

**ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS Y MECÁNICAS EN
EL COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DE RECUBRIMIENTOS DUROS PARA
HERRAMIENTAS DE CORTE Y PROCESAMIENTO DE POLIETILENO**

ANDRÉS GIOVANNI GONZÁLEZ HERNÁNDEZ



**UNIVERSIDAD DE ANTIOQUIA
FACULTAD DE INGENIERIA
Maestría en Ingeniería – Énfasis en Materiales
MEDELLIN
2008**

**ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS Y MECÁNICAS EN
EL COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DE RECUBRIMIENTOS DUROS PARA
HERRAMIENTAS DE CORTE Y PROCESAMIENTO DE POLIETILENO**

ANDRÉS GIOVANNI GONZÁLEZ HERNÁNDEZ

**Disertación presentada a la Facultad de Ingeniería como requisito para
optar al título de Magíster en Ingeniería – Énfasis Materiales**

Director

M.Sc. Fabio Vargas Galvis



**UNIVERSIDAD DE ANTIOQUIA
FACULTAD DE INGENIERÍA
Maestría en Ingeniería – Énfasis en Materiales
MEDELLIN
2008**

Nota de Aceptación

Firma del Presidente del Jurado

Firma del Jurado

Firma del Jurado

**Fecha de Entrega:
Medellín, 20 de Junio de 2008**

*A mi Amor Ligia
Por todos los momentos que hemos compartido,
Por todas las alegrías que siempre han estado presentes,
Por todos los momentos de compañía,
Por todo el entendimiento y ánimo que me has dado,
Por lo que eres y seguirás siendo,
Por eso es dedicado a ti, Mi Amor Ligia*

*A mis Padres
A los que tanto quiero.*

AGRADECIMIENTOS

El autor expresa sus agradecimientos:

A mi Tutor Fabio Vargas Galvis M.Sc, por su colaboración, apoyo y asesoramiento durante toda la investigación, por la confianza brindada y por la valiosa formación investigativa que he tenido junto a él y los logros obtenidos.

A la Profesora María Esperanza López Ph.D, por sus valiosos consejos a lo largo de la investigación y por la paciencia que me ha tenido. Además, darle un inmenso agradecimiento por la gran ayuda en la pasantía que realicé en la Universidad de Oviedo, para mí fue una experiencia inolvidable.

Al Grupo de Investigaciones Pirometalúrgicas y de Materiales (GIPIMME) por darme la oportunidad de participar y trabajar junto a sus integrantes y hacer parte de él.

A la División de Internacionalización de COLCIENCIAS, por darme la oportunidad de realizar la pasantía a la Universidad de Oviedo (España), por apoyar la movilidad internacional de investigaciones ya que gracias a esta pasantía se presentó una ponencia en la Congreso Internacional de Materiales - Pereira, Septiembre 2007, que posteriormente fue publicado en una artículo en la revista Scientia et Technica.

A la Facultad de Ingeniería y a su División Postgrado, por darme la oportunidad de ser Becario en la modalidad de Estudiante-Instructor y así ser Docente de tan importante Facultad y aprender la dura labor de la transmisión del conocimiento.

A la Facultad de Ingeniería y a su Postgrado, por elegirme el mejor estudiante de Maestría de la Facultad en el año de 2007.

A la Universidad de Antioquia y al Comité de Desarrollo de la Investigación (CODI) por la financiación de la tesis de Maestría mediante el proyecto de mediana cuantía con código MDC06-09-1 titulado: “Estudio de las propiedades mecánicas y del desempeño tribológico de recubrimientos duros depositados sobre herramientas para corte y conformado de polietileno”.

Al Grupo Humano del Laboratorio de Materialografía de la Universidad de Antioquia por la colaboración en los análisis de microdureza y morfología de los recubrimientos.

Al Grupo Humano del Laboratorio de Microscopia Avanzada de la Universidad Nacional - Sede Medellín, en especial al Ingeniero Felipe Santa por su aporte en el análisis mediante MEB y EDS de los recubrimientos.

Al Grupo de Investigaciones de Tribología y Superficies (GTS) de la Universidad Nacional – Sede Medellín, en especial a Fabio Suárez M.Sc y al Profesor Alejandro Toro Ph.D por la ayuda en desarrollo de las pruebas de desgaste con el equipo Pin sobre disco.

A mi compañera de Maestría Mónica Monsalve por su ayuda, apoyo y acompañamiento durante todo este tiempo de estudios.

Al Ingeniero Nazario Cortés por su ayuda y comentarios en los ensayos de desgaste y en la técnica de proyección térmica por combustión.

A los Estudiantes de Pregrado en Ingeniería de Materiales y futuros Ingenieros: Sergio Echeverri y Juliana Bedoya por su colaboración en la aplicación de los recubrimientos.

Al laboratorio de Metalografía de la Universidad Nacional –Sede Medellín, en especial a Adrián Gómez, por su colaboración en la toma y análisis de las microdurezas Vickers.

RESUMEN

Este trabajo se basa en el estudio de la influencia de las propiedades físicas y mecánicas, en el comportamiento tribológico de recubrimientos duros aplicados por proyección térmica para herramientas de corte y procesamiento de polietileno.

La aplicación de dos diferentes recubrimientos por proyección térmica por combustión: $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2/\text{Ni}$ y $\text{WC-Ni}/\text{Ni}$ fue realizada con dos diferentes antorchas: Terodyn 2000 y SuperJet Eutalloy. Tres diferentes polvos fabricados por la firma Eutectic Castolín[®], fueron usados para obtener los recubrimientos: ProXon 21021 (Ni-10%Al), fue usado como capa de anclaje entre el metal base AISI O1 y la capa superior de naturaleza Cerámica o Cermet; la cual fue obtenida a partir del polvo Metaceram 25060 ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-40\%TiO}_2$) y Tungtec 10112 (WC-40%Ni). Los polvos fueron caracterizados morfológicamente mediante Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) y químicamente mediante Espectroscopia de Energía Dispersiva (EDS) y Difracción de Rayos X (DRX).

Los cuatro tipos de recubrimientos fueron caracterizados morfológicamente mediante la técnica de MEB y químicamente mediante EDS y DRX. Las propiedades mecánicas fueron medidas en su sección transversal: la dureza fue obtenida a partir de ensayos de indentación Vickers, el módulo de elasticidad fue medido a partir de indentaciones Knoop, aplicando el modelo de Lawn-Noma-Marshall y la tenacidad a la fractura fue determinada a partir de indentaciones Vickers con una carga superior a la crítica para inducir a la propagación de grietas radiales en los vértices de las huellas. La tenacidad a la fractura de la capa superior de los recubrimientos fue calculada a partir de la longitud de las grietas producidas por la microindentación, utilizando el modelo de Lawn, Evans y Marshall (LEM). Finalmente, para evaluar el comportamiento tribológico, se realizaron ensayos de pin (recubrimiento sobre acero O1) sobre disco (polietileno) con el fin de reproducir las condiciones mecánicas y el ambiente de una herramienta de corte de polietileno. Los ensayos fueron realizados a una velocidad de deslizamiento de 1.047 m/s, a una presión de contacto de 0.5 MPa con una distancia de deslizamiento de 2800 m y con una fuente de calor que proporciona al disco una temperatura entre 108 y 112°C.

Los resultados obtenidos muestran que el recubrimiento de Ni-WC (depositado con la antorcha SuperJet Eutalloy) presentó el mejor comportamiento tribológico en contacto con polietileno y esto fue influenciado por su baja porosidad (20.81%) y sus buenas propiedades mecánicas en especial su buena tenacidad a la fractura (4.57 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$). Además, este comportamiento se pudo ocasionar por la posible deformación plástica que exhibe el níquel en las condiciones tribológicas a las que fue ensayado, lo que retarda la generación y propagación de grietas en el recubrimiento, reduciendo así la tasa de desgaste por desprendimiento de partículas. El otro recubrimiento cermet aplicado con la otra antorcha (Terodyn 2000) también presentó un buen comportamiento tribológico gracias a sus propiedades mecánicas y su baja porosidad, y además presentó propiedades similares a las del recubrimiento anteriormente mencionado.

El recubrimiento cerámico ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$) que mejor se comportó en el ensayo de desgaste fue el aplicado con la antorcha SuperJet Eutalloy y esto se debió a sus buenas propiedades, en especial a su buena tenacidad a la fractura ($5.82 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) y a su baja porosidad (17.57%) reflejo de su buena sinterización en el proceso. En cambio, el recubrimiento cerámico aplicado con la otra antorcha (Terodyn 2000), presentó el peor comportamiento tribológico (pérdida de volumen cinco veces mayor que su similar), lo cual fue influenciado por su alta porosidad (49.6%) y sus pobres propiedades mecánicas como la dureza (9.5 GPa), módulo de elasticidad (129 GPa) y su baja tenacidad a la fractura ($1.85 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$), que reflejan gran rigidez y alta fragilidad de la capa.

En conclusión, los recubrimientos cerámicos y cermet estudiados tienen una gran influencia de las propiedades físicas y mecánicas en el comportamiento tribológico en contacto con el polietileno y esto es principalmente ocasionado por el efecto de la tenacidad a la fractura, módulo de elasticidad, dureza y estructura.

Palabras Claves

Recubrimientos cerámicos y cermets, recubrimiento $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$, recubrimiento Ni-WC, Proyección térmica por combustión, Propiedades mecánicas, Tenacidad a la fractura, módulo de elasticidad, Microdureza Vickers, Comportamiento tribológico, Herramientas de corte.

TABLA DE CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN	1
2. MARCO TEÓRICO	3
2.1 PROYECCIÓN TÉRMICA.....	3
2.1.1 PROYECCIÓN TÉRMICA MEDIANTE COMBUSTIÓN (FLAME SPRAY)	7
2.1.1.1 TÉCNICAS DE PROYECCIÓN Y FUSIÓN A GAS	8
2.2 PROPIEDADES DE LOS RECUBRIMIENTOS APLICADOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA.....	10
2.2.1 PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS APLICADOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA.....	11
2.2.1.1 MICROESTRUCTURA	11
2.2.1.2 SUPERFICIE DE LOS RECUBRIMIENTOS.....	15
2.2.2 PROPIEDADES MECÁNICAS DE RECUBRIMIENTOS APLICADOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA.....	17
2.2.2.1 MICRODUREZA.....	18
2.2.2.2 MÓDULO DE ELASTICIDAD.....	21
2.2.2.3 TENACIDAD A LA FRACTURA.....	27
2.2.3 PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE RECUBRIMIENTOS APLICADOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA.....	35
2.2.3.1 TRIBOLOGÍA.....	36
2.3 HERRAMIENTAS DE CORTE	47
3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	49
3.1 PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE SUSTRATOS.....	50
3.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS PARA OBTENER LOS RECUBRIMIENTOS.....	50
3.2.1 ANÁLISIS QUÍMICO DE LOS POLVOS.....	50
3.2.2 ANÁLISIS MORFOLÓGICO DE LOS POLVOS.....	51
3.3 APLICACIÓN DE LOS RECUBRIMIENTOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA DE COMBUSTIÓN.....	51
3.4 CARACTERIZACIÓN DE LOS RECUBRIMIENTOS.....	54
3.4.1 CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA DE LOS RECUBRIMIENTOS	54
3.4.2 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE LOS RECUBRIMIENTOS	55
3.4.3 CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA DE LOS RECUBRIMIENTOS	56
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	58
4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES UTILIZADOS PARA LA OBTENCIÓN DE LOS RECUBRIMIENTOS.....	58
4.1.1 SUSTRATO.....	58

4.1.2	ANÁLISIS DE LA MORFOLOGÍA Y COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LOS POLVOS UTILIZADOS PARA OBTENER LOS RECUBRIMIENTOS.....	59
4.1.2.1	POLVOS DE NÍQUEL (ProXon 21021)	59
4.1.2.2	POLVOS DE ALÚMINA – ÓXIDO DE TITANIO (MetaCeram 25060).....	60
4.1.2.3	POLVOS DE NÍQUEL – CARBURO DE TUNGSTENO (Tungtec 10112).....	62
4.2	CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA DE COMBUSTIÓN.....	64
4.2.1	RECUBRIMIENTO DE ALÚMINA – ÓXIDO DE TITANIO APLICADO CON TERODYN 2000 (MUESTRA M1).....	64
4.2.2	RECUBRIMIENTO DE NÍQUEL – CARBURO DE TUNGSTENO APLICADO CON TERODYN 2000 (MUESTRA M2)	67
4.2.3	RECUBRIMIENTO DE ALÚMINA – ÓXIDO DE TITANIO APLICADO CON SUPERJET EUTALLOY (MUESTRA M3).....	71
4.2.4	RECUBRIMIENTO DE NÍQUEL – CARBURO DE TUNGSTENO APLICADO CON SUPERJET EUTALLOY (MUESTRA M4).....	74
4.2.5	CARACTERIZACIÓN DE LA POROSIDAD DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA.....	76
4.2.6	MEDICIÓN DE LA ADHERENCIA DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA POR COMBUSTIÓN	84
4.3	CARACTERIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA.....	88
4.3.1	MICRODUREZA.....	88
4.3.2	MEDIDA DEL MÓDULO DE ELASTICIDAD DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS.....	92
4.3.3	MEDIDA DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS.....	98
4.4	CARACTERIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS	106
4.4.1	ENSAYO DE DESGASTE PARA EL RECUBRIMIENTO DE Al ₂ O ₃ -TiO ₂ APLICADO CON LA ANTORCHA TERODYN 2000 (MUESTRA M1)	106
4.4.2	ENSAYO DE DESGASTE PARA EL RECUBRIMIENTO DE Ni-WC APLICADO CON LA ANTORCHA TERODYN 2000 (MUESTRA M2)	108
4.4.3	ENSAYO DE DESGASTE PARA EL RECUBRIMIENTO DE Al ₂ O ₃ -TiO ₂ APLICADO CON LA ANTORCHA SUPERJET EUTALLOY (MUESTRA M3).....	109
4.4.4	ENSAYO DE DESGASTE PARA EL RECUBRIMIENTO DE Ni-WC APLICADO CON LA ANTORCHA SUPERJET EUTALLOY (MUESTRA M4).....	111
5.	CONCLUSIONES	116
6.	RECOMENDACIONES.....	117
7.	BIBLIOGRAFÍA	118

LISTA DE TABLAS

Tabla 2.1 Propiedades de recubrimientos obtenidos por proyección térmica en función de sus procesos de aplicación ^[7]	6
Tabla 2.2 Comparación de los parámetros de proyección térmica.....	7
Tabla 2.3 Rango de las diferentes escalas o técnicas de indentación en función de la carga y la profundidad de la huella ^[20,23]	19
Tabla 3.1 Condiciones de aplicación para la capa de níquel.....	52
Tabla 3.2 Condiciones de aplicación de la capa superior cerámica (MetaCeram 25060) o cermet (TungTec 10112).....	52
Tabla 3.3. Composición química de los recubrimientos obtenidos y codificación de las muestras.....	54
Tabla 4.1 Composición química de los materiales utilizados como sustrato.....	58
Tabla 4.2 Composición química característica de un acero de herramientas AISI O1 y las normas internacionales que corresponden a esta composición.....	59
Tabla 4.3 Determinación de la porosidad de: (a) La capa de Al ₂ O ₃ -TiO ₂ y (b) La capa de níquel de la muestra M1.....	78
Tabla 4.4 Determinación de la porosidad de: (a) La capa de Ni-WC y (b) La capa de níquel de la muestra M2.....	79
Tabla 4.5 Determinación de la porosidad de: (a) La capa de Al ₂ O ₃ -TiO ₂ y (b) La capa de níquel de la muestra M3.....	81
Tabla 4.6 Determinación de la porosidad de: (a) La capa de Ni-WC y (b) La capa de níquel de la muestra M4.....	82
Tabla 4.7 Resultados de los ensayos de adherencia de los recubrimientos y el tipo de falla presentada en el ensayo. *Estos resultados no son representativos ya que el dispositivo falló de forma lateral y no se tuvieron en cuenta para el cálculo de la adherencia promedio.....	86
Tabla 4.8 Microdurezas Vickers (Hv) de la sección transversal de los recubrimientos de Al ₂ O ₃ -TiO ₂ aplicado con Terodyn 2000 (M1) realizada con 100g de carga durante 15 segundos.....	89
Tabla 4.9 Microdurezas Vickers (Hv) de la sección transversal de los recubrimientos de Ni-WC aplicado con Terodyn 2000 (M2) realizada con 100g de carga durante 15 segundos.....	89
Tabla 4.10 Microdurezas Vickers (Hv) de la sección transversal de los recubrimientos de Al ₂ O ₃ -TiO ₂ aplicado con SuperJet Eutalloy (M3) realizada con 50g de carga durante 15 segundos.....	90
Tabla 4.11 Microdurezas Vickers (Hv) de la sección transversal de los recubrimientos de Ni-WC aplicado con SuperJet Eutalloy (M4) realizada con 100g de carga durante 15 segundos.....	91
Tabla 4.12 Módulo de elasticidad de los recubrimientos de Al ₂ O ₃ -TiO ₂ aplicados con la antorcha Terodyn 2000.....	93
Tabla 4.13 Módulo de elasticidad de los recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha Terodyn 2000.....	94
Tabla 4.14 Módulo de elasticidad de los recubrimientos de Al ₂ O ₃ -TiO ₂ aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy.....	95
Tabla 4.15 Módulo de elasticidad de los recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy.....	97
Tabla 4.16 Valores de la tenacidad a la fractura de recubrimientos de Al ₂ O ₃ -TiO ₂ aplicados con la antorcha Terodyn 2000.....	101
Tabla 4.17 Valores de la tenacidad a la fractura de recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha Terodyn 2000.....	102
Tabla 4.18 Valores de la tenacidad a la fractura de recubrimientos de Al ₂ O ₃ -TiO ₂ aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy.....	104
Tabla 4.19 Valores de la tenacidad a la fractura de recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy.....	105
Tabla 4.20 Tabla de los resultados de la prueba de desgaste realizada a los recubrimientos de Al ₂ O ₃ -TiO ₂ aplicados con la antorcha Terodyn 2000 (Muestra M1). * Resultado promedio de 17 medidas.....	107

<i>Tabla 4.21 Tabla de los resultados de la prueba de desgaste realizada a los recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha Terodyn 2000 (Muestra M2). * Resultado promedio de 17 medidas.</i>	108
<i>Tabla 4.22 Tabla de los resultados de la prueba de desgaste realizada a los recubrimientos de Al₂O₃-TiO₂ aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy (Muestra M3). * Resultado promedio de 17 medidas.</i>	110
<i>Tabla 4.23 Tabla de los resultados de la prueba de desgaste realizada a los recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy (Muestra M4). * Resultado promedio de 17 medidas.</i>	111
<i>Tabla 4.24 Comparación de las rugosidades iniciales y finales con el coeficiente de fricción al terminar la prueba de desgaste.</i>	112
<i>Tabla 4.25 Densidad de los recubrimientos calculados a partir de la regla de las mezclas y teniendo en cuenta la porosidad aparente de cada uno de ellos.</i>	113
<i>Tabla 4.26 Promedio de la pérdida de volumen de los recubrimientos resultante de la prueba Pin sobre disco.</i>	114
<i>Tabla 4.27 Propiedades físicas, mecánicas y tribológicas de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica.</i>	114

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Esquema del proceso de aplicación de recubrimientos por proyección térmica.	4
Figura 2.2 (a) Principios de Formación de un recubrimiento. (b) Estructura laminar de un recubrimiento de 80Ni-20Cr obtenido por Oxígeno combustible de alta velocidad (HVOF) ^[5]	4
Figura 2.3. Clasificación de las técnicas de proyección térmica, de acuerdo a la fuentes de calentamiento del material a depositar ^[2]	5
Figura 2.4 Antorcha de proyección térmica por combustión.	8
Figura 2.5. Antorcha para proyección y fusión a gas ^[2]	9
Figura 2.6. Equipos de proyección de material en forma de polvo ^[2]	9
Figura 2.7 Defectos producidos en los recubrimientos en el proceso de proyección térmica. (a) Defectos estructurales. (b) Desprendimiento del recubrimiento.	11
Figura 2.8 (a) Estructura laminar o Splat, típica de la proyección térmica ^[9] . (b) Superficie de un recubrimiento de Al ₂ O ₃ – TiO ₂ , aplicado por proyección térmica por combustión (x350).	12
Figura 2.9 Representación esquemática de las irregularidades de una superficie ^[16]	15
Figura 2.10 Perfilometría de Recubrimientos aplicados por proyección térmica. (a) SiC-Ni. (b) SiC.	16
Figura 2.11 Representación esquemática de la medición de la rugosidad promedio Ra de una superficie.	16
Figura 2.12 Representación esquemática de la rugosidad Rq o Rrms de una superficie.	17
Figura 2.13 Ensayo de Microdureza Vickers. (a) Representación esquemática del indentador piramidal de base cuadrada usado para ensayo Vickers y un ejemplo de la indentación que este produce. (b) Indentaciones Vickers hechas a un acero inoxidable AISI/SAE 430 usando (de izquierda a derecha) 500, 300, 100, 50 y 10 gf a 250x ^[24]	20
Figura 2.14 Representación esquemática de un proceso de indentación ^[27]	21
Figura 2.15 Esquema de indentación de un material completamente elástico con un indentador piramidal, (a) Curva de Carga vs Desplazamiento, P-h. (b) Efectos de carga y descarga en el material ^[26]	22
Figura 2.16 Esquema de indentación de un material completamente plástico con un indentador piramidal, (a) Curva de Carga vs Desplazamiento, P-h. (b) Efectos de carga y descarga en el material ^[26]	22
Figura 2.17 Esquema de indentación de un material elastoplástico con un indentador piramidal, (a) Curva de Carga vs Desplazamiento, P-h. (b) Efectos de carga y descarga en el material ^[26]	23
Figura 2.18 Representación esquemática de la información disponible en una curva P-h en un proceso de indentación.	24
Figura 2.19 Esquema de la microestructura de una recubrimiento aplicado por proyección térmica, donde E _L es el módulo elástico longitudinal medido a lo largo de la dirección de proyección y E _T es el módulo elástico transversal ^[19]	26
Figura 2.20 Módulo elástico efectivo de modelos con varios poros, normalizado por el módulo de la matriz (E _m) y es mostrado en función del porcentaje de porosidad. Cada círculo representa un modelo de módulo de un recubrimiento individual, hay 48 modelos ^[19]	27
Figura 2.21 Modos de carga. (a) Modo I. (b) Modo II. (c) Modo III.	29
Figura 2.22 Geometría del contacto con indentador Vickers producido en materiales frágiles. (a) Corte a través de la impresión o huella (b) vista en planta de la impresión o huella, donde a es la longitud de la diagonal medida del centro de la indentación y C es la longitud de la grieta ^[35]	30
Figura 2.23 Algunos tipos de grietas producidos durante los procesos de indentación con indentadores tipo pirámide. (a) Formación de grietas tipo anillo, y diferencia en los patrones dependiendo de la cantidad de apilamiento en el sustrato. (b) Vista en planta de los patrones de grietas reportados en la literatura ^[35,36]	31
Figura 2.24 Esquema de los principales mecanismos de deformación durante la indentación de un sistema recubrimiento-sustrato ^[26]	32
Figura 2.25 Grietas en la sección transversal del recubrimiento de de NiAl-Al ₂ O ₃ aplicado por APS ^[36]	33

Figura 2.26 Representación esquemática de los mecanismos de propagación de las grietas en recubrimiento aplicados por proyección térmica. (a) Configuración inicial de la macrogrieta en la posición A. (b) Propagación de una pequeña microgrieta de la posición A a la posición B, dando como resultado una extensión en la macrogrieta C ^[38]	34
Figura 2.27 (a) Agrietamiento de un recubrimiento Cr ₃ C ₂ -NiCr, aplicado por HVOF. (b) Esquema del proceso de agrietamiento durante la indentación. Obsérvese la propagación de grieta que se facilita en la intercara entre partículas ^[41]	34
Figura 2.28 Agrietamiento después de la indentación en la sección transversal de recubrimientos de Cr ₃ C ₂ -20(NiCr) aplicados por (a) HVOF, (b) DS ^[42]	35
Figura 2.29 Diferencia entre (a) área aparente de contacto y (b) área real de contacto ^[16]	38
Figura 2.30 Características de un ensayo de fricción y desgaste ^[6]	40
Figura 2.31 Mecanismos de desgaste. (a) Abrasión. (b) Adhesión. (c) Fatiga Superficial. (d) Reacción triboquímica. (e) Erosión (desgaste por impacto). ^[26,45,46] (f) Cavitación ^[26,45,46]	42
Figura 2.32 Dos modos de desgaste por abrasión. (a) Desgaste de dos cuerpos. (b) Desgaste de tres cuerpos.....	43
Figura 2.33 Micromecanismos de desgaste por abrasión [45].....	44
Figura 2.34 Esencia del desgaste por abrasión.....	44
Figura 2.35 Modelo de remoción y desplazamiento de material dúctil en desgaste por abrasión ^[45]	45
Figura 2.36 Modelo de remoción en material frágil sometido a desgaste por abrasión.....	46
Figura 3.1 Metodología experimental.....	49
Figura 3.2 Antorchas de proyección térmica por combustión: a) Terodyn 2000 y b) Super Jet Eutalloy.....	51
Figura 3.3 Aplicación de recubrimientos con antorcha Terodyn 2000.....	53
Figura 3.4 Aplicación de recubrimientos con antorcha SuperJet Eutalloy, donde A es el dispositivo de paso de los polvos.....	53
Figura 3.5 Medida de la rugosidad. a) Rugosímetro Mitutoyo SP-201. b) Muestra en el proceso de medida de rugosidad de la superficie.....	55
Figura 3.6 Máquina de pin sobre disco utilizada para evaluar el desgaste de los recubrimientos.....	57
Figura 4.1 Imágenes de MEB para los polvos de níquel de referencia Proxon 21021.....	60
Figura 4.2 Difracción de Rx del polvo de níquel utilizado para la obtención de los recubrimientos. Los picos representan las siguientes fases: ◆=Ni (100), ●=Ni (200).....	60
Figura 4.3 Imagen de MEB realizada a los polvos de Alúmina – Óxido de Titanio (referencia 25060).....	61
Figura 4.4 Espectro obtenido en el análisis EDS de la muestra MetaCeram 25060.....	61
Figura 4.5 Difracción de Rx del polvo Alúmina – Óxido de Titanio. Los picos representan las siguientes fases: ◆=Al ₂ O ₃ ; ●=TiO ₂ ; ●=Al ₂ O ₃ .TiO ₂	62
Figura 4.6 Imagen de MEB realizada a los polvos de Níquel – Carburo de Tungsteno (referencia Tungtec 10112). Las partículas redondas corresponden a las partículas de níquel y las partículas de forma irregular corresponden a WC.....	63
Figura 4.7 Espectro obtenido en el análisis EDS del polvo de referencia Tungtec 10112.....	63
Figura 4.8 Difracción de Rx del polvo Níquel – Carburo de Tungsteno (WC) (Tungstec 10112). Los picos representan las siguientes fases: ◆= W ₂ C, ★=WC, ●= Ni y ●=Cr ₆ Ni ₁₆ Si ₇	64
Figura 4.9 (a) Micrografía obtenida por MEB de la sección transversal de la muestra M1. (b) Detalle de la zona en la cual se realizó análisis químico mediante EDS.....	65
Figura 4.10 Difracción de Rayos X al recubrimiento de Al ₂ O ₃ -TiO ₂ de la muestra M1. Los picos representan las siguientes fases: ◆=Al ₂ O ₃ en forma de Alúmina; ●= TiO ₂ en forma de Rutilo; ★=Al ₂ TiO ₅	66
Figura 4.11 Análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) a la capa de níquel aplicada con la antorcha Terodyn 2000.....	67
Figura 4.12 Micrografía por MEB de la sección transversal de la muestra M2.....	68
Figura 4.13 Análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) a la capa superior de la muestra M2. El área de zona analizada es de 40 μm x 40 μm.....	68
Figura 4.14 Análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) a la capa superior de la muestra M2. El área de zona analizada es de 40 μm x 40 μm.....	69

Figura 4.15 Micrografía por Microscopía Óptica (MO) de la sección transversal del recubrimiento de la muestra M2. A= Partículas de Carburo de Tungsteno, B= Poro. La zona resaltada en rojo muestra la colaboración de las partículas (A) para formar los poros del recubrimiento.....	69
Figura 4.16 Difracción de Rx de la Muestra M2. Los picos representan las siguientes fases: \blacklozenge = W_2C , \star =WC y \bullet = Ni.....	70
Figura 4.17 Micrografía por MEB de la sección transversal del recubrimiento de la muestra M3.72	
Figura 4.18 Análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) a la capa superior de la muestra M3. El área de zona analizada es de $40\ \mu m \times 40\ \mu m$	72
Figura 4.19 Análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) a la capa superior de la muestra M3. La zona analizada de EDS corresponde al punto A (Spectrum1).....	73
Figura 4.20 Resultados de los análisis de difracción de rayos x de la muestra M3. Los picos representan las siguientes fases: \blacklozenge = Al_2O_3 en forma de alúmina; \bullet = TiO_2 en forma de rutilo.....	73
Figura 4.21 Micrografía tomada por MEB de la sección transversal de la muestra M4.....	74
Figura 4.22 Análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) a la capa superior de la muestra M4. El área de zona analizada es de $40\ \mu m \times 40\ \mu m$	75
Figura 4.23 Resultado del análisis de Difracción de Rx de la muestra M4. Los picos representan las siguientes fases de Carburo de Tungsteno en forma de: \blacklozenge = W_2C , \star =WC, Níquel: \bullet = Ni y \bullet = $Cr_6Ni_{16}Si_7$	76
Figura 4.24 Programa desarrollado en Matlab para hallar la porosidad de la región de interés en cada tipo recubrimiento aplicado por proyección térmica.....	77
Figura 4.25 Obtención de las imágenes binarias de la región de interés para determinar la porosidad de la capa de $Al_2O_3-TiO_2$ y de la Capa Base de Níquel, en la muestra M1 con Matlab. Porosidad de la Capa de $Al_2O_3-TiO_2$: 46.57% y Porosidad de la Capa de Níquel: 5.97%.....	78
Figura 4.26 Obtención de las imágenes binarias de la región de interés para determinar la porosidad de la capa de Níquel-Carburo de Tungsteno y de la capa base de níquel, en la muestra M2 con Matlab. Porosidad de la capa Ni-WC (superior): 8.65% y porosidad de la capa de níquel (inferior): 6.25%.....	79
Figura 4.27 Obtención de las imágenes binarias de la región de interés para determinar la porosidad de la capa de $Al_2O_3-TiO_2$ y de la capa base de níquel, en la muestra M3 con Matlab. La porosidad de la capa de $Al_2O_3-TiO_2$ es de 31.65% y porosidad de la capa de níquel: 6.49% .	80
Figura 4.28 Obtención de las imágenes binarias de la región de interés para determinar la porosidad de la capa de Níquel-Carburo de Tungsteno y de la capa base de níquel, en la muestra M4 con Matlab. La porosidad de la capa de Ni-WC es de 5.73%.....	81
Figura 4.29 Comparación de la porosidad de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica de combustión con las antorchas Terodyn 2000 (M1 y M2) y con la antorcha SuperJet Eutalloy (M3 y M4) de la capa superior.	83
Figura 4.30 Comparación de la porosidad de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica de combustión con las antorchas Terodyn 2000 (M1 y M2) y con la antorcha SuperJet Eutalloy (M3 y M4) de la capa base (níquel).....	84
Figura 4.31 Probetas utilizadas para realizar el ensayo de adherencia: a) Muestras M1. b) Muestra M2. c) Muestra M3. d) Muestra M4. Cada probeta tiene un diámetro de 1 Pulg.....	85
Figura 4.32 Ensayo de adherencia en cada recubrimiento mediante la aplicación de una fuerza de tracción.....	85
Figura 4.33 Comparación de la adherencia promedio de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica por combustión con las antorchas Terodyn 2000 (M1, M2) y SuperJet Eutalloy (M3, M4).....	87
Figura 4.34 Comparación de las microdurezas de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica de combustión con las antorchas Terodyn 2000 (M1 y M2) y con la antorcha SuperJet Eutalloy (M3 y M4).....	91
Figura 4.35 Micrografía de una huella representativa de las indentaciones Knoop utilizadas para obtener el módulo de elasticidad de los recubrimientos de $Al_2O_3-TiO_2$ aplicados con Terodyn 2000. Las indentaciones Knoop fueron realizadas a 100g durante 15 s.....	93
Figura 4.36 Micrografía de una huella representativa de las indentaciones Knoop utilizadas para obtener el módulo de elasticidad de los recubrimientos de Ni-WC aplicados con Terodyn 2000. Las indentaciones Knoop fueron realizadas a 100g durante 15 s.....	95

Figura 4.37 Micrografía de una de las huellas representativas de las indentaciones Knoop utilizadas para obtener el módulo de elasticidad de los recubrimientos de $Al_2O_3-TiO_2$ aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy. Las indentaciones Knoop fueron realizadas a 100g durante 15 s.....	96
Figura 4.38 Micrografía de una de las huellas más representativa de las indentaciones Knoop utilizadas para obtener el módulo de elasticidad de los recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy. Las indentaciones Knoop fueron realizadas a 100g durante 15 s....	97
Figura 4.39 Comparación del módulo de elasticidad promedio de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica de combustión con las antorchas Terodyn 2000 (M1 y M2) y con la antorcha SuperJet Eutalloy (M3 y M4).	98
Figura 4.40 Esquema de la formación de las grietas a través de las laminillas (splats) de un recubrimiento aplicado por proyección térmica, después de una indentación Vickers.....	99
Figura 4.41 Micrografía de una de las indentaciones Vickers realizadas en la sección transversal de la muestra M1 a una carga de 200g durante 15 seg. para inducir la propagación de las grietas. Las grietas formadas (indicadas con una fecha) fueron medidas desde el centro de la indentación y evaluadas con el criterio de Palmqvist para realizar el cálculo de la tenacidad a la fractura (K_{IC}) del recubrimiento.....	100
Figura 4.42 Micrografía de una de las indentaciones Vickers realizadas en la sección transversal de la muestra M2 a una carga de 300g durante 15 s. para inducir la propagación de las grietas. Las grietas formadas (indicadas con una fecha) fueron medidas desde el centro de la indentación y evaluadas con el criterio de Palmqvist para realizar el cálculo de la tenacidad a la fractura (K_{IC}) del recubrimiento.....	101
Figura 4.43 Micrografía de una de las indentaciones Vickers realizadas en la sección transversal de la muestra M3 a una carga de 100g durante 15 s. para inducir la propagación de las grietas. Las grietas formadas (indicadas con una fecha) fueron medidas desde el centro de la indentación y evaluadas con el criterio de Palmqvist para realizar el cálculo de la tenacidad a la fractura (K_{IC}) del recubrimiento.....	103
Figura 4.44 Micrografía de una de las indentaciones Vickers realizadas en la sección transversal de la muestra M4 a una carga de 300g durante 15 s. para inducir la propagación de las grietas. Las grietas formadas (indicadas con una fecha) fueron medidas desde el centro de la indentación.....	104
Figura 4.45 Comparación de la Tenacidad de la fractura de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica con la antorcha Terodyn 2000 (M1 y M2) y con la antorcha SuperJet Eutalloy (M3 y M4).	106
Figura 4.46 Superficie de la muestra M1 antes del ensayo de desgaste.....	106
Figura 4.47 Variación del coeficiente de fricción con la distancia recorrida a una carga de 0.5 MPa. Las tres curvas corresponden a pines del recubrimiento (M1) contra el disco de polietileno. Las condiciones iniciales de rugosidad se muestran en la Tabla 4.20.....	107
Figura 4.48 Superficie del recubrimiento de Ni-WC aplicado con Terodyn 2000 antes del ensayo de desgaste.	108
Figura 4.49 Variación del coeficiente de fricción con la distancia recorrida a una carga de 0.5 MPa. Las tres curvas corresponden a pines del recubrimiento (M2) contra el disco de polietileno. Las condiciones iniciales de rugosidad se muestran en la Tabla 4.21.....	109
Figura 4.50 Superficie del recubrimiento de $Al_2O_3-TiO_2$ aplicado con la antorcha SuperJet Eutalloy antes del ensayo de desgaste.....	109
Figura 4.51 Variación del coeficiente de fricción con la distancia recorrida a una carga de 0.5 MPa. Las tres curvas corresponden a pines del recubrimiento (M3) contra el disco de polietileno. Las condiciones iniciales de rugosidad se muestran en la Tabla 4.22.....	110
Figura 4.52 Superficie del recubrimiento de Ni-WC aplicado con la antorcha SuperJet Eutalloy antes del ensayo de desgaste.	111
Figura 4.53 Variación del coeficiente de fricción con la distancia recorrida a una carga de 0.5 MPa. Las tres curvas corresponden a pines del recubrimiento (M4) contra el disco de polietileno. Las condiciones iniciales de rugosidad se muestran en la Tabla 4.23.....	112
Figura 4.54 Comparación de la pérdida de volumen de los recubrimientos. Los valores sobre las columnas representa la rugosidad promedio (R_a) antes de iniciar la prueba de desgaste.....	113

1. INTRODUCCIÓN

La demanda de materiales más resistentes y de mejores propiedades para aplicaciones en procesos industriales en condiciones de desgaste, ambientes corrosivos y expuestos a altas temperaturas, cada vez está creciendo y gracias a los avances en el campo de la ingeniería de superficies se han desarrollado una amplia gama de procesos que permiten satisfacer este tipo de necesidades, aun en las condiciones más agresivas.

Dentro de procesos industriales en los cuales se requiere de alto desempeño de la superficie de los materiales se puede citar el de obtención de pellets y piezas de polietileno, en el cual, las herramientas de corte y conformado que se encargan de cortar el espagueti que sale de la extrusora o los dados de extrusión, sufren un desgaste severo en corto tiempo debido a las condiciones a las que se realiza el proceso, perdiendo su capacidad de corte y disminuyendo la calidad del producto obtenido, lo que genera pérdidas en la productividad del proceso y disminución de la competitividad del polietileno con productos similares que son importados.

Hace varios años se viene estudiando las causas del deterioro acelerado de las herramientas de corte y conformado de polietileno en busca de opciones a este problema, dentro de las cuales se plantea el uso de tratamientos superficiales de los materiales afectados, específicamente, mediante la aplicación de recubrimientos duros.

Como alternativa tecnológica en esta tesis se estudiaron los recubrimientos duros de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y WC-Ni depositados mediante proyección térmica, los cuales fueron caracterizados en laboratorio para determinar la influencia de sus propiedades físicas y mecánicas en su comportamiento tribológico, con el fin de seleccionar el recubrimiento de mejor desempeño en el proceso de corte de polietileno.

Con el desarrollo de esta tesis se espera contribuir al entendimiento de la influencia de las propiedades físicas y mecánicas, en el comportamiento tribológico de recubrimientos aplicados por proyección térmica y además hacer un diagnóstico de los recubrimientos obtenidos en la Universidad de Antioquia que permitirán, aumentar la vida útil de componentes y desarrollar su uso en diversas aplicaciones industriales sobre todo en la industria Colombiana.

El contenido de esta tesis consta de cuatro partes:

En la primera parte se realiza todo el desarrollo teórico que está plasmado en el Capítulo 2. En este capítulo se hace una breve descripción teórica de la técnica de proyección térmica enfocándose en el proceso de proyección por llama (flame spray). Posteriormente, se hace una descripción de las propiedades físicas (microestructura y

porosidad), mecánicas (dureza, módulo de elasticidad y tenacidad a la fractura) y tribológicas de recubrimientos obtenidos por esta técnica.

En la segunda parte se realiza una descripción de la metodología utilizada para la realización de la tesis que consta de la preparación y caracterización de los sustratos, la caracterización morfológica y química de los polvos utilizados para obtener los recubrimientos, la aplicación de los recubrimientos por la técnica de proyección térmica por llama o combustión, y finalmente, la caracterización físico-química, mecánica y tribológica de los recubrimientos obtenidos.

En la tercera parte, que contiene el capítulo 4, se realiza la descripción, discusión y análisis de los resultados, entre ellos: la caracterización química del sustrato AISI O1 utilizado, la caracterización morfológica y química de los polvos empleados para obtener los recubrimientos, así como la caracterización físico-química, mecánica y tribológica de los recubrimientos obtenidos.

La cuarta parte consta del: capítulo 5, donde se concluye acerca de los aspectos más relevantes de este trabajo y en el capítulo 6 se realizan algunas recomendaciones para continuar en este campo de estudio.

2. MARCO TEÓRICO

En este capítulo se hace una breve descripción de la técnica de proyección térmica enfocándose en el proceso de proyección por llama (flame spray). Posteriormente, se hace una descripción de las propiedades físicas, mecánicas y tribológicas de recubrimientos obtenidos por esta técnica.

La demanda de un mejor rendimiento y aumento de la vida útil en componentes y dispositivos de máquinas que están sometidos a altas exigencias, está continuamente creciendo y como consecuencia de estos requerimientos, se ha avanzado en los últimos años en el estudio de una alternativa de solución como lo son los recubrimientos aplicados por proyección térmica representando una opción para aumentar el desempeño de los materiales ^[1].

Con la técnica de proyección térmica se pueden obtener recubrimientos con un espesor que puede oscilar entre 50 y unos cientos de micrómetros, que pueden ser de alta dureza, y que se depositan sobre materiales con el fin de mejorar sus propiedades o el desempeño superficial bajo condiciones de desgaste, no obstante, su uso como medio de protección ante la corrosión, el deterioro por alta temperatura y como medio de restauración dimensional de piezas y componentes de equipos es cada vez más importante ^[2,3]. La condición de alta dureza que debe cumplir este tipo de recubrimientos hace que la gran mayoría sean producidos a partir de compuestos cerámicos tales como carburos, nitruros, óxidos, cermets y algunos materiales metaestables.

A continuación se hace una descripción de los aspectos más importantes del proceso de proyección térmica y de los recubrimientos obtenidos a través de esta.

2.1 PROYECCIÓN TÉRMICA

La proyección térmica* es una técnica de aplicación de recubrimientos que es considerada como una potencial alternativa para proteger componentes de máquinas y dispositivos que están sometidos a altas exigencias en ambientes de desgaste, corrosión y a altas temperaturas ^[4]. El uso de la proyección térmica para la aplicación de recubrimientos duros se debe principalmente a la versatilidad de esta técnica y a la disponibilidad de un buen número de materiales a depositar, lo que permite aplicar recubrimientos de composición química variada, sobre sustratos de diferente tamaño y forma.

En la técnica de proyección térmica se basa en el calentamiento del material (en forma de polvo o alambre) hasta fundirlo o semifundirlo y luego propulsarlo a una alta velocidad

* También esta técnica es conocida como Termo rociado, Aspersión Térmica, Metalización o mundialmente conocida en inglés como Thermal Spray.

hacia el material a recubrir para asegurar una buena adherencia y apilamiento de las partículas, hasta formar el recubrimiento cuyas propiedades dependen de la energía térmica y cinética utilizada en el proceso, así como de la solidificación y/o sinterización de las partículas proyectadas [2]. En la Figura 2.1 se observa las etapas para la obtención de un recubrimiento aplicado por proyección térmica.

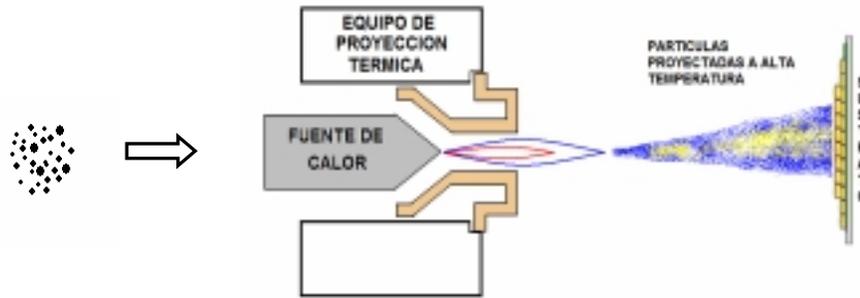


Figura 2.1. Esquema del proceso de aplicación de recubrimientos por proyección térmica.

Una vez que las partículas son calentadas y proyectadas adoptan una forma esférica, pero al impactar con el sustrato o entre sí, adquieren forma laminar o de disco que les permite apilarse con facilidad conformando una estructura laminar o de finos granos equiaxiales [2,3] (Ver Figura 2.2).

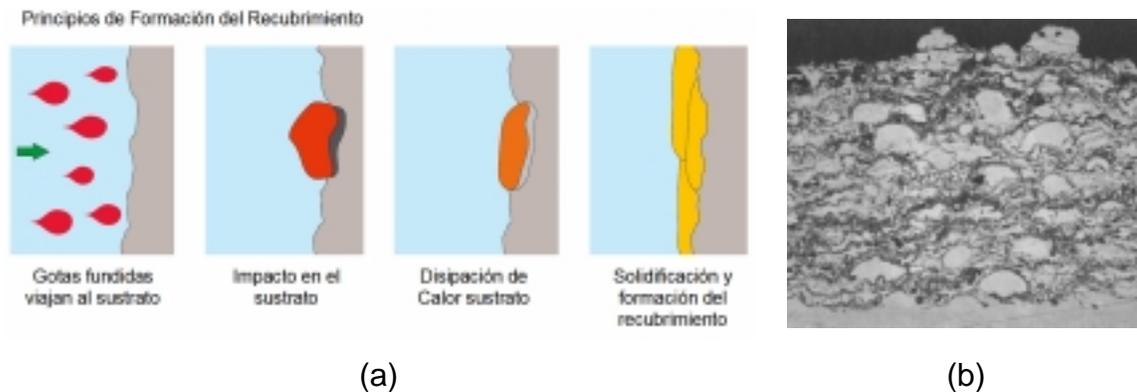


Figura 2.2 (a) Principios de Formación de un recubrimiento. (b) Estructura laminar de un recubrimiento de 80Ni-20Cr obtenido por Oxígeno combustible de alta velocidad (HVOF) [5].

En la actualidad las técnicas más utilizadas para la aplicación de recubrimientos mediante proyección térmica son:

- Proyección térmica mediante llama (Flame Spray).
- Antorcha de detonación o D – Gun TM (Detonation Spray).
- Proyección térmica a partir de oxígeno combustible a alta velocidad (HVOF).
- Proyección térmica por arco eléctrico.
- Proyección térmica mediante plasma (Plasma Spray) [2].

Cada una de estas técnicas se diferencia en el tipo y magnitud de la energía térmica utilizada para el calentamiento del material a aplicar y de la energía cinética que se utiliza para su propulsión de las partículas fundidas o semifundidas hacia el sustrato, por lo que se pueden clasificar de acuerdo como la energía térmica es suministrada, como puede observar en la Figura 2.3.

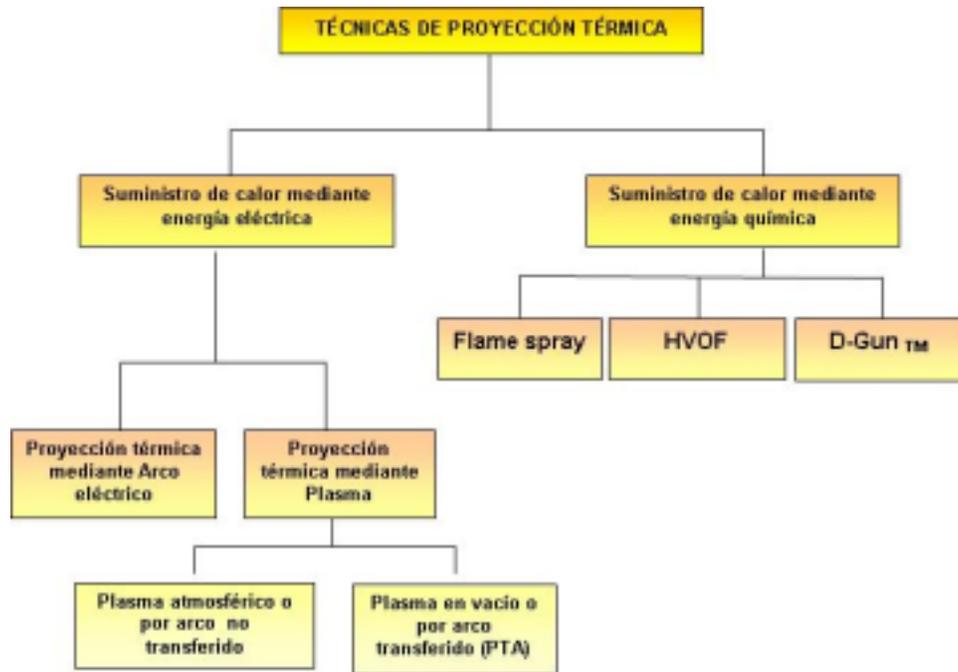


Figura 2.3. Clasificación de las técnicas de proyección térmica, de acuerdo a la fuentes de calentamiento del material a depositar ^[2].

La selección de una técnica apropiada de proyección térmica es típicamente determinada por los requerimientos de desempeño del recubrimiento, del material deseable en el recubrimiento, de factores económicos y del tamaño y transporte de los dispositivos ^[6].

Entre las ventajas más destacables de la proyección térmica se encuentran:

- Gran diversidad de materiales que pueden ser proyectados.
- Puede recubrirse cualquier tipo de material, piezas de tamaños y formas muy diferentes.
- Obtención de capas finas de recubrimiento.
- El sustrato no sufre modificaciones ni en su forma ni en sus propiedades mecánicas, salvo un aumento de su dureza cerca a la superficie (aprox. 125 μm).
- Los procesos son flexibles en cuanto a su posición de operación y el medio en el que se aplica. Estos procesos también son fácilmente reproducibles.
- Es un proceso fácilmente automatizable.
- Pueden recuperarse componentes desgastados ^[7].

En la Tabla 2.1 muestra una comparación de las propiedades que pueden obtenerse en los recubrimientos en función de los procesos de proyección térmica y del material empleado.

Tipo de Recubrimiento	PROYECCIÓN TÉRMICA				
	Por Combustión (Alambre)	Por Combustión (Polvo)	HVOF	Por Arco Eléctrico (Alambre)	Plasma
Temperatura de la Fuente de Calor, 10 ³ °C					
Toda Clase de Recubrimientos	3	3	2-3	N/A	12-16
Adherencia MPa					
Metales Ferrosos	14-28	14-21	48-62	28-41	22-34
Metales No-Ferrosos	7-34	7-34	48-62	14-28	14-28
Cerámicos	-----	14-32	-----	-----	21-41
Carburos	-----	34-48	+83	-----	55-69
Densidad, % equivalente al material sólido					
Metales Ferrosos	85-90	85-90	95-98+	85-95	90-95+
Metales No-Ferrosos	85-90	85-90	95-98+	85-95	90-95+
Cerámicos	-----	80-95	-----	-----	90-95+
Carburos	-----	85-90	95-98+	-----	90-95+
Dureza					
Metales Ferrosos	84R _b -35R _c	80R _b -35R _c	90R _b -45R _c	80R _b -40R _c	80R _b -40R _c
Metales No-Ferrosos	90R _b -40R _c	30R _b -20R _c	100R _b -55R _c	40R _b -35R _c	45R _b -55R _c
Cerámicos	-----	40-65R _c	-----	-----	45-65R _c
Carburos	-----	45-55R _c	55-72R _c	-----	50-65R _c

Tabla 2.1 Propiedades de recubrimientos obtenidos por proyección térmica en función de sus procesos de aplicación ^[7].

En la Tabla 2.2 se muestra una comparación de las características generales de los diferentes sistemas de proyección y de los recubrimientos obtenidos.

Tipo de Sistema	Temperatura de salida de la llama, arco o plasma (°C)	Transferencia de calor al sustrato (°C)	Velocidad de impacto de la partícula (m/s)	Contenido de óxidos (%)	Porosidad (%)	Adherencia
Detonación (D-Gun)	3000	20-150 Max.	800-1000	0,1	0,1-1	Extremadamente alta
Jet (HVOF)	2500-3100	500-700	500-800	0,2	1-10	Muy alta
Plasma Spray	5500-8300	700-1000	200-600	0,1-1	1-10	Muy alta
Wire Arc	4000-6000	500-800	240	0,5-3	10-20	Alta
Flame Spray	2500-3000	500-700	30-180	4-6	10-30	Baja

Tabla 2.2 Comparación de los parámetros de proyección térmica.

De las técnicas de proyección térmica, el proceso que utiliza la combustión (Flame spray) es la más seleccionada, versátil y económica ^[8], a pesar de las desventajas que tiene como el porcentaje de poros y adherencia con respecto a las otras técnicas de proyección térmica.

2.1.1 PROYECCIÓN TÉRMICA MEDIANTE COMBUSTIÓN (FLAME SPRAY)

La técnica de proyección térmica por combustión convencional fue el primer proceso desarrollado (1910) y aún sigue siendo usado. Las modernas antorchas han cambiado poco desde el año 1950. ^[9] y esta técnica aprovecha la temperatura que se alcanza por la combustión de una mezcla gaseosa para calentar el material el cual es simultáneamente proyectado sobre el sustrato para formar el recubrimiento. La llama utilizada para el calentamiento del material a depositar es producida por una mezcla de oxígeno y gas combustible generalmente acetileno, propano, propileno o metilacetilenopropadieno, en proporciones que van desde 1/1 hasta 1.1/1, lo cual genera atmósferas desde carburantes hasta oxidantes y temperaturas de la llama entre 3273 a 3623 °C. ^[2]

El material de fabricación del recubrimiento puede estar en forma de finas partículas (polvo) o de alambre, y una vez calentado es proyectado sobre el sustrato a una velocidad entre 80 y 100 m/s, manteniendo una distancia de la antorcha al sustrato que varía entre 120 y 250 mm, con un ángulo de 90° y en una atmósfera de aire ^[9] (Ver Figura 2.4).

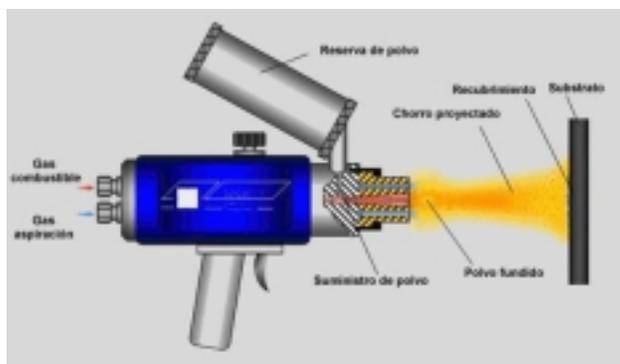


Figura 2.4 Antorcha de proyección térmica por combustión.

Los recubrimientos obtenidos mediante esta técnica alcanzan espesores que generalmente varían entre 100 y 250 μm (inclusive un espesor mayor) y tienen porosidad entre 10 y 20% en volumen y el esfuerzo de adhesión y cohesión que se puede obtener es relativamente menor que el logrado por las otras técnicas de proyección térmica; sin embargo, mediante una buena preparación del sustrato y una adecuada selección del material a depositar en lo que respecta a forma y granulometría permite obtener valores de adherencia de hasta 60 MPa ^[10].

Los equipos utilizados en la proyección térmica por combustión se clasifican de acuerdo a las características del material a depositar y de las condiciones de calentamiento y proyección de las partículas que conforman el recubrimiento. Según estos factores los equipos de proyección térmica por combustión se clasifican en:

- Proyección y fusión a gas (Spray & Fuse).
- Proyección de material cerámico en forma de varillas (Ceramic Rod Flame Spraying).
- Proyección de polvo (Powder Flame Spraying).

2.1.1.1 TÉCNICAS DE PROYECCIÓN Y FUSIÓN A GAS

2.1.1.1.1 Equipos de proyección y fusión a gas (spray & fuse)

Los equipos de proyección y fusión a gas funcionan con una mezcla de acetileno y oxígeno como fuente de energía y con material de aporte en forma de polvo; están dotados de un venturi que produce la succión necesaria para introducir el polvo desde un depósito colocado en la misma antorcha. La cantidad de material alimentado es controlado con una válvula manual y posteriormente es arrastrado por los gases hasta la boquilla, donde alcanza el cono de la llama y se funde gracias a su pequeño tamaño (malla 140 o más fino); finalmente las partículas proyectadas alcanzan la pieza la cual debe ser precalentada por la misma llama produciéndose una unión fuerte entre el sustrato y la capa base que debe ser de una aleación metálica rica en níquel; en algunos casos esta unión es completamente metalúrgica y con unas características muy similares a las de la soldadura a gas. Para esta técnica existen equipos con los que se producen

recubrimientos con características diferentes, determinadas por variaciones en diseño del equipo que repercuten en el flujo de material de aporte, calor de la llama, velocidad con la que se puede recubrir un área determinada, entre otras. Ver Figura 2.5.

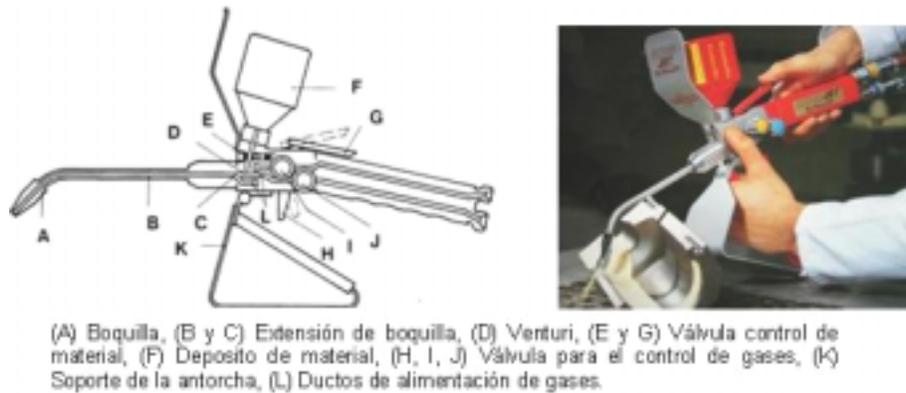


Figura 2.5. Antorcha para proyección y fusión a gas ^[2].

2.1.1.1.2 Equipos de Proyección de Material en Forma de Polvo (Powder Flame Spraying)

En este tipo de equipos el material utilizado para depositar el recubrimiento es suministrado en forma de polvo y es alimentado a la antorcha desde un depósito colocado en la parte superior de esta y aspirado por la succión creada por parte el oxígeno al pasar por un venturi, o desde un alimentador externo, el cual mejora el flujo del polvo y lo alimenta a la antorcha a través de una manguera ^[2]. El polvo es transportado hasta la llama donde se funde y es proyectado hacia el sustrato por los gases de combustión y en algunos casos con la ayuda de aceleradores o jets de aire que aumentan la velocidad de las partículas. Ver Figura 2.6.

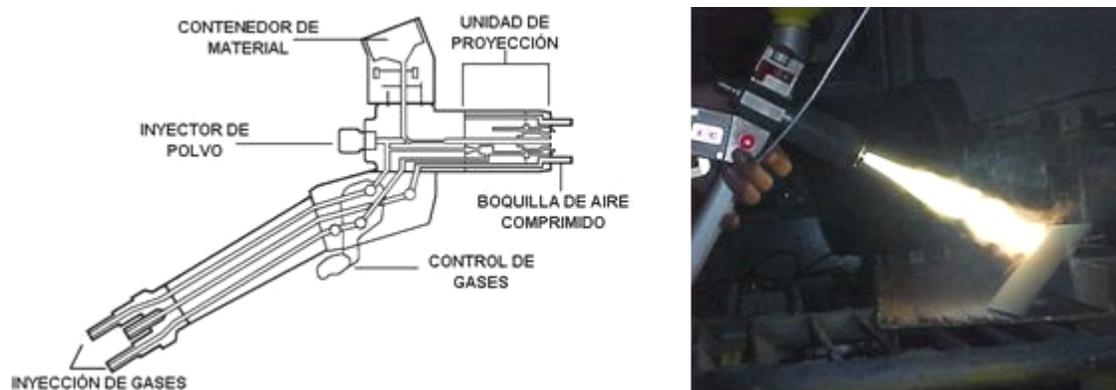


Figura 2.6. Equipos de proyección de material en forma de polvo ^[2].

A pesar de la alta porosidad obtenida en los recubrimientos depositados con este tipo de antorchas (hasta del 10% en volumen o mayores), a causa de la baja velocidad con que son proyectadas las partículas y que no están diseñados para fusión posterior del recubrimiento, son utilizados para depositar materiales cerámicos, con el fin de recuperar dimensionalmente y mejorar la resistencia superficial de superficies desgastadas, gracias a su versatilidad operacional y a la alta velocidad de aplicación del recubrimiento ^[2].

2.2 PROPIEDADES DE LOS RECUBRIMIENTOS APLICADOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA

Es necesario conocer las propiedades de los recubrimientos aplicados por proyección térmica y entender la relación que pueden tener estas con su desempeño en las condiciones en las que van a ser utilizados.

También es importante conocer cuales son los parámetros del proceso que tienen que ser aplicados para obtener propiedades determinadas, debido a que las propiedades de los recubrimientos dependen de la magnitud de la energía térmica y energía cinética, la interacción de esta energía con el material particulado y la interacción de las partículas con el sustrato utilizados en el proceso ^[10].

Es por esto, que uno de los principales intereses en investigación es conseguir las variables óptimas del proceso para poder obtener un determinado recubrimiento con buenas propiedades, para que se desempeñe y cumpla con una determinada función en el ámbito industrial. Las principales variables del proceso de la proyección térmica son:

- En cuanto a la antorcha (equipo para la aplicación), hay que tener en cuenta la geometría de la antorcha (diámetro de la boquilla), composición y flujo de los gases.
- En cuanto a la corriente de proyección se debe tener en cuenta el perfil de temperatura, velocidad de la corriente, distancia de proyección y el ambiente.
- En cuanto al material de alimentación (polvo) se debe tener en cuenta el tamaño y forma de las partículas, así como las propiedades físicas y químicas del material de alimentación.
- En cuanto al sustrato se debe tener en cuenta su rugosidad, la temperatura de precalentamiento, su coeficiente de dilatación térmica y las propiedades físicas y químicas del sustrato.

Cuando la energía total (cinética + térmica) o las variables mencionadas no son adecuadas, se pueden producir defectos como porosidad y partículas sin fundir, lo que afectaría su desempeño, especialmente ante la aplicación de esfuerzos sobre los recubrimientos, cuando son sometidos a contacto con otra superficie. Por otro lado, si la velocidad de enfriamiento después de aplicado el recubrimiento no es controlada adecuadamente, los esfuerzos residuales formados pueden generar grietas en su estructura o su desprendimiento del sustrato ^[2]. En la Figura 2.7 se muestran los defectos estructurales que se presentan en los recubrimientos depositados por proyección térmica

y el desprendimiento de un recubrimiento que puede ser ocasionado por los esfuerzos residuales y por la diferencia en los coeficientes de dilatación térmica entre el recubrimiento y el sustrato. También los defectos estructurales son característicos de cada técnica de proyección térmica como se fue observado en la Tabla 2.2.

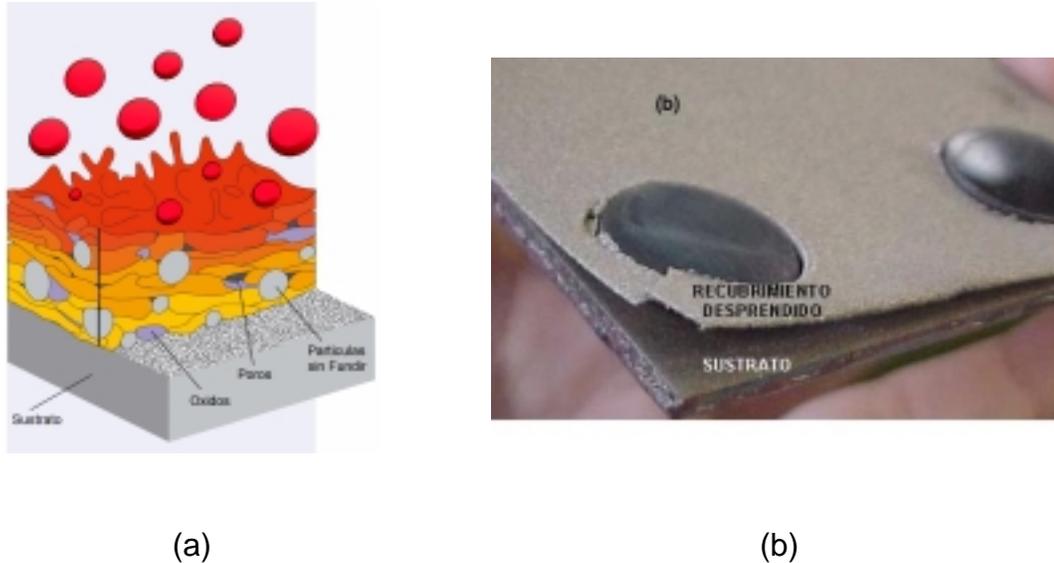


Figura 2.7 Defectos producidos en los recubrimientos en el proceso de proyección térmica. (a) Defectos estructurales. (b) Desprendimiento del recubrimiento.

2.2.1 PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS APLICADOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA

2.2.1.1 MICROESTRUCTURA

La investigación de la microestructura es un paso intermedio y necesario entre el procesamiento de los recubrimientos y el logro de buenas propiedades para una determinada aplicación. La descripción completa de la microestructura de un recubrimiento debería contener la siguiente información:

- Composición química a nivel macro y micro.
- Morfología de las partículas fundidas y su orientación.
- Defectos, tales como poros o segundas fases o inusualmente descripción de micro defectos como el contenido y distribución de las fallas de apilamiento o dislocaciones.
- La distribución de las características anteriores a diferentes profundidades del recubrimiento ^[10].

Las características microestructurales de un recubrimiento aplicado por proyección térmica combinadas con otras características (como propiedades mecánicas, tribológicas, etc.) determina las propiedades de recubrimiento y éstas abarcan la estructura de: partículas laminares, partículas no fundidas o resolidificadas, poros, inclusiones de

óxidos, fases, grietas e interfases de enlace. Así estos recubrimientos constan de una estructura densa y resistente, altamente anisotrópica, consistente en la unión de partículas fundidas en forma laminar (“splats”) que se orientan paralelamente a la superficie del sustrato y otra que consta de los espacios vacíos o poros y las grietas interlaminares presentes en éste ^[11].

2.2.1.1.1 Splat

“Splat” es un término dado a la estructura aplanada que se obtiene cuando las partículas proyectadas golpean al sustrato como se muestra en la Figura 2.8(a). Muchas de estas láminas se traslapan y se adhieren unas con otras, solidificándose y formando el recubrimiento. Así, es como el Splat, es la estructura básica de la construcción de un recubrimiento depositado por proyección térmica que son creadas cuando las partículas son fundidas y aceleradas e impactan en una superficie preparada. Las gotas fundidas que llegan son generalmente esféricas, y al impactar con la superficie del sustrato se extienden y llenan los intersticios subyacentes (espacios). Si estos intersticios no son llenados quedan espacios entre las laminillas, lo que se va a convertir en poros que van a hacer parte del recubrimiento ^[9]. En la Figura 2.8(b) se muestra la estructura laminar superficial de un recubrimiento de $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ aplicado por proyección térmica por combustión de oxígeno-acetileno.

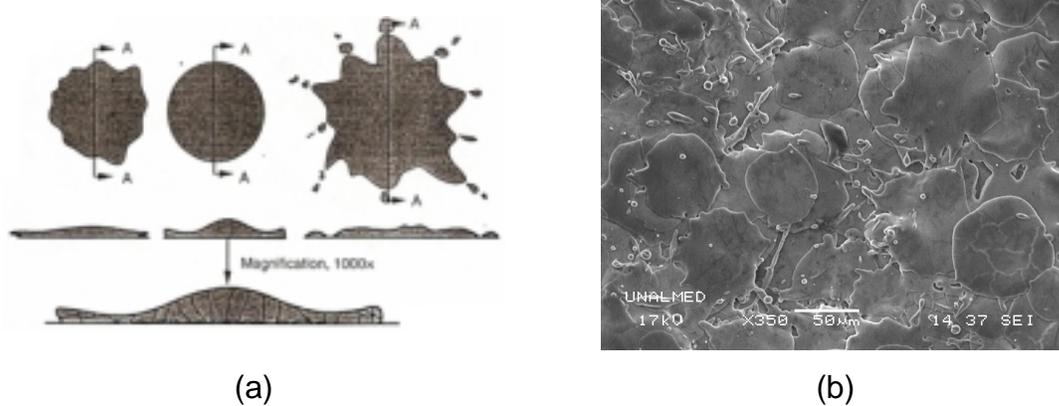


Figura 2.8 (a) Estructura laminar o Splat, típica de la proyección térmica ^[9]. (b) Superficie de un recubrimiento de $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$, aplicado por proyección térmica por combustión (x350).

La forma de las laminillas en la microestructura de un recubrimiento es un indicativo del grado de fusión logrado por las partículas. En el proceso de proyección térmica, cuando la velocidad de las partículas aumenta y/o la viscosidad disminuye entonces el grado de esparcimiento de las laminillas se incrementa. Esto refleja aparentemente, que un alto aplanamiento de las partículas formará un recubrimiento con baja rugosidad superficial, mientras que un bajo aplanamiento de las partículas formará un recubrimiento con una alta rugosidad. De acuerdo con Vardelle, cuando la velocidad y temperatura de la partícula aumentan, el grado de aplanamiento de las partículas incrementa ^[12]. Con todo lo anterior, establece que el grado de aplanamiento y de fusión de las partículas laminares

(splats) en los recubrimientos determina la cohesión, porosidad y subsecuentes propiedades del recubrimiento ^[9].

Otro efecto que tiene las partículas cuando impactan contra el sustrato, es que durante su solidificación y posterior enfriamiento, la partícula experimenta múltiples esfuerzos térmicos que afectan la adhesión entre ellas y por ende la integridad estructural del recubrimiento. Además, estos esfuerzos se pueden convertir en esfuerzos residuales que va a influir en las propiedades mecánicas, tribológicas, a la corrosión y a la fatiga del recubrimiento. Los procesos de aplicación se caracterizan por calentar y proyectar el material y luego impactar las partículas fundidas o semifundidas formando laminillas por la solidificación y apilación de éstas sobre el sustrato. Estas pequeñas partículas se solidifican rápidamente debido a que chocan con una gran masa y área del sustrato y el calor es liberado rápidamente transfiriéndolo a éste y al ambiente. Un claro ejemplo son las altas velocidades de solidificación para los metales que están entre de 10^5 a 10^8 °C/s.

En la mayoría de los recubrimientos, las propiedades son las mismas en los planos $x - y$, paralelos a la superficie del sustrato. Sin embargo, en el plano z , perpendicular a la superficie del sustrato, las propiedades varían significativamente con las propiedades de los planos $x - y$ ^[9], por lo que se considera que su comportamiento es anisotrópico.

2.2.1.1.2 Porosidad

La porosidad es otra característica importante que influye fuertemente en las propiedades finales del recubrimiento. En la mayoría de casos es considerada perjudicial por disminuir las propiedades, sobre todo las propiedades mecánicas. En la microestructura de los recubrimientos, las laminillas que no tienen una totalidad de contacto entre ellas mismas, forman regiones de no contacto, que según R.S. Lima son poros físicamente reducidos poros con tamaños aproximadamente entre 0.01-0.1 μm y con áreas reales de contacto de un 20% ^[12]. De acuerdo a esto, estos poros reducidos y los poros que forman las laminillas (splats) van a influir como concentradores de esfuerzos y van a ocasionar en el recubrimiento que las propiedades mecánicas disminuyan, es por eso que es muy importante controlar o poder disminuir el porcentaje de poros y aumentar el área real de contacto de las laminillas para obtener buenas propiedades mecánicas ^[12]. Esto quiere decir, que hay una influencia de los factores microestructurales en las propiedades mecánicas del recubrimiento, donde el comportamiento mecánico es determinado por el grado de contacto entre las laminillas o por la fuerte cohesión que tengan estas laminillas y por la adhesión entre las laminillas con el sustrato. Es lógico que otros factores estructurales como óxidos (en un recubrimiento metálico) o partículas sin fundir, también van a influir en el comportamiento mecánico de los recubrimientos, por la misma situación, actuarían como concentradores de esfuerzos.

Con respecto a la influencia en otras propiedades, la porosidad crea una pobre cohesión entre los splats que permite tasas de desgaste y de corrosión más altas. La pobre cohesión entre las partículas o laminillas conduce a un prematuro agrietamiento, delaminación y descascaramiento del recubrimiento. Una porosidad abierta puede interconectar el

recubrimiento con el sustrato, permitiendo que sustancias corrosivas ataquen no sólo al recubrimiento si no también al sustrato. También, la porosidad disminuye la dureza y contribuye a un pobre acabado superficial, así disminuirá la resistencia al desgaste de recubrimientos sometidos a estas condiciones y generará fragmentos de este que comenzarán a actuar como agentes abrasivos, incrementando así las tasas de desgaste. Para evitar esto, en muchas aplicaciones, la superficie dejada por el proceso de aplicación debe ser rectificadas antes de ponerlo en servicio.

Un número de estudios han conducido a establecer que el análisis de imagen (AI) es un método confiable de caracterización de la porosidad en recubrimientos aplicados por proyección térmica ^[13,14]. Considerando límites en la resolución de las imágenes, la porosidad en una microestructura puede ser fácilmente detectada por análisis de imágenes, debido al alto grado de contraste entre las zonas oscuras (poros) y las zonas más reflectantes que hacen parte de la sección transversal del recubrimiento. Fowler et al. demostró que los análisis de imágenes son reproducibles y puede detectar y medir características microestructurales (poros, grietas, etc) a recubrimientos aplicados por proyección térmica. La confiabilidad de estos métodos para determinados experimentos y condiciones metalográficas fue estadísticamente probado, proporcionando un nivel de confianza del 95% ^[13]. Los resultados obtenidos ^[13] demuestran que la tendencia obtenida usando AI son consistentes con las obtenidas usando la técnica de Barrido de neutrones con un pequeño ángulo (SANS, por sus siglas en ingles: Small Angle Neutron Scattering), una de las técnicas más confiable, avanzada y costosa que determina la distribución del área superficial de las grietas, poros interlaminares y poros esféricos incluso a escala nanométrica ^[13,15].

2.2.1.1.3 Inclusiones de Óxidos.

Las inclusiones de óxidos se producen en recubrimientos metálicos y generalmente tienen aspecto de fases oscuras, son alargados y se encuentran orientados paralelamente a la interfaz con el sustrato.

Los óxidos son producidos por la interacción entre partícula/atmósfera y/o el calor de la superficie del recubrimiento durante su aplicación. La interacción de las partículas calientes con su ambiente circundante, generalmente aire, conduce a películas del óxido y/o películas de nitruros (en el caso de los recubrimientos depositados por plasma) en superficie de la partícula ^[9].

Si hay demasiada concentración de óxidos conectados, estos pueden interferir con la cohesión entre las laminillas conduciendo a disminución de la fuerza cohesiva de la capa. Las inclusiones del óxido o del nitruro a menudo se consideran perjudiciales para el desempeño que va tener el recubrimiento metálico, sin embargo, en algunos usos se desean las inclusiones de óxido y/o de nitruros, porque pueden aumentar resistencia al desgaste o bajar conductividad térmica del recubrimiento.

2.2.1.2 SUPERFICIE DE LOS RECUBRIMIENTOS

Las superficies en ingeniería están lejos de ser idealmente suaves, y estas exhiben más o menos una determinada rugosidad. Uno de los conceptos que se usa para describir las irregularidades de la topografía de una superficie es la rugosidad. Las características de la textura de una superficie son descritas por el arreglo, forma y tamaño de elementos individuales de rugosidad tales como las asperezas (picos y valles a una escala micrométrica). En la Figura 2.9 se muestra esquemáticamente la topografía de una superficie ^[16]. Los perfiles de la superficie pueden ser obtenidos por la sección vertical a través de la superficie.

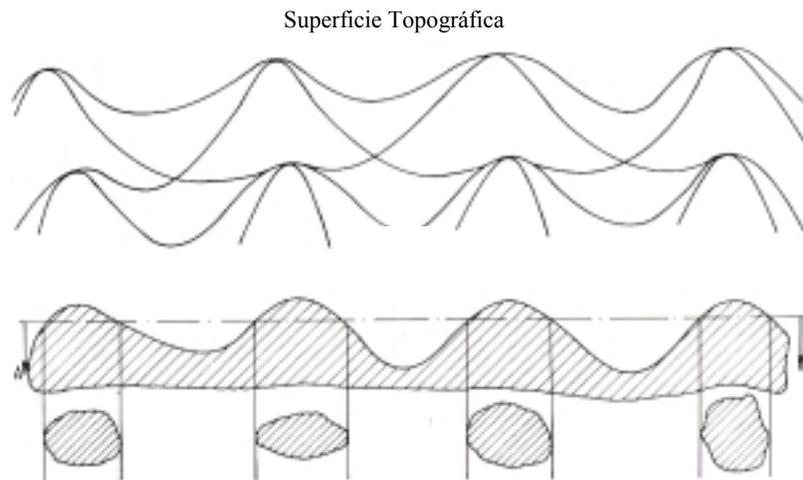


Figura 2.9 Representación esquemática de las irregularidades de una superficie ^[16].

Diferentes métodos ópticos y mecánicos están disponibles para la medida de las características geométricas a nivel macroscópico y microscópico de las superficies. En perfilometría, un dispositivo en forma de una punta fina (stylus) es ampliamente usado para obtener los perfiles de rugosidad. La fina punta de diamante (stylus) entra en contacto con la superficie, la recorre y registra los movimientos verticales o las diferencias de altura realizadas. Finalmente, estas diferencias y movimientos son convertidos en señales eléctricas que se traducen y se obtiene un perfil graficado de la superficie (Figura 2.10) ^[17]. Así, este perfil representa solamente una pasada en una dirección lineal a través de la superficie tridimensional, pero con muchas lecturas, el contorno en 3D de la textura de la superficie puede ser dibujado.

La Figura 2.10 representa secciones de perfilometría de recubrimientos de SiC y SiC-Ni aplicados por proyección térmica.

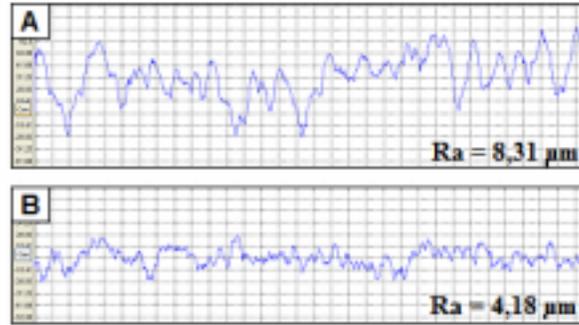


Figura 2.10 Perfilometría de Recubrimientos aplicados por proyección térmica. (a) SiC-Ni. (b) SiC.

En general, los parámetros utilizados para cuantificar la rugosidad puede interpretarse como parámetros propios de una distribución estadística de alturas del perfil (valles y picos) de la superficie que está bajo el análisis ^[17].

Frecuentemente los parámetros más usados para la caracterización de la rugosidad en ingeniería son: Rugosidad promedio (R_a), la Rugosidad rms (R_q o R_{rms} , root mean square), la altura de los picos y valles (R_t) y la máxima altura del pico al valle (R_{max}). La medida más utilizada es R_a , que es el promedio aritmético de los valores absolutos de las alturas $y(x)$ medidas a partir de una línea central (Figura 2.11), y está definida por la Ecuación 2.1.

$$R_a = \frac{1}{L} \int_{x=0}^{x=L} |y(x)| dx \quad \text{Ecuación 2.1}$$

Donde L es la longitud de muestreo o de medida ^[12].

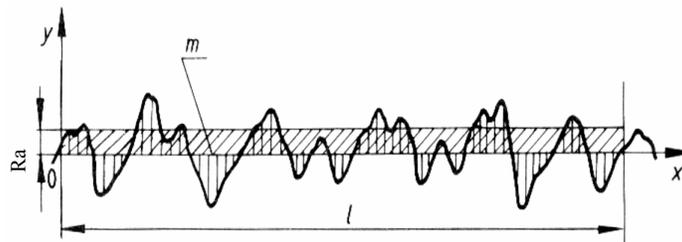


Figura 2.11 Representación esquemática de la medición de la rugosidad promedio R_a de una superficie.

A su vez R_{rms} se define en la Ecuación 2.2.

$$R_{rms} = \sqrt{\frac{1}{L} \int_{x=0}^{x=L} [y(x)]^2 dx} \quad \text{Ecuación 2.2}$$

Rrms, representa el promedio de las desviaciones cuadráticas con respecto a la altura media, es decir, es la desviación estándar de la distribución estadística de las alturas (Figura 2.12). Generalmente Rrms también es nombrado como Rq.

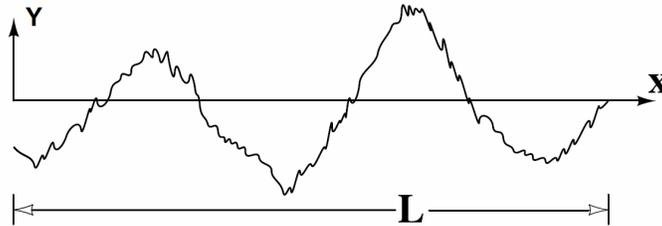


Figura 2.12 Representación esquemática de la rugosidad Rq o Rrms de una superficie.

En relación con los recubrimientos proyectados térmicamente, la rugosidad de su superficie puede reflejar el grado de fusión y la fuerza con que las partículas llegan al sustrato, es decir, refleja el grado de compactación y aplanamiento de las partículas durante la formación de la capa. Por lo tanto, una rugosidad suave es el reflejo de un buen aplanamiento de las partículas, lo que permite un mejor contacto y anclaje entre ellas (a nivel microscópico) incrementando la cohesión entre capas del recubrimiento y disminuyendo su porosidad ^[12].

2.2.2 PROPIEDADES MECÁNICAS DE RECUBRIMIENTOS APLICADOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA

Las propiedades mecánicas de los recubrimientos dependen fuertemente de su estructura, especialmente, de la porosidad y de la forma y contacto real entre las laminillas (splats) que la conforman, así como de las fases presentes. Entre mayor sea el número de contacto entre las láminas, más compacta es la estructura y por lo tanto, menor será la porosidad; y estas características ligadas a la composición química del material depositado y a los parámetros de proceso (estas dos últimas determinan las fases presentes en el recubrimiento), son las que definen la mayor parte de las propiedades de los recubrimientos, entre ellas la dureza, la tenacidad y la resistencia al desgaste. Es por eso que los resultados de las propiedades mecánicas siempre deben ser mostrados con los detalles del procedimiento de aplicación del recubrimiento ^[10].

A continuación se va a realizar una descripción de algunas de las propiedades mecánicas relacionadas con el tema de trabajo tales como la microdureza, módulo de elasticidad y tenacidad a la fractura, haciendo una breve introducción de las definiciones importantes de cada propiedad y luego cómo estas propiedades influyen en los recubrimientos aplicados por proyección térmica.

2.2.2.1 MICRODUREZA

Para el concepto de dureza no hay una definición universal, como tampoco un método que sirva para medirla en todo tipo de materiales. Es difícil dar un significado físico de dureza que especifique y que incluya todas las características de los materiales, pero podría definirse como la resistencia que oponen los cuerpos a la penetración.

Además, dependiendo de la forma de medirla, la dureza tiene significados, escalas y unidades distintas. Los ensayos de dureza en general, se clasifican en tres categorías principales: indentación estática, rayado, y rebote. Entre estos tres ensayos de dureza, el ensayo de indentación estática es el método más usado y mejor establecido ^[20,21].

Los ensayos de dureza estática más usados son *Vickers*, *Berkovich*, *Knoop*, y *Rockwell*. Todos estos ensayos consisten en empujar o penetrar un indentador de una geometría dada y un tipo de material, como una esfera, un cono, o una pirámide fabricada de acero o diamante, contra una superficie plana de un sólido. Para este método de medida, la dureza se entiende como la resistencia de un material a ser penetrado por otro. Para medir la dureza mediante estos métodos se aplica una carga controlada (P) sobre un material a través del indentador (penetrador) que tiene una geometría determinada. Para obtener el valor de dureza bajo este parámetro se usa la Ecuación 2.3 que relaciona la carga aplicada P con el área de contacto o el área proyectada dejada por la huella ^[22].

$$H = \alpha \frac{P}{d^2} \quad \text{Ecuación 2.3}$$

En donde d es la longitud característica de la huella dejada por la indentación; α un factor de geometría del indentador. Para la indentación *Vickers*, *Berkovich*, *Rockwell* y *Brinell* el índice α está relacionado con la superficie real de contacto y para la indentación *Knoop* con la superficie proyectada de contacto. Sin embargo, hoy en día existe la tendencia al uso del área proyectada, debido a que tiene el significado físico de la presión media de contacto. Es claro que el estudio de la huella es lo que nos permitirá obtener el valor de dureza, que se calcula mediante la Ecuación 2.4.

$$H = \frac{P_{\max}}{A_{\text{proyectada}}} \quad \text{Ecuación 2.4}$$

Donde P_{\max} es la carga a profundidad máxima y $A_{\text{proyectada}}$ es la proyección del área de contacto ^[23]. En función de esta carga aplicada o profundidad de penetración se pueden diferenciar tres tipos de escalas: macroindentación, microindentación y nanoindentación. Existen diferentes criterios para determinar el rango de cada una de ellas.

En la Tabla 2.3 se representa la clasificación más usual utilizada para los tres tipos de escalas de indentación.

Escala de Indentación	Carga (N)	Profundidad (micras)
Macro	2 – 30.000	
Micro	Menor a 2	Mayor de 2
Nano		Menor de 2

Tabla 2.3 Rango de las diferentes escalas o técnicas de indentación en función de la carga y la profundidad de la huella ^[20,23].

La microindentación es un subgrupo de los ensayos de dureza, que es particularmente sensible a las propiedades mecánicas cerca de la superficie indentada, debido a que la fuerza aplicada sobre el material es muy baja (menor a 1 Kgf). Esta característica hace que la microindentación sea una importante herramienta para determinar las características superficiales de los materiales, especialmente, cuando poseen tratamientos térmicos y recubrimientos ^[24]. El propósito del ensayo de microindentación es obtener un valor numérico que va a distinguir entre la capacidad relativa del material a resistir una penetración controlada por un tipo de indentador, el cual es más duro que el material que se está ensayando. Los valores numéricos obtenidos por las técnicas de microindentación representan la dureza relativa (respecto al tipo de indentador y condiciones del ensayo) y dependen de una combinación de sus propiedades (Por ejemplo, módulo elástico, esfuerzos de compresión, propiedades mecánicas, anisotropía y otras) que interactúan bajo el estado de esfuerzos impuesto por el indentador. Las dos técnicas de microindentación más utilizadas son *Vickers* y *Knoop* ^[24].

La técnica de microindentación *Vickers*, es más utilizada a nivel mundial que la *Knoop*, para determinar la dureza de los materiales. En este ensayo, un indentador piramidal de base cuadrada de diamante y con una geometría específica, es forzado a penetrar la superficie de la muestra a ensayar ^[25], como se observa en la Figura 2.13 (a). Luego, la carga se aplica suavemente, sin impacto, y se mantiene por 10 o 15 segundos. La calidad física del indentador y la exactitud de la carga aplicada (definida en la Norma ASTM E384) se debe controlar para conseguir los resultados correctos. Después de que se quite la carga, las dos diagonales de la huella se miden, generalmente con un micrómetro filar, cuya sensibilidad sea del orden de 0,1 μm , y después se hace un promedio (Ver Figura 2.13 (a)). La dureza de Vickers (H_v) es calculada por la Ecuación 2.5.

$$H_v = 1854.4 \frac{P}{d^2} \quad \text{Ecuación 2.5}$$

Donde P es la carga en gramos fuerza y d es la diagonal de la huella de la indentación en micras.

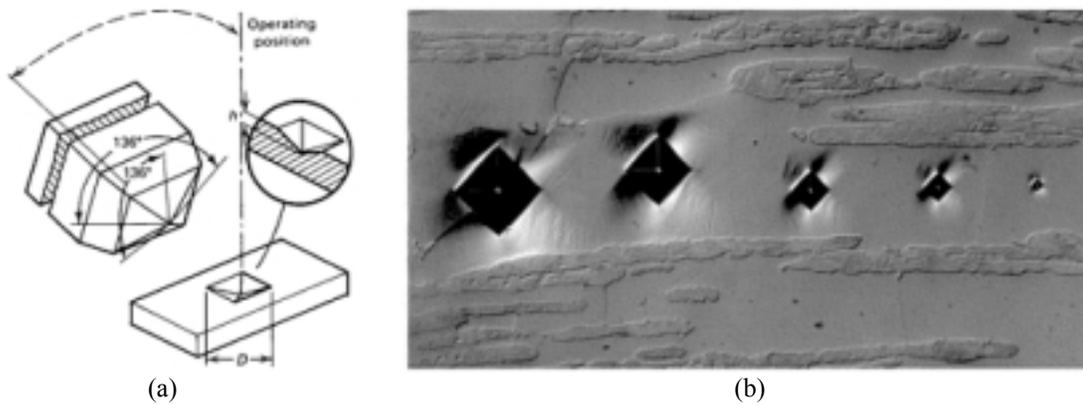


Figura 2.13 Ensayo de Microdureza Vickers. (a) Representación esquemática del indentador piramidal de base cuadrada usado para ensayo Vickers y un ejemplo de la indentación que este produce. (b) Indentaciones Vickers hechas a un acero inoxidable AISI/SAE 430 usando (de izquierda a derecha) 500, 300, 100, 50 y 10 gf a 250x ^[24].

La técnica de microindentación Vickers ha comenzado a ser un paso necesario en la investigación de las propiedades mecánicas de los recubrimientos depositados por proyección térmica. La muestra para el ensayo Vickers debe estar preparada metalográficamente a un acabado superficial de pulido. La mayoría de las medidas son hechas en la sección longitudinal y puede ser observada la huella mediante microscopía óptica, aunque también es posible hacer medidas en la sección transversal, de acuerdo con el interés del ensayo.

Para el caso específico de los recubrimientos depositados mediante proyección térmica es importante tener en cuenta que estos generalmente poseen un comportamiento anisotrópico, generalmente son más duros en la dirección perpendicular a su superficie (medidas en la sección transversal) que en la dirección paralela a la superficie del recubrimiento (medida en la sección longitudinal), por lo que los resultados de ambas direcciones no pueden ser comparados. Por otra parte, el espesor de los recubrimientos debe ser al menos diez veces más grueso, que la profundidad dejada por la indentación Vickers ^[10].

Los resultados de las pruebas de microdureza son a menudo usados como una primera aproximación de la determinación de la resistencia al desgaste de un recubrimiento, la cual es, para muchos, la propiedad mecánica más importante a conocer, dada la amplia utilización de los recubrimientos depositados por proyección térmica en aplicaciones tecnológicas. Adicionalmente, las medidas de microdureza también hacen posible una rápida estimación de la calidad estructural de los recubrimientos, ya que los poros y otros defectos estructurales, generalmente disminuyen la dureza del recubrimiento ^[10].

2.2.2.2 MÓDULO DE ELASTICIDAD

En la mayoría de los sólidos como los materiales cristalinos, metales, cerámicos y amorfos, la relación entre el esfuerzo y deformación en la zona elástica es lineal y la pendiente de esta recta corresponde al módulo de elasticidad o módulo de Young^[26].

Al igual que la dureza (H), el módulo elástico (E) es uno de los parámetros más representativos del comportamiento mecánico de los materiales.

En el cálculo del módulo de Young o módulo de Elasticidad, una de las contribuciones que más repercusión ha tenido en los últimos años es el método para interpretación de ensayos de nanoindentación, elaborado en 1992 por Oliver y Pharr. A continuación se estudia el comportamiento de los materiales al ser indentados para llegar a la relación para hallar el módulo de elasticidad mediante indentación^[20].

2.2.2.2.1 Comportamiento de los materiales al ser indentados

La Figura 2.14 representa los efectos que tienen lugar en la superficie de la muestra al interactuar con la punta de un indentador, en un proceso de indentación con un indentador axisimétrico de un perfil arbitrario^[20].

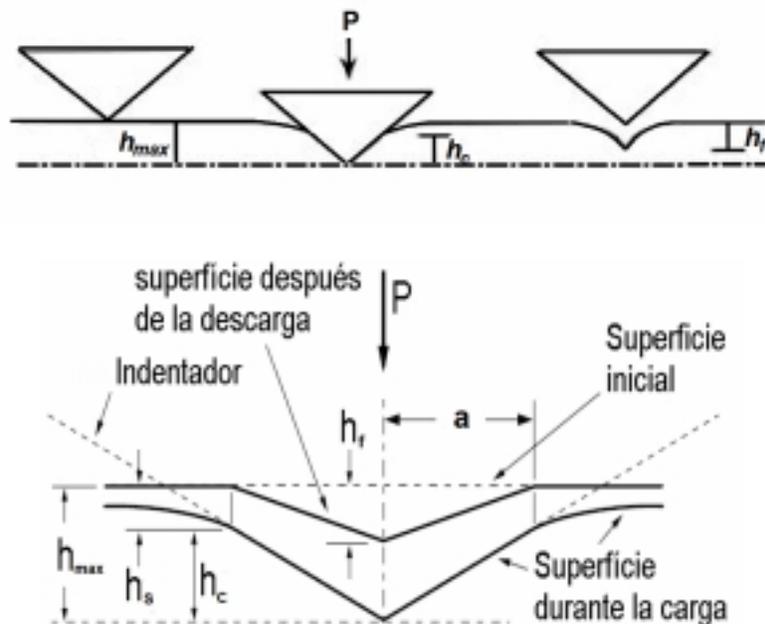


Figura 2.14 Representación esquemática de un proceso de indentación^[27].

Al penetrar el indentador en el material, ocurren procesos de deformación elástica y plástica, produciendo en el proceso de carga una huella conforme a la forma del indentador a una profundidad de penetración h_{max} . Esta profundidad h_{max} es el resultado de la suma de la profundidad de contacto h_c , y del desplazamiento de la superficie a lo largo del perímetro de contacto, h_s (Figura 2.14). En el proceso de descarga, P llega al

valor máximo de carga y el indentador es retirado (midiendo de nuevo en tiempo real y simultáneamente la profundidad del indentador y la carga aplicada), quedando sólo la deformación plástica generada por el indentador, es decir la profundidad residual h_f ^[27].

Cuando un material con un comportamiento totalmente elástico es indentado, la forma de la curva de carga coincide perfectamente con la curva de descarga. Al retirar el indentador la deformación sobre la superficie de la muestra desaparece completamente, como se puede apreciar en la Figura 2.15.

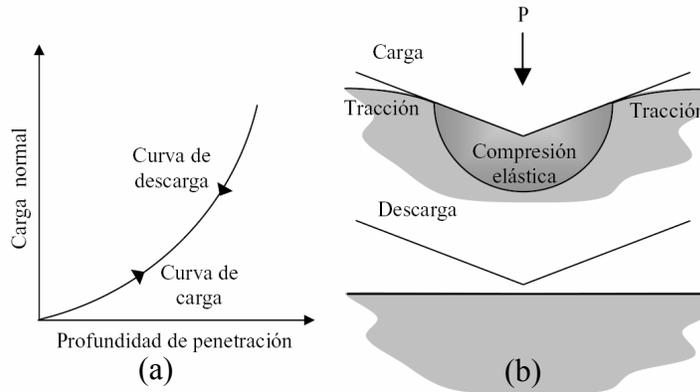


Figura 2.15 Esquema de indentación de un material completamente elástico con un indentador piramidal, (a) Curva de Carga vs Desplazamiento, P-h. (b) Efectos de carga y descarga en el material^[26].

Cuando el material entra en contacto con una carga y excede el límite elástico del material de la muestra, ocurre una deformación irreversible o plástica que se forma por el incremento de las dislocaciones y su movimiento. En la indentación en un material con un comportamiento completamente plástico, cuando se retira el indentador del material queda la huella permanentemente igual a la formada a la máxima profundidad penetración del indentador con la máxima carga aplicada^[26]. En estas situaciones las curvas de carga y descarga son similares a las mostradas en la Figura 2.16.

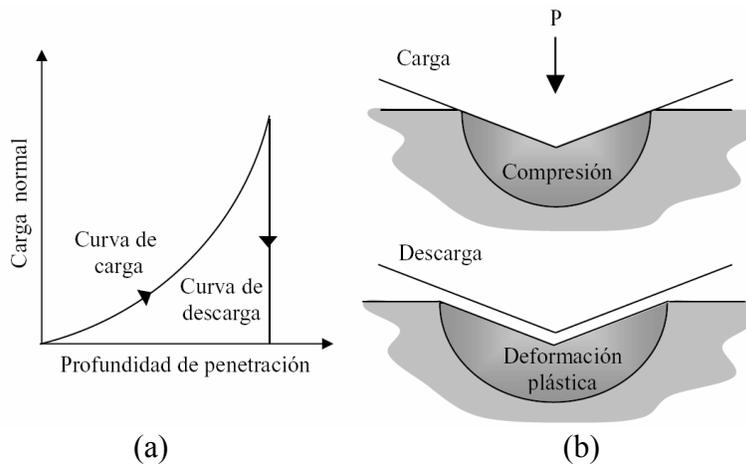


Figura 2.16 Esquema de indentación de un material completamente plástico con un indentador piramidal, (a) Curva de Carga vs Desplazamiento, P-h. (b) Efectos de carga y descarga en el material^[26].

La deformación elastoplástica es aquella en la que en un mismo volumen coexisten una deformación plástica y una deformación elástica del material, por lo que el volumen deformado plásticamente muestra una cierta recuperación elástica cuando se retiran los esfuerzos exteriores, en este caso en las curvas de Carga-desplazamiento ($P-h$) presentan una forma muy parecida como se muestra en la Figura 2.17. En los materiales frágiles (como los cerámicos) generalmente ocurre la deformación elastoplástica cuando son penetrados con un indentador piramidal, incluso con muy pequeñas cargas ^[26].

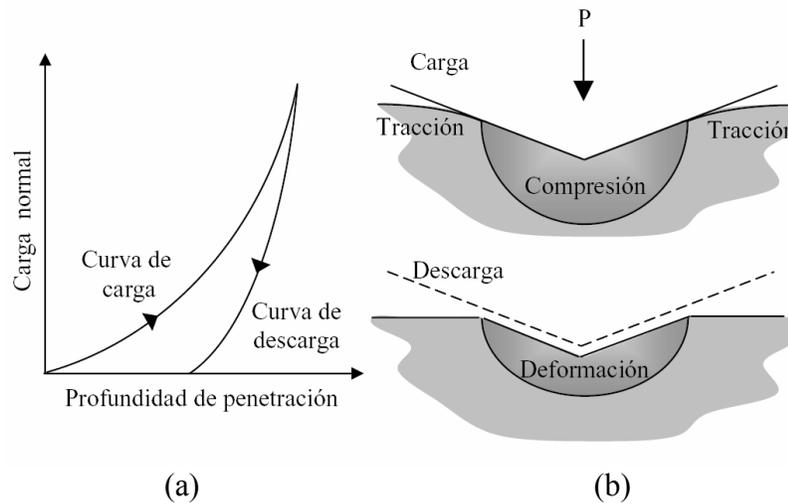


Figura 2.17 Esquema de indentación de un material elastoplástico con un indentador piramidal, (a) Curva de Carga vs Desplazamiento, $P-h$. (b) Efectos de carga y descarga en el material ^[26].

La respuesta de una deformación elastoplástica del material sigue la relación descrita por la ley de Kick, definida en la Ecuación 2.6.

$$P = K h^2 \quad \text{Ecuación 2.6}$$

Donde P es la carga de indentación, h es la profundidad de penetración medida desde la superficie, y K es una constante que depende de la geometría del indentador y las propiedades mecánicas de material ^[20, 29].

La capacidad del indentador para producir deformación plástica, y por lo tanto la forma de las curvas carga-desplazamiento, depende del radio efectivo de la punta empleada. Cuanto más puntiaguda sea ésta, menos carga será necesaria para deformar el material plásticamente.

La Figura 2.18 representa una curva típica de carga-desplazamiento $P-h$, de respuesta a la indentación puntiaguda de un material elastoplástico.

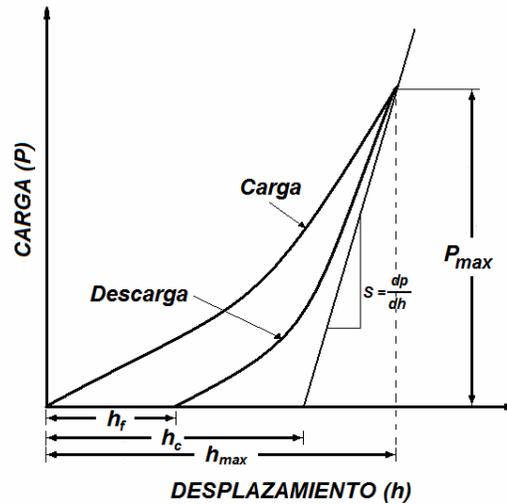


Figura 2.18 Representación esquemática de la información disponible en una curva P-h en un proceso de indentación.

Con los datos obtenidos de la curva P-h se podrá determinar la profundidad h_c que será usada de acuerdo con la forma del indentador para establecer el área proyectada de contacto A en P_{max} [27]. Para esto el método que ha planteado Oliver y Pharr lo utilizó para hallar la Ecuación 2.7*.

$$A = 24.5 h_c^2 \quad \text{Ecuación 2.7}$$

Con la altura de contacto h_s , se puede obtener el módulo de elasticidad a través de la Ecuación 2.8 [30]:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad \text{Ecuación 2.8}$$

Donde E_r es el módulo elástico reducido, β es una constante que depende de la geometría del indentador y S es la rigidez de contacto definida como la pendiente $S=dP/dh$ de la porción inicial de la curva P-h. Este módulo reducido utilizado en la anterior ecuación, corresponde al efecto de la deformación elástica del indentador y del recubrimiento estudiado. El módulo elástico E del material se calcula gracias a la corrección de la solución de Snedon propuesto por Hay et al [30,31], a través de la Ecuación 2.9.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad \text{Ecuación 2.9}$$

* Válida solo para indentadores piramidales con geometría correspondiente al indentador Vickers y al indentador Berkovich, los cuales tienen un área equivalente.

Donde E y ν son el módulo elasticidad y de Poisson del material indentado y E_i y ν_i son el módulo elástico y de Poisson del indentador respectivamente ^[20]. Esta ecuación es derivada de las teorías del contacto Hertziano ^[32].

Existe otra forma de medir el módulo de elasticidad mediante indentación. El método se basa en la medida de la recuperación elástica de la superficie en una indentación Knoop.

En un estado completamente bajo carga en una indentación Knoop, la relación de las dimensiones de las diagonales, a y b , en la huella dejada por el indentador es de $a/b = 7,11$. No obstante, bajo la descarga, la recuperación elástica reduce la longitud de la diagonal más corta de la huella dejada por la indentación (así como la profundidad de la indentación), mientras que la diagonal más larga se sigue manteniendo sin ser afectada por la recuperación. Entonces, el grado de recuperación depende de la relación dureza-módulo elástico; una recuperación es grande en materiales altamente elásticos (alto H/E) y cero para materiales rígidos (bajo H/E). Por lo tanto, la distorsión de la huella, caracterizada por la relación de sus dimensiones, b'/a' , proporciona una medida de H/E , por lo tanto, conociendo previamente la dureza del material se puede estimar el módulo de elasticidad ^[33,34]. La fórmula para determinar el módulo de elasticidad (E , en Pa) es:

$$E = \frac{(-\alpha H)}{\left(\frac{b'}{a'} - \frac{b}{a}\right)} \quad \text{Ecuación 2.10}$$

Donde α es una constante (0.45), H es la dureza (en Pa), a' y b' son las longitudes de la mayor y menor diagonal de la huella obtenida por la indentación y $a/b = 7.11$ ^[33,34].

Es importante señalar que el modelo fue desarrollado para materiales isotrópicos ^[34]. En el caso de los recubrimientos aplicados por proyección térmica, el módulo de elasticidad es muy diferente al de los materiales densos (Bulk) utilizados para fabricar el recubrimiento ^[19].

Otros métodos experimentales que pueden ser utilizados para medir el módulo elástico efectivo de recubrimientos o materiales densos, son el ensayo de tensión uniaxial, ensayo de flexión a cuatro puntos, y prueba de ultrasonido. Los poros y los límites de las laminillas (splats) de los recubrimiento aplicados por termorrociado constituyen la mayor disminución del módulo. También, la no homogeneidad de fases, impurezas y esfuerzos residuales probablemente contribuye a seguir disminuyendo el módulo de Young. Debido a su microestructura, estos recubrimientos pueden ser modelados como un material isotópico transversalmente ^[19] (Figura 2.19).

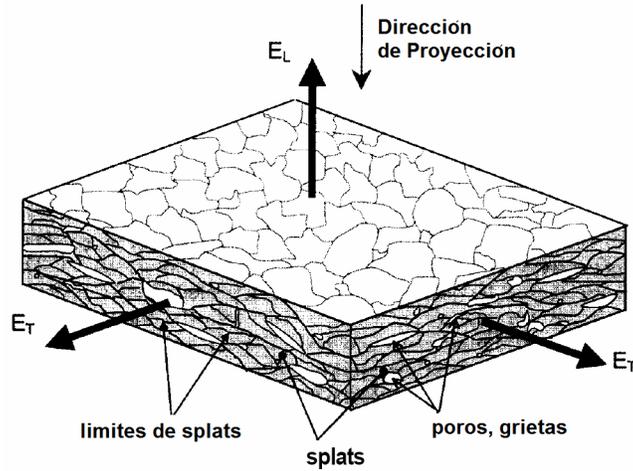


Figura 2.19 Esquema de la microestructura de una recubrimiento aplicado por proyección térmica, donde E_L es el módulo elástico longitudinal medido a lo largo de la dirección de proyección y E_T es el módulo elástico transversal ^[19].

Numerosos esfuerzos se han hecho para evaluar la constante elástica efectiva influenciada por los poros y las grietas. De estos análisis resultan dos categorías: modelos no interactuados e interactuados. El primer modelo se basa en asumir que los poros vecinos no influyen la deformación del otro poro y que el efecto total puede ser obtenido por la suma de los efectos individuales de cada poro. Este modelo es preciso cuando la porosidad es baja. Varios métodos aproximados han sido desarrollados para evaluar las propiedades efectivas de la interacción de los poros y problemas de grietas.

