Eutectic 29123.

5.4 Caracterización de los recubrimientos aplicados por APS.

Para la aplicación de los recubrimientos finales se seleccionaron los parámetros de operación de la segunda aspersión de las pruebas de disparo que se muestran en la Tabla 6. En la Figura 26 se muestra el aspecto típico de los recubrimientos comerciales aplicados sobre las dos preparaciones superficiales realizadas en el sustrato. Con el fin de evitar confusión con la terminología de los polvos y para efectos prácticos se nombran los recubrimientos con las letras iniciales del polvo usado y del proceso de preparación superficial como se muestra a continuación:

Tabla 11. Nomenclatura recubrimientos aplicados.

		Preparación superficial	
		Maquinado	Sanblasting
Polvo usado	WOKA 3665	Recubrimiento WM	Recubrimiento WS
	Eutectic 29123	Recubrimiento EM	Recubrimiento ES



a) Recubrimiento EM



b) Recubrimiento WM

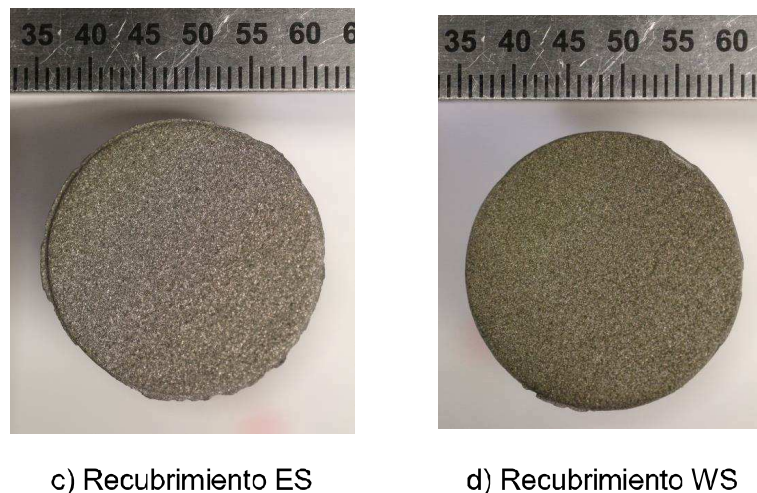


Figura 26. Aspecto de los recubrimientos aplicados por APS.

En la Figura 27 se muestra la superficie del recubrimiento usando el polvo WOKA 3665 al ser observada en MEB. Puede observarse una estructura porosa y con características de salpicadura asociadas al proceso de aplicación del recubrimiento. En la Figura 28 se muestra la superficie del recubrimiento usando el polvo Eutectic 29123, en la que se puede notar que el recubrimiento obtenido tiene dos tipos de fases composicionales debidas a las partículas esféricas de carácter metálico y a las partículas irregulares de carburo de tungsteno.

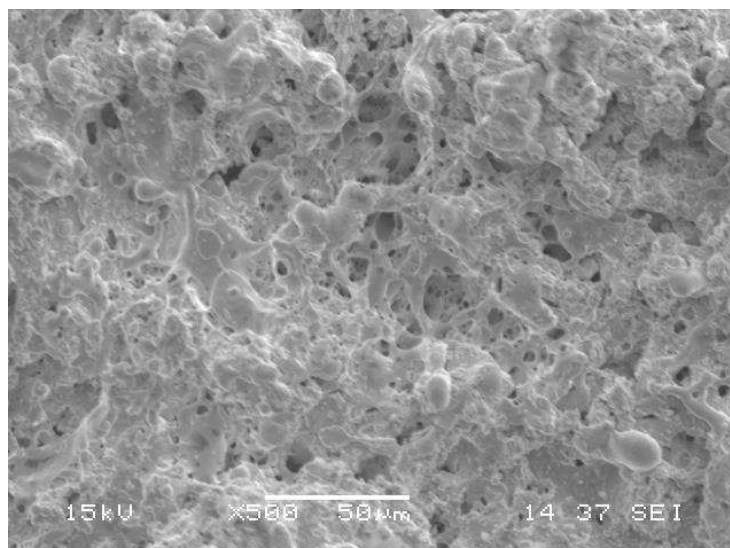


Figura 27. Superficie del recubrimiento usando el polvo WOKA 3665. MEB, 500X.

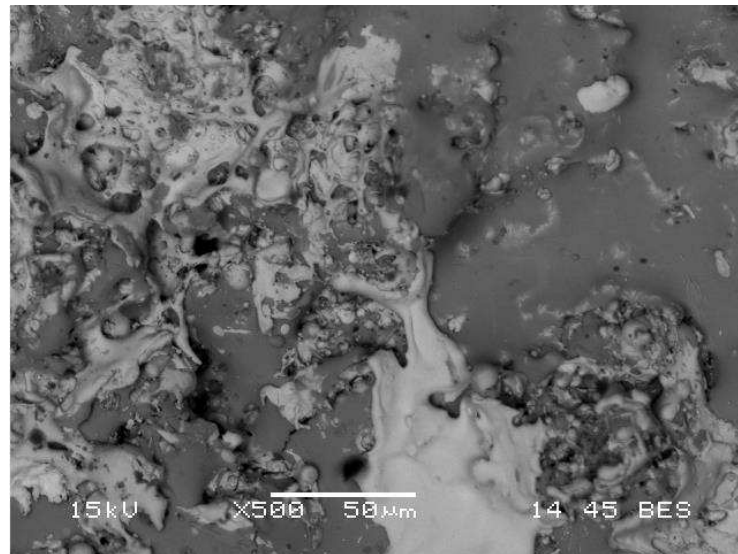


Figura 28. Superficie recubrimiento usando el polvo Eutectic 29123. MEB. 500X

En las Figura 29 y Figura 30 se muestran las secciones transversales de los recubrimientos aplicados de los polvos WOKA 3665 y Eutectic 29123, respectivamente, como se observan en el microscopio electrónico de barrido (MEB). En ambos recubrimientos se puede ver una estructura característica de recubrimientos aplicados por aspersion térmica por plasma, también se evidencia la presencia de poros, y es evidente una estructura de lamelar para los recubrimientos que se aplicaron usando como polvo el Eutectic 29123, esto es posible observarlo debido a las características de los polvos de tener dos tipos de partículas de diferente composición química.

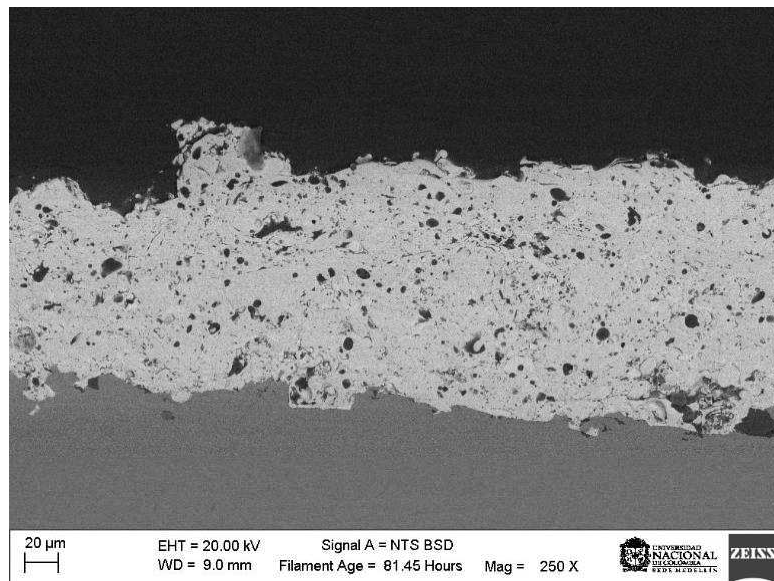


Figura 29. Sección transversal del recubrimiento usando como polvo WOKA 3665, microscopio electrónico de barrido (MEB), electrones retrodispersados, 250X.

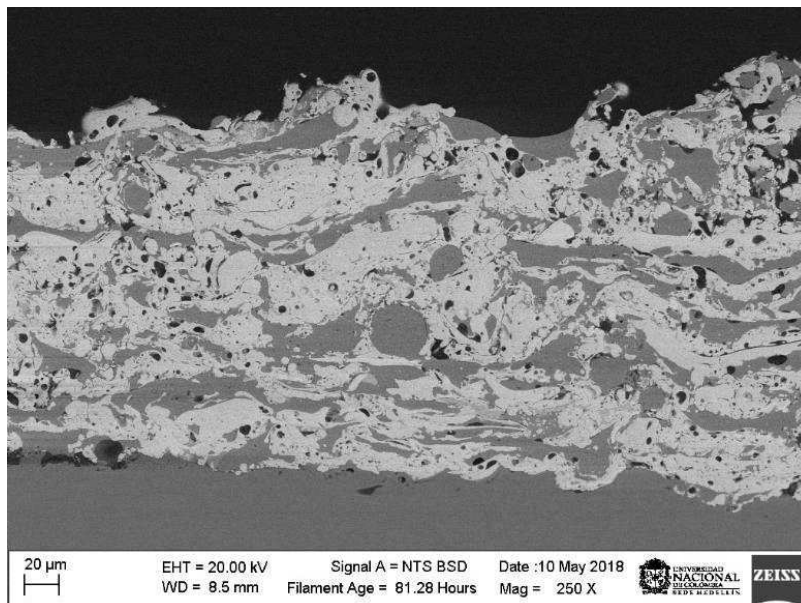


Figura 30. Sección transversal del recubrimiento usando como polvo Eutectic 29123, microscopio electrónico de barrido (MEB), electrones retrodispersados, 250X.

En la Figura 31 se muestran los resultados de difracción de rayos X (DRX) del recubrimiento obtenido luego de aplicar el polvo WOKA 3665. Se evidencia la presencia Carburo de Tungsteno (WC) fase hexagonal (patrón de referencia 96-901-3304 base de datos COD), Carburo de Tungsteno (W_2C) fase hexagonal (patrón de referencia 98-007-7568 base de datos ICSD) y óxido de Cobalto (CoO) fase cúbica (patrón de referencia 98-005-3057). La fase encontrada de Carburo de Tungsteno (WC) es acorde con la fase encontrada del polvo WOKA 3665, mientras que el Carburo de Tungsteno (W_2C) y óxido de Cobalto (CoO) son producto de la aplicación del recubrimiento.

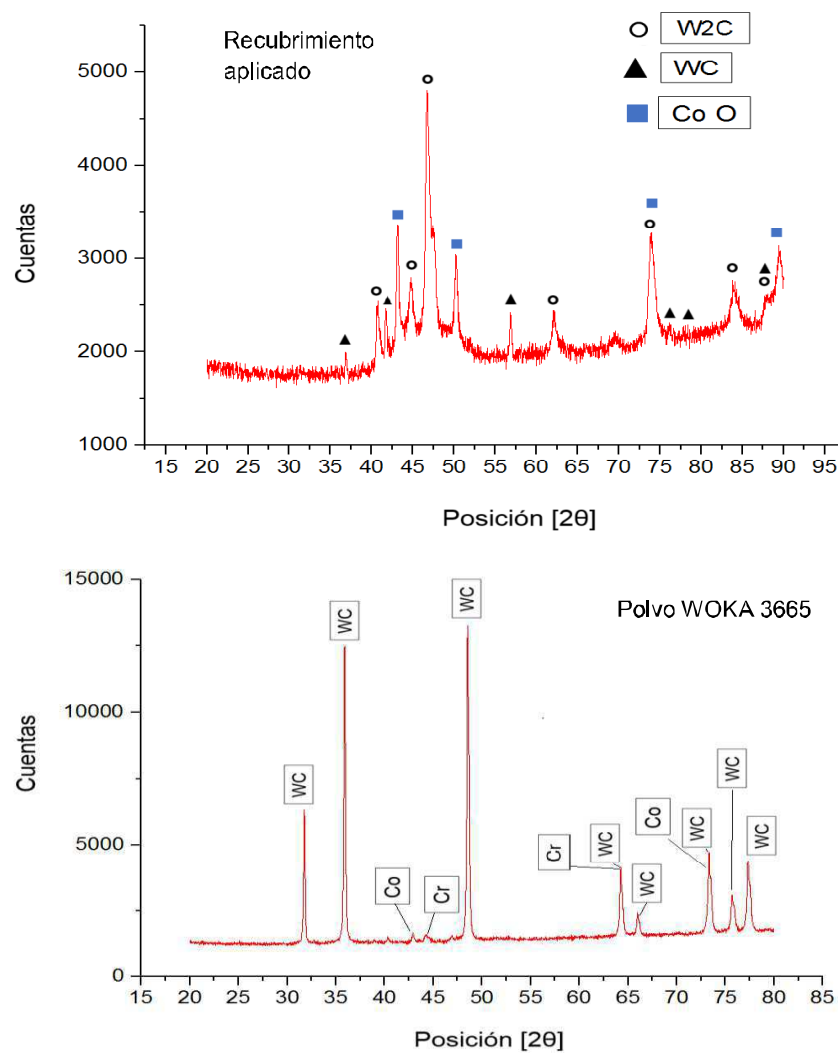


Figura 31. Resultados difracción de rayos X (DRX) del recubrimiento usando el polvo WOKA 3665

En la Figura 32 se muestran los resultados de difracción de rayos X (DRX) del recubrimiento luego de aplicar el polvo Eutectic 29123. Se evidencia la presencia Carburo de Tungsteno (W_2C) fase hexagonal (patrón de referencia 98-007-7568 base de datos ICSD), Carburo de Tungsteno (WC) fase hexagonal (patrón de referencia 96-210-2254 base de datos COD) y óxido de Cobalto (CoO) fase cúbica (patrón de referencia 98-005-3057 base de datos ICSD) y Niquel (Ni) fase cúbica (patrón de referencia 96-432-0493 base de datos COD).

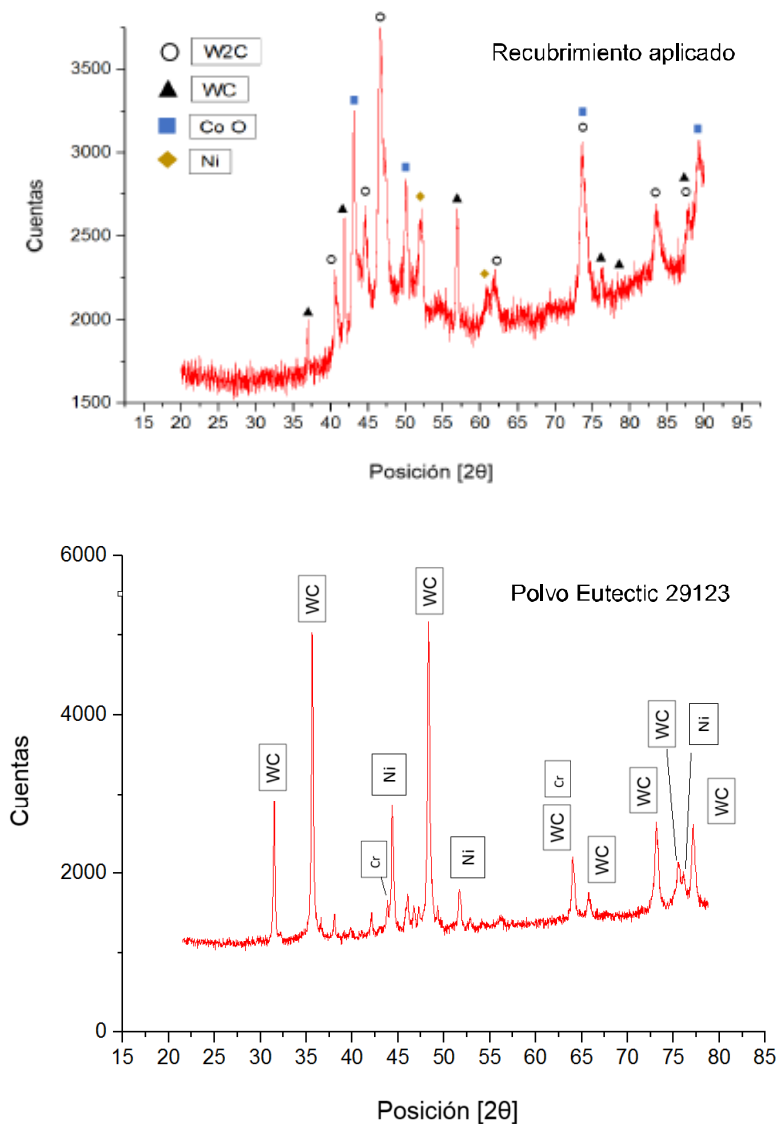


Figura 32. Resultados difracción de rayos X (DRX) del recubrimiento Eutectic 29123.

5.5 Resistencia adhesivo-cohesiva bajo norma ASTM C633.

La Figura 33 presenta un compendio de los resultados de las mediciones de resistencia adhesivo-cohesiva en las muestras recubiertas con los 2 polvos estudiados y los 2 procedimientos de acabado superficial. Se puede notar una mejor respuesta del recubrimiento WS (recubrimiento usando polvo WOKA 3665 y preparación superficial mediante *sandblasting*) dado que ofrece los mayores valores de resistencia en MPa, mientras que para el recubrimiento WM (recubrimiento usando polvo WOKA 3665 y preparación superficial mediante maquinado) se tienen los valores más bajos de resistencia. Para los recubrimientos que se aplicaron usando el polvo Eutectic 29123 se pueden notar una respuesta cercana en los valores de resistencia en MPa para las dos preparaciones superficiales.

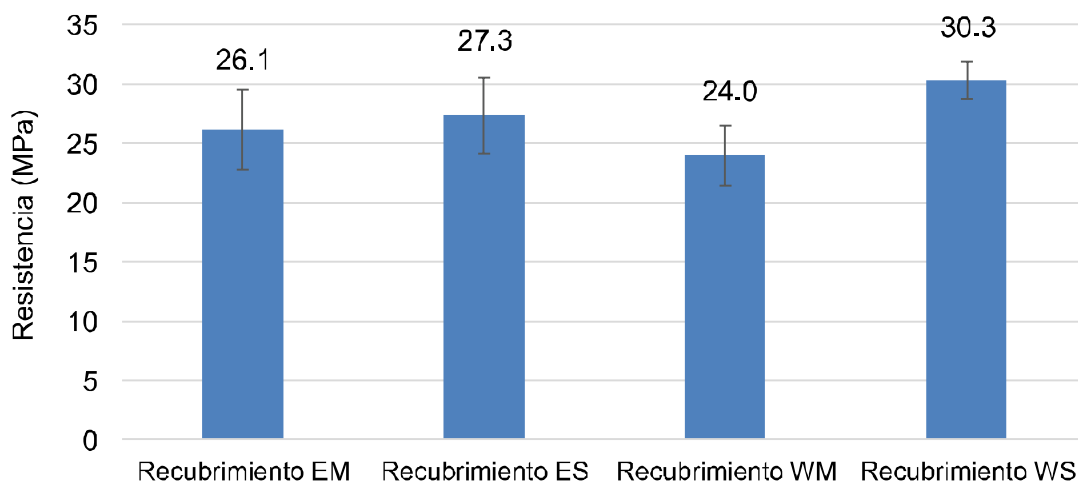


Figura 33. Resultados ensayos de adhesión bajo norma ASTM C-633

En la Figura 34 se muestran las superficies de falla de cada una de las combinaciones de tipo de polvo y preparación superficial planteadas en el diseño experimental, para un detalle mayor de cada una de las probetas y de los fallos característicos se recomienda revisar el ANEXO A.

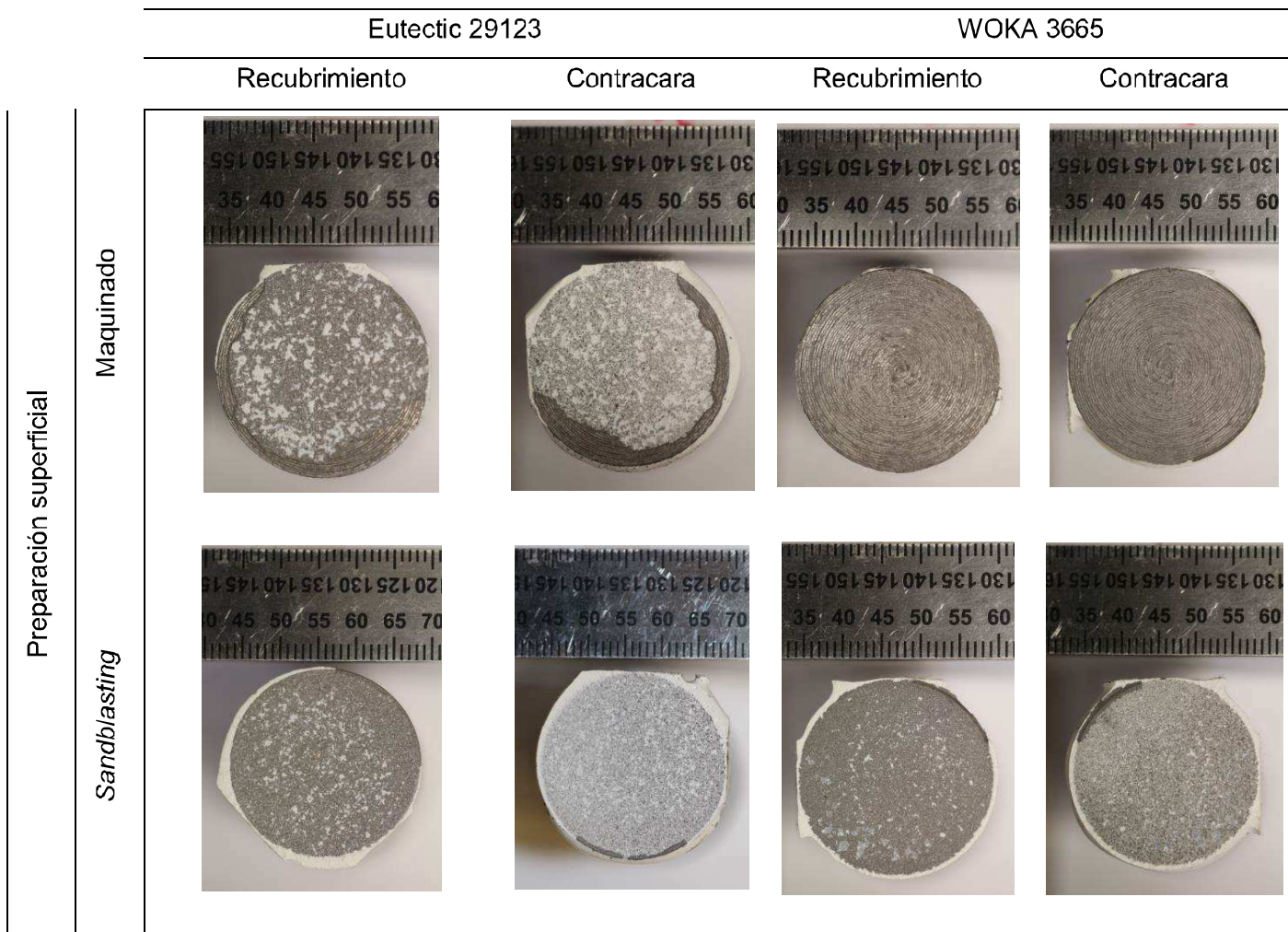


Figura 34. Superficies de falla de las probetas de adhesión.

Con el fin de realizar una descripción del tipo de fallo se siguieron las recomendaciones y definiciones encontradas en la literatura y en la norma ASTM C633, según la cual se pueden tener diferentes tipos de falla de acuerdo con la zona en la cual se encuentre la superficie de falla como se puede ver en la Figura 35, en la cual se tiene una descripción de los componentes y de los modos de falla característicos: cohesiva, adhesiva y mixta. Se debe tener en cuenta que los recubrimientos ensayados sólo tienen una capa cerámica de carburo de tungsteno y no se tiene una capa de anclaje, esto es un poco diferente del esquema mostrado en la norma mencionada, ya que el sistema capa de anclaje-recubrimiento cerámico para fines prácticos se asumirá como un solo recubrimiento.

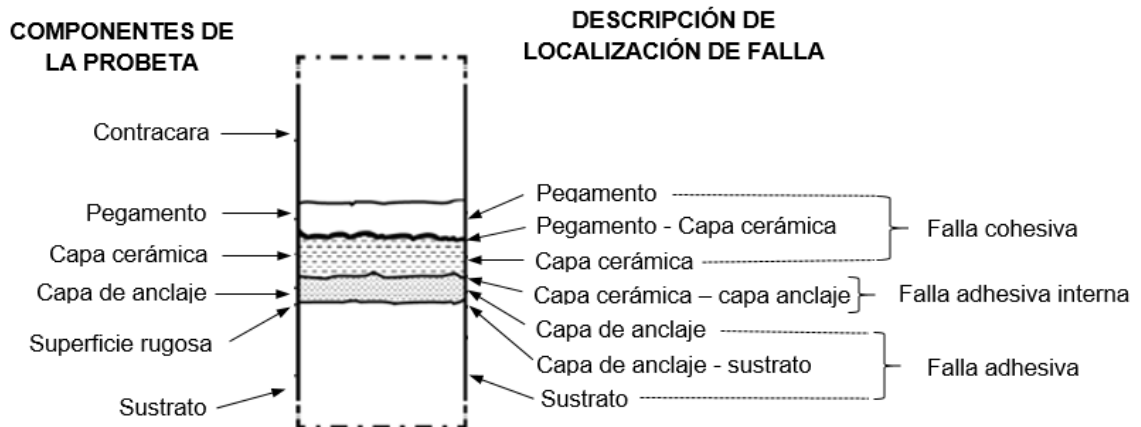


Figura 35. Esquema de componentes y clasificación de los tipos de fallas tomada de la norma ASTM C-633 (traducción personal).

Para los recubrimientos aplicados usando el polvo WOKA 3665 se evidencia una forma de falla diferente entre la preparación superficial mediante maquinado y la preparación superficial mediante *Sandblasting*. En la Figura 36 se muestra la superficie de falla de la probeta 6, la cual corresponde a la preparación superficial por medio de maquinado en el sustrato y polvo WOKA 3665. Se tiene una falla de tipo adhesivo cercana a la intercara entre el recubrimiento y el sustrato. Por medio de estereomicroscopio se pueden ver las marcas del maquinado en la probeta del sustrato.

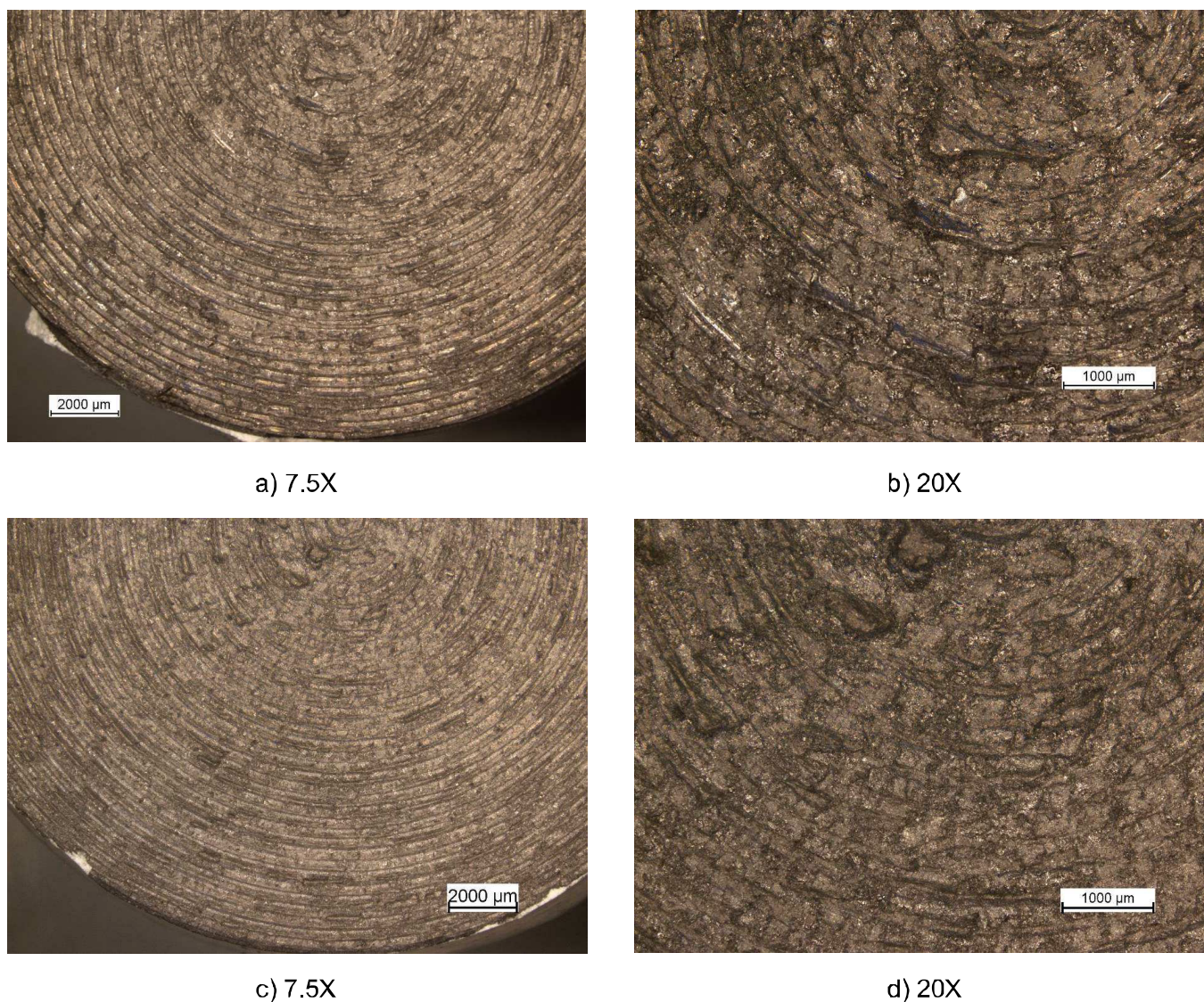
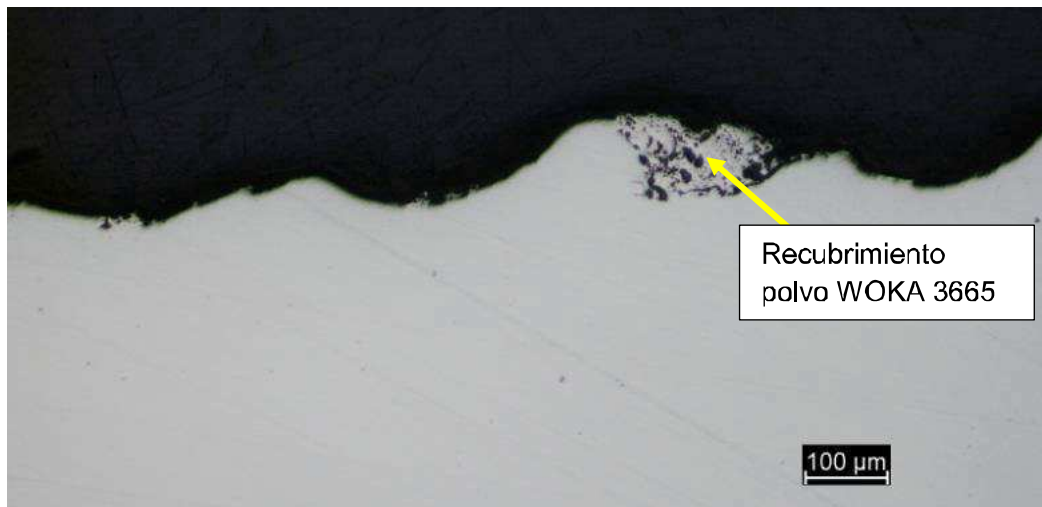


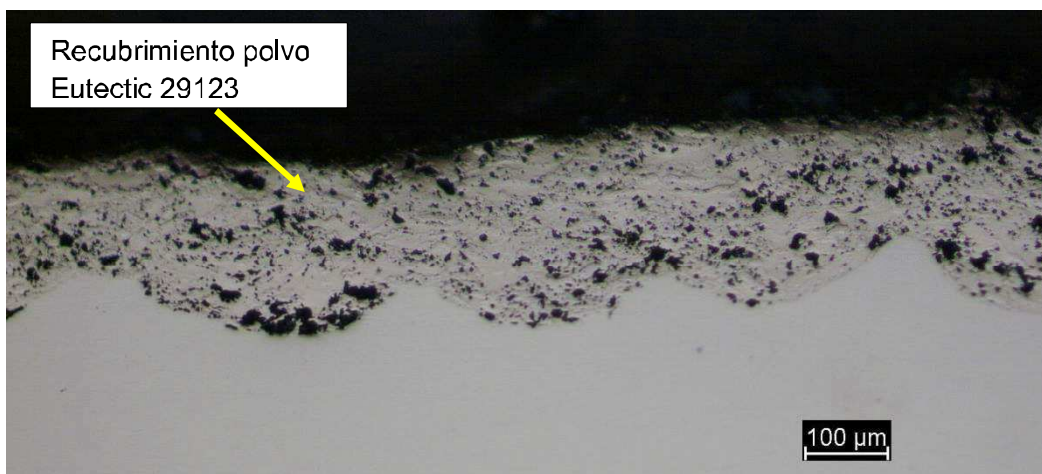
Figura 36. Superficies de falla probeta 6, la preparación superficial se realizó mediante maquinado y se aplicó el recubrimiento WOKA 3665, Imágenes estereomicroscopio a) y b) probeta con el recubrimiento WC, c) y d) probeta contracara.

En la Figura 37 se ilustra de mejor manera la zona de falla para las probetas después del ensayo, en este caso de la preparación superficial mediante maquinado para ambos polvos. Se puede ver que en el caso del WOKA 3665 se tiene un fallo en la intercara entre el recubrimiento y el sustrato dejando partes de recubrimiento adheridas al sustrato. Mientras que para el Eutectic 29129 con preparación superficial mediante maquinado se tiene un fallo en la intercara entre el adhesivo (pegamento) y el recubrimiento, para los

demás tratamientos con preparación superficial mediante *sandblasting* el tipo de fallo es similar al fallo del recubrimiento usando el polvo Eutectic 29123 y el maquinado, esto se muestra en las figuras posteriores.



a) 100X

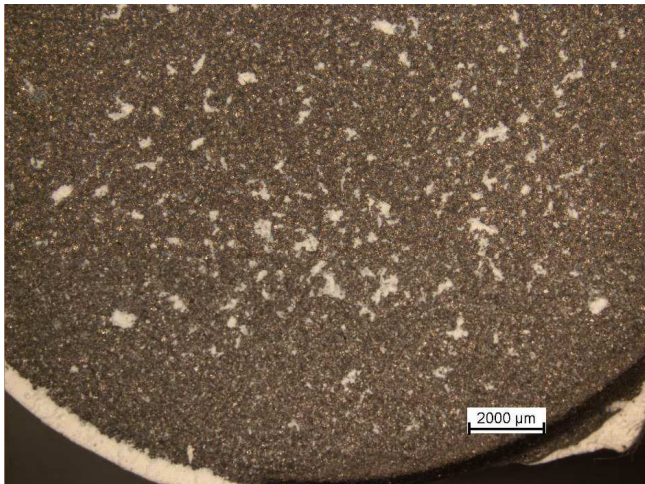


b) 100X

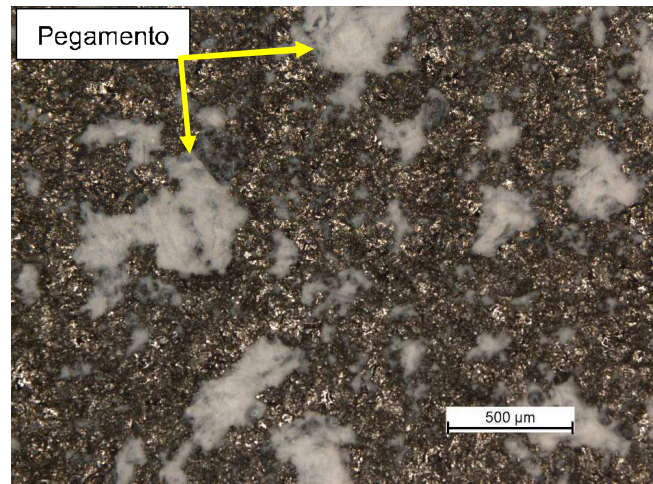
Figura 37. Vista sección transversal probetas luego del ensayo de adhesión con preparación superficial mediante maquinado, a) Probeta con recubrimiento usando el polvo WOKA 3665 y b) Probeta con recubrimiento usando el polvo Eutectic 29123

En la Figura 36 se muestra la superficie de falla de la probeta 17, la cual corresponde a la preparación superficial por medio de *sandblasting* en el sustrato y polvo WOKA 3665. Se

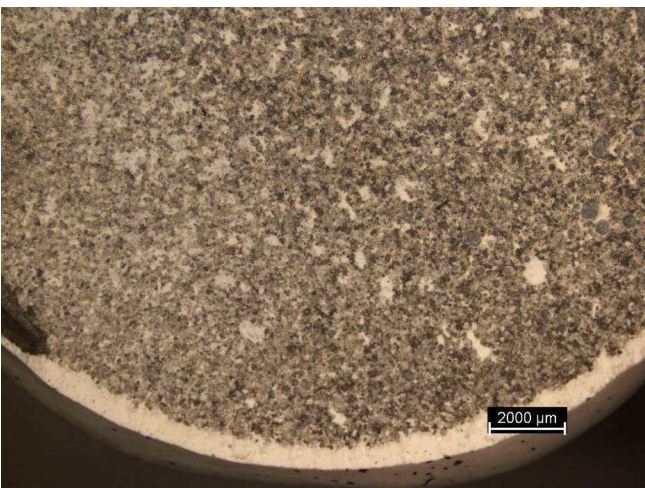
tiene un fallo de tipo cohesivo en la intercara del adhesivo (pegamento) con el recubrimiento. Se pueden notar zonas aisladas de pegamento sobre la cara del recubrimiento, y partículas del recubrimiento sobre el pegamento en la probeta contracara.



