

# **TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

## **OPTIMIZACION DE RECUBRIMIENTOS METALICOS NANOESTRUCTURADOS DEPOSITADOS POR ROCIADO TERMICO**

Presentado ante la ilustre  
Universidad Central de  
Venezuela

Por el Br. Colmenares Angulo, José Rafael  
para optar al Título  
de Ingeniero Mecánico

**Caracas, 2004**

Caracas 15 de Junio del 2004

## ACTA

Los abajo firmantes, miembros del jurado examinador del Trabajo Especial de Grado del Br. José Rafael Colmenares Angulo, Designados por el Consejo de Escuela de Ingeniería Mecánica de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela, titulado

### “OPTIMIZACIÓN DE RECUBRIMIENTOS METÁLICOS NANOESTRUCTURADOS DEPOSITADOS POR ROCIADO TÉRMICO”

Dejan constancia de que consideran que el referido trabajo ha cumplido con los requisitos exigidos por el plan de estudios conducente al Título de Ingeniero Mecánico, sin que ello signifique que se hacen solidarios con las ideas expuestas por el autor, y por ende lo declaran aprobado

Crisanto Villalobos  
Jurado



Andrea Scagni  
Jurado

Alfonso Quiroga  
Coordinador del Jurado

# **TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

## **OPTIMIZACIÓN DE RECUBRIMIENTOS METÁLICOS NANOESTRUCTURADOS DEPOSITADOS POR ROCIADO TÉRMICO**

TUTOR ACADÉMICO: Prof. Maria Rodríguez de Prato M.Sc.

Presentado ante la ilustre  
Universidad Central de  
Venezuela  
Por el Br. Colmenares Angulo, José Rafael  
para optar al Título  
de Ingeniero Mecánico

**Caracas, 2004**

**Colmenares A., José R.**

**OPTIMIZACION DE RECUBRIMIENTOS METALICOS  
NANOESTRUCTURADOS DEPOSITADOS POR ROCIADO TERMICO**

**Tutor Académico: Prof. María Rodríguez de Prato M.Sc. Tesis. Caracas, U.C.V.  
Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2004, 104 páginas**

Desgaste, HVOF, Arco Eléctrico, Nanotecnología, Anova, Superficie de Respuesta

El objetivo del presente trabajo fue el de encontrar los parámetros óptimos de aplicación para la aleación Super High Steel (SHS) 717 de base hierro-cromo depositada utilizando rociado térmico por HVOF y arco eléctrico. Se utilizó un diseño experimental factorial  $3^2$  para alcanzar el objetivo planteado. Los parámetros operacionales variados fueron la relación oxígeno/combustible y la velocidad de alimentación del material para el rociado por HVOF el cual se aplicó utilizando una pistola Tafa JP-5000. Para el rociado por arco eléctrico fueron variados el amperaje y la presión de aire, y se utilizó una pistola Tafa 8830. Se realizaron ensayos de abrasión y microdureza a las distintas combinaciones de parámetros obtenidas, según las normas ASTM G-65 y E-384-99 respectivamente. La microestructura, composición de los recubrimientos y la superficie desgastada fueron evaluadas mediante Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopia por dispersión en energía de rayos X. Los parámetros óptimos se calcularon mediante el método de la superficie de respuesta, y la significancia de los mismos se evaluó mediante un análisis de varianza (ANOVA). Se determinó que la relación oxígeno/combustible y el amperaje son parámetros claves en la resistencia a la abrasión del recubrimiento y que no existe una relación directa entre los parámetros de aplicación y la dureza del mismo.

## DEDICATORIA

A mis padres, *los PhD's*, quienes han sido un gran ejemplo no solo en la academia y la ciencia, si no en todos los aspectos de mi vida

## AGRADECIMIENTOS

Al Profesor Juan Carlos Mestre, por estar siempre dispuesto a ayudarme en todas las etapas de este trabajo, sin importarle todas las tareas que tuviese pendiente, ser jefe del departamento, secretario del consejo de escuela, Profesor, estudiante de postgrado, y aun así, me acompaño, ayudo y aconsejo a toda hora, especialmente en los momentos mas críticos de la investigación. También debo agradecerle por largo tiempo dedicado a la repetitiva y tediosa tarea de los ensayos de microdureza.

Al Profesor Crisanto Villalobos, por las innumerables consultas teóricas brindadas, la ayuda para la realización de las ensayos, y sobretodo, por los tantos consejos fundados en su amplia trayectoria académica y científica.

Al Profesor Andrea Scagni, por sus consejos, por haber facilitado las instalaciones de su empresa Plasmatec Ingenieros para la realización de la etapa principal de la investigación, el termorrociado. Y sobretodo, por el tiempo dedicado a mi proyecto. También debo agradecer a todo el personal de Plasmatec, cuya mística de trabajo es un ejemplo de la Venezuela que todos queremos

Al Profesor Freddy Arenas, El ingeniero Domingo Da silva y todo el equipo del departamento de microscopia electrónica del IUT Dr. Rivero Palacios, por sus consejos y dedicación.

A mi Padre, El Profesor José Luis Colmenares, a quien no solo dedico este trabajo, y le agradezco todo el apoyo que un hijo puede agradecer, si no también por

los conocimientos de estadística brindados, por enseñarme la utilización del software systat, y por su ayuda en la corrección y diagramación del presente libro

Al Profesor Alfonso Quiroga, por aceptar a última hora y sin aviso previo, la suplencia de la tutoría de este trabajo, y hacer las correcciones necesarias para su presentación.

A la Profesora Maria Rodríguez de Prato, Por las tantas respuestas electrónicas a mis inquietudes, y por haberme introducido al mundo del termorrociado y la tribología

Al Profesor Pedro Cadenas, por el tiempo dedicado y sus muchos consejos respecto a la redacción de este libro

Al Profesor José Luis Perera por su apoyo y consejos.

Al ingeniero Jorge Shell, y su empresa Gomainca, por la colaboración prestada para el re-engomado de los discos del ensayo abrasivo

Por ultimo, pero no menos importante, a mis panas, todos los cuales, en cierto nivel, me ayudaron en alguna actividad de este trabajo, o simplemente me apoyaron moralmente las tantas veces que lo necesite: Juan Carlos y Helder (quienes pasaron toda una noche sin dormir por ayudarme, además de todos los pequeños favores que les pedí día a día) Sergio y Antonio (en quienes en la etapa final del trabajo encontré apoyo y amistad) Estefanía, Milagros, Isaías, Sebastián, Asdrúbal, German, Erin, Noroño, Kamel, Adriana, Maria Isabel, Bernardo, Diana, Victoria, Litza, Ana Carolina, Nancy, George y todos los que no puedo nombrar porque los agradecimientos serian mas largos que el marco teórico.

## ÍNDICE GENERAL

<i>ÍNDICE GENERAL</i> .....	1
<i>ÍNDICE DE FIGURAS</i> .....	3
<i>ÍNDICE DE TABLAS</i> .....	8
<i>INTRODUCCIÓN</i> .....	10
<i>ANTECEDENTES</i> .....	13
<b>CAPÍTULO I: FUNDAMENTOS TEÓRICOS</b> .....	16
<b>1.1 ROCIADO TÉRMICO (GENERALIDADES)</b> .....	16
<b>1.2 TIPOS DE ROCIADO TÉRMICO</b> .....	17
<b>1.3 VARIABLES DEL PROCESO DE ROCIADO TÉRMICO</b> .....	21
1.3.1 Relación Oxígeno / combustible .....	22
1.3.2 Velocidad de Alimentación de los Polvos.....	24
1.3.3 Distancia de Rociado.....	24
1.3.4 Presión del Gas de Transporte.....	25
1.3.5 Características del material de Alimentación.....	25
1.3.6 Presión del Gas de Transporte.....	26
1.3.7 Gas de transporte utilizado.....	27
1.3.8 Potencia del Arco Eléctrico.....	27
<b>1.4 TRIBOLOGÍA</b> .....	28
<b>1.5 NANOTECNOLOGÍA</b> .....	36
<b>1.6 LA ALEACIÓN SHS 717</b> .....	40
<b>1.7 DISEÑO EXPERIMENTAL</b> .....	42
<b>1.8 ANÁLISIS DE VARIANZA</b> .....	46



1.9 MÉTODO DE LAS SUPERFICIES DE RESPUESTA.....	49
<b><i>CAPÍTULO II: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL</i></b> .....	<b>54</b>
2.1 DISEÑO DE LOS EXPERIMENTOS.....	55
2.2 FABRICACIÓN DE LAS PROBETAS .....	61
2.3 PREPARACIÓN SUPERFICIAL DE LAS PROBETAS .....	62
2.4 CALIBRACIÓN DE LOS INSTRUMENTOS.....	64
2.5 RECTIFICADO .....	65
2.6 ENSAYO DE ABRASIÓN.....	66
2.7 ENSAYO DE MICRODUREZA.....	69
2.8 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO .....	72
<b><i>CAPÍTULO III: ANÁLISIS DE RESULTADOS</i></b> .....	<b>74</b>
3.1 ANÁLISIS DEL ENSAYO DE ABRASIÓN .....	74
3.2 ANÁLISIS DE LA MICRODUREZA.....	81
3.3 ANÁLISIS DE LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	84
3.3.1 Análisis de los Polvos .....	84
3.3.2 Rociado Térmico por HVOF.....	85
3.3.3 Rociado Térmico por Arco eléctrico .....	89
3.3.4 Muestras Ensayadas Al Desgaste Abrasivo .....	94
<b><i>CAPÍTULO IV: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</i></b> .....	<b>96</b>
4.1 CONCLUSIONES.....	96
4.2 RECOMENDACIONES.....	98
<b><i>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</i></b> .....	<b>99</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

FIG. 1.1 ESTRUCTURA TÍPICA DE UN RECUBRIMIENTO POR ROCIADO TÉRMICO (TOMADO DEL U.S. ARMY CORPS OF ENGINEERS).....	16
FIG. 1.2 PISTOLA DE ROCIADO POR HVOF (TOMADO DE AIRPRODUCTS)	18
FIG. 1.3 PROCESO DE ROCIADO TÉRMICO POR ARCO ELÉCTRICO (TOMADO DE AIRPRODUCTS) .....	21
FIGURAS 1.4-A: TEMPERATURA DE LA LLAMA EN FUNCIÓN DEL RADIO DE EQUIVALENCIA Y 1.4-B: VELOCIDAD Y MOMENTO DEL GAS EN FUNCIÓN DEL RADIO DE EQUIVALENCIA (TOMADAS DE SWANK, 1994) .....	23
FIGURA 1.5 INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA SOBRE LA RESISTENCIA AL DESGASTE POR ABRASIÓN DEL ACERO (TOMADO DE BABARESCO Y KLISANS, 2000) .....	32
FIGURA 1.6 DISTINTOS ENFOQUES DE LA NANOTECNOLOGÍA (TOMADO DE LOS AUTORES).....	37
FIGURA 1.7 ATOMIZACIÓN POR CHORRO DE GAS (TOMADO DEL INEEL) .....	42
FIGURA 1.8 MODELO GENERAL DE UN PROCESO O SISTEMA (TOMADO DE MONTGOMERY, 1991).....	43
FIGURA 1.9 GRAFICACIÓN TÍPICA DE SUPERFICIES DE RESPUESTA.....	51
FIGURA 1.10 CLÁSICAS SUPERFICIES DE RESPUESTA DE SEGUNDO GRADO .....	52
FIGURA 2.1 DIAGRAMA DE FLUJO DE LA METODOLOGÍA EXPERIMENTAL UTILIZADA.....	54
FIGURA 2.2 MEDIDAS DE LAS PROBETAS EN MM.....	61
FIGURA 2.3 PRECALENTADO DE LAS MUESTRAS.....	62
FIG. 2.4 TAMIZADORA INDUSTRIAL .....	63

FIGURA 2.5-A: ROCIADO TÉRMICO POR HVOF.	FIGURA 2.5-B: ROCIADO TÉRMICO POR ARCO ELÉCTRICO.....	65
FIGURA 2.6 RECTIFICADORA DOALL MODELO DH-616 .....		66
FIGURA 2.7 PARTES PRINCIPALES DE LA MAQUINA DE ENSAYO ABRASIVO: A- PORTA MUESTRAS B- BOQUILLA DE ARENA ABRASIVA C- DISCO DE GOMA D- PESOS VARIABLES PARA MODIFICAR LA CARGA .....		68
FIGURA 2.8-A: IDENTACIÓN EN LA PRIMERA ETAPA DEL ENSAYO, 2.8-B: IDENTACIÓN EN LA SEGUNDA ETAPA DEL ENSAYO .....		70
FIGURA 2.9-A VISTA LATERAL DEL IDENTADOR VICKERS AL REALIZAR EL ENSAYO DE MICRODUREZA 2.9-B ESQUEMA DE LA HUELLA DEJADA POR EL IDENTADOR EN LA SUPERFICIE ENSAYADA .....		70
FIGURA 2.10 MICRODUROMETRO LEITZ WETZLAR METALLUX .....		71
FIGURA 2.11 MICROSCOPIO PHILIPS XL .....		73
FIGURA 3.1 PÉRDIDA DE MASA CORREGIDA POR ABRASIÓN EN ROCIADO POR HVOF EN FUNCIÓN DE LOS PARÁMETROS DE APLICACIÓN VARIADOS.....		74
FIGURA 3.2 PÉRDIDA DE MASA CORREGIDA POR ABRASIÓN EN ROCIADO POR ARCO ELÉCTRICO EN FUNCIÓN DE LOS PARÁMETROS DE APLICACIÓN VARIADOS.....		74
FIGURAS 3.3-A Y 3.3-B PÉRDIDA VOLUMÉTRICA CORREGIDA EN FUNCIÓN DE LOS TRATAMIENTOS APLICADOS .....		75
FIGURA 3.4 PÉRDIDA VOLUMÉTRICA CORREGIDA EN FUNCIÓN DE F ....		79
FIGURA 3.5 PÉRDIDA VOLUMÉTRICA CORREGIDA EN FUNCIÓN DEL AMPERAJE .....		79
FIGURA 3.6 SUPERFICIE DE PÉRDIDA DE MASA EN FUNCIÓN DE PARÁMETROS VARIADOS EN HVOF .....		80