Algunos métodos comunes son el auto-consistente, el diferencial y el esquema de Mori-Tanaka ^[19]. Zhao et al han presentado un método híbrido que combina el método de Mori-Tanaka y la solución de Eshelby para inclusiones elipsoidales para resolver las propiedades mecánicas efectivas de una arreglo elipsoidal de poros. Para materiales con este tipo de poros, el módulo elástico longitudinal (E_L) medido a lo largo de la dirección de proyección y el módulo elástico transversal (E_T) puede ser estimado por:

$$E_L = \frac{E_m(1-p)}{1+2\pi p} \quad \text{Ecuación 2.11}$$

$$E_T = \frac{E_m(1-p)}{1+2\pi\rho\alpha^{-2}} \quad \text{Ecuación 2.12}$$

Donde, E_m es el módulo de la matriz, p la porosidad, $\rho (= \sum a_i / A)$ es la densidad de la grieta, y $\alpha (= (C a_i^2 / \sum b_i^2)^{1/2})$ es la relación del aspecto promedio de los poros, donde A es el área total y a_i y b_i es el mayor y menor diámetro del poro ^[19].

Nakamura para obtener un resultado significativo estadísticamente, estructuró 45 modelos separados aleatoriamente, con una porosidad global entre 2 a 10%. El módulo elástico efectivo computarizado, el E_L y el E_T , fueron normalizados con la matriz como es mostrado en la Figura 2.20. El módulo de Poisson fue de $\nu_m = 0.25$ para todos los casos.

Una tendencia general revelada en la figura es que el módulo disminuye a medida que aumenta la porosidad. Sin embargo, para el módulo a lo largo de la dirección proyectada (E_L), los resultados son dispersos y similares a cualquier nivel de porosidad.

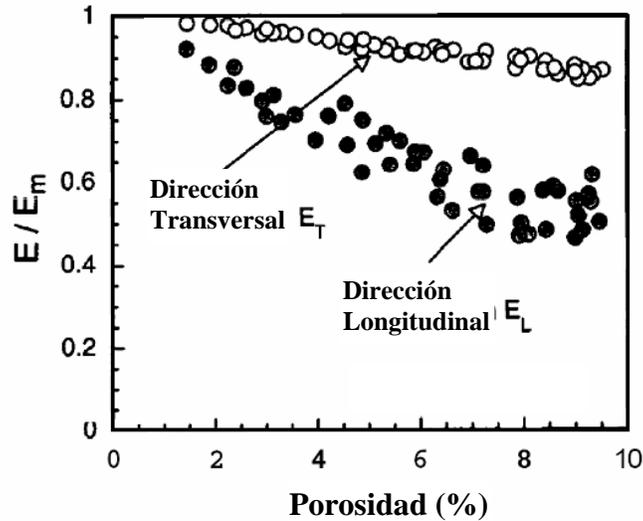


Figura 2.20 Módulo elástico efectivo de modelos con varios poros, normalizado por el módulo de la matriz (E_m) y es mostrado en función del porcentaje de porosidad. Cada círculo representa un modelo de módulo de un recubrimiento individual, hay 48 modelos ^[19].

Kroupa y Dubsky, estudiaron el comportamiento elástico de materiales aplicados por proyección térmica en compresión y tensión, en las direcciones paralela y perpendicular al plano de proyección. Es interesante como en su modelo clasificó los defectos microestructurales en tres familias: poros esféricos distribuidos aleatoriamente, microgrietas perpendicular al plano de proyección con forma circular alargada a las cuales llamó microgrietas horizontales; y la última familia fueron de la misma forma pero estaban orientadas verticalmente a las que llamó microgrietas verticales. El estudio demostró que las grietas más alargadas son decisivas en el comportamiento elástico ^[19].

2.2.2.3 TENACIDAD A LA FRACTURA

La tenacidad a la fractura caracteriza la resistencia de un material a la propagación de las grietas. Esta resistencia es una propiedad específica del material y es igual a una energía crítica por unidad de área (llamada G_{IC}) necesaria para propagar una grieta. La tenacidad a la fractura K_{IC} es relacionada con G_{IC} por la Ecuación 2.13.

$$K_{IC} = \frac{G_{IC} E}{1 - \nu^2} \quad \text{Ecuación 2.13}$$

Donde E y ν son el Módulo de Young y la relación de Poisson, respectivamente. El índice I es adicionado para mostrar que el esfuerzo aplicado es de tensión y hace propagar la grieta por modo abierto.

El esfuerzo de fractura para materiales frágiles depende de G_{IC} siguiendo la conocida ecuación de Griffith:

$$\sigma_f = \left(\frac{E G_{IC}}{\pi l} \right)^{0,5} \quad \text{Ecuación 2.14}$$

Donde l es la longitud de la grieta que inicia la fractura ^[10].

Los materiales poseen defectos como grietas o fisuras, y hay que tenerlos presente a la hora de estudiar cualquier tipo de falla mediante un análisis de tensiones según la teoría de la elasticidad. Para la propagación de una grieta, el examen se puede concentrar en la punta de la misma de ésta, en una porción que es pequeña comparada con todo el segmento, pero es suficientemente grande con respecto a las dimensiones atómicas de modo que se pueda aplicar la teoría de la elasticidad lineal ^[21].

La punta de una grieta se encuentra rodeada de ciertas tensiones las cuales se pueden dividir según tres modos de carga que generan ciertos desplazamientos de las superficies de la grieta. Los modos de cargas se clasifican en:

- MODO I: de abertura o de tracción, las superficies de las grietas se apartan. Ver Figura 2.21.a.
- MODO II: de deslizamiento o cizallamiento (Figura 2.21.b).
- MODO III: de rasgado o cizallamiento antiplanar ^[20] (Figura 2.21.c).

El gran interés de los materiales cerámicos esta basado en su peso ligero combinado con su resistencia a altas temperaturas, alta dureza, estabilidad química y elevada resistencia al desgaste, pero su fragilidad los pone en desventaja con respecto a los metales y compuestos. Es por eso que la metodología y modelamiento de diseños precisos son necesarios para ayudar a predecir el comportamiento de los materiales frágiles como los cerámicos, teniendo en cuenta que la fractura de estos materiales es usualmente controlada por el modo I de fractura ^[35].

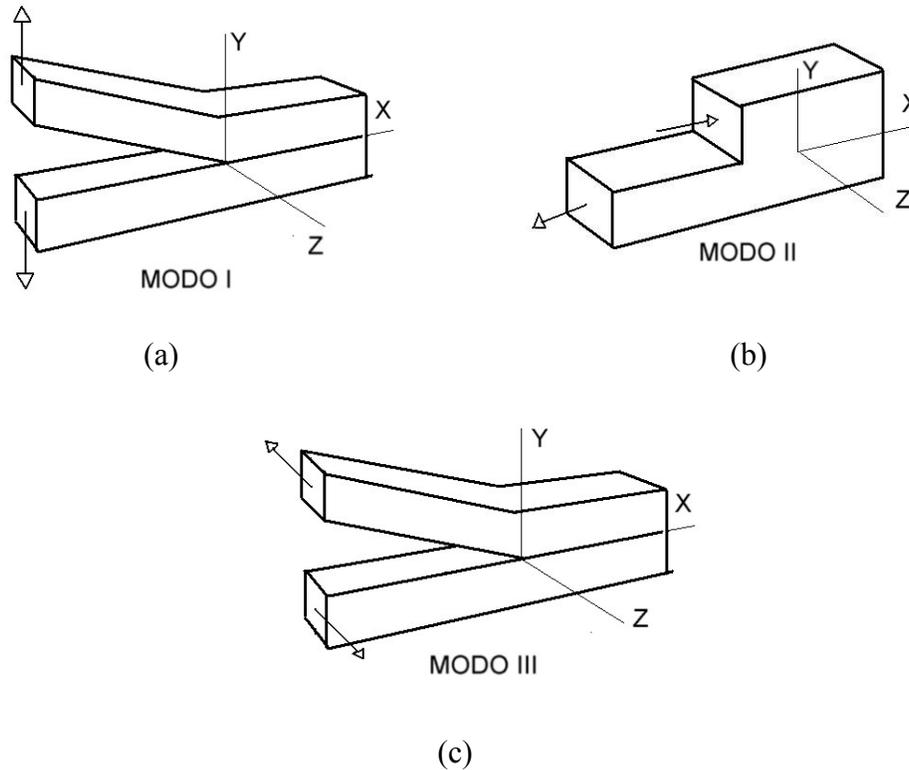


Figura 2.21 Modos de carga. (a) Modo I. (b) Modo II. (c) Modo III.

Los valores de tenacidad a la fractura (K_{IC}) son ampliamente usados para caracterizar la resistencia a la fractura de materiales cerámicos y frágiles, la cual se puede evaluar a través de métodos normalizados como el SEPB (ASTM Estándar C 1161). Sin embargo estos métodos son dispendiosos, costosos y sólo producen un resultado por probeta ^[35,36].

Otro método es el de fractura por indentación (IF), muy frecuentemente usado por su facilidad y su simplicidad de aplicar y por el pequeño volumen de material requerido para determinar el K_{IC} ^[36].

La microindentación *Vickers* ofrece un método fácil, apropiado y útil para la evolución de la tenacidad a la fractura de materiales frágiles como los cerámicos. Las indentaciones realizadas a cargas superiores a los valores críticos tienden a desarrollar grietas radiales (particularmente en materiales frágiles) durante el ciclo de descarga de la indentación debido a los esfuerzos residuales de tensión y otros defectos ^[37]. Las longitudes de las grietas creadas de esta forma (Figura 2.22), son usadas con relaciones semi-empíricas para establecer la tenacidad a la fractura del material. Aunque este método de estimación de la tenacidad a la fractura ha estado de moda por varios años, éste es poco fiable y los resultados son solamente confiables entre un 60-75%. Meza fue un poco más allá y obtuvo valores de tenacidad a la fractura del material cerámico Titanato de Bario por microindentación, donde obtuvo errores menores al 30% con respecto a los reportados en la literatura ^[36].

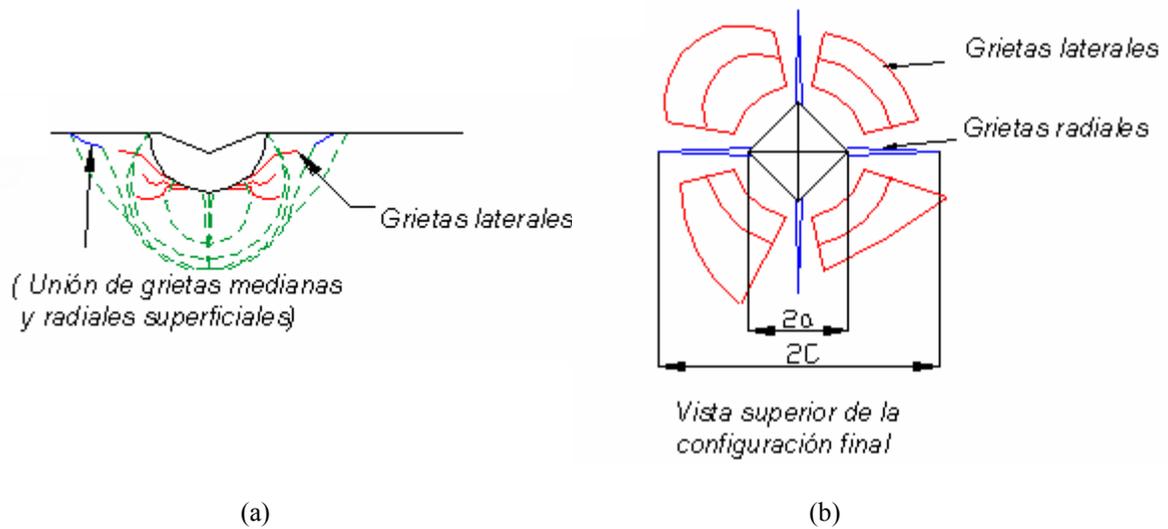


Figura 2.22 Geometría del contacto con indentador Vickers producido en materiales frágiles. (a) Corte a través de la impresión o huella (b) vista en planta de la impresión o huella, donde a es la longitud de la diagonal medida del centro de la indentación y C es la longitud de la grieta^[35].

Para calcular el K_{IC} por microindentación Vickers se han desarrollado varias ecuaciones, las cuales requieren del conocimiento del módulo de Young y del módulo de Poisson para su utilización. Las ecuaciones se dividen en tres grupos: teóricas, empíricas y semiempíricas. Entre las semiempíricas está los estudios de *Anstis et al*, donde empleó un análisis de la mecánica de la fractura en dos dimensiones y obtuvo la Ecuación 2.15.

$$K_{IC} = \delta \frac{P}{C^{3/2}} \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \quad \text{Ecuación 2.15}$$

Donde P es la carga en Newton, C es la longitud de la grieta desde el centro de la huella del indentador en metros, E es el módulo de Young en GPa y H es la dureza *Vickers* en GPa y $\delta = 0,016 \pm 0,004$ ^[35].

Si en la anterior ecuación se desconoce la relación entre el módulo de Young y la dureza (E/H) se puede sustituir por el valor de 25 que es un promedio para los materiales cerámicos^[35,36]. Según Lawn et al en modelo LEM (Lawn-Evans-Marshall), el patrón de grietas radiales pueden correlacionarse con la carga aplicada, geometría del indentador y la rigidez del material, mediante la Ecuación 2.16.

$$K_{IC} = 0.0752 \frac{P}{C^{3/2}} \quad \text{Ecuación 2.16}$$

En la Figura 2.23 se muestra los patrones superficiales típicos encontrados para sistemas recubrimiento-sustrato.

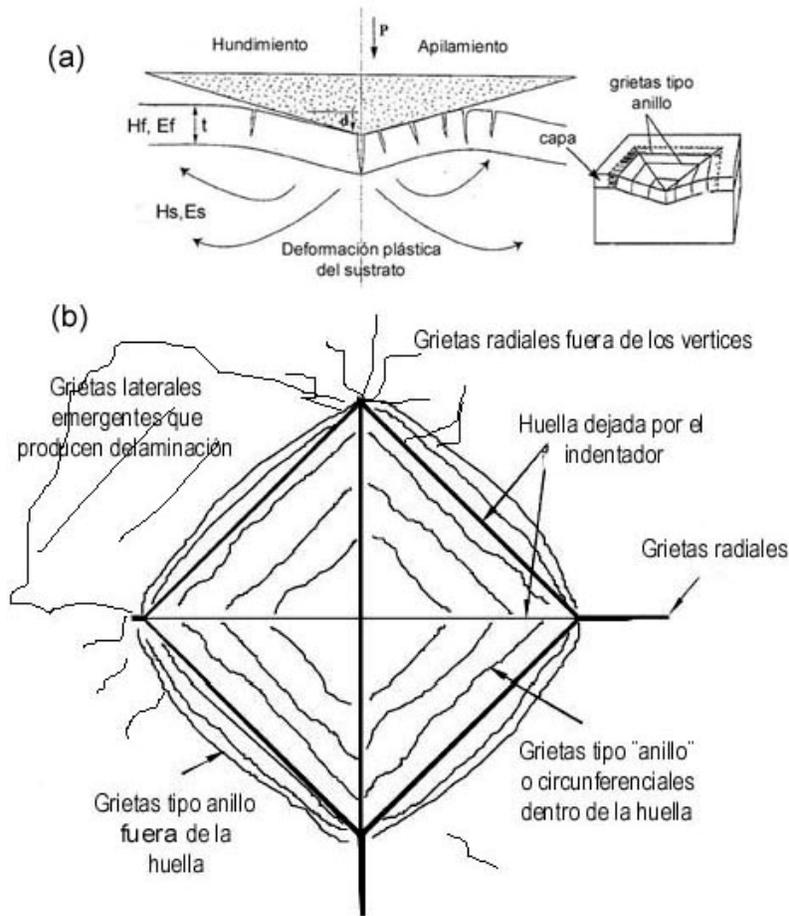


Figura 2.23 Algunos tipos de grietas producidos durante los procesos de indentación con indentadores tipo pirámide. (a) Formación de grietas tipo anillo, y diferencia en los patrones dependiendo de la cantidad de apilamiento en el sustrato. (b) Vista en planta de los patrones de grietas reportados en la literatura ^[35,36].

Otra aplicación que ha tenido la indentación como herramienta para determinar la tenacidad, es la que se utiliza para medir la adherencia sustrato - recubrimiento por ejemplo: Chiang et al en 1982 utilizaron las grietas laterales obtenidas por indentaciones en la interfase para medir la adherencia de capas cerámicas de ZnO sobre sustratos de Si, así mismo Li X et al en 1997 las utilizaron para determinar la adhesión de capas de carbón amorfo sobre sustratos de silicio. Pharr et al 1994 encontraron que para algunos capas cerámicas a cargas bajas, típicas de nanoindentación, y usando indentadores tipo esquina de cubo, que producen esfuerzos mucho mayores que un indentador Vickers a la misma profundidad, se pueden generar grietas radiales como las mostradas en la Figura 2.23. Con esto se evita la influencia del sustrato y se puede medir K_{IC} de la capa ^[36].

La Figura 2.24 se muestra el comportamiento general de los procesos de indentación a medida que se aumenta la carga, aquí solo se estudia en detalle, el caso de recubrimientos duros y frágiles sobre sustratos blandos ^[36], donde H_c es la dureza medida al sistema recubrimiento-sustrato, H_f es la dureza del recubrimiento y H_s es la dureza del sustrato.

Las principales etapas que se muestran son:

- Deformación elastoplástica del recubrimiento en la región Ia y Ib.
- Transición mixta del recubrimiento-sustrato con fractura del recubrimiento en la región IIa.
- Transición mixta dominada por el sustrato (Región IIb)
- Respuesta totalmente dominada por el sustrato (Región III) [26].

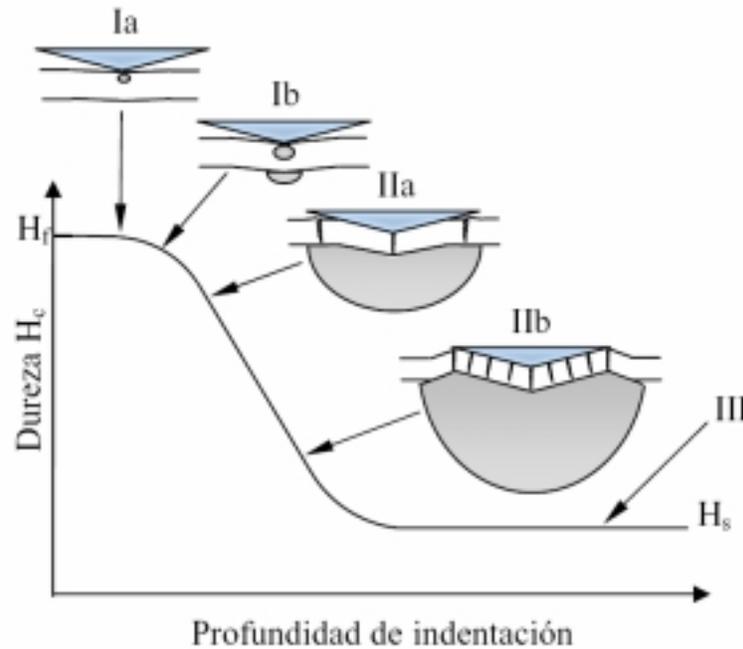


Figura 2.24 Esquema de los principales mecanismos de deformación durante la indentación de un sistema recubrimiento-sustrato [26].

De otro lado, las otras técnicas existentes para la medida del K_{IC} en materiales en volumen, como son la técnica de doble torsión (DT^*), la barra de doble cantilever (DCB^{**}), la barra con muesca en V en el sólido ($SEVPB^{***}$) han sido desarrolladas sobre las bases de la mecánica de la fractura y se especifican en la normas ASTM (C1161 y E399) [10,38], las cuales son los estándares más utilizados para tal fin; sin embargo, en esta no establece el procedimiento a seguir para la medida del K_{IC} de recubrimientos y/o películas delgadas. Es por eso que la técnica de fractura por indentación ha sido utilizada para evaluar el K_{IC} en recubrimientos y películas delgadas [20].

En el caso de los recubrimientos en general y recubrimientos depositados por proyección térmica la fabricación de las muestras requeridas para las pruebas de DT y DCB para la

* Double torsion.

** Double cantilever Beam.

*** Single-Edge-V-Notched Beam.

medida K_{IC} es compleja debido a la pequeña dimensión, fragilidad, cambios en la microestructura y esfuerzos residuales que pueden presentar estos recubrimientos ^[39,40].

El estudio de la tenacidad a la fractura en los recubrimientos depositados por proyección térmica es primordial ya que su falla con frecuencia es el resultado de la propagación y conexión de las microgrietas y de los microporos que están presentes en la microestructura, como se puede observar en la Figura 2.25.

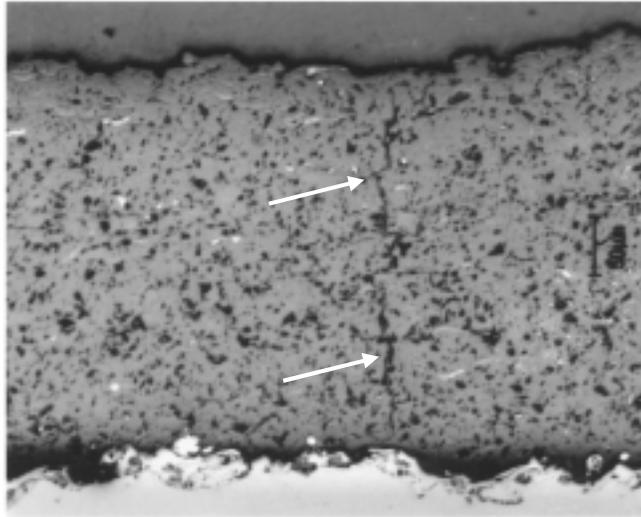


Figura 2.25 Grietas en la sección transversal del recubrimiento de de NiAl-Al₂O₃ aplicado por APS ^[38]

Como se observa en la Figura 2.26, cada microgrieta translaminar en instante antes de la formación de la grieta, conecta dos poros existentes en la microestructura facilitando un crecimiento más rápido de ésta. Entonces, la falla ocurre cuando los suficientes microporos son conectados entre si por las microgrietas y separan la región del resto produciéndose el desprendimiento del recubrimiento ^[38].

Es así como dos características microestructurales de los recubrimientos facilitan el mecanismo de falla, la primera es debido a la pre-existencia de microgrietas superficiales e internas en la mayoría de los recubrimientos, consecuencia del pequeño contacto entre las laminillas y la segunda característica es la orientación y tamaño de la microporosidad. Paradójicamente, mientras la microporosidad es la responsable de la baja tenacidad a la fractura de este tipo de recubrimientos, en algunos casos ésta es una razón de sus excelentes comportamientos en ambientes de operación. La propagación de la microgrietas y la conexión de los poros relajan los esfuerzos locales, dejando relativamente sin alterar el volumen (bulk) del recubrimiento. Estos esfuerzos locales pueden ser inducidos por choques térmicos, fatiga térmica, cargas mecánicas en el sustrato, productos de oxidación y/o corrosión. En contraste, si el recubrimiento fuera monolítico y no tuviera microgrietas, estos esfuerzos serían transmitidos a través de la totalidad del recubrimiento y resultaría una fractura masiva ^[38].

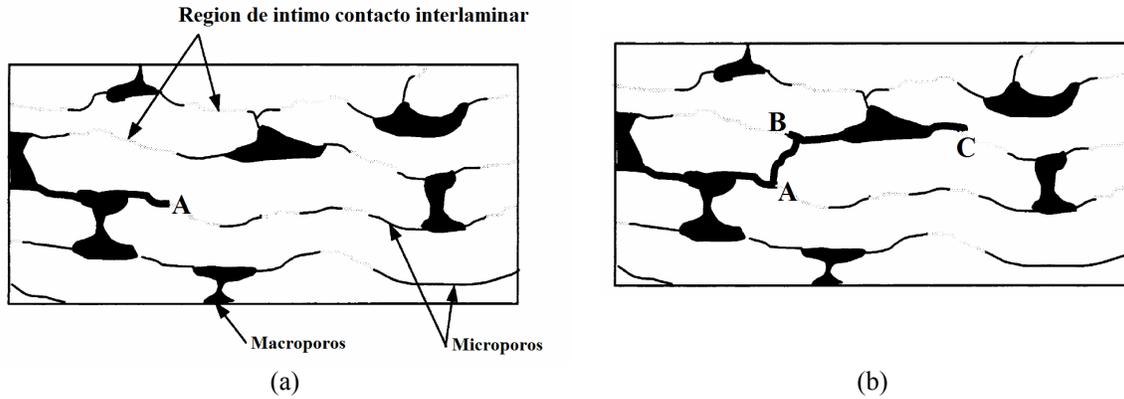


Figura 2.26 Representación esquemática de los mecanismos de propagación de las grietas en recubrimiento aplicados por proyección térmica. (a) Configuración inicial de la macrogrieta en la posición A. (b) Propagación de una pequeña microgrieta de la posición A a la posición B, dando como resultado una extensión en la macrogrieta C ^[38].

Muchos trabajos utilizan el método de indentación aplicando el modelo de LEM o modelo de Evans y Wilshaw (que son muy similares) para hallar valores de tenacidad a la fractura en recubrimientos aplicados por proyección térmica. Generalmente, estos valores son inferiores a los que presenta la bibliografía para materiales idénticos obtenidos por procesos de sinterizado ^[41]. Guilemany y Vizcaíno afirman que el agrietamiento no se produce en todas las esquinas de la huella dejada por los ensayos realizados a igual carga y tiempo de aplicación, ya que éste solamente es apreciable en la dirección paralela al sustrato ^[41] (Figura 2.27 (a)). Este fenómeno indica una importante influencia de la anisotropía en las propiedades (en este caso en la tenacidad) de los recubrimientos. La propagación de grieta es más sencilla que se produzca a través de las intercargas de las laminillas (splats) que constituyen el recubrimiento que atravesando las propias laminillas, tal y como se muestra en la Figura 2.27 (b).

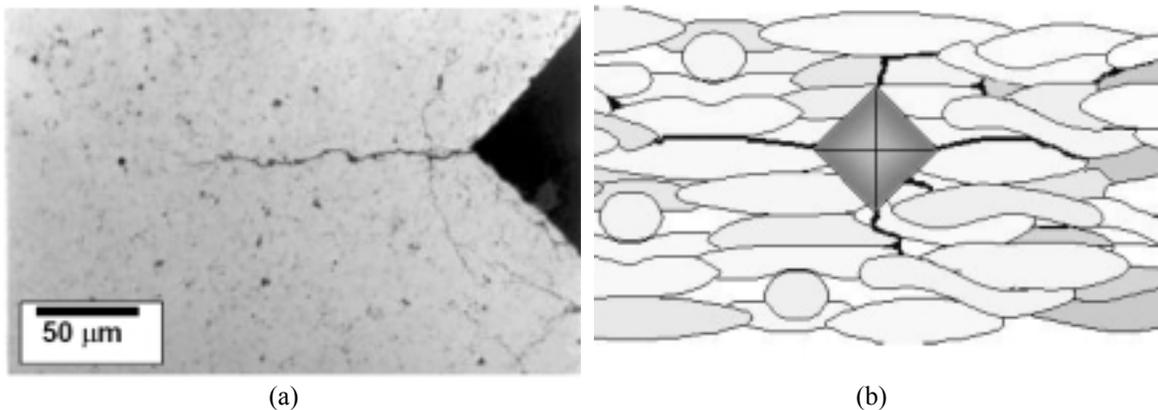


Figura 2.27 (a) Agrietamiento de un recubrimiento $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$, aplicado por HVOF. (b) Esquema del proceso de agrietamiento durante la indentación. Obsérvese la propagación de grieta que se facilita en la intercarga entre partículas ^[41].

Esta conclusión es muy válida y otros autores como Murthy y Venkataraman midieron la tenacidad a la fractura donde fue utilizado el indentador *Vickers*, de tal forma que la

huella quedara en el centro de la sección transversal del recubrimiento y además que una de las diagonales del indentador fuera paralela a la interfase sustrato-recubrimiento. Esta última parte se realizó con el fin de generar grietas paralelas a la interfase, ya que son más fáciles de producir en comparación con grietas en la dirección perpendicular a la interfase sustrato-recubrimiento ^[42]. En la Figura 2.28 se muestra que solo hay generación de grietas en la dirección paralela a la interfase del recubrimiento.

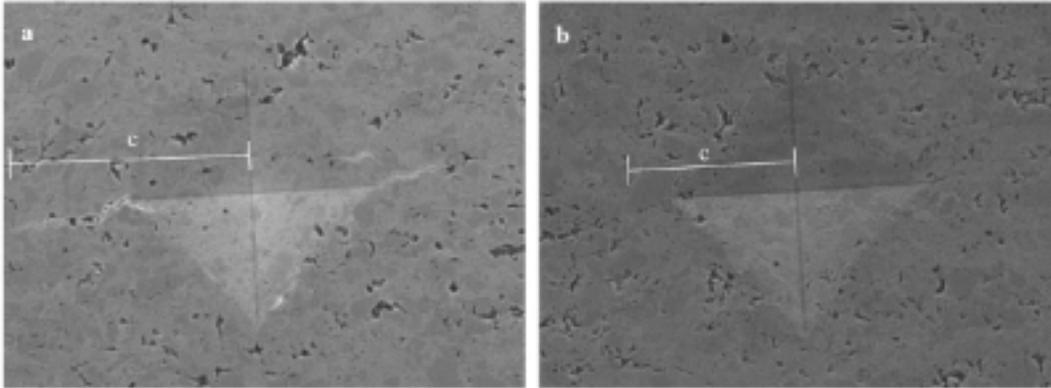


Figura 2.28 Agrietamiento después de la indentación en la sección transversal de recubrimientos de $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-20(NiCr)}$ aplicados por (a) HVOF, (b) DS ^[42].

Murthy y Venkataraman observaron que en algunos ensayos de indentación las grietas no se formaban. Esto se debe a que en la mayoría de los casos ^[42], las grietas no iniciaron en las esquinas de la indentación donde el esfuerzo era el más alto pero estas eran originadas en las caras o costados de la indentación. Esto fue atribuido a la no uniformidad de la microestructura de los recubrimientos aplicados por proyección térmica. Sin embargo, Lima *et al* afirmaron que las grietas transversales son usualmente observadas a muy altas cargas de indentación ^[43].

2.2.3 PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE RECUBRIMIENTOS APLICADOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA

Actualmente, existe un considerable conocimiento teórico acerca de las propiedades tribológicas de superficies recubiertas y hay un consenso muy general de los mecanismos físicos y químicos básicos que ocurren ^[16,26]. Sin embargo, el conocimiento en el campo práctico es muy disperso debido a innumerables trabajos donde los parámetros de prueba de cada sistema generan medidas que son efectuadas con diferentes aparatos, diferentes geometrías de contacto, diferentes ambientes, etc; lo que hace difícil comparar o establecer el desempeño de un recubrimiento con base en la información existente.

Las propiedades tribológicas de los recubrimientos modernos son, en general, muy importantes en sus aplicaciones y usualmente son muy diferentes de las propiedades tribológicas de los materiales en volumen que forman las piezas recubiertas. También son bastante distintos los procedimientos utilizados para la caracterización de las propiedades

tribológicas de los recubrimientos cuando se comparan con los procedimientos de caracterización clásicos empleados en la ingeniería o en los materiales convencionales [16, 26, 32].

2.2.3.1 TRIBOLOGÍA

La tribología* es la ciencia que estudia la fricción, el desgaste y la lubricación que tiene lugar durante el contacto entre superficies sólidas en movimiento. Puntualmente, la tribología se centra en el estudio de tres fenómenos:

- La fricción entre dos cuerpos.
- El desgaste como efecto natural del fenómeno de fricción.
- La lubricación como medio alternativo para evitar el desgaste.

Para entender la tribología y sus interacciones superficiales se requiere el conocimiento de varias disciplinas como física, química, matemáticas aplicadas, mecánica de sólidos, mecánica del contacto, transferencia de calor, lubricación, tecnología de materiales, entre otras [16,32,44].

En sus inicios, la tribología estudió exclusivamente problemas relacionados con el deslizamiento lubricado porque este había sido el único que permitía aplicaciones tecnológicas prácticas. El rápido desarrollo de la tribología sin lubricación se debe a la aparición de los recubrimientos duros en los últimos años y ésta debe en gran parte a la disponibilidad de procesos para fabricar recubrimientos como la proyección térmica, PVD y CVD, con los cuales se pueden lograr propiedades que antes eran inalcanzables [16,26,44].

2.2.3.1.1 Fricción

La fricción** es la resistencia al movimiento de un cuerpo sobre otro cuerpo. La fricción juega un papel importante en un número significativo de actividades diarias y en la mayoría de procesos industriales [6].

Las leyes experimentales fundamentales que gobiernan la fricción de cuerpos sólidos son muy simples. Estas comúnmente fueron nombradas por Coulomb, quien las formuló en 1875, basadas en trabajos más antiguos de Leonardo da Vinci y Amontons. Las leyes son definidas en los siguientes términos:

- La fricción estática debe ser más grande que la fricción cinética (o dinámica).
- La fricción es independiente de la velocidad de deslizamiento.
- La fuerza de fricción es proporcional a la carga aplicada.
- La fuerza de fricción es independiente del área de contacto [6, 45].

* Del griego *Tribos* que significa “rozar” o “frotar”

** Del latín *Fricate* que significa frotar.

Debe quedar claro que estas “leyes” son muy generales y que, mientras ellas son aplicables en muchas circunstancias, también hay numerosas condiciones bajo las cuales estas se rompen ^[6,45].

La fricción es comúnmente representada por el coeficiente de fricción, el cual generalmente se simboliza como μ ó f . El coeficiente de fricción es la relación entre la fuerza de fricción (F) y la carga normal (N) expresado en la Ecuación 2.17.

$$\mu = \frac{F}{N} \quad \text{Ecuación 2.17}$$

El coeficiente de fricción típicamente tiene rangos desde 0.03 para una superficie muy lubricada y de 0.5 a 0.7 aproximadamente para deslizamientos en seco ^[6].

Actualmente, es ampliamente aceptado que la fricción es el resultado de complejas interacciones entre el contacto de dos cuerpos, los cuales incluyen efectos de la deformación de las asperezas de la superficie, una grave deformación plástica del material más blando ocasionada por asperezas duras o desgaste por otras partículas y las interacciones moleculares dejando una adhesión entre los puntos de íntimos contacto. Un número de factores, tales como las propiedades mecánicas y fisicoquímicas de los materiales en contacto, topografía superficial y el medio en que ocurre determina la importancia de cada uno de los componentes en el proceso de fricción ^[46].

La fricción siempre es asociada con la disipación de energía y un número de estados que pueden ser identificados en el proceso de la pérdida de energía. Estos estados son:

- Estado uno. La energía mecánica es introducida en la zona de contacto, resultando la formación de un área real de contacto.
- Estado dos. La energía mecánica es transformada con el área de contacto, principalmente a través de deformación elástica, deformación plástica, apariciones de surcos y adhesión en las superficies.
- Estado tres. La disipación de energía mecánica, la cual se realiza principalmente a través de: disipación térmica (calor), almacenamiento en todo el cuerpo (generación de defectos, grietas, estado de esfuerzos, transformaciones plásticas) y emisiones (acústica y térmica) ^[46].

Hoy en día, cuando se está analizando el contacto entre dos cuerpos en movimiento hay que tener en cuenta el contacto de dos superficies ingenieriles y que estas superficies están formadas por asperezas individuales que tiene una distribución de alturas aleatoria y se están deformando elástica y plásticamente bajo determinadas cargas. La suma de todos estos micro-contactos creados por individuales asperezas constituyen el área de contacto real, que solamente es una pequeña fracción del área de contacto aparente (Figura 2.29). La relación entre área real y el área aparente de contacto puede ser tan baja como 10^{-4} ^[46].

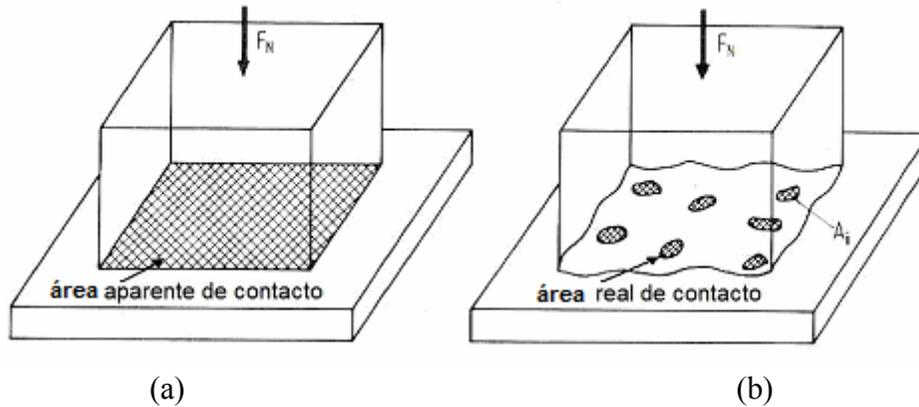


Figura 2.29 Diferencia entre (a) área aparente de contacto y (b) área real de contacto ^[16].

Hay dos grupos de propiedades que caracterizan las propiedades de deformación de los materiales en contacto y las características de la topografía de las superficies, las cuales definen la magnitud del área real de contacto bajo una carga normal W . Las propiedades de deformación incluyen: módulo elástico (E), presión (P) y dureza (H). Los parámetros importantes de la topografía superficial son: distribución de las asperezas, radio de las puntas (β), desviación estándar de las alturas de las asperezas (σ), e inclinación de las asperezas (θ) ^[45,46].

Generalmente, la fricción y el desgaste de dos superficies en contacto sin lubricación dependen del tipo de deformación de las irregularidades de la superficie. Greenwood y Williamson proponen un índice de deformación, el cual describe la transición de la deformación elástica a la deformación plástica de las asperezas de la superficie ^[16]:

$$\psi = \frac{E_r}{H} \sqrt{\frac{S}{R}} \quad \text{Ecuación 2.18}$$

Con

$$E_r = \frac{E_1 E_2}{E_2 (1 - \nu_1^2) + E_1 (1 - \nu_2^2)} \quad \text{Ecuación 2.19}$$

Donde H es la dureza del material menos duro, E_1 , E_2 son los módulos de elasticidad y ν_1 , ν_2 la relación de Poisson de los cuerpos en contacto, R es el radio de las asperezas (las cuales son asumidas la misma para todas) y S es la desviación estándar de la distribución de la altura de las asperezas. Si $\psi < 0,6$ el contacto que predomina es elástico mientras que $\psi > 1$ la deformación plástica es dominante ^[16]. Whitehouse y Archard implantaron un modelo más general para el factor de plasticidad ψ^* , el cual permite tener una distribución de la curvatura de los picos de las asperezas, el cual se muestra en la Ecuación 2.20.

$$\psi^* = 0,69 \frac{E_r S^*}{H \beta} \quad \text{Ecuación 2.20}$$

Donde S^* es el valor de R_{rms} de la superficie y β está relacionado la distancia de las asperezas de la superficie ^[16].

2.2.3.1.2 *Desgaste*

El desgaste es un proceso de daño superficial que se produce por efecto del contacto mecánico entre dos materiales, que involucra pérdida y/o daño del material debido al movimiento de las superficies ^[16].

La solución de un problema especial de desgaste depende de la identificación exacta de su naturaleza, para lo cual pueden ser usados sistemas de análisis que permitan identificar los parámetros del sistema tribológico (tribosistema). Dependiendo de los parámetros de un tribosistema, pueden ocurrir diferentes mecanismos de desgaste.

Los mecanismos describen las interacciones energéticas y de material entre los elementos de un tribosistema. Los tipos de movimientos entre los cuerpos en contacto también pueden ser usados para clasificar los diferentes procesos de desgaste. Diferentes técnicas son aplicadas para examinar el desgaste y en contraste a otras pruebas o ensayos mecánicos, no hay una norma general o estándar para examinar o probar el desgaste, pero un número de técnicas han sido ampliamente aceptadas en los laboratorios alrededor del mundo. La razón de la gran variedad de técnicas para examinar el desgaste es por la gran diversidad de sistemas de desgaste que ocurren en la práctica.

Las aplicaciones de sistemas de análisis (tribosistemas) pueden ser muy útiles para describir procesos tribológicos ^[16,45,46]. El diagnóstico de la fricción y del desgaste de tales tribosistemas o configuraciones de ensayos de laboratorio y muestras en prueba requieren una atención especial debido a que se debe tener en cuenta numerosas características, parámetros y factores que afectan estos sistemas. Esto es debido al hecho que la fricción y desgaste no son propiedades intrínsecas de los materiales, y deben estar relacionadas a toda la interacción de los componentes de un sistema, particularmente se debe tener en cuenta el par de materiales y elementos interfaciales entre ellos.

En la Figura 2.30 en la parte central, se puede observar los parámetros estructurales de un tribosistema. El análisis de los parámetros estructurales debe identificar primero, los componentes envueltos en un determinado problema de fricción y desgaste. Usualmente la estructura del tribosistema consiste de cuatro elementos: cuerpo sólido (triboelemento), el contra cuerpo (triboelemento), elementos interfaciales y el medio ambiente ^[6,16] (Ver Figura 2.30).

Los parámetros operacionales caracterizan las condiciones de un tribosistema y estos pueden ser considerados como variables independientes que pueden ser alteradas durante

un ensayo tribológico para obtener datos experimentales de fricción y/o desgaste. Los parámetros básicos operaciones se pueden observar en la parte izquierda de la Figura 2.30. Las características tribométricas son medidas como resultado de las interacciones interfaciales de las superficies en el tribosistema o en un ensayo de fricción y/o desgaste (Ver Figura 2.30, parte derecha) ^[6,16].

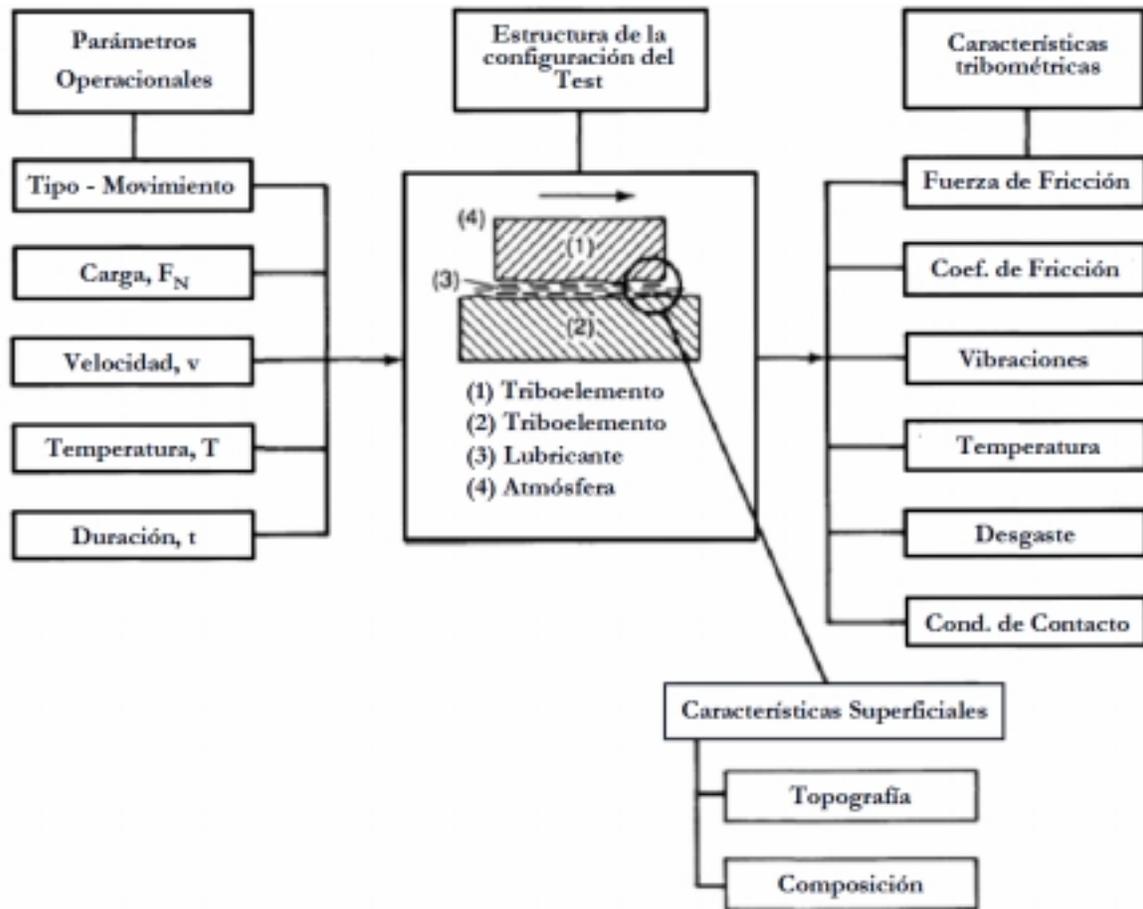


Figura 2.30 Características de un ensayo de fricción y desgaste ^[6].

2.2.3.1.2.1 Mecanismos de Desgaste

Como se mencionó anteriormente, el desgaste puede ocurrir cuando hay pérdida de material o daño en la superficie. Un gran número de términos son utilizados en la relación a las características de superficies desgastadas y a los modos o mecanismos de desgaste. Según Zum Gahr ^[16], Stolarsky ^[46] y de acuerdo con la norma DIN 50320 los cuatro principales mecanismos de desgaste o alguna combinación de ellos, son los siguientes:

- **Abrasión:** Remoción de material debido al rayado u otra acción, generalmente ocasionado por las duras asperezas de una superficie o partículas libres duras que se deslizan sobre una superficie más blanda (Figura 2.31 (a)).
- **Adhesión:** En los puntos de contacto de dos superficies en deslizamiento, puede ocurrir una adhesión momentánea entre las asperezas de cada superficie y con el movimiento, los contactos son cortados ^[26]. Es decir, este mecanismo de desgaste se basa en la formación y rompimiento de uniones adhesivas en las interfases (Figura 2.31 (b)).
- **Fatiga superficial:** Fatiga y formación de grietas en regiones de la superficie debido a esfuerzos cíclicos que posteriormente ocasionan la separación del material (Figura 2.31 (c)).
- **Reacción triboquímica:** Formación de productos de reacciones químicas como un resultado de interacciones químicas entre los elementos del tribosistema o cuando ocurre el deslizamiento de dos superficies en ambientes que atacan las superficies (Figura 2.31 (d)). También es conocida como desgaste químico o corrosivo, aunque algunos expertos en corrosión afirman que este campo no hace parte de la tribología, ni del desgaste, cuestión que no se entrará a discutir.

La deformación plástica generalmente no es clasificada como mecanismo de desgaste pero ésta juega un papel importante en muchos procesos de desgaste.

Otras clasificaciones de los mecanismos de desgaste son muchos más amplios, en las que adicionalmente se incluyen las siguientes categorías de mecanismo de desgaste:

- **Desgaste por impacto:** Comprende dos tipos de fenómenos de desgaste: el erosivo y el de percusión. La erosión puede ocurrir por chorros y flujos de partículas sólidas pequeñas transportadas dentro de un fluido, en general aire o agua, y todo este conjunto golpea la superficie (Figura 2.31 (e)). La percusión ocurre por impactos repetitivos de cuerpos sólidos de mayor tamaño ^[26].
- **Desgaste por cavitación:** El fenómeno de cavitación ocurre cuando pequeñas cavidades de vacíos (burbujas) se forman en un fluido sometido a grandes velocidades u ondas de gran energía y golpean a la superficie provocando su erosión debido a grandes presiones transitorias especialmente durante el colapso de las burbujas (Figura 2.31 (f)).
- **Desgaste por vibraciones** (“fretting”): Ocurre cuando hay movimiento oscilatorio de baja amplitud en la dirección tangencial entre las superficies de contacto que están nominalmente en reposo ^[26].

Algunas de estas categorías son incluidas en los cuatro principales mecanismos.

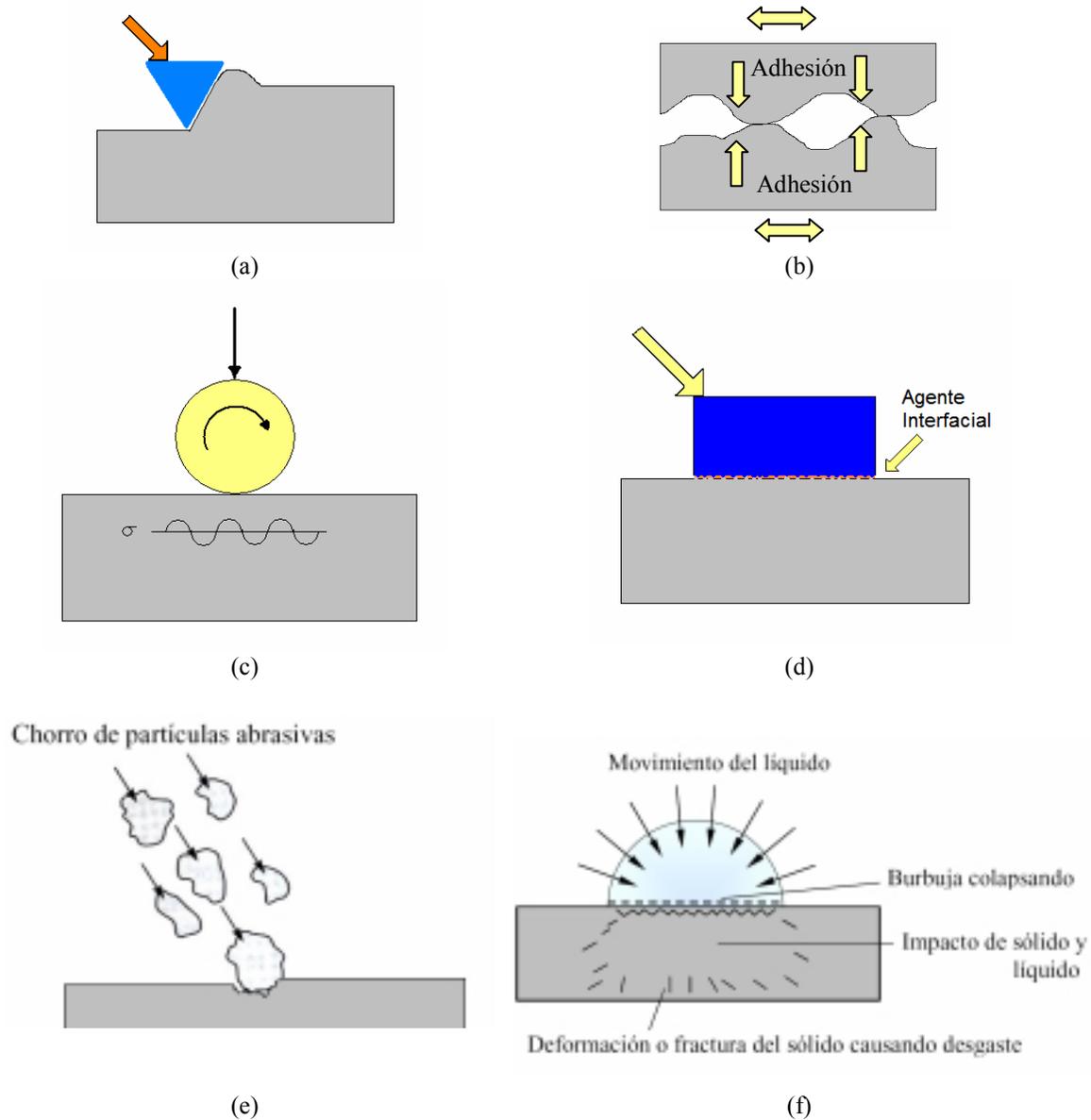


Figura 2.31 Mecanismos de desgaste. (a) Abrasión. (b) Adhesión. (c) Fatiga Superficial. (d) Reacción triboquímica. (e) Erosión (desgaste por impacto).^[26,45,46] (f) Cavitación^[26,45,46].

2.2.3.1.3 Abrasión

El desgaste por abrasión es el desplazamiento de material causado por la presencia: de partículas duras, embebidas o incrustadas en una o ambas superficies en movimiento, o por la presencia de protuberancias duras en las superficies en movimiento. También las protuberancias como las asperezas de una superficie maquinada pueden actuar como “partículas duras” si la superficie es mucho más dura que la superficie en contacto^[16,46].

Generalmente, el desgaste por abrasión ocurre cuando un cuerpo duro se desliza sobre una superficie blanda, al aplicar un esfuerzo normal se graba en ésta una serie de surcos característico de este mecanismo de desgaste ^[48]. Entonces, la pérdida de material en las superficies o superficie depende de las características de cada una de ellas, la presencia de abrasivos entre las superficies, la velocidad de contacto y otras condiciones del entorno ^[6].

Los dos modos básicos de desgaste por abrasión pueden ser clasificados en: abrasión de dos cuerpos y abrasión de tres cuerpos ^[44,45,47]. En el desgaste por abrasión de dos cuerpos, la superficie con duras asperezas o partículas rígidas mantenidas en la superficie pasan sobre otra superficie como una herramienta de corte ^[16] (Figura 2.32 (a)). En el desgaste abrasivo de tres cuerpos, las partículas duras libres ruedan y además se desliza sobre las superficies ^[45] (Figura 2.32 (b)). El desgaste abrasivo de tres cuerpos es de 2 a 10 veces menos intenso que el de dos cuerpos ^[16], debido a que solamente una pequeña porción de las partículas abrasivas entre las superficies causa el desgaste y debido a las variaciones en el ángulo de ataque de las partículas libres.

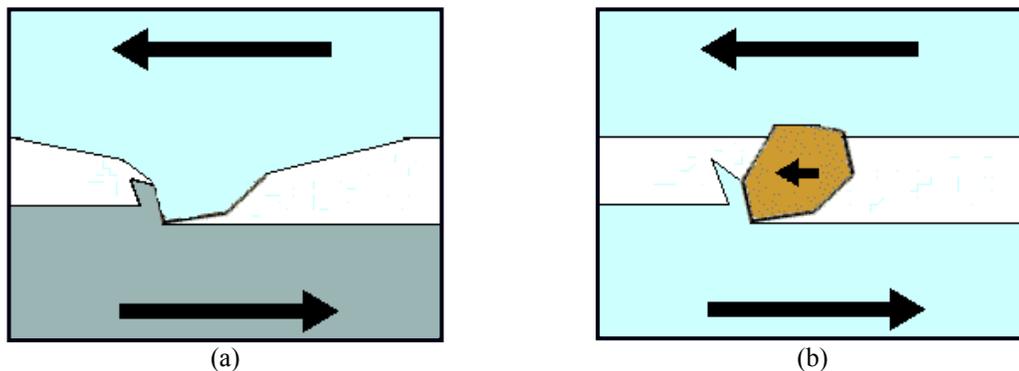


Figura 2.32 Dos modos de desgaste por abrasión. (a) Desgaste de dos cuerpos. (b) Desgaste de tres cuerpos.

- Mecanismos del desgaste abrasivo.

Inicialmente se pensó que el desgaste abrasivo por partículas o asperezas duras sobre una superficie blanda, se asemeja al proceso de corte que realiza una herramienta a un material. Sin embargo, exámenes microscópicos revelan que el proceso de desgaste abrasivo se aproxima y puede ser simulado por el corte que realiza la aspereza más afilada de la superficie dura sobre la superficie blanda. Es así, como el desgaste por abrasión conforme a la interacción de las asperezas duras con el material blando se subdivide en los siguientes micromecanismos: microarado (“microploughing”), microcorte, microfractura, fatiga acelerada por repetidas deformaciones y microagrietamiento ^[16, 45] (Figura 2.33).

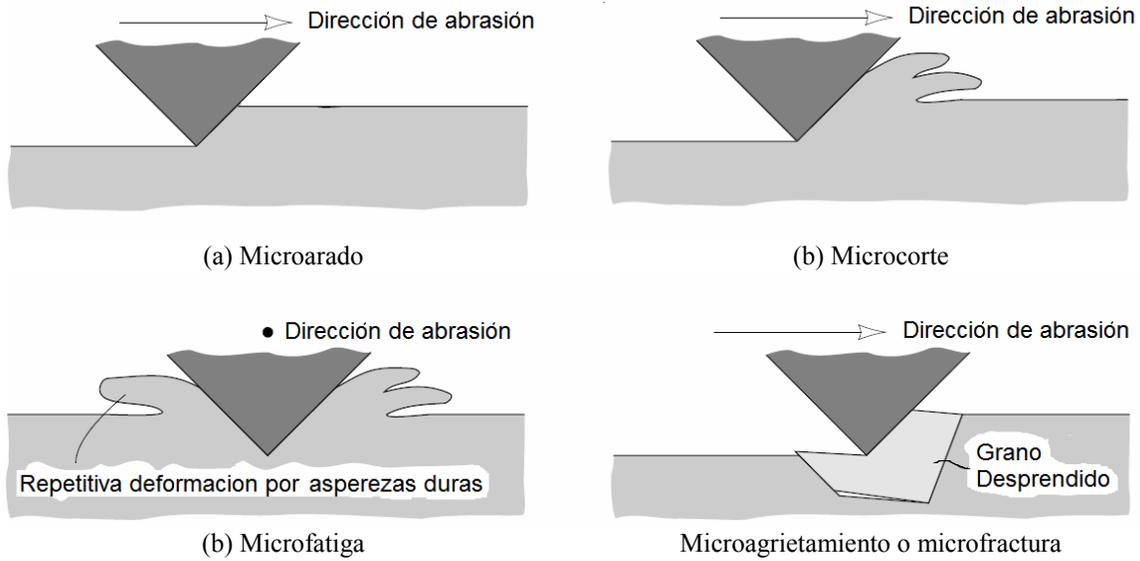


Figura 2.33 Micromecanismos de desgaste por abrasión [45].

- Modelos analíticos para el desgaste por abrasión

Uno de los más simples y viejos modelos se basa en una rígida aspereza modelada por la indentación provocada con un cono que atraviesa la superficie como se muestra en la Figura 2.34 [45]. La esencia del modelo de desgaste por abrasión describe cómo una dura aspereza cónica con pendiente (Θ) bajo la acción de una carga (W), recorre una superficie blanda y se asume que todo el material desplazado por el cono es perdido en forma de fragmentos o residuos del desgaste. La cantidad de material removido en este proceso se puede estimar mediante la Ecuación 2.21 y Ecuación 2.22 [46].

Simplificada:
$$V_{abrasion} = \frac{2 \tan \Theta}{\pi H} W L$$
 Ecuación 2.21

Refinada:
$$V_{abrasion} = n^2 \frac{P_y E W^{3/2}}{K_{IC}^2 H^{3/2}} L$$
 Ecuación 2.22

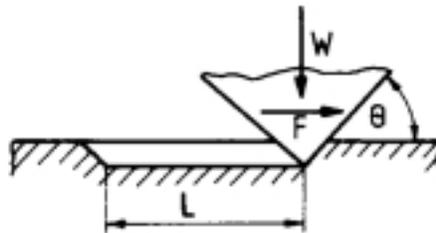


Figura 2.34 Esencia del desgaste por abrasión.

Donde n es el factor de endurecimiento por trabajo, P_y es el esfuerzo y $V_{\text{abrasión}}$ es el volumen de la pérdida de material ocurrida por el proceso ^[46].

Esta hipótesis propone que el micromecanismo de desgaste por abrasión es el que determina la proporción de material perdido en la superficie (Ver Figura 2.33). Sin embargo, la ecuación simplificada ha sido usada como una medida de la eficiencia de la abrasión para calcular la relación del desgaste teórico con el medido experimentalmente.

Un modelo más elaborado y exacto de desgaste por abrasión de dos cuerpos ha sido recientemente desarrollado ^[45]. En este modelo se reconoce que durante el desgaste abrasivo el material no hace una simple desaparición del surco y en cambio, una gran parte del material del surco es considerado como un desplazamiento a los lados del surco. Si el material es dúctil este desplazamiento queda como un par de muros en los bordes del canal. Un corte transversal idealizado de un surco ocasionado por desgaste abrasivo en un material dúctil se muestra en la Figura 2.35 ^[16,45].

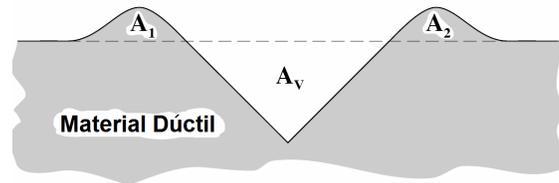


Figura 2.35 Modelo de remoción y desplazamiento de material dúctil en desgaste por abrasión ^[45].

Un nuevo parámetro “ f_{ab} ”, se define como la relación de la cantidad de material removido de la superficie por el paso de una aspereza con el volumen del surco ocasionado por el desgaste, y está definido en la Ecuación 2.23.

$$f_{ab} = 1 - \frac{(A_1 + A_2)}{A_v} \quad \text{o} \quad f_{ab} = \frac{A_v - (A_1 + A_2)}{A_v} \quad \text{Ecuación 2.23}$$

Donde A_v es el área de un surco desgastado medido en la sección transversal del surco y (A_1+A_2) son las áreas del material empujado al borde del surco por deformación plástica (Figura 2.35) ^[16,45]. Se puede deducir de esta última expresión que en un mecanismo ideal de microarado resulta cuando el parámetro $f_{ab} = 0$ y que un mecanismo de microcorte ideal el parámetro $f_{ab} = 1$.

Se observa que el valor del parámetro f_{ab} tiene una estrecha relación con las propiedades del material pero este también depende de las características del mecanismo de abrasión. Para el modelamiento del desgaste por abrasión de materiales frágiles el parámetro “ f_{ab} ” es modificado para permitir que la tendencia del material desgastado por abrasión pueda romperse o quebrarse en fragmentos en los bordes del surco como lo es mostrado en la Figura 2.36 ^[45].

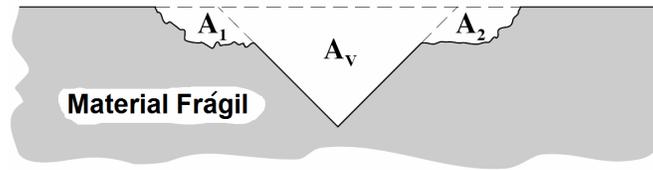


Figura 2.36 Modelo de remoción en material frágil sometido a desgaste por abrasión.

En este caso las áreas “ A_1 ” y “ A_2 ” son negativas debido a que el material frágil no se apila a los lados como si ocurre en un material dúctil pero en cambio la fractura amplía aún más el surco y la expresión “ f_{ab} ” se convierte en la Ecuación 2.24.

$$f_{ab} = 1 - \frac{|A_1 + A_2|}{A_v} \quad \text{Ecuación 2.24}$$

- Control del desgaste por abrasión

Desde que el desgaste por abrasión es la forma más rápida de desgastar los materiales y causa los más grandes costos en la industria, varios métodos han sido desarrollados para minimizar estas pérdidas ^[45]. El método básico para controlar o suprimir el desgaste abrasivo es aumentar la dureza de la superficie desgastada hasta un valor que sea al menos 0.8 la dureza de las asperezas de la superficie dura. Ninguna otra forma de desgaste permite tal simple razón para su prevención. Por supuesto, que también hay otras complicaciones tales como la prevención de la tenacidad a la fractura, ya que cuando aumenta la dureza, ésta debe alcanzar un cierto grado permitido ^[45].

El desgaste por abrasión es generalmente eliminado o controlado en gran parte con la aplicación de un material duro o de un recubrimiento duro. La mayoría de los materiales duros son más costosos que los materiales tradicionales, así que la primera pregunta que se debe responder es: ¿Cuál es la esencia del inconveniente causado por el desgaste por abrasión?; si el asunto es la duración y la vida útil del material que está sometido a desgaste entonces la solución es la elección de un material resistente a la abrasión que siempre estará determinado por el costo del reemplazo. Por esto se acostumbra a depositar capas delgadas de alta dureza, sobre la superficie de las piezas o componentes que protege. Esto permite equilibrar el componente económico, mediante el uso de un pequeño volumen (por ser capa delgada depositada sobre una superficie) del material costoso y aumento de la vida útil del componente, aunque estos recubrimientos sean un poco más costosos que los materiales habituales ^[45].

Los materiales más comunes para depositar como recubrimientos por proyección térmica son aleaciones de cobalto, níquel y hierro con varias cantidades de partículas duras de óxidos, boruros y/o carburos. Recubrimientos de Ni-WC son ampliamente usados para aplicaciones de resistencia al desgaste para incrementar la vida de trabajo de componentes tribológicos ^[49]. Altas fracciones de partículas de carburos incrementan la dureza mientras que la matriz de níquel proporciona una deseable tenacidad. Partículas de

WC son duras (1800-2500 H_v) y estables e incluso no se descomponen a altas temperaturas. La dureza de recubrimientos de Ni-WC depende de los parámetros microestructurales tales como la fracción de la matriz y del tipo, cantidad, forma, tamaño de partículas de carburo ^[49].

Recientemente se han hecho esfuerzos por estudiar la resistencia al desgaste por abrasión de recubrimientos de Ni-WC bajo diferentes condiciones. Ghosh et al investigaron la influencia del tratamiento térmico sobre la microestructura y el comportamiento del desgaste por deslizamiento en seco de recubrimientos de Ni-WC aplicados por proyección térmica y concluyó que el incremento de la temperatura del tratamiento térmico reduce la fracción volumétrica de las partículas de carburo y mejora la dureza y resistencia al desgaste de estas capas ^[49,50]. Krishna et al investigaron la influencia de la relación del oxígeno – combustible en la llama de recubrimientos de Ni-WC y reportó que la pérdida de carbono durante el proceso en un exceso del 45% ocasiona una reducción en la dureza y la resistencia al desgaste de los recubrimientos ^[49,51].

Kim et al investigaron el desgaste abrasivo en recubrimientos a base de Níquel reforzado con WC aplicados por combustión y fundidos superficialmente encontrando que el recubrimiento de 35% y 40% de WC con NiCrBSiC muestra la mejor calidad (la más alta dureza y más baja porosidad). Sin embargo, con una adición del 40% de WC proporciona la mejor resistencia al desgaste en el ensayo de desgaste de rueda de caucho con partículas de arena incrustadas ^[49,52].

Otro tipo de recubrimiento aplicado por proyección térmica, que es muy conocido por su resistencia al desgaste, son los recubrimientos de Alúmina-Óxido de Titanio (Al₂O₃-TiO₂). La Alúmina es un recubrimiento duro (cerámico) usado para aplicaciones tribológicas en partes mecánicas. Este material, sin embargo, experimenta varias modificaciones cristalográficas durante el enfriamiento de la capa en la aplicación por proyección térmica. Estas transformaciones metaestables disminuyen las propiedades mecánicas del recubrimiento, tales como la tenacidad a la fractura y reduce sus aplicaciones tribológicas. Adiciones de ZrO₂ y TiO₂ son conocidas para mejorar la tenacidad a la fractura y resistencia al desgaste y esto fue corroborado por *V. Fervel et al* ^[53,54].

Habib et al evaluaron la microestructura, propiedades mecánicas y comportamiento tribológico de recubrimientos de Al₂O₃- TiO₂ aplicados por proyección térmica por combustión concluyendo que el incremento de porcentaje de TiO₂, disminuye la dureza, y que la tenacidad a la fractura depende de diferentes factores. Es interesante en cuanto a la resistencia al desgaste, que el recubrimiento de 60/40 (Al₂O₃- TiO₂) tiene tres veces mayor resistencia comparado con el recubrimiento de 97/3 (Al₂O₃- TiO₂) ^[54].

2.3 HERRAMIENTAS DE CORTE

La base de mecanizar piezas con desprendimiento de material es utilizar un elemento con mayor resistencia y dureza llamado herramienta. Una herramienta de corte debe reunir

algunas características con el objeto de hacer un buen trabajo operativo de forma económica y eficiente. Estas son: alta resistencia al desgaste, conservación de la dureza a altas temperaturas, buena tenacidad, reducido coeficiente de fricción, estabilidad química, alta resistencia a la compresión y rotura por flexión y conductividad térmica apropiada según condiciones de aplicación ^[55].

La resistencia al desgaste determina la duración de la herramienta y conservación de la geometría. El calor generado en los desprendimientos de material es el mayor enemigo de las propiedades físicas y químicas de las herramientas de corte, por eso es muy importante que se conserve la dureza a altas temperaturas ^[55].

En todo proceso de corte sucede un fenómeno inevitable que es el desgaste de la herramienta, siendo las tres principales causas: el desgaste por abrasión, por adhesión y por difusión (químico), en donde la velocidad de corte es el factor que más influye en estos fenómenos ^[55]. Principalmente, el desgaste en las herramientas de corte es producido debido a las altas cargas normales que se generan y desplazan rápidamente sobre la superficie de la herramienta, la acción de corte y de fricción producida en la superficie incrementan la temperatura del material de la herramienta, la cual acelera los procesos físicos y químicos asociados con el desgaste de la misma ^[6].

Los tipos de materiales utilizados para la fabricación de herramientas de corte son: aceros rápidos que son más aplicados que los aceros al carbono y aleaciones a base de cobalto, molibdeno, tungsteno, vanadio y cromo, que permiten mayores temperaturas de trabajo, por lo que se pueden emplear a mayores velocidades de corte. Estas últimas herramientas se conocen con el nombre de “HSS” correspondientes a iniciales en inglés de High Speed Steel, que significa: aceros de alta velocidad. Estos aceros proporcionan una dureza entre 60 y 67 Rc y buena resistencia al impacto ^[55].

Sin embargo, para aumentar la dureza y mejorar las propiedades de corte del material se utilizan recubrimientos. Los recubrimientos utilizados son más duros y resistentes al desgaste que los materiales anteriormente mencionados, que generalmente son hechos de nitruro de titanio (TiN), carburo de titanio (TiC) y óxido de aluminio (Al₂O₃) aplicados por técnicas de PVD o CVD sobre aceros rápidos. Otras técnicas de aplicación de recubrimientos como la proyección térmica, electrodeposición, electroplateado también son utilizadas.

Otros materiales utilizados para herramientas de corte son los materiales duros fabricados por pulvimetalurgia, proceso que se basa en la mezcla de diferentes polvos de elementos aleantes como Tungsteno, Carbono, Cobalto, Tantalio y Titanio; se compactan y luego se sinterizan. En la sinterización se forman compuestos como WC, TiC y Carburo de Tantalio (TaC), los cuales reúnen características como: conservación de la dureza a altas temperaturas, elevada dureza, resistencia a la compresión, buena resistencia al desgaste y baja conductividad térmica, pero por su naturaleza cerámica tienen desventajas como poca resistencia al impacto, baja resistencia a la flexión y alta fragilidad ^[55].

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La metodología experimental para el trabajo se realizó mediante el procedimiento mostrado en la Figura 3.1.

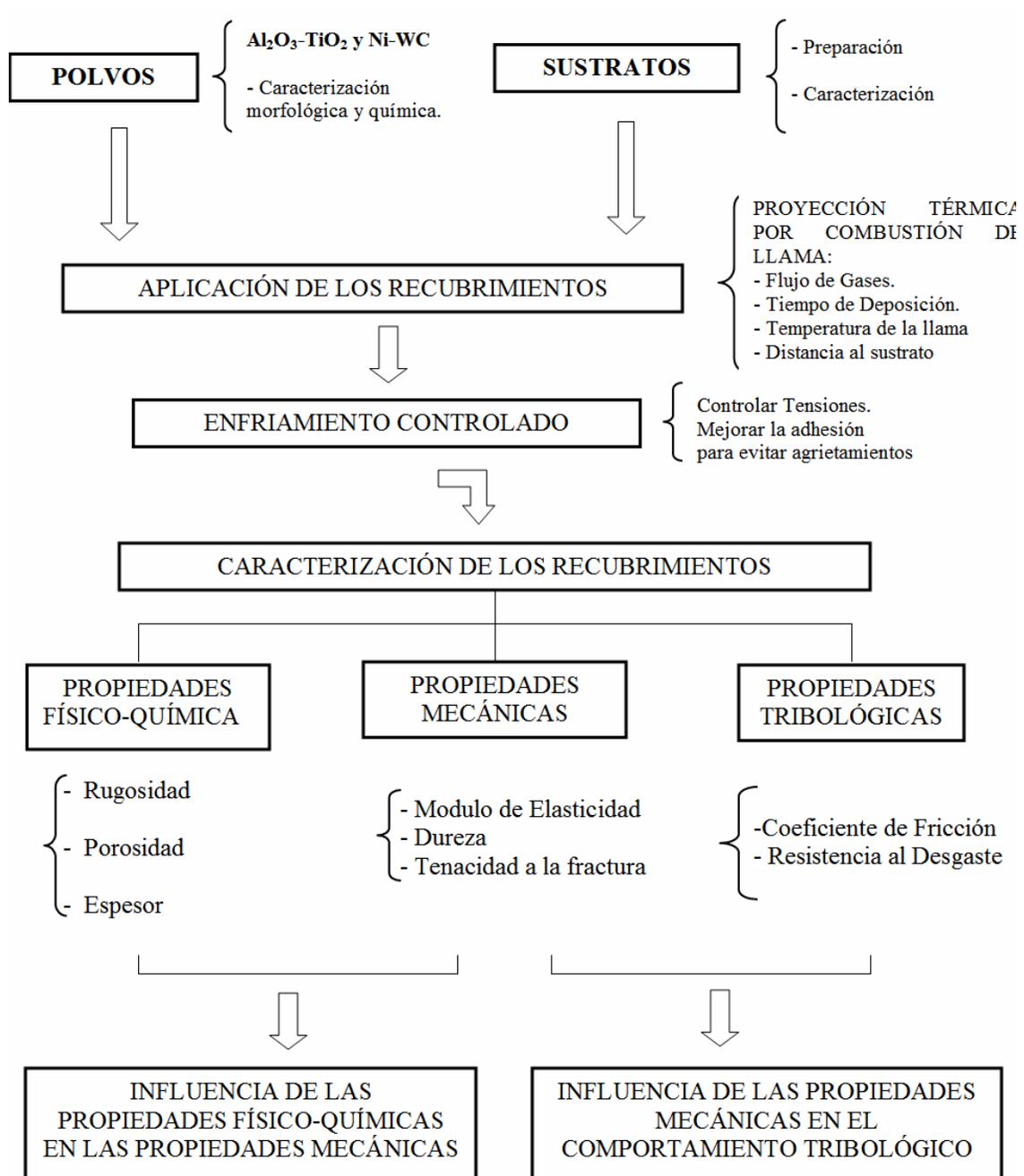


Figura 3.1 Metodología experimental.

La metodología experimental se llevó a cabo mediante las etapas que se describen a continuación, buscando obtener la información que conduzca a establecer si los recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y Ni-WC depositados por proyección térmica por combustión, tienen la capacidad de aumentar la vida útil de las herramientas de corte y procesamiento de polietileno.

3.1 PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE SUSTRATOS

Las probetas a recubrir fueron fabricadas con acero de herramienta AISI O1, maquinadas para las diferentes pruebas a realizar y luego fueron tratadas térmicamente. El tratamiento térmico realizado se basó en calentar el material a 820 °C, con una rata de calentamiento de 13.33 grados/minuto, un tiempo de sostenimiento de una hora y luego enfriado rápidamente en aceite. El acero AISI/SAE O1 fue protegido contra la oxidación mediante sílice. El material de entrega tenía una dureza de 15 ± 1 Rc y después del tratamiento térmico se obtuvo una dureza de 61 ± 1 Rc.

Todo esto se hizo con el fin de reproducir el estado y el material en que se ha obtenido la mayor vida útil (25 días) de las cuchillas y herramientas de corte de polietileno sin recubrimiento y que además es acorde con las condiciones en las que se obtiene buena compatibilidad con los recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y Ni-WC aplicados por proyección térmica.

La caracterización química del material de fabricación de las probetas se realizó mediante Espectrometría de Emisión Óptica (EEO) en el Laboratorio de Fundición de la Universidad de Antioquia.

Una vez fabricadas las probetas fueron preparadas superficialmente mediante chorro abrasivo de Corindón donde se obtuvo una rugosidad superficial (R_a) aproximadamente de 10 μm , con el fin eliminar óxidos, grasas y otras impurezas de la superficie a recubrir y obtener buena adherencia entre el recubrimiento y el acero.

3.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS PARA OBTENER LOS RECUBRIMIENTOS.

3.2.1 ANÁLISIS QUÍMICO DE LOS POLVOS

Se realizó análisis químico mediante difracción de rayos X (DRX) y análisis de energía dispersa (EDS) a los materiales utilizados para la obtención de los recubrimientos, con el fin de corroborar la composición de los polvos ProXon 21021 (Níquel), TungTec 10112 (Níquel-Carburo de Tungsteno), MetaCeram 25060 (Alúmina-Óxido de Titanio) de la marca Eutectic-Castolín y establecer su grado de pureza.

3.2.2 ANÁLISIS MORFOLÓGICO DE LOS POLVOS

El análisis morfológico se realizó mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM), con el fin de determinar la forma y tamaño de los materiales utilizados para obtener el recubrimiento y con el objetivo de conocer y predecir cómo será su comportamiento durante y después del proceso de aplicación de los recubrimientos. En los análisis de los resultados de DRX, la identificación de las fases presentes de cada polvo fue hallada por comparación directa de las intensidades y posición de los picos con los patrones de la base de datos de Internet Mincrust y la ayuda software de Panalitical.

3.3 APLICACIÓN DE LOS RECUBRIMIENTOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA DE COMBUSTIÓN

El proceso de aplicación se basa en el calentamiento del material (en forma de polvo) hasta fundirlo o semifundirlo y luego propulsarlo a una alta velocidad para asegurar una buena adherencia y apilamiento de las partículas, hasta formar el recubrimiento cuyas propiedades dependen de la energía térmica y cinética utilizada en el proceso, así como de la solidificación y/o sinterización de las partículas proyectadas.

Las antorchas utilizadas para la aplicación de los recubrimientos por combustión fueron las antorchas Super Jet Eutalloy y Terodyn 2000 de la marca comercial Eutectic-Castolín (Figura 3.2). Los gases utilizados para los procesos fueron oxígeno y acetileno a una presión de salida de 50 psi y 20 psi respectivamente.



(a)



(b)

Figura 3.2 Antorchas de proyección térmica por combustión: a) Terodyn 2000 y b) Super Jet Eutalloy

Para obtener los recubrimientos, primero se precalentó el sustrato (acero AISI O1) hasta alcanzar una temperatura aproximada de 150 °C y luego se depositó una capa base de níquel (21021) que sirve como material de unión o anclaje entre el sustrato y los demás recubrimientos a depositar. Posteriormente se aplicaron las capas de de Níquel-Carburo de Tungsteno y Alúmina-Óxido de Titanio con cada antorcha de proyección térmica.

En la Tabla 3.1 se observan las condiciones de aplicación para la capa de Níquel (ProXon 21021) con las dos antorchas utilizadas. Es importante resaltar que la antorcha SuperJet Eutalloy no tiene un dispositivo para regular el flujo de partículas, dispositivo que en la antorcha Terodyn 2000 corresponde a la Válvula T. También se debe resaltar que la antorcha Terodyn 2000 tiene un dispositivo para inyectar aire a presión, para ayudar a darle velocidad a las partículas, dispositivo que tampoco lo tiene la antorcha SuperJet Eutalloy. Debido a esto en las Tabla 3.1 y Tabla 3.2 no aparecen registrados las condiciones para la presión de aire y válvula T de la antorcha Eutalloy.

MATERIAL	ANTORCHA	TEMPERATURA DE PRE-CALENTAMIENTO (°C)	Presión de Aire (psi)	Válvula T	Distancia (cm)	Flujo de gases ft ³ /h	
						O ₂	C ₂ H ₂
ProXon 21021	Eutalloy	150	--	--	10	46.2	13.6
	Terodyn	150	20	5	12	73.5	59.84

Tabla 3.1 Condiciones de aplicación para la capa de níquel.

Posteriormente al depósito de Níquel, se aplicaron las capas superiores de Carburo de Tungsteno - Níquel y Alúmina-Óxido de Titanio con dos antorcha de proyección térmica (Terodyn 2000 y SuperJet Eutalloy) obteniendo cuatro tipos de recubrimientos.

La capa base (Níquel, ProXon 21021) fue aplicada hasta obtener un espesor mayor a 50 μm y sobre ésta se depositó la capa superior, de naturaleza cerámica ó cermet hasta obtener un espesor mayor a 250 μm y luego cada muestra fue enfriada lentamente con el fin de evitar agrietamiento o desprendimiento del recubrimiento.

Las condiciones de aplicación de los recubrimientos fueron establecidas con base en los resultados de estudios preliminares y en las especificaciones de los fabricantes de cada material. Estas condiciones se presentan en la Tabla 3.2.

MATERIAL	ANTORCHA	TEMPERATURA DE PRE-CALENTAMIENTO (°C)	Presión de Aire (psi)	Válvula T	Distancia (cm)	Flujo de gases Ft ³ /h (Nivel Flotante)	
						O ₂	C ₂ H ₂
10112	Eutalloy	150	--	--	7	46.2	14.96
	Terodyn	150	30	5	12	90.3	25.84
25060	Eutalloy	150	--	--	7	46.2	10.88
	Terodyn	150	30	5	12	79.8	46.24

Tabla 3.2 Condiciones de aplicación de la capa superior cerámica (MetaCeram 25060) o cermet (TungTec 10112).

En la Figura 3.3 se observa la aplicación de los recubrimientos con la antorcha Terodyn 2000 sobre los sustratos metálicos de forma cilíndrica. En este proceso de aplicación con esta antorcha, la energía cinética que se le imparte a las partículas se logra gracias a la presión de aire de un compresor y al flujo de los gases. El flujo del oxígeno y acetileno es regulado por un flujómetro modelo FM-1.

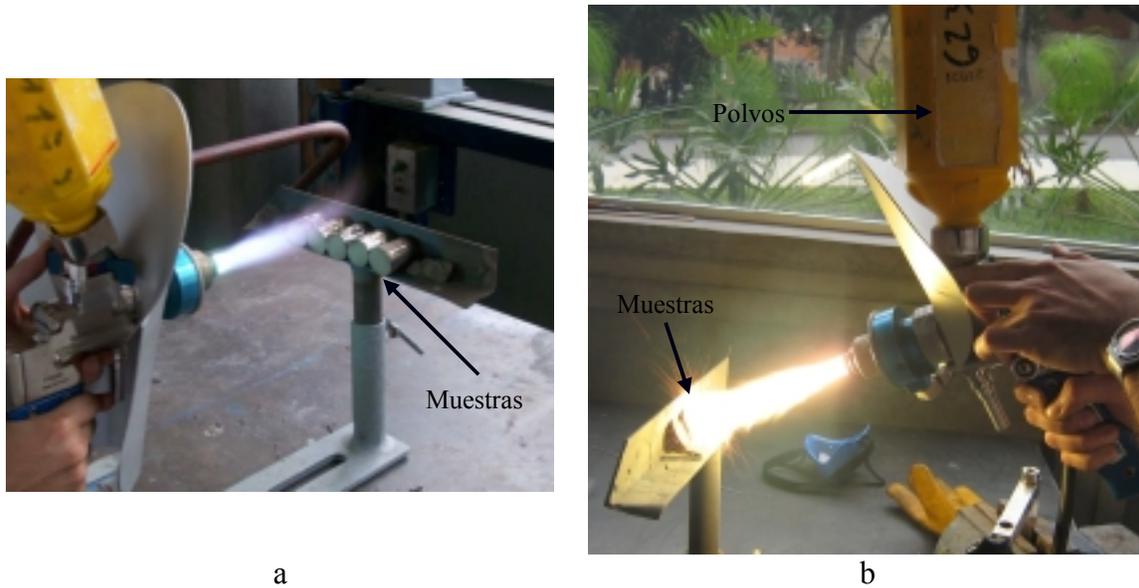


Figura 3.3 Aplicación de recubrimientos con antorcha Terodyn 2000.

En la Figura 3.4 se puede observar la aplicación de los recubrimientos con la antorcha SuperJet Eutalloy sobre las muestras metálicas. En este proceso, la energía cinética que se le imparte a las partículas se logra con el flujo de los gases (oxígeno y acetileno). El flujo de gases que alimentan la antorcha fue regulado con el flujómetro FM-1.

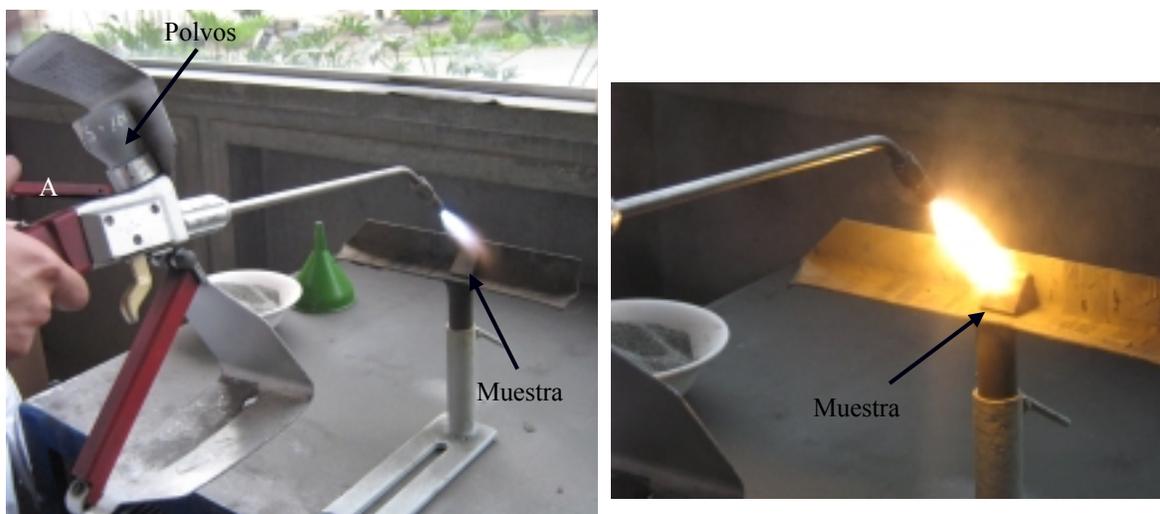


Figura 3.4 Aplicación de recubrimientos con antorcha SuperJet Eutalloy, donde A es el dispositivo de paso de los polvos.

En la Tabla 3.3 se describe la codificación asignada a las muestras, la cual fue determinada teniendo en cuenta la antorcha de proyección térmica utilizada y la naturaleza de la capa superior de los recubrimientos obtenidos.

MUESTRA	MATERIAL		ANTORCHA
	Recubrimiento Base	Recubrimiento Superior	
M1	Ni (21021)	Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (25060)	TeroDyn 2000
M2	Ni (21021)	Ni-WC (10112)	
M3	Ni (21021)	Al ₂ O ₃ -TiO ₂ (25060)	SuperJet Eutalloy
M4	Ni (21021)	Ni-WC (10112)	

Tabla 3.3. Composición química de los recubrimientos obtenidos y codificación de las muestras.

3.4 CARACTERIZACIÓN DE LOS RECUBRIMIENTOS

3.4.1 CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA DE LOS RECUBRIMIENTOS

La evaluación estructural de los recubrimientos, se realizó sobre su sección transversal; para lo cual cada una de las muestras fue montada en una resina protegiendo su borde con una cuchilla. Posteriormente se realizó el desbaste con papel abrasivo de SiC de grado 100, 220, 320, 400, 600, 1200 y el pulido en paño con pasta de diamante hasta obtener una superficie de acabado espejo.

Para realizar el análisis microestructural de cada uno de los recubrimientos se utilizaron las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) con un equipo marca JEOL 5910LV con microsonda EDS acoplada y Microscopía Óptica (MO) con un equipo Olympus BX-40. Las imágenes de MO y MEB obtenidas fueron utilizadas para determinar la porosidad en cada recubrimiento mediante análisis digital de imágenes utilizando las herramientas de análisis de Imagen de Matlab (toolbox Image Processing) y el software IPML-DUTH. Con estos análisis se pudieron determinar las diferentes características estructurales y espesores de los recubrimientos obtenidos.

La composición química de los recubrimientos fue obtenida con Espectrometría de Energía Dispersiva (EDS) y Difracción de Rayos X (DRX) con el fin de corroborar y comparar la composición de los recubrimientos con los polvos utilizados en el proceso de aplicación.

En los análisis de los resultados de DRX, la identificación de las fases presentes de cada recubrimiento obtenido fue hallada por comparación directa de las intensidades y

posición de los picos con los patrones obtenidos de la base de datos de Mincrust y el software de Panalitical.

La rugosidad superficial de los recubrimientos fue medida con el rugosímetro Mitotoyo SJ-201 (Figura 3.5), con el fin de determinar la topografía de la superficie después de la aplicación de los recubrimientos y antes y después de los ensayos de desgaste.

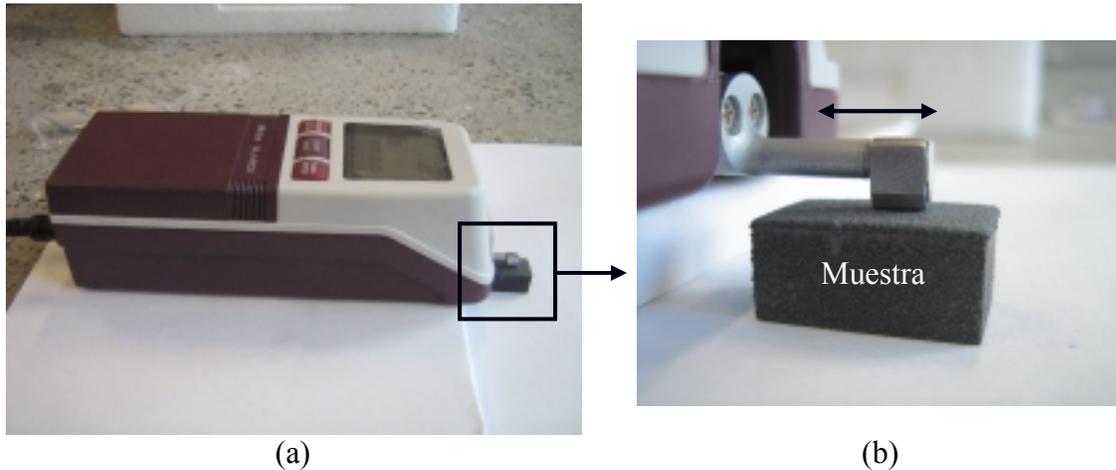


Figura 3.5 Medida de la rugosidad. a) Rugosímetro Mitutoyo SP-201. b) Muestra en el proceso de medida de rugosidad de la superficie.

3.4.2 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE LOS RECUBRIMIENTOS

Las propiedades mecánicas de los recubrimientos fueron medidas en la sección transversal en las muestras pulidas.

La dureza se determinó mediante microindentación Vickers, en la cual se obtuvieron huellas aplicando cargas de 50g (Muestra M3), 100g (Muestras M1, M2, M4) durante 15 s. Esta microdureza se realizó en la parte central de la sección transversal de cada recubrimiento y se determinó empleando modelos matemáticos y ecuaciones ya descritos en la primera parte:

$$Hv = \frac{1.854 P}{d^2} \quad \text{Ecuación 3.1}$$

Donde P es la carga en Kg y d la diagonal larga en mm.

En todos los recubrimientos la tenacidad a la fractura fue determinada mediante microindentación Vickers, en donde se obtuvieron huellas y grietas a cargas de 100g (muestra M3), 200g (muestra M1, M4) y 300g (muestra M2) durante 15 segundos. La carga crítica a la cual se produce el agrietamiento de cada recubrimiento, fue determinada mediante pruebas preliminares. El modelo utilizado para calcular la tenacidad a la fractura fue desarrollado por Lawn Evans y Marshall (LEM), en donde el patrón de las

grietas radiales se puede correlacionar con la carga aplicada, geometría del indentador y la rigidez del material, mediante la Ecuación 3.2.

$$K_{IC} = 0.0752 \frac{P}{C^{3/2}} \quad \text{Ecuación 3.2}$$

Donde P la carga aplicada, C la longitud de la grieta medida desde el vértice de la huella y K_{IC} es la tenacidad a la fractura.

El módulo de elasticidad se determinó mediante microindentación Knoop, en donde la diagonal más corta sufre una recuperación elástica asociada a este parámetro. El cálculo del módulo de elasticidad se realizó mediante la siguiente ecuación ya descrita en la primera parte:

$$E = \frac{(-\alpha H_k)}{\left(\frac{b'}{a'} - \frac{b}{a}\right)} \quad \text{Ecuación 3.3}$$

Donde α es una constante (0.45), H_k es la dureza Knoop (en Pa), a' y b' son las longitudes de la mayor y menor diagonal de la huella de la indentación y $a/b = 7.11$.

Las microindentaciones Vickers y Knoop se realizaron con un microdurómetro marca Shimadzu.

3.4.3 CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA DE LOS RECUBRIMIENTOS

Las propiedades tribológicas evaluadas fueron las siguientes: el coeficiente de fricción y la resistencia al desgaste de los recubrimientos, las cuales fueron determinadas mediante la técnica de pin (recubrimiento) sobre disco (polietileno), tratando de simular en lo posible las condiciones dinámicas de corte y procesamiento de polietileno, como se muestra en la Figura 3.6.

Para el ensayo se utilizaron pines de las cuatro clases de recubrimiento obtenidos, los cuales fueron deslizados contra discos de polietileno de alta densidad. La presión utilizada para el área de contacto de las pines en los ensayos fue de 0.502 MPa a una velocidad de deslizamiento de 1.04718 m/s. En los ensayos, la temperatura se proporcionó mediante el suministro de aire caliente sobre el disco alcanzando una temperatura entre 108°C y 115°C en la salida del dispositivo, como se muestra en la Figura 3.6. Se utilizó una termocupla adaptada a un multímetro digital marca Fluke ref. 186 para registrar la temperatura. El tiempo de duración de cada ensayo fue de 45 min, para una distancia recorrida de 2827 m.

Antes de comenzar cada prueba, la superficie de los pines fue pulida con un papel abrasivo de carburo de silicio, grado ASTM 600, para garantizar condiciones similares en

cada una de las muestras a ensayar. La rugosidad de cada pin fue medida antes y después del ensayo, con un rugosímetro Mitutoyo SP-201. La resistencia al desgaste fue determinada mediante la pérdida de peso utilizando una balanza AND HR-200 con una resolución de 0.1 mg, luego la masa perdida fue multiplicada por la densidad del recubrimiento para hallar el volumen que se perdió en cada muestra después del ensayo.

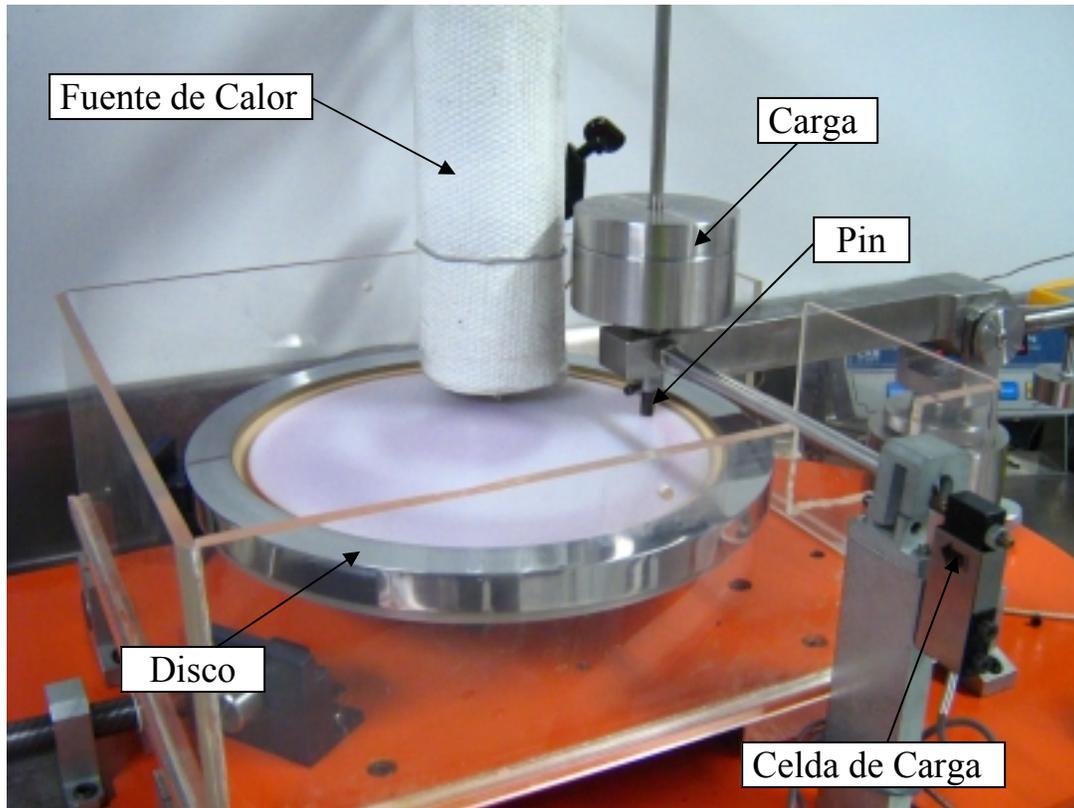


Figura 3.6 Máquina de pin sobre disco utilizada para evaluar el desgaste de los recubrimientos.

El coeficiente de fricción (μ) fue obtenido mediante los datos registrados por la celda de carga del tribómetro y la carga utilizada en cada ensayo, aplicando la Ecuación 3.4.

$$\mu = \frac{F_N}{P} \quad \text{Ecuación 3.4}$$

La información obtenida fue utilizada para estudiar la influencia de las propiedades físicas y mecánicas en la resistencia al desgaste de recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y Ni-WC , con el fin de establecer si estos recubrimientos pueden ser utilizados para aumentar la vida útil de herramientas de corte y procesamiento de polietileno.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES UTILIZADOS PARA LA OBTENCIÓN DE LOS RECUBRIMIENTOS.

4.1.1 SUSTRATO

De acuerdo con los resultados del análisis químico realizado mediante Espectrometría de Emisión Óptica (EEO) al material utilizado como sustrato, se puede corroborar que este corresponde a un acero de herramientas AISI/SAE O1 (Ref Bohler: K460) como se muestra en la Tabla 4.1. Los resultados obtenidos corresponden a la lámina y a la barra preparadas térmicamente para cumplir con los requerimientos del sustrato, como se mencionó en el capítulo anterior.

En la Tabla 4.2 se muestra la composición química característica del acero AISI /SAE O1 y sus equivalencias en los diferentes organizaciones de estandarización internacionales.

ELEMENTO	COMPOSICIÓN QUÍMICA (% PESO)	
	Lamina *	Barra*
Fe	96.538	96.968
C	0.934	0.916
Si	0.324	0.226
Mn	0.998	1.053
S	0.004	0.005
P	0.014	0.010
Ni	0.213	0.121
Cr	0.542	0.511
Mo	0.127	0.051
Al	0.010	0.011
Cu	0.190	0.040
Pb	0.000	0.003
Sn	0.028	0.002
Ti	0.004	0.001
V	0.080	0.082

Tabla 4.1 Composición química de los materiales utilizados como sustrato

* Este resultado es un promedio de tres análisis de EEO.

Composición Química (Valores aproximados en %)					
C	Si	Mn	Cr	V	W
0,95	0,25	1,10	0,55	0,10	0,55
Normas					
EN/DIN < 1.2510 > 100MnCrW4	AISI O1	UNS T31501	BS B01		
UNE F5220 95MnCrW5	SIS ~ 2140	JIS ~ SKS3	GOST ~ 9ChVG		

Tabla 4.2 Composición química característica de un acero de herramientas AISI O1 y las normas internacionales que corresponden a esta composición.

4.1.2 ANÁLISIS DE LA MORFOLOGÍA Y COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LOS POLVOS UTILIZADOS PARA OBTENER LOS RECUBRIMIENTOS.

En este trabajo se seleccionaron tres materias primas de la casa comercial Eutectic - Castolín, una de ellas Níquel (Referencia Proxon 21021) utilizada como capa de anclaje o enlace entre el recubrimiento (Cerámico o Cermet) y el sustrato. Los otros dos polvos utilizados para obtener los recubrimientos superiores fueron: polvos de Alúmina – Óxido de Titanio (referencia 25060) y otro polvo es una mezcla de Níquel-Carburo de Tungsteno (referencia 10112) (Ver Anexo 1).

4.1.2.1 POLVOS DE NÍQUEL (ProXon 21021)

En el análisis morfológico realizado a los polvos de Níquel de referencia Proxon 21021 mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), se estableció que las partículas de Níquel poseen una geometría completamente redonda, con tamaño de partícula que oscila entre 15 μm y 75 μm , tal y como se muestra en la Figura 4.1.

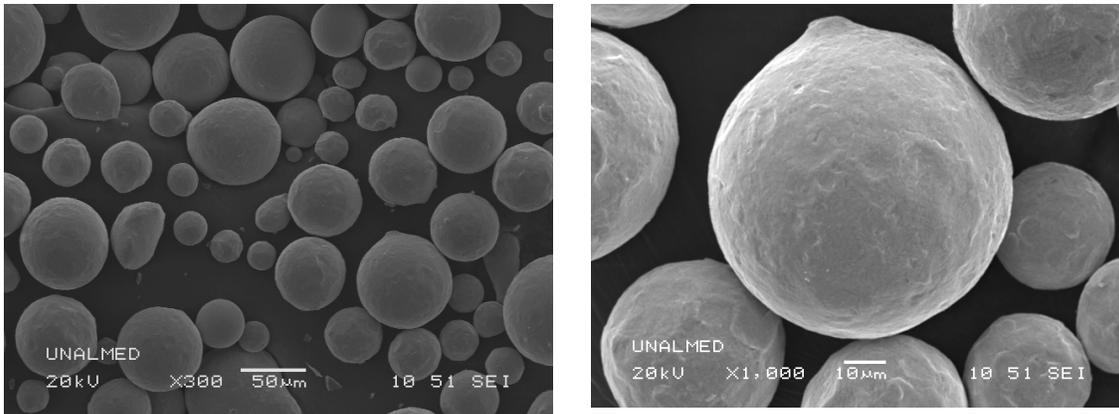


Figura 4.1 Imágenes de MEB para los polvos de níquel de referencia Proxon 21021.

El análisis de Difracción de Rayos X (DRX) realizado a los polvos ProXon 21021 para corroborar la composición química de esta muestra, permitió establecer que estos corresponden a Níquel metálico. Como se puede observar en el difractograma de la Figura 4.2, los picos de difracción producidos por esta muestra coinciden con los del estándar de difracción número: 00-003-1051, los cuales se producen en ángulos 2 Theta de 44.834 (111) y 52.23 (200) (Ver Anexo 2).

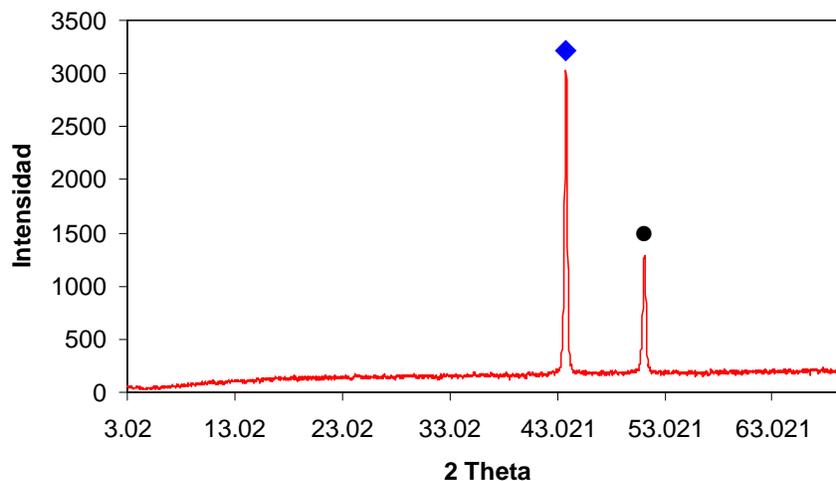


Figura 4.2 Difracción de Rx del polvo de níquel utilizado para la obtención de los recubrimientos. Los picos representan las siguientes fases: ◆=Ni (100), ●=Ni (200).

4.1.2.2 POLVOS DE ALÚMINA – ÓXIDO DE TITANIO (MetaCeram 25060)

En el análisis morfológico realizado a la muestra referencia MetaCeram 25060, se estableció que tanto las partículas de Al_2O_3 , como las de TiO_2 , poseen una geometría en forma de facetas agudas e irregulares, con tamaño de partícula que oscila entre 30.75 y 54 μm para el caso de la alúmina y entre 23.12 y 34.62 μm para el caso del óxido de titanio, tal y como se muestra en la Figura 4.3.

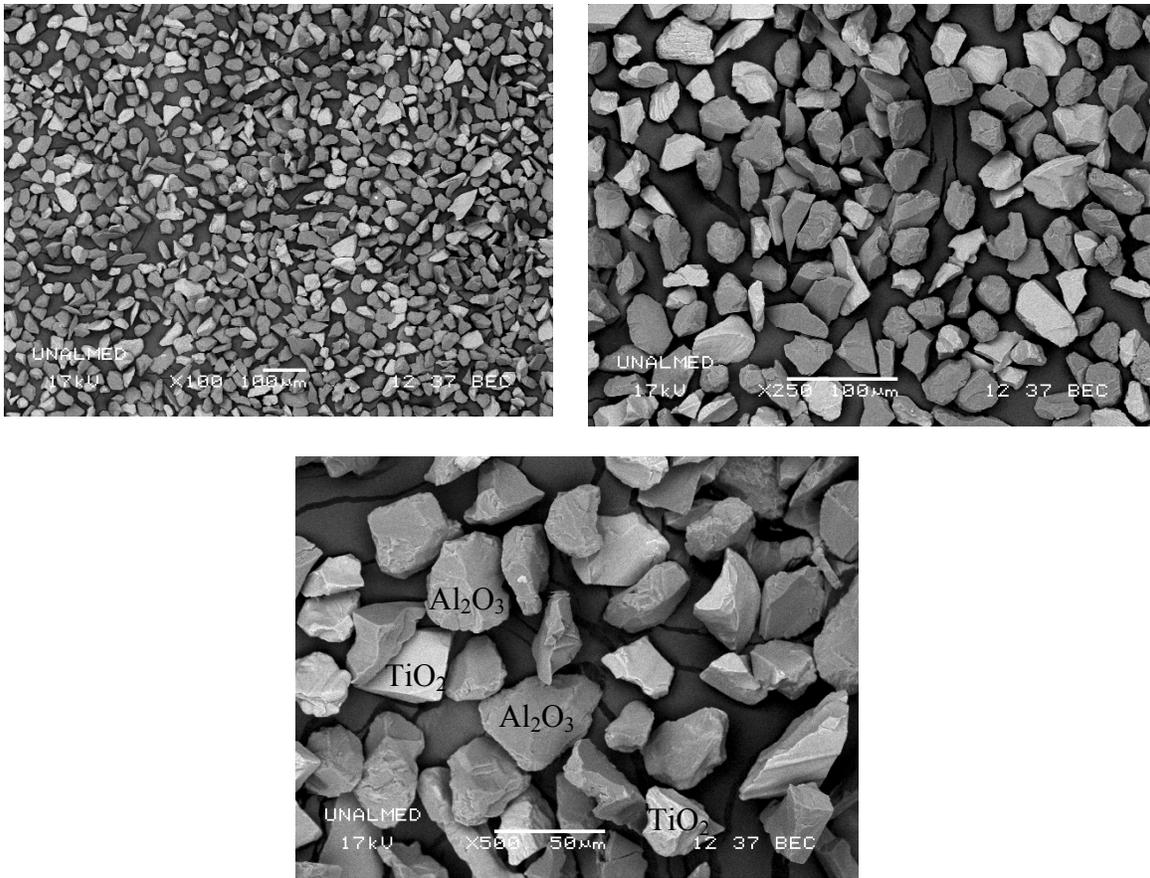


Figura 4.3 Imagen de MEB realizada a los polvos de Alúmina – Óxido de Titanio (referencia 25060).

Los resultados del análisis EDS realizado a la muestra de MetaCeram 25060, permiten establecer que ésta corresponde a una mezcla de partículas de óxido de aluminio (Al_2O_3), con partículas de dióxido de titanio (TiO_2) y la Figura 4.4 se muestra los picos representativos del espectro obtenido en el análisis de ésta muestra.

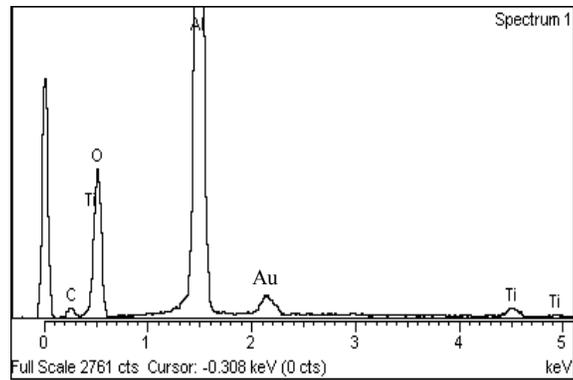


Figura 4.4 Espectro obtenido en el análisis EDS de la muestra MetaCeram 25060.

Los resultados de Difracción de Rayos X, permiten corroborar la composición de los polvos de óxido de aluminio – óxido de titanio, tal como se muestra en la Figura 4.5. En esta figura se observa los picos representativos de la muestra analizada, que coinciden con los picos de óxido de aluminio (en forma de Alúmina, Romboédrica) y óxido de titanio (en forma de Rutilo tetragonal, sintético), según los patrones consultados (Ver Anexo 2).

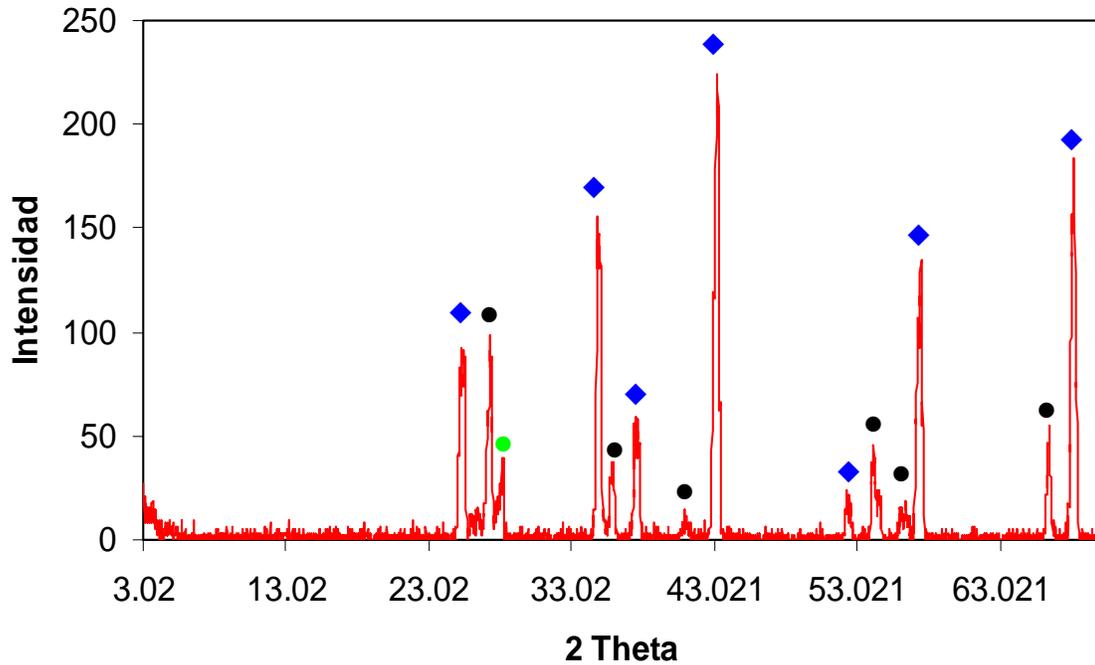


Figura 4.5 Difracción de Rx del polvo Alúmina – Óxido de Titanio. Los picos representan las siguientes fases: \blacklozenge = Al_2O_3 ; \bullet = TiO_2 ; \bullet = $\text{Al}_2\text{O}_3.\text{TiO}_2$

4.1.2.3 POLVOS DE NÍQUEL – CARBURO DE TUNGSTENO (Tungtec 10112)

El análisis mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) realizado a la muestra referencia TungTec 10112, permitió establecer que las partículas de níquel que conforman este polvo poseen una geometría esférica, son bastante homogéneas y tienen un tamaño de partícula que oscila entre 10.61 y 73.79 μm , mientras que las partículas de carburo de tungsteno poseen una forma aguda e irregular, con tamaño de partícula que varía entre 24.9 y 91.6 μm , tal y como se muestra en la Figura 4.6.

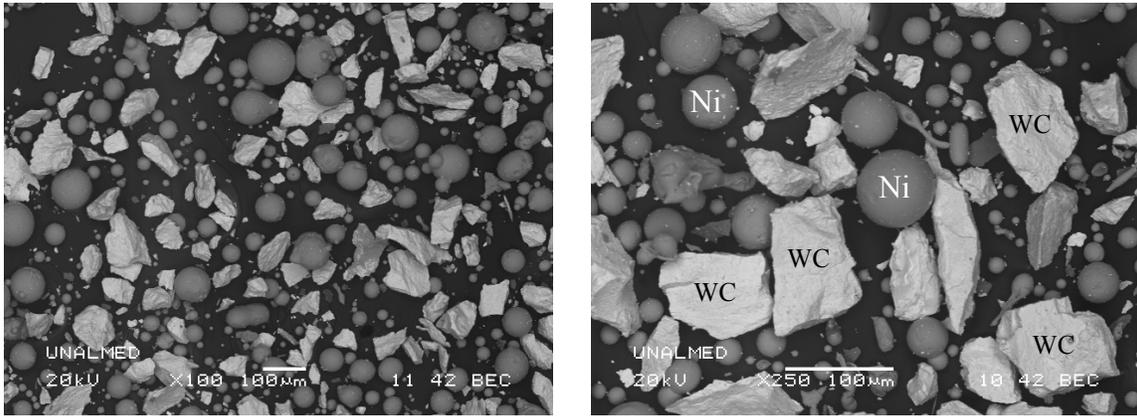


Figura 4.6 Imagen de MEB realizada a los polvos de Níquel – Carburo de Tungsteno (referencia Tungtec 10112). Las partículas redondas corresponden a las partículas de níquel y las partículas de forma irregular corresponden a WC.

El análisis químico realizado mediante Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS) permitió determinar que los polvos con referencia Tungtec 10112 corresponden a una mezcla de partículas de níquel (Ni), con carburo de tungsteno (WC) y trazas de cromo. En la Figura 4.7 se muestra el espectro obtenido en este análisis.

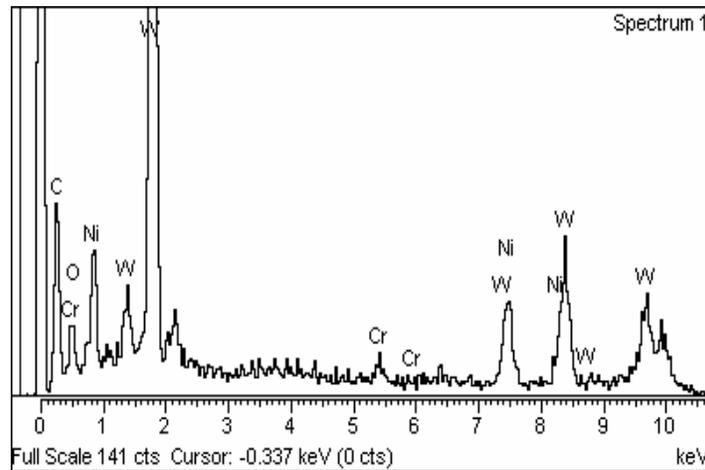


Figura 4.7 Espectro obtenido en el análisis EDS del polvo de referencia Tungtec 10112.

El resultado del análisis de difracción de rayos X, permitió establecer que el níquel se encuentra en estado metálico, mientras que el carburo de tungsteno corresponde a los compuestos WC y W_2C (Ver Anexo 2), tal y como se puede observar en la Figura 4.8.

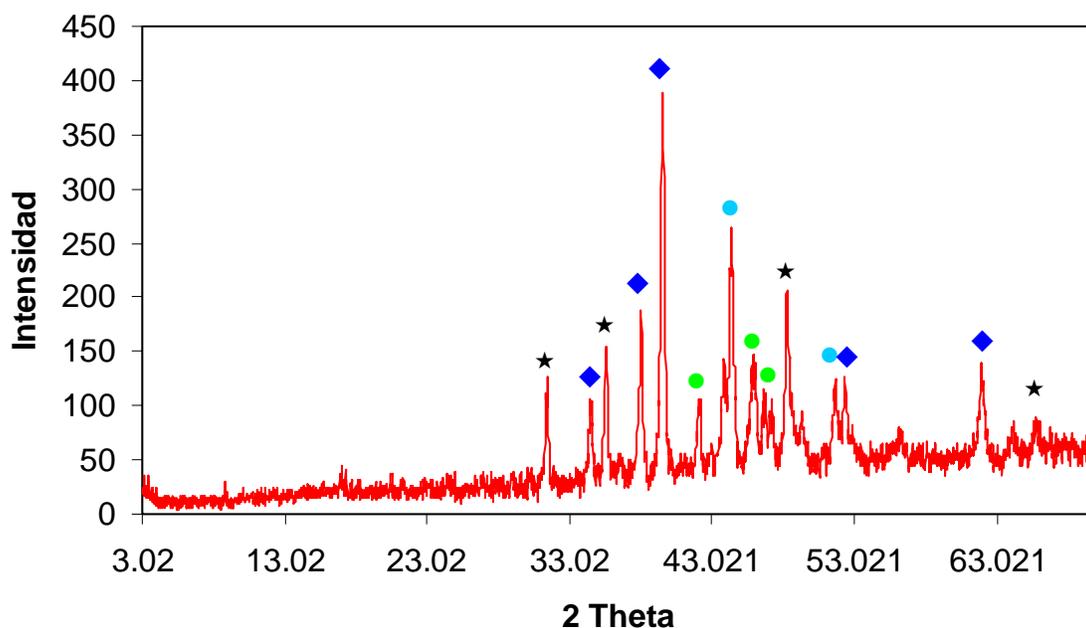


Figura 4.8 Difracción de Rx del polvo Níquel – Carburo de Tungsteno (WC) (Tungstec 10112). Los picos representan las siguientes fases: \blacklozenge = W_2C , \star = WC, \bullet = Ni y \bullet = $Cr_6Ni_{16}Si_7$

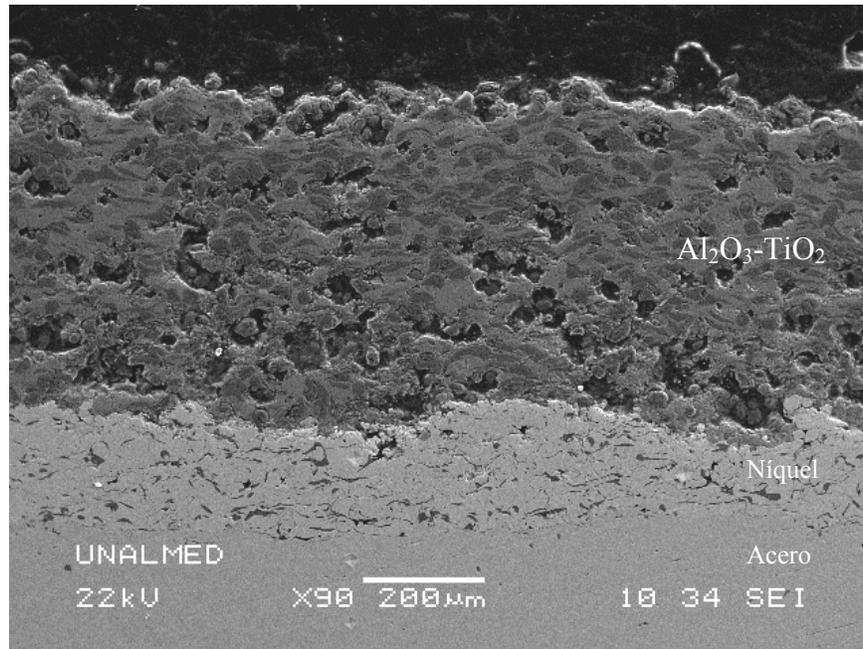
4.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA DE COMBUSTIÓN

4.2.1 RECUBRIMIENTO DE ALÚMINA – ÓXIDO DE TITANIO APLICADO CON TERODYN 2000 (MUESTRA M1)

En la Figura 4.9(a) se observa la morfología del recubrimiento de Alúmina – Óxido de Titanio y de la capa base de níquel correspondientes a la muestra M1. El recubrimiento tiene estructura en forma laminar construida por el apilamiento de partículas individuales en estado fundido o semifundido. Adicionalmente, existe una gran cantidad de poros causados principalmente por el corto tiempo del material en la llama, la velocidad de enfriamiento del material fundido durante la formación del recubrimiento y la naturaleza cerámica de los dos materiales que tienen altos puntos de fusión: $2053^{\circ}C$ para la alúmina y $1843^{\circ}C$ para el óxido de titanio. El espesor de la capa de Al_2O_3 - TiO_2 varía entre 300 y 400 μm .

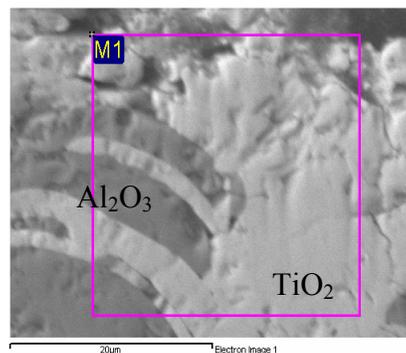
Los resultados de espectrometría de energía dispersa muestran que esta capa tiene un gran porcentaje de una fase blanca o clara que corresponde al óxido de Titanio (44.54% de Ti). La zona oscura corresponde a la fase Al_2O_3 (Al: 8.77%). El porcentaje restante corresponde al oxígeno (O: 46.69%). Ver Figura 4.9(b).

En la Figura 4.9(a) también se puede observar la estructura de la capa base o de anclaje, en la cual las partículas de níquel se encuentran bien apiladas formando láminas (splats) compactas, proporcionando a esta capa alta homogeneidad y baja porosidad. Esta se debe principalmente a la gran facilidad con que la llama oxiacetilénica funde el níquel (punto de fusión del níquel: 1453° C). Esta capa tiene un espesor que varía entre 140 y 190 μm .



(a)

Elemento	% en Peso
O K	46.69
Al K	8.77
Ti K	44.54



(b)

Figura 4.9 (a) Micrografía obtenida por MEB de la sección transversal de la muestra M1. (b) Detalle de la zona en la cual se realizó análisis químico mediante EDS.

En la Figura 4.10 se observan los resultados de los análisis de difracción de rayos x realizada a la muestra M1 (Recubrimiento de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$, aplicado con la antorcha Terodyn 2000) donde se revelan los picos representativos de las fases presentes en el recubrimiento o capa superior como: Alúmina, Óxido de Titanio (Rutilo, Tetragonal) y un óxido titanio-aluminio (Al_2TiO_5 , Ortorrómico) (Ver Anexo 2). Las dos primeras fases presentan una alta cristalinidad.

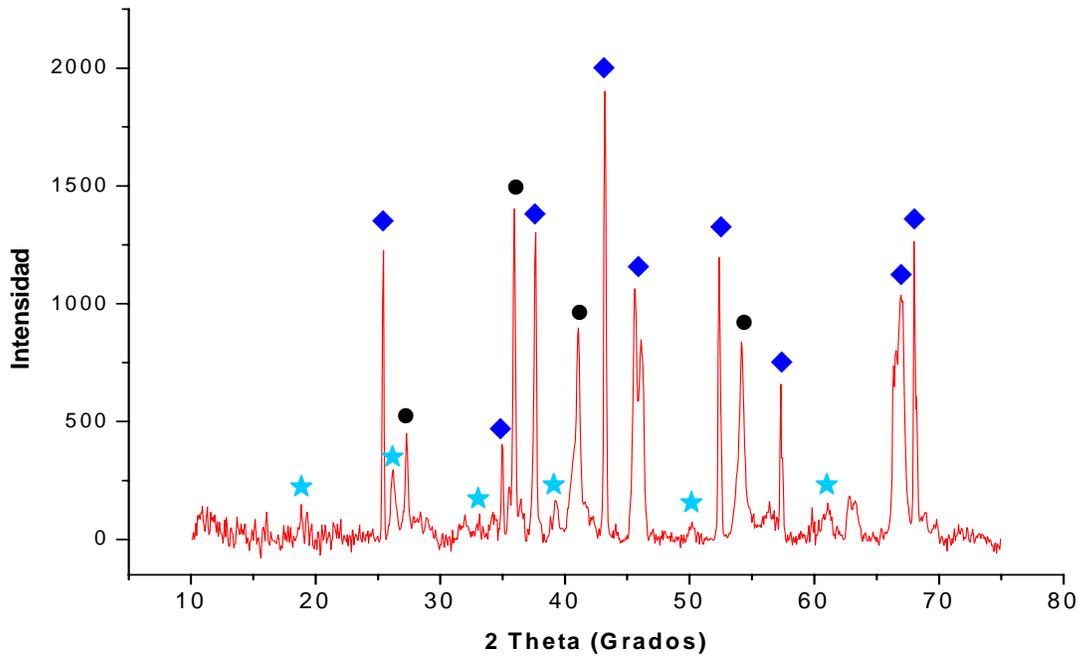
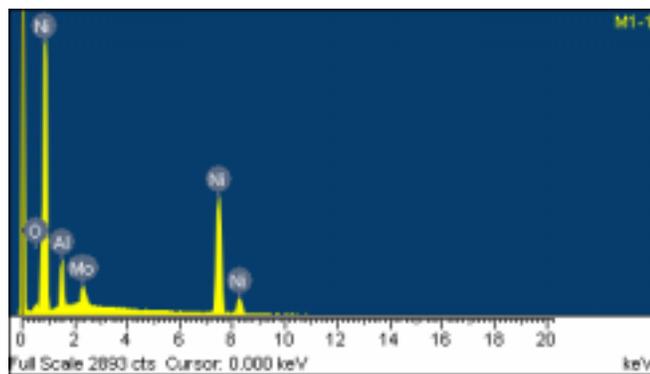


Figura 4.10 Difracción de Rayos X al recubrimiento de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ de la muestra M1. Los picos representan las siguientes fases: $\blacklozenge = \text{Al}_2\text{O}_3$ en forma de Alúmina; $\bullet = \text{TiO}_2$ en forma de Rutilo; $\star = \text{Al}_2\text{TiO}_5$.

El resultado del análisis EDS realizados a la capa de Anclaje o capa base de níquel de la muestra M1 se muestra en la Figura 4.11. Este análisis se hizo con el fin de corroborar la composición química de la capa aplicada, Los resultados obtenidos indican que la composición química de este análisis (89.89%Ni, 4.91% Al, 4.50% Mo, 0.69% O), coincide con la información (90% de Níquel 5% de Aluminio y 5% de Molibdeno) suministrada por el proveedor del polvo ProXon 21021 utilizado para obtener esta capa (Ver Anexo 1).

En la Figura 4.11 se observa la zona analizada, los picos representativos del espectro de EDS y la composición química de la zona analizada dentro de la capa de níquel.

Elemento	% en Peso
O K	0.69
Al K	4.91
Ni K	89.89
Mo L	4.50



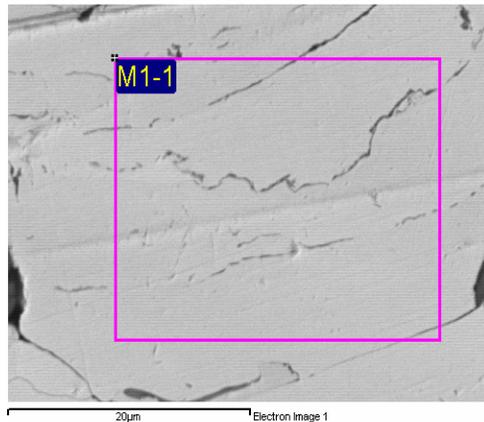


Figura 4.11 Análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) a la capa de níquel aplicada con la antorcha Terodyn 2000.

4.2.2 RECUBRIMIENTO DE NÍQUEL – CARBURO DE TUNGSTENO APLICADO CON TERODYN 2000 (MUESTRA M2)

En la Figura 4.12, se observa la morfología del recubrimiento de Níquel - Carburo de Tungsteno y de la capa base de níquel correspondiente a la muestra M2. El recubrimiento tiene una estructura en forma laminar construida por el apilamiento de partículas individuales de níquel en estado fundido (conformado la matriz de recubrimiento) y partículas de carburo de tungsteno (WC y W_2C) en estado semifundido el cual es causado principalmente por su gran punto de fusión ($2800^{\circ}C$ - $2870^{\circ}C$), por su naturaleza cerámica y las variables del proceso como la temperatura de la llama oxiacetilénica que no alcanzó a fundirlo totalmente. El espesor del recubrimiento varía entre 600 y $750 \mu m$ para la capa de Níquel-Carburo de Tungsteno y un espesor de la capa de níquel entre 150 y $180 \mu m$.

En la Figura 4.13 se muestra el resultado del análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) realizada a la capa superior de la muestra M2. Este resultado muestra la composición química de la matriz del recubrimiento que corresponde a una aleación que contiene Níquel-Hierro-Cromo (NiFeCr) siendo el níquel el principal componente de esta aleación (77.99%). Estas pequeñas adiciones de hierro y cromo pueden mejorar las propiedades del níquel. También, el resultado reporta una pequeña cantidad de tungsteno que corresponde a la partícula incluida en la zona del análisis como se muestra en la parte inferior de la Figura 4.13. En la Figura 4.14 se muestran otro resultado del análisis de EDS realizado a la misma capa de la muestra M2, efectuada para corroborar la composición de la partícula incluida en la zona de análisis, la cual corresponde a una partícula que contiene tungsteno (34.33% de W), ya que el resto es una aleación que contiene NiFeCr que se había determinado en el anterior EDS.

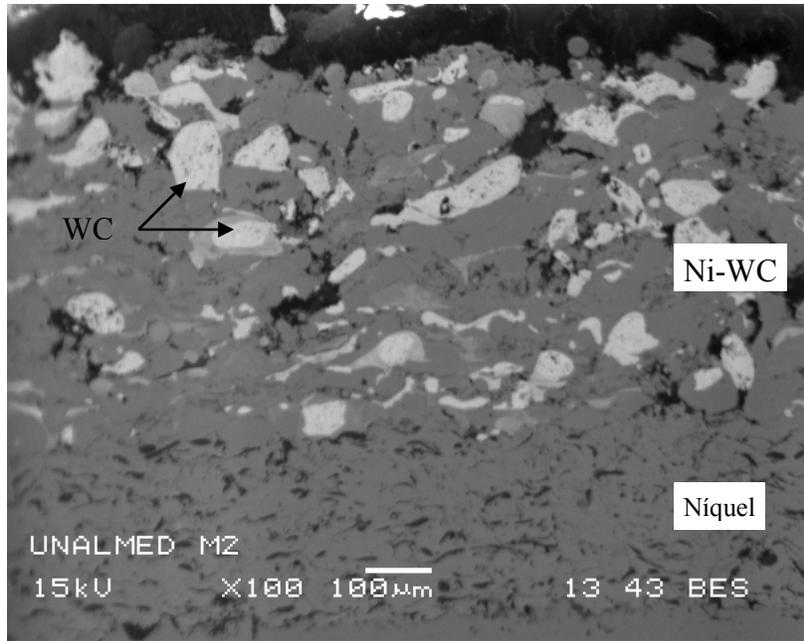


Figura 4.12 Micrografía por MEB de la sección transversal de la muestra M2.

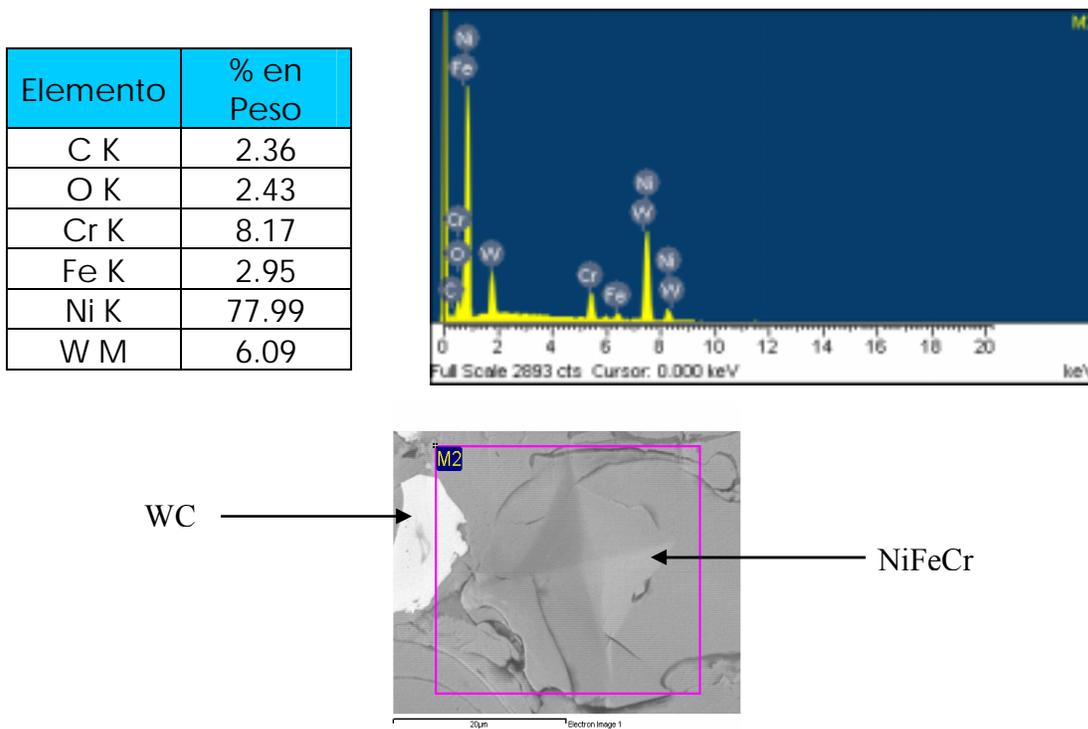


Figura 4.13 Análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) a la capa superior de la muestra M2. El área de zona analizada es de 40 µm x 40 µm.

Elemento	% en Peso
C K	1.85
O K	2.69
Cr K	5.32
Fe K	2.44
Ni K	53.37
W M	34.33

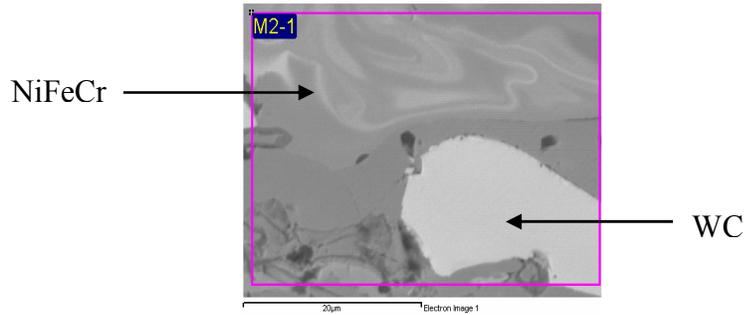
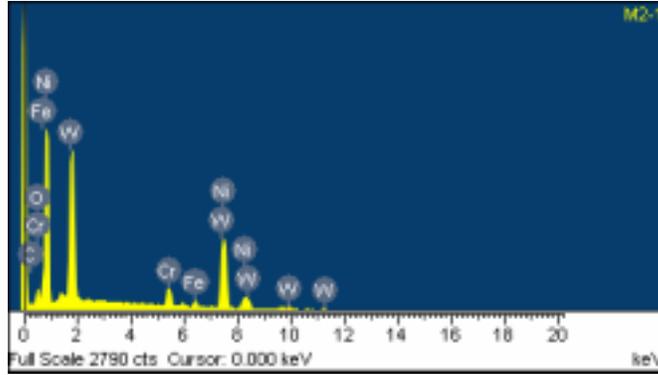


Figura 4.14 Análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) a la capa superior de la muestra M2. El área de zona analizada es de 40 μm x 40 μm.

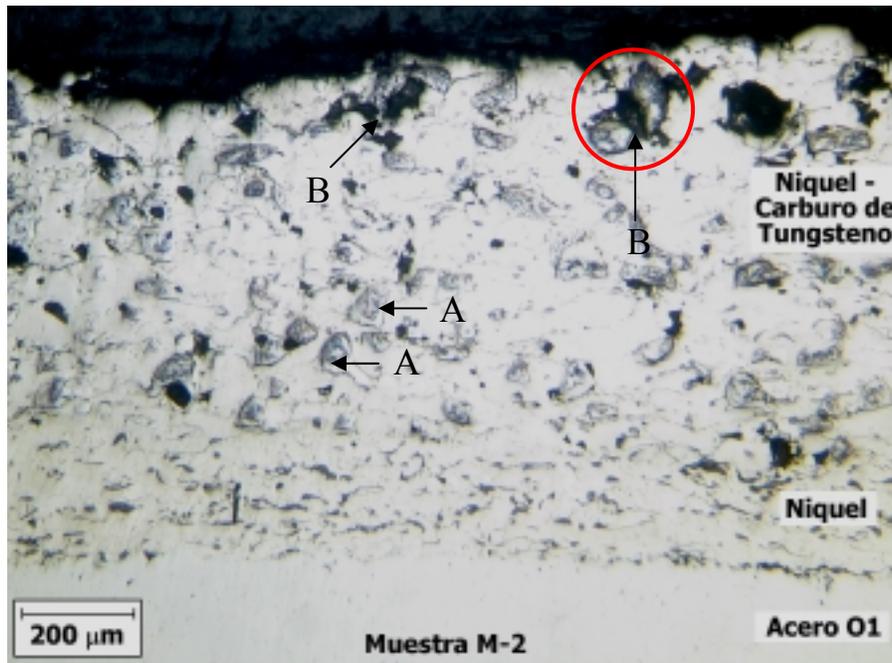


Figura 4.15 Micrografía por Microscopia Óptica (MO) de la sección transversal del recubrimiento de la muestra M2. A= Partículas de Carburo de Tungsteno, B= Poro. La zona resaltada en rojo muestra la colaboración de las partículas (A) para formar los poros del recubrimiento.

De otro lado, los poros presentados en este recubrimiento están asociados a zonas rodeadas por las partículas semifundidas de carburo de tungsteno, lo que se pudo haber debido a que estas partículas de WC no dejaron que se realizara un buen apilamiento de las partículas fundidas de níquel. Esto se puede observar en la Figura 4.15 donde se resalta con círculo rojo, un poro de la capa superior rodeado por partículas semifundidas de carburo de tungsteno.

El resultado del análisis de difracción de rayos X realizado a la muestra M2 (recubrimiento de Níquel-Carburo de Tungsteno) es mostrado en la Figura 4.16. En esta Figura se observan los picos representativos de níquel metálico y de las fases de carburo de tungsteno: WC (sintético, hexagonal) y W_2C (sintético, hexagonal). De acuerdo con las intensidades de los picos del difractograma se puede decir que la muestra presenta las fases de: níquel metálico altamente cristalino y las fases de WC y W_2C . Todos los picos de la muestra fueron hallados por comparación directa de las intensidades con los patrones de Ni, WC y W_2C con la ayuda del software de Panalytical y la base de datos de Internet Mincrust (Ver Anexo 2).

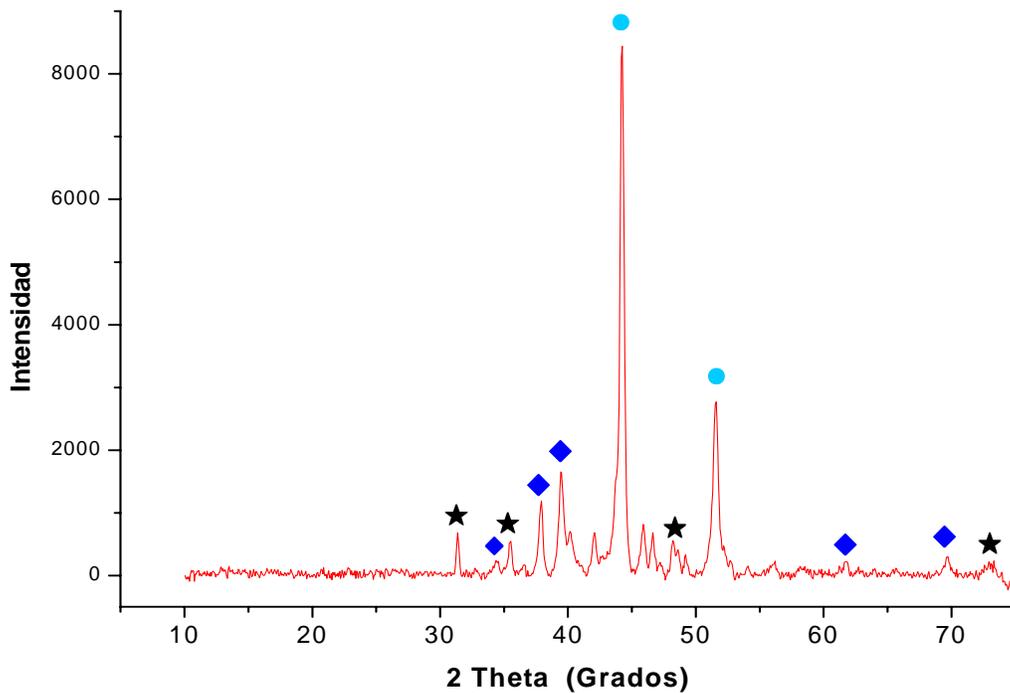


Figura 4.16 Difracción de Rx de la Muestra M2. Los picos representan las siguientes fases: \blacklozenge = W_2C , \star = WC y \bullet = Ni.

4.2.3 RECUBRIMIENTO DE ALÚMINA – ÓXIDO DE TITANIO APLICADO CON SUPERJET EUTALLOY (MUESTRA M3)

En la Figura 4.17 se muestra la morfología de la sección transversal del recubrimiento de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y de la capa base de níquel correspondientes a la muestra M3. La morfología muestra que el recubrimiento cerámico (capa superior) no tienen una estructura laminar (en forma de “splats”) típica de los procesos de proyección térmica, pero se observa que presenta una estructura densa con un alto grado de sinterización. Esta capa superior continua se ve interrumpida por los poros y algunas grietas presentes. La capa de anclaje o enlace (Bond coat) presenta una estructura laminar con algunos poros que forman entre el apilamiento de las laminillas. Los espesores varían entre 200 y 250 μm para la capa superior ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$) y entre 30 y 50 μm para la capa de anclaje (níquel).

La Figura 4.18 muestra el resultado del análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) de la capa cerámica de la muestra M3. En esta figura se muestra una tabla de composición química y el espectro obtenido de la zona analizada, donde se demuestra que la zona analizada corresponde a un compuesto de óxido de titanio según los porcentajes encontrados en la zona estudiada: 60.85% de Titanio y 39.15% de Oxígeno.

La Figura 4.19 muestra el segundo resultado del análisis de EDS realizado a la otra fase presente en la capa superior, en el cual de acuerdo a la tabla de composición química y el espectro obtenido demuestra que la zona analizada en el punto A, corresponde un compuesto de óxido de aluminio de acuerdo a los porcentajes encontrados de: aluminio (53.67%) y de oxígeno (45.24%).

En la Figura 4.17 se puede observar la baja cantidad de poros y la poca cantidad del compuesto de aluminio que corresponde a las zonas oscuras de la capa superior del recubrimiento; el resto corresponde a un compuesto de titanio como se puede corroborar en los resultados de EDS presentados.

La Figura 4.20 muestra el resultado del análisis de difracción de rayos x realizado a la muestra M3 (recubrimiento de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ aplicado con la antorcha SuperJet Eutalloy), revelan picos representativos de las fases de TiO_2 (●) en forma de rutilo sintético y Al_2O_3 (◆) en forma de alúmina romboédrica. El resultado del análisis de DRX fue realizado por comparación directa de las intensidades de la muestra con los respectivos patrones mediante la ayuda del programa de Panalitical y la base de datos de patrones Mincryst disponible en Internet (Ver Anexo 2).

El resultado de las fases encontradas es concordante con los compuestos encontrados en los resultados de los análisis de EDS (Figura 4.18 y Figura 4.19).

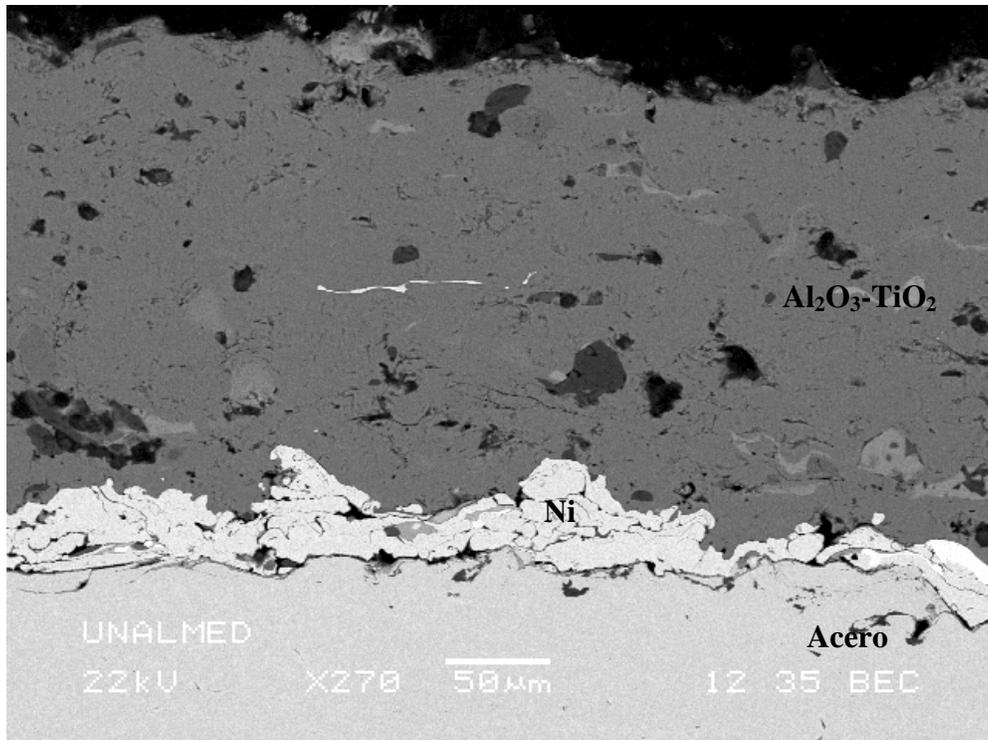


Figura 4.17 Micrografía por MEB de la sección transversal del recubrimiento de la muestra M3.

Elemento	% en Peso
O K	39.15
Ti K	60.85

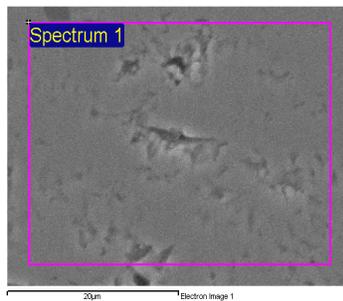
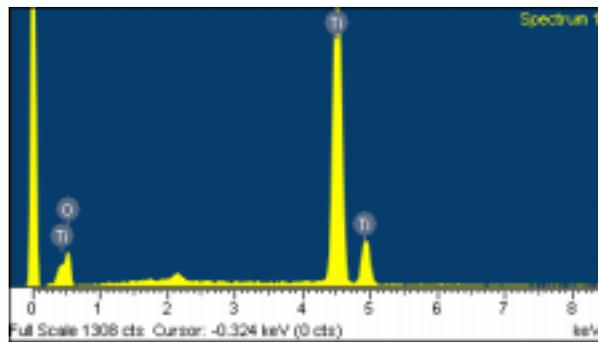


Figura 4.18 Análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) a la capa superior de la muestra M3. El área de zona analizada es de 40 µm x 40 µm.

Elemento	% en Peso
O K	45.24
Al K	53.67
Ti K	1.09

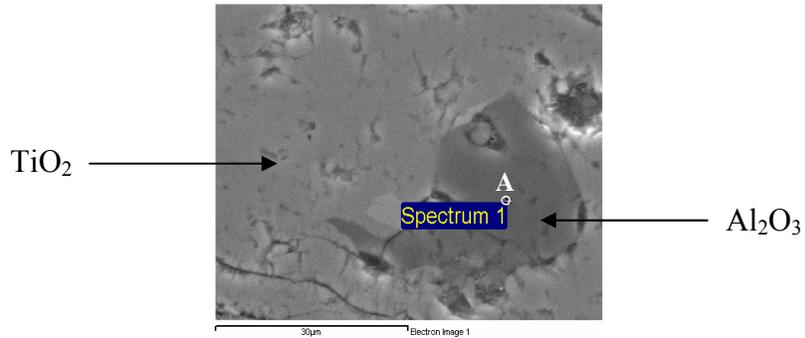
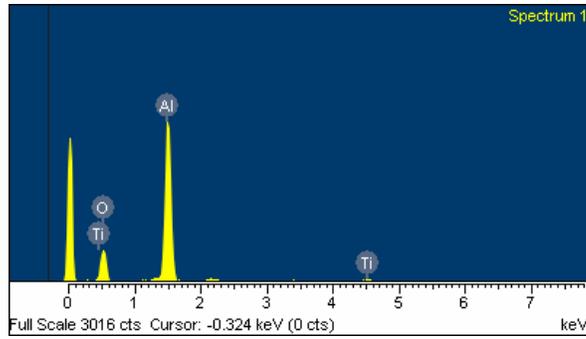


Figura 4.19 Análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) a la capa superior de la muestra M3. La zona analizada de EDS corresponde al punto A (Spectrum1).

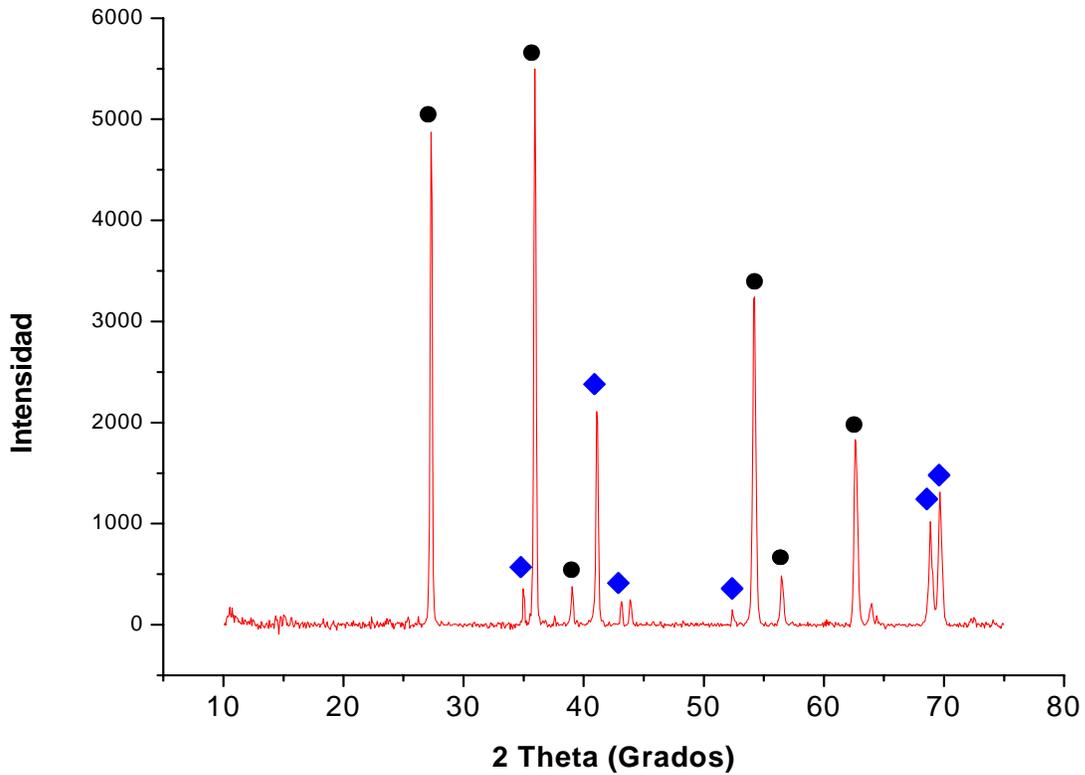


Figura 4.20 Resultados de los análisis de difracción de rayos x de la muestra M3. Los picos representan las siguientes fases: ◆=Al₂O₃ en forma de alúmina; ●=TiO₂ en forma de rutilo.

4.2.4 RECUBRIMIENTO DE NÍQUEL – CARBURO DE TUNGSTENO APLICADO CON SUPERJET EUTALLOY (MUESTRA M4)

La Figura 4.21 muestra la morfología de los recubrimientos de Níquel - Carburo de Tungsteno y la capa base de níquel correspondientes a la muestra M4. El recubrimiento tiene una morfología en forma laminar construida por el apilamiento de la partículas fundidas de níquel y partículas semifundidas de carburo de tungsteno que tienen un tamaño de partícula que oscila entre 20 μm y 50 μm . También se observa una cantidad considerable de poros en la capa superior (Ni-WC) y una porosidad menor en la capa base o de anclaje (Ni) originada por el espacio que se forma en el apilamiento de las partículas fundidas de níquel.

Es probable que la baja cantidad y el tamaño de las partículas de carburo de tungsteno que se presentan en la capa superior de la muestra M4 se debe a que la partículas más grandes (50-91.6 μm) presentes en el polvo utilizado (Tungtec 10112) en el momento de la proyección térmica no presentaron una fusión o semifusión y rebotaron en la superficie de aplicación quedando por fuera de la capa.

Los espesores de la capa superior de la muestra M4 varían entre 150 μm y 200 μm y para la capa Base (Níquel) varían entre 40 μm y 50 μm .

La Figura 4.22 muestra el resultado del análisis de EDS realizado a una zona de la capa superior de la muestra M4, efectuado con el fin de corroborar la composición de la capa aplicada. Este resultado obtenido indica que la composición química en este análisis (53.89% W, 32.14% Ni, 1.92% Fe y 3.08% Cr) coincide con la información suministrada por el proveedor del polvo Tungtec 10112 utilizado para aplicar capa.

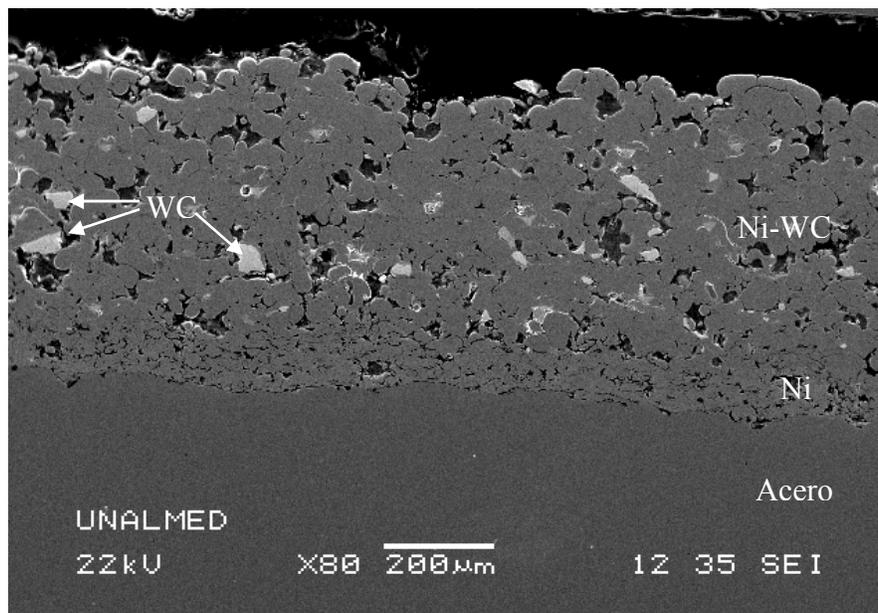


Figura 4.21 Micrografía tomada por MEB de la sección transversal de la muestra M4.

Elemento	% en Peso
C K	6.35
O K	2.63
Cr K	3.08
Fe K	1.92
Ni K	32.14
W M	53.89

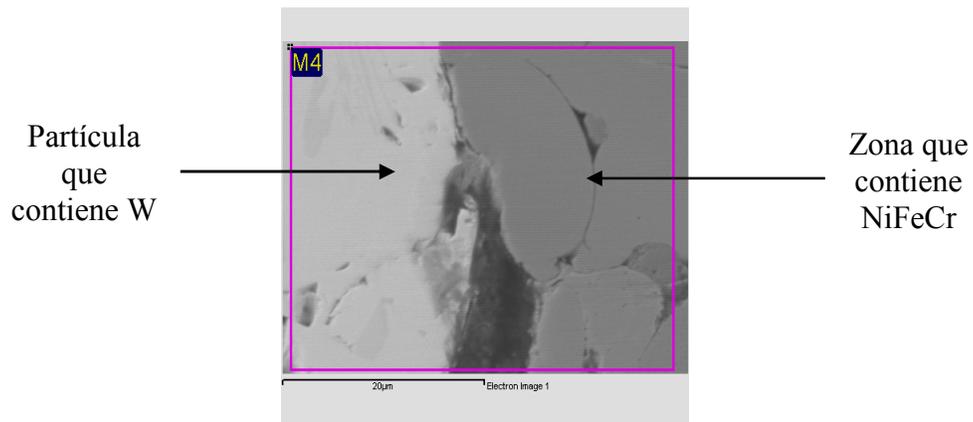
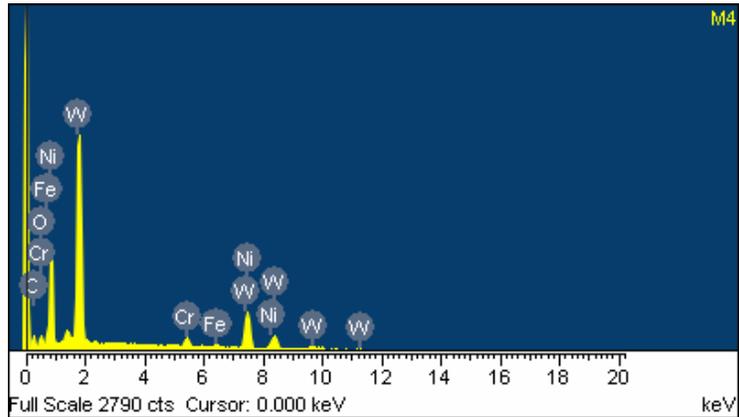


Figura 4.22 Análisis de Espectrometría de Energía Dispersa (EDS) a la capa superior de la muestra M4. El área de zona analizada es de 40 μm x 40 μm .

La Figura 4.23 muestra el resultado del análisis de difracción de rayos x realizados a la muestra M4 (Recubrimiento de Ni-WC aplicado con la antorcha SuperJet Eutalloy). En la figura se presenta el difractograma con los picos representativos, que fueron hallados mediante comparación directa de las intensidades de la muestra con las intensidades de los patrones utilizados obtenidos de la base de datos Minocryst y el Software de Panalitical (Ver Anexo 2). Las intensidades de los picos del recubrimiento analizado (Muestra M4) demuestran la alta cristalinidad del níquel metálico encontrado en la muestra. También de acuerdo a las intensidades de los picos de la muestra M4, se observa que se presenta la fase de carburo de tungsteno en forma de WC (Hexagonal, sintético) y W_2C (hexagonal, sintético).

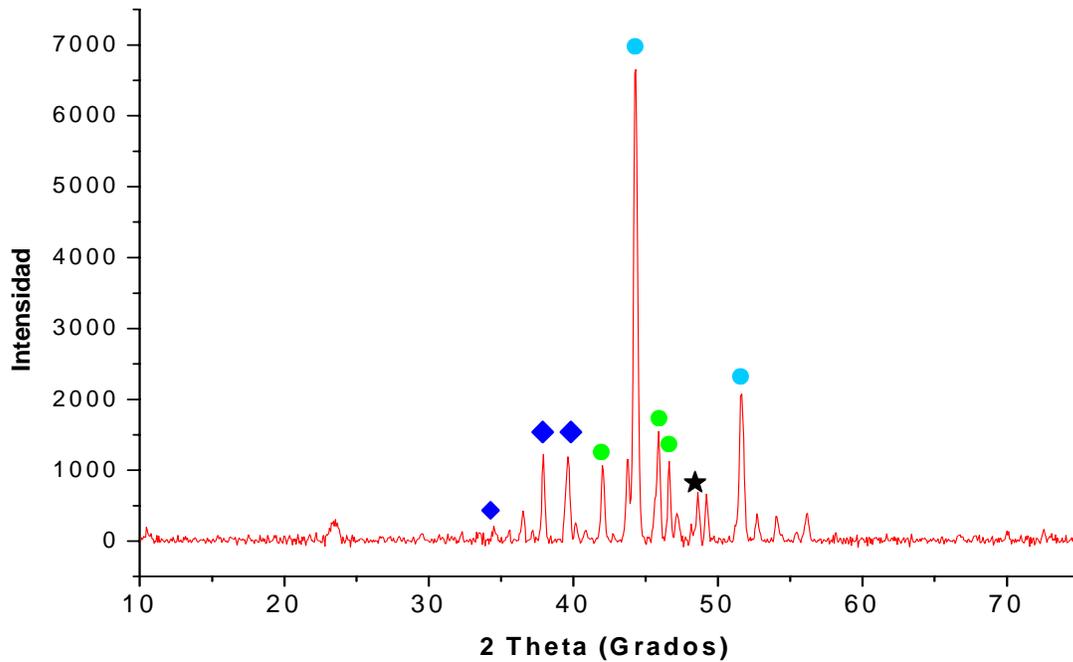


Figura 4.23 Resultado del análisis de Difracción de Rx de la muestra M4. Los picos representan las siguientes fases de Carburo de Tungsteno en forma de: \blacklozenge = W_2C , \star = WC , Níquel: \bullet = Ni y \bullet = $Cr_6Ni_{16}Si_7$

4.2.5 CARACTERIZACIÓN DE LA POROSIDAD DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA

La caracterización de la porosidad de los recubrimientos obtenidos fue medida mediante análisis de imagen (AI) de las microestructuras obtenidas por microscopía óptica. En esta técnica, asumiendo que los límites de resolución son considerables, la porosidad de una microestructura es fácilmente detectable por análisis de imagen gracias al alto contraste entre las zonas oscuras (poros) y la zona altamente reflectiva que es el material del recubrimiento^[13]. La confiabilidad de este método para determinadas pruebas y condiciones metalográficas óptimas ha sido estadísticamente probada proporcionando una exactitud del 95%^[13].

Para la caracterización de la porosidad se realizó la misma preparación metalografía utilizada para la caracterización microestructural y se obtuvieron micrografías por Microscopía Óptica de la sección transversal de cada tipo de recubrimiento (Muestras M1, M2, M3 y M4). Esta preparación fue descrita en el capítulo anterior.

El procedimiento utilizado para la caracterización de la porosidad consistió en seleccionar y cortar el área de interés de cada recubrimiento de las micrografías obtenidas mediante un software de imágenes y luego se transformó esta imagen a una imagen binaria (blancos y negros) mediante la caja de herramientas (toolbox) del análisis de imágenes de Matlab (versión Utilizada: Matlab 6.5) y posteriormente mediante esta

herramienta se realizó un programa en esta plataforma para hacer un conteo de los píxeles blancos y negros que tiene cada imagen. El conteo de los píxeles negros da como resultado la porosidad de la región en estudio. Una vez obtenidas las imágenes binarias de Matlab se comparó el porcentaje hallado de porosidad con otros software como “Ipml-Duth” y “Scion Image” dando una mínima* variación en la porosidad.

A continuación se presenta un ejemplo de la rutina del programa realizado en Matlab para realizar el análisis de la porosidad de los recubrimientos obtenidos. Se debe tener en cuenta que este programa fue realizado para imágenes obtenidas por microscopía óptica.

```

Programa desarrollado para matlab 6.5:
clear all
I = imread('Ejemplo.BMP'); %Lee la imagen con la extensión de la imagen. La imagen debe estar
el mismo directorio de trabajo que el archivo.
figure, imshow(I), title('original image');
gI = imadjust(im2double(I), [], [0 1]);
BW = im2bw(gI, graythresh(gI));
a=1;
se90 = strel('line', a, 90);
se0 = strel('line', a, 0);
BWsdil = imdilate(BW, [se90 se0]);
figure, imshow(BWsdil), title('dilated gradient mask');
%-----
BWoutline = bwperim(BWsdil);
Segout = I;
Segout(BWoutline) = 255;
figure, imshow(Segout);
%-----
imwrite(BWsdil,'ejemplo-porosidad.bmp')%Crea y Guarda una imagen binaria con el nombre
dentro de las comillas y la extensión.
%--Grafica del Histograma -----
figure, imhist(BWsdil), title('Histograma de la imagen'),
xlabel('Negro Blanco'),
ylabel('Numero de Pixeles de Negro(0) y Blanco(1)')
findobj('color','b');
set(findobj(gca,'Type','line','Color','b'), 'LineWidth',20)
%----Cálculo de la Porosidad-----
[COUNTS,X] = imhist(BWsdil); negro=COUNTS(1,1); blanco=COUNTS(2,1);
POROSIDAD=(negro/(blanco+negro))*100
%---Mostrar el Valor de Porosidad en el Histograma-----
text(0,negro,[' ',num2str(negro)])
text(0.87,blanco,num2str(blanco))
text(0.27,blanco*1.2,['Porosidad de la imagen: ',num2str(POROSIDAD),' %'])

```

Figura 4.24 Programa desarrollado en Matlab para hallar la porosidad de la región de interés en cada tipo recubrimiento aplicado por proyección térmica.

La Figura 4.25 es una muestra representativa del procedimiento utilizado para el cálculo de la porosidad en las 18 imágenes analizadas. En la parte izquierda, se remarca el área de interés utilizada para calcular la porosidad de los recubrimientos de Al₂O₃-TiO₂

* 0.000001%

(Muestra M1). En la parte derecha de la misma figura, se muestra la imagen cortada del área de interés y luego transformada a una imagen binaria, donde se puede observar la gran semejanza que hay entre los poros pertenecientes al recubrimiento superior e inferior (imagen de la izquierda) con la imagen binaria (imagen de la derecha).

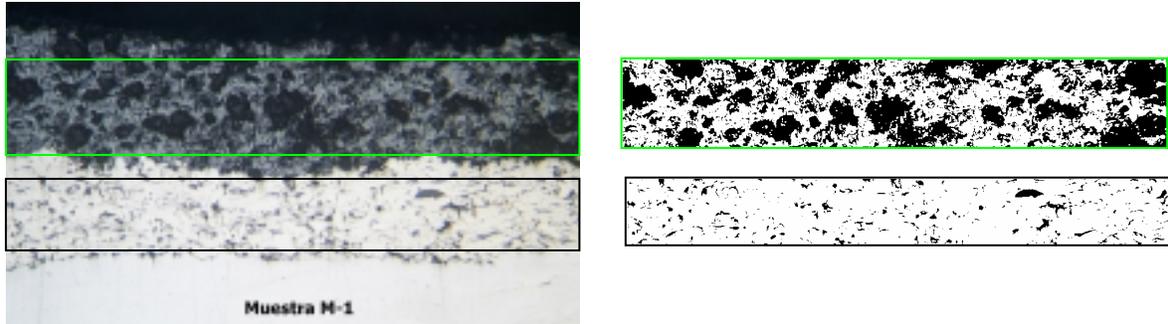


Figura 4.25 Obtención de las imágenes binarias de la región de interés para determinar la porosidad de la capa de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y de la Capa Base de Níquel, en la muestra M1 con Matlab. Porosidad de la Capa de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$: 46.57% y Porosidad de la Capa de Níquel: 5.97%

La Tabla 4.3 muestra la porosidad calculada mediante el análisis de 18 imágenes de la capa de superior e inferior del recubrimiento de la muestra M1. Según los análisis de imágenes este recubrimiento tiene una porosidad promedio de 49.63% en la capa cerámica ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$) y una porosidad de 8.39% en la capa base (níquel).

POROSIDAD CAPA DE $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	POROSIDAD DE NÍQUEL	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
38.2898	49.63	6.68	4.5405	8.39	2.33
40.9014					
42.3077					
42.3770					
42.9785					
45.3941					
46.5926					
47.4642					
50.2761					
50.2761					
50.7102					
53.0243					
54.2665					
55.9082					
56.0698					
58.1217					
58.7461					
59.6627					
			4.5405		
			4.5432		
			4.9858		
			6.8370		
			7.0540		
			7.1161		
			7.5723		
			7.6667		
			8.1624		
			8.2628		
			8.9744		
			9.0138		
			10.2673		
			10.9836		
			11.1275		
			11.1779		
			11.2585		
			11.6008		

Tabla 4.3 Determinación de la porosidad de: (a) La capa de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y (b) La capa de níquel de la muestra M1.

La Figura 4.26 es una muestra representativa del procedimiento utilizado para el cálculo de la porosidad en las 12 imágenes analizadas. En su parte izquierda, se remarca el área de interés utilizada para calcular la porosidad de los recubrimientos de Ni-WC (Muestra M2) y en la parte derecha se muestra el área de interés transformada a una imagen binaria y se puede observar la gran semejanza que hay entre los poros pertenecientes al recubrimiento superior e inferior con la imagen obtenida en blancos y negros.

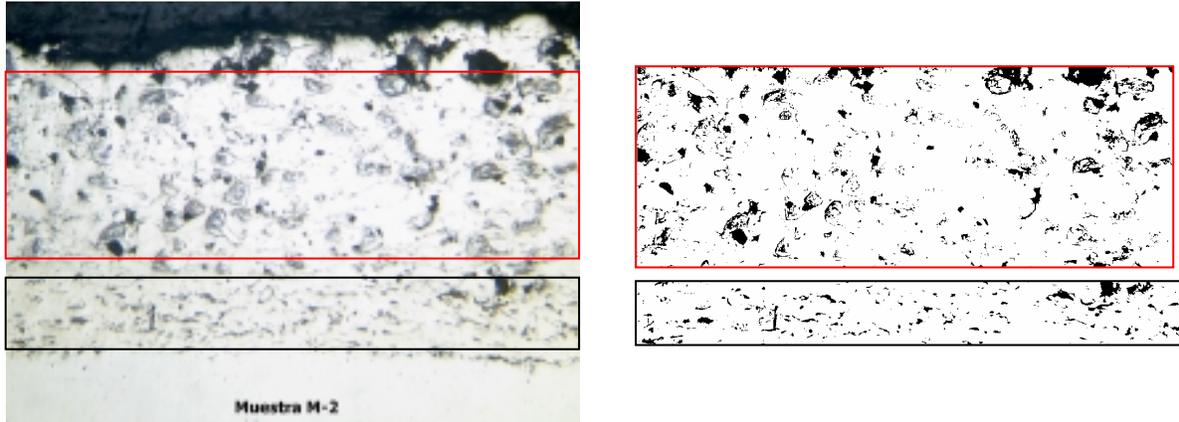


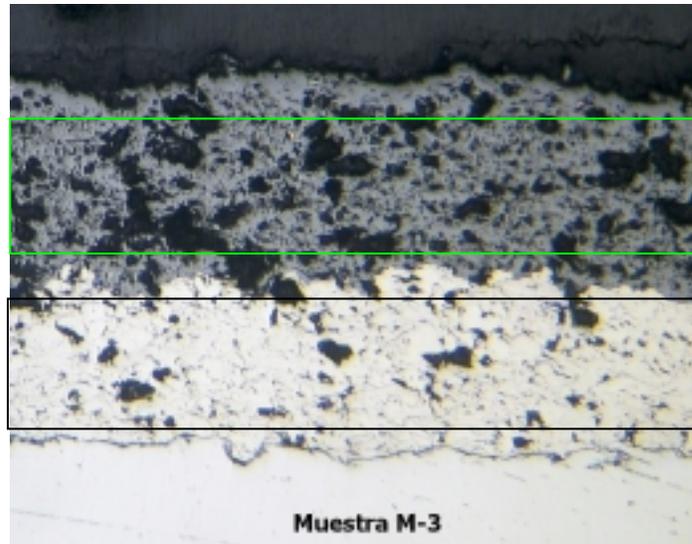
Figura 4.26 Obtención de las imágenes binarias de la región de interés para determinar la porosidad de la capa de Níquel-Carburo de Tungsteno y de la capa base de níquel, en la muestra M2 con Matlab. Porosidad de la capa Ni-WC (superior): 8.65% y porosidad de la capa de níquel (inferior): 6.25%.

La Tabla 4.4 muestra la porosidad calculada mediante el análisis de las imágenes de la capa de superior e inferior del recubrimiento de la muestra M2. Según los resultados de los análisis de imágenes del recubrimiento, muestra que la capa metal-cerámica (Ni-WC) tiene una porosidad promedio de 14.54% y la capa base (níquel) tiene una porosidad promedio de 18.26%.

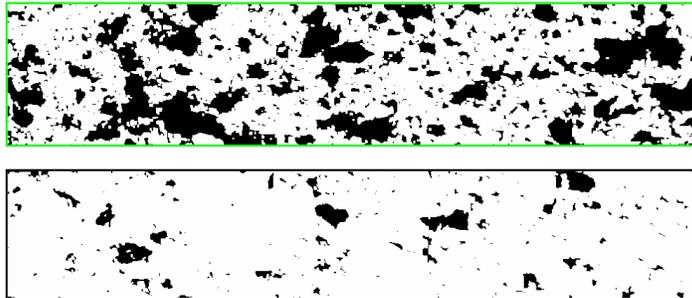
POROSIDAD	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	POROSIDAD	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
6.79	<u>14.54</u>	4.99	14.33	<u>18.26</u>	2.93
7.70			14.89		
9.86			15.63		
12.18			16.02		
13.57			16.21		
14.03			17.86		
14.65			18.36		
14.65			19.05		
18.41			20.12		
19.95			22.01		
20.29			22.06		
22.38			22.62		
a			b		

Tabla 4.4 Determinación de la porosidad de: (a) La capa de Ni-WC y (b) La capa de níquel de la muestra M2.

La Figura 4.27 es una muestra representativa del procedimiento utilizado para el cálculo de la porosidad de las imágenes analizadas de la muestra M3. En la parte superior, se remarca el área de interés utilizada para calcular la porosidad de los recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (Muestra M3). En la parte inferior de la Figura 4.27(b) se muestran las imágenes del área de interés seleccionada y cortada, y transformada a una imagen a blancos y negros, donde estos últimos representan la porosidad de la imagen del recubrimiento superior e inferior.



(a)



(b)

Figura 4.27 Obtención de las imágenes binarias de la región de interés para determinar la porosidad de la capa de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ y de la capa base de níquel, en la muestra M3 con Matlab. La porosidad de la capa de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ es de 31.65% y porosidad de la capa de níquel: 6.49%

La Tabla 4.5 muestra la porosidad calculada mediante el análisis de 15 imágenes de la capa de superior y 10 imágenes de la capa inferior pertenecientes a la muestra M3. Según los resultados de los análisis de las imágenes este recubrimiento tiene una porosidad promedio de 17.57% en la capa cerámica ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$) y una porosidad de 16.23% en la capa base (níquel).

POROSIDAD	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
9.77	<u>17.57</u>	7.56
10.29		
11.49		
12.78		
12.89		
13.89		
14.00		
14.56		
14.95		
16.69		
19.10		
19.77		
30.41		
31.41		
31.65		

a

POROSIDAD	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
7.56	<u>14.51</u>	4.13
11.20		
13.22		
15.35		
17.20		
17.68		
19.37		

b

Tabla 4.5 Determinación de la porosidad de: (a) La capa de $Al_2O_3-TiO_2$ y (b) La capa de níquel de la muestra M3.

La Figura 4.28 muestra en su parte izquierda, el área de interés remarcada utilizada para el análisis de la porosidad de los recubrimientos de Ni-WC (Muestra M4). En la parte derecha de la misma figura se muestra la imagen del área de interés transformada a una imagen binaria (blancos y negros) para calcular la porosidad y se puede observar la gran semejanza que hay entre los poros pertenecientes al recubrimiento superior con los negros de la imagen obtenida.

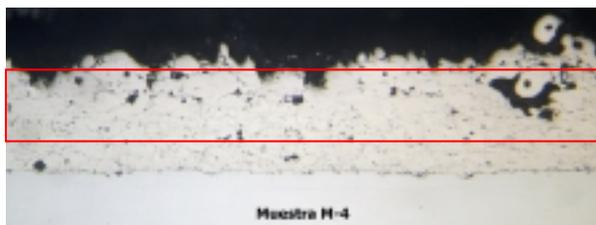


Figura 4.28 Obtención de las imágenes binarias de la región de interés para determinar la porosidad de la capa de Níquel-Carburo de Tungsteno y de la capa base de níquel, en la muestra M4 con Matlab. La porosidad de la capa de Ni-WC es de 5.73%.

La Tabla 4.6 muestra la porosidad calculada mediante el análisis de 16 imágenes de la capa de superior e inferior del recubrimiento de la muestra M4. Según los resultados de los análisis de imágenes este recubrimiento tiene una porosidad promedio de 20.81% en la capa Metal-Cerámica (Ni-WC) y en la capa base tiene una porosidad promedio de 16.34% (níquel).

POROSIDAD	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	POROSIDAD	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
17.9572	<u>20.81</u>	3.41	9.7693	<u>16.34</u>	5.14
15.7630			10.7882		
17.0086			10.9884		
17.6950			11.3391		
17.8878			12.4121		
18.7034			12.5780		
18.8083			12.6445		
19.0815			16.1791		
20.8564			16.6426		
21.8735			16.8836		
22.6260			17.6735		
22.8733			19.8858		
24.7827			21.1148		
25.1671			23.2412		
25.4897			24.2155		
26.4182			25.2105		

a **b**

Tabla 4.6 Determinación de la porosidad de: (a) La capa de Ni-WC y (b) La capa de níquel de la muestra M4.

La Figura 4.29 muestra la comparación de la porosidad de los recubrimientos en un diagrama donde cada columna representa la porosidad del recubrimiento superior y su respectiva desviación estándar mostrada como una línea sobre la columna. Se observa también, el gran porcentaje de porosidad que tienen la muestra M1 con respecto a su semejante aplicado con la otra antorcha (Muestra M3). La baja porosidad de la muestra M3 se pudo ocasionar debido a relación calor-flujo de material a fundir, ya que la antorcha SuperJet Eutalloy (Muestra M3) procesa menor cantidad de polvo que la antorcha Terodyn 2000 en la misma unidad de tiempo con una cantidad de calor generada por una combustión similar (oxígeno y acetileno).

Los demás recubrimientos (M2, M3, M4) tienen una porosidad característica de la técnica utilizada y es de resaltar la baja porosidad del recubrimiento cerámico ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$) Muestra M3 con respecto a los recubrimientos Metal-Cerámicos (M2, M4), ya que estos últimos deberían ser los que tengan una menor porosidad debido a que tienen una gran cantidad de níquel, material metálico fácil de fundir en la proyección térmica (punto de fusión níquel: 1483°C y coeficiente de conductividad térmica: $60\text{W/m}^\circ\text{K}$ ^[56]).

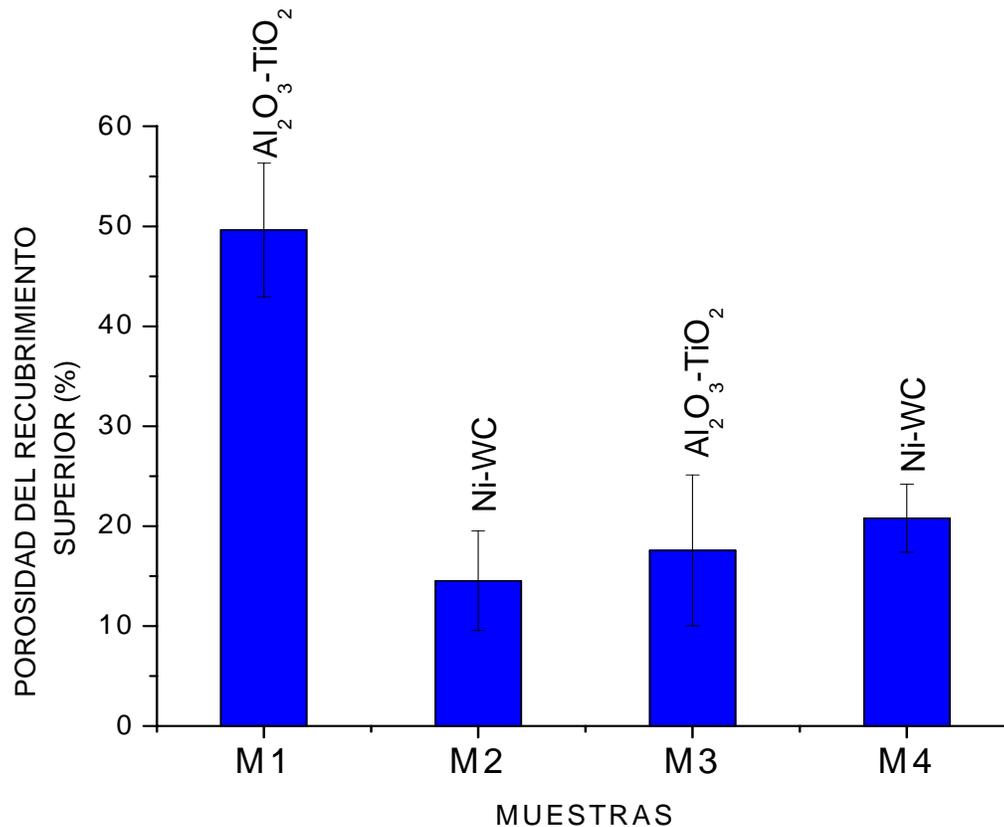


Figura 4.29 Comparación de la porosidad de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica de combustión con las antorchas Terodyn 2000 (M1 y M2) y con la antorcha SuperJet Eutalloy (M3 y M4) de la capa superior.

La Figura 4.30 muestra la comparación de la porosidad de la capa base de níquel que hace parte de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica de combustión con la antorcha Terodyn 2000 y SuperJet Eutalloy. Se observa una gran similitud de la porosidad de los recubrimientos M3 y M4, lo que es concordante ya que las dos capas base fueron aplicadas con SuperJet Eutalloy, en cambio las capas base de los recubrimientos M1 y M2 tienen una diferencia notable en la porosidad. Esto se puede haber debido a la influencia del material de la capa superior como es el caso de la Alúmina – Óxido de Titanio debido a que es un material cerámico que pudo haber acumulado calor en su superficie entregando este calor a la capa de níquel que hizo que se sinterizara un poco más la estructura laminar del níquel y también debido al alto flujo de acetileno utilizado en el proceso de aplicación de la capa cerámica, reduciendo así los espacios entre las laminillas; por consiguiente disminuyendo la porosidad (Muestra M1).

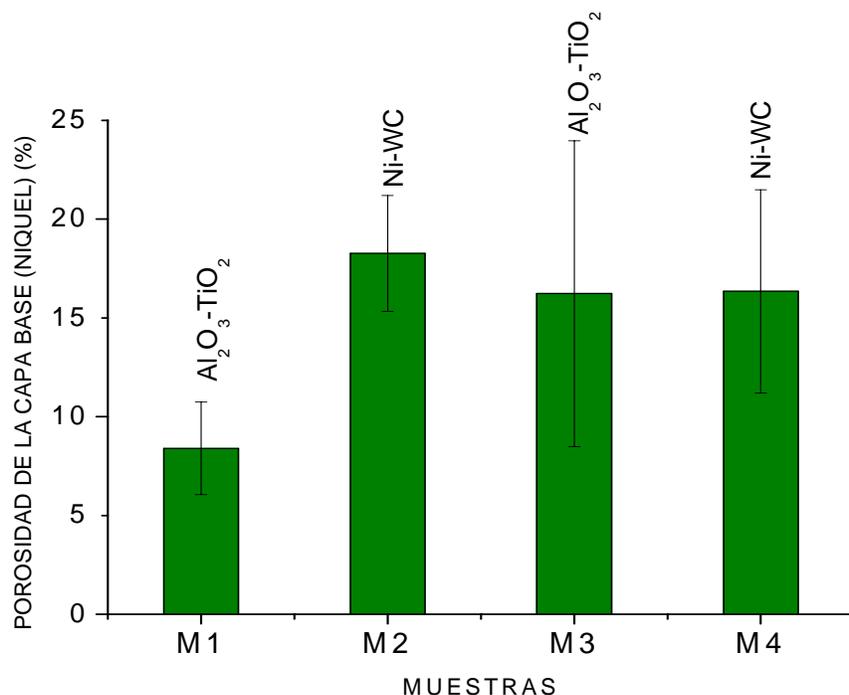


Figura 4.30 Comparación de la porosidad de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica de combustión con las antorchas Terodyn 2000 (M1 y M2) y con la antorcha SuperJet Eutalloy (M3 y M4) de la capa base (níquel).

4.2.6 MEDICIÓN DE LA ADHERENCIA DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA POR COMBUSTIÓN

Esta prueba se llevó a cabo con el fin de establecer si los recubrimientos estudiados pueden llegar a tener problemas de adherencia que comprometan su desempeño en condiciones tribológicas. Para la evaluación de la adherencia de cada uno de los recubrimientos se prepararon 5 probetas de acero AISI/SAE O1 de 1 plg. de diámetro y 1.5 plg. de longitud, tal como se establece en la norma ASTM C633. Luego se realizó la aplicación de los recubrimientos como se describió en la sección 3.3. Las probetas utilizadas para la prueba de adherencia de cada tipo de recubrimiento aplicado se muestran en la Figura 4.31.

Para realizar el ensayo se unió la superficie de cada muestra recubierta a una superficie de una muestra sin recubrir (contracara) (ver Figura 4.32 b), utilizando un pegante de alta resistencia mecánica, de tal forma que al aplicar la fuerza de tracción, ésta sea completamente perpendicular a la interfase entre el sustrato, la capa base y el recubrimiento superior. La Figura 4.32 muestra el ensayo de adherencia de una probeta pegada a una contracara para realizar el ensayo en una máquina universal.

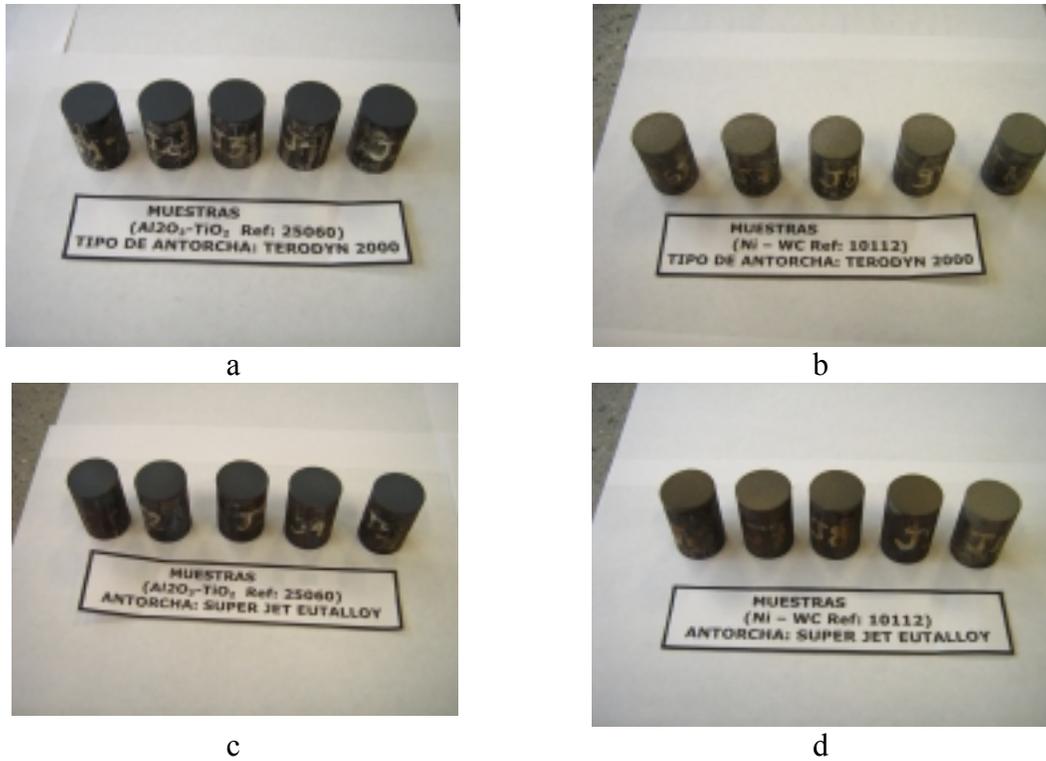


Figura 4.31 Probetas utilizadas para realizar el ensayo de adherencia: a) Muestras M1. b) Muestra M2. c) Muestra M3. d) Muestra M4. Cada probeta tiene un diámetro de 1 Pulg.

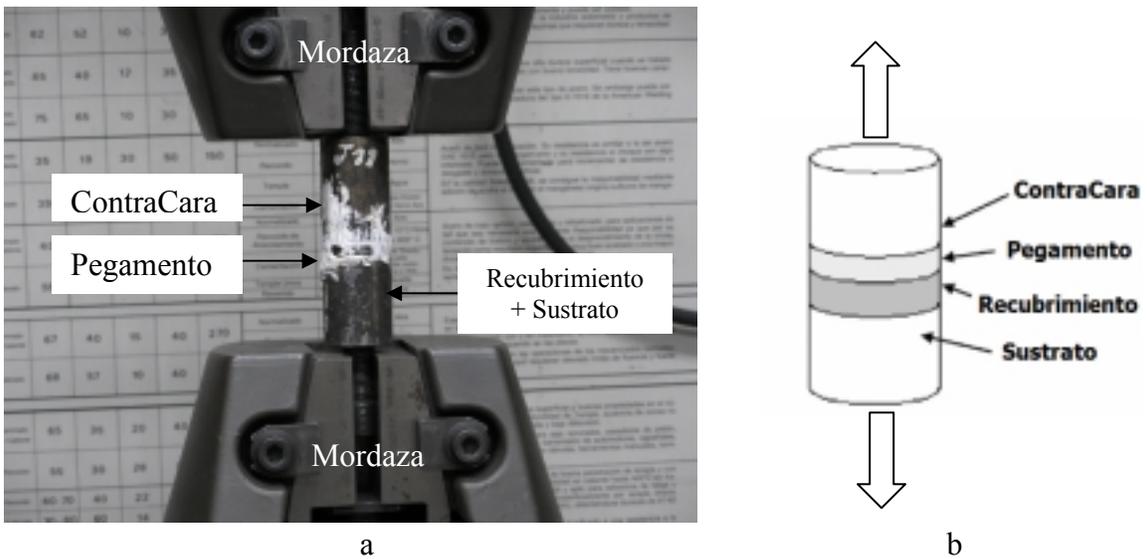


Figura 4.32 Ensayo de adherencia en cada recubrimiento mediante la aplicación de una fuerza de tracción.

Una vez preparado el montaje como se observa en la anterior figura, se le aplicó la fuerza de tracción hasta obtener un desprendimiento total, bien sea por falta de adhesión (desprendimiento entre el sustrato y el recubrimiento) o por falta de cohesión

(desprendimiento entre las capas del recubrimiento) ^[57]. En la Tabla 4.7 se presentan los resultados obtenidos en el ensayo de adherencia.

CODIGO DE LA MUESTRA	ADHERENCIA (MPa)		TIPO DE FALLA	
	Pruebas Individuales	Promedio		
M1	12.7440	<u>12.8891</u>	Falla cohesiva entre la capa base y la capa superior	
	13.2078			
	11.6339			
	13.1288			
	13.7308			
M2	19.7352	<u>20.0525</u>	Falla adhesiva en la capa base de níquel	
	21.4732			
	17.7271			
	21.2746			
	15.1320*			
M3	18.3241	<u>18.7768</u>	Falla cohesiva entre la capa base y la capa superior	
	20.1891			
	18.9063			
	17.6877			
	11.0912			
M4	19.8240	<u>20.6766</u>	Falla adhesiva en la capa base de níquel	
	21.4324			
	19.9918			
	20.1003			
	22.0344*			

Tabla 4.7 Resultados de los ensayos de adherencia de los recubrimientos y el tipo de falla presentada en el ensayo. *Estos resultados no son representativos ya que el dispositivo falló de forma lateral y no se tuvieron en cuenta para el cálculo de la adherencia promedio.

En la anterior tabla se observa que las muestras M1 y M3 presentaron falla cohesiva entre la capa base y la capa superior, esto es debido a la diferente naturaleza química entre la capa base y la superior, por lo que las fuerzas de unión entre la capa base constituida principalmente de níquel metálico y la capa superior de $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$, es inferior a la unión entre el sustrato y la capa base y a la fuerzas de cohesión internas de cada recubrimiento.

El caso contrario se presenta en los recubrimientos de las muestras M2 y M4, donde se presentaron fallas de adhesión entre el sustrato y la capa base, esto indica que hay una fuerte cohesión entre la capa base constituida principalmente por el níquel metálico y la capa superior metal-cerámica (Ni-WC), e internamente entre cada capa del recubrimiento.

La Figura 4.33 muestra la comparación de la adherencia promedio de cada una de las muestras estudiadas, se resalta que los valores obtenidos son característicos de la técnica de proyección térmica por combustión (ver Tabla 2.1).

Es importante resaltar que los recubrimientos M2, M3 y M4 presentaron una adherencia promedio similar y es de destacar la diferencia entre la adherencia de las muestras M1 y M3 que se puede haber debido a la diferencia de naturaleza entre la capa superior e inferior y a la relación calor/material fundido sobre todo de la antorcha Superjet Eutalloy que produce una buena fusión del níquel lo que permite que las partículas fundidas y semifundidas se incrusten en la superficie de este. Otra posibilidad de que la muestra M1 haya presentado una baja adherencia es debido a su alta porosidad en la interfase que puede ser muy similar a la encontrada en el interior de la capa (porosidad medida anteriormente). Estos poros en la interfase pudieron actuar como concentradores de esfuerzos en el momento de aplicar la carga en el ensayo y gracias a la naturaleza del material de la capa superior (cerámica) se empezó a generar grietas y se fracturó por los poros interfaciales y así generó la falla cohesiva entre la capa base y la capa cerámica con un esfuerzo de ruptura más bajo.

Los recubrimientos superiores de naturaleza cermet (M1 y M3) tuvieron una adherencia similar, y su falla nos indica que era más fuerte unión entre la capa cermet y la capa base que la fuerza de unión entre el sustrato-recubrimiento, debido a que las capas presentaban una semejanza en su naturaleza.

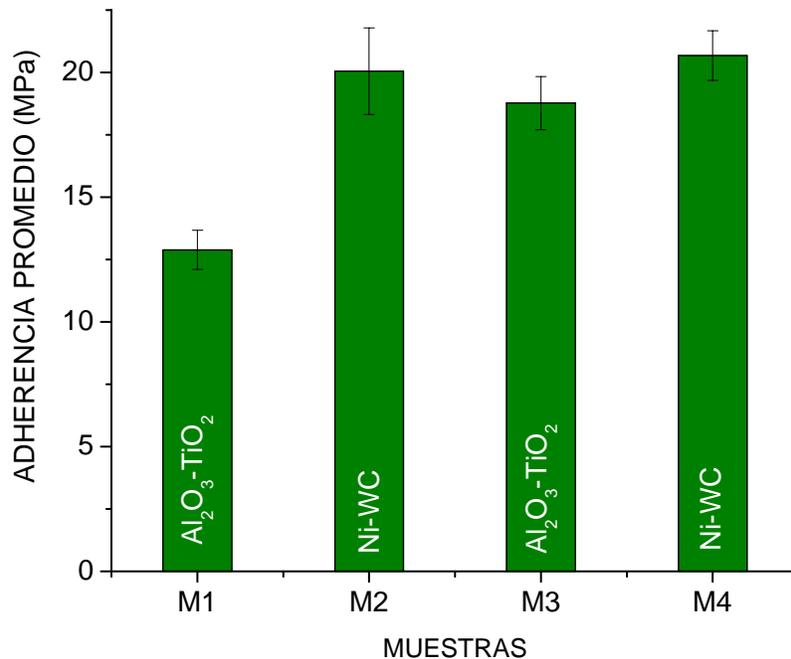


Figura 4.33 Comparación de la adherencia promedio de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica por combustión con las antorchas Terodyn 2000 (M1, M2) y SuperJet Eutalloy (M3, M4).

De acuerdo con lo anterior y teniendo en cuenta los valores reportados en la tabla 4.7, se puede establecer que los recubrimientos estudiados tienen la adherencia suficiente para soportar los esfuerzos producidos durante el ensayo de pin – disco ($\sigma_N = 0.502$ MPa y $\sigma_T = 0.15$ MPa) y por lo tanto, esta no influirá en el resultado de las pruebas tribológicas realizadas al material.

4.3 CARACTERIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA

4.3.1 MICRODUREZA

Como se mencionó en el capítulo anterior, las muestras fueron indentadas con un indentador Vickers, sobre la parte central de la sección transversal de cada una de los recubrimientos, aplicando la máxima carga sin que se produzca agrietamiento de la capa, donde se obtuvieron huellas en diferentes estados de carga para cada tipo de recubrimiento. Estos estados de carga fueron hallados probando cargas de 50g, 100g, 200g y 300g durante 15 segundos, hasta obtener la carga más alta que no generara grietas en la huella producida.

Para efectuar el cálculo de la microdureza se realizó aproximadamente 20 indentaciones en cada capa de cada muestra y luego se promedió la medida de las dos diagonales de la huella y junto con la carga utilizada, se determinó la microdureza mediante la siguiente expresión:

$$Hv = \frac{1.854 P}{d^2} \quad \text{Ecuación 4.1}$$

Donde P es la carga (Kg.) y d es el promedio de las dos diagonales medidas (mm)

La Tabla 4.8 muestra las microdurezas de los recubrimientos de $Al_2O_3-TiO_2$ aplicados por Terodyn 2000 realizada a una carga de 100g, donde la microdureza promedio es de 969.61 Hv (9.5 GPa).

La Tabla 4.9 muestra las microdurezas Vickers tomadas en la sección transversal de los recubrimientos de Ni-WC aplicados con Terodyn 2000 realizada a una carga de 100g durante 15 segundos, donde la microdureza promedio es de 648.76 Hv (6.36 GPa).

MICRODUREZAS Hv	MICRODUREZA PROMEDIO Hv (GPa)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
487.6	969.6 Hv (9.5 GPa)	234.8 (2.3 GPa)
724.3		
771.8		
771.8		
771.8		
824.1		
824.1		
824.1		
824.1		
881.9		
1017.5		
1017.5		
1017.5		
1097.2		
1097.2		
1287.7		
1287.7		
1287.7		
1287.7		
1287.7		

Tabla 4.8 Microdurezas Vickers (Hv) de la sección transversal de los recubrimientos de Al₂O₃-TiO₂ aplicado con Terodyn 2000 (M1) realizada con 100g de carga durante 15 segundos.

MICRODUREZAS Hv	MICRODUREZA PROMEDIO Hv (GPa)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
321.9	648.7 Hv (6.36GPa)	268.5 (2.63 GPa)
335.7		
401.1		
420.4		
441.2		
487.6		
513.6		
513.6		
541.8		
572.3		
572.3		
605.5		
641.6		
681.1		
724.3		
771.8		
946.1		
1097.2		
1097.2		
1287.7		

Tabla 4.9 Microdurezas Vickers (Hv) de la sección transversal de los recubrimientos de Ni-WC aplicado con Terodyn 2000 (M2) realizada con 100g de carga durante 15 segundos.

La Tabla 4.10 muestra las microdurezas de los recubrimientos de Al₂O₃-TiO₂ aplicados con SuperJet Eutalloy realizada a una carga de 50g durante 15s, donde la microdureza promedio es de 809.59 Hv (7.94 GPa). La carga fue utilizada a 50g debido a cargas superiores las huellas presentaban un agrietamiento, que usualmente en los ensayos de dureza se busca evitar éste ya que interfiere con la medida de la microdureza sobre todo en materiales cerámicos ^[58].

MICRODUREZAS Hv	MICRODUREZA PROMEDIO Hv (GPa)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
548.6	809.5 Hv (7.94 GPa)	161.2 Hv (1.58 GPa)
570.3		
593.4		
643.8		
643.8		
701.0		
766.2		
766.2		
766.2		
766.2		
766.2		
840.9		
927.20		
927.20		
927.20		
927.20		
1027.3		
1027.3		
1027.3		
1027.3		

Tabla 4.10 Microdurezas Vickers (Hv) de la sección transversal de los recubrimientos de Al₂O₃-TiO₂ aplicado con SuperJet Eutalloy (M3) realizada con 50g de carga durante 15 segundos.

La Tabla 4.11 muestra las microdurezas Vickers tomadas en la sección transversal de los recubrimientos de Ni-WC aplicados con SuperJet Eutalloy realizada a una carga de 100g durante 15 segundos, donde la microdureza promedio es de 593.05 Hv (5.81 GPa).

En la Figura 4.34 se muestra la comparación de la microdureza de los recubrimientos aplicados por proyección térmica con la antorcha Terodyn 2000 (Muestras M1 y M2) y con la antorcha SuperJet Eutalloy (Muestras M3 y M4). Se puede observar que las muestras M1 y M3 presentaron microdurezas más altas que las otras muestras (M2 y M4) y esto se debió a la naturaleza cerámica de su capa superior. También se puede observar que hay un ligero aumento de la microdureza en los recubrimientos aplicados con la antorcha Terodyn 2000 (M1 y M2) comparado con el recubrimiento de su misma naturaleza aplicado por la antorcha SuperJet Eutalloy, (muestras M3 y M4) y esto posiblemente pudo haberse presentado por la gran energía cinética de esta antorcha gracias al dispositivo que tiene para inyectar aire durante el proceso.

MICRODUREZAS Hv	MICRODUREZA PROMEDIO Hv (GPa)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
308.9	593.05 Hv (5.81 GPa)	200.8 Hv (1.97 GPa)
946.1		
641.6		
797.3		
285.1		
724.3		
350.5		
420.4		
366.3		
513.6		
771.8		
383.1		
401.1		
681.1		
724.3		
641.6		
572.3		
724.3		
724.3		
881.9		

Tabla 4.11 Microdurezas Vickers (Hv) de la sección transversal de los recubrimientos de Ni-WC aplicado con SuperJet Eutalloy (M4) realizada con 100g de carga durante 15 segundos.

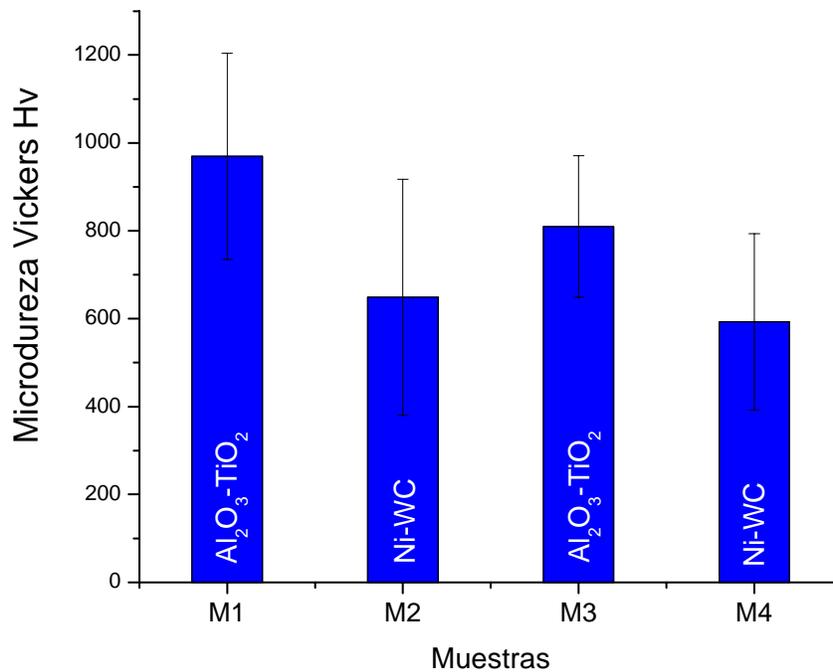


Figura 4.34 Comparación de las microdurezas de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica de combustión con las antorchas Terodyn 2000 (M1 y M2) y con la antorcha SuperJet Eutalloy (M3 y M4)

4.3.2 MEDIDA DEL MÓDULO DE ELASTICIDAD DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS

Para la medida del módulo de elasticidad de los recubrimientos, primero se realizó la preparación metalográfica de la sección transversal tal como se indicó en el capítulo anterior. Luego las muestras fueron indentadas en la sección transversal de la capa superior con un microdurómetro (indentador Knoop), en el cual se obtuvieron aproximadamente 15 huellas de cada tipo de recubrimiento. Todas las indentaciones Knoop fueron realizadas de tal manera que la diagonal mayor de la huella quedara perpendicular a la interfase recubrimiento-sustrato. Las huellas obtenidas fueron observadas mediante microscopía óptica determinando la longitud de la diagonal mayor y menor.

El módulo de elasticidad de cada tipo de recubrimiento fue calculado mediante la ecuación de Evans, Noma y Marshall con las longitudes de las diagonales mayor y menor de las indentaciones Knoop que fueron realizadas a una carga de 100g durante 15 s. La Ecuación de Evans, Noma y Marshall utilizada para hallar el módulo de elasticidad fue la siguiente:

$$E = \frac{-\alpha \cdot H}{\left(\frac{b'}{a'} - \frac{b}{a}\right)} \quad \text{Ecuación 4.2}$$

Donde E, es el módulo de elasticidad o Young (GPa), H es la dureza Knoop (GPa), α es una constante (0.45), a' es la diagonal mayor producida por la indentación Knoop, b' es la diagonal menor producida por la indentación y, a y b son constantes geométricas del indentador (1/7.11).^[12]

La dureza Knoop promedio utilizada para calcular el módulo de elasticidad fue obtenida utilizando las mismas huellas y aplicando la siguiente ecuación:

$$HK = \frac{\sum_{d_1}^n \left(14,2 \frac{P}{d_1^2} \right)}{n} \quad \text{Ecuación 4.3}$$

Donde HK es la dureza Knoop Promedio, P es la Carga aplicada en Kg, d_1 es la longitud de la diagonal más larga de la huella en mm y n es el número de medidas realizadas.

Es importante tener en cuenta que esta ecuación fue desarrollada para materiales isotrópicos y homogéneos. Sin embargo, a pesar del comportamiento anisotrópico de los recubrimientos aplicados por proyección térmica, la técnica de microindentación Knoop ha sido utilizada en varios trabajos^[12, 59, 60, 61, 62] para determinar el módulo de elasticidad.

La Tabla 4.12 muestra el módulo de elasticidad de recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ depositados con la antorcha Terodyn 2000, donde el módulo de elasticidad promedio es de 129.89 GPa.

Diagonal Mayor	Diagonal Menor	Microdureza Promedio $\text{HK}_{100\text{g}}$ (GPa)	Módulo de Elasticidad (GPa)
48	3.5	9.15	60.81
45	3.5	9.15	65.51
44	3.5	9.15	67.41
35	3	9.15	74.98
45	4	9.15	79.58
45	4	9.15	79.58
44	4	9.15	82.81
33	3.1	9.15	88.18
44	4.2	9.15	91.14
41	4	9.15	95.59
47	5	9.15	120.20
35	4	9.15	156.24
36	4.2	9.15	171.75
35	4.1	9.15	175.23
42	5	9.15	190.69
33	4	9.15	211.92
32	4	9.15	263.23
32	4	9.15	263.23
Promedio			129.89

Tabla 4.12 Módulo de elasticidad de los recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ aplicados con la antorcha Terodyn 2000.

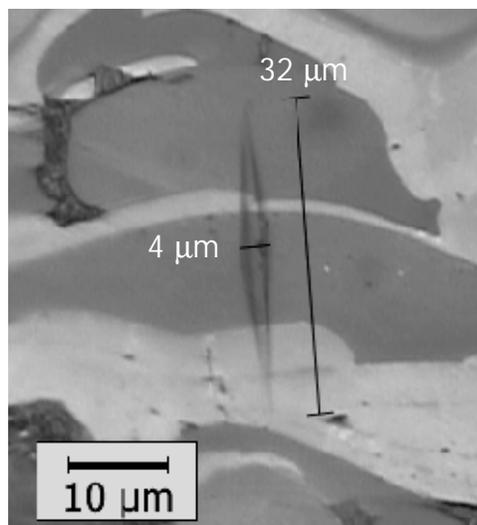


Figura 4.35 Micrografía de una huella representativa de las indentaciones Knoop utilizadas para obtener el módulo de elasticidad de los recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ aplicados con Terodyn 2000. Las indentaciones Knoop fueron realizadas a 100g durante 15 s.

La Figura 4.35 muestra la micrografía de una de las huellas más representativa de las indentaciones Knoop realizadas a la sección transversal de la muestra M1, donde se puede observar la gran simetría de sus diagonales.

La Tabla 4.13 muestra el módulo de elasticidad de recubrimientos de Ni-WC depositados con la antorcha Terodyn 2000, donde el módulo de elasticidad promedio es de 15.55 GPa. En esta muestra, la longitud de la diagonal más larga de cada huella fue obtenida midiendo la mitad de ésta y multiplicándola por dos, ya que las huellas obtenidas no eran simétricas (Ver Figura 4.36). Estas longitudes fueron utilizadas para calcular tanto el módulo de elasticidad promedio como la microdureza Knoop promedio.

Diagonal Mayor	Diagonal menor	Microdureza Promedio HK _{100g} (GPa)	Módulo de Elasticidad (GPa)
76	3	2.53	11.23
132	5.5	2.53	11.48
82	4.2	2.53	12.71
76	4	2.53	12.91
80	4.5	2.53	13.46
70	4.2	2.53	14.09
86	5.2	2.53	14.17
100	6.2	2.53	14.45
80	5	2.53	14.54
78	5.8	2.53	17.14
60	4.5	2.53	17.31
20	1.5	2.53	17.31
88	7	2.53	18.60
100	8	2.53	18.74
60	4.8	2.53	18.74
54	4.8	2.53	21.96
		Promedio	15.55

Tabla 4.13 Módulo de elasticidad de los recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha Terodyn 2000.

La Figura 4.36 muestra las micrografía de una huella representativa de las indentaciones Knoop realizadas a la sección transversal de la muestra M2, utilizadas con el fin de obtener datos para el cálculo del módulo de elasticidad promedio de este recubrimiento.

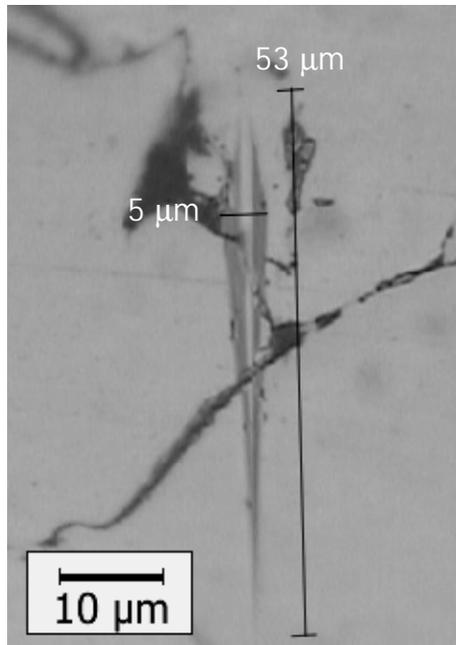


Figura 4.36 Micrografía de una huella representativa de las indentaciones Knoop utilizadas para obtener el módulo de elasticidad de los recubrimientos de Ni-WC aplicados con Terodyn 2000. Las indentaciones Knoop fueron realizadas a 100g durante 15 s.

La Tabla 4.14 muestra el módulo de elasticidad de recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ depositados con la antorcha SuperJet Eutalloy, donde el módulo de elasticidad promedio es de 13.9 GPa.

Diagonal Mayor	Diagonal menor	Microdureza Promedio $\text{HK}_{100\text{g}}$ (GPa)	Módulo de Elasticidad (GPa)
81	2	3.19	12.40
86	2.2	3.19	12.49
67	1.8	3.19	12.63
69	2	3.19	12.87
65	2	3.19	13.08
61	2	3.19	13.33
74	2.5	3.19	13.45
63	2.2	3.19	13.60
66	2.5	3.19	13.99
69	2.8	3.19	14.37
69	3	3.19	14.79
60	2.8	3.19	15.30
51	3.2	3.19	18.45
Promedio			13.90

Tabla 4.14 Módulo de elasticidad de los recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy.

La Figura 4.37 muestra una micrografía de la huella más representativa de las indentaciones Knoop realizadas a la sección transversal de la muestra M3, y éstas fueron utilizadas para obtener datos para el cálculo del módulo de elasticidad promedio de este tipo de recubrimiento.

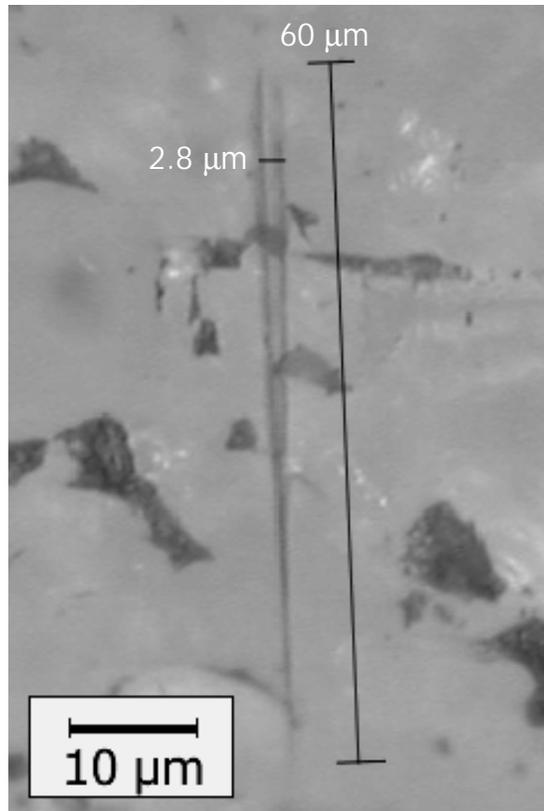


Figura 4.37 Micrografía de una de las huellas representativas de las indentaciones Knoop utilizadas para obtener el módulo de elasticidad de los recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy. Las indentaciones Knoop fueron realizadas a 100g durante 15 s.

La Tabla 4.15 muestra el módulo de elasticidad de recubrimientos de Ni-WC depositados con la antorcha SuperJet Eutalloy, donde el módulo de elasticidad promedio es de 18.89 GPa. En esta muestra, la longitud de la diagonal más larga de cada huella fue obtenida midiendo la mitad de ésta y multiplicándola por dos, ya que las huellas obtenidas no eran totalmente simétricas (Ver Figura 4.38). Estas longitudes fueron utilizadas para calcular tanto el módulo de elasticidad promedio como la microdureza Knoop promedio.

La Figura 4.38 muestra las micrografías de las huellas más representativas de las indentaciones Knoop realizadas a la sección transversal de la muestra M4, que fueron utilizadas con el fin de obtener datos para el cálculo del módulo de elasticidad promedio de este tipo de recubrimiento.

Diagonal Mayor	Diagonal menor	Microdureza Promedio HK _{100g} (GPa)	Módulo de Elasticidad (GPa)
74	4.5	2.69	15.19
90	5.5	2.69	15.24
76	5	2.69	16.20
78	5.2	2.69	16.39
74	5	2.69	16.59
72	5	2.69	17.03
92	6.5	2.69	17.32
70	5	2.69	17.52
66	5	2.69	18.68
66	5	2.69	18.68
64	5	2.69	19.39
64	5	2.69	19.39
64	5.1	2.69	19.89
68	5.5	2.69	20.29
61	5	2.69	20.66
68	6	2.69	23.13
56	5	2.69	23.61
60	5.5	2.69	24.75
Promedio			18.89

Tabla 4.15 Módulo de elasticidad de los recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy.

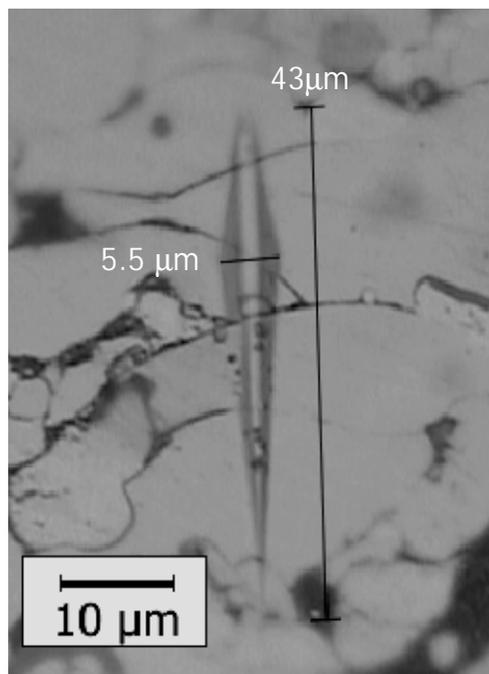


Figura 4.38 Micrografía de una de las huellas más representativa de las indentaciones Knoop utilizadas para obtener el módulo de elasticidad de los recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy. Las indentaciones Knoop fueron realizadas a 100g durante 15 s.

En la Figura 4.39 se muestra una comparación de los módulos de elasticidad promedio de los cuatro tipos de recubrimientos en estudio. El módulo de elasticidad representa la pendiente de la curva esfuerzo – deformación unitaria, por lo que los recubrimientos de mayor módulo como la muestra M1 sufren un menor grado de deformación que los otros tipos de recubrimientos (M2, M3 y M4) cuando están sometidos a un esfuerzo igual. Este gran módulo se puede traducir también en la rigidez que presenta el sistema, es decir, los recubrimientos como la muestra M1 tienen un sistema más rígido que los otros recubrimientos.

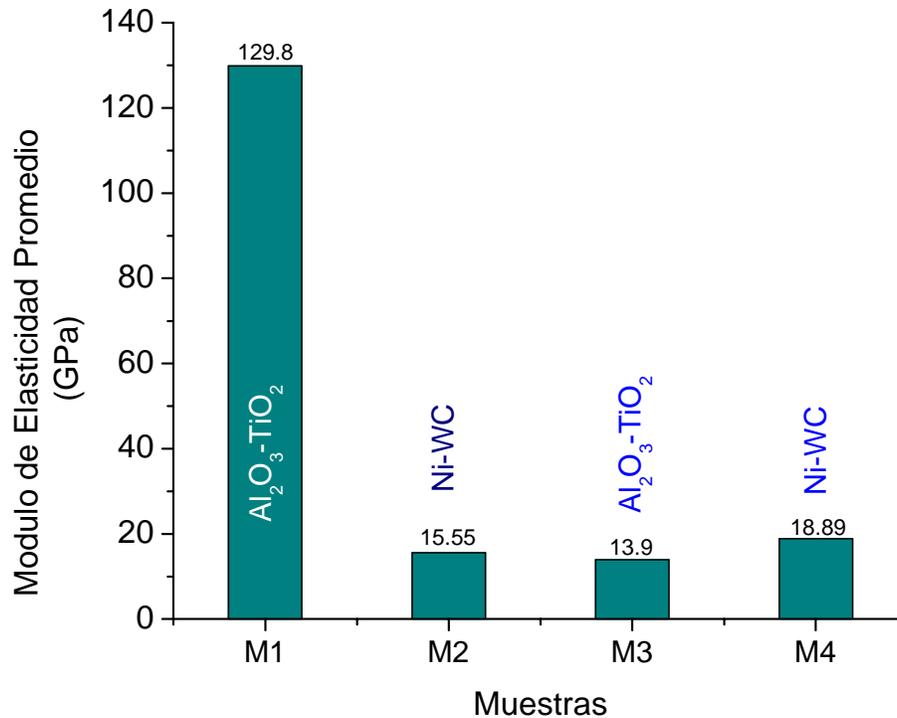


Figura 4.39 Comparación del módulo de elasticidad promedio de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica de combustión con las antorchas Terodyn 2000 (M1 y M2) y con la antorcha SuperJet Eutalloy (M3 y M4).

4.3.3 MEDIDA DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS

La técnica de microindentación Vickers fue usada para obtener la tenacidad a la fractura de los recubrimientos. La indentación fue realizada en la sección transversal de cada recubrimiento en la región central de la capa superior (capa de interés) para minimizar los efectos de la interfase. A cada recubrimiento se le realizaron indentaciones con cargas preliminares de 50, 100, 200, 300, 500 gramos durante 15 s para determinar la carga mínima necesaria para que el recubrimiento en el momento de la descarga, produzca grietas radiales en los vértices de la huella dejada por el indentador. Una vez determinada

esta carga se realizaron 20 indentaciones Vickers de tal forma que una de sus diagonales quedara paralela a la interfase recubrimiento-sustrato.

Las grietas producidas por la indentación, se propagan entre las laminillas (conocidas como grietas interlaminares) del recubrimiento, por lo que la propagación de las fisuras se da preferencialmente en la dirección paralela a la interfase recubrimiento-sustrato [41,42]. (Figura 4.40).

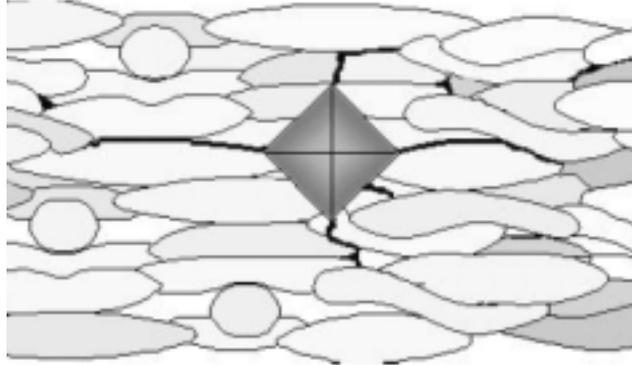


Figura 4.40 Esquema de la formación de las grietas a través de las laminillas (splats) de un recubrimiento aplicado por proyección térmica, después de una indentación Vickers.

Para el cálculo de la tenacidad a la fractura (K_{IC}), se utilizó el módulo de elasticidad (E) y la microdureza Vickers (H_v) hallada anteriormente y la longitud de la grieta medida desde el centro de la indentación (c) y se usó el modelo sugerido por Evans-Noma-Marshall [12], que se expresa en la siguiente ecuación:

$$K_{IC} = 0.016 \left(\frac{E}{H} \right)^{0.5} \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{Ecuación 4.4}$$

Donde K_{IC} es la tenacidad a la fractura en ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$), P es la carga utilizada para la indentación Vickers en Newton y c es la longitud de la grieta medida desde el centro de la indentación en mm [12,37].

Se realizaron 20 indentaciones a cada muestra y se utilizaron las huellas que presentaron grietas laterales que cumplieran con el criterio de Palmqvist, donde se menciona que la relación de la longitud de la grieta (c) y la longitud de la mitad de la diagonal de la huella (a) debe ser al menos 1.8 veces mayor ($c/a > 1.8$) [37,64] para tener una correcta estimación de la tenacidad a la fractura. En algunas indentaciones no se formaron grietas y en otras huellas las grietas formadas no iniciaban en la esquina debido a que el esfuerzo más alto era liberado en forma de grietas en otros sitios de la indentación, lo que es atribuido a la falta de homogeneidad o anisotropía de estos recubrimientos. Así que estos casos de irregularidad o falta de grietas no fueron tenidos en cuenta.

A los recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ depositados con Terodyn 2000 (M1) se realizaron indentaciones Vickers a la sección transversal a una carga de 200g durante 15 s. Una de las indentaciones más representativa de las utilizadas para medir la longitud de la grieta y posteriormente calcular la tenacidad a la fractura se muestra en la Figura 4.41.

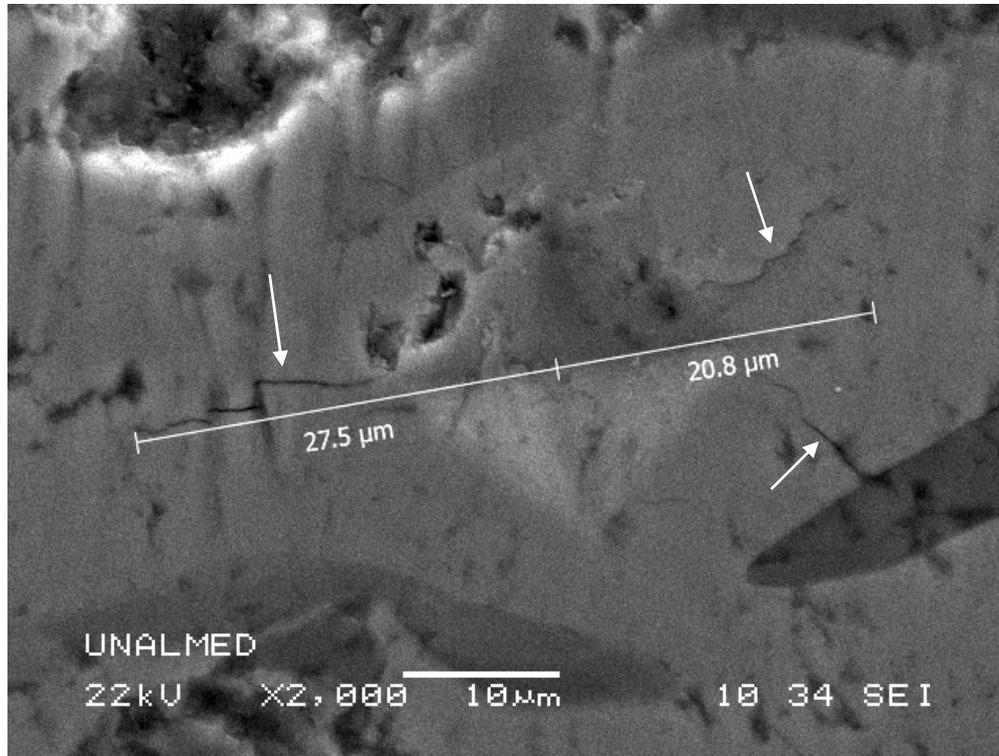


Figura 4.41 Micrografía de una de las indentaciones Vickers realizadas en la sección transversal de la muestra M1 a una carga de 200g durante 15 seg. para inducir la propagación de las grietas. Las grietas formadas (indicadas con una fecha) fueron medidas desde el centro de la indentación y evaluadas con el criterio de Palmqvist para realizar el cálculo de la tenacidad a la fractura (K_{IC}) del recubrimiento.

Las grietas presentadas en la figura anterior provienen de las esquinas de las indentaciones y se propagaron a través de la fase de TiO_2 (fase clara) y algunas se dirigieron a la otra fase (Al_2O_3). La morfología de las grietas que se observan en la micrografía muestran que la mayoría son grietas interlaminares.

Los valores de la tenacidad a la fractura calculados para estos recubrimientos cerámicos se muestran en la Tabla 4.16. Se observa que la tenacidad promedio es de $1.85 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ y es concordante con datos que aparecen en la literatura ($1.62 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) para recubrimientos aplicados por esta técnica (flame spray) y con una composición de polvos de partida de $60\%\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}40\%\text{TiO}_2$ ^[54].

Longitud de Grieta c (μm)	Dureza Vickers, Hv (GPa)	Módulo de Elasticidad, E (GPa)	Tenacidad a la Fractura, K_{IC} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
20.2	9.5	129.89	2.95
28.9	9.5	129.89	1.73
24.5	9.5	129.89	2.21
24.5	9.5	129.89	2.21
27.5	9.5	129.89	1.86
36	9.5	129.89	1.24
32.5	9.5	129.89	1.45
38	9.5	129.89	1.14
			1.85

Tabla 4.16 Valores de la tenacidad a la fractura de recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ aplicados con la antorcha Terodyn 2000.

A los recubrimientos de Ni-WC depositados con Terodyn 2000 (M2) se realizaron indentaciones Vickers a la sección transversal a una carga de 300g durante 15 s. En la Figura 4.42 se muestran las fisuras producidas en una indentación característica de esta muestra.

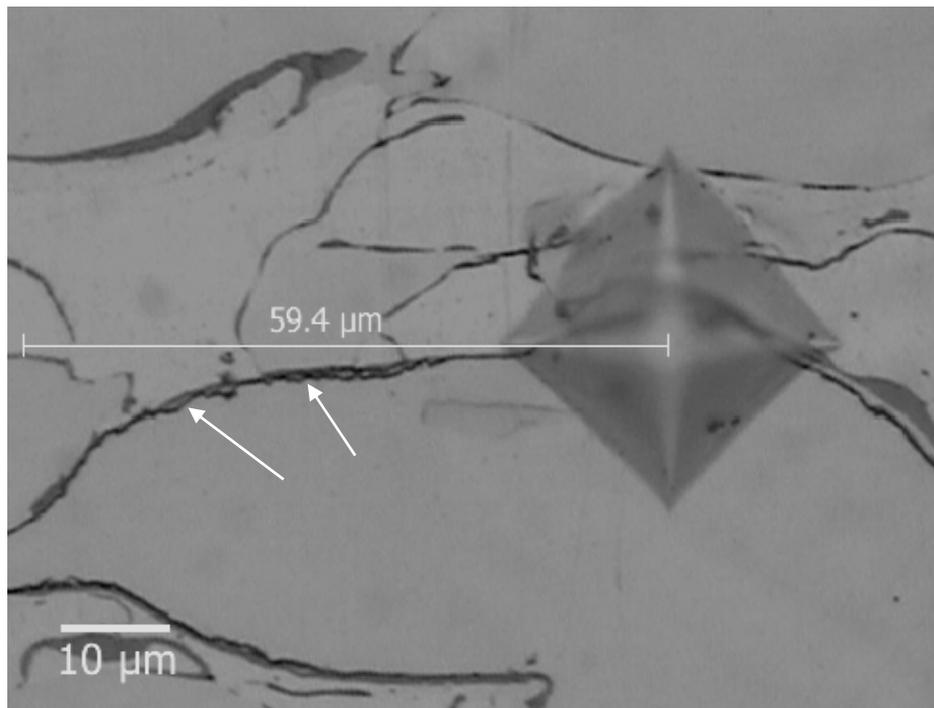


Figura 4.42 Micrografía de una de las indentaciones Vickers realizadas en la sección transversal de la muestra M2 a una carga de 300g durante 15 s. para inducir la propagación de las grietas. Las grietas formadas (indicadas con una flecha) fueron medidas desde el centro de la indentación y evaluadas con el criterio de Palmqvist para realizar el cálculo de la tenacidad a la fractura (K_{IC}) del recubrimiento.

Las grietas presentadas en la Figura 4.42 muestran una gran influencia de la microestructura laminar que posee este tipo de recubrimiento en su tenacidad. Casi todas las grietas son interlaminares, excepto las indentaciones realizadas sobre el carburo de tungsteno, que por ser un material cerámico por lo tanto es más frágil y se fisura de forma transgranular.

Las grietas interlaminares o intergranulares evidencian el pobre anclaje mecánico que existe entre las partículas fundidas de níquel que conforman la matriz de este tipo de recubrimiento.

Los valores de la tenacidad a la fractura calculados para estos recubrimientos se muestran en la Tabla 4.17. Se observa la tenacidad promedio que corresponde a $3.77 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ y es relativamente baja teniendo en cuenta que el recubrimiento tiene una matriz metálica (Níquel principalmente) que hace que se aproxime a la tenacidad de un metal ($> 14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) y esto es atribuido a microestructura y anisotropía del recubrimiento, pero especialmente a la gran influencia del débil anclaje mecánico entre las laminillas (splats). Este valor es razonable con lo encontrado en la literatura de recubrimientos similares (WC-Co y WC-CoCr) depositados por otras técnicas (HVOF, Detonación, APS) ^[42, 66].

Longitud de Grieta c (μm)	Dureza Vickers, Hv (GPa)	Módulo de Elasticidad, E (GPa)	Tenacidad a la Fractura, K_{IC} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
33.2	6.36	15.55	4.97
37.3	6.36	15.55	4.18
37.8	6.36	15.55	4.09
59.4	6.36	15.55	2.08
56	6.36	15.55	2.27
32	6.36	15.55	5.26
44.7	6.36	15.55	3.18
38.2	6.36	15.55	4.03
39.4	6.36	15.55	3.85
			3.77

Tabla 4.17 Valores de la tenacidad a la fractura de recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha Terodyn 2000.

A los recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ depositados con la antorcha SuperJet Eutalloy (M3), se le realizaron 20 indentaciones en la sección transversal efectuadas en centro de la capa superior, a una carga de 200g durante 15 s. La Figura 4.43 es representativa de las indentaciones realizadas para producir grietas de Palmqvist en esta muestra.

Las grietas presentadas en la huella de la micrografía muestran una buena homogeneidad del material ya que casi todas las grietas se desarrollaron en un solo vértice de la huella y se propagaron paralelamente a la interfase del sustrato-recubrimiento, característica que

es típica en el comportamiento de las grietas producidas por microindentación en materiales homogéneos.

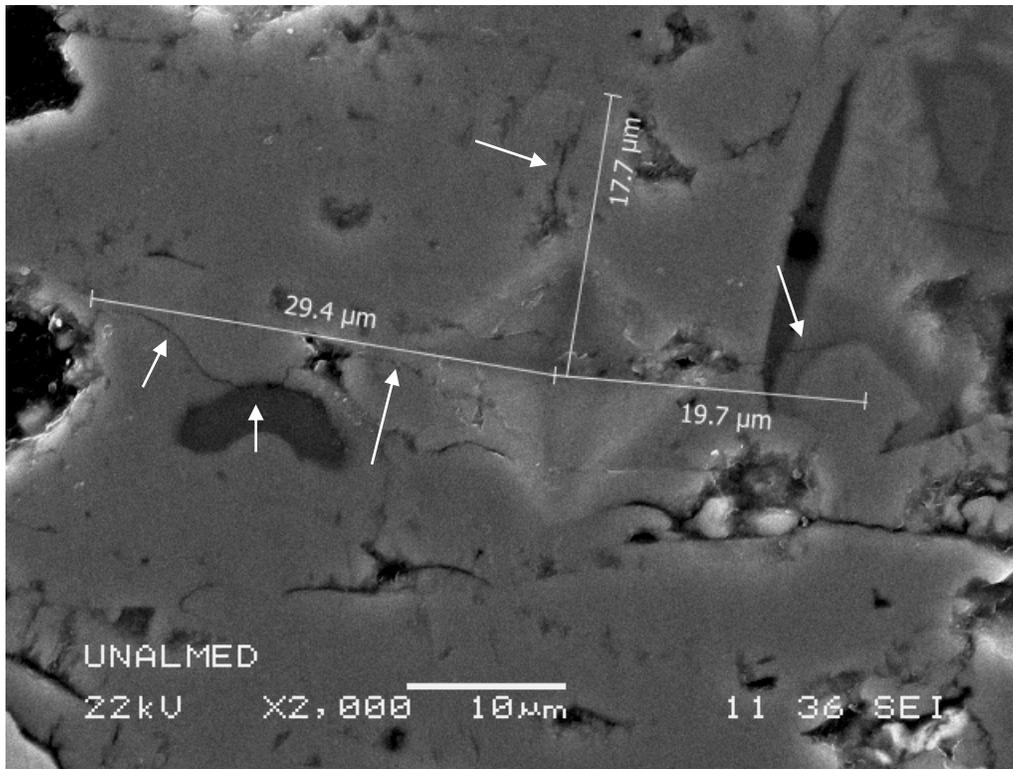


Figura 4.43 Micrografía de una de las indentaciones Vickers realizadas en la sección transversal de la muestra M3 a una carga de 100g durante 15 s. para inducir la propagación de las grietas. Las grietas formadas (indicadas con una fecha) fueron medidas desde el centro de la indentación y evaluadas con el criterio de Palmqvist para realizar el cálculo de la tenacidad a la fractura (K_{IC}) del recubrimiento.

Los valores de la tenacidad a la fractura de los recubrimientos de Al_2O_3 - TiO_2 aplicados por SuperJet Eutalloy se muestran en la Tabla 4.18. Se observa en esta tabla, una tenacidad promedio de $5.82 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ siendo un valor alto para ser un material cerámico en su totalidad. La mayoría de los materiales, la tenacidad incrementa con la disminución de su dureza debido a que existe una deformación plástica en las esquinas de la indentación antes de empezarse a formar las grietas. Sin embargo, Habib et al.^[54] dice que esto no es aplicable a este tipo de recubrimientos y en realidad hay una pequeña correlación entre la dureza y la tenacidad. Este tipo de recubrimiento posee una buena dureza para esta técnica (7.94 GPa) pero además posee una buena tenacidad a la fractura ($5.82 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) que no es común en un material y esto puede estar relacionado con el alto grado de sinterización de la capa cerámica que se manifestó principalmente por su baja porosidad (ver Figura 4.17). Debido a esto, las grietas que se presentaron son transgranulares y pueden viajar a través de la matriz de la capa.

Longitud de Grieta c (μm)	Dureza Vickers Hv (GPa)	Módulo de Elasticidad, E (GPa)	Tenacidad a la Fractura, K_{IC} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
22.3	7.94	13.9	3.56
10.6	7.94	13.9	10.86
15.5	7.94	13.9	6.14
15.9	7.94	13.9	5.91
29.4	7.94	13.9	2.35
15.6	7.94	13.9	6.08
			5.82

Tabla 4.18 Valores de la tenacidad a la fractura de recubrimientos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy.

A los recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy (M4), se le realizaron 20 indentaciones sobre el centro de la sección transversal de la capa superior, a una carga de 300g durante 15 s. Las huellas utilizadas para medir la grieta originada después de la descarga fueron evaluadas con el criterio de Palmqvist para calcular posteriormente la tenacidad a la fractura. En la Figura 4.44 se muestra una indentación representativa de las realizadas para obtener grietas de Palmqvist en esta muestra.

En este recubrimiento se originan grietas interlaminares de la misma forma que su similar aplicado con la otra antorcha (muestra M2), y estas grietas se propagan entre las laminillas de níquel que conforman la matriz de la capa. También existen grietas que viajan a través de la partícula fundidas como se observa en la micrografía de la Figura 4.44.

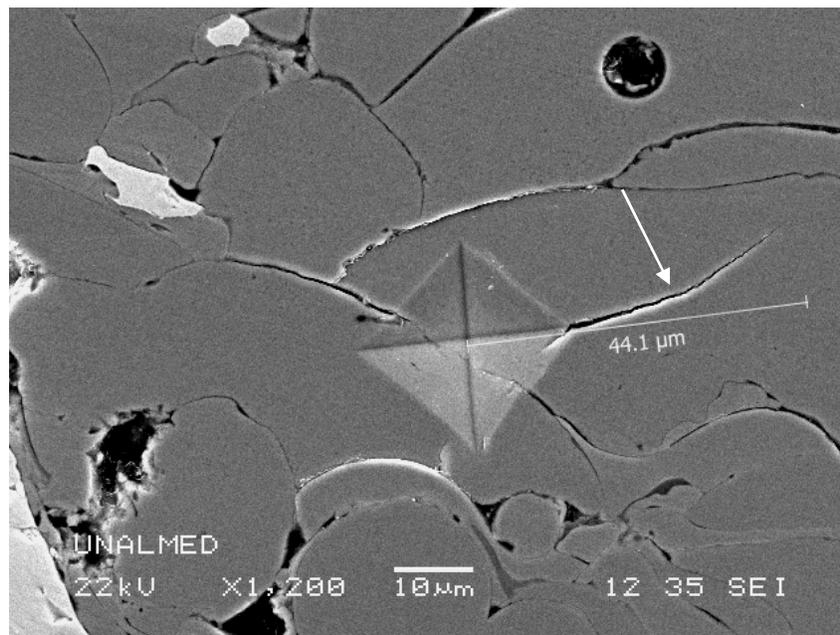


Figura 4.44 Micrografía de una de las indentaciones Vickers realizadas en la sección transversal de la muestra M4 a una carga de 300g durante 15 s. para inducir la propagación de las grietas. Las grietas formadas (indicadas con una fecha) fueron medidas desde el centro de la indentación.

En la Tabla 4.19 se muestran los valores de la tenacidad a la fractura de los recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy. Se observa una tenacidad promedio de $4.57 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ siendo un valor razonable y tiene mucha relación con los recubrimientos de WC-CoCr aplicados por HVOF y Detonación Gun que tienen una tenacidad a la fractura de $3.1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ y 4.12 respectivamente ^[42] y con recubrimientos de WC-Co (Plasma Spray) con un K_{IC} de $8.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (10% de porosidad) ^[66].

Longitud de Grieta c (μm)	Dureza Vickers Hv (GPa)	Módulo de Elasticidad, E (GPa)	Tenacidad a la Fractura, K_{IC} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
41.9	5.81	18.89	3.04
15.9	5.81	18.89	13.01
24	5.81	18.89	7.02
47.5	5.81	18.89	2.52
44.1	5.81	18.89	2.82
31.9	5.81	18.89	4.58
44.4	5.81	18.89	2.79
38	5.81	18.89	3.52
41.2	5.81	18.89	3.12
39.6	5.81	18.89	3.31
			4.57

Tabla 4.19 Valores de la tenacidad a la fractura de recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy.

En la Figura 4.45 se muestra la comparación de la tenacidad a la fractura obtenida mediante el modelo de Evans-Noma-Marshall de los recubrimientos proyectados térmicamente (M1, M2, M3 y M4). Se puede observar la buena tenacidad del recubrimiento M3 comparados con las otras muestras y es de resaltar ya que el material que compone a la capa superior es un material cerámico que contiene gran cantidad de la fase de TiO_2 y además presenta una alta sinterización (ver Figura 4.17). Los recubrimientos de Ni-WC (M2 y M4) tienen una tenacidad a la fractura similar entre ellos, pero más baja que la de la muestra M3, esto posiblemente debido al bajo anclaje mecánico entre las laminillas de níquel que componen las capas superiores de estas muestras, lo que se puede corroborar con las grietas interlaminares propagadas entre estas laminillas. Aquí en estos tipos de recubrimientos hay una gran influencia de la estructura laminar en el comportamiento a la fractura. Por último, la muestra M1 presentó una tenacidad a la fractura coherente con lo reportado en la literatura ^[42], pero baja con respecto a las otras, posiblemente debido a su alta dureza.

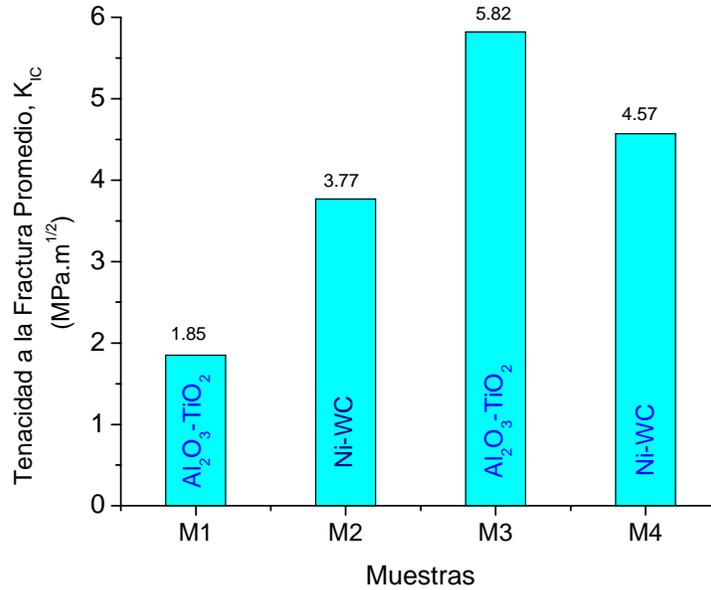


Figura 4.45 Comparación de la Tenacidad de la fractura de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica con la antorcha Terodyn 2000 (M1 y M2) y con la antorcha SuperJet Eutalloy (M3 y M4).

4.4 CARACTERIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS

La resistencia al desgaste fue evaluada mediante la técnica de pin (recubrimiento) sobre disco (polietileno), como se describió en la sección 3.4.3.

4.4.1 ENSAYO DE DESGASTE PARA EL RECUBRIMIENTO DE Al₂O₃-TiO₂ APLICADO CON LA ANTORCHA TERODYN 2000 (MUESTRA M1)

Antes de realizar el ensayo de desgaste se realizó una micrografía a la superficie del recubrimiento para conocer su morfología, y se observó que la superficie de esta muestra presenta picos y valles agudos con bastante irregularidad, como se aprecia en Figura 4.46.

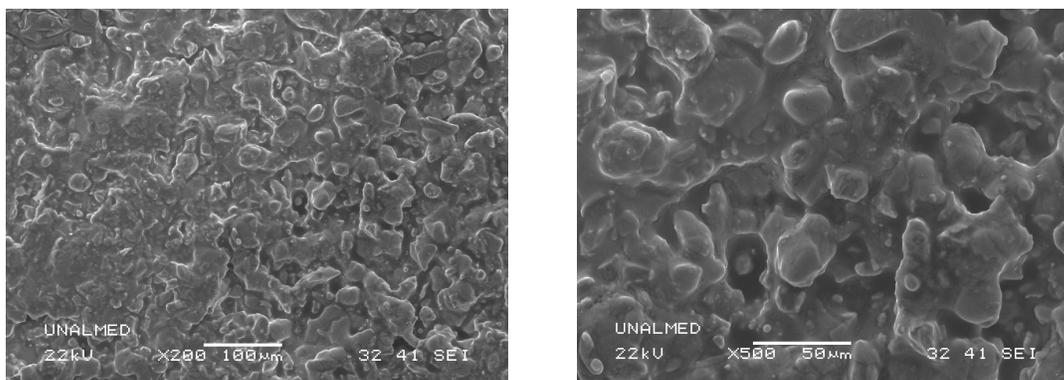


Figura 4.46 Superficie de la muestra M1 antes del ensayo de desgaste.

Una vez realizado el ensayo de desgaste se presentó una pérdida de masa y cambio en la rugosidad de la superficie como se muestra en la Tabla 4.20. Se observa un aumento en la rugosidad, la cual tal vez fue causada por el agrietamiento y posterior desprendimiento de partículas de la superficie, debido a su baja tenacidad.

Muestra M1	Rugosidad Promedio Inicial (Ra)*	Pérdida de Peso (mg)	Rugosidad Promedio Final (Ra)*
PIN1	2.02 ± 0.48 μm	0.6	2.40 ± 0.47 μm
PIN2	1.86 ± 0.36 μm	1.6	2.07 ± 0.65 μm
PIN3	2.92 ± 0.46 μm	1.0	3.13 ± 0.52 μm

Tabla 4.20 Tabla de los resultados de la prueba de desgaste realizada a los recubrimientos de Al₂O₃-TiO₂ aplicados con la antorcha Terodyn 2000 (Muestra M1). * Resultado promedio de 17 medidas.

La Figura 4.47 muestra la variación del coeficiente de fricción con la distancia recorrida en los ensayos realizado a la muestra M1. En esta figura, al comparar la rugosidad inicial de los pines del recubrimiento con la variación de los coeficientes de fricción obtenidos, se puede observar que un aumento de la rugosidad produce un aumento del coeficiente de fricción, lo que es normal en el comportamiento de dos superficies. También se observa que después de 1000m de distancia recorrida el coeficiente de fricción no presenta ninguna variación.

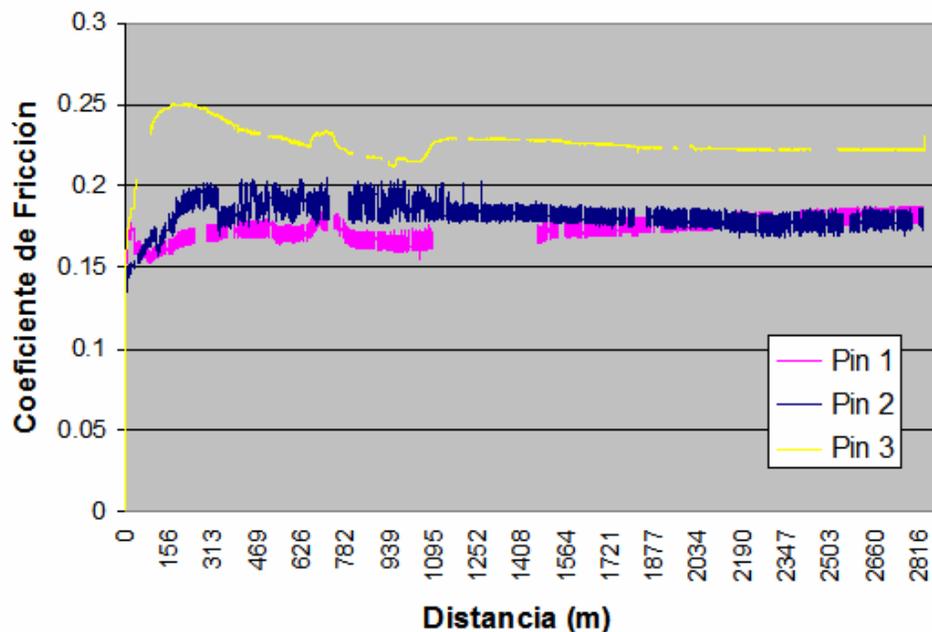


Figura 4.47 Variación del coeficiente de fricción con la distancia recorrida a una carga de 0.5 MPa. Las tres curvas corresponden a pines del recubrimiento (M1) contra el disco de polietileno. Las condiciones iniciales de rugosidad se muestran en la Tabla 4.20.

4.4.2 ENSAYO DE DESGASTE PARA EL RECUBRIMIENTO DE Ni-WC APLICADO CON LA ANTORCHA TERODYN 2000 (MUESTRA M2)

Antes de realizar el ensayo de desgaste se realizó una micrografía de la superficie del recubrimiento donde se observó que presentaba una morfología bastante homogénea y con pocas irregularidades, como se muestra en la Figura 4.48.

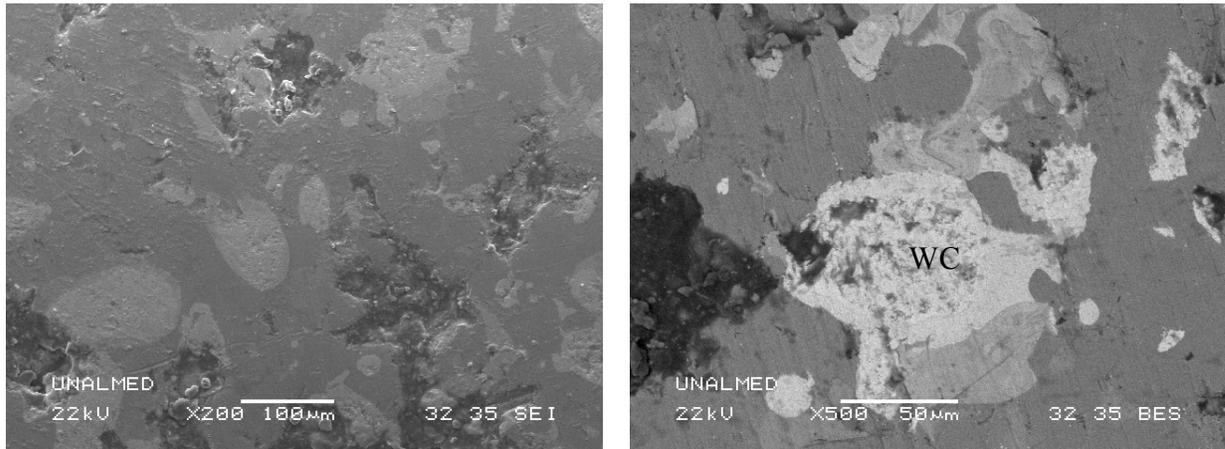


Figura 4.48 Superficie del recubrimiento de Ni-WC aplicado con Terodyn 2000 antes del ensayo de desgaste.

Los datos mostrados en la Tabla 4.21 son el resultado del ensayo de desgaste realizado a esta muestra. Al comparar la rugosidad inicial y final del recubrimiento en cada ensayo, se puede establecer que la disminución de la rugosidad posiblemente se debe al pulido producido por contacto con el polietileno, sin que se hubiese presentado agrietamiento y desprendimiento de partículas de su superficie. Este resultado puede ser atribuido a la alta tenacidad de esta muestra, la baja dureza y la baja rigidez proporcionada por un módulo elástico bajo.

Muestra M2	Rugosidad Promedio Inicial (Ra)*	Pérdida de Peso (mg)	Rugosidad Promedio Final (Ra)*
PIN1	1.33 ± 0.62 μm	0.6	1.24 ± 0.55 μm
PIN2	2.08 ± 0.77 μm	0.8	2.14 ± 0.57 μm
PIN3	3.11 ± 0.79 μm	0.7	2.51 ± 0.85 μm

Tabla 4.21 Tabla de los resultados de la prueba de desgaste realizada a los recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha Terodyn 2000 (Muestra M2). * Resultado promedio de 17 medidas.

La Figura 4.49 muestra la variación del coeficiente de fricción en función de la distancia recorrida. Se puede observar que los coeficientes de fricción después de 1300m son estables.

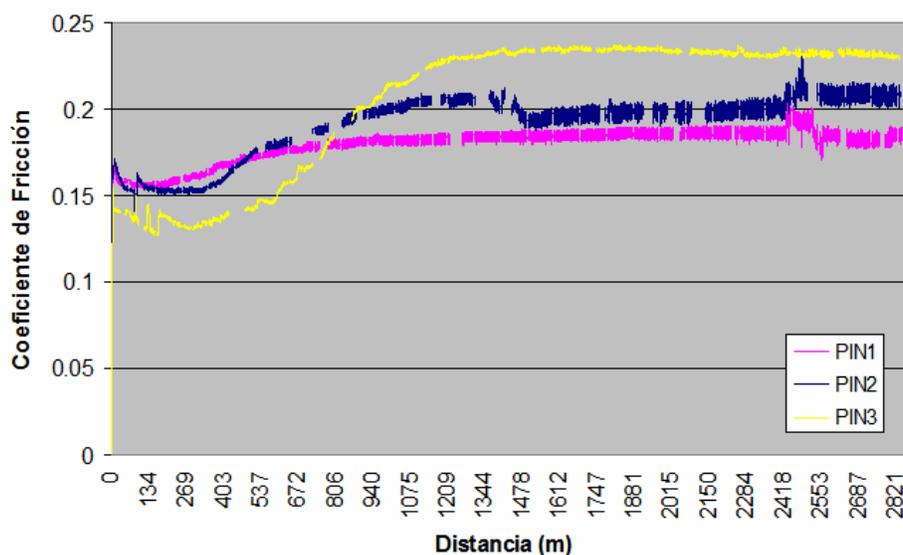


Figura 4.49 Variación del coeficiente de fricción con la distancia recorrida a una carga de 0.5 MPa. Las tres curvas corresponden a pines del recubrimiento (M2) contra el disco de polietileno. Las condiciones iniciales de rugosidad se muestran en la Tabla 4.21.

4.4.3 ENSAYO DE DESGASTE PARA EL RECUBRIMIENTO DE $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ APLICADO CON LA ANTORCHA SUPERJET EUTALLOY (MUESTRA M3)

Como en las muestras anteriores, antes de llevar a cabo el ensayo se realizó una micrografía de la superficie del recubrimiento donde se observó que ésta presentaba una morfología bastante homogénea y con pocas irregularidades las cuales fueron ocasionadas por la porosidad propia de este material, como se muestra en la Figura 4.50.

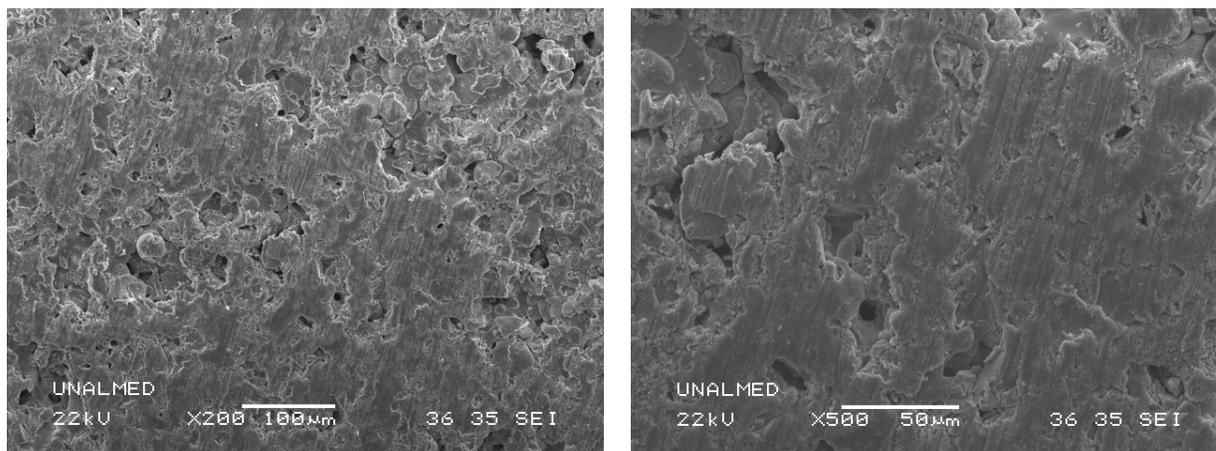


Figura 4.50 Superficie del recubrimiento de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ aplicado con la antorcha SuperJet Eutalloy antes del ensayo de desgaste.

La Tabla 4.22 muestra los resultados obtenidos de la prueba de desgaste realizada a los recubrimientos de la muestra M3. Se puede observar que hay una disminución de la rugosidad de la superficie después de realizada la prueba, y esto se debe posiblemente a que el recubrimiento fue pulido por contacto con el polietileno, sin que existiera agrietamiento y desprendimiento considerable de partículas de la superficie. Esto puede ser atribuido a la alta tenacidad y baja rigidez (módulo de elasticidad bajo) que posee este recubrimiento, a pesar de que su dureza fue del orden de 800 Hv.

Muestra M3	Rugosidad Inicial Promedio (Ra)*	Pérdida de Peso (mg)	Rugosidad Final Promedio (Ra)*
PIN1	3.14 ± 0.67 μm	0.5	2.57 ± 0.65 μm
PIN2	2.05 ± 0.48 μm	0.2	2.10 ± 0.60 μm
PIN3	1.87 ± 0.60 μm	0.3	1.22 ± 0.24 μm

Tabla 4.22 Tabla de los resultados de la prueba de desgaste realizada a los recubrimientos de Al₂O₃-TiO₂ aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy (Muestra M3). * Resultado promedio de 17 medidas.

La Figura 4.51 muestra la variación del coeficiente de fricción de los tres pines utilizados para el ensayo, en función de la distancia recorrida. Los datos de coeficiente de fricción fueron registrados cada 5 minutos por lo que no se ve una línea continua en la gráfica.

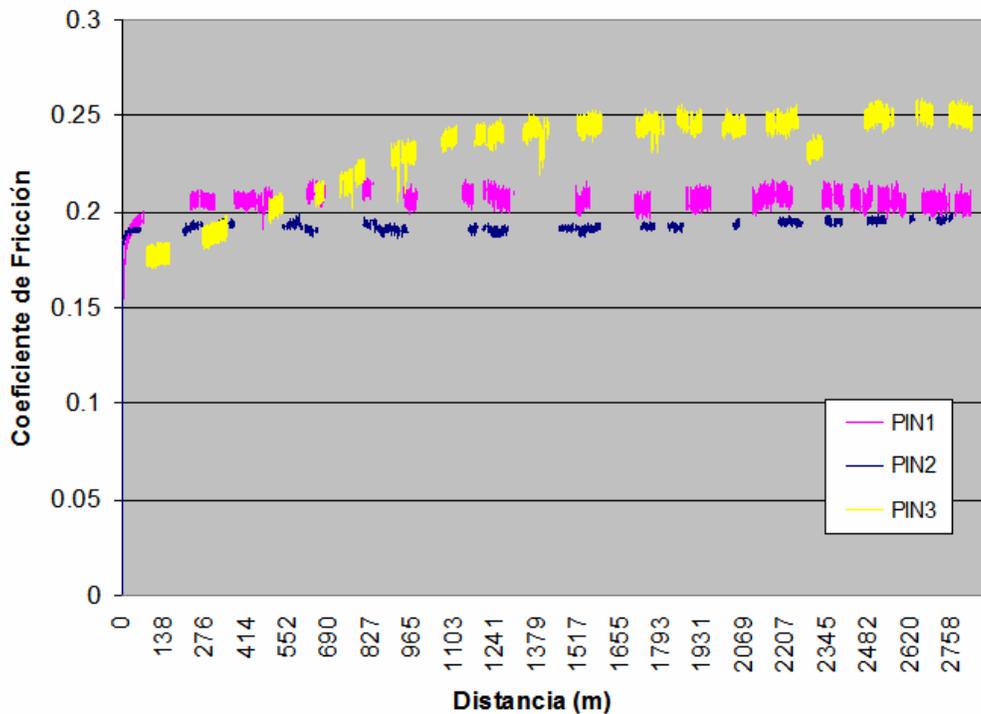


Figura 4.51 Variación del coeficiente de fricción con la distancia recorrida a una carga de 0.5 MPa. Las tres curvas corresponden a pines del recubrimiento (M3) contra el disco de polietileno. Las condiciones iniciales de rugosidad se muestran en la Tabla 4.22.

4.4.4 ENSAYO DE DESGASTE PARA EL RECUBRIMIENTO DE Ni-WC APLICADO CON LA ANTORCHA SUPERJET EUTALLOY (MUESTRA M4)

La Figura 4.52 muestra la morfología de la superficie de la muestra M4 antes de realizado el ensayo de desgaste, donde se observa una gran cantidad de níquel y una superficie homogénea con pocas irregularidades que son consecuencia de la baja porosidad del recubrimiento y dureza que facilitó el pulido de la superficie.

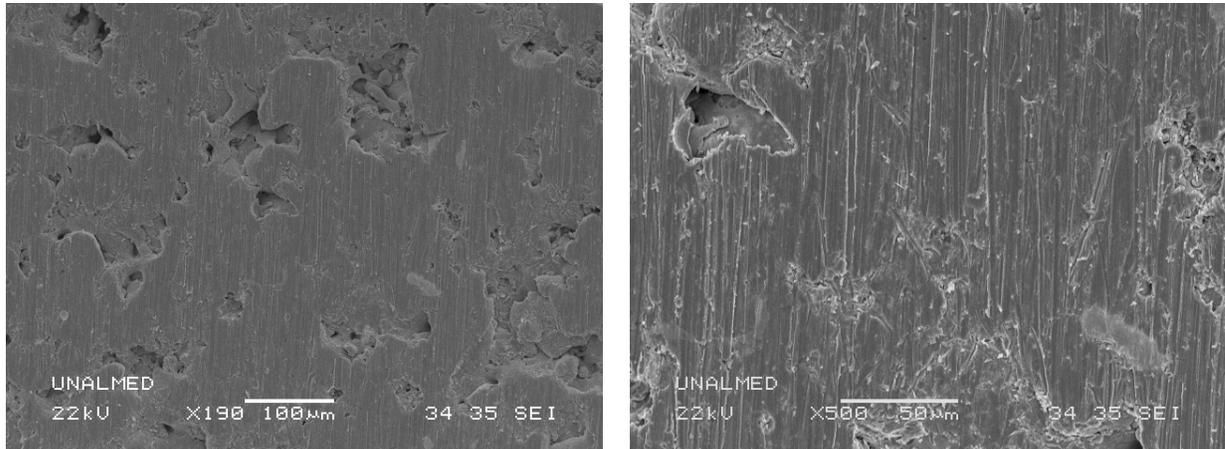


Figura 4.52 Superficie del recubrimiento de Ni-WC aplicado con la antorcha SuperJet Eutalloy antes del ensayo de desgaste.

La Tabla 4.23 muestra los resultados obtenidos del ensayo de Pin sobre disco realizado con los parámetros mencionados en el anterior capítulo. En este tipo de recubrimiento ocurre algo parecido a la muestra M2, en la cual la rugosidad al final del ensayo disminuye, posiblemente a causa del pulido que se produce por contacto con el polietileno, gracias a la alta tenacidad, bajo módulo de elasticidad y baja dureza, conferidos principalmente por el níquel que hace parte del recubrimiento.

Muestra M4	Rugosidad Inicial Promedio (Ra)*	Pérdida de Peso (mg)	Rugosidad Final Promedio (Ra)*
PIN2	3.37 ± 0.69 μm	0.4	2.24 ± 0.49 μm
PIN3	2.55 ± 0.68 μm	0.3	2.64 ± 0.60 μm
PIN4	2.05 ± 0.55 μm	0.4	1.96 ± 0.60 μm

Tabla 4.23 Tabla de los resultados de la prueba de desgaste realizada a los recubrimientos de Ni-WC aplicados con la antorcha SuperJet Eutalloy (Muestra M4). * Resultado promedio de 17 medidas.

La variación del coeficiente de fricción con la distancia recorrida realizada en la prueba de desgaste se muestra en la Figura 4.53. Los resultados demuestran que después 1500m de distancia recorrida no hay una variación en el coeficiente de fricción.

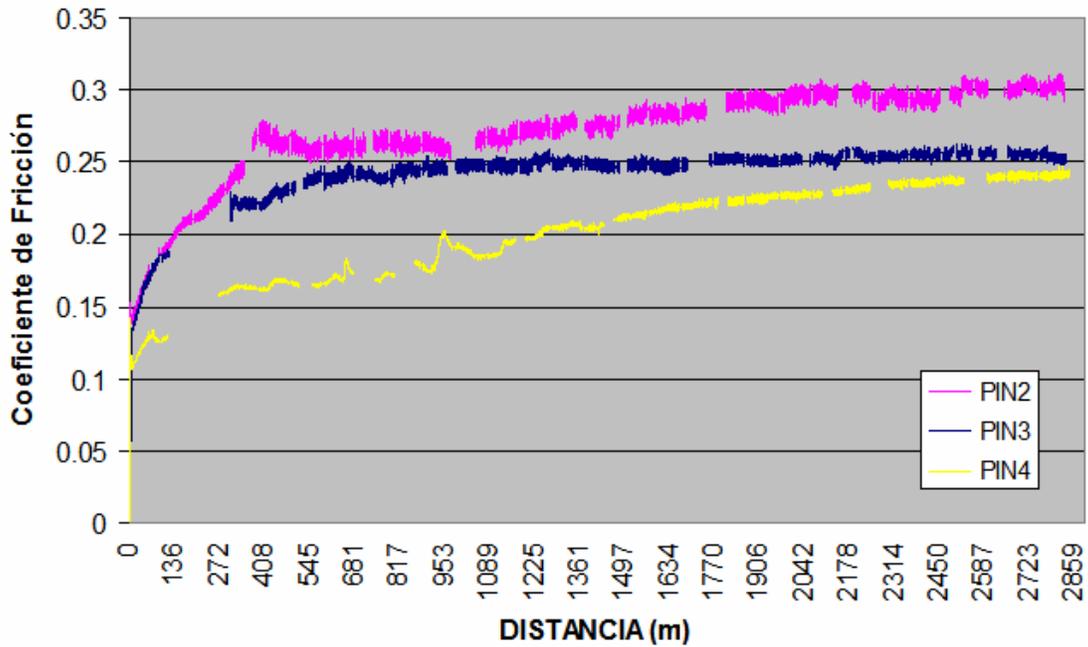


Figura 4.53 Variación del coeficiente de fricción con la distancia recorrida a una carga de 0.5 MPa. Las tres curvas corresponden a pines del recubrimiento (M4) contra el disco de polietileno. Las condiciones iniciales de rugosidad se muestran en la Tabla 4.23.

La Tabla 4.24 muestra la comparación de los coeficientes de fricción a una distancia de 2827 m en función de la rugosidad inicial y final de las muestras, donde se observa que en términos generales (excepto un caso de la muestra M3 y un caso de la M4), entre mayor es la rugosidad final de la superficie, mayor será el coeficiente de fricción.

Muestra	Rugosidad Inicial, Ra	Rugosidad Final, Ra	Coefficiente de Fricción Final
M1	1,86 ± 0.36 μm	2.07 ± 0.65 μm	0.178
	2,02 ± 0.48 μm	2.40 ± 0.47 μm	0.182
	2,92 ± 0.46 μm	3.13 ± 0.52 μm	0.222
M2	1,33 ± 0.62 μm	1.24 ± 0.55 μm	0.184
	2,08 ± 0.77 μm	2.14 ± 0.57 μm	0.206
	3,11 ± 0.79 μm	2.51 ± 0.85 μm	0.229
M3	1,87 ± 0.60 μm	1.22 ± 0.24 μm	0.247
	2,05 ± 0.48 μm	2.10 ± 0.60 μm	0.198
	3,14 ± 0.67 μm	2.57 ± 0.65 μm	0.206
M4	2,05 ± 0.55 μm	1.96 ± 0.60 μm	0.242
	2,55 ± 0.68 μm	2.64 ± 0.60 μm	0.252
	3,37 ± 0.69 μm	2.24 ± 0.49 μm	0.301

Tabla 4.24 Comparación de las rugosidades iniciales y finales con el coeficiente de fricción al terminar la prueba de desgaste.

Para obtener el volumen perdido en la prueba de desgaste se hizo primero el cálculo de la densidad del recubrimiento a partir de la regla de las mezclas, teniendo en cuenta el efecto de la porosidad aparente de cada uno de ellos. La densidad de los recubrimientos se muestra en la Tabla 4.25. Esto se hizo con el fin de poder comparar la resistencia al desgaste de los recubrimientos mediante el volumen perdido durante la prueba; lo cual es más representativo.

Muestra	Densidad del recubrimiento (g/cm ³)
M1	2.04
M2	10.70
M3	3.34
M4	9.92

Tabla 4.25 Densidad de los recubrimientos calculados a partir de la regla de las mezclas y teniendo en cuenta la porosidad aparente de cada uno de ellos.

La pérdida de volumen de cada muestra fue calculada con la pérdida de masa y la densidad del respectivo recubrimiento. Los resultados obtenidos se muestran en la Figura 4.54. Al comparar los recubrimientos M2, M3 y M4 en la Figura 4.54, hay una leve diferencia en la pérdida de volumen y es concordante con las propiedades mecánicas de estos recubrimientos ya que son muy similares al igual que su porosidad y adherencia. En cambio, el recubrimiento M1 tiene propiedades muy diferentes que repercuten en la disminución de su comportamiento tribológico, debido posiblemente a su morfología (anisotropía y porosidad) y su tenacidad a la fractura principalmente.

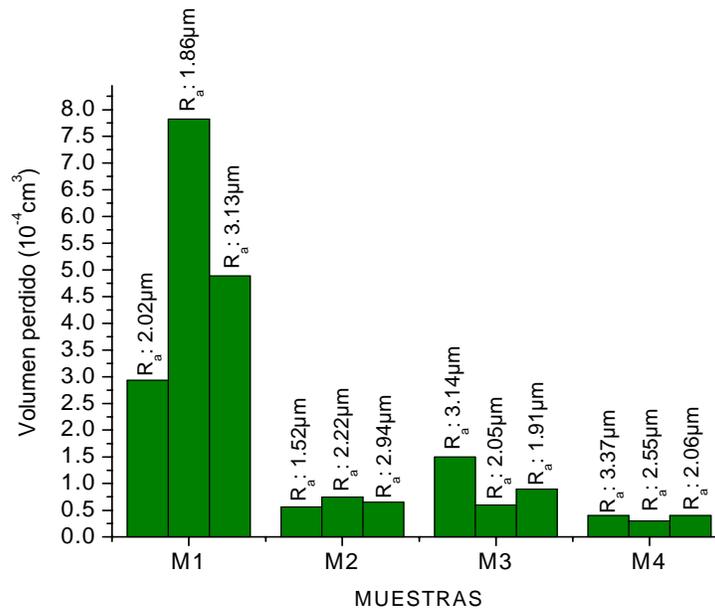


Figura 4.54 Comparación de la pérdida de volumen de los recubrimientos. Los valores sobre las columnas representa la rugosidad promedio (Ra) antes de iniciar la prueba de desgaste.

En la Figura anterior, también se puede observar sobre las columnas los valores de la rugosidad promedio (Ra) antes de iniciar la prueba y se puede decir que estos valores tan cercanos posiblemente no influyen en la pérdida de volumen y tiene una mayor influencia la naturaleza y propiedades de las muestras utilizadas en el ensayo.

Los datos de la pérdida de volumen promedio de los recubrimientos se muestran en la Tabla 4.26.

Muestra	Promedio de la pérdida de volumen (10^{-5} cm^3)
M1	52.15
M2	6.53
M3	9.96
M4	3.69

Tabla 4.26 Promedio de la pérdida de volumen de los recubrimientos resultante de la prueba Pin sobre disco.

Comparando los valores promedio de la pérdida de volumen, el recubrimiento que presentó menor desgaste fue la muestra M4 y esto se debe posiblemente a la gran cantidad de níquel que posee esta muestra, ya que este material puede absorber buena parte de la energía aplicada, antes de fracturarse y desprenderse de la superficie de la muestra durante el ensayo.

En la Tabla 4.27 se puede observar un resumen de las propiedades físicas, mecánicas y tribológicas de los recubrimientos depositados. La desviación estándar de cada uno de los valores presentados en esta tabla ya fue reportada anteriormente.

Muestra	Porosidad (%)	Dureza Vickers (Hv)	Módulo de Elasticidad (GPa)	Tenacidad a la Fractura ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	Resistencia al Desgaste: Pérdida de Volumen (10^{-5} cm^3)
M1	49.63	969.6	129.89	1.85	52.15
M2	14.54	648.7	15.55	3.77	6.53
M3	17.57	809.6	13.98	5.82	9.96
M4	20.81	593.1	18.89	4.57	3.69

Tabla 4.27 Propiedades físicas, mecánicas y tribológicas de los recubrimientos obtenidos por proyección térmica.

Al comparar los resultados obtenidos en el recubrimiento de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (M1 y M3) se puede establecer que las propiedades mecánicas como la tenacidad a la fractura y módulo de elasticidad tienen una gran influencia en el desempeño tribológico de estos dos recubrimientos, ya que la muestra M1 tiene una baja tenacidad ($1.85 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) y módulo

de elasticidad alto (129.89GPa), lo que hace que este material sea muy rígido y da baja capacidad para absorber energía antes de fracturarse. También se aprecia que la porosidad puede tener un efecto importante, ya que los poros pueden actuar como concentradores de las grietas. En este caso, el efecto de la dureza es menos significativo que la tenacidad a la fractura, módulo de elasticidad y porosidad, pues el recubrimiento más duro fue el que sufrió mayor desgaste (ver Tabla 4.27).

Al comparar los resultados obtenidos de los recubrimiento de Ni-WC aplicado con las dos antorchas (M2 y M4), se puede establecer que la tenacidad sigue siendo el factor determinante de la resistencia al desgaste, pues la muestra M4 cuya tenacidad es superior, posee mayor resistencia al desgaste, a pesar de tener una rigidez (módulo elástico) ligeramente superior, mayor porcentaje de porosidad y menor dureza.

En la tabla anterior, al comparar los recubrimientos M1 ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$) y M2 (Ni-WC), que son de diferente naturaleza, pero aplicados con la misma antorcha, se puede establecer que hay una gran influencia de la tenacidad a la fractura, módulo de elasticidad y porosidad sobre la resistencia al desgaste, puesto que a mayor tenacidad, menor módulo de elasticidad y menor porosidad, mayor es la resistencia de los recubrimientos a soportar las condiciones de ensayo. Por el contrario el efecto de la dureza es menos significativo que el de las propiedades antes mencionadas, puesto que en este caso a pesar de la mayor dureza de la muestra M1, presentó menos resistencia al desgaste.

Un caso completamente contrario ocurre al comparar las propiedades físico mecánicas de las muestras M3 y M4 con su comportamiento tribológico, puesto que el de mayor tenacidad, mayor módulo elástico y mayor porosidad (muestra M4), fue el de mayor resistencia al desgaste, lo que indica que la naturaleza de cermet proporcionada por el níquel le confiere mejor comportamiento tribológico, a pesar de tener una dureza inferior.

5. CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos de la caracterización de las propiedades físicas, mecánicas y tribológicas de los cuatro tipos de recubrimientos estudiados en este trabajo se pueden concluir lo siguiente:

1. La tenacidad a la fractura es quizás la propiedad más influyente en la resistencia al desgaste de los recubrimientos estudiados, pues a mayor tenacidad, mayor resistencia al desgaste, puesto que el material tiene una mayor capacidad para soportar esfuerzos antes de fisurarse y producir desprendimiento de partículas de la superficie.
2. El módulo de elasticidad es quizás el segundo parámetro a tener en cuenta en la determinación de la resistencia al desgaste de estos recubrimientos, pues a mayor módulo de elasticidad más rígido será el sistema y ante la aplicación irregular de esfuerzos este tiene tendencia a agrietarse antes que a deformarse.
3. La porosidad es otro de los parámetros importantes al momento de determinar la resistencia al desgaste de estos recubrimientos, ya que los poros pueden actuar como concentradores de esfuerzos, que promueven la fisuración de los recubrimientos, por lo tanto, a mayor porosidad menor resistencia al desgaste.
4. A lo anterior puede ser excluida la comparación entre recubrimientos de diferente naturaleza, como un cerámico con un cermet, donde la matriz metálica del cermet puede contribuir con el mejoramiento del comportamiento tribológico.
5. La dureza es un factor menos preponderante que la tenacidad a la fractura, que el módulo elástico y que la porosidad, en la determinación de la resistencia al desgaste de estos recubrimientos, ya que los recubrimientos cerámicos de $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$, a pesar de tener mayor dureza que los cermets de $\text{Ni} - \text{WC}$ y contrario a lo que suele suceder, fueron los de menor desempeño tribológico.

6. RECOMENDACIONES

El autor recomienda:

- Aplicar un tratamiento de refusión superficial de los recubrimientos estudiados para evaluar su efecto en las propiedades físicas, mecánicas y tribológicas.
- Aplicar el recubrimiento WC-Ni sobre una serie de cuchillas para corte de polietileno y evaluar su desempeño a nivel industrial, así se podrá comprobar su comportamiento tribológico valorado en este estudio.
- Evaluar las propiedades mecánicas y tribológicas de otros recubrimientos obtenidos a partir de polvo que contengan Carburos de Cromo (CrC) utilizando la misma capa de anclaje empleada en el trabajo, ya que según la literatura, estos han mostrado tener buena resistencia al desgaste en otras condiciones.
- Evaluar recubrimientos de Carburo de Tungsteno-Cobalto para estudiar el efecto de la matriz (Cobalto) en las propiedades mecánicas y en su comportamiento tribológico en herramientas de corte de polietileno.

7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] J. RODRÍGUEZ, A. MARTÍN, R. FERNÁNDEZ and J. E. FERNÁNDEZ. An experimental study of the wear performance of NiCrBSi thermal spray coatings. *Wear*, Volume 255, pp. 950-955, August-September 2003.
- [2] VARGAS, Fabio y LATORRE, Guillermo. *Materiales de Ingeniería*. Capítulo 6. ECOPEPETROL.
- [3] L. PAWLOWSKI. *The Science and Engineering of Thermal Spray Coating*. Vol 1. New York: Wiley, 1995, p. 412. ISBN: 978-0-471-95253-4.
- [4] G. BOLELLI, V. CANNILLO, L. LUSVARGHI, T. MANFREDINI. “Wear behaviour of thermally sprayed ceramic oxide coatings”, *Wear*. Vol. 261, pp. 1298-1315, Dic. 2006.
- [5] STRUERS. Metallographic preparation of thermal spray coatings. Disponible online: <http://www.struers.com/resources/elements/12/75955/Application%20Notes%20spray%20coatings%20English.pdf>
- [6] ASM INTERNATIONAL. *Metals Handbook: Friction, Lubrication and Wear technology* Volume 18. 1992.
- [7] PIEDRA, Elsa. Estudio y desarrollo de recubrimientos proyectados térmicamente - aplicación como elementos protectores. Informe de avance de tesis Doctoral, Universidad de Oviedo. 2007.
- [8] R. GONZÁLEZ, M.A. GARCÍA, I. PEÑUELAS, M. CADENAS, Ma. Del Rocío FERNÁNDEZ, A. Hernández BATTEZ and D. FELGUEROSO. “Microstructural study of NiCrBSi coatings obtained by different processes” *Wear*, Volume 263, Issues 1-6, 10 September 2007, Pages 619-624.
- [9] J.R. DAVIS. *Handbook of Thermal Spray Technology*. ASM International. October 2004. ISBN: 0871707950.
- [10] L. PAWLOWSKI. *The Science and Engineering of Thermal Spray Coating*. Vol 1. New York: Wiley, 1995, p. 412. ISBN: 978-0-471-95253-4.
- [11] PIEDRA, Elsa. Estudio y desarrollo de recubrimientos proyectados térmicamente - aplicación como elementos protectores. Informe de avance de tesis Doctoral, Universidad de Oviedo. 2007.

- [12] R. S. LIMA, A. KUCUK and C. C. BERNDT, "Evaluation of microhardness and elastic modulus of thermally sprayed nanostructured zirconia coatings", *Surface and Coatings Technology*, Volumen 135, p.p. 166-172, January 2001.
- [13] S. DESHPANDE, A. KULKARNI, S. SAMPATH, H. HERMAN. Application of image analysis for characterization of porosity in thermal spray coatings and correlation with small angle neutron scattering. *Surface & Coatings Technology* 187 (2004) 6– 16
- [14] A.J. ALLEN, J. ILAVSKY, G.G. LONG, J.S. WALLACE, C.C. BERNDT, H. HERMAN. Microstructural characterization of yttria-stabilized zirconia plasma-sprayed deposits using multiple small-angle neutron scattering, *Acta. Mater.* 49 (2001) 1661–1675.
- [15] Pavel STRUNZ, Gerhard SCHUMACHER, Robert VASSEN, Albrecht WIEDENMANN. In situ SANS study of pore microstructure in YSZ thermal barrier coatings. *Acta Materialia* 52 (2004) 3305–3312.
- [16] ZUM GAHR, Karl Heinz. Microstructure and wear of materials. *Holanda: Elsevier*. 1987.
- [17] HINOJOSA, Moises y REYES M., Martin. La rugosidad de las superficies. *Topometria. Ingenierias, Abril-Junio 2001, Vol IV. No. 11*.
- [18] ASM INTERNACIONAL. Metals Handbook: Machining. Volumen 16. Ninth Edition. 1992.
- [19] Toshio NAKAMURA, G. QIAN and Christopher C. BERNDT. Effects of Pores on Mechanical Properties of Plasma-Sprayed Ceramic Coatings. *Journal of American. Ceramics Society.* 83-3. 578-584p (2000).
- [20] RINCÓN O., Mauricio, GARCÍA M., Santiago. Adaptación del método de microindentación para la medida de la tenacidad a la fractura en recubrimientos de SIC - Ni depositados mediante proyección térmica. Trabajo de Grado para optar al título de Ingeniero en Materiales. Universidad de Antioquia. 2006.
- [21] VALENCIA, Asdrúbal. Introducción al comportamiento mecánico de los materiales. Capítulo 18. 1999.
- [22] TABOR, D. "The hardness of Metals," Clarendon Press. Oxford, 1951.
- [23] GUARDIA Girós, Pablo. Estudio sobre la influencia de la deformación del indentador de interpretación de los ensayos de indentación instrumentada. Tesis Doctoral. Universidad Politécnica de Cataluña. Septiembre de 2005.

[24] ASM INTERNACIONAL. Metals Handbook: Mechanical Testing and Evaluation. Volumen 8. Ninth Edition. 1992.

[25] CALLISTER, William D. Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales. España: Reverte, 2003. ISBN 8429172521.

[26] GOMEZ B, Maryory Astrid. Caracterización de las propiedades tribológicas de los recubrimientos duros. Universidad de Barcelona – Departamento de Física aplicada i optica. Memorias para optar al grado de Doctora. Diciembre 2005.

[27] SEQUEDA Osorio, F.; TRUJILLO, J.A.; BENAVIDES, M y BEJARANO G. Propiedades mecánicas y tribológicas de recubrimientos duros: Uso de la técnica de nanoindentación. *Informador Técnico* 65 2002. 38-45p.

[28] J.R. BARBERA, M. CIAVARELLA. Contact mechanics. *International Journal of Solids and Structures* 37 (2000) 29–43.

[29] MEZA, Juan Manuel. Técnicas De Indentación Aplicadas Al Estudio De Propiedades Mecánicas De Recubrimientos De Nitruro De Titanio. Disertación presentada para obtener el título de Magister en Ingeniería de Materiales (Ms. C). Universidad Nacional - Sede Medellín. 2004.

[30] J. ALKORTA, J. GIL SEVILLANO. Medida de la dureza de sólidos mediante nanoindentación. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 44 [5] 259-264 (2005).

[31] D. CHICOT, I. HAGE, P. DEMARECAUX, J. Lesage. Elastic properties determination from indentation tests. *Surface and Coatings Technology* 81 (1996) 269-274.

[32] LUDEMA, K.C. Friction, Wear, Lubrication. A textbook in tribology. CRC Press. 1996.

[33] MARSHALL, D. B., NOMA, T, EVANS, A. G., “A Simple Method for Determining Elastic-Modulus-to-Hardness Ratios using Knoop Indentation Measurements,” *Communication of the Am. Ceram. Soc*, 65,C175-C176, 1982.

[34] R.S. LIMA, S.E. KRUGER, G. LAMOUCHE, and B.R. MARPLE. Elastic Modulus Measurements via Laser-Ultrasonic and Knoop Indentation Techniques in Thermally Sprayed Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*. 52—Volume 14(1) March 2005.

[35] Kurt STRECKERA, Sebastião RIBEIRO, Michael-Johannes HOFFMANN. Fracture Toughness Measurements of LPS-SiC: A Comparison of the Indentation Technique and the SEVNB Method. *Materials Research, Vol. 8, No. 2, 121-124, 2005.*

- [36] MEZA, Juan Manuel; CHAVES, Cesar A.; VÉLEZ, Juan Manuel. Técnicas de Indentación: Medición De Propiedades Mecánicas En Cerámicas. *Dyna*, Año 73, Nro. 149, pp. 81-93. Medellín, Julio de 2006. ISSN 0012-7353.
- [37] VENKATARAMAN R., KRISHNAMURTHY R. Evaluation of fracture toughness of as plasma sprayed alumina–13 wt.% titania coatings by micro-indentation techniques. *Journal of the European Ceramic Society* 26 (2006) 3075–3081.
- [38] CALLUS P.J., BERNDT C.C. Relationships between the mode II fracture toughness and microstructure of thermal spray coatings. *Surface and Coatings Technology* 114 (1999) 114–128.
- [39] N. MARGADANT, G. BÜRKI, S. SIEGMANN. Towards Fracture Mechanics of Thermally Sprayed Metallic Coatings Using Indentation Technique for Edge Chipping on a Micron Scale. *ITSC 2002 International Thermal Spray Conference, Essen, 2002, ISBN/ISSN: 3-87155-783-8*.
- [40] Y. LI, K.A. KHOR. Mechanical properties of the plasma-sprayed Al_2O_3 y ZrSiO_4 coatings. *Surface and Coatings Technology* 150 (2002) 143–150.
- [41] J.M. GUILMANY, J.M. MIGUEL, S. VIZCAÍNO. Evaluación De Propiedades Mecánicas En Recubrimientos Obtenidos Por Proyección Térmica. *VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos, 443-450, Gandía 2002*.
- [42] J.K.N. MURTHY, B. VENKATARAMAN. Abrasive wear behaviour of WC–CoCr and Cr_3C_2 –20(NiCr) deposited by HVOF and detonation spray processes. *Surface & Coatings Technology* 200 (2006) 2642– 2652.
- [43] M.M. LIMA, C. GODOY, P.J. MODENESI, J.C. AVELAR-BATISTA, A. DAVISON, A. MATTHEWS. Coating fracture toughness determined by Vickers indentation: an important parameter in cavitation erosion resistance of WC–Co thermally sprayed coatings. *Surface and Coatings Technology* 177 –178 (2004) 489–496.
- [44] BHUSHAN, B. Principles and applications of tribology. Ed. Wiley-Interscience, New York, 1999.
- [45] GWIDON W. STACHOWIAK and Andrew W. BATCHELOR. Engineering Tribology. Butterworth Heinemann. Team LRN. 2001.
- [46] T.A. STOLARSKI. Tribology in machine design. Butterworth Heinemann. Elsevier. 2000. ISBN 0 7506 3623 8.
- [47] LUDEMA, K.C. Mechanism based modeling of friction and wear. *Wear* 200 (1996) 1-7.

- [48] SARKAR, B. Desgaste de Materiales. Medellin: Limusa. 1990. ISBN: 968-18-3181-0
- [49] S. HARSHA, D.K. DWIVEDI, and A. AGARWAL. Performance of Flame Sprayed Ni-WC Coating under Abrasive Wear Conditions. *Journal of Materials Engineering and Performance*. Volume 17, Issue 1, pp.104-110.
- [50] P.K. GHOSH, O.P. KAUSHAL, and S.K. SHARMA. The Influence of Heat Treatment on the Properties of Wear Resistant Tungsten Carbide Embedded Nickel Base Coating Produced by Gas Thermal Spraying. *ISIJ Int.*, 1992, 32, p 250–256.
- [51] B.V. KRISHNA, V.N. MISRA, P.S. MUKHERJEE, and P. SHARMA, Microstructure and Properties of Flame Sprayed Tungsten Carbide Coatings, *Int. J. Refractory Metals Hard Mater.*, 2002, 20, p 355–374.
- [52] H.-J. KIM, S.-Y. HWANG, C.-H. LEE, and P. JUVANON. Assessment of Wear Performance of Flame Sprayed and Fused Ni Based Coatings, *Surface Coatings Technol.* 2003, 172, p262–269.
- [53] V. FERVEL, B. NORMAND and C. CODDET. Tribological behavior of plasma sprayed Al₂O₃-based cermet coatings. *Wear*, Volume 230, Issue 1, May 1999, Pages 70-77
- [54] K.A. HABIB, J.J. SAURA, C. FERRER, M.S. DAMRA, E. GIMÉNEZ and L. CABEDO. Comparison of flame sprayed Al₂O₃/TiO₂ coatings: Their microstructure, mechanical properties and tribology behavior. *Surface and Coatings Technology*, Volume 201, Issues 3-4, 5-October-2006, pag.1436-1443.
- [55] SUAREZ R., Alejandra. Herramientas de corte : materiales y aplicaciones. *Informador Tecnico (Cali)*. No 49, Enero 1995. p23-33.
- [56] Online Materials information resource: www.matweb.com.
- [57] VARGAS F., RINCON M., ESCOBAR C., CORTES N. Estudio de la adherencia de recubrimientos cerámicos SiC-Ni depositados mediante spray térmico sobre sustratos de acero al carbono. *III Congreso Internacional de Materiales 2005 – VIII congreso nacional de corrosión y protección*. 2005.
- [58] ASM International. Metals Handbook: Mechanical Testing and Evaluation, Volume 8. Ohio, 1992. p242.
- [59] Z. MOHAMMADI, A.A. ZIAEI-MOAYYED, A. SHEIKH-MEHDI MESGAR. Adhesive and cohesive properties by indentation method of plasma-sprayed hydroxyapatite coatings. *Applied Surface Science* 253 (2007) 4960–4965.

- [60] R.S. LIMA, S.E. KRUGER, B.R. MARPLE. Towards engineering isotropic behaviour of mechanical properties in thermally sprayed ceramic coatings. *Surface and Coatings Technology*, Volume 202, Issue 15, 25 April 2008, Pages 3643-365.
- [61] S. GHOSH, S. DAS, T. K. BANDYOPADHYAY, P. P. BANDYOPADHYAY, A. B. Chattopadhyay. Indentation responses of plasma sprayed ceramic coatings. *Journal of Materials Science* 38 (2003) 1565 – 1572.
- [62] Dongming ZHU and Robert A. MILLER. Thermal Conductivity and Elastic Modulus Evolution of Thermal Barrier Coatings under High Heat Flux Conditions. *Journal of Thermal Spray Technology*, Volume 9(2) June 2000 - 175.
- [63] B. LOTFI, P. H. SHIPWAY, D. G. McCARTNEY, H. Edris. Abrasive wear behaviour of Ni(Cr)–TiB₂ coatings deposited by HVOF spraying of SHS-derived cermet powders. *Wear*, Volume 254, Issues 3-4, February 2003, Pages 340-349
- [64] E. LÓPEZ CANTERA and B. G. MELLOR. Fracture toughness and crack morphologies in eroded WC–Co–Cr thermally sprayed coatings. *Materials Letters: Volume 37, Issues 4-5, November 1998, Pages 201-210.*
- [65] Yourong LIU, Traugott E. FISCHER, Andrew DENT. Comparison of HVOF and plasma-sprayed alumina y titania coatings - microstructure, mechanical properties and abrasion behavior. *Surface and Coatings Technology* 167 (2003) 68–76.
- [66] J. LI, Y. ZHANG, J. HUANG, and C. DING. Mechanical and Tribological Properties of Plasma-Sprayed Cr₃C₂-NiCr, WC-Co, and Cr₂O₃ Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*. Volume 7(2) June 1998. 242p

ANEXOS

ANEXO 1

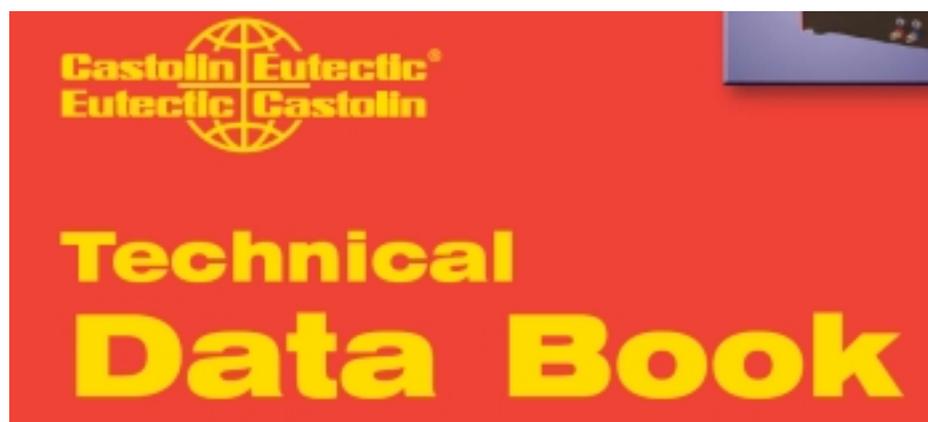
ESPECIFICACIONES DE LOS POLVOS DE LOS FABRICANTES, POLVOS
UTILIZADOS PARA OBTENER LOS RECUBRIMIENTOS POR PROYECCIÓN
TÉRMICA

• ProXon® 21021		
Nickel-aluminum-molybdenum powder designed to produce a medium hard, wear resistant bearing surface. Finish by machining with carbide tool bits. Typical Hardness: HRB 75 Nominal Chemistry: Ni + 11% (Al, Mo)	Typical Mesh Size:	-140 + 325 Mesh
	ASTM Bond Value:	5000 psi
	Max. Service Temp:	1000°F (540°C)
	<i>Applications</i>	
<i>Impellers, Pump Shafts, Wear Rings</i>		

• MetaCeram® 25060		
Aluminum oxide - titanium oxide blend that is less technique sensitive to apply and easier to finish than 25010 or 25030. Excellent finishes are possible via grinding and lapping. Typical Hardness: HRC 57 (HV 800) Nominal Chemistry: Al ₂ O ₃ + 40% TiO ₂	Typical Mesh Size:	-325 + 15µm
	ASTM Bond Value:	N/A
	Max. Service Temp:	1000°F (540°C)
	<i>Applications</i>	
<i>Piston Rods, Buffing Fixtures, Thread Guides, Pump Sleeves...</i>		

• TungTec® 10112		
Blend of a nickel-base fusible alloy plus 60% cast and crushed tungsten carbide particles. The coating offers exceptional resistance to abrasion and erosion. Finish by grinding. Typical Hardness: HRC 62 Nominal Chemistry: 60% WC-W ₂ C + (Ni, Cr, B, Si, Fe, C)	Typical Mesh Size:	-140 + 20 µm
	ASTM G65 Wear:	15 mm ³ vol. loss
	Max. Service Temp:	1020 °F (550°C)
	<i>Applications</i>	
<i>Mixer Paddles, Screw Flights, Auger Points, Conveyor Chains, Drill Bits...</i>		

Tomado de:



ANEXO 2

PATRONES DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X UTILIZADOS PARA
EL ANÁLISIS DE LOS DIFRACTOGRAMAS DE LOS POLVOS Y LOS
RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS

PATRÓN DE ALÚMINA

Name and formula

Reference code: 01-075-1865
ICSD name: Aluminum Oxide
Empirical formula: Al_2O_3
Chemical formula: Al_2O_3

Crystallographic parameters

Crystal system: Rhombohedral
Space group: R-3c
Space group number: 167

a (Å): 4,7640
b (Å): 4,7640
c (Å): 13,0091
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 120,0000

Calculated density (g/cm³): 3,97
Volume of cell (10⁶ pm³): 255,69
Z: 6,00

RIR: 1,02

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Alloy, metal or intermetallic
Corrosion
Modelled additional pattern
Quality: Calculated (C)

Comments

ICSD collection code: 031548

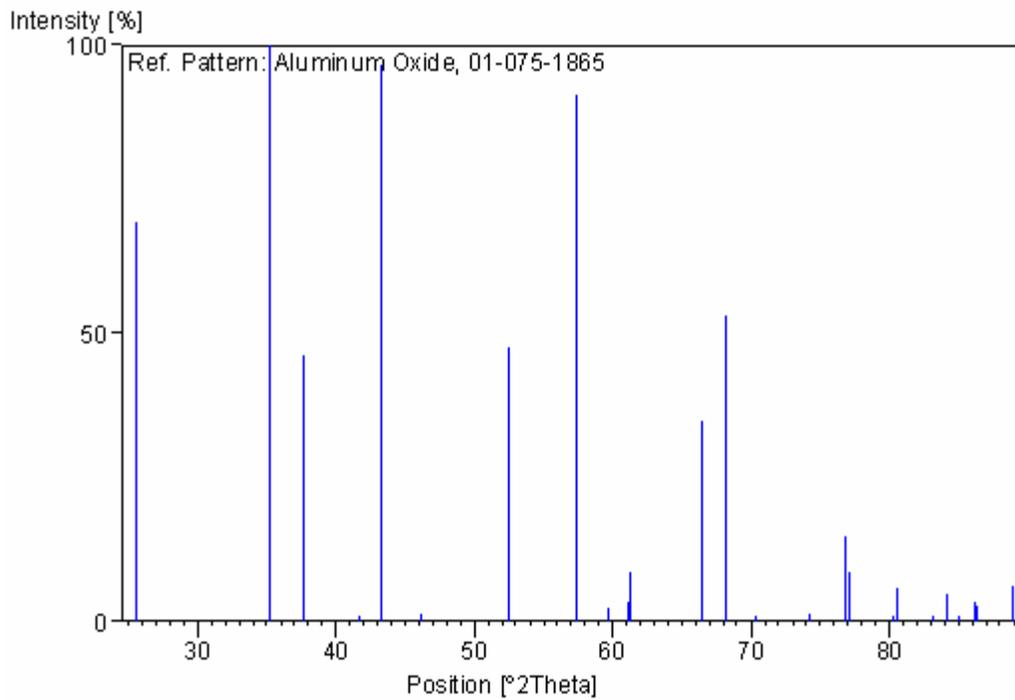
References

Primary reference: (1997)
Structure: Cox, D.E., Moodenbaugh, A.R., Sleight, A.W., Chen, H.Y., **567**,
189, (1980)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	1	2	3,48401	25,547	69,4
2	1	0	4	2,55413	35,106	100,0
3	1	1	0	2,38200	37,735	46,2
4	0	0	6	2,16818	41,621	0,5
5	1	1	3	2,08776	43,303	96,8
6	2	0	2	1,96635	46,126	1,4
7	0	2	4	1,74200	52,488	47,4
8	1	1	6	1,60341	57,425	91,6
9	2	1	1	1,54830	59,671	2,4
10	1	2	2	1,51642	61,058	3,4
11	0	1	8	1,51287	61,216	8,4
12	2	1	4	1,40611	66,436	34,8
13	3	0	0	1,37525	68,128	53,2
14	1	2	5	1,33755	70,326	1,1
15	2	0	8	1,27706	74,196	1,2
16	1	0	10	1,24069	76,759	14,9
17	1	1	9	1,23573	77,123	8,7
18	2	1	7	1,19457	80,307	0,8
19	2	2	0	1,19100	80,597	5,7
20	0	3	6	1,16134	83,102	0,6
21	2	2	3	1,14847	84,245	4,6
22	1	3	1	1,13987	85,029	0,3
23	3	1	2	1,12697	86,238	3,5
24	1	2	8	1,12551	86,377	2,7
25	0	2	10	1,10038	88,859	6,3

Stick Pattern



PATRÓN DE ÓXIDO DE TITANIO EN FORMA DE RUTILO

Name and formula

Reference code:	01-076-0320
Mineral name:	Rutile, syn
ICSD name:	Titanium Oxide
Empirical formula:	O ₂ Ti
Chemical formula:	TiO ₂

Crystallographic parameters

Crystal system:	Tetragonal
Space group:	P42/mnm
Space group number:	136
a (Å):	4,6172
b (Å):	4,6172
c (Å):	2,9803
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Calculated density (g/cm ³):	4,18
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	63,54
Z:	2,00
RIR:	3,39

Status, subfiles and quality

Status:	Diffraction data collected at non ambient temperature
Subfiles:	Inorganic Mineral Alloy, metal or intermetallic Corrosion Modelled additional pattern
Quality:	Calculated (C)

Comments

ICSD collection code: 033840

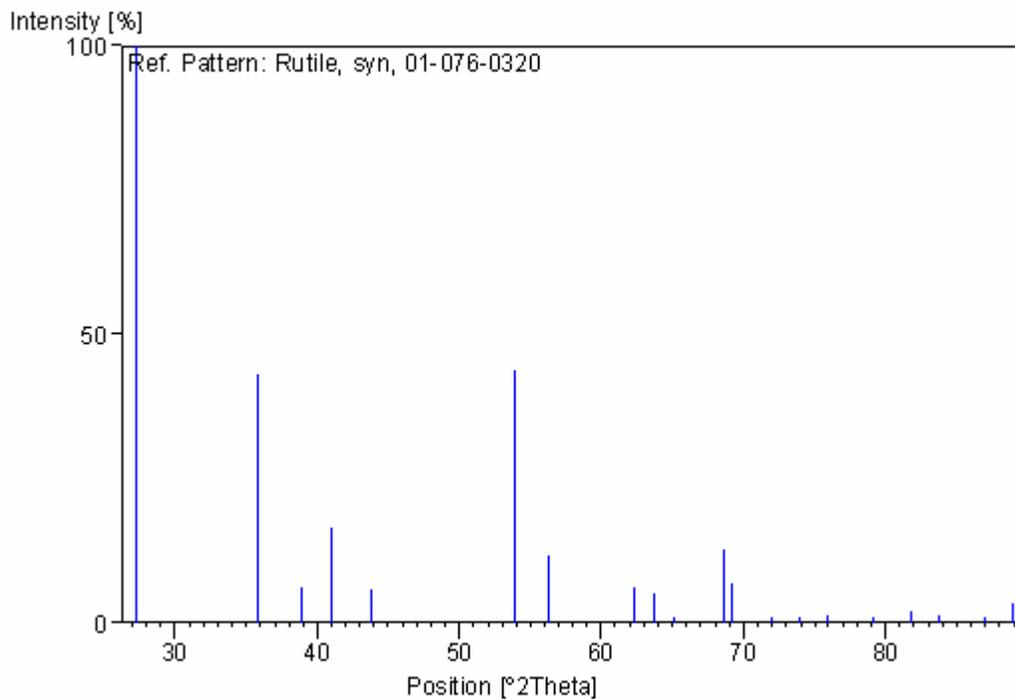
References

Primary reference: (1997)
Structure: Sugiyama, K., Takeuchi, Y., **194**, 305, (1991)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	0	3,26485	27,294	100,0
2	1	0	1	2,50397	35,833	43,0
3	2	0	0	2,30860	38,983	6,2
4	1	1	1	2,20113	40,969	16,6
5	2	1	0	2,06487	43,808	5,9
6	2	1	1	1,69730	53,980	43,7
7	2	2	0	1,63243	56,312	11,7
8	0	0	2	1,49015	62,253	6,0
9	3	1	0	1,46009	63,683	5,2
10	2	2	1	1,43172	65,098	0,4
11	3	0	1	1,36749	68,568	12,6
12	1	1	2	1,35562	69,253	6,7
13	3	1	1	1,31119	71,957	0,6
14	3	2	0	1,28058	73,958	0,2
15	2	0	2	1,25199	75,942	1,3
16	2	1	2	1,20835	79,208	0,8
17	3	2	1	1,17657	81,794	2,0
18	4	0	0	1,15430	83,723	1,4
19	4	1	0	1,11984	86,923	0,5
20	2	2	2	1,10056	88,841	3,5

Stick Pattern



PATRÓN DE ÓXIDO DE TITANIO-ALUMINIO EN FORMA DE Al_2TiO_5

Name and formula

Reference code:	00-026-0040
PDF index name:	Aluminum Titanium Oxide
Empirical formula:	$\text{Al}_2\text{O}_5\text{Ti}$
Chemical formula:	Al_2TiO_5
Second chemical formula:	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{TiO}_2$

Crystallographic parameters

Crystal system:	Orthorhombic
Space group:	Cmcm
Space group number:	63

a (Å):	3,5910
b (Å):	9,4290
c (Å):	9,6360
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000

Calculated density (g/cm ³):	3,70
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	326,27
Z:	4,00

RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles:	Inorganic Corrosion Common Phase Educational pattern
Quality:	Calculated (C)

Comments

Additional pattern: To replace 9-252.

References

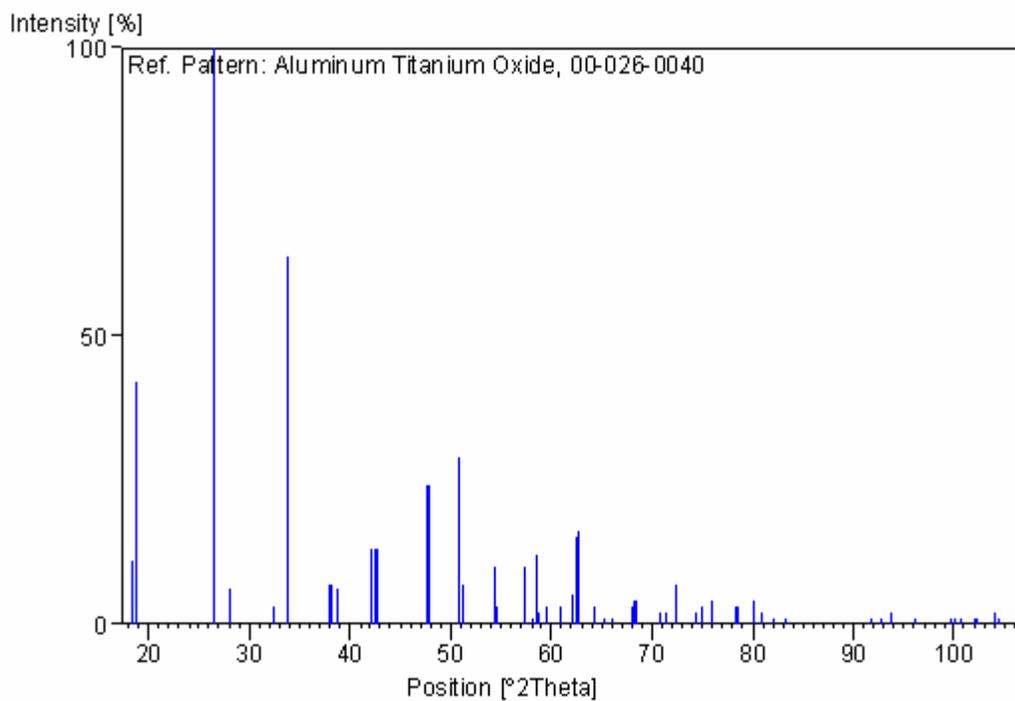
Primary reference: Holcombe, Coffey., **56**, 220, (1973)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	0	2	4,81800	18,400	11,0
2	0	2	0	4,71400	18,809	42,0
3	0	2	2	3,37000	26,426	7,0
4	1	1	0	3,35600	26,539	100,0
5	1	1	1	3,16900	28,136	6,0
6	1	1	2	2,75400	32,485	3,0
7	0	2	3	2,65400	33,745	64,0
8	1	3	0	2,36500	38,017	7,0
9	0	4	0	2,35700	38,151	7,0
10	1	1	3	2,32000	38,784	6,0
11	0	2	4	2,14500	42,092	13,0
12	1	3	2	2,12300	42,549	13,0
13	0	4	2	2,11700	42,675	13,0
14	1	3	3	1,90400	47,728	24,0
15	0	4	3	1,90000	47,835	24,0
16	2	0	0	1,79500	50,826	29,0
17	0	2	5	1,78400	51,161	7,0
18	1	3	4	1,68800	54,302	10,0
19	0	4	4	1,68500	54,407	1,0
20	2	2	0	1,67800	54,653	3,0
21	0	0	6	1,60600	57,324	10,0
22	2	2	2	1,58500	58,155	1,0
23	1	5	2	1,57800	58,438	12,0
24	0	6	0	1,57200	58,683	2,0
25	0	6	1	1,55100	59,557	3,0
26	0	2	6	1,52000	60,899	3,0
27	1	3	5	1,49400	62,075	5,0
28	2	2	3	1,48700	62,399	15,0
29	1	5	3	1,48100	62,681	16,0
30	1	1	6	1,44900	64,228	3,0
31	2	4	0	1,42800	65,289	1,0
32	0	6	3	1,41200	66,123	1,0
33	2	2	4	1,37700	68,029	3,0
34	1	5	4	1,37200	68,311	4,0
35	2	4	2	1,36900	68,482	4,0
36	1	3	6	1,32900	70,846	2,0
37	0	2	7	1,32100	71,340	2,0
38	2	4	3	1,30500	72,352	7,0
39	1	1	7	1,27400	74,405	2,0
40	2	2	5	1,26500	75,025	3,0
41	1	7	1	1,25100	76,012	4,0
42	1	7	2	1,22000	78,306	3,0
43	0	6	5	1,21800	78,459	3,0
44	2	0	6	1,19700	80,110	4,0
45	3	1	0	1,18700	80,925	2,0
46	1	7	3	1,17400	82,011	1,0
47	2	2	6	1,16000	83,219	1,0
48	1	3	8	1,07300	91,762	1,0
49	2	2	7	1,06400	92,766	1,0
50	1	7	5	1,05500	93,797	2,0
51	0	6	7	1,03500	96,190	1,0
52	2	6	5	1,00800	99,669	1,0
53	3	5	1	1,00500	100,075	1,0

54	2	0	8	1,00000	100,762	1,0
55	2	4	7	0,99110	102,013	1,0
56	3	5	2	0,98910	102,300	1,0
57	1	5	8	0,97680	104,109	2,0
58	0	4	9	0,97480	104,411	1,0
59	3	5	3	0,96400	106,082	3,0

Stick Pattern



PATRÓN DE NÍQUEL

Name and formula

Reference code: 00-003-1051
PDF index name: Nickel
Empirical formula: Ni
Chemical formula: Ni

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
a (Å): 3,5140
b (Å): 3,5140
c (Å): 3,5140
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 90,0000
Volume of cell (10⁶ pm³): 43,39
Z: 4,00
RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
Quality: Doubtful (O)

Comments

Deleted by: Deleted by NBS card.
General comments: Electrolytic Ni, reduction of oxide, separation from Ni (CO₄)₄.
Unit cell: a=3.513 to 3.515.

References

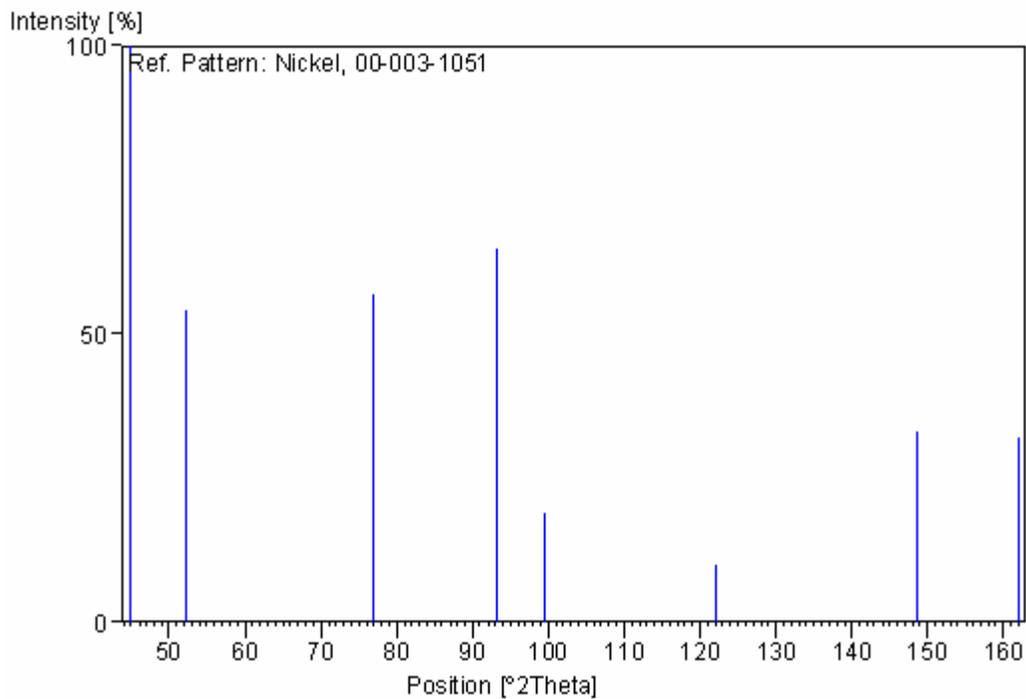
Primary reference: Mazza, Nasini., 7, 301, (1929)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2,02000	44,833	100,0
2	2	0	0	1,75000	52,230	54,0

3	2	2	0	1,24000	76,809	57,0
4	3	1	1	1,06000	93,221	65,0
5				1,01000	99,401	19,0
6	4	0	0	0,88000	122,171	10,0
7				0,80000	148,678	33,0
8				0,78000	161,909	32,0

Stick Pattern



PATRÓN DE CARBURO DE TUNGSTENO EN FORMA DE WC

Name and formula

Reference code: 00-025-1047
Mineral name: Unnamed mineral, syn [NR]
PDF index name: Tungsten Carbide
Empirical formula: CW
Chemical formula: WC

Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal
Space group: P-6m2
Space group number: 187
a (Å): 2,9062
b (Å): 2,9062
c (Å): 2,8378
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 120,0000
Calculated density (g/cm³): 15,66
Volume of cell (10⁶ pm³): 20,76
Z: 1,00
RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Mineral
Alloy, metal or intermetallic
Common Phase
Educational pattern
Forensic
Superconducting Material
Quality: Star (S)

Comments

Sample source: Sample obtained from General Electric, type KB, lot no. 131412.
Described as a mineral from Mengyin, Shadong and Danba, Sichuan, China. Zianhong, Z., Guojie, Y., Zhaohni, L., *Acta Mineral. Sinica*, **6** 344-349 (1986).
Additional pattern: To replace 5-728.

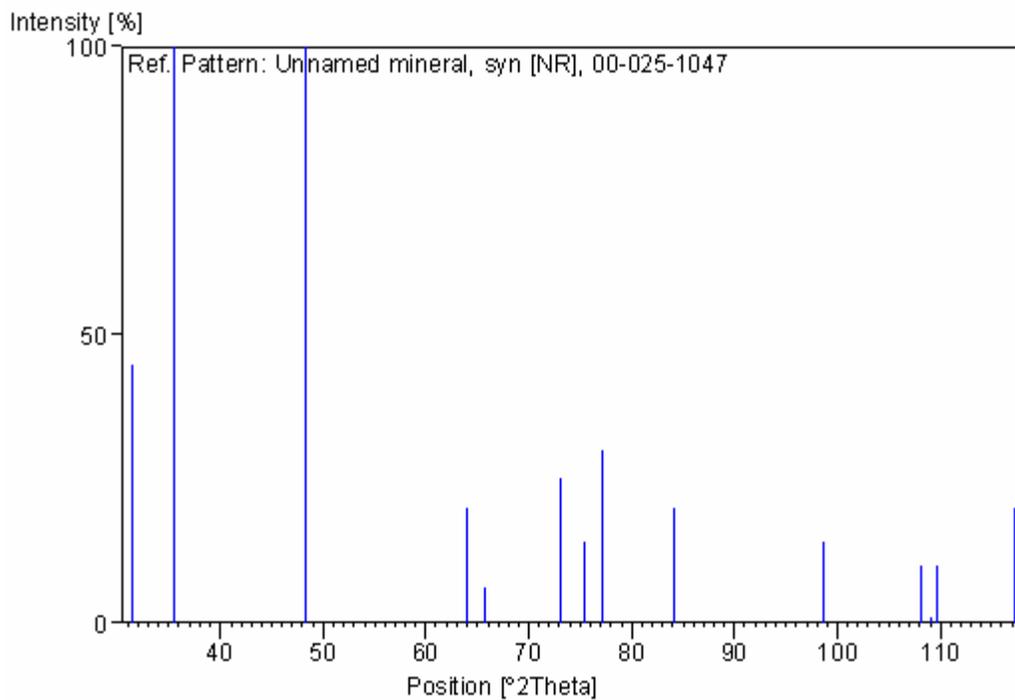
References

Primary reference: Bind, McCarthy, G., Penn State Univ, University Park, PA, USA., (1973)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	0	1	2,84000	31,475	45,0
2	1	0	0	2,51800	35,627	100,0
3	1	0	1	1,88400	48,267	100,0
4	1	1	0	1,45400	63,981	20,0
5	0	0	2	1,42000	65,703	6,0
6	1	1	1	1,29400	73,066	25,0
7	2	0	0	1,25900	75,445	14,0
8	1	0	2	1,23600	77,103	30,0
9	2	0	1	1,15100	84,018	20,0
10	1	1	2	1,01500	98,738	14,0
11	2	1	0	0,95100	108,190	10,0
12	0	0	3	0,94600	109,031	1,0
13	2	0	2	0,94200	109,716	10,0
14	2	1	1	0,90200	117,297	20,0

Stick Pattern



PATRÓN DE CARBURO DE TUNGSTENO EN FORMA DE W₂C

Name and formula

Reference code: 00-035-0776
PDF index name: Tungsten Carbide
Empirical formula: CW₂
Chemical formula: W₂C

Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal
Space group: P-3m1
Space group number: 164

a (Å): 2,9970
b (Å): 2,9970
c (Å): 4,7279
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 120,0000

Volume of cell (10⁶ pm³): 36,78
Z: 1,00

RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Alloy, metal or intermetallic
Common Phase
Educational pattern
NBS pattern
Superconducting Material
Quality: Star (S)

Comments

Color: Dark gray
Sample source: The sample was obtained from CERAC, Incorporated, Milwaukee, WI, USA.
Additional pattern: To replace 2-1134.
Temperature: The mean temperature of data collection was 23.5 C.

References

Primary reference: 21, 128, (1984)
Structure: Metcalfe, A., 73, 591, (1947)

Polymorphism:

Rudy, E., Windisch, S., **50**, 272, (1967)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	2,59586	34,524	25,0
2	0	0	2	2,36428	38,029	22,0
3	1	0	1	2,27574	39,569	100,0
4	1	0	2	1,74781	52,300	17,0
5	1	1	0	1,49864	61,861	14,0
6	1	0	3	1,34686	69,769	14,0
7	2	0	0	1,29747	72,839	2,0
8	1	1	2	1,26566	74,979	12,0
9	2	0	1	1,25140	75,984	10,0
10	0	0	4	1,18213	81,328	2,0
11	2	0	2	1,13772	85,228	3,0
12	1	0	4	1,07564	91,472	2,0
13	2	0	3	1,00182	100,511	3,0
14	2	1	0	0,98107	103,472	1,0
15	2	1	1	0,96065	106,614	5,0
16	1	1	4	0,92812	112,189	3,0
17	2	1	2	0,90609	116,452	1,0
18	1	0	5	0,88840	120,239	2,0
19	2	0	4	0,87384	123,650	1,0
20	3	0	0	0,86514	125,841	1,0
21	2	1	3	0,83287	135,299	3,0
22	3	0	2	0,81244	142,932	2,0

Stick

Pattern