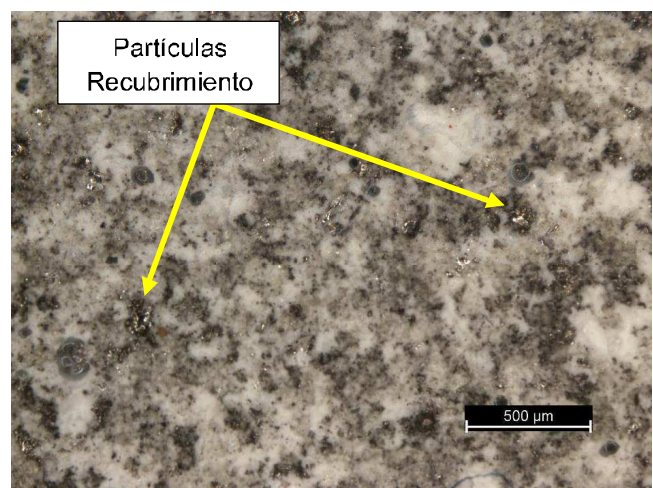
a) 7.5X



b) 20X



c) 7.5X



d) 20X

Figura 38. Superficies de falla probeta 17, la preparación superficial se realizó mediante *sandblasting* y se aplicó el polvo WOKA 3665. Imágenes estereomicroscopio a) y b) probeta con el recubrimiento WC, c) y d) probeta contracara con adhesivo.

Para los recubrimientos aplicados usando el polvo Eutectic 29123 no se encuentra una diferencia significativa en el tipo de fallo para las dos preparaciones superficiales

empleadas. En las probetas con maquinado en el sustrato y polvo Eutectic 29123, se tiene una falla de tipo cohesivo en la interfaz del adhesivo (pegamento) con el recubrimiento como se puede ver en la Figura 39, en la cual se observan zonas puntuales de adhesivo (pegamento) sobre la cara del recubrimiento, y en la contracara se pueden evidenciar partículas de recubrimiento sobre el adhesivo (pegamento).

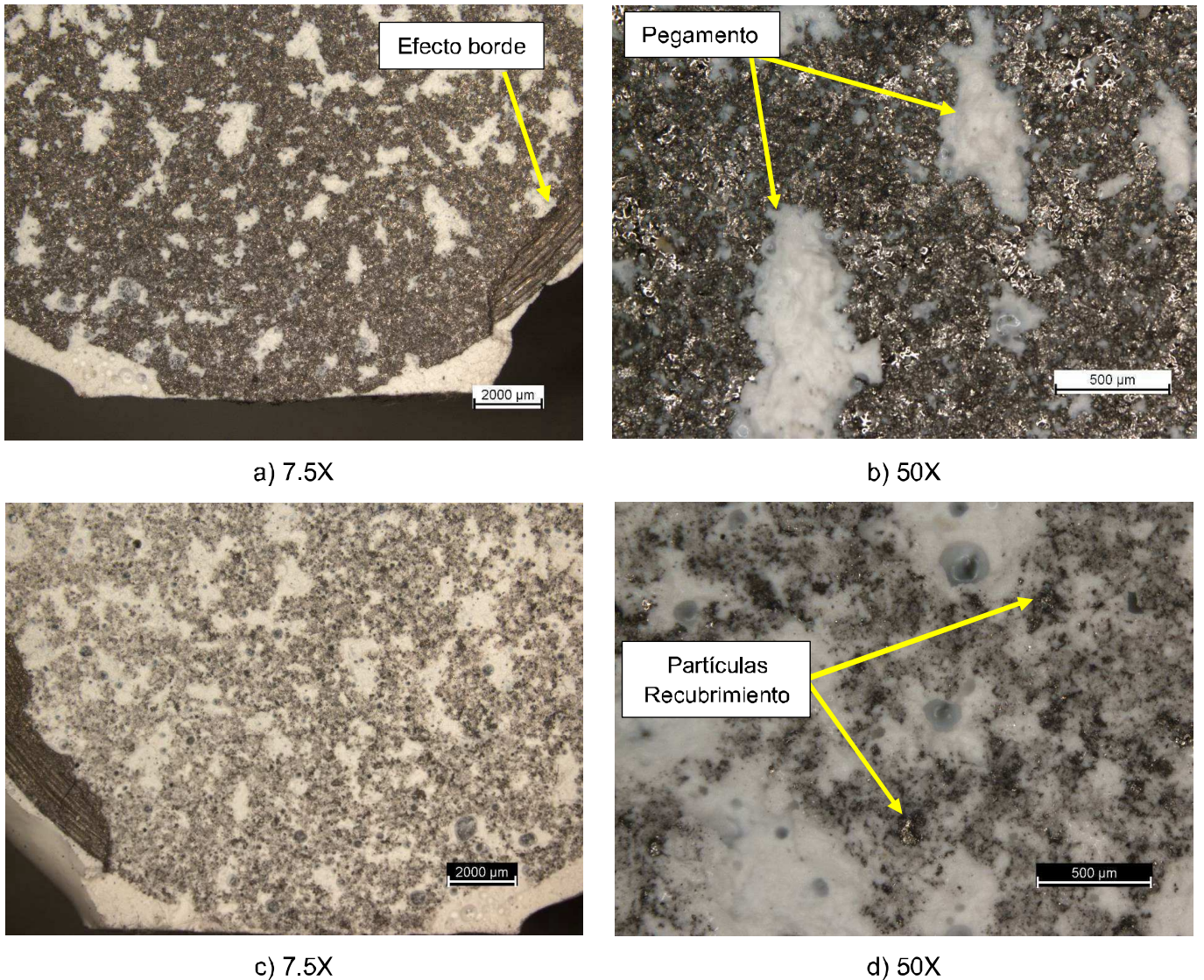
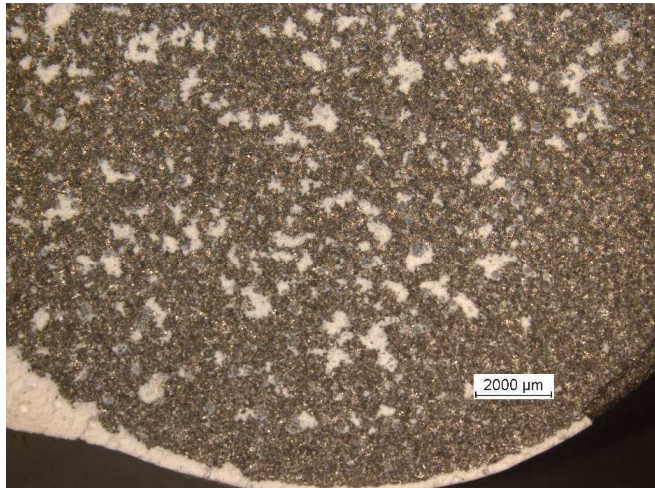
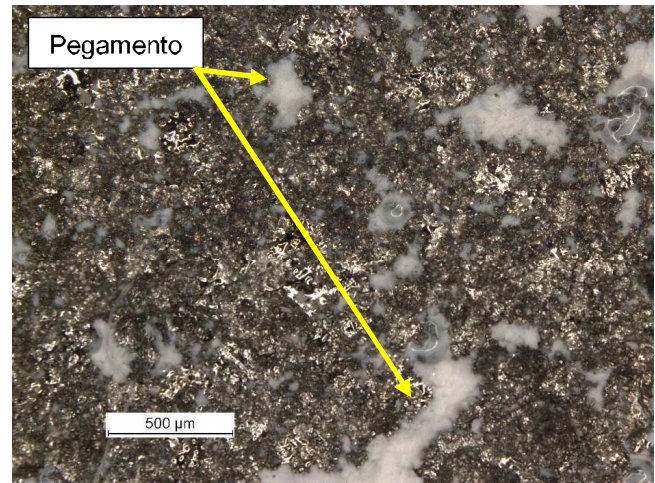


Figura 39. Superficies de falla probeta 8, la preparación superficial se realizó mediante maquinado y se aplicó el recubrimiento Eutectic 29123, Imágenes estereomicroscopio a) y b) probeta con el recubrimiento WC, c) y d) probeta contracara.

En la Figura 40 se muestra la superficie de falla de la probeta 15, la cual corresponde a la preparación superficial por medio de *sandblasting* en el sustrato y el polvo Eutectic 29123. Se tiene un fallo de tipo cohesivo en la interfaz del adhesivo (pegamento) con el recubrimiento. Se pueden notar zonas puntuales de adhesivo (pegamento) sobre la cara del recubrimiento, y partículas del recubrimiento sobre el adhesivo (pegamento) en la probeta contracara.



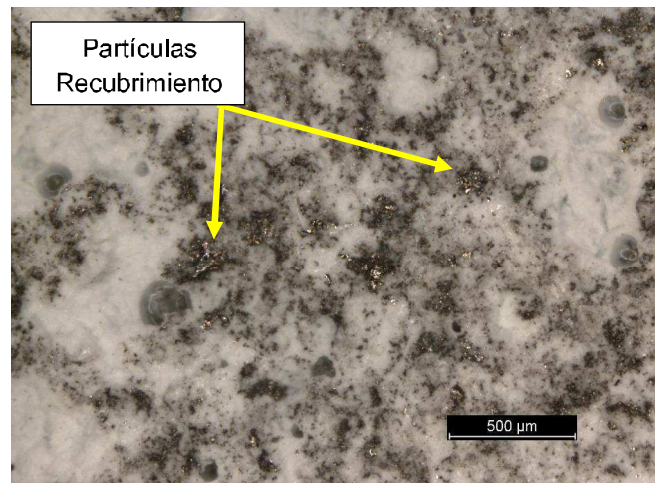
a) 7.5X



b) 20X



c) 7.5X



d) 20X

Figura 40. Superficie de falla probeta 15, la preparación superficial mediante *sandblasting* y se aplicó el recubrimiento Eutectic 29123, Imágenes estereomicroscopio a) y b) probeta con el recubrimiento WC, c) y d) probeta contracara con pegamento.

5.6. Superficies de falla mediante microscopio electrónico de barrido (MEB).

La observación de las superficies de falla usando MEB revela que en las probetas con recubrimiento usando el polvo WOKA 3665 con preparación superficial mediante maquinado se tiene un modo de falla del recubrimiento de tipo frágil en el cual se observan múltiples fisuras y desprendimientos y puede identificarse el metal base del sustrato como se muestra en la Figura 41.

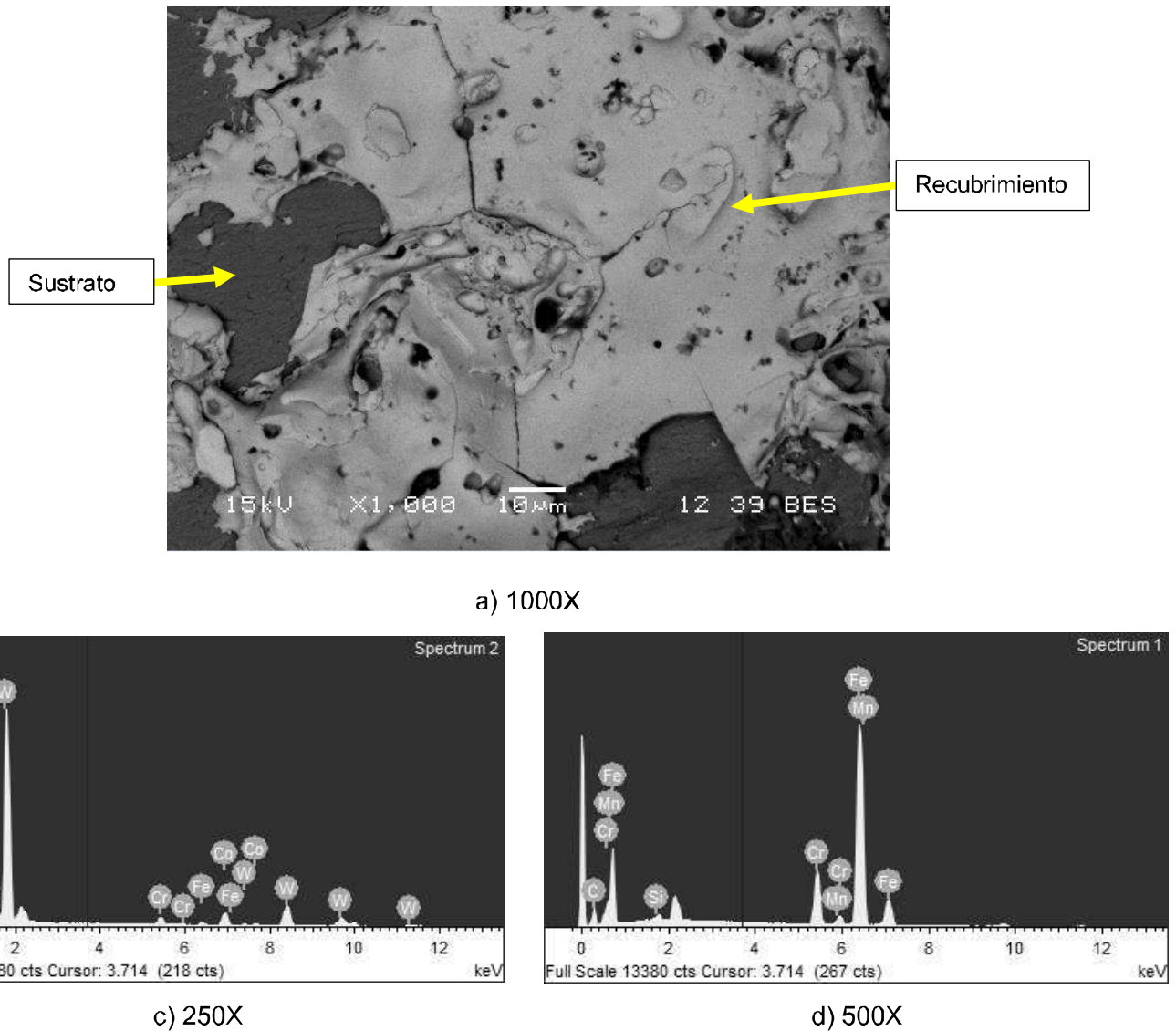
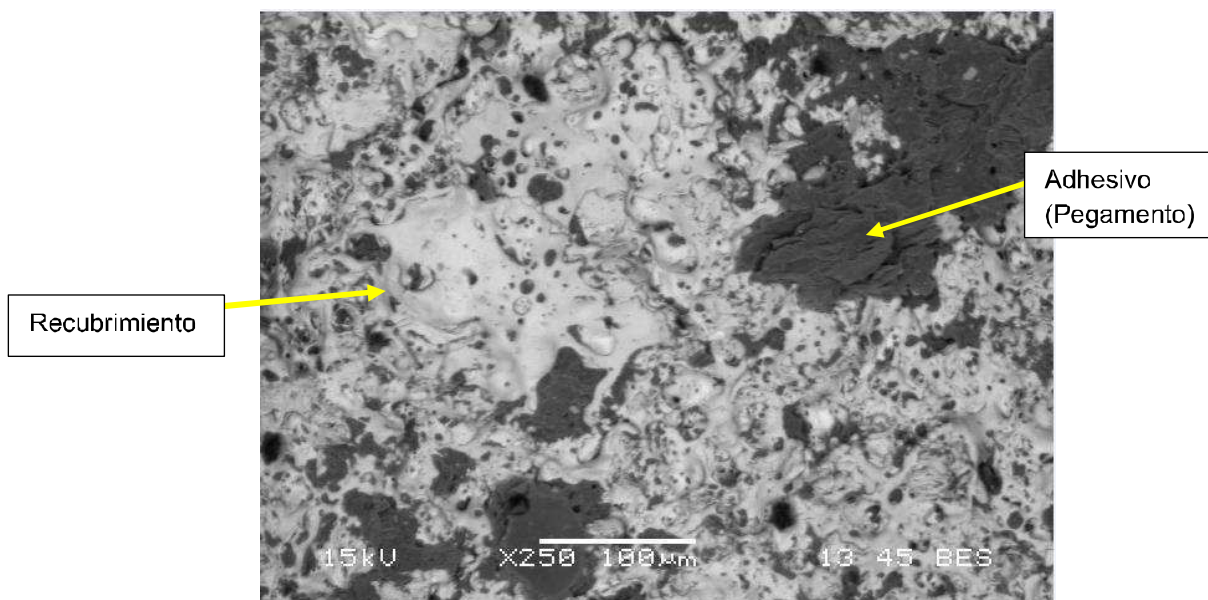


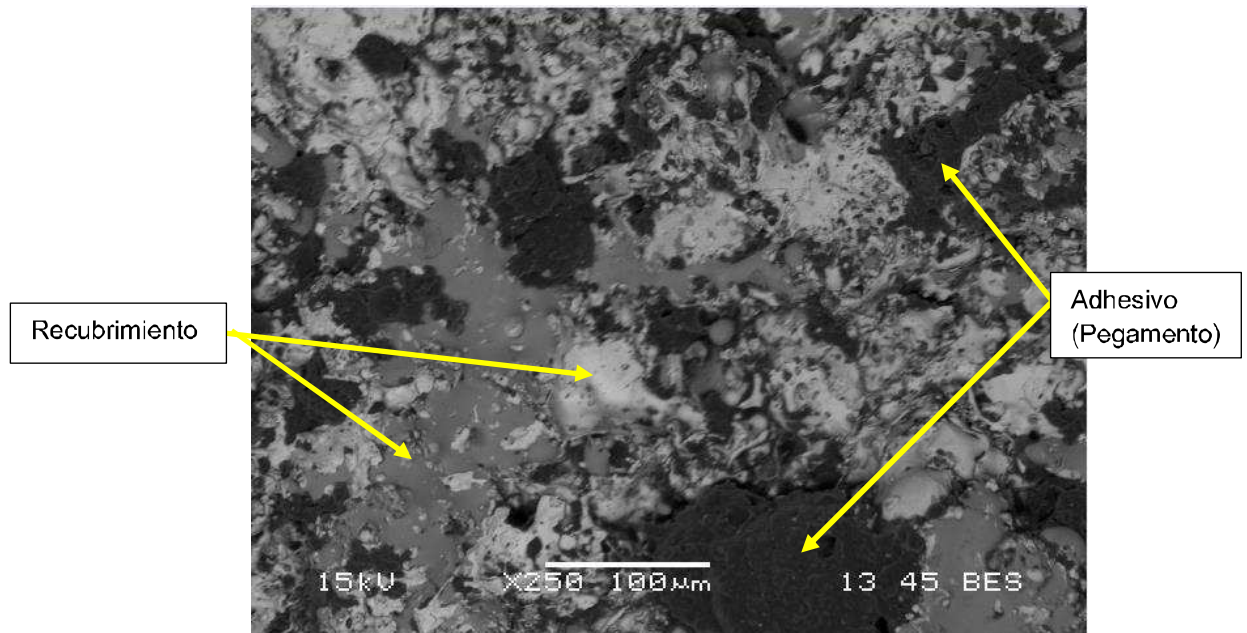
Figura 41. Superficies de falla recubrimiento WOKA 3665 preparación superficial mediante maquinado, a) Imagen mediante microscopio electrónico de barrido, electrones retrodispersados 1000X; b) Espectro de elementos obtenido mediante EDX en una zona del

recubrimiento en mayor cantidad W, C, y Co; y c) Espectro de elementos obtenido mediante EDX en una zona del sustrato en mayor cantidad Fe y Cr.

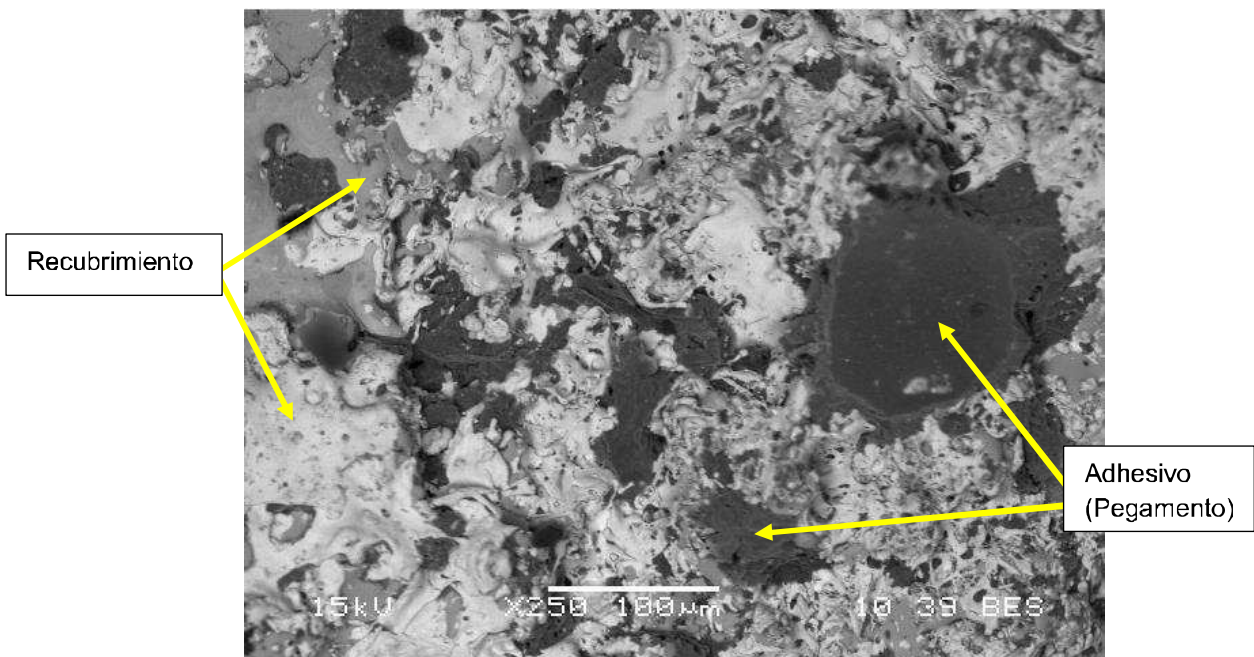
Por otro lado, en la superficie de falla de los tratamientos con preparación superficial mediante *sandblasting* y el tratamiento con preparación mediante maquinado y recubrimiento usando el polvo Eutectic 29123 se evidencia en la superficie partes de pegamento que logran penetrar la estructura irregular y porosa del recubrimiento, pero luego del ensayo se fracturan. La superficie de falla presenta entonces partes del adhesivo (pegamento) en el recubrimiento y una fractura a través de la intercara entre el recubrimiento y adhesivo (pegamento) como se puede ver en la Figura 42.



a) 250X



b) 250X



c)

Figura 42. Superficies de fractura para diferentes tratamientos, a) Preparación superficial mediante *sandblasting* y polvo WOKA 3665; b) Preparación superficial mediante *sandblasting* y polvo Eutectic 29123; y c) y d) Preparación superficial mediante maquinado y polvo Eutectic 29123.

5.6 Correlación entre la preparación superficial y la respuesta adhesivo-cohesiva.

En la Figura 43 se muestran los valores promedio obtenidos del ensayo de resistencia adhesivo-cohesiva de cada condición de preparación superficial y para los dos recubrimientos ensayados. Se evidencia un cambio mayor en los valores del recubrimiento usando el polvo WOKA 3665 para el cual hay un incremento en la resistencia y un cambio en el tipo de fallo ya que se tiene una falla adhesiva interna para la preparación superficial por medio de maquinado convencional contra un fallo cohesivo obtenido con la superficie preparada mediante *sandblasting*, lo cual va acompañado de un cambio en la resistencia adhesivo-cohesiva de 24 MPa a 30 MPa. Para el recubrimiento Eutectic 29123 se tiene un cambio menor en los valores promedio de tensión teniendo 26 MPa a 27 MPa y se puede notar en todos los casos el mismo tipo de fallo cohesivo sobre el recubrimiento.

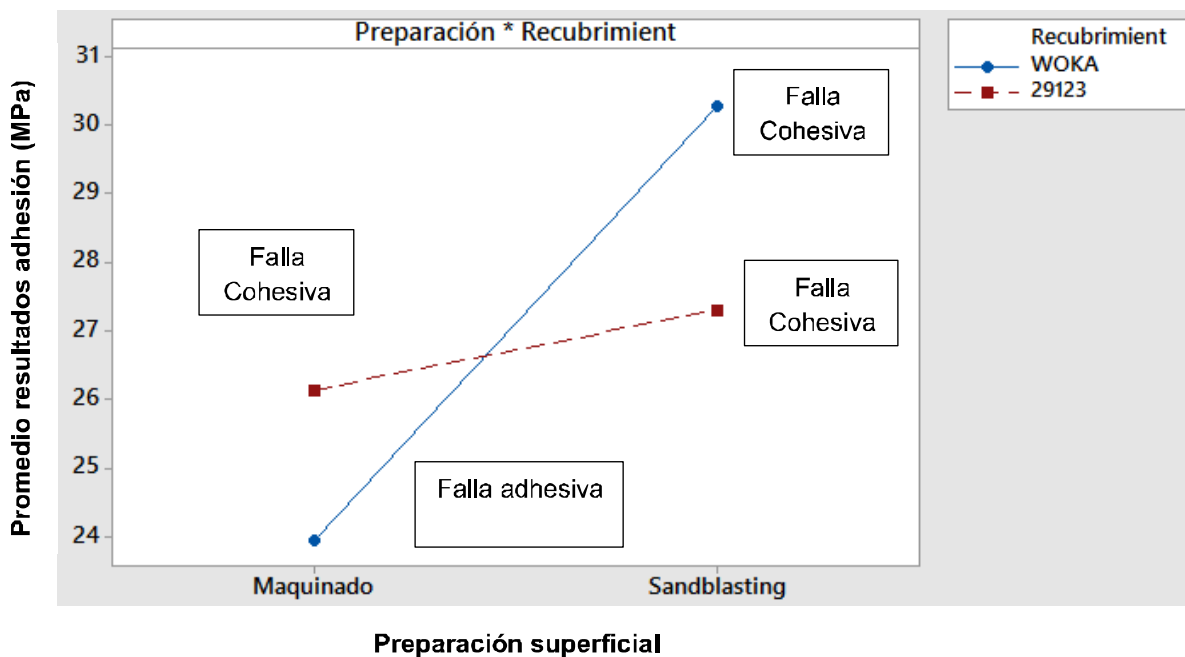


Figura 43. Valores promedio de los resultados del ensayo de adhesión en MPa, para cada recubrimiento y las dos preparaciones superficiales.

6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

6.1 Conclusiones.

- Al comparar procesos de preparación superficial por maquinado y por sandblasting se encontró que los mismos sólo tienen influencia significativa sobre los valores de resistencia adhesivo-cohesiva de los recubrimientos aplicados por medio de aspersion térmica por plasma atmosférico (APS) para el caso del recubrimiento WOKA 3665.
- Se obtuvo una mejor adhesión en la superficie del sustrato cuando la preparación superficial se llevó a cabo por *Sandblasting*, obteniéndose mayores valores promedio de resistencia en MPa para cada uno de los recubrimientos.
- Hay una diferencia marcada en la respuesta adhesivo-cohesiva dependiendo del tipo de recubrimiento aplicado, siendo el polvo Eutectic 2912 el que menos cambio tiene en la resistencia en MPa y forma de fallo al modificar la preparación superficial.

6.2 Recomendaciones

- Se recomienda trabajar con recubrimientos comerciales de menor tamaño de partícula con el fin de poder obtener valores de porosidad menores a los obtenidos actualmente.
- Se deben buscar otros parámetros de aplicación del recubrimiento WOKA 3665 con el fin de encontrar una mejora en las propiedades de este recubrimiento aplicado por medio de aspersión térmica por plasma.
- Un tratamiento térmico de los recubrimientos podría ayudar a mejorar las propiedades de las fases obtenidas del carburo de tungsteno aplicado mediante aspersión térmica por plasma (APS).
- Se recomienda evaluar los recubrimientos aplicados por medio de ensayos de desgaste como abrasión bajo normas ASTM G65 y ASMT B611, también evaluar la respuesta ante ensayos de erosión con partículas.

BIBLIOGRAFÍA.

- [1] Unidad de planeación Minero Energética (UPME), "Informe Mensual de Variables de Generación y del Mercado Eléctrico Colombiano - Diciembre de 2016," *Subdirección Energía Eléctrica - Grup. Generación*, no. 69, p. 15, 2016.
- [2] UPME (Unidad de Planeación Minero Energética), "Plan de Expansión de Referencia Generación Transmisión 2016-2023," *Unidad Planeación Min. Energética UPME. ...*, p. 479, 2016.
- [3] J. F. Santa, J. C. Baena, and A. Toro, "Slurry erosion of thermal spray coatings and stainless steels for hydraulic machinery," *Wear*, vol. 263, no. 1–6 SPEC. ISS., pp. 258–264, 2007.
- [4] J. F. Santa, L. A. Espitia, J. A. Blanco, S. A. Romo, and A. Toro, "Slurry and cavitation erosion resistance of thermal spray coatings," *Wear*, vol. 267, no. 1–4, pp. 160–167, 2009.
- [5] J. F. Santa, J. A. Blanco, J. E. Giraldo, and A. Toro, "Cavitation erosion of martensitic and austenitic stainless steel welded coatings," *Wear*, vol. 271, no. 9–10, pp. 1445–1453, 2011.
- [6] S. A. Romo, J. F. Santa, J. E. Giraldo, and A. Toro, "Cavitation and high-velocity slurry erosion resistance of welded Stellite 6 alloy," *Tribol. Int.*, vol. 47, pp. 16–24, 2012.
- [7] ASM International, *ASM Handbook. Volume 18. Friction, Lubrication and Wear Technology.*, vol. 2. 2001.
- [8] ASM International, *Handbook of Thermal Spray Technology*. United States of America, 2004.

- [9] L. Pawlowski, *The science and engineering of thermal spray coatings*, Second Edi., vol. 34, no. 1. Villeneuve d'Ascq, France, 2008.
- [10] S. Metco, "An Introduction to Thermal Spray," no. 4, p. 24, 2013.
- [11] P. L. Fauchais, J. V. R. Heberlein, and M. I. Boulos, *Thermal Spray Fundamentals*. 2014.
- [12] M. F. Bahbou and P. Nylén, "Relationship between surface topography parameters and adhesion strength for plasma spraying," in *Lugscheider E (ed) ITSC*, 2005.
- [13] R. S. C. Paredes, S. C. Amico, and A. S. C. M. d'Oliveira, "The effect of roughness and pre-heating of the substrate on the morphology of aluminium coatings deposited by thermal spraying," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 200, no. 9, pp. 3049–3055, 2006.
- [14] R. Kromer, S. Costil, C. Verdy, S. Gojon, and H. Liao, "Laser surface texturing to enhance adhesion bond strength of spray coatings - Cold spraying, wire-arc spraying, and atmospheric plasma spraying," *Surf. Coatings Technol.*, 2016.
- [15] S. Kumar, G. Bae, and C. Lee, "Influence of substrate roughness on bonding mechanism in cold spray," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 304, pp. 592–605, 2016.
- [16] Castolin Eutectic, "Ficha técnica Eutectic 29123." p. 2, 2008.
- [17] Oerlikon Metco, "Ficha técnica WOKA 3665." pp. 1–7, 2015.
- [18] M. Afzal, A. N. Khan, T. Ben Mahmud, T. I. Khan, and M. Ajmal, "Effect of laser melting on plasma sprayed WC-12 wt .% Co coatings," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 266, pp. 22–30, 2015.
- [19] J. Yuan, Q. Zhan, J. Huang, S. Ding, and H. Li, "Decarburization mechanisms of WC e Co during thermal spraying : Insights from controlled carbon loss and microstructure characterization," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 142, no. 1, pp. 165–171, 2013.
- [20] F. Ghadami, M. H. Sohi, and S. Ghadami, "Effect of TIG surface melting on

- structure and wear properties of air plasma-sprayed WC – Co coatings,” *Surf. Coat. Technol.*, vol. 261, pp. 108–113, 2015.
- [21] K. M. Deen, M. Afzal, Y. Liu, A. Farooq, A. Ahmad, and E. Asselin, “Improved corrosion resistance of air plasma sprayed WC-12 % Co cermet coating by laser re-melting process,” *Mater. Lett.*, vol. 191, pp. 34–37, 2017.
- [22] J. Yuan, Y. Zhu, X. Zheng, Q. Ruan, and H. Ji, “Improvement in tribological properties of atmospheric plasma-sprayed WC – Co coating followed by Cu electrochemical impregnation,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 255, pp. 7959–7965, 2009.
- [23] S. Al-mutairi, M. S. J. Hashmi, B. S. Yilbas, and J. Stokes, “Microstructural characterization of HVOF / plasma thermal spray of micro / nano WC – 12 % Co powders,” *Surf. Coat. Technol.*, vol. 264, pp. 175–186, 2015.
- [24] Q. Zhan, L. Yu, F. Ye, Q. Xue, and H. Li, “Quantitative evaluation of the decarburization and microstructure evolution of WC – Co during plasma spraying,” *Surf. Coat. Technol.*, vol. 206, no. 19–20, pp. 4068–4074, 2012.
- [25] F. Ghadami, S. Ghadami, and H. Abdollah-pour, “Structural and oxidation behavior of atmospheric heat treated plasma sprayed WC e Co coatings,” *Vaccum*, vol. 94, pp. 64–68, 2013.
- [26] S. M. Nahvi and M. Jafari, “Microstructural and mechanical properties of advanced HVOF-sprayed WC-based cermet coatings,” *Surf. Coat. Technol.*, vol. 286, pp. 95–102, 2016.
- [27] L. Gu, J. Huang, Y. Tang, C. Xie, and S. Gao, “Influence of different post treatments on microstructure and properties of WC-Co cemented carbides,” *J. Alloys Compd.*, vol. 620, pp. 116–119, 2015.
- [28] A. Sharma and S. K. Goel, “Applied Surface Science Erosion behaviour of WC – 10Co – 4Cr coating on 23-8-N nitronic steel by HVOF thermal spraying,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 370, pp. 418–426, 2016.
- [29] J. Yuan, C. Ma, S. Yang, Z. Yu, and H. Li, “Improving the wear resistance of HVOF sprayed WC-Co coatings by adding submicron-sized WC particles at the splats

- â€™™ interfaces,” *Surf. Coat. Technol.*, vol. 285, pp. 17–23, 2016.
- [30] K. Kumari, K. Anand, M. Bellacci, and M. Giannozzi, “Effect of microstructure on abrasive wear behavior of thermally sprayed WC – 10Co – 4Cr coatings,” *Wear*, vol. 268, no. 11–12, pp. 1309–1319, 2010.
- [31] A. T. S. Society, “Accepted Practice to Test Bond Strength of Thermal Spray Coatings.”
- [32] ASTM, “ASMT C633 -13. Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings,” vol. 13, no. Reapproved, pp. 1–8, 2017.
- [33] M. Arrigoni *et al.*, “A comparative study of three adhesion tests (EN 582 , similar to ASTM C633 , LASAT (LASer Adhesion Test), and bulge and blister test) performed on plasma sprayed copper deposited on aluminium 2017 substrates,” *J. Adhes. Sci. Technol.*, vol. 20, no. 5, pp. 471–487, 2006.
- [34] R. Ghasemi and H. Vakilifard, “Plasma-sprayed nanostructured YSZ thermal barrier coatings : Thermal insulation capability and adhesion strength,” *Ceram. Int.*, vol. 43, no. 12, pp. 8556–8563, 2017.
- [35] R. Bernardie, R. Berkouch, S. Valette, J. Absi, and P. Lefort, “Experimental and numerical study of a modified ASTM C633 adhesion test for,” vol. 31, no. 7, pp. 3241–3247, 2017.

ANEXO 1. Imágenes de las superficies de falla de las probetas luego del ensayo de adhesión según la preparación superficial y el recubrimiento comercial utilizado.

Preparación Superficial	Tipo de polvo	Información de cada probeta de adhesión								
		No. Probeta	Probeta 2		Probeta 3		Probeta 7		Probeta 8	
Maquinado	Eutectic 29123	Resistencia (Mpa)	26,77		25,77		21,95		30,1	
		Tipo probeta	Recubrimiento	Contracara	Recubrimiento	Contracara	Recubrimiento	Contracara	Recubrimiento	Contracara
		Imagen								
		No. Probeta	Probeta 1		Probeta 4		Probeta 6		Probeta 10	
Sandblasting	Eutectic 29123	Resistencia (MPa)	24,06		25,23		28,89		31,08	
		Tipo probeta	Recubrimiento	Contracara	Recubrimiento	Contracara	Recubrimiento	Contracara	Recubrimiento	Contracara
		Imagen								
		No. Probeta	Probeta 11		Probeta 16		Probeta 17		Probeta 18	
Sandblasting	WOKA 3665	Resistencia (MPa)	29,7		30,37		32,43		28,64	
		Tipo probeta	Recubrimiento	Contracara	Recubrimiento	Contracara	Recubrimiento	Contracara	Recubrimiento	Contracara
		Imagen								
		No. Probeta	Probeta 1		Probeta 4		Probeta 6		Probeta 10	