FIGURA 3.7 SUPERFICIE DE PÉRDIDA DE MASA EN FUNCIÓN DE PARÁMETROS VARIADOS EN ARCO ELÉCTRICO.....	81
FIGURA 3.8 MICRODUREZA SUPERFICIAL EN FUNCIÓN DE LOS TRATAMIENTOS APLICADOS PARA HVOF.....	82
FIGURA 3.9 MICRODUREZA SUPERFICIAL EN FUNCIÓN DE LOS TRATAMIENTOS APLICADOS PARA ROCIADO POR ARCO ELÉCTRICO .....	82
FIGURA 3.10-A ALEACIÓN SHS 717 VISTA EN EL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO .....	84
FIGURA 3.10-B DETALLE A 3000X DE UNA PARTÍCULA DE LA ALEACIÓN .....	84
FIGURA 3.11-A MEJOR RESPUESTA A LA ABRASIÓN EN ROCIADO POR HVOF .....	85
FIGURA 3.11-B PEOR RESPUESTA A LA ABRASIÓN EN ROCIADO POR HVOF .....	85
FIGURA 3.12-A DETALLE A 300X DE LA INTERFASE SUSTRATO RECUBRIMIENTO EN “MEJOR” MUESTRA HVOF .....	86
FIGURA 3.12-B DETALLE A 300X DE LA INTERFASE SUSTRATO RECUBRIMIENTO EN “PEOR” MUESTRA HVOF.....	86
FIGURA 3.13 FORMACIÓN DE DENDRITAS EN UNA MUESTRA ROCIADA CON HVOF, F DE 0,6 .....	87
FIGURA 3.14 AGRIETAMIENTO EN MUESTRA ROCIADA CON HVOF, F DE 1,2.....	88
FIGURA 3.15 FASES PRESENTES EN EL RECUBRIMIENTO DE MEJORES RESULTADOS POR HVOF .....	88
FIGURA 3.16 DISTINTAS ESPECTROSCOPIAS POR DISPERSIÓN DE RAYOS X DE LAS FASES PRESENTES EN LOS RECUBRIMIENTOS POR HVOF .....	89

FIGURA 3.17-A VISTA GENERAL DE MUESTRA ROCIADA POR ARCO ELÉCTRICO QUE PRESENTÓ MENOR PÉRDIDA DE MASA POR ENSAYO ABRASIVO ..... 90

FIGURA 3.17-B VISTA GENERAL DE MUESTRA ROCIADA POR ARCO ELÉCTRICO QUE PRESENTÓ MAYOR PÉRDIDA DE MASA POR ENSAYO ABRASIVO ..... 90

FIGURA 3.18-A DETALLE DE LA INTERFASE SUSTRATO RECUBRIMIENTO PARA UNA MUESTRA ROCIADA POR ARCO ELÉCTRICO CON 180 AMPERIOS ..... 91

FIGURA 3.18-B DETALLE DE LA INTERFASE SUSTRATO RECUBRIMIENTO PARA UNA MUESTRA ROCIADA POR ARCO ELÉCTRICO CON 250 AMPERIOS ..... 91

FIGURA 3.19 AGRIETAMIENTO INTERNO DE GRANO EN RECUBRIMIENTO POR ARCO ELÉCTRICO DE MALA CALIDAD..... 92

FIGURA 3.20 AGRIETAMIENTO EN MUESTRA ROCIADA POR ARCO ELÉCTRICO UTILIZARON 250 AMPERIOS ..... 92

FIGURA 3.21 FASES PRESENTES EN EL RECUBRIMIENTO DE MEJORES RESULTADOS POR ARCO ELÉCTRICO..... 93

FIGURA 3.22 DISTINTAS ESPECTROSCOPIAS POR DISPERSIÓN DE RAYOS X DE LAS FASES PRESENTES EN LOS RECUBRIMIENTOS POR ARCO ELÉCTRICO..... 94

FIGURA 3.23-A VISTA GENERAL DE SUPERFICIE DE RECUBRIMIENTO HVOF DESGASTADA POR ABRASIÓN ..... 95

FIGURA 3.23-B DETALLE DE SUPERFICIE DE RECUBRIMIENTO HVOF DESGASTADA POR ABRASIÓN ..... 95

FIGURA 3.24-A VISTA GENERAL DE SