



UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA

Efecto de los parámetros de proyección sobre la microestructura de la capa de anclaje (BC) NiCoCrAlY aplicada mediante HVOF (High-Velocity Oxy-Fuel) sobre sustrato de superaleación base Níquel

Sebastián Sánchez Gómez

Universidad Nacional de Colombia
Facultad Minas
Medellín, Colombia
Año 2023

Efecto de los parámetros de proyección sobre la microestructura de la capa de anclaje (BC) NiCoCrAlY aplicada mediante HVOF (High-Velocity Oxy-Fuel) sobre sustrato de superaleación base Níquel

Sebastián Sánchez Gómez

Tesis o trabajo de grado presentada(o) como requisito parcial para optar al título de:
Maestría en Ingeniería Materiales y procesos

Director(a):
PhD Alejandro Toro

Línea de Investigación:
Barreras Termicas
Universidad Nacional de Colombia
Facultad de minas
Medellin, Colombia
Año 2023

Resumen

La presente investigación se centra en el estudio de los parámetros de proyección térmica enfocándose en los efectos del flujo de H₂ y la distancia de proyección en la capa de anclaje NiCoCrAlY aplicada mediante proyección térmica de alta velocidad (HVOF) sobre Inconel 625. Se usó un protocolo estadístico factorial para evaluar la correlación entre la naturaleza química, microestructural y morfológica de la capa y su adherencia. Los resultados indicaron que el 54% de las fallas cohesivas ocurrieron en el recubrimiento. No hubo diferencias significativas entre los parámetros y las pruebas ASTM C633, pero sí se encontraron diferencias significativas factor del flujo de H₂ en los espesores.

Palabras clave: proyección térmica, proyección térmica de alta velocidad (HVOF), NiCoCrAlY, ASTM C633.

Study of the spray parameters on the microstructure of bond coat (BC) NiCoCrAlY applied by HVOF (High-Velocity Oxy-Fuel) onto Nickel-based superalloy substrate

Abstract

The present research focuses on the study of thermal spray parameters and focuses on the effects of H₂ flow and projection distance on the NiCoCrAlY anchor layer applied using HVOF on Inconel 625. A statistical protocol was used to evaluate the correlation between the chemical, microstructural, and morphological nature of the layer and its adherence. The results indicated that 54% of the cohesive failures occurred in the coating. There were no significant differences between the parameters and the ASTM C633 tests, but significant differences were found in the H₂ flow factor in the thicknesses..

Keywords: Thermal barrier coating, HVOF High-Velocity Oxy-Fuel, NiCoCrAlY, ASTM C633.

Contenido

Resumen	v
1 Introducción	1
2 Objetivos del trabajo	3
2.1 Objetivo general	3
2.2 Objetivos específicos	3
3 MARCO TEÓRICO	4
3.1 Turbina a gas	4
3.2 Sistemas de barrera térmica TBCs	4
3.3 Top coat (TC)	5
3.4 Bond coat (BC)	6
3.5 Óxido producido térmicamente (TGO)	7
3.6 Proyección térmica	8
3.7 ventajas y desventajas de la Proyección térmica	11
3.8 Flame Spray (FS)	12
3.9 Detonation Gun Spraying (D GUN)	12
3.10 High Velocity Oxy Fuel (HVOF)	13
3.11 Atmospheric Plasma Spray (APS)	14
3.12 Vacuum Plasma Spraying (VPS)	15
3.13 Arc Spraying (AS)	16
3.14 Preparación de la superficie	17
3.15 Dry abrasive grit blasting	19
3.16 Jet De agua	20
3.17 Ablación laser	20
3.18 Precalentamiento del sustrato	21
3.19 Adherencia de recubrimientos por Proyección térmica	22
3.20 Estado del Arte	24
4 MATERIALES Y MÉTODOS	27
4.1 Caracterización de materia prima	27

4.2	Polvo	28
4.2.1	morfología	28
4.2.2	La distribución nominal de tamaño de partícula	28
4.2.3	El difractograma de rayos X	29
4.3	Sustrato	29
4.4	Preparación de superficies	31
4.5	Rugosidad y Limpieza superficial	34
4.6	Pre calentamiento del sustrato	35
4.7	Procedimiento de obtención de recubrimientos NiCoCrAlY	35
4.8	Desarrollo de diseño experimental factorial	38
4.9	Ensayo de Adhesión /cohesión pull off bajo norma ASTM C633	41
4.10	Microscopía electrónica de barrido	42
4.11	Peso del recubrimiento	42
4.12	Espesor del recubrimiento	43
5	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	44
5.1	Efecto de los parámetros de aspersion sobre la microestructura	44
5.2	Efectos sobre la rugosidad	49
5.3	Efectos sobre la porosidad	49
5.4	Efectos sobre el espesor	51
5.5	Efectos sobre las fases en la microestructura	57
5.6	Resistencia adhesivo- cohesiva de los recubrimientos	57
6	Conclusiones	64
A	Anexo: Pasos de refinamiento Rietveld	65
B	Anexo: Formato de registro proyección térmica HVOF para capas de anclaje	67
	Bibliografía	72

Lista de Figuras

3-1	Los principales componentes de una turbina a gas con TBC en de la ruta de gases calientes	5
3-2	Sistemas de barrera térmica	6

3-3	la resistencia a la oxidación contra la corrosión de distintos materiales utilizados como capa anclaje	7
3-4	Esquema de la proyección térmica	8
3-5	Esquema del proceso High Velocity Oxy Fuel	14
3-6	Esquema del proceso Atmospheric Plasma Spray	15
3-7	Caracterización tipo de falla según norma ASTM C633	22
3-8	Los mecanismos de adhesión de recubrimientos	23
4-1	polvo NiCoCrAlY AMDRY 386-2.5	28
4-2	polvo NiCoCrAlY AMDRY 386-2.5	28
4-3	Distribución Tamaño de Partícula del polvo NiCoCrAlY (PSD)	29
4-4	DRX polvo NiCoCrAlY	29
4-5	Microestructura material base Inconel 625	30
4-6	Microestructura material base Inconel 625	30
4-7	Morfología típica de la arena de alúmina F24 negra utilizada para el proceso de sandblasting	32
4-8	Espectro EDS de arena de alúmina F24 negra con contaminantes silicio potasio y titanio	32
4-9	Morfología típica de la arena de alúmina F24 blanca utilizada para el proceso de sandblasting	33
4-10	Espectro EDS de arena de alúmina F24 blanca sin contaminantes	33
4-11	Imagen estereoscópica de la superficie del sustrato posterior a la preparación superficial.	34
4-12	Valores de Rugosidad Rsk en sustrato	35
4-13	parámetros de amplitud en sustrato	36
4-14	Pistola HVOF (High-Velocity Oxy-Fuel) modelo 2600DJM Diamond Jet Hybrid.	37
4-15	análisis inicial recubrimiento NiCoCrAlY con problemas de adherencia	38
4-16	Esquema general del diseño Factorial aplicado	39
4-17	Montaje de muestras para prueba pull off ASTM C633	41
4-18	alineación de muestras para prueba pull off ASTM C633	42
5-1	Inspección visual del jet de combustión HVOF	44
5-2	microestructura de los recubrimientos NiCoCrAlY	45
5-3	Análisis SEM/EDS parámetros S5 identificación de óxidos	46
5-4	Análisis SEM/EDS parámetros S5 identificación de matriz metálica	46
5-5	Análisis de electrones secundarios (SEI) para parámetro S5 100x y 1000x	47
5-6	Aspecto de la superficie de la muestra S9	47
5-7	sección transversal SEM distancias 280 y 260 de proyección	48
5-8	Gráfica rugosidades de los recubrimientos NiCoCrAlY	49
5-9	Gráfica efectos principales para la porosidad del recubrimiento	50
5-10	Gráfica de interacción para la porosidad del recubrimiento	50

5-11	Gráfica de Resultados de espesores de recubrimientos NiCoCrAlY mediante HVOF	51
5-12	diagrama de Pareto de los espesores NiCoCrAlY	51
5-13	Análisis de varianza	52
5-14	gráfica de residuos para espesores recubrimiento NiCoCrAlY mediante HVOF	52
5-15	gráfica efectos principales espesor NiCoCrAlY mediante HVOF	53
5-16	gráfica interaccion espesor NiCoCrAlY mediante HVOF	53
5-17	gráfica Peso de capas de anclaje NiCoCrAlY aplicadas mediante HVOF.	54
5-18	gráfica Pareto para el peso de recubrimiento NiCoCrAlY mediante HVOF	54
5-19	Análisis de varianza	55
5-20	gráficas de residuos para el peso recubrimiento NiCoCrAlY mediante HVOF	55
5-21	gráficas efecto principal el peso recubrimiento NiCoCrAlY mediante HVOF	56
5-22	gráficas interacciones del peso de recubrimiento NiCoCrAlY mediante HVOF	56
5-23	gráficas Difracción de rayos X de los 9 niveles del diseño de experimento	58
5-24	gráficas tipos de fallas ensayo ASTM C633	59
5-25	gráficas de Resultados prueba ASTM C633	60
5-26	Diagrama de Pareto para ASTM C633	60
5-27	gráficas interacción prueba ASTM C633	61
5-28	gráficas de Efectos principales ASTM C633	61
5-29	gráficas de intervalos de prueba ASTM C633 vs flujo H_2	62
5-30	gráficas de caja prueba ASTM C633 vs flujo H_2	63
B-1	1	67
B-2	2	68
B-3	3	68
B-4	4	69
B-5	5	69
B-6	6	70
B-7	7	70
B-8	8	71
B-9	9	71

1. Introducción

La producción térmica produce energía eléctrica mediante la quema de combustible (gaseoso o líquido) utilizando turbinas a gas teniendo en cuenta los problemas que puede tener la quema de combustibles. las industrias buscan ser más eficientes tratando de aprovechar los beneficios de las turbinas a gas al tiempo que se busca ser respetuosos con el medio ambiente, sabiendo que la degradación de los materiales en ambientes agresivos es un fenómeno presente en la industria de generación de energía y como consecuencia, es esencial que el diseño de materiales en las capas de anclaje otorgue protección contra ambientes agresivos tales como la oxidación y corrosión en caliente. [5] El sector eléctrico busca mejoras en la producción térmica y su disponibilidad para la generación de energía. Los cambios al pasar los años en materiales y tecnología de las turbinas a gas han permitido operación a mayores temperaturas debido a mejoras en el desarrollo de los sistemas (TBCs) en las turbinas a gas, lo que ha llevado a aumento en la eficiencia térmica y por ende en la producción térmica, aunque la vida media de dichos componentes de turbinas va a estar limitado por el desempeño del sistema de barrera térmica (TBCs).[15] Uno de los pilares del avance en el aumento de la temperatura operativa es el desarrollo de nuevos materiales cerámicos en la capa superior del sistema conocida como Top Coat (TC) siendo esta la capa expuesta a los gases caliente, seguido de una capa Intermetálica o Bond Coat (BC) rica en Níquel con adiciones de Cr, Al y/o Co las cuales estudiada en este proyecto estos recubrimiento son aplicando por diferentes técnicas de proyección térmica como plasma atmosférico (APS por su nombre en inglés Atmospheric plasma spray) y combustión de alta velocidad (HVOF por su nombre en inglés High-Velocity Oxy-Fuel).[6] La proyección térmica HVOF (High Velocity Oxy-Fuel) es un proceso de revestimiento que implica la proyección a alta velocidad de partículas de material en una superficie para crear un revestimiento uniforme. Este proceso se lleva a cabo mediante la mezcla de combustibles y oxidantes en una llama, lo que genera un chorro de partículas calientes que son proyectadas en la superficie deseada.[5] dicha térmica HVOF es efectiva para la aplicación de revestimientos uniformes y resistentes en superficies, y los materiales NiCoCrAlY son una opción popular para estos revestimientos debido a sus propiedades de alta resistencia a la oxidación y al desgaste, así como a su alta resistencia a la corrosión.[8] El trabajo de investigación se desarrolla en el marco del proyecto del grupo de tribología y superficie y junto Empresas públicas de Medellín busca implementar mejoras en el procedimiento de implementación de parámetros de proyección para mejorar la producción y calidad de recubrimientos de naturaleza NiCoCrAlY aplicados mediante HVOF y así mejorar la producción nacional de energía buscando mejorar las barreras térmicas lo

que fue un factor motivante al estudio de las capas de anclajes por ser un factor importante en la vida media para las piezas de turbinas y establecer un protocolo de reparación de los sistemas TBC. La capa de anclaje (BC) es la encargada de garantizar la adherencia del sistema TBC [7] por lo cual este trabajo estudia la capa de anclaje NiCoCrAlY y busca implementar mejoras en el procedimiento de proyección desde la preparación superficial y parámetros de proyección para evaluar la adhesión/cohesión de los recubrimientos bajo la norma estándar ASTM C633 con la química del recubrimiento y su morfología.

2. Objetivos del trabajo

2.1. Objetivo general

Determinar el efecto de los parámetros de proyección sobre la microestructura de la capa de anclaje (BC) NiCoCrAlY aplicado mediante HVOF (High-Velocity Oxy-Fuel) sobre sustrato de superaleación base Níquel.

2.2. Objetivos específicos

- Implementar un protocolo de proyección para la capa de anclaje NiCoCrAlY por HVOF (High-Velocity Oxy-Fuel) aplicada en sustrato de superaleación base Níquel.
- Identificar las principales características microestructurales, morfológicas y químicas de la capa de anclaje NiCoCrAlY
- Correlacionar la microestructura, morfología y química de las capas de anclaje depositadas con los parámetros de aspersión y las pruebas de adhesión/cohesión

3. MARCO TEÓRICO

los requerimientos materiales en ingeniería en la evolución histórica de los materiales de fabricación de las turbinas A Gas ha desarrollado nuevos materiales para la fabricación de los componentes de turbinas a gas utilizadas para generación por lo que se genera a necesidad de diseñar materiales con altas propiedades. Este tipo de materiales pueden ser obtenidos a partir de recubrimientos por proyección térmica. En este Capítulo se realiza una recopilación de los procesos de proyección. Se realiza una descripción de las técnicas utilizadas para sistemas de barreras térmicas y finalmente se exponen las etapas generales del proceso desde la limpieza y activación del sustrato, hasta proyección térmica.

3.1. Turbina a gas

Los avances en las ciencias térmicas permitieron a los científicos desarrollar nuevos componentes y alternativas en pro de aumentar la eficiencia de muchos procesos, los diseños de las máquinas de combustión interna han permitido grandes avances en las industrias, entre estos avances están las turbinas a gas, es un dispositivo térmico rotativo con una baja relación peso/potencia. El proceso de generación de energía mediante turbinas a gas utiliza fluido de trabajo es direccionado a través de varias etapas de expansión que aprovechan su energía para generar trabajo mecánico sobre un eje acoplado a un generador eléctrico donde mediante campos magnéticos se convierte el movimiento mecánico en corriente eléctrica en una bobina de cobre.[9] Los principales componentes de una turbina a gas simple son: compresor, cámara de combustión, turbina de potencia y en algunos casos un regenerador, y con la evolución y el desarrollo de nuevos materiales para la fabricación de los componentes de la ruta de gases calientes en las turbinas a gas **3-1** ha estado ligado al incremento tanto de la potencia neta como de la eficiencia de estas máquinas térmicas. por lo tanto se han desarrollado sistemas de barrera térmica (TBCs) [2]

3.2. Sistemas de barrera térmica TBCs

Los sistemas de barrera térmica (TBCs) utilizados en componentes de turbinas, están compuestos por un recubrimiento metálico llamado *Bond Coat* (BC) o capa de anclaje que va adherido al sustrato metálico brindando protección a la oxidación del sustrato, otro recubrimiento que brinda resistencia térmica y mecánica llamado capa cerámica o *Top Coat* (TC)

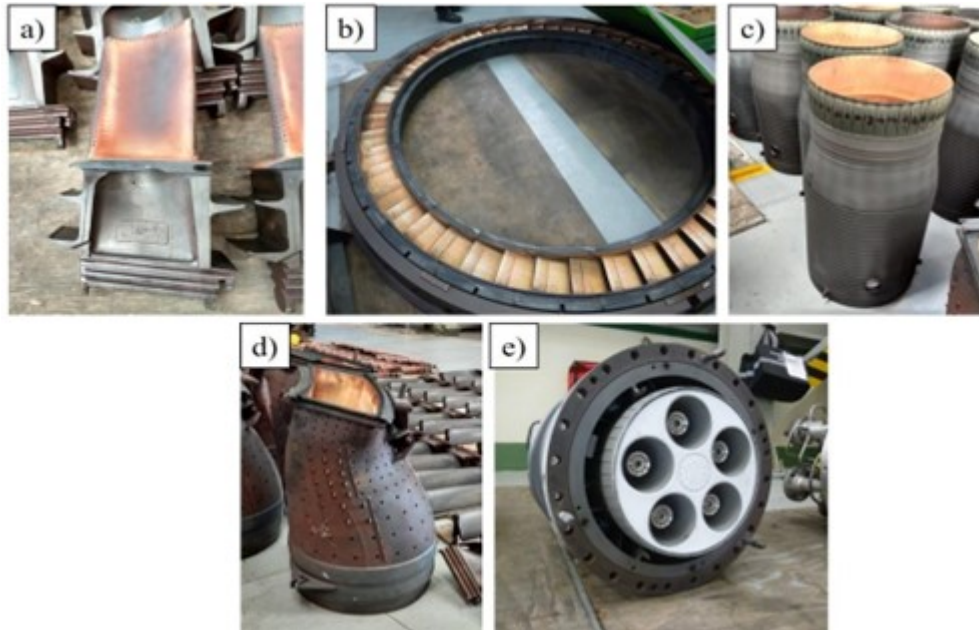


Figura 3-1.: Los principales componentes de una turbina a gas con TBC en de la ruta de gases calientes

como se presenta en **3-2** .y se sigue mencionando a continuación La TC es de vital importancia en todo el sistema ya que está en contacto directo con los gases de combustión. [1] Los sistemas TBCs su estructura típica es no homogénea y esto dependerá de la naturaleza de proyección [18]

3.3. Top coat (TC)

Los revestimientos cerámicos en las turbinas desde el desarrollo de nuevos materiales han permitido mayores aumentos en régimen de temperatura más altos hasta unos 1400 °C aumentando así la resistencia no solo térmica sino al desgaste por erosión, corrosión y oxidación del sustrato.[5] Los recubrimientos de cerámicos que hacen parte de estos sistemas tienen la función de disminuir el flujo de calor hacia el sustrato prolongando la vida útil de los componentes durante los ciclos térmicos; además de aumentar la resistencia al desgaste por erosión, corrosión y reducir la oxidación a altas temperaturas. En la actualidad los recubrimientos más usados son compuestos de Zirconia estabilizada con Itria ($ZrO_2 \text{ } \hat{=}$ Y_2O_3) [13] , normalmente conocidos como YSZ. Esto es debido a las bajas conductividad térmica Los contenidos de Itria entre 5 por ciento y el 15 por ciento son los más utilizados, sin embargo, se ha encontrado desarrollos con contenidos más adecuados para estabilizar la fase tetragonal que es la que se busca estabilizar está entre el 7 por ciento y el 8 por ciento buscando así inhibir la transformación de la fase tetragonal a monoclinica.[14]

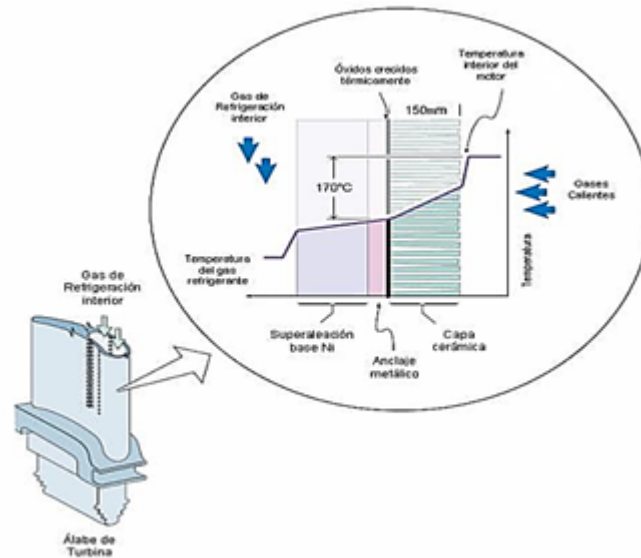


Figura 3-2.: Sistemas de barrera térmica

3.4. Bond coat (BC)

La bond coat o capa de anclaje es una capa intermetálica entre la TC y el sustrato su objetivo principal es mejorar la adherencia entre la capa cerámica y el sustrato. Otro de los objetivos que se busca con la BC es el desarrollo un óxido de aluminio $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ durante el servicio de la turbina a gas que actúa como barrera para el paso de oxígeno hacia el sustrato.[13]

Las bond coat de naturaleza MCrAlX es usada como recubrimientos de alta temperatura y materiales estructurales, donde M es el elemento básico del recubrimiento, como Ni, Co o una combinación de ellos con X como Y, Ta, Hf, Si o un metal precioso, Pt, Pd, Ru o Re para mejorar la adherencia del recubrimiento y el sustrato Después de la aplicación, [16] los recubrimientos MCrAlX ofrecen resistencia a los fenómenos ambientales, hay un grupo de MCrAlX, allí NiCrAlY, que ha mostrado una buena resistencia a la oxidación en comparación a CoCrAlY, que tiene buena resistencia a la corrosión también están los recubrimientos de naturaleza NiCoCrAlY CoNiCrAlY, que tiene un buen equilibrio entre la propiedades, lo que da ductilidad a la aleación, y una fase β , un compuesto intermetálico (Co, Ni)Al a que es un depósito de Al para proporcionar resistencia a la oxidación. [2] [5] La 3-3 muestra la resistencia a la oxidación contra la corrosión de distintos materiales utilizados como capa anclaje, evidenciando que los metales aleados con Co, Ni y Cr por su naturaleza presentan mejores respuestas en corrosión en caliente

La microestructura puede incluir precipitados de γ Ni₃Al y α Cr, según la composición y la temperatura. El Co se encuentra en porcentajes del 15 - 30 % en peso para mejorar la ductilidad, la presencia de Co reduce la tendencia a formar fases frágiles como α Cr y γ . Los contenidos de Cr (15-25 % en peso) y Al (10-15 % en peso) se ajustan para dar al

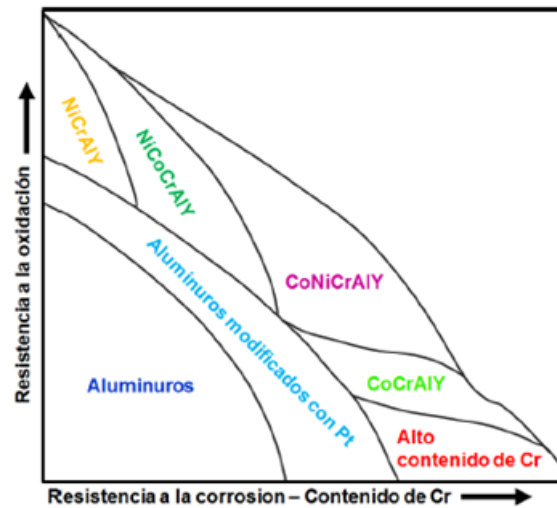


Figura 3-3.: la resistencia a la oxidación contra la corrosión de distintos materiales utilizados como capa anclaje

recubrimiento resistencia a la oxidación y corrosión. Entre los elementos activos actualmente utilizados se encuentra el Y (0,1 - 0,5 % en peso). Los estudios han demostrado que pequeñas adiciones de Y aumentan la adhesión de la capa de alúmina. Los recubrimientos de MCrAlX están diseñados para generar una capa de óxido, $\text{Al}_2\text{O}_3^{\alpha}$, de crecimiento lento, uniforme y libre de defectos que brindará protección contra fenómenos ambientales al sustrato. Estos recubrimientos se depositaron mediante varias técnicas, incluida la deposición física de vapor asistida por haz de electrones (EV PBD), pulverización térmica de plasma de vacío y aire (APS y VPS) y recientemente por proyección térmica a alta temperatura por combustión de oxígeno (HVOF). [5]

3.5. Óxido producido térmicamente (TGO)

En condiciones de funcionamiento máximas, la temperatura de la capa de unión en los motores de turbina de gas excede típicamente los 700°C , lo que resulta en la oxidación de la capa de unión y la formación inevitable de una tercera capa (el TGO de óxido producido térmicamente; 1 a $10\ \mu\text{m}$ de espesor) entre la capa de anclaje y la capa superior de cerámica. La capa anclaje ideal está diseñada para garantizar que la TGO se forme como $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ y debido a su crecimiento lento, uniforme y sin defectos; para ello, un TGO tiene una difusividad iónica de oxígeno muy baja y proporciona una excelente barrera de difusión, retrasando la oxidación de la adicional capa de anclaje. Sin embargo, la tasa de crecimiento de la TGO logra producir un eventual espaleación de la TBC cuando se somete a ciclos térmicos en un entorno oxidante [4]

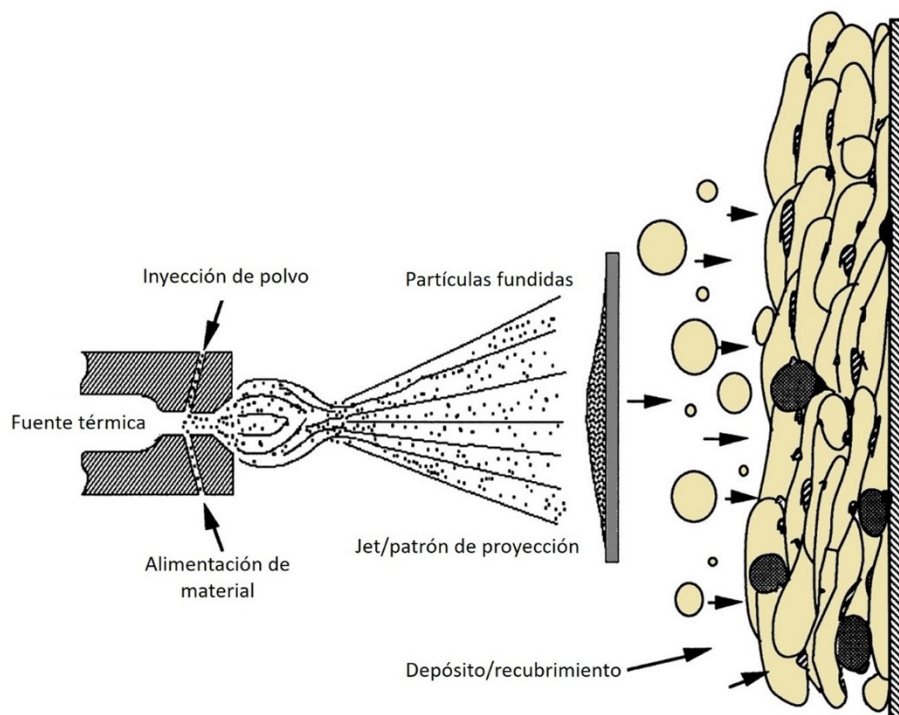


Figura 3-4.: Esquema de la proyección térmica

3.6. Proyección térmica

La proyección térmica es un término genérico para un grupo de procesos de recubrimiento utilizados para aplicar recubrimientos metálicos y no metálicos. Estos procesos se agrupan en tres categorías principales: proyección con llama, proyección con arco eléctrico y proyección con plasma. Estas fuentes de energía se usan para calentar el material de recubrimiento (en forma de polvo, alambre o varilla) a un estado fundido o semi fundido. Las partículas calentadas resultantes se aceleran y se impulsan hacia una superficie preparada mediante gases de proceso o chorros de atomización. Tras el impacto, se forma un enlace con la superficie y las partículas subsiguientes causan la acumulación de espesor y forman la estructura laminar.

3-4

El reporte histórico más temprano en el campo de la Proyección térmica, es la patente de M.U. Schoop en Zurich, Suiza, donde se describe un proceso en el cual se alimentan líneas de plomo y titanio en una antorcha de soldadura oxi acetilénica modificada; esta antorcha posteriormente sufrió cambios para aceptar materiales en polvo [3]. En 1908 Schoop patentó la Proyección por arco eléctrico que permitió depositar mayor variedad de metales como acero y zinc para prevenir la corrosión de las estructuras. Dos años después, el Flame Spray se cataloga como el primer proceso de thermal spray [13]. Después de la segunda guerra mundial, continúa la expansión de la tecnología de la Proyección térmica con el desarrollo de

la proyección de materiales en polvo y la proyección por plasma, manteniendo los principios básicos de operación hasta la actualidad. El interés en estas aplicaciones creció en 1939 cuando Reinecke introdujo el primer proceso de Proyección por plasma, siendo el primero en demostrar que inyectando polvo en un calentador de plasma por arco gas, podían fundirse y ser acelerados a una superficie para formar un recubrimiento [3].

Los equipos de la tecnología de Proyección térmica mostraron un progreso considerable a finales de 1950 con la Proyección por combustión, arco eléctrico y Proyección por plasma. Se resalta además que en los 50s se desarrolla el proceso detonation Gun (D-Gun) capaz de producir mayores fuerzas de anclaje, presentando también recubrimientos más densos y confiables en cuanto a la resistencia al desgaste. Posteriormente, en 1958, hace su aparición el High Velocity Oxy Fuel (HVOF) por parte de la Union Carbide, ahora conocida como Praxair Surfaces Technologies [3]. Sin embargo, no obtuvo una participación significativa a nivel comercial hasta 1980. En 1960 surgen las primeras patentes de procesos de Proyección que utilizan plasma, por G. Giannini y A. Ducati, hasta reportarse una nueva patente en este campo por parte de R. M. Gage, D.M. Nestor y Y.M. Yenni en 1962 [13]. De igual modo, a partir de 1960 el proceso de plasma radiofrecuencia se encuentra disponible a nivel comercial.

La Proyección por plasma comienza a ganar protagonismo a partir de 1961 cuando variantes de esta técnica, como el Inert Plasma Spray (IPS) y el Shrouded Plasma Spray (SPS) fueron introducidas en la industria de la Proyección térmica, llevando en los 70s al establecimiento de la Proyección por plasma como la técnica de Proyección térmica más implementada, gracias a su versatilidad desde el punto de vista de materiales que pueden ser depositados, y a los desarrollos que se llevaron a cabo para cubrir varias de las necesidades de la industria aeroespacial; Incluso entre 1973 y 1974 surgen las variantes Vacuun Plasma Spray (VPS) también conocida como Low Pressure Plasma Spraying (LPPS) y en 1989 Ducos introduce el Atmosphere Temperature Controlled Spraying (ATCS). A finales de 1980 fue desarrollado en Novosibirsk, Russia, el Cold spray. Alkhimov y su equipo de trabajo observaron durante experimentos que tuvieron lugar en un túnel de viento supersónico con trazas de partículas metálicas, que dichas partículas al impactar en el objetivo en lugar de erosionarlo, formaban un recubrimiento. El proceso fue patentado en Europa y en los Estados Unidos, y poco después en 1994, uno de los inventores, el profesor Papyrim, se unió a un consorcio bajo el auspicio del Centro Nacional de Ciencias de Manufactura en Ann Arbor, Míchigan, Estados Unidos. El consorcio incluía a varias compañías como Ford, General Electric y General Motors. Este consorcio investigó la posibilidad de desarrollos tecnológicos del CGSM (Cold Gas Spraying Method). Hasta el 2008 se tenían dos empresas que comercializan instalaciones de CGSM:

- CGT, Ampfing, Alemania.
- K
- Tech, Albuquerque, NM, USA.

Desde 1989 hasta la actualidad, se han venido presentando desarrollos en cuanto a aplicaciones particulares tales como recubrimientos en áreas pequeñas depositados por microplasma, y recubrimientos en orificios de cilindros depositados por RotaPlasma™. Cabe resaltar que otros desarrollos han tenido lugar en cuanto a la alimentación de la materia prima; por ejemplo, en la Universidad de Limoges, el equipo de trabajo del profesor Fauchais realizó modificaciones en la alimentación de polvos para que esta se llevara a cabo en forma axial, y nuevas pistolas de Proyección por plasma como la Triplex™ con tres cátodos es ahora comercializada por Metco AG [13].

La proyección térmica el cual se le llama a un grupo de procesos que funcionan en proyectar partículas fundidas y semi fundidas para generar películas que se unen a una superficie son las técnicas más utilizadas para generar los sistemas de barreras térmicas. Las técnicas más abanderadas por proyección térmica es la Proyección por plasma y proyección térmica a alta velocidad, por su versatilidad en la cantidad de materiales que pueden ser depositados por dicha técnica y al cubrir gran variedad de necesidades de la industria, por otro lado estudiar los recubrimientos es de gran necesidad para seguir avanzando en este campo y una de su características son las morfologías del recubrimiento que pueden determinar propiedades, en sistemas TBCs cuando los poros están orientados paralelamente a la superficie del sustrato la conductividad tiende estar en rangos de conductividad térmica 0,8 a 1 W/mK a diferencia de sistemas con crecimiento columnar característico por tener poros entre columnas tiende estar en rangos de conductividad térmica 1,5 a 1,9 W/mK con una mejor tolerancia a la tensión esto se tiende a controlar con el manejo de los parámetros de proyección generando por los splats (partículas fundida) con buen anclaje a la superficie dado que de estas características dependen la creación de poros o grietas y una alta porosidad deja el paso de los gases.

La contracción de las partículas durante la solidificación da lugar a un anclaje de tipo mecánico con el sustrato durante el proceso de proyección y esto depende de los parámetros de la antorcha como también de precalentamiento del sustrato y rugosidad esto genera mejoras en el anclaje aunque se debe tener presente que se presentan partículas semifundidas y sin fundir en el proceso lo cual genera una mala morfología en el proceso formando fases no deseables tanto como en la TC como en la BC. Las fases no deseables que se le atribuyen a la capa de anclaje (BC) son llamadas espinelas y provocan delaminación del sistema TBC por lo cual es importante evitar estas fases para no interferir en la adherencia del sistema BC TC como tampoco BC Sustrato para implementar una buena adherencia del sistema TBC se debe enfocar en la capa BC e implementar mejoras en el procedimiento de proyección por APS o HVOF evaluando su química en BC. Este trabajo estudió los parámetros de proyección sobre la BC para evaluar su característica y su adherencia en el sistema TBC buscando generar cambios importantes en la eficiencia de la producción térmica nacional.

Las tecnologías de proyección térmica son procesos donde es importante estudiar parámetros que van a depender de los factores de proyección. En los procesos de Proyección por plasma ver Figura 5 se hace circular gases plasmógenos a través de los electrodos; entre éstos se produce un arco eléctrico de alta frecuencia que ioniza el gas o la mezcla de gases generando

un plasma que puede llegar a alcanzar temperaturas altas alcanzando puntos de fusión de materiales cerámicos, dependiendo de la mezcla de gases, el cual se encarga de difundir y proyectar material en forma de polvo.

La Proyección térmica (Thermal Spray) es un término genérico para un grupo de procesos de Proyección de recubrimiento usados para aplicar revestimientos metálicos y no metálicos [3]. En estos procesos se emplea una fuente de calor concentrada para fundir o semifundir una materia prima (en polvo o cordones), mientras se imparte una energía cinética usando medios diversos de propulsión para proyectar partículas fundidas sobre una superficie o sustrato. Cuando las partículas impactan la superficie se solidifican rápidamente; cuando más partículas siguen impactando sobre el área se construye un recubrimiento de un espesor dado según se requiera

3.7. ventajas y desventajas de la Proyección térmica

Entre las ventajas de la Proyección térmica se destacan [3]:

- Puede ser usada una amplia variedad de materiales para producir recubrimientos: metales, aleaciones, carburos, cerámicos, polímeros, entre otros. Esta es la principal ventaja de estos procesos.
- Pueden ser alcanzadas tasas rápidas de deposición: desde 1 a 45 kg/h. usualmente son empleadas tasas de deposición de 2 a 7 kg/h. las rápidas tasas de Proyección se traducen en costos de proceso relativamente bajos.
- Amplios rangos de aplicación: desde recubrimientos para proteger sustratos contra el desgaste abrasivo, cavitación y erosión, hasta revestimientos de barrera térmica multicapa implementando Bond coats (BC) metálicas y Top Coat (TC) de óxidos cerámicos.
- Degradación térmica mínima del sustrato. Con el control adecuado se tiene un bajo riesgo de degradación térmica del sustrato durante el proceso de Proyección. El sustrato usualmente se mantiene por debajo de los 150 °C.

Una ventaja importante de los procesos es la gran variedad de materiales que pueden usarse para producir recubrimientos, de hecho, puede usarse cualquier material que se funda sin descomponerse. Una segunda ventaja importante es la capacidad de la mayoría de los procesos de proyección térmica para aplicar recubrimientos a sustratos sin una entrada significativa de calor. Por lo tanto, los materiales con altos puntos de fusión, como el tungsteno, se pueden aplicar a piezas totalmente mecanizadas y tratadas térmicamente sin cambiar las propiedades y en ausencia de una distorsión térmica excesiva de la pieza. Una tercera ventaja es la capacidad, en la mayoría de los casos, de quitar y recubrir los revestimientos dañados sin cambiar las propiedades o dimensiones de las piezas

La Proyección térmica también presenta algunas desventajas. Regularmente ocurren fallas debido a las limitaciones del recubrimiento que son inherentes a los procesos de Proyección. Entre las principales desventajas se encuentran: Baja fuerza de anclaje: La fuerza de anclaje alcanzada es relativamente baja comparada con otros procesos de fabricación de recubrimientos [3].

- Porosidad: los recubrimientos suelen ser porosos, lo que permite el paso de gases o líquidos a través del recubrimiento.
- Propiedades anisotrópicas: los recubrimientos por ejemplo tienden a tener 10 veces más resistencia a la tracción en dirección longitudinal que en la dirección paralela a la Proyección [3].
- Baja capacidad de carga: los recubrimientos por lo general no son usados como miembros estructurales y no se comportan adecuadamente bajo puntos o líneas de carga que causan problemas debido a que la porosidad subyacente falla al soportar cargas concentradas, lo que ocasiona el colapso del recubrimiento y una deformación permanente de la superficie. Los recubrimientos generalmente se comportan mejor bajo cargas a compresión, lo que explica su amplio uso en aplicaciones de resistencia al desgaste por deslizamiento.

3.8. Flame Spray (FS)

También conocida como Proyección térmica por combustión. Esta técnica utiliza la energía química de los gases de combustión para generar calor. El combustible de mayor uso es el acetileno, que junto al oxígeno como comburente, ofrece temperaturas de combustión de hasta 3350 K. en este proceso la temperatura de la llama es controlada en lazo abierto manipulando los flujos de comburente y combustible para obtener tres tipos de llama:

3.9. Detonation Gun Spraying (D GUN)

Este sistema de proyección térmica consta de un cañón de 450 a 1350 mm de longitud, y 21 a 25 mm de diámetro, en el cual es introducida una mezcla explosiva de comburente, combustible y polvo a proyectar. La mezcla es detonada por una chispa generada mediante una bujía. La onda producida por la explosión acelera las partículas hacia la pieza de trabajo. Después de cada ignición, nitrógeno es inyectado en el cañón con el fin de purgar y evitar disparos erróneos durante el proceso de Proyección. Los ciclos de purga e ignición suelen ser de 1 a 15 Hz. Los gases de trabajo constan de una mezcla de combustible y oxígeno, en la cual los combustibles más utilizados son hidrogeno, acetileno, propano o butano. Los principales parámetros de operación de esta técnica de Proyección ofrecen:

- Temperaturas de hasta 4500 K alcanzadas con una mezcla de oxígeno con 45 % en volumen de acetileno.
- La onda expansiva producto de la explosión puede alcanzar velocidades de 2930 m/seg, mientras que las partículas pueden alcanzar velocidades de 750 m/seg
- Distancias de Proyección de alrededor de 100 mm.
- Tasas de alimentación de 16 a 40 g/min.

3.10. High Velocity Oxy Fuel (HVOF)

El origen de esta técnica se debe al esfuerzo de los desarrolladores por mejorar la calidad de los recubrimientos obtenidos por DGun. La principal diferencia entre el DGun y el HVOF, es que en este último la ignición de los gases de trabajo es continua. En este proceso los gases de trabajo son alimentados en una cámara de combustión. Luego de la ignición, los gases de combustión pasan a través de un cañón de 80 a 300 mm de largo y emergen a la atmósfera de Proyección [3]. A diferencia del DGun, la alimentación de polvos al proceso se realiza axial o radialmente en el jet. Los combustibles gaseosos utilizados en este proceso son principalmente hidrógeno, propano, propileno o metano, y como combustible líquido puede ser empleado kerosene; sin embargo, para este último modo de operación se requiere de controles adicionales como bombas para suministrar el combustible líquido. Los principales parámetros de operación de esta técnica ofrecen:

- Presiones en la cámara de combustión de hasta 4 MPa.
- Flujos de alimentación de los gases de combustión de 66 slpm para hidrocarburos, 283 slpm para el oxígeno, 660 a 850 slpm para hidrógeno, y 23 a 26 l/h para el combustible líquido kerosene.
- Tasas de alimentación de polvos de 20 a 120 g/min (Davis, 2004; Pawlowski, 2008).
- Temperaturas de jet de 2500 K para mezclas de kerosene y oxígeno [13].
- Velocidades de jet de 500 a 1200 m/s [3]. Para mezcla de kerosene y oxígeno se consiguen velocidades de jet de 1600 m/seg [13].
- Las partículas pueden alcanzar velocidades de 200 a 1000 m/seg.
- Distancias de Proyección de 150 a 300 mm [13].

Los recubrimientos depositados por HVOF poseen fuerzas de anclaje de hasta 68 Mpa [3]. La porosidad de estos recubrimientos es menor al 1 y los espesores se encuentran regularmente entre 100 y 300 $\hat{\mu}$ m. Esta técnica es ampliamente usada para proyectar BC de MCrAlY

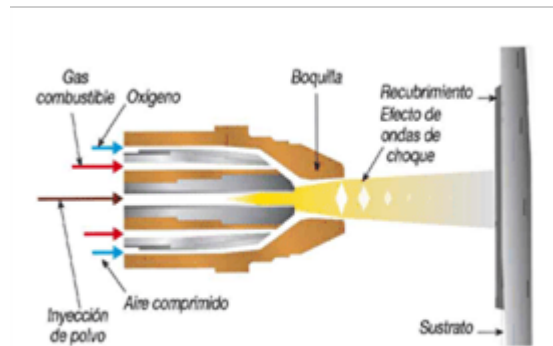


Figura 3-5.: Esquema del proceso High Velocity Oxy Fuel

para sistemas de barrera térmica, cuya función es servir como barrera contra el oxígeno para proteger el sustrato contra la oxidación, y como capa de anclaje entre una TC cerámica y el sustrato. En este proceso el combustible (hidrógeno, propano o propileno) y el oxígeno son usados para crear un jet de combustión que normalmente llega a temperaturas de 2773 a 3373°K, la combustión toma lugar en una cámara de combustión que está a alta presión, el jet sale por una pequeña boquilla que normalmente tiene entre 8 y 11 mm de diámetro lo que genera un flujo supersónico y la salida de las partículas del material de aporte a alta velocidad que puede llegar a 1600 m/s. La cámara de combustión y la boquilla son intensamente refrigeradas con agua. El esquema del proceso de HVOF se puede ver Figura 8. La técnica de HVOF se ha convertido en un estándar para la obtención de recubrimientos en la industria aeronáutica.

3.11. Atmospheric Plasma Spray (APS)

El plasma normalmente consiste en átomos neutros, iones positivos y electrones libres. El plasma es producido mediante la transferencia de energía a un gas hasta que el nivel de energía es suficiente para ionizar el mismo, permitiendo que los electrones y los iones actúen independientemente unos de los otros [3]. El plasma térmico es un estado donde la población de electrones y la población de iones tienen energías similares. El APS consiste en un arco eléctrico generado entre un ánodo generalmente fabricado en cobre, y un cátodo de tungsteno torio. El arco eléctrico ioniza los gases de trabajo y genera un jet de alta temperatura. Los polvos son inyectados al jet de plasma radial o axialmente (según diseño de la antorcha) mediante un gas portador, y son proyectados hacia la pieza de trabajo. Los gases de trabajo suelen ser argón, o mezclas de este como argón + helio, argón + nitrógeno, y argón + hidrógeno. También pueden usarse mezclas de tres gases, como argón + helio + hidrógeno. El helio estabiliza el arco eléctrico, mientras que el nitrógeno y el hidrógeno mejoran la transferencia de calor debido a su alta conductividad térmica. Los principales parámetros de

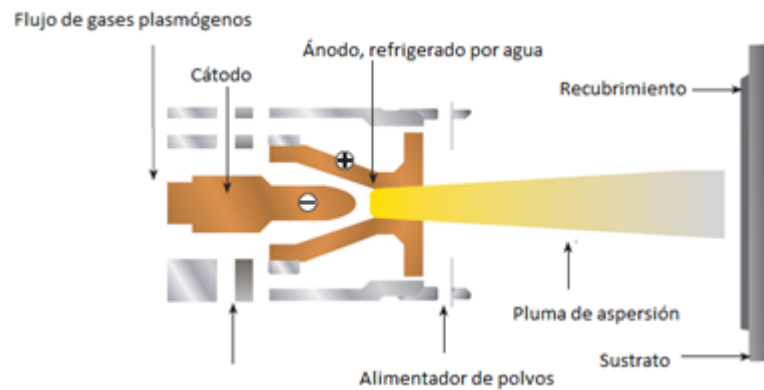


Figura 3-6.: Esquema del proceso Atmospheric Plasma Spray

operación de esta técnica ofrecen:

- Voltajes de arco eléctrico de 30 a 70 Volt.
- Potencias de entrada de normalmente 80 kW, y de hasta 200 kW en antorchas estabilizadas con agua.
- Velocidades del jet de plasma de hasta 800 m/seg, se pueden tener velocidades de 2900 m/seg en instalaciones de alta potencia [13].
- Velocidades de partículas de 200 a 800 m/seg [3].
- Temperaturas del jet de plasma de 15000 K [3], y hasta 28000 K en antorchas estabilizadas con agua [13]
- Tasas de alimentación de polvo de 50 a 100 g/min [13].
- Distancias de Proyección normalmente de 60 a 130 mm.

Los recubrimientos obtenidos mediante APS ofrecen fuerzas de anclaje de 15 a 25 MPa para recubrimientos cerámicos, y hasta 70 MPa para recubrimientos de aleaciones metálicas [13]. Los espesores de los recubrimientos se encuentran normalmente entre 300 y 1500 \hat{I}_4 m, y las densidades de los recubrimientos puede llegar a ser del 95 por ciento [3].

3.12. Vacuum Plasma Spraying (VPS)

Esta técnica también es conocida como LPPS (Low Pressure Plasma Spray). Consiste en una antorcha de plasma convencional equipada con una boquilla modificada para altas tasas de presión expansión. Las altas velocidades son alcanzadas debido a que el jet de plasma

escapa a una cámara en la cual la presión es menor a la atmosférica. La cámara de Proyección requiere de sistemas de control remotos, así como bombas de vacío, filtros y refrigeración de la recámara. Algunas características del jet de plasma bajo condiciones de trabajo de baja presión, son un jet más largo y amplio en comparación con el jet de plasma convencional. Lo anterior incrementa el tamaño del patrón de Proyección, lo que permite obtener recubrimientos más uniformes. En esta técnica de Proyección es posible utilizar la operación por arco transferido, la cual permite limpiar y precalentar la pieza de trabajo antes de comenzar la Proyección. Los principales parámetros de Proyección de esta técnica permiten:

- Presiones de la atmosfera de Proyección de 30 a 300 torr.
- Obtener un jet de plasma con un diámetro de hasta 50 mm y longitudes de hasta 300 mm [3].
- Flujos de los gases de trabajo de 90 a 200 slpm [13].
- Temperaturas de los electrones entre 10000 y 15000 K [13].
- Velocidades del jet de plasma de 1500 a 3500 m/s [13].
- Potencias de entrada superiores a los 80 kW [13].
- Velocidades de partículas de 200 a 600 m/s [3].
- Precalentamiento de sustrato de hasta 1000°C [3].
- Presiones dinámicas de 655 a 13.3 kPa [13]

Los recubrimientos elaborados por VPS ofrecen recubrimientos virtualmente sin inclusiones de óxidos, fuerzas de anclaje superiores a los 68 MPa [3], y una porosidad inferior al 2 por ciento [13]. Los espesores obtenidos mediante esta técnica se encuentran entre 150 y 500 $\hat{1}\frac{1}{4}$ m

3.13. Arc Spraying (AS)

Dos líneas de 1,6 a 5 mm de diámetro, siendo electrodos consumibles, son conducidas y fundidas mediante un arco eléctrico. Las gotas son atomizadas y proyectadas hacia el sustrato mediante un jet de aire o nitrógeno. Cuando las líneas son de dos materiales diferentes, se pueden formar aleaciones en el recubrimiento. Todos los materiales que sean conductores eléctricos pueden ser empleados como materia prima en las líneas. Los parámetros de Proyección de esta técnica permiten obtener las siguientes condiciones de proceso:

- Potencia eléctrica de 5 a 10 kW.

- Temperatura del arco eléctrico de 6100 K a una corriente de 280 A.
- Voltajes del arco eléctrico de 20 a 40 V.
- Velocidades de partículas de hasta 150 m/s.
- Tasas de deposición de 50 a 1000 g/min.
- Distancias de Proyección de 50 a 170 mm.
- Presiones de gas atomizador de 0,2 a 0,7 MPa

Los recubrimientos obtenidos mediante AS ofrecen fuerzas de anclaje de 10 a 30 MPa para recubrimientos de Zinc, y hasta 70 MPa para recubrimientos de NiAl. Las porosidades son normalmente de 10 a 20 por ciento, y los espesores se encuentran regularmente entre 100 y 2000 μm . Los procesos de Proyección térmica constan de tres etapas (Schneider et al, 2006): Preparación de la superficie, aplicación del recubrimiento, y acabado o postratamiento. Cada etapa representa una parte esencial de la planificación del proceso y debe considerarse antes y durante la Proyección. Aspectos como el tipo del material del sustrato, dureza y tenacidad a la fractura, y tratamientos térmicos a los que fue sometido, indican cómo se debe proceder en la preparación del sustrato en cuanto a los protocolos que pueden emplearse y los que es recomendable evitar. Por ejemplo, el tipo de metal y el historial térmico de la pieza determinan la temperatura adecuada de precalentamiento del sustrato. Otro aspecto importante es la dureza del material a recubrir, por ejemplo, a los sustratos con una dureza por debajo de los 40 HRC se les puede inducir una rugosidad específica usando técnicas estándar como el sand blasting (Schneider et al, 2006); sin embargo, cuando la dureza excede los 40 HRC, es difícil alcanzar una rugosidad requerida de la superficie implementando técnicas convencionales [3]. La posición de la pieza a recubrir en el proceso de Proyección también es importante, se recomienda que las partículas impacten la superficie a un ángulo de 90° siempre que sea posible, siendo aceptado un ángulo mínimo de 45° que debe ser usado solo como último recurso. A continuación se explican con mayor profundidad los principales tópicos contenidos en las etapas de un proceso de Proyección.

3.14. Preparación de la superficie

En este paso se realiza una limpieza del sustrato seguido de un proceso para generar una rugosidad requerida en la superficie. La apropiada preparación del sustrato proporciona la interfaz crítica para la primera capa de partículas fundidas o suavizadas que impactan en la superficie. Una superficie debidamente preparada debe tener los siguientes atributos:

- La limpieza proporciona un contacto limpio metal

- metal favoreciendo las interacciones atómicas y metalúrgicas entre el sustrato y las partículas depositadas.
- Área superficial incrementada, esto se logra mediante los procesos utilizados para inducir rugosidad en la superficie.
- Asperezas e irregularidades en la superficie, esto favorece el enclavamiento mecánico, y puede ser logrado mediante los procesos para inducir rugosidad en la superficie.
- Macrorugosidad, reduce esfuerzos longitudinales induciendo surcos en el recubrimiento a partir del maquinado llevado a cabo en el sustrato [3].

Es absolutamente esencial la debida preparación del sustrato con el fin de que el recubrimiento presente el desempeño deseado; de lo contrario, puede ocurrir una falla completa del sistema, como el desprendimiento del revestimiento. Limpieza de la superficie.

El primer paso en la preparación del sustrato es la limpieza de la superficie, esto con el fin de remover impurezas o contaminantes como grasa o humedad. Si se tienen contaminantes entre el sustrato y el recubrimiento se reduce el área de contacto entre ellos reduciendo también la adhesión del recubrimiento [13]. El desengrasado por vapor es comúnmente usado para remover impurezas de la superficie del sustrato [3]. Este método es rápido, económico y eficiente. Materiales porosos como fundiciones de hierro son sometidos a este proceso durante 15 o 20 min para remover contaminantes que pudieran haber penetrado el sustrato; sin embargo, una limpieza manual con solventes es a menudo todo lo que se necesita para remover impurezas y suciedades como grasa o aceite de la superficie. Algunos solventes comúnmente usados son:

- Metil Etil Cetona (MEK).
- Solución acuosa con ácido acético.
- Acetona.

Cuando la inmersión de los sustratos en solventes no funciona adecuadamente, lo que puede suceder en materiales porosos, se recurre a un calentamiento del sustrato entre 315 y 345°C por algunas horas, para evaporar y remover impurezas profundas. Si estas impurezas profundas no se remueven, pueden fluir a la superficie del sustrato durante el precalentamiento del mismo y/o durante el proceso de Proyección, lo que lleva a una pobre fuerza de anclaje del recubrimiento en el sustrato y por consiguiente a un probable desprendimiento del mismo. La limpieza por ultrasonido es usada también para desprender contaminantes alojados en áreas confinadas. Debe ser implementado para remover residuos atrapados después de un proceso de chorro de arena (Sandblasting). Por último el Dry abrasive blasting remueve contaminantes de la superficie. Este proceso es usado para remover recubrimientos ya depositados, pinturas, corrosión y óxidos. Estas situaciones se presentan cuando se dispone de piezas que

se desea renovar, por lo cual los recubrimientos que tienen estas piezas deben ser eliminados. Por ejemplo, los recubrimientos cerámicos con Al_2O_3 o Cr_2O_3 pueden ser removidos por Dry abrasive blasting. El medio abrasivo es llevado por un jet de aire a alta presión hacia la superficie del sustrato. Nunca debe usarse el mismo equipo para realizar labores de limpieza de la superficie y para labores de generación de rugosidad (roughening). En piezas pequeñas como álabes de turbinas con recubrimientos de barrera térmica que incluyen una TC de $ZrO_2 + 7$ wtporcentaje Y_2O_3 depositadas por Air Plasma Spray (APS) o Electron Beam Physical Vapour Deposition (EBPVD), una BC generalmente de NiCrAlY aplicada por plasma en vacío (Vacuum Plasma), y una capa intermedia denominada TGO (Thermally Grown Oxide), pueden ser removidas por tratamientos químicos o tratamientos de arco eléctrico en lugar de ser removidos por dry abrasive blasting [13]. Activación (Roughening). Después de la limpieza del sustrato, inducir la rugosidad requerida en la superficie es el paso más importante para asegurar la buena adhesión del recubrimiento. Los principales métodos para generar rugosidad en la superficie del sustrato son [3]: Dry abrasive grit blasting (Granallado), Maquinado o macrorugosidad, y aplicación de una BC. Regularmente se usan combinaciones de estos métodos para proporcionar las más altas fuerzas de anclaje, como la aplicación de una BC sobre una superficie granallada, o un granallado sobre una superficie previamente sometida a un proceso de macrorugosidad.

3.15. Dry abrasive grit blasting

es la técnica más usada para inducir rugosidad. Partículas abrasivas secas son propulsadas hacia el sustrato a velocidades relativamente altas, generando pequeñas irregularidades en la superficie que proporcionan un anclaje mecánico adecuado, lo que aumenta la fuerza de adhesión del recubrimiento al sustrato como se indica en la Figura 1.5. El material bajo la superficie deformada permanece elástico y trata de volver a su forma original más corta presentando esfuerzos de tensión; La capa externa de material presenta esfuerzos residuales de compresión, esto puede reducir la resistencia a la fatiga del material, por lo cual un balance efectivo de esfuerzo de compresión y tensión es importante para mitigar la reducción de dicha cualidad. Las deformaciones plásticas que sufre el sustrato son función de la forma, tamaño, densidad, dureza, velocidad y ángulo de impacto de las partículas abrasivas (Davis, 2004; Schneider et al, 2006); adicionalmente se debe tener en cuenta las propiedades mecánicas del material como el módulo elástico, dureza y espesor, y parámetros como la duración del proceso y la distancia entre la boquilla y el sustrato [13].

Entre los principales abrasivos utilizados en Dry Abrasive Grit Blasting, se encuentra La arenilla angular de hierro frío (Angular chilled iron grit) usado en máquinas de presión en cuartos de Sand Blasting. Tiene una dureza de 60 a 62 HRC y puede ser usada para sustratos con durezas entre 40 y 45 HRC. La alumina (Al_2O_3) trabaja muy bien en cabinas de Sand Blasting.

La arena de sílice es ampliamente usada para trabajos en espacio abierto con un buen grado

de limpieza. Tiene un bajo costo y amplia disponibilidad. La principal desventaja es el peligro de silicosis, por lo que los operarios y el personal circundante deben portar la debida protección respiratoria.

Luego del proceso de activación de la superficie mediante técnicas abrasivas, se recomienda hacer una limpieza del sustrato mediante ultrasonido con el fin de desprender las partículas abrasivas remanentes del proceso de activación, que pueden afectar el anclaje de los recubrimientos. La aplicación de una bond coat (BC): es otro método para obtener una rugosidad determinada. El espesor de esta capa suele encontrarse entre $75 \hat{I}\frac{1}{4}m$ y $125 \hat{I}\frac{1}{4}m$. las BC especialmente diseñadas son usualmente de auto anclaje, ellas se adhieren a superficies lisas reaccionando con el sustrato para formar capas de aleaciones microscópicas que no dependen de anclajes mecánicos; Se debe resaltar que los mecanismos de anclaje de estas BC no han sido ampliamente estudiados, (Davis, 2004). Las BC permiten mejorar el anclaje cuando los sustratos tienen una dureza tal que generar una rugosidad deseada mediante SandBlasting no es sencillo, al igual que protegen al sustrato contra la corrosión a altas temperaturas.

La inducción de macrorugosidad: es usualmente llevada a cabo por maquinado. Regularmente después de este proceso la superficie es sometida también a un proceso de Sand Blasting. El objetivo de generar macrorugosidad es restringir esfuerzos de contracción e interrumpir el patrón laminar de las partículas depositadas con el objetivo de reducir los esfuerzos de corte paralelos al sustrato, esto se requiere especialmente en recubrimientos gruesos.

3.16. Jet De agua

esta técnica es aplicada para activar superaleaciones de Inconel 718, Rene 80 y Mar M 509 antes de ser sometidas a la Proyección de una BC generalmente de MCrAlY [13]. La morfología de una superficie tratada por Jet de agua es más fina comparada con una superficie sometida a Sand Blasting. Sin embargo se debe tener en cuenta si este proceso puede generar corrosión en algunos sustratos.

3.17. Ablación laser

ésta técnica usa un láser de pulsos cortos (de décimas hasta centésimas de nanosegundos) que vaporizan la capa superficial del sustrato. Este proceso es comercialmente conocido como PROTALTM. Los costos de este proceso de generación de rugosidad en superficies son altos y no es regularmente usado incluso a nivel industrial [13]. Ataque químico: se implementan ácidos diluidos como el ácido sulfúrico, nítrico, y clorhídrico; sin embargo, incompatibilidades con otros procesos de manufactura en el campo de la Proyección térmica, hacen que esta técnica no sea empleada por algunos industriales [13].

Finalmente se debe medir la rugosidad obtenida después de aplicar alguno de los métodos de activación del sustrato antes mencionados. Se tienen diferentes parámetros para medir la

rugosidad de una superficie. una revisión de los parámetros de rugosidad más importantes puede ser encontrada en (Soliman et al, 2002). El indicador usualmente implementado para medir la rugosidad del sustrato después del proceso de preparación de la superficie, es el promedio aritmético Ra. Por ejemplo en (Palacio et al, 2013; Vargas, 2010) se desea alcanzar un Ra de aproximadamente $5 \hat{1}4m$, ya que esta rugosidad proporciona un buen anclaje mecánico de los recubrimientos al sustrato.

Para una caracterización fiable de la rugosidad de una superficie, se recomienda como mínimo calcular un parámetro de amplitud y un parámetro de espaciamiento.

3.18. Pre calentamiento del sustrato

El pre calentamiento del sustrato proporciona un área caliente y libre de humedad para las primeras partículas que impactan en la superficie; de igual modo, genera una pre-expansión del sustrato tal que después del proceso de Proyección, este se encoge junto con el recubrimiento reduciendo así los esfuerzos residuales generados en el recubrimiento mientras este se enfría [3]. Este pre calentamiento generalmente se hace con una antorcha de gas. Como regla general se realiza un pre calentamiento del sustrato a temperaturas entre 100 y 150 $\hat{A}^{\circ}C$ durante un minuto aproximadamente. Por ejemplo, para las aleaciones base níquel, se recomienda un pre calentamiento a 100 $\hat{A}^{\circ}C$; de este modo, cuando las partículas fundidas o semifundidas impactan en la superficie caliente y seca, se enfrían a una tasa menor y se adhieren mejor en comparación con un sustrato que no es sometido a la etapa de pre calentamiento. El proceso de Proyección debe comenzar tan pronto cuando la temperatura de pre calentamiento es alcanzada.

Ciertos materiales durante el proceso de pre calentamiento, presentan un rápido crecimiento de una capa pasivante de óxido que ocasiona defectos en el anclaje del recubrimientos al sustrato. Algunos sustratos que presentan este comportamiento son las aleaciones de cobre, aleaciones de manganeso, aluminio y titanio [3]. Este fenómeno resulta dañino para el desempeño del recubrimiento, por lo cual se evita y en su lugar se procede con el proceso de Proyección sobre un sustrato limpio y seco a temperatura ambiente. En los procesos de Proyección llevados a cabo en atmósferas controladas o cámaras de baja presión, como por ejemplo el VPS o el LPPS, se realizan pre calentamientos a temperaturas de hasta 815 $\hat{A}^{\circ}C$, debido a que el efecto nocivo del oxígeno en la atmosfera es minimizado. Realizar un pre calentamiento a mayores temperaturas favorece aún más la reducción de esfuerzos residuales que se generan durante el enfriamiento del recubrimiento y el sustrato. En la proyección térmica sobre álabes de turbinas a gas se llevan a cabo procesos de Proyección por plasma bajo atmosfera controlada y de baja presión, así como pre calentamientos del sustrato a 815 $\hat{A}^{\circ}C$

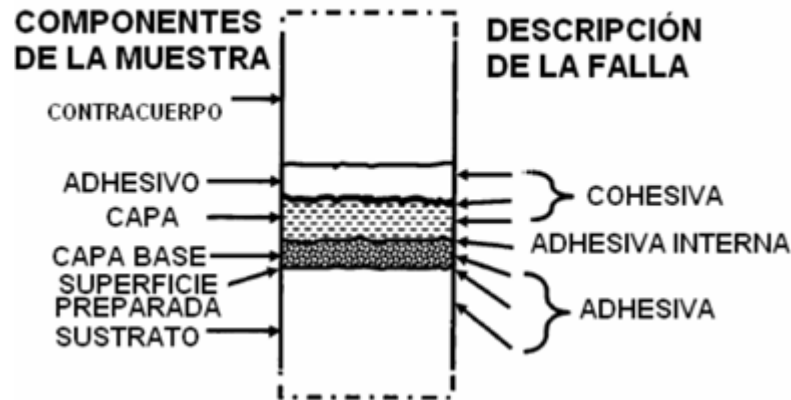


Figura 3-7.: Caracterización tipo de falla según norma ASTM C633

3.19. Adherencia de recubrimientos por Proyección térmica

La adherencia de recubrimientos por proyección térmica puede ser evaluada mediante diferentes técnicas. Los métodos de medición de adherencia de recubrimientos pueden ser clasificados como directos, indirectos y métodos de resistencia al crecimiento de grietas. Los métodos directos incluyen medición de esfuerzos normales mediante norma ASTM C633 y el método de medición de esfuerzos cortantes. Los métodos indirectos incluyen los métodos de indentación y los métodos de rayado. El método más utilizado para realizar la medición de la adherencia se encuentra descrito en la norma ASTM C 633,[8] este método de medición directa de esfuerzos normales es usado en la mayoría de las referencias consultadas y presenta diferentes tipos de fallas que son descritas en la 3-7

El estado de esfuerzos residuales de los recubrimientos es responsable por las características de adherencia de los recubrimientos como también entre las variables con mayor influencia corresponden a la preparación de la integridad de la superficie y temperatura de precalentamiento.

Cuando se requiere analizar la resistencia de adhesión/cohesión como factor de calidad evaluando tanto espesor como condicionante para la prueba ASTM c6333 es importante definir esta como una atracción molecular entre superficies de cuerpos distintos puestos en contacto y genera un fuerza que las mantiene unidas este fenómeno es el causante de muchas fallas con los recubrimientos y se debe a mal control de velocidades no conocer distancias óptimas o simplemente no controlar la texturas, entre esta textura se habla de la rugosidad, se define como el estado y la variación micro granulométrica de la superficie de un material que ha sido manufacturado que puede ser síntoma de una mala preparación superficial, uno de los motivos puede ser que al usar el Sandblasting la arenas (polvos de óxidos o metales) los cuales

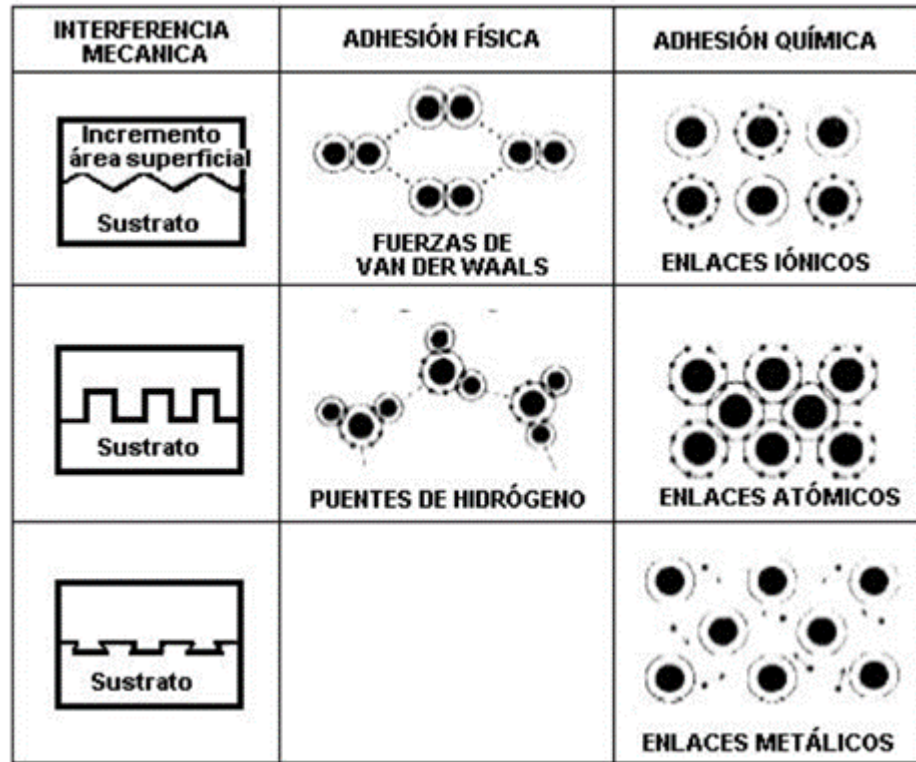


Figura 3-8.: Los mecanismos de adhesión de recubrimientos

son proyectados a altas velocidades sobre el material el cual se desea activar superficialmente, sin embargo, esto trae consigo varios inconvenientes en cuanto a contaminación por la incrustación de partículas finas (arenas o polvos), las cuales actúan como concentradores de esfuerzos que laminan el recubrimiento. Los mecanismos de adhesión de recubrimientos se muestran 3-8 esquemáticamente. Para el caso de los recubrimientos por Proyección térmica el mecanismo de adhesión que prima es la interferencia mecánica que ocurre debido a la fuerza resultante de contracción del líquido que envuelve las irregularidades de la superficie.[17]

Buscando condiciones óptimas para la medida directa de adhesión

cohesión de los recubrimientos este trabajo establece un protocolo de preparación superficial teniendo en cuenta tres parámetros esenciales para una correcta preparación superficial y garantizar una buena medida directa según norma ASTM C633:

Limpieza, que es el primer paso para eliminar contaminantes como aceite, grasas, pintura, óxido, incrustaciones y humedad. Esta operación es bastante convencional, pero muy esencial en la operación.[8]

El grado de rugosidad debe ser compatible con el tamaño medio de los splats: el R_t (también llamado R_z) debe ser aproximadamente 2,5 veces el diámetro medio del splat, y el espacio entre los picos debe ser suficiente para que la gota de aplanamiento líquido penetre entre ellos. El valor cuadrático medio $R_{\hat{q}}$ parece ser el parámetro de rugosidad que correlaciona

mejor con la adhesión del recubrimiento [8]

El precalentamiento del sustrato es, con mucho, el más utilizado a escala industrial utilizando varios métodos ; La limpieza criogénica ha comenzado a utilizarse, mientras que el pretratamiento con láser es utilizado principalmente en etapas experimentales [8] En todos los casos, independientemente de la técnica utilizada, la preparación superficial es clave para lograr recubrimientos con buenas propiedades de adhesión

3.20. Estado del Arte

La proyección térmica HVOF promete mejorar las propiedades de los revestimientos en comparación con otras tecnologías de proyección térmica convencional. El hidrógeno como combustible asegura ser más eficiente, seguro y sostenible que los gases tradicionales, y su uso conduce a revestimientos más uniformes y densos. La adhesión es un aspecto clave en la tecnología de proyección térmica y se refiere a la fuerza que mantiene el revestimiento unido a la superficie. La adhesión depende de factores como la preparación de la superficie, la compatibilidad química entre los materiales, la temperatura y velocidad de proyección, y el tipo de proyección térmica. La adhesión es un aspecto crítico en la tecnología de proyección térmica . La adhesión se refiere a la fuerza que mantiene un revestimiento adherido a la superficie subyacente. La calidad de la adhesión es crucial para garantizar la integridad y la durabilidad del revestimiento. Hay varios factores que afectan la adhesión en la tecnología de proyección térmica, incluyendo:

Preparación de superficies: La superficie de la pieza que se va a revestir debe ser adecuadamente preparada para garantizar una buena adhesión. Esto incluye la eliminación de cualquier material contaminante y la creación de una superficie limpia y uniforme.

Combinación de materiales: La compatibilidad química entre el material de la superficie y el material de revestimiento es esencial para una buena adhesión.

Temperatura de proyección: La temperatura de la superficie de la pieza a revestir y la temperatura de las partículas proyectadas deben ser controladas cuidadosamente para evitar una disminución de la adhesión.

Velocidad de proyección: La velocidad de las partículas proyectadas también puede afectar la adhesión, ya que una velocidad demasiado baja puede resultar en una adhesión débil, mientras que una velocidad demasiado alta puede dañar la superficie subyacente.

En conclusión, la adhesión es un aspecto crítico en la tecnología de proyección térmica y está influenciada por una serie de factores, incluyendo la preparación de superficies, la combinación de materiales, la temperatura de proyección, la velocidad de proyección y el tipo de proyección térmica utilizada.

El material NiCoCrAlY (también conocido como aleación de níquel cromo aluminio) se utiliza comúnmente en recubrimientos por proyección térmica las mas usadas para estos materiales son APS Y HVOF, debido a sus propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión. La adhesión, porosidad, contenido de óxido, y eficiencia de depósito de los revestimientos

NiCoCrAlY se ha vuelto un tema de gran importancia en el estudio buscando mejoras cambiando parámetros de proyección. La caracterización de recubrimientos de barrera térmica y la correlación de sus propiedades morfológicas, mecánicas y químicas con los parámetros de deposición del proceso tales como la distancia de aspersión, tasa de alimentación y morfología de los polvos se ha venido investigando ampliamente [5] estudiaron el efecto de la velocidad de flujo de combustible keroseno, la velocidad de flujo de oxígeno y la distancia de proyección en las propiedades de tensión residual, porosidad y contenido de óxido, y eficiencia de depósito de los revestimientos NiCoCrAlY. Los resultados sugieren una correlación entre la relación de flujo de combustible y oxígeno y la porosidad y el contenido de óxido en los revestimientos basados en la interacción entre las partículas y la llama (su poder y química). El uso de llamas ricas en combustible resulta en revestimientos con baja porosidad y oxidación, bajas tensiones residuales y alta eficiencia de depósito debido a la alta velocidad y baja temperatura alcanzadas por las partículas. Los resultados del diseño factorial de dos niveles muestran que la distancia de pulverización tiene una gran influencia en las tensiones residuales y la eficiencia de depósito, mientras que la porosidad y el contenido de óxido dependen no solo de la distancia de pulverización sino también de las otras dos variables probadas (flujo de oxígeno y combustible). Las distancias de pulverización entre 250 y 300 mm producen revestimientos homogéneos, densos y con una alta cohesión intersplat. A estas distancias de pulverización, las partículas alcanzan su velocidad y temperatura óptimas, resultando en un equilibrio entre la dispersión, aplanamiento y solidificación. Finalmente, como resultado del DoE central compuesto, se utilizó una condición específica para depositar un revestimiento considerado optimizado. Aunque los resultados previstos y experimentales para este parámetro optimizado mostraron ligeras diferencias, se confirma una clara evidencia de la efectividad del procedimiento de optimización por la reproducibilidad de los resultados previos obtenidos dentro del DoE central compuesto. Sin embargo, se requieren estudios adicionales para afinar la predicción del modelo de optimización utilizado. Basado en las respuestas de los parámetros probados, se puede afirmar que la metodología permite alcanzar la condición y estado de pulverización óptimos para los depósitos NiCoCrAlY con buenas propiedades. Por otro lado, la proyección térmica HVOF con hidrógeno como combustible y materiales NiCoCrAlY como material de revestimiento es una tecnología en desarrollo que promete mejorar la eficiencia y la calidad de los revestimientos. Hidrógeno es un combustible más eficiente y seguro que los gases tradicionales, y los materiales NiCoCrAlY tienen propiedades de alta resistencia a la oxidación y al desgaste, adecuados para una amplia gama de aplicaciones industriales. Sin embargo, se necesitan más investigaciones y pruebas para evaluar su viabilidad y efectividad a largo plazo. [16] por lo cual se evalúa la resistencia a la oxidación a alta temperatura y cual es el efecto de la deposición de revestimientos de aluminio de difusión y NiCoCrAlY en superaleación de níquel. Se demuestra que el revestimiento de aluminio de difusión tiene una mejor resistencia a la oxidación que el revestimiento NiCoCrAlY debido a la formación más estable y fácil de una capa protectora de Al_2O_3 con un mayor contenido de aluminio. La vida útil del reves-

timiento de aluminio de difusión es de 160 ciclos y la del revestimiento NiCoCrAlY es de 130 ciclos. La presencia de una capa protectora de Al₂O₃ y óxido de níquel en la superficie de la superaleación mejora la resistencia a la oxidación, pero debido a la menor cantidad de aluminio en la superaleación, la formación continua de la capa protectora de Al₂O₃ no es suficiente.[11] El comportamiento de oxidación de dos recubrimientos de NiCoCrAlY, procesados por los métodos de proyección por plasma con aire (APS) y oxicom bustible a alta velocidad (HVOF), utilizando delgadas probetas independientes expuestas a 1150°C hasta 500 horas. Los resultados mostraron que el recubrimiento HVOF tenía una mayor ganancia de masa en comparación con el recubrimiento APS y era más sensible a la espalación de óxido y al fallo químico intrínseco. Los defectos heredados de los procesos de deposición afectaron en gran medida a la resistencia a la oxidación y a la vida útil de los recubrimientos de MCrAlY. El estudio sugiere que la predicción de la aparición de fallos químicos intrínsecos y los tratamientos superficiales adicionales pueden mejorar la reactividad de estos recubrimientos. al realizar el estudio los autores [12] cuatro revestimientos de adherencia diferentes (sólo HVOF, Thin Flash, Thick Flash y sólo APS) para revestimientos de YSZ utilizados en ensayos de ciclos de horno. El estudio incluyó ciclos de 1 hora a 1100°C en aire con un 10 % de vapor de agua. El recubrimiento Thick Flash, con una relación de capas HVOF/APS de 50 : 50, resultó tener la mayor vida útil media del recubrimiento y mostró mejoras del 35 % y 70 % sobre los recubrimientos sólo HVOF y sólo APS, respectivamente. El revestimiento sólo APS se agotó rápidamente en Al debido a la oxidación interna, mientras que la capa HVOF impidió la entrada de óxido al tiempo que actuaba como un depósito de Al para la capa flash APS. El uso del análisis de componentes principales ayudó a mostrar los cambios en la microestructura y la composición química de los recubrimientos a lo largo del tiempo. Los resultados indican la importancia de la capa interior HVOF para evitar el agotamiento del Al y las ventajas del recubrimiento Thick Flash para aumentar la vida útil del recubrimiento. Es necesario realizar más pruebas para determinar la relación óptima para las condiciones de servicio bajo gradientes térmicos.[10] las características estructurales y el comportamiento frente a la oxidación a alta temperatura de los recubrimientos NiCoCrAlY nanoestructurados y convencionales. El estudio concluye que el recubrimiento nanoestructurado presenta una mejor resistencia a la oxidación y una mayor resistencia a la oxidación cíclica en comparación con el recubrimiento convencional. Esto se atribuye a la formación más lenta de la capa de óxido relativamente densa y a la prevención de las grietas inducidas por el calor y la desintegración de la capa de óxido en el recubrimiento nanoestructurado.[11]

4. MATERIALES Y MÉTODOS

Este capítulo presenta los pasos necesarios para la implementación de la producción y evaluación de los sistemas de recubrimiento de naturaleza NiCoCrAlY, materiales, procedimientos y parámetros de proyección térmica mediante High Velocity Oxy-Fuel (HVOF) junto a los protocolos implementados antes durante y después de la obtención de los recubrimientos. En la primera parte del capítulo se presenta la materia prima, como polvo y sustrato como valores fijos para el trabajo presente, luego se describe la preparación superficial previa la proyección para pasar a la descripción experimental de la proyección térmica con la que se produjeron los recubrimientos, para finalizar con una breve descripción del procedimiento de ensayo *Pull-off* como ensayo de adherencia basado en norma ASTM C633 y técnicas de caracterización que se utilizaron durante el estudio para determinar espesores, peso, porosidad entre otras análisis necesarios para determinar morfología y química de los recubrimientos.

La naturaleza de los recubrimientos por proyección térmica puede ser extremadamente sensible a los procedimientos de preparación de la muestra y las condiciones como la ejecución de las pruebas para garantizar calidad por lo cual se describe en este capítulo cual fue procedimiento experimental. Se comenzó con la caracterización del polvo utilizado, posteriormente se realizó un diseño de dos factores evaluados en tres niveles con tres réplicas, con el fin de establecer 9 condiciones de operación en el proceso de proyección térmica y evaluar el efecto de los parámetros sobre la resistencia adhesivo-cohesiva del recubrimiento y correlacionar los resultados obtenidos con los parámetros implementados.

4.1. Caracterización de materia prima

Se realizó utilizando las técnicas de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (SEM) y difracción de rayos X (DRX) con el fin de adquirir información química, morfológica y microestructural en los materiales usados en este trabajo. El equipo utilizado para este análisis es un JEOL JSM-5910LV, que cuenta con un detector de energía dispersiva de rayos X (EDS) OXFORD con resolución de 127 eV

4.2. Polvo

4.2.1. morfología

Es utilizado para las capas de anclaje de un polvo comercial de OERLIKON (AMDRY 386-2.5) fabricado por atomización a gas, con una morfología esferoidal como se presenta en la figuras 4-1 y 4-2 Aspecto general del polvo NiCoCrAlY AMDRY 386-2.5 (SEM) con morfología esferoidal.

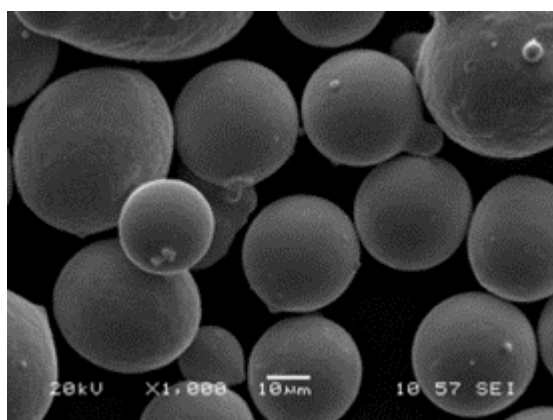


Figura 4-1.: polvo NiCoCrAlY AMDRY 386-2.5

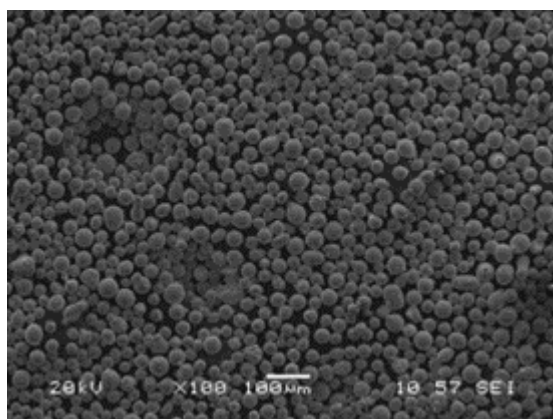


Figura 4-2.: polvo NiCoCrAlY AMDRY 386-2.5

4.2.2. La distribución nominal de tamaño de partícula

La distribución nominal de tamaño de partícula es 22 a 63 μm , $d(0.1)=28.181 \mu\text{m}$, $d(0.5)=40.067 \mu\text{m}$, y $d(0.9)=56.648 \mu\text{m}$ como se presenta en 4-3.

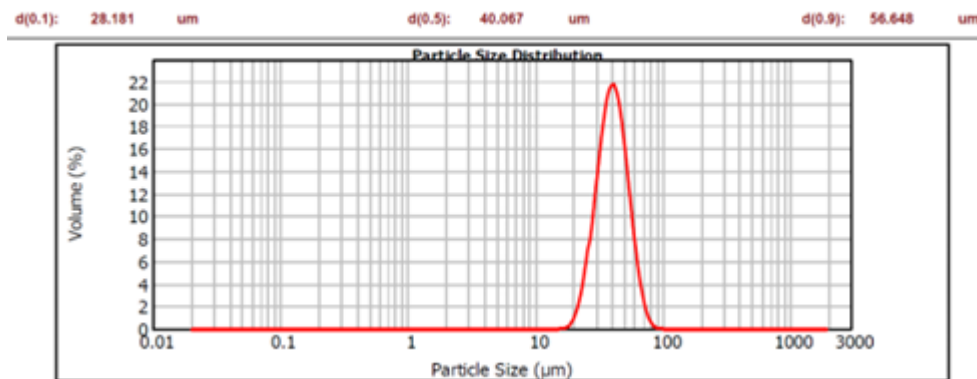


Figura 4-3.: Distribución Tamaño de Partícula del polvo NiCoCrAlY (PSD)

4.2.3. El difractograma de rayos X

El difractograma de rayos X de los polvos () presenta fase Ni- γ como solución sólida y una segunda fase β -NiAl.

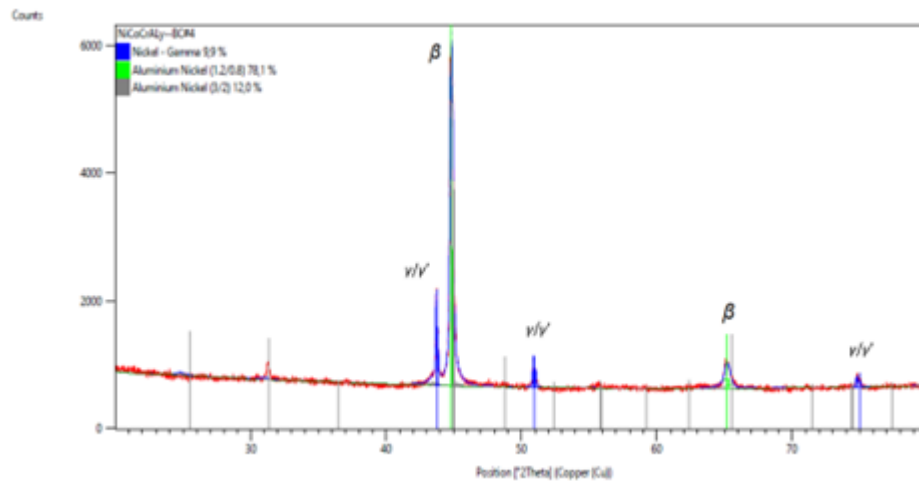


Figura 4-4.: DRX polvo NiCoCrAlY

4.3. Sustrato

El material usado como sustrato es Inconel 625, que es una superaleación base níquel seleccionada por sus buenas propiedades mecánicas y uso en diversos componentes de turbinas a gas. La muestra fue pulida en papeles abrasivos número ASTM 240, 320, 400, 600, 1000 y 2000 y luego con paño con partículas de diamante de $3 \mu\text{m}$. El ataque químico usado fue 60 ml HCl + 6 g CuCl_2 + 3 ml de agua destilada. La Microestructura material base Inconel

625. Matriz de fase γ con carburos precipitados en los límites de grano como se presenta en 4-5 y 4-6.

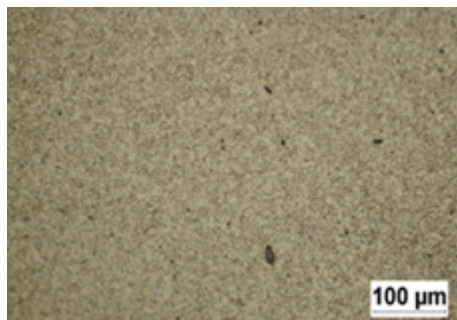


Figura 4-5.: Microestructura material base Inconel 625

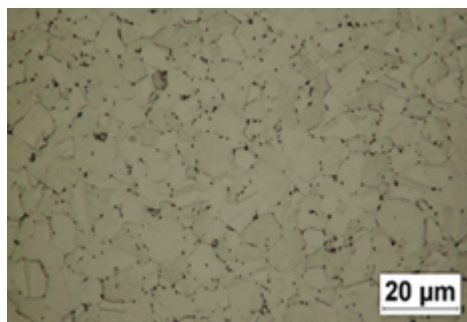


Figura 4-6.: Microestructura material base Inconel 625

La composición química de la barra adquirida fue verificada mediante ensayo de fluorescencia de rayos X cuyos resultados se consignan a continuación:

Sustrato Inconel 625		
Elemento	Unidades	Resultado
Co	%	0,136
Cr	%	21,995
Fe	%	4,057
Mn	%	0,286
Mo	%	8,674
Nb	%	3,42
Ni	%	61,296
Ti	%	0,136

4.4. Preparación de superficies

Previo a la aplicación del recubrimiento se realizó un protocolo de preparación y limpieza de las muestras, con la intención de minimizar contaminación y mejorar las condiciones de adherencia al sustrato. La Tabla 4-2 describe paso a paso el protocolo desarrollado.

Protocolo Preparación Superficial

1. Desengrasar las muestras o piezas con solventes para limpieza:
Alcohol isopropílico, metiletilcetona, acetona, tricloroetileno, tricloroetano.
2. Realizar baño ultrasónico de alcohol isopropílico durante 3 minutos.
3. Activar la superficie mediante sandblasting de presión,
haciendo uso de corindón blanco tamaño F24 a un ángulo de 90°.
4. Realizar baño ultrasónico en alcohol isopropílico durante 5 minutos.
5. Realizar baño ultrasónico en acetona durante 5 minutos
6. Limpiar la superficie haciendo uso de hidrolavadora, proyectando el jet de agua a un ángulo entre 70 y 90° durante mínimo un minuto, con el fin de remover incrustaciones de corindón
7. Remover la humedad del proceso de hidrolavado con aire seco a presión.
8. Realizar mediciones de rugosidad en la superficie,
garantizar que el parámetro Ra presente un valor mayor 10 μm
9. Conservar las muestras en un desecador hasta el momento de ser proyectadas. Se recomienda que las muestras o piezas ingresen al proceso de proyección térmica en menos de una hora después de ser sometidas al paso 6. Esto se debe a que las superficies activadas son susceptibles a sufrir un proceso de oxidación acelerado.
10. Antes de iniciar la proyección térmica, las piezas deben ser precalentadas a una temperatura de 100 ° C por máximo un minuto.
11. Iniciar proyección térmica.

tabla 4-2 Protocolo para Preparación Superficial de Muestras

Utilizando el microscopio electrónico de barrido SEM se evalúa morfología de la alumina para la activación superficial figura 4-7 y la técnica EDS 4-8 fue posible evidenciar la morfología y contaminantes que tenía la alumina F24 color negro utilizada para el proceso de *sandblasting*. Los contaminantes identificados fueron silicio, potasio y titanio como se evidencia 4-8.

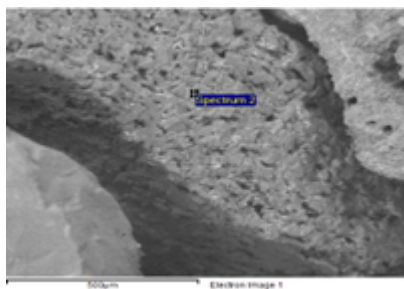


Figura 4-7.: Morfología típica de la arena de alúmina F24 negra utilizada para el proceso de sandblasting

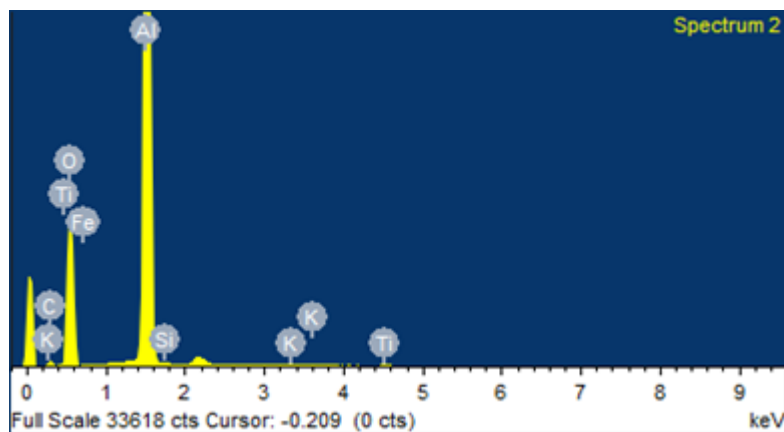


Figura 4-8.: Espectro EDS de arena de alúmina F24 negra con contaminantes silicio potasio y titanio

Para mejorar la preparación superficial fue necesario el cambio de la alumina color negro F24 por una alumina blanca F24 evitando así contaminantes no deseados en la superficie que podrían representarse contaminantes en la intercara generando problemas futuros para el sistema del recubrimiento, en la Figura 4-9 se evidencia la morfología de la arena blanca y se presenta un espectro EDS (4-10) característico donde no se identifican contaminantes.

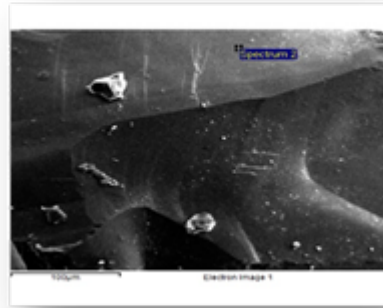


Figura 4-9.: Morfología típica de la arena de alúmina F24 blanca utilizada para el proceso de sandblasting

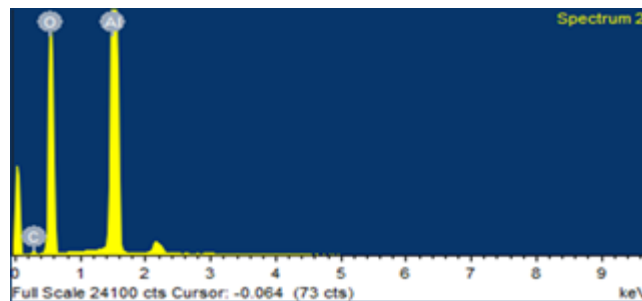


Figura 4-10.: Espectro EDS de arena de alúmina F24 blanca sin contaminantes

siguiendo con la evaluación del sustrato, se llevaron a cabo una serie de ensayos en las superficies de sustrato de Inconel 625 para la remoción de partículas en la superficie debido a la activación superficial necesaria para la obtención de los recubrimientos. Utilizando el estereoscopio en sitio fue posible análisis aparente del proceso de preparación superficial descrito anteriormente en la tabla 4-2 , en la figura 4-11 donde se evidencia la superficie finalizada se logran ver picos que sobresalen con aparecía brillante o blancos, que son resaltados por el baño ultrasonido con acetona este aspecto es general por toda la superficie como también concavidades estas se deben al uso de la hidro lavadora y remoción de partículas incrustadas, mostrando la efectividad en la remoción de partículas incrustadas en el proceso de sandblasting.

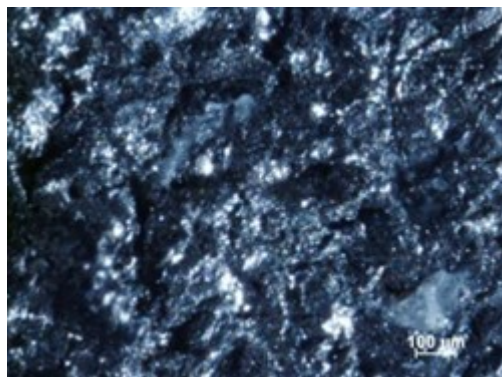


Figura 4-11.: Imagen estereoscópica de la superficie del sustrato posterior a la preparación superficial.

4.5. Rugosidad y Limpieza superficial

Para cada una de las superficies en cada etapa del proceso fue necesario hacer seguimiento con el rugosímetro portátil MahrSurf PS 10. Tomando variables R del perfil de rugosidad se realizaron comparaciones de una moneda que pasa por distintos procesos desde limpieza inicial y activación con sandblasting para posteriormente pasar por hidro lavadora y comparar con la preparación final después de pasar por hidro lavadora obteniendo valores registrados en la Tabla 5

El valor Rsk representa la distribución de picos y valles del perfil según cantidad de material sentido por la punta presenta un cambio en la tendencia, este parámetro de forma muestra ser de gran importancia en la preparación de superficies como se ve en la tabla 4-3. Como parámetros de espaciamento es utilizado el ancho medio del perfil (Rsm) y parámetros de amplitud se seleccionaron 5 parámetros los cuales destaca el Ra que es el promedio aritmético del perfil por ser el más utilizado en talleres industriales, pero muestra no ser un parámetro diciente en las diferentes superficies como lo muestra en la tabla 4-3.

PARÁMETROS	SANDBLASTING	HIDROLAVADORA	FINAL
FORMA			
Rsk	0,112	-0,241	-0,049
ESPACIAMIENTO			
RSm	438,146	339,049	363,684
AMPLITUD			
Ra	12,804	11,555	12,569
Rt	95,919	90,042	91,524
Rk	41,379	34,909	40,634
Rpk	17,895	14,420	15,544
Rvk	15,960	18,936	13,129

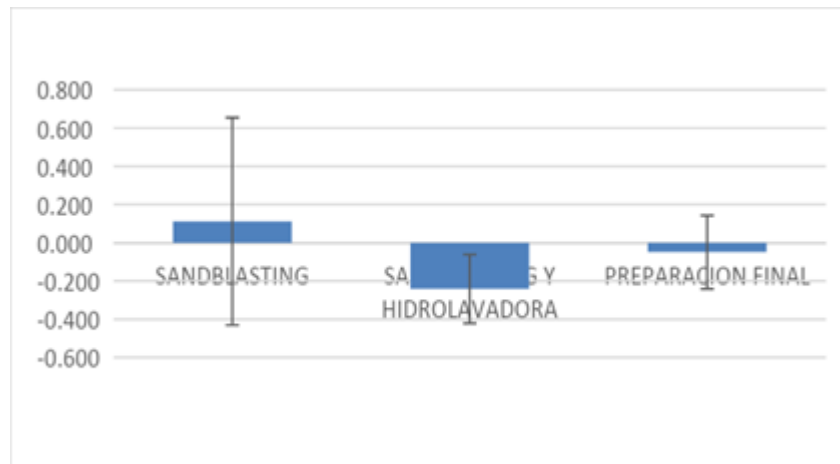


Figura 4-12.: Valores de Rugosidad Rsk en sustrato

4-3 Valores de Rugosidad en superficie de diferentes etapas del proceso de activación superficial

4-12 Valores de Rugosidad Rsk en superficie de diferentes etapas del proceso de activación superficial

4-13 parámetros de amplitud superficies en diferentes etapas de activación

4.6. Pre calentamiento del sustrato

El pre calentamiento es una práctica general y aceptable en las proyecciones térmicas, ayuda a remover el exceso de humedad que se presenta en la superficie del sustrato posterior a la preparación superficial, como también a la reducción de tensiones residuales preparando el sustrato para recibir el material de aporte aplicado en la proyección térmica, en este caso mediante HVOF (High-Velocity Oxy-Fuel). En este trabajo, el pre calentamiento de todas las muestras se llevó a cabo a 100 ° C durante 60 segundos.

4.7. Procedimiento de obtención de recubrimientos NiCoCrAlY

Las proyecciones se llevaron a cabo con un equipo de HVOF (High-Velocity Oxy-Fuel), fabricado por *Sulzer-Metco*. Se usó pistola modelo 2600DJM Diamond Jet Hybrid 4-14 con gas combustible hidrógeno equipado con un brazo robótico marca FANUC para tener mayor control de los parámetros de proyección.

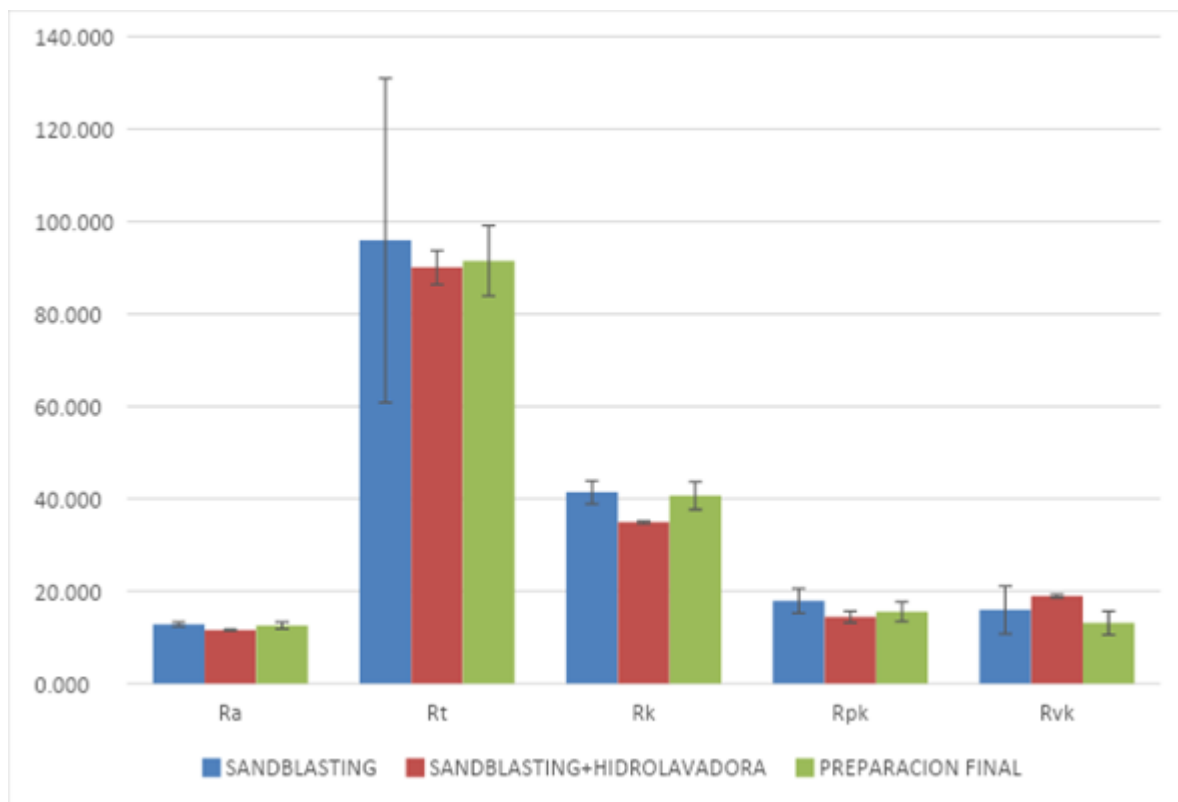


Figura 4-13.: parámetros de amplitud en sustrato

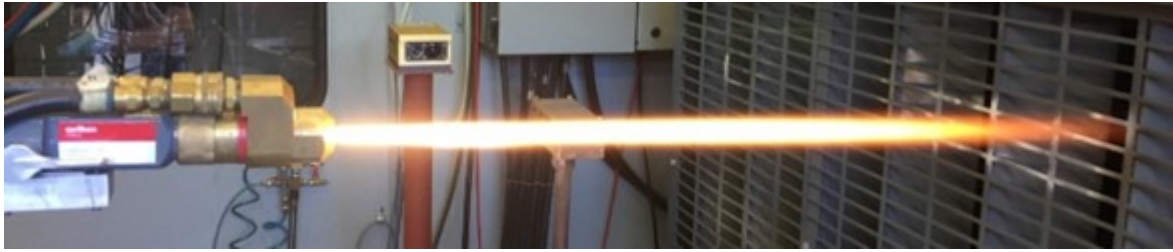


Figura 4-14.: Pistola HVOF (High-Velocity Oxy-Fuel) modelo 2600DJM Diamond Jet Hybrid.

Al momento de realizar las primeras proyecciones fue necesario realizar pruebas previas hasta encontrar los parámetros óptimos para los recubrimientos tipo NiCoCrAlY para esto se describe con los parámetros iniciales de **4-4** se comienza proyecciones térmicas previas probando seguridad del equipo antes del desarrollo experimental descritos en la **4-4** la cual presentó una delaminación del recubrimiento y sustrato el cual se estudia su sección transversal en la **4-15** encontrando partículas sin fundir y grietas que fueron las causales a este tipo de delaminación al disminuir la relación Hidrógeno/Oxígeno se presentan mejoras en la adherencia del recubrimiento.

PARÁMETROS DE PROYECCION INICIALES

Flujo de aire: 50 FMR

Flujo de oxígeno: 50 FMR

Flujo de Hidrógeno: 70 FMR

Presión de Aire: 75 psi

Presión de oxígeno: 150 psi

Presión de Hidrógeno: 125 psi

Presión de Nitrógeno: 150 psi

Flujo De nitrógeno: 300 SCFH

Tabla **4-4** de parámetros iniciales de pruebas para recubrimientos de NiCoCrAlY

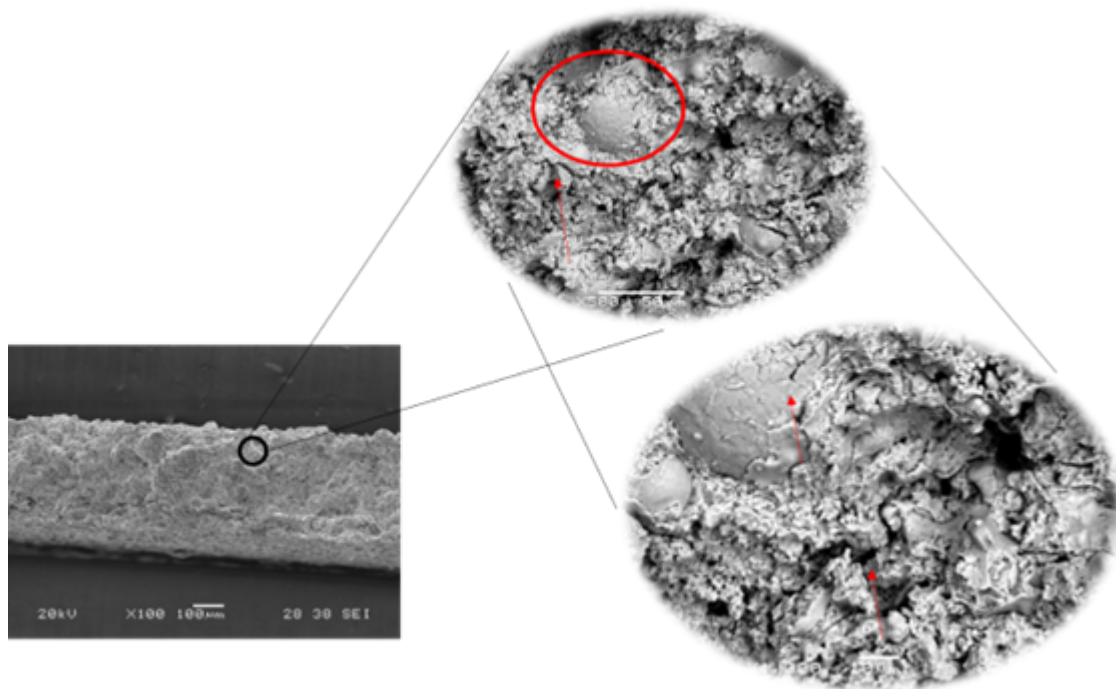


Figura 4-15.: análisis inicial recubrimiento NiCoCrAlY con problemas de adherencia

4.8. Desarrollo de diseño experimental factorial

En el estudio del efecto de los parámetros del equipo de HVOF (High-Velocity Oxy-Fuel), fue necesario implementar un diseño de experimentos donde se usaron variables controlables industrialmente tales como distancia de proyección y Flujo de Hidrógeno, estas variables se movieron en 3 niveles (mínima, media y máxima) limitados por condiciones físicas del taller se deja fijos parámetros como la tasa de alimentación en 40 g/min el flujo de oxígeno 127 NLPM (22 FMR) y el flujo de aire 391 NLPM (50 FMR). La variable respuesta para garantizar la calidad de los recubrimientos se tomó la resistencia adhesiva/cohesiva del recubrimiento medida bajo norma estándar ASTM C633, Espesores, análisis químico, porosidad. Según las condiciones se realiza un diseño de experimentos factoriales como se presenta a continuación.

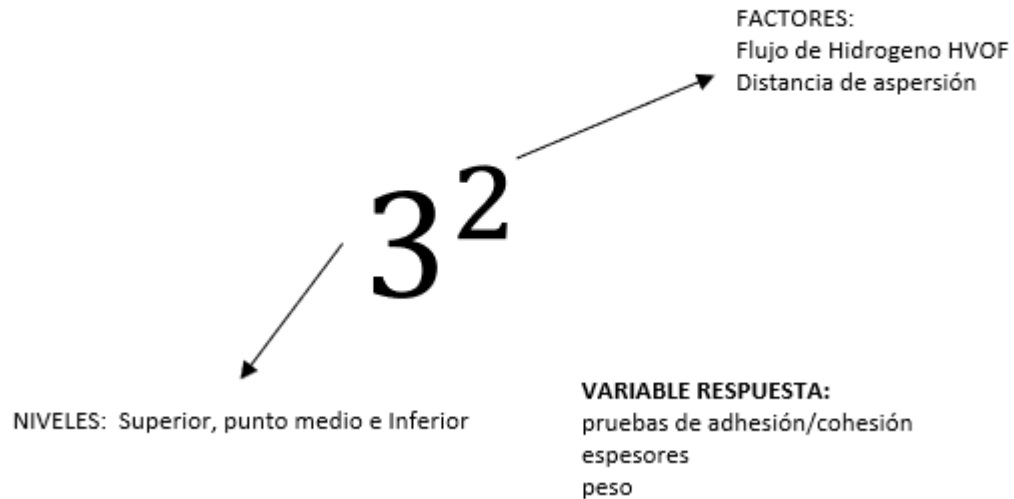


Figura 4-16.: Esquema general del diseño Factorial aplicado

al DOE (diseño de Experimentos) que se presentó anteriormente, se le realizaron 3 réplicas para así mejorar la estadística, dando en total 27 experimentos los cuales fueron aleatorizados con el fin de presentar resultados confiables con el mínimo error experimental posible como se presenta en la Tabla 7. Previo al experimento a las muestras se le realiza verificaciones de calidad, limpieza e inspecciones estándar con el fin de garantizar la homogeneidad de las muestras. Las medidas tomadas previamente fueron la medida de espesor de la muestra inicial, el peso inicial, la toma de rugosidad en todo el proceso de preparación superficial de la muestra, la medida de espesor muestra con recubrimiento y peso a la muestra con recubrimiento.

Orden estadístico	Orden Corrida	Tipo Pt	Bloques	Distancia Proyección	Flujo H_2 (FMR)
1	1	1	1	230	30
14	2	1	1	260	60
26	3	1	1	280	60
24	4	1	1	260	70
10	5	1	1	230	30
27	6	1	1	280	70
18	7	1	1	280	70
4	8	1	1	260	30
17	9	1	1	280	60

Orden estadístico	Orden Corrida	Tipo Pt	Bloques	Distancia Proyección	Flujo H_2 (FMR)
21	10	1	1	230	70
6	11	1	1	260	70
13	12	1	1	260	30
7	13	1	1	280	30
15	14	1	1	260	70
23	15	1	1	260	60
3	16	1	1	230	70
2	17	1	1	230	60
22	18	1	1	260	30
25	19	1	1	280	30
5	20	1	1	260	60
8	21	1	1	280	60
12	22	1	1	230	70
19	23	1	1	230	30
20	24	1	1	230	60
9	25	1	1	280	70
16	26	1	1	280	30
11	27	1	1	230	60

4-5 descripción de aplicación de corridas experimentales aplicadas

se le nombra al conjunto de parámetros con la misma variación de la distancia de proyección y flujo de hidrógeno, se organizan en 9 grupos de categoría “S” para facilitar el análisis de cada conjunto de los parámetros como se muestra a continuación:

Prueba	Distancia Proyección (mm)	Flujo H_2 ((FMR)
S1	230	30
S2	230	60
S3	230	70
S4	260	30
S5	260	60
S6	260	70
S7	280	30
S8	280	60
S9	280	70

tabla 4-6 tabla resumen de parámetros evaluados en la proyección

4.9. Ensayo de Adhesión /cohesión pull off bajo norma ASTM C633

Al proyectarse la capa de anclaje NiCoCrAlY Amdry 686-2.5 de Oerlikon Metco bajo parámetros presentados en la Tabla 6, una medida de gran valor para el análisis de la variable respuesta adhesión/cohesión es el espesor final o espesor después de ser proyectado. Para la prueba *pull off* (ASTM C633) [8] que es la recomendada para proyecciones térmicas es necesaria espesores mínimos de 250 a 300 micras (0.2-0.3 mm) por la interacción del pegamento con la naturaleza porosa del recubrimiento, por lo tanto, con espesores mucho menores la prueba no se considera una prueba fiable según *norma ASTM C633*. La muestra para verificar espesores se midió inicialmente con micrómetro estándar antes y después de la proyección

Las pruebas de adhesión-cohesión fueron realizadas con pegamento HTK ultra bond 100 con una presión media de $70 \text{ N} / \text{cm}^2$ el cual se utilizó un torquímetro, la resistencia obtenida fue superior a $80 \text{ N} / \text{mm}^2$. Para garantizar la alineación en el montaje se diseñó un dispositivo adaptado de acuerdo con la norma ASTM C633 para realizar el curado de muestras en un horno de inducción a temperatura de 190°C durante 2 horas. El porta muestras se presenta en la 4-17.



Figura 4-17.: Montaje de muestras para prueba pull off ASTM C633



Figura 4-18.: alineación de muestras para prueba pull off ASTM C633

Con el fin de identificar las fases presentes en el recubrimiento se llevó a cabo un análisis de difracción de rayos X realizando un barrido en un ángulo de 20° - 80° identificando los picos principales. Para este ensayo se utilizó un equipo Xpert Pro MPD ubicado en la Universidad Nacional de Colombia, con parámetros de radiación $K\alpha_1/K\alpha_2$ de cobre, voltaje de generación: 40 kV, barrido 2θ 20° - 80° y un tamaño de paso; 0.013° . La información cristalográfica utilizada fue:

γ -Ni fase cúbica- COD código: 96-901-3033

β -AlNi fase cúbica- ICSD código: 98-060-4656

4.10. Microscopía electrónica de barrido

Con el fin de identificar la morfología, verificar el tamaño de partícula y conocer la composición química del recubrimiento. El equipo utilizado para este análisis fue JEOL JSM-5910LV, que cuenta con un detector de energía dispersiva de rayos X (EDS) OXFORD con resolución de 127 eV.

4.11. Peso del recubrimiento

Como siguiente paso para la inspección de las muestras y con el ánimo de validar la eficiencia del equipo y los datos presentados en los espesores, se realizó la toma del peso de cada muestra inicial y posterior al recubrimiento para un total de 81 muestras, donde se catalogan entre 27 muestras de pull off y 54 monedas de 1 pulgada para caracterización. La toma de datos se realizó con Balanza Digital Mh con rango operativo de 200 g y poder de resolución 0.01g.

4.12. Espesor del recubrimiento

Para la medida del espesor se realizó con un micrómetro marca Mitutoyo de rango $025mm$ con $1\mu m$ de precisión el cual se utilizó antes y después de la proyección en la toma de los datos utilizando el protocolo establecido de preparación superficial.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se describen los resultados obtenidos en este trabajo. Como etapa inicial para parametrizar la pluma de combustión se busca dejar estándar el flujo de aire y oxígeno al ser la dinámica de la llama de proyección una parte importante del proceso de proyección y su interacción con las partículas. Durante todas las corridas experimentales se realizaron igniciones del equipo HVOF en su máximo y mínimo siguiendo recomendación técnica de los manuales del equipo. se realiza análisis visual de la llama como se presenta en la 5-1 para estandarizar su estado y evidenciar alguna anomalía en el proceso saliendo exitoso en ambos casos.



Figura 5-1.: Inspección visual del jet de combustión HVOF

5.1. Efecto de los parámetros de aspersion sobre la microestructura

Las características de vuelo de las partículas de polvo, es decir, la temperatura y velocidad, son altamente influenciadas por las dinámicas de la llama. La transferencia de energía puede contribuir a diferentes transferencia térmica y cinética por el tiempo de la partícula en jet de combustión que se verán reflejadas en las propiedades de los recubrimientos. En la Figura 23 se muestran imágenes de sección transversal de los recubrimientos obtenidos bajo las diferentes combinaciones de parámetros estudiadas.

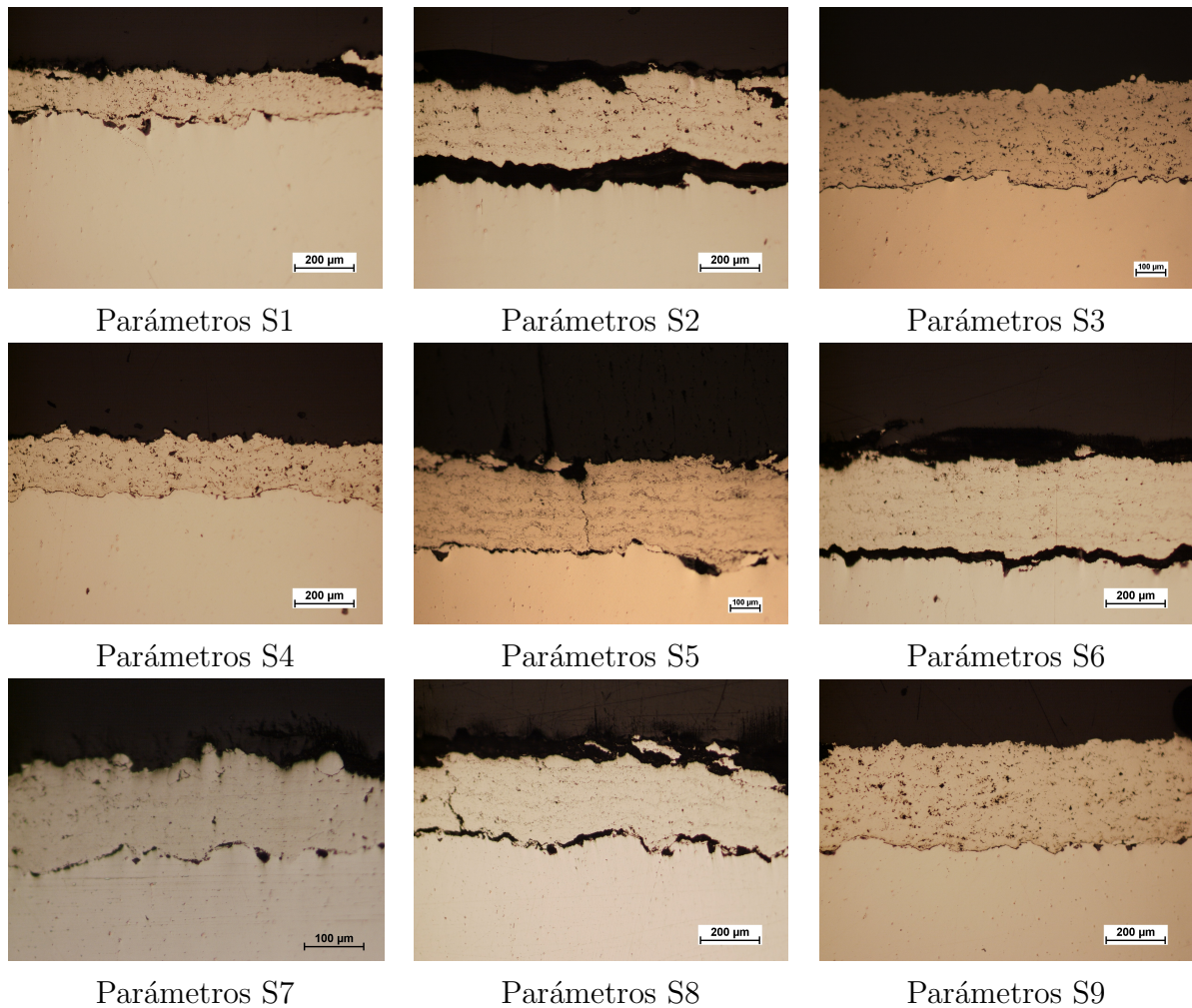


Figura 5-2.: microestructura de los recubrimientos NiCoCrAlY

La microestructura típica del recubrimiento en todos los casos es una matriz Níquel con contenido de aluminio en solución y además se logra identificar mediante microanálisis EDS la presencia de óxidos como también partículas parcialmente fundidas: A modo de ejemplo, la muestra S5 con una distancia de aspersión de 250 mm y con un flujo de hidrógeno de 60 FMR en su sección transversal presenta óxidos como se evidencia a continuación:

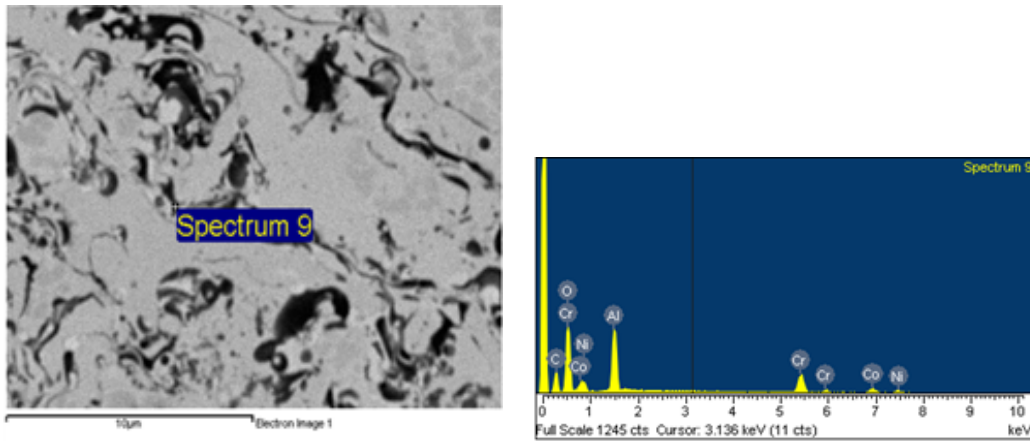


Figura 5-3.: Análisis SEM/EDS parámetros S5 identificación de óxidos

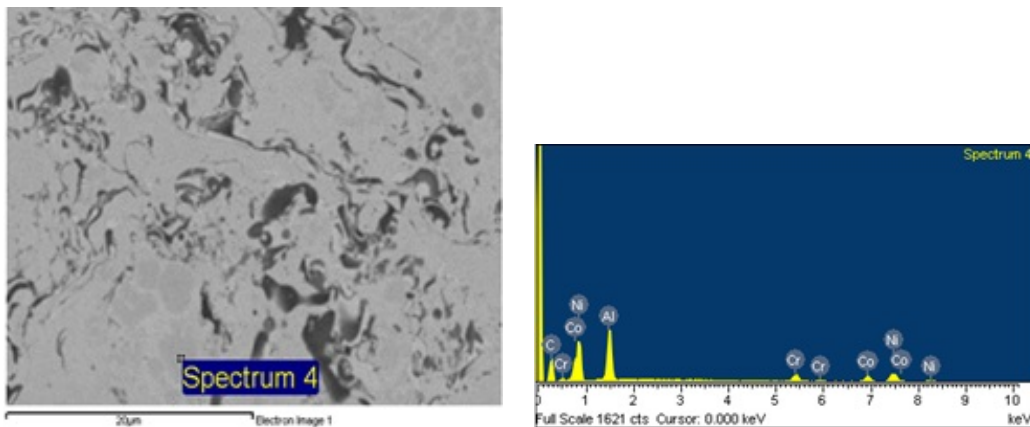


Figura 5-4.: Análisis SEM/EDS parámetros S5 identificación de matriz metálica

es presentada la morfología superficial de la capa de anclaje para el parámetro S5. Se evidencian *splats* y salpicaduras que sugieren un sobrecalentamiento de las partículas en este parámetro S5 en

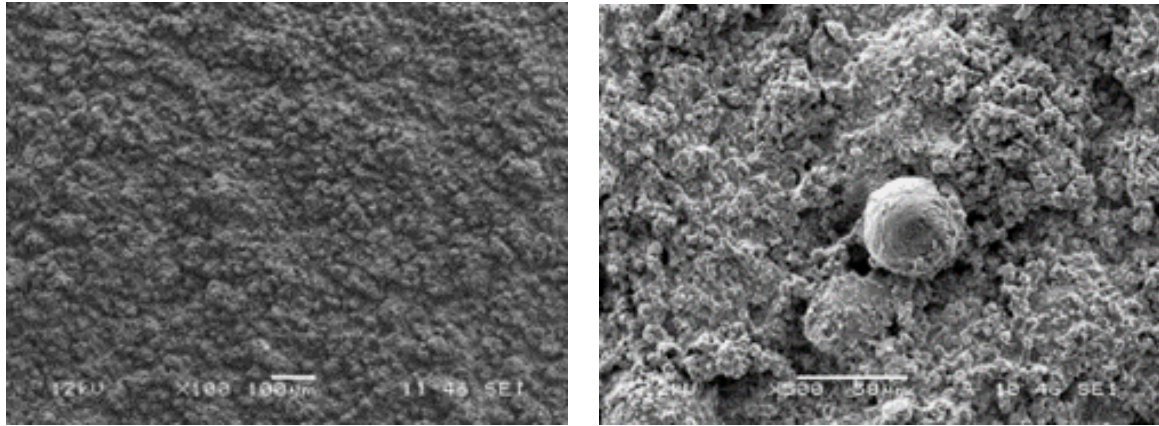


Figura 5-5.: Análisis de electrones secundarios (SEI) para parámetro S5 100x y 1000x

La Figura 5-6 presenta la morfología superficial de la capa de anclaje para el parámetro S9. Se observan partículas sin fundir con una distancia de proyección 280 mm lo que sugiere una menor temperatura con una transferencia de calor rápida en la pluma de combustión con el sustrato

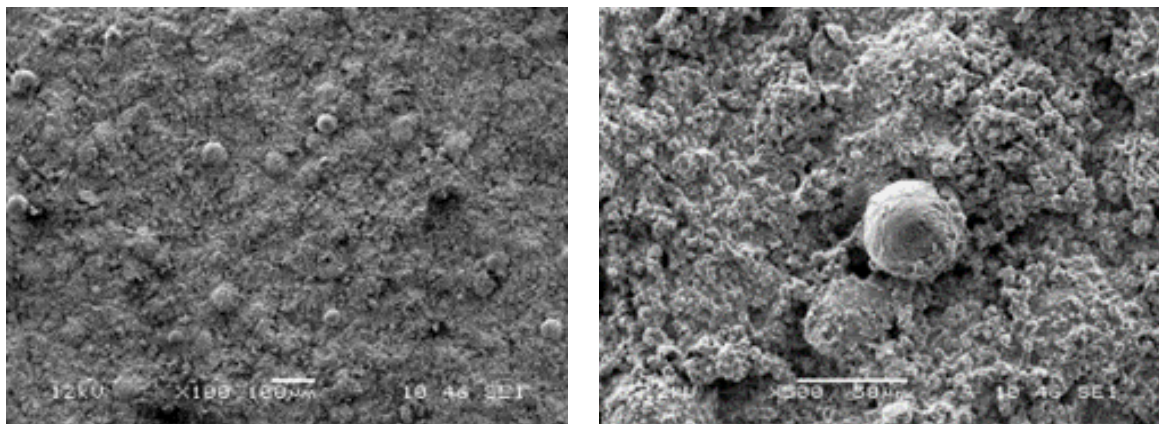


Figura 5-6.: Aspecto de la superficie de la muestra S9

Para los parámetros S9 y S5 de proyección se logran comparar en la Figura 5-7 diferentes distancias de proyección donde se logra identificar fases (γ - Ni, β - AlNi), partículas sin fundir, óxidos que se identificó en la 5-7

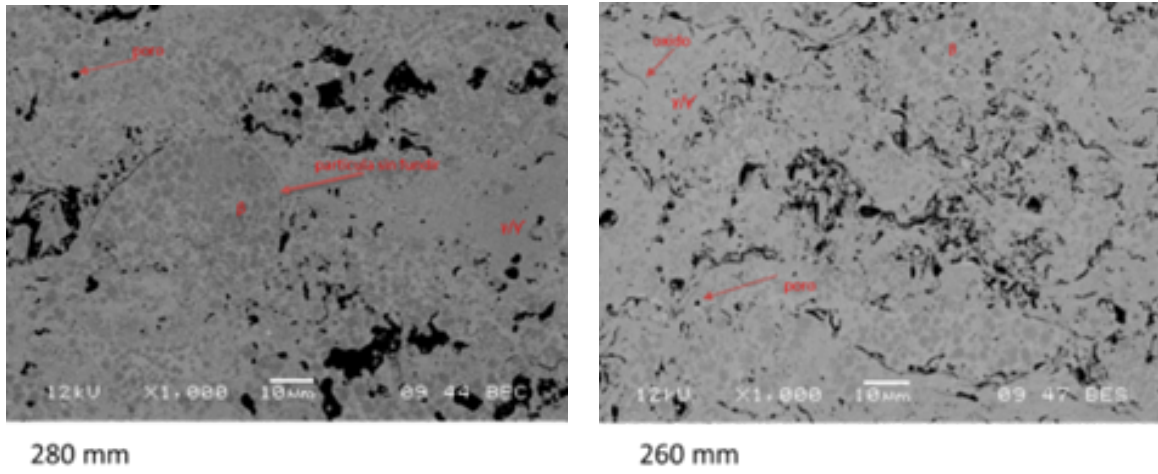


Figura 5-7.: sección transversal SEM distancias 280 y 260 de proyección

5.2. Efectos sobre la rugosidad

Se llevó un control sobre todo el proceso de proyección, la rugosidad de la capa de anclaje fue medida en las 27 muestras depositadas tomando como referencia los parámetros de rugosidad que se tuvieron en cuenta los mismos parámetros que se tuvieron en cuenta en la activación superficial 5-8

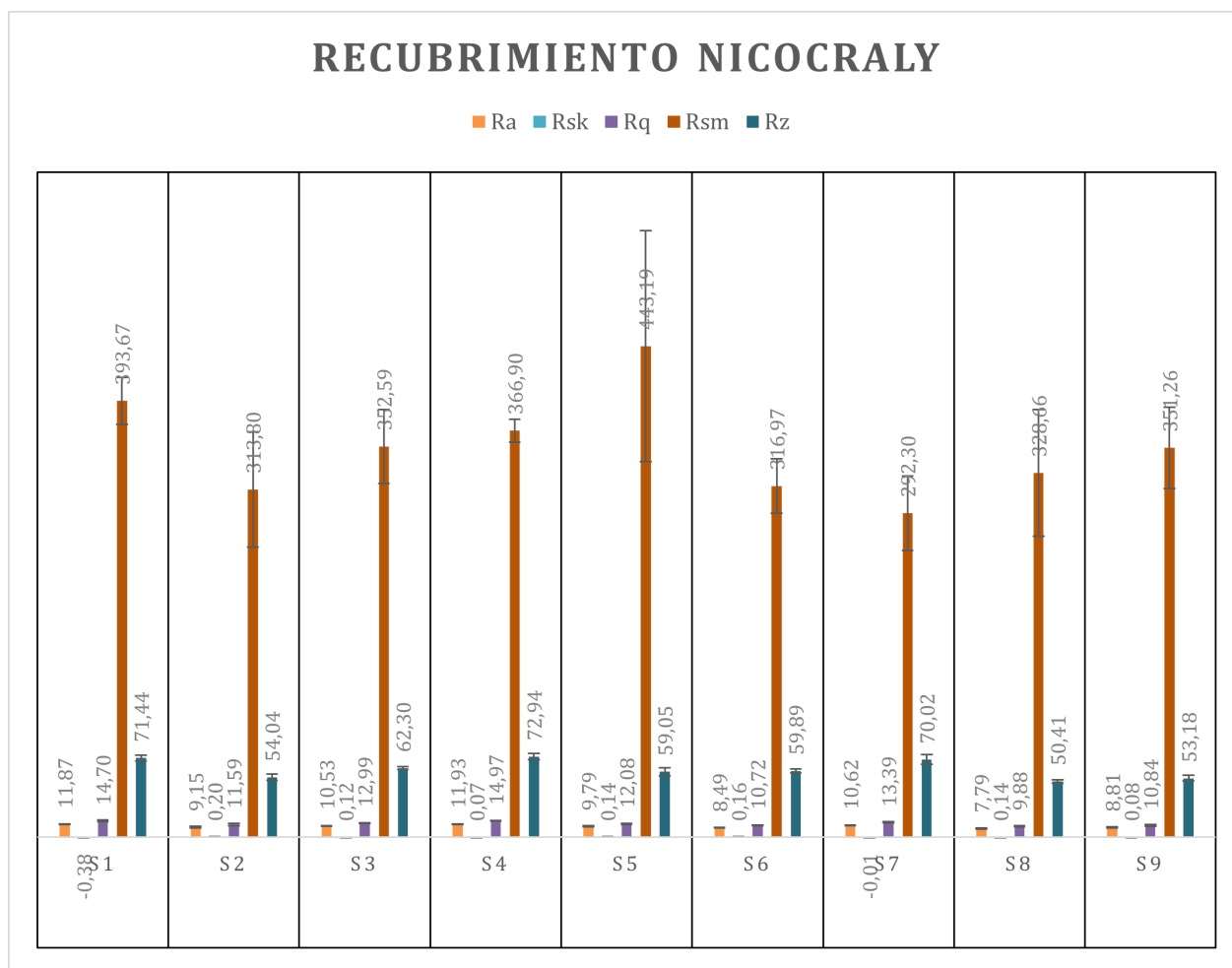


Figura 5-8.: Gráfica rugosidades de los recubrimientos NiCoCrAlY

5.3. Efectos sobre la porosidad

La gráfica de efectos principales resume las medidas de porosidad efectuadas teniendo el referente estándar ASTM E 2109-01 mediante tratamiento digital de imágenes. donde se observó que recubrimientos con mayor distancia de proyección 280 mm fueron más densos que aquellos con una distancia de proyección de 230 mm. El flujo de hidrógeno entre 30 FRM a 60 FRM presenta un efecto positivo en la medida de la porosidad mostrando que con flujos

de hidrógeno de 70 FMR se observa recubrimientos más densos

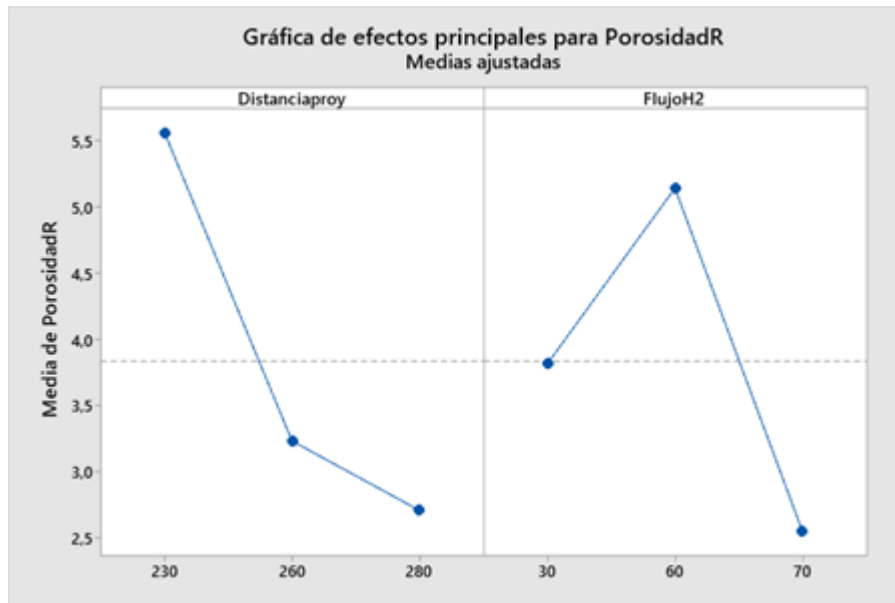


Figura 5-9.: Gráfica efectos principales para la porosidad del recubrimiento

El efecto de interacción para porosidad de la capa de anclaje en relación con la distancia de proyección va a depender del flujo de hidrógeno utilizado en la proyección, mostrando una interacción marcada con cada uno de los flujos de hidrógeno como se presenta

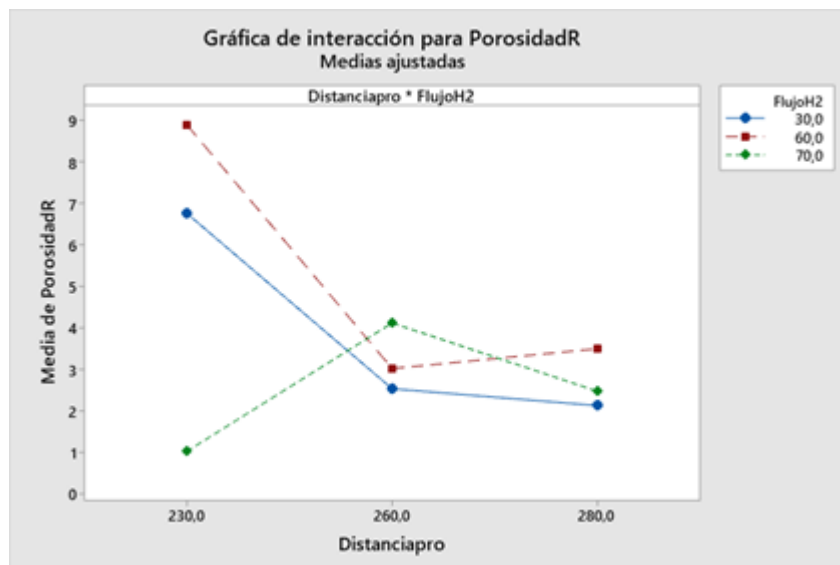


Figura 5-10.: Gráfica de interacción para la porosidad del recubrimiento

5.4. Efectos sobre el espesor

Se presentan las medidas de los espesores **5-11** la cual fue contrastada con medidas en la sección transversal de cada uno de los parámetros en su sección trasversal para garantizar la validación de los valores

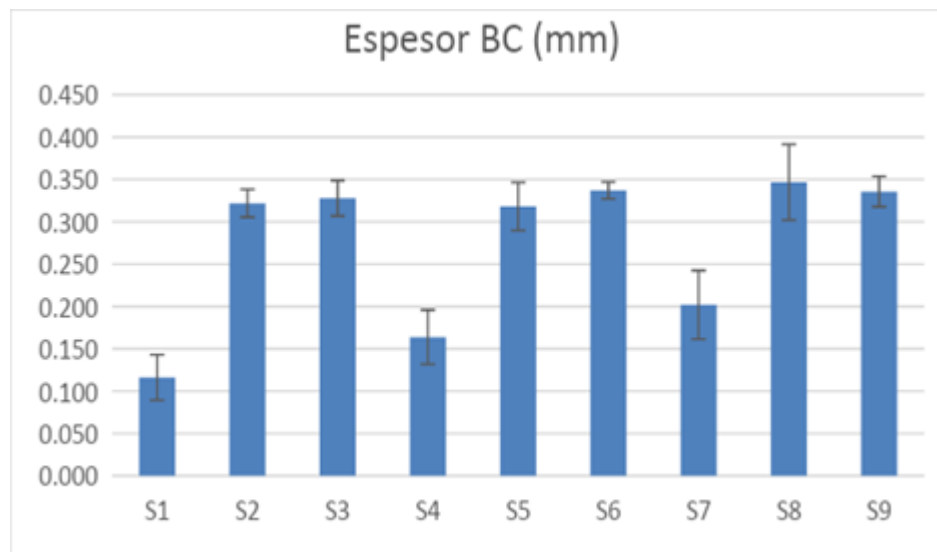


Figura 5-11.: Gráfica de Resultados de espesores de recubrimientos NiCoCrAlY mediante HVOF

hidrógeno sobre el espesor del recubrimiento de las capas de anclaje, utilizando un nivel de significancia 0.05 con el método Lenth para marcar la línea de referencia. Por otro lado, no es posible decir que el efecto combinado ni la distancia de proyección son estadísticamente significativos en la respuesta **5-12**.

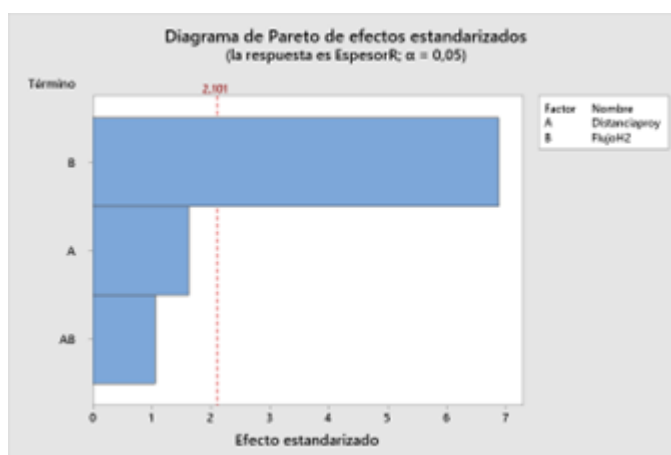


Figura 5-12.: diagrama de Pareto de los espesores NiCoCrAlY

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	2,4702	0,30877	6,33	0,001
Lineal	4	2,1025	0,52564	10,78	0,000
Distanciaproy	2	0,1449	0,07245	1,49	0,253
FlujoH2	2	1,9576	0,97882	20,07	0,000
Interacciones de 2 términos	4	0,3676	0,09190	1,88	0,157
Distanciaproy*FlujoH2	4	0,3676	0,09190	1,88	0,157
Error	18	0,8779	0,04877		
Total	26	3,3480			

Figura 5-13.: Analisis de varianza

Para determinar si el modelo cumple con los supuestos del análisis se presentan gráficas de residuo 5-14. En la gráfica de probabilidad normal de los residuos no se evidencia cambio de pendientes se puede concluir que es una distribución normal de los datos. En la gráfica de Residuo Vs ajustes los datos están distribuidos aleatoriamente alrededor del cero y no hay evidencia de que el valor del residuo esté relacionado al valor ajustado. El histograma de residuos presenta más valores separados de la media a la derecha representando una asimetría positiva de los datos. En cuanto la gráfica de Residuo vs orden, ésta no muestra una tendencia ni ciclo de los datos por lo cual se puede decir que los datos son independientes entre sí. Analizando las gráficas de residuos se puede determinar que el modelo cumple con el análisis.

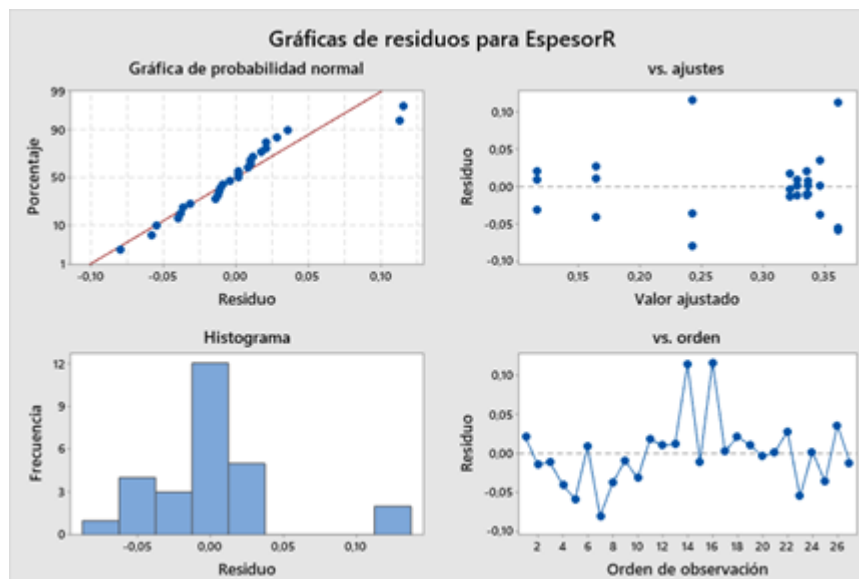


Figura 5-14.: gráfica de residuos para espesores recubrimiento NiCoCrAlY mediante HVOF

se presenta el flujo de hidrógeno como la distancia de proyección afectan el espesor de las capas de anclaje. El flujo de hidrógeno en 60 FMR afecta positivamente al tamaño del espesor del recubrimiento en comparación con el flujo de hidrógeno en 30 FMR (317 NLPM). La distancia de proyección también muestra un efecto positivo en el espesor, siendo que para una distancia 280 mm se alcanzan espesores superiores a las 300 micras.

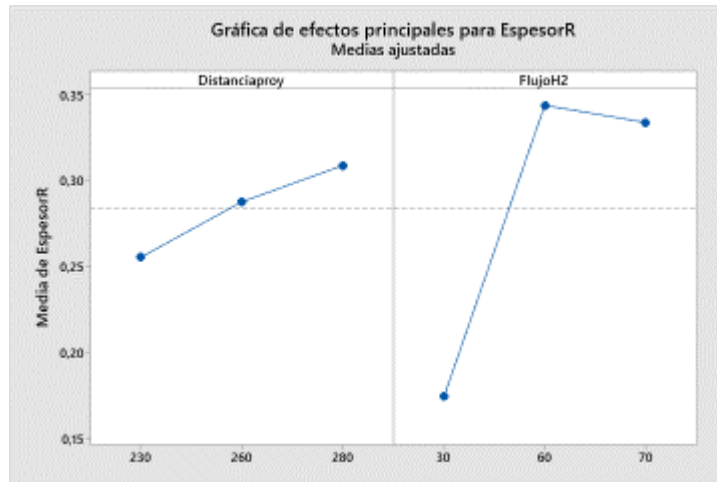


Figura 5-15.: gráfica efectos principales espesor NiCoCrAlY mediante HVOF

El efecto de interacción para el espesor de la capa de anclaje en relación con la distancia de proyección va a depender del flujo de hidrógeno utilizado en la proyección, generando así una interacción asociada a los dos factores.

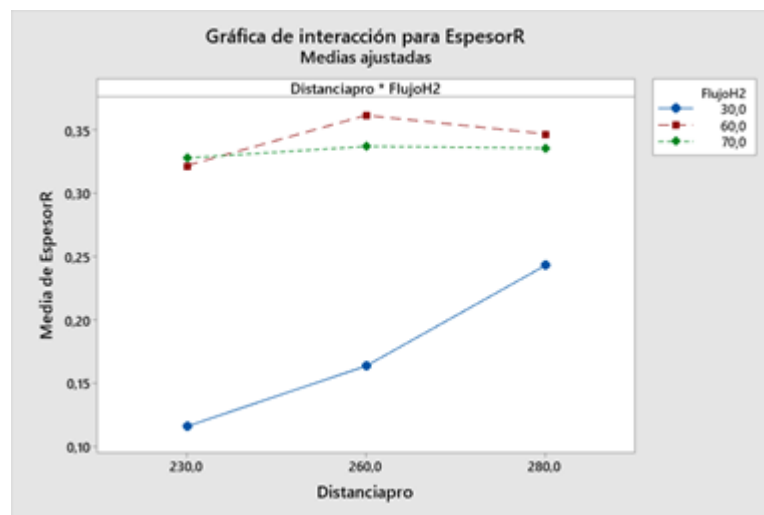


Figura 5-16.: gráfica interaccion espesor NiCoCrAlY mediante HVOF

La eficiencia de proyección es afectada por flujo de hidrógeno, lo que se le atribuye una transferencia de calor lenta en las partículas de polvo por lo tanto algunos espesores no

admisibles para el estudio de variables como adhesión-cohesión, para el caso de distancias de proyección menores (230mm) pasan menos tiempo en la pluma el oxígeno presente en el aire circundante reacciona con el exceso. Los valores del peso muestra la masa de las diferentes capas de anclaje obtenidas, donde se presentan que las pruebas S1, S4, S7 presentaron los menores valores, lo cual concuerda con las medidas de los espesores.

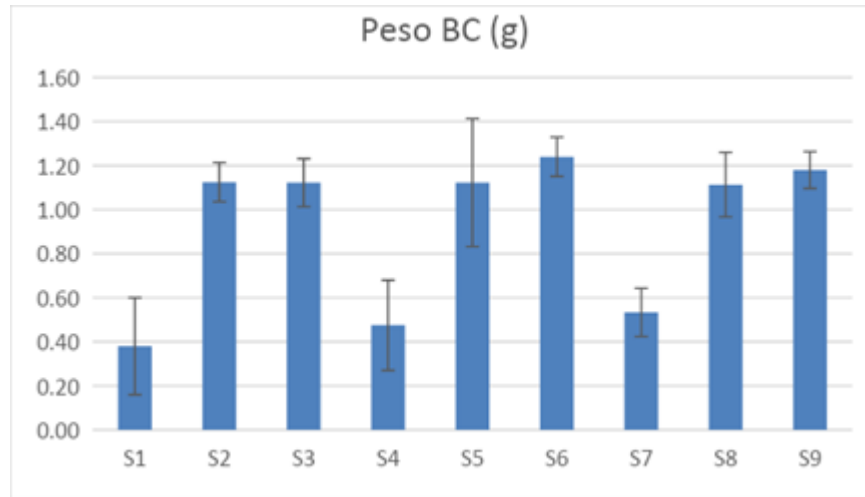


Figura 5-17.: gráfica Peso de capas de anclaje NiCoCrAlY aplicadas mediante HVOF.

Para el diagrama de Pareto de la masa de la capa de anclaje se evidencia un efecto significativo en flujo de hidrógeno. evaluando la hipótesis nula con el valor P no es posible determinar efecto significativo en la variable masa del recubrimiento con el efecto distancia de proyección ni el efecto combinado solo con el flujo de hidrógeno como se evidencia **5-18.5-19**

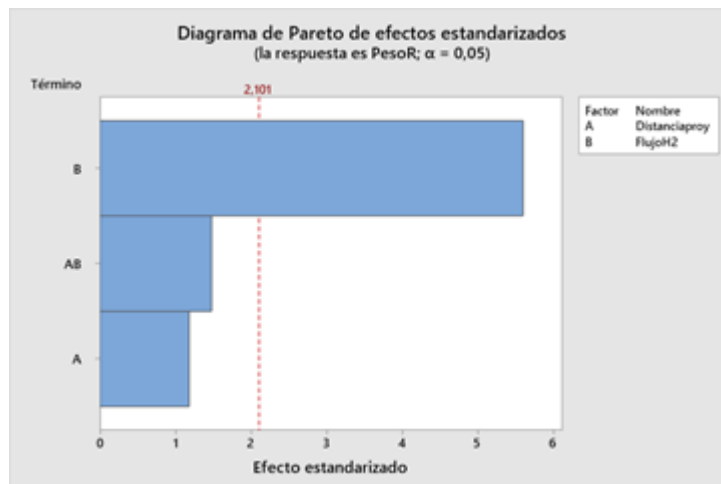


Figura 5-18.: gráfica Pareto para el peso de recubrimiento NiCoCrAlY mediante HVOF

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	2,4702	0,30877	6,33	0,001
Lineal	4	2,1025	0,52564	10,78	0,000
Distanciaproy	2	0,1449	0,07245	1,49	0,253
FlujoH2	2	1,9576	0,97882	20,07	0,000
Interacciones de 2 términos	4	0,3676	0,09190	1,88	0,157
Distanciaproy*FlujoH2	4	0,3676	0,09190	1,88	0,157
Error	18	0,8779	0,04877		
Total	26	3,3480			

Figura 5-19.: Analisis de varianza

Para el análisis del modelo es necesario analizar el residuo de los datos de la toma de los pesos del recubrimiento para la validación del análisis 5-20. La gráfica probabilidad normal la distribución se presenta con una no normalidad, también con un valor atípico en la recta que puede ser interpretado por la baja resolución del equipo de medida. Al estar en condiciones de campo puede que otros factores se vean influenciados en los datos tomados, como se ve en la gráfica de residuos vs ajuste donde presenta una varianza no constante y puntos atípicos muy alejados del cero. El histograma de residuo muestra una asimetría positiva con más valores separados a la media al lado derecho y barras alejadas con lo que se confirma los valores atípicos. Aunque la gráfica de residuos vs orden muestra valores independientes sin tendencias o patrones que es lo esperado en este tipo de gráficas.



Figura 5-20.: gráficas de residuos para el peso recubrimiento NiCoCrAlY mediante HVOF

La significancia estadística que reveló en el diagrama de Pareto evidencia en el efecto principal

que el flujo de hidrógeno es un efecto importante para la masa del recubrimiento, tratándose de un efecto positivo en valores de 60 FMR (634 NLPM) a 70 FMR (717 NLPM) como se evidencia **5-21**

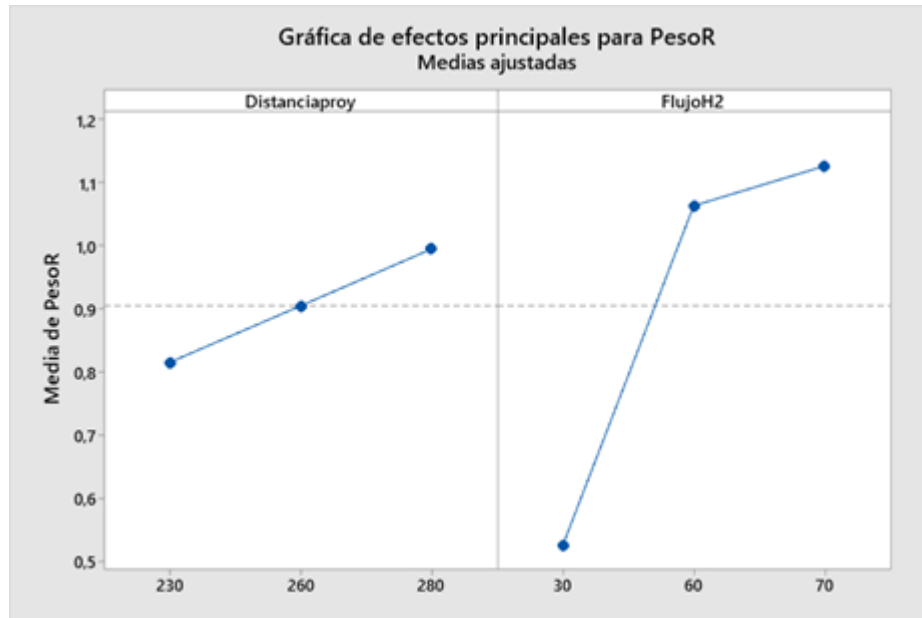


Figura 5-21.: gráficas efecto principal el peso recubrimiento NiCoCrAlY mediante HVOF

La Gráfica **5-22** muestra que existe una relación del peso y la distancia de proyección con el flujo de hidrógeno, es decir que ocurre una interacción sinérgica.

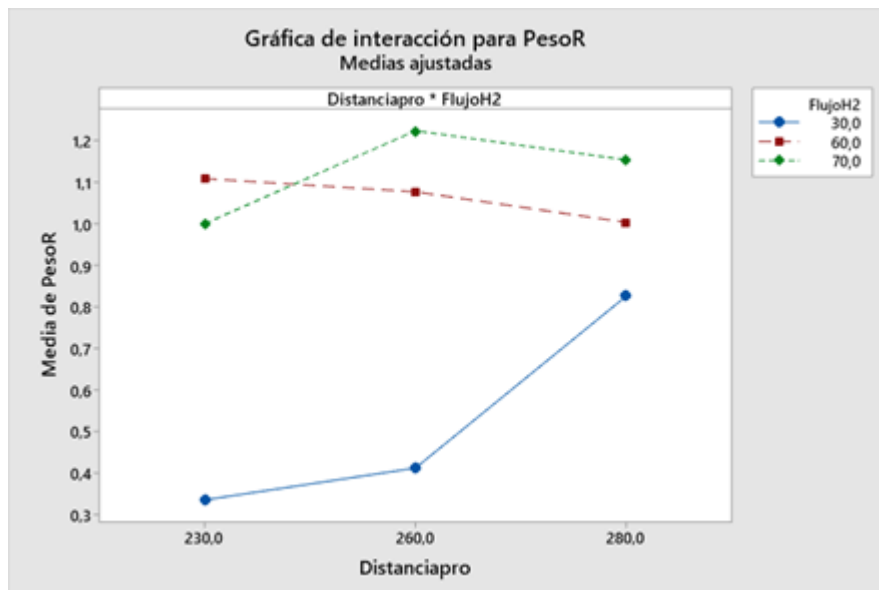


Figura 5-22.: gráficas interacciones del peso de recubrimiento NiCoCrAlY mediante HVOF

5.5. Efectos sobre las fases en la microestructura

En la Gráfica 5-23 se presenta los resultados de difracción de rayos x de cada uno de los parámetros de proyección de los recubrimientos y a medida que el flujo de hidrógeno aumenta el pico de la fase γ y γ' alrededor de $43,6^\circ$ pierde intensidad y comienza a hacerse más intenso el pico de la fase β en $44,7^\circ$, provocando un ensanchamiento en ambos planos de difracción.

	β	γ / γ'
S1	71,30 %	28,70 %
S2	73,20 %	26,70 %
S3	62,50 %	37,50 %
S4	75,80 %	24,20 %
S5	67,10 %	33 %
S6	61,80 %	38,20 %
S7	71,10 %	28,90 %
S8	66,70 %	33,30 %
S9	60,40 %	39,60 %

5.6. Resistencia adhesivo- cohesiva de los recubrimientos

En la figura 5-24 se presenta un compendio de los resultados de las 27 pruebas de resistencia adhesivo-cohesiva. Se puede notar que las fallas cohesivas en el recubrimiento (BCC) fueron mayoritarias con un 54 %, mientras que las fallas adhesivas en la intercara BC/pegamento (BCA) se presentaron en un 38 %. Las fallas cohesivas en el pegamento representaron un 8 % (GC) y no se observaron fallas adhesivas en la intercara pegamento/sustrato (GA) ni fallas cohesivas en el sustrato(S).

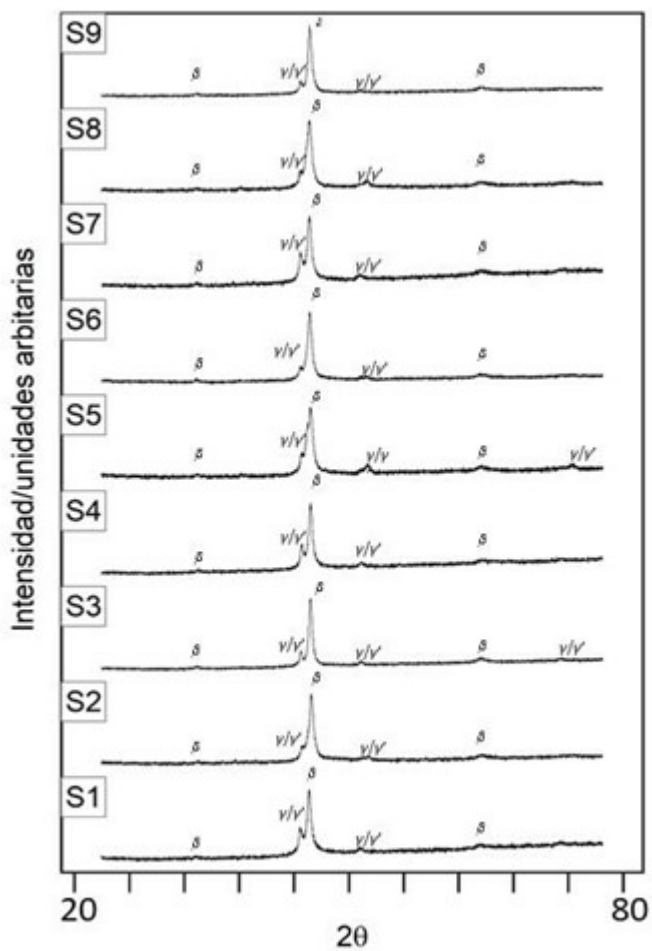


Figura 5-23.: gráficas Difracción de rayos X de los 9 niveles del diseño de experimento

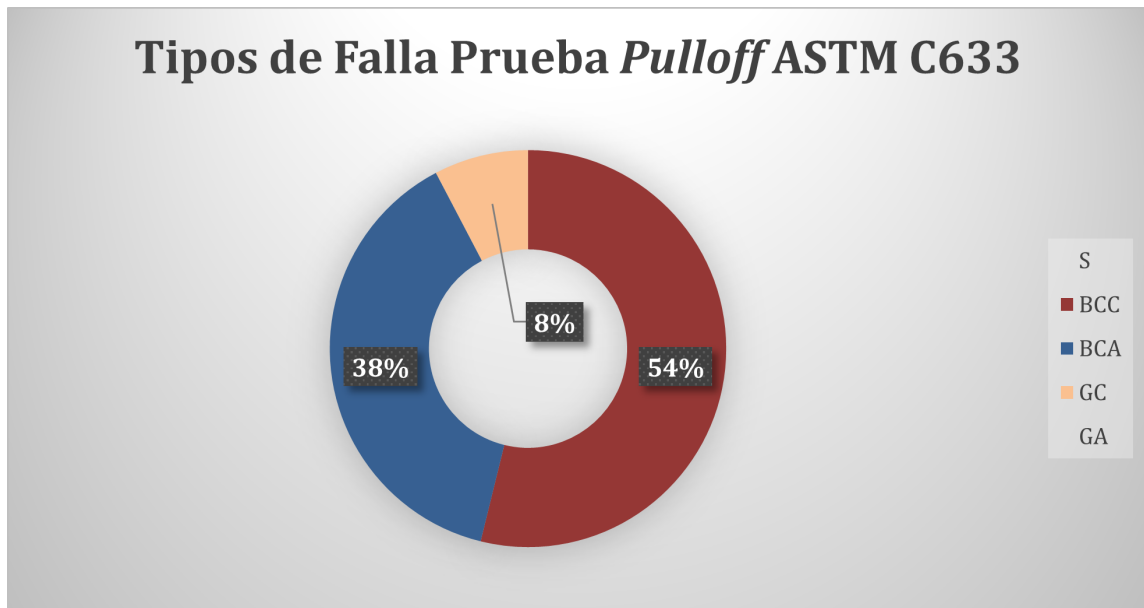
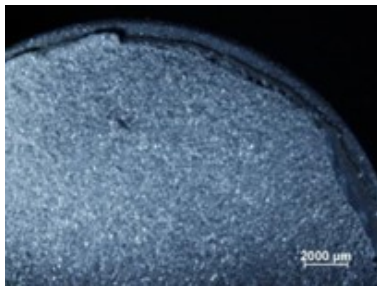


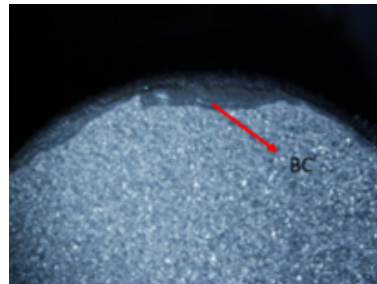
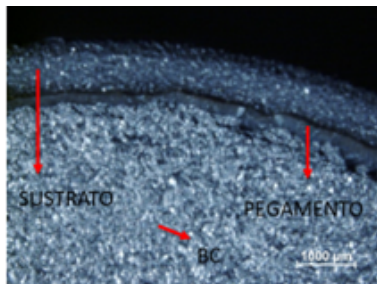
Figura 5-24.: gráficas tipos de fallas ensayo ASTM C633

Por la naturaleza de las muestras se presentan mayores tensiones en los bordes donde inicia la falla de los recubrimientos que fue común para este tipo de muestras como se presenta a continuación con las imágenes estereoscópica de falla regular de pruebas ASTM C633



falla de pruebas ASTM C633

falla de pruebas ASTM C633



falla de pruebas ASTM C633

falla de pruebas ASTM C633

Los valores para cada una de las condiciones se presentan superiores a 40 MPa en sus diferentes parámetros teniendo presente que el espesor de los recubrimientos menores a micras genera inconsistencia en el ensayo por ser un material poroso. Se presenta el histograma 5-25 el conjunto de parámetros que cumplen dicha condición con un valor medio (p) que se

describe en la Tabla de parámetros

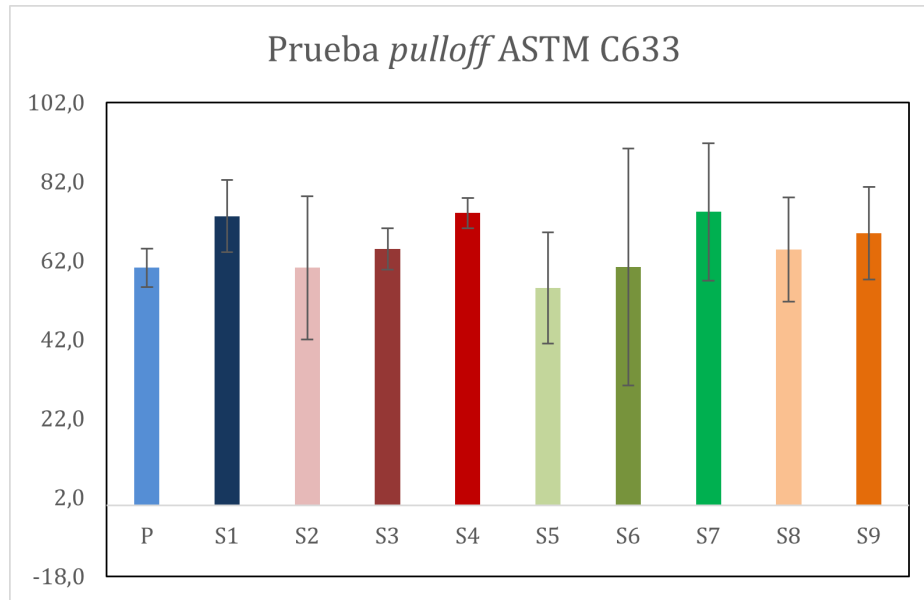


Figura 5-25.: gráficas de Resultados prueba ASTM C633

Los efectos no presentan mayor relevancia en el gráfico Pareto ya que ninguno pasa la línea de referencia utilizando el método de lenth con niveles de significancia 0.05. Como se muestra el 5-26

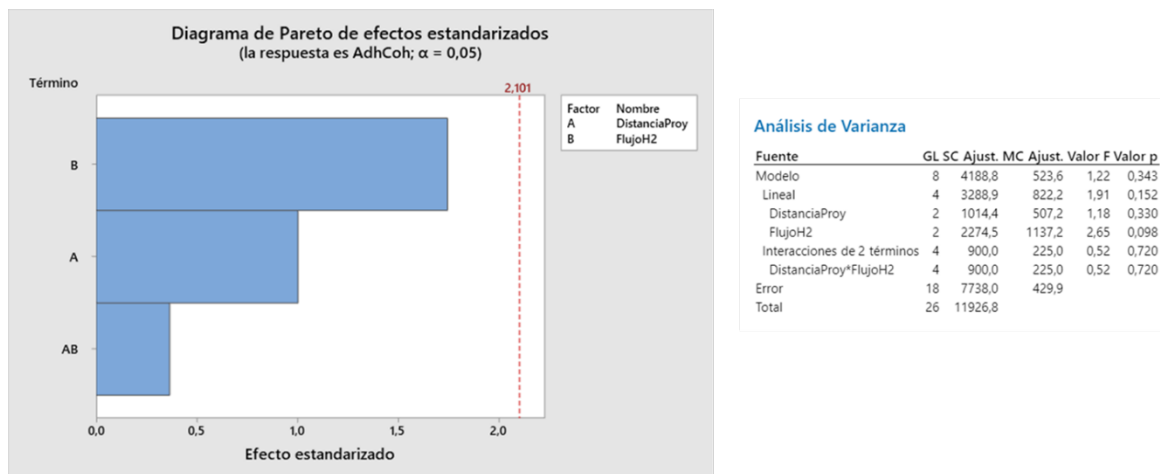


Figura 5-26.: Diagrama de Pareto para ASTM C633

En los flujos de hidrógeno 30 FMR no presenta interacción con los factores. El flujo de 60 FMR y 70 FMR presentan efecto, pero su paralelismo no interacciona en la distancia de proyección 230 mm a 260 mm, pero presentan una ligera interacción a la distancia de proyección 280 mm como se presenta 5-27

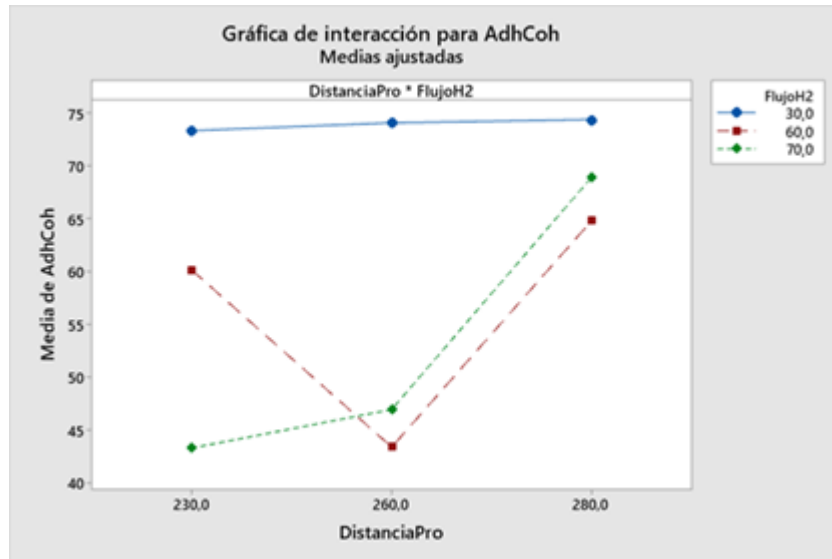


Figura 5-27.: gráficas interacción prueba ASTM C633

Las líneas de los efectos no son horizontales lo que indica que el flujo de hidrógeno tiene un efecto positivo en la respuesta sobre la resistencia adhesivo-cohesiva del recubrimiento para flujos de hidrógeno entre 60 a 70 FMR, aunque para flujos de 30 FMR la capa de anclaje no llega a los espesores adecuados y no genera un valor fiable para el análisis estadístico en este punto. La distancia de proyección presenta efecto negativo en distancias cercanas entre 230 mm a 260 mm y un efecto positivo a distancias lejanas entre 260 mm a 280 mm en la respuesta adhesivo/cohesiva de las capas de anclaje (BC), como se presenta efectos principales 5-28.

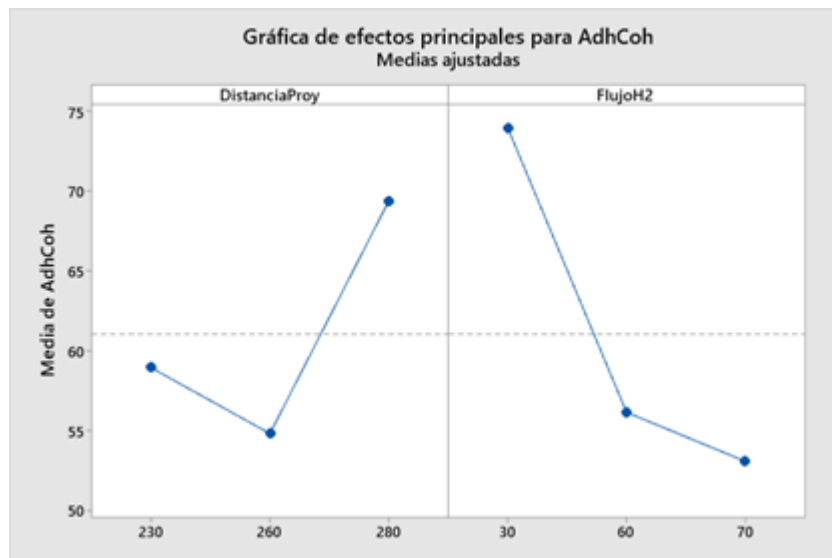


Figura 5-28.: gráficas de Efectos principales ASTM C633

El análisis de desviación estándar **5-29** agrupada para el cálculo de los intervalos el cual presenta solapamiento el efecto del flujo de hidrógeno sobre la resistencia adhesivo-cohesiva de los recubrimientos, notándose que no existen diferencias significativas en los intervalos analizados.

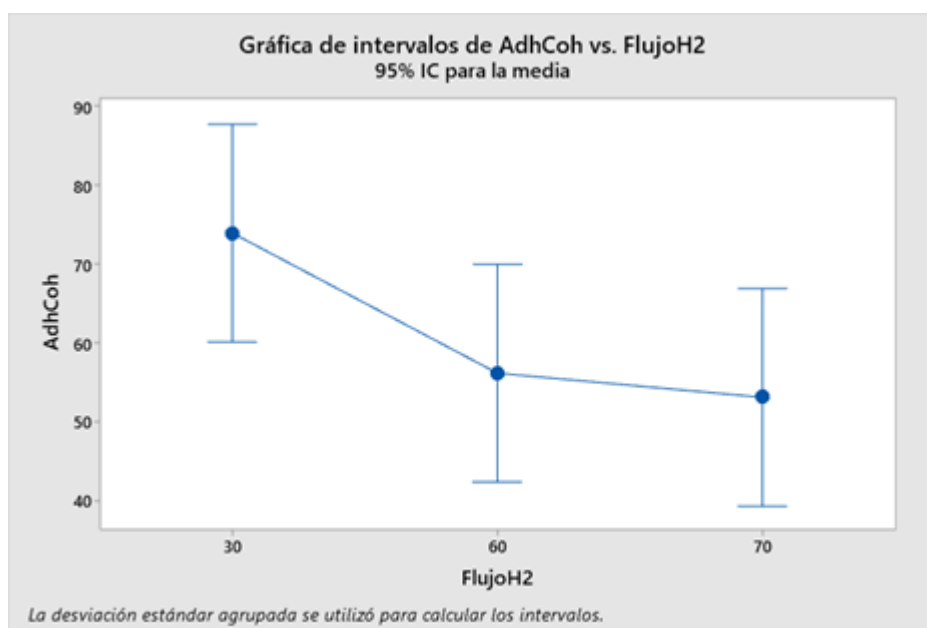


Figura 5-29.: gráficas de intervalos de prueba ASTM C633 vs flujo H_2

La variabilidad de los datos se presenta en el diagrama de caja mostrando para flujos de hidrógeno una asimetría negativa de los datos al estar la mediana más cerca del tercer cuartil como se presenta **5-30**

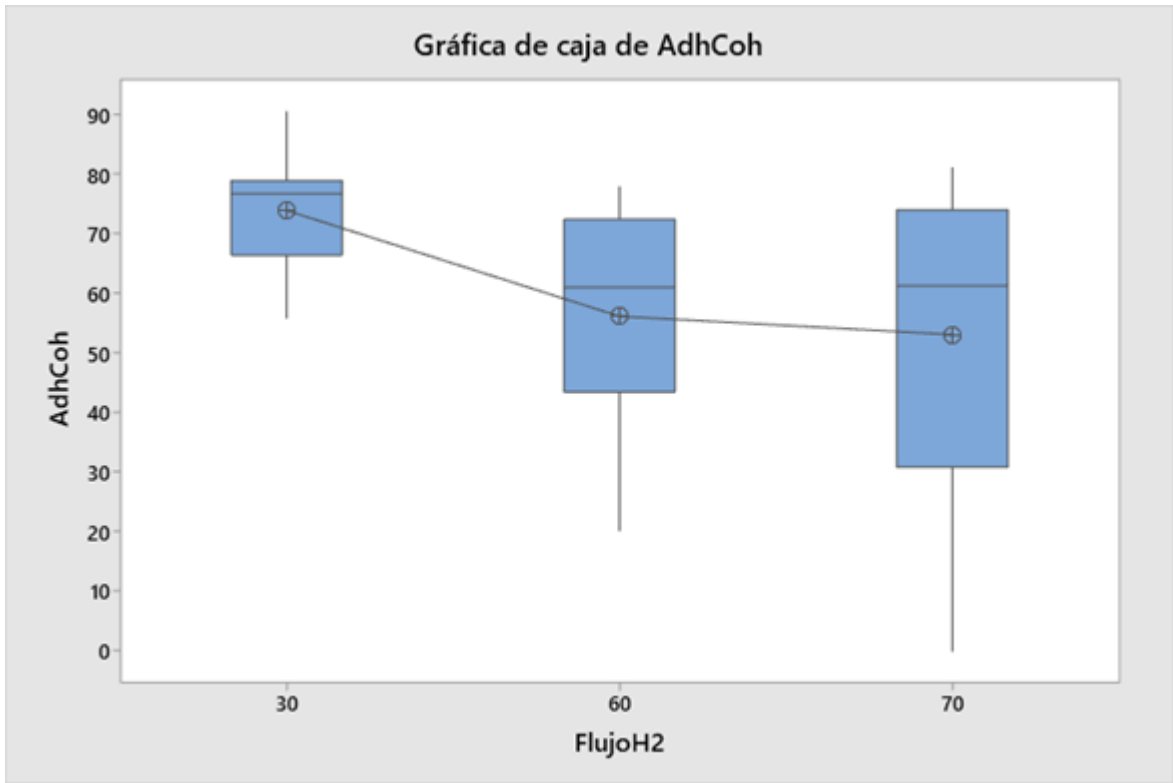


Figura 5-30.: gráficas de caja prueba ASTM C633 vs flujo H_2

6. Conclusiones

1. La manipulación de variables de proyección térmica de recubrimientos tipo NiCoCrAlY mediante el proceso HVOF permitió establecer las mejores combinaciones de distancia de proyección de 280 mm y flujo de hidrógeno (70 FMR) con el propósito de obtener porosidad y oxidación menores al 5% en el material depositado y los valores máximos de resistencia adhesivo-cohesiva $69 \hat{A} \pm 11, 7$.
2. En general la porosidad de los recubrimientos disminuyó a medida que la distancia de proyección y el flujo de hidrógeno aumentaron, lo que se puede atribuir a la resolidificación y enfriamiento de las partículas de polvo después del impacto al permanecer mayor tiempo en el jet de combustión con una transferencia de calor rápida en la pluma de combustión y sustrato. Los recubrimientos más densos se obtuvieron con distancia de proyección 280 mm y flujo de hidrógeno 70 FMR.
3. El uso de un flujo de hidrógeno bajo (30 FMR) llevó a la obtención de recubrimientos con espesor bajo (del orden de 100 micras), lo cual limita la aplicabilidad de esta condición de proyección y la determinación de su resistencia adhesivo-cohesiva bajo condiciones normalizadas.
4. Con relación a las fases en la microestructura del recubrimiento, los resultados de difracción de rayos X indicaron que el único cambio observado con la manipulación de los parámetros de proyección fue una ligera estabilización de la fase β con respecto a $\gamma \gamma'$, con el aumento del flujo de hidrógeno.

A. Anexo: Pasos de refinamiento Rietveld

A continuación, se detallan los pasos seguidos en el software XPert HighScore Plus para llevar a cabo el refinamiento Rietveld, una vez fueron identificadas las fases presentes:

- Determinación del background: Granularidad: 7 Factor de flexión: 1 Para las relaciones 1:2.5 fue necesario definir el background manualmente
- Refinamiento del factor de escala.
- Refinamiento flat background.
- Refinamiento flat background + coeficiente 1
- Refinamiento flat background + coeficiente 1 + coeficiente 2
- Refinamiento flat background + coeficiente 1 + coeficiente 2 + coeficiente 3
- Refinamiento flat background + coeficiente 1 + coeficiente 2 + coeficiente 3 + coeficiente 4
- Refinamiento flat background + coeficiente 1 + coeficiente 2 + coeficiente 3 + coeficiente 4+ 1/x background
- Refinamiento de todos los anteriores + specimen displacement
- Refinamiento de todos los anteriores parámetros $\hat{\epsilon}$ " Specimen displacement + Zero Shift [$\hat{A}^2\theta$] Una vez se han refinado los anteriores parámetros, se procede a refinar los parámetros de perfil manteniendo los anteriores parámetros seleccionados hasta el momento.
- Refinar solo W
- Refinar solo V
- Refinar solo U
- Refinar solo Peak Shape 1 Left

- Refinar Asymmetry (Rietveld)
- Repetir los pasos 11 a 14 mínimo 3 veces.
- Refinar parámetros de celda unitaria en Unit Cell.
- Refinar W
- Refinar W + V
- Refinar W + V + U
- Refinar W + V + U + Peak Shape 1 Left
- Repetir 18 a 21 mínimo 3 veces

B. Anexo: Formato de registro proyección térmica HVOF para capas de anclaje


G T S							REPORTE DE PROYECCION Y PRUEBA DE ADHESIÓN (ASTM C-633)													
PRUEBA							Prueba de adhesión ASTM C-633							FECHA						
														DÍA						
														18						
														MES						
														8						
														AÑO						
														2020						
														CODIGO						
														44061						
RESPONSABLE							SEBASTIAN SANCHEZ							USUARIO						
INFORMACIÓN DE PRUEBA																				
MATERIAL SUSTRATO				Inconel 624				ADHESIVO				HTK ultra bond 1000								
MATERIAL CONTRACARA				Inconel 624				TEMPERATURA [°C]				190								
RECUBRIMIENTO				NiCoCrAlY				TIEMPO DE CURADO [min]				150								
REFERENCIA POLVOS				AMDRY 386-2,5				VELOCIDAD DE TRACCIÓN				0,021 mm/s								
FLUJOS (FMR) [H2] [O2] [H2]				30				22				50								
PRESION (PSI) [H2] [O2] [H2]				125				150				150								
								ESPESOR DE RECUBRIMIENTO [µM]				150								
												DISTANCIA DE PROYECCION (mm)								
												230								
REPORTE DE RESULTADOS RESISTENCIA ADHESIVO-COHESIVA																				
Prueba		CARGA MÁXIMA [Mpa]		S		FALLAS MUESTRAS														
1		73,3		9,19620		 1. 80,33MPa		 10. 62,9MPa		 19. 76,7 MPa										
OBSERVACIONES																				

Figura B-1.: 1


G T S						
REPORTE DE PROYECCION Y PRUEBA DE ADHESIÓN (ASTM C-633)						
PRUEBA	Prueba de adhesión ASTM C-633	FECHA	DÍA	MES	AÑO	CODIGO
			19	8	2020	44062
RESPONSABLE	SEBASTIAN SANCHEZ	USUARIO				
INFORMACIÓN DE PRUEBA						
MATERIAL SUSTRATO	Inconel 624	ADHESIVO	HTK ultra bond 1000			
MATERIAL CONTRACARA	Inconel 624	TEMPERATURA [°C]	190			
RECUBRIMIENTO	NiCoCrAlY	TIEMPO DE CURADO [min]	150			
REFERENCIA POLVOS	AMDY 386-2.5	VELOCIDAD DE TRACCIÓN	0,021 mm/s			
FLUJOS (FMR) [°H2] [O2] [N2]	60	22	50	ESPESOR DE RECUBRIMIENTO [µM]	150	
PRESION (PS) [°H2] [O2] [N2]	125	150	150	DISTANCIA DE PROYECCION (mm)	230	
REPORTE DE RESULTADOS RESISTENCIA ADHESIVO-COESIVA						
Prueba	CARGA MÁXIMA [Mpa]	S	FALLAS MUESTRAS			
1	60,2	18,08300				
			2. 41,70MPa	11. 77,84MPa	20. 61,0MPa	
OBSERVACIONES						

Figura B-2.: 2

G T S						
REPORTE DE PROYECCION Y PRUEBA DE ADHESIÓN (ASTM C-633)						
PRUEBA	Prueba de adhesión ASTM C-633	FECHA	DÍA	MES	AÑO	CODIGO
			20	8	2020	44063
RESPONSABLE	SEBASTIAN SANCHEZ	USUARIO				
INFORMACIÓN DE PRUEBA						
MATERIAL SUSTRATO	Inconel 624	ADHESIVO	HTK ultra bond 1000			
MATERIAL CONTRACARA	Inconel 624	TEMPERATURA [°C]	190			
RECUBRIMIENTO	NiCoCrAlY	TIEMPO DE CURADO [min]	150			
REFERENCIA POLVOS	AMDY 386-2.5	VELOCIDAD DE TRACCIÓN	0,021 mm/s			
FLUJOS (FMR) [°H2] [O2] [N2]	70	22	50	ESPESOR DE RECUBRIMIENTO [µM]	150	
PRESION (PS) [°H2] [O2] [N2]	125	150	150	DISTANCIA DE PROYECCION (mm)	230	
REPORTE DE RESULTADOS RESISTENCIA ADHESIVO-COESIVA						
Prueba	CARGA MÁXIMA [Mpa]	S	FALLAS MUESTRAS			
1	65	5,23000				
			3. 68,7MPa	12. Error en fallo	21. 61,3MPa	
OBSERVACIONES						

Figura B-3.: 3

G T S						
REPORTE DE PROYECCION Y PRUEBA DE ADHESIÓN (ASTM C-633)						
Grupo de Tecnología y Superficies						
PRUEBA	Prueba de adhesión ASTM C-633	FECHA	DÍA	MES	AÑO	CODIGO
			21	8	2020	44064
RESPONSABLE	SEBASTIAN SANCHEZ	USUARIO				
INFORMACIÓN DE PRUEBA						
MATERIAL SUSTRATO	Inconel 624	ADHESIVO	HTK ultra bond 1000			
MATERIAL CONTRACARA	Inconel 624	TEMPERATURA [°C]	190			
RECUBRIMIENTO	NiCoCrAlY	TIEMPO DE CURADO [min]	150			
REFERENCIA POLVOS	AMDRY 386-2,5	VELOCIDAD DE TRACCIÓN	0,021 mm/s			
FLUJOS (FMR) [H2] [O2] [H2]	30	22	50	ESPESOR DE RECUBRIMIENTO [µM]	150	
PRESION (PSI) [H2] [O2] [H2]	125	150	150	DISTANCIA DE PROYECCION (mm)	260	
REPORTE DE RESULTADOS RESISTENCIA ADHESIVO-COHESIVA						
Prueba	CARGA MÁXIMA [Mpa]	S	FALLAS MUESTRAS			
1	74,05	3,86600				
OBSERVACIONES						

Figura B-4.: 4

G T S						
REPORTE DE PROYECCION Y PRUEBA DE ADHESIÓN (ASTM C-633)						
Grupo de Tecnología y Superficies						
PRUEBA	Prueba de adhesión ASTM C-633	FECHA	DÍA	MES	AÑO	CODIGO
			21	8	2020	44064
RESPONSABLE	SEBASTIAN SANCHEZ	USUARIO				
INFORMACIÓN DE PRUEBA						
MATERIAL SUSTRATO	Inconel 624	ADHESIVO	HTK ultra bond 1000			
MATERIAL CONTRACARA	Inconel 624	TEMPERATURA [°C]	190			
RECUBRIMIENTO	NiCoCrAlY	TIEMPO DE CURADO [min]	150			
REFERENCIA POLVOS	AMDRY 386-2,5	VELOCIDAD DE TRACCIÓN	0,021 mm/s			
FLUJOS (FMR) [H2] [O2] [H2]	60	22	50	ESPESOR DE RECUBRIMIENTO [µM]	150	
PRESION (PSI) [H2] [O2] [H2]	125	150	150	DISTANCIA DE PROYECCION (mm)	260	
REPORTE DE RESULTADOS RESISTENCIA ADHESIVO-COHESIVA						
Prueba	CARGA MÁXIMA [Mpa]	S	FALLAS MUESTRAS			
1	55,064	14,05000				
OBSERVACIONES						

Figura B-5.: 5

G T S						
REPORTE DE PROYECCION Y PRUEBA DE ADHESIÓN (ASTM C-633)						
PRUEBA	Prueba de adhesión ASTM C-633	FECHA	DÍA	MES	AÑO	CODIGO
			21	8	2020	44064
RESPONSABLE	SEBASTIAN SANCHEZ	USUARIO				
INFORMACIÓN DE PRUEBA						
MATERIAL SUSTRATO	Inconel 624	ADHESIVO	HTK ultra bond 1000			
MATERIAL CONTRACARA	Inconel 624	TEMPERATURA [°C]	190			
RECUBRIMIENTO	NiCoCrAlY	TIEMPO DE CURADO [min]	150			
REFERENCIA POLVOS	AMDY 386-2.5	VELOCIDAD DE TRACCIÓN	0,021 mm/s			
FLUJOS (FMR) [H2] [O2] [N2]	70	22	50	ESPESOR DE RECUBRIMIENTO [µM]	150	
PRESION (PS) [H2] [O2] [N2]	125	150	150	DISTANCIA DE PROYECCION (mm)	260	
REPORTE DE RESULTADOS RESISTENCIA ADHESIVO-COESIVA						
Prueba	CARGA MÁXIMA [Mpa]	S	FALLAS MUESTRAS			
1	60,47	30,08000				
			6. 79,3MPa	15. 41,64MPa	24. 20MPa	
OBSERVACIONES						

Figura B-6.: 6

G T S						
REPORTE DE PROYECCION Y PRUEBA DE ADHESIÓN (ASTM C-633)						
PRUEBA	Prueba de adhesión ASTM C-633	FECHA	DÍA	MES	AÑO	CODIGO
			21	8	2020	44064
RESPONSABLE	SEBASTIAN SANCHEZ	USUARIO				
INFORMACIÓN DE PRUEBA						
MATERIAL SUSTRATO	Inconel 624	ADHESIVO	HTK ultra bond 1000			
MATERIAL CONTRACARA	Inconel 624	TEMPERATURA [°C]	190			
RECUBRIMIENTO	NiCoCrAlY	TIEMPO DE CURADO [min]	150			
REFERENCIA POLVOS	AMDY 386-2.5	VELOCIDAD DE TRACCIÓN	0,021 mm/s			
FLUJOS (FMR) [H2] [O2] [N2]	30	22	50	ESPESOR DE RECUBRIMIENTO [µM]	150	
PRESION (PS) [H2] [O2] [N2]	125	150	150	DISTANCIA DE PROYECCION (mm)	260	
REPORTE DE RESULTADOS RESISTENCIA ADHESIVO-COESIVA						
Prueba	CARGA MÁXIMA [Mpa]	S	FALLAS MUESTRAS			
1	74,4	17,41000				
			7. 90,43MPa	16. 55,86MPa	25. 76,8MPa	
OBSERVACIONES						

Figura B-7.: 7

G T S		REPORTE DE PROYECCION Y PRUEBA DE ADHESIÓN (ASTM C-633)					
Prueba de adhesión ASTM C-633		FECHA	DÍA	MES	AÑO	CODIGO	
PRUEBA	Prueba de adhesión ASTM C-633		21	8	2020	44064	
RESPONSABLE	SEBASTIAN SANCHEZ	USUARIO					
INFORMACIÓN DE PRUEBA							
MATERIAL SUSTRATO	Inconel 624	ADHESIVO	HTK ultra bond 1000				
MATERIAL CONTRACARA	Inconel 624	TEMPERATURA [°C]	190				
RECUBRIMIENTO	NiCoCrAlY	TIEMPO DE CURADO [min]	150				
REFERENCIA POLVOS	AMDRY 386-2,5	VELOCIDAD DE TRACCIÓN	0,021 mm/s				
FLUJOS (FMR) [H2] [O2] [H2]	60	22	50	ESPEJOR DE RECUBRIMIENTO [µM]	150		
PRESION (PSI) [H2] [O2] [H2]	125	150	150	DISTANCIA DE PROYECCION (mm)	280		
REPORTE DE RESULTADOS RESISTENCIA ADHESIVO-COHESIVA							
Prueba	CARGA MÁXIMA [Mpa]	S	FALLAS MUESTRAS				
1	64,8	13,24000					
OBSERVACIONES							

Figura B-8.: 8

G T S		REPORTE DE PROYECCION Y PRUEBA DE ADHESIÓN (ASTM C-633)					
Prueba de adhesión ASTM C-633		FECHA	DÍA	MES	AÑO	CODIGO	
PRUEBA	Prueba de adhesión ASTM C-633		21	8	2020	44064	
RESPONSABLE	SEBASTIAN SANCHEZ	USUARIO					
INFORMACIÓN DE PRUEBA							
MATERIAL SUSTRATO	Inconel 624	ADHESIVO	HTK ultra bond 1000				
MATERIAL CONTRACARA	Inconel 624	TEMPERATURA [°C]	190				
RECUBRIMIENTO	NiCoCrAlY	TIEMPO DE CURADO [min]	150				
REFERENCIA POLVOS	AMDRY 386-2,5	VELOCIDAD DE TRACCIÓN	0,021 mm/s				
FLUJOS (FMR) [H2] [O2] [H2]	60	22	50	ESPEJOR DE RECUBRIMIENTO [µM]	150		
PRESION (PSI) [H2] [O2] [H2]	125	150	150	DISTANCIA DE PROYECCION (mm)	280		
REPORTE DE RESULTADOS RESISTENCIA ADHESIVO-COHESIVA							
Prueba	CARGA MÁXIMA [Mpa]	S	FALLAS MUESTRAS				
1	68,96	11,68000					
OBSERVACIONES							

Figura B-9.: 9

natbib longtable

Bibliografía

- [1] Accepted Practice to Test Bond Strength of Thermal Spray Coatings. En: *J Therm Spray Tech* 22 (2013), Dezember, Nr. 8, p. 1263–1266. – ISSN 1059–9630, 1544–1016
- [2] ALVARADO-OROZCO, J. M. ; MORALES-ESTRELLA, R. ; BOLDRICK, M. S. ; ORTIZ-MERINO, J. L. ; KONITZER, D. G. ; TRÁPAGA-MARTÍNEZ, G. ; MUÑOZ-SALDAÑA, J.: First Stages of Oxidation of Pt-Modified Nickel Aluminide Bond Coat Systems at Low Oxygen Partial Pressure. En: *Oxid Met* 78 (2012), Dezember, Nr. 5-6, p. 269–284. – ISSN 0030–770X, 1573–4889
- [3] ASSOCIATES, J.R. Davis (Ed.) ; INTERNATIONAL, ASM (Ed.): *Handbook of thermal spray technology*. Materials Park, OH : ASM International, 2004. – ISBN 978–0–87170–795–6
- [4] BERNSTEIN, Henry L. ; GREAVES, Wayne L. ; VAN ESCH, Hans ; TALLEY, Peggy L.: Cyclic Oxidation of a NiCoCrAlY Coating Applied by HVOF and LPPS. En: *Volume 4: Manufacturing Materials and Metallurgy; Ceramics; Structures and Dynamics; Controls, Diagnostics and Instrumentation; Education*. Munich, Germany : American Society of Mechanical Engineers, Mai 2000. – ISBN 978–0–7918–7857–6, p. V004T01A002
- [5] BOULOS, Maher I. ; FAUCHAIS, Pierre L. ; HEBERLEIN, Joachim V.: *Thermal Spray Fundamentals: From Powder to Part*. Cham : Springer International Publishing, 2021. – ISBN 978–3–030–70671–5 978–3–030–70672–2
- [6] DAROLIA, R: Thermal barrier coatings technology: critical review, progress update, remaining challenges and prospects. En: *International Materials Reviews* 58 (2013), August, Nr. 6, p. 315–348. – ISSN 0950–6608, 1743–2804
- [7] EVANS, A.G. ; MUMM, D.R. ; HUTCHINSON, J.W. ; MEIER, G.H. ; PETTIT, F.S.: Mechanisms controlling the durability of thermal barrier coatings. En: *Progress in Materials Science* 46 (2001), Januar, Nr. 5, p. 505–553. – ISSN 00796425
- [8] FAUCHAIS, Pierre L. ; HEBERLEIN, Joachim V. ; BOULOS, Maher I.: *Thermal Spray Fundamentals*. Boston, MA : Springer US, 2014. – ISBN 978–0–387–28319–7 978–0–387–68991–3

- [9] FLÓREZ, Pablo Andrés G.: ANALYTICAL MODEL FOR HIGH TEMPERATURE WEAR IN THERMAL BARRIER COATINGS UNDER NON-STEADY STATE CONDITIONS IN GAS TURBINES.
- [10] GHADAMI, F. ; SABOUR ROUH AGHDAM, A. ; GHADAMI, S.: Isothermal and Cyclic Oxidation Behavior of HVOF-Sprayed NiCoCrAlY Coatings: Comparative Investigations on the Conventional and Nanostructured Coatings. En: *J Therm Spray Tech* 29 (2020), Dezember, Nr. 8, p. 1926–1942. – ISSN 1059–9630, 1544–1016
- [11] KALUSH, Ali ; TEXIER, Damien ; ECOCHARD, Maxime ; SIRVIN, Quentin ; CHOQUET, Karim ; GHENO, Thomas ; VANDERESSE, Nicolas ; JOMAA, Walid ; BOCHER, Philippe: Size effects on high temperature oxidation of MCrAlY coatings processed via APS and HVOF depositions. En: *Surface and Coatings Technology* 440 (2022), Juni, p. 128483. – ISSN 02578972
- [12] LANCE, M. J. ; KANE, K. A. ; PINT, B. A.: The Effect of APS-HVOF Bond Coating Thickness Ratio on TBC Furnace Cycle Lifetime. En: *Oxid Met* 98 (2022), Oktober, Nr. 3-4, p. 385–397. – ISSN 0030–770X, 1573–4889
- [13] PAWAŃOWSKI, Lech: *The science and engineering of thermal spray coatings*. 2nd ed. Chichester, England ; Hoboken, NJ : Wiley, 2008. – ISBN 978–0–471–49049–4
- [14] RAMÍREZ, Julián David O.: PROPIEDADES DE TRANSPORTE EN RECUBRIMIENTOS CERÁMICOS UTILIZADOS EN TURBINAS A GAS. , p. 159
- [15] REED, Roger C.: *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. , p. 390
- [16] RUIZ-LUNA, H. ; LOZANO-MANDUJANO, D. ; ALVARADO-OROZCO, J. M. ; VALAREZO, A. ; POBLANO-SALAS, C. A. ; TRÁPAGA-MARTÍNEZ, L. G. ; ESPINOZA-BELTRÁN, F. J. ; MUÑOZ-SALDAÑA, J.: Effect of HVOF Processing Parameters on the Properties of NiCoCrAlY Coatings by Design of Experiments. En: *J Therm Spray Tech* 23 (2014), August, Nr. 6, p. 950–961. – ISSN 1059–9630, 1544–1016
- [17] WEISS, H.: Adhesion of advanced overlay coatings: mechanisms and quantitative assessment. En: *Surface and Coatings Technology* 71 (1995), März, Nr. 2, p. 201–207. – ISSN 02578972
- [18] ZHAO, Lidong ; PARCO, Maria ; LUGSCHEIDER, Erich: High velocity oxy-fuel thermal spraying of a NiCoCrAlY alloy. En: *Surface and Coatings Technology* 179 (2004), Februar, Nr. 2-3, p. 272–278. – ISSN 02578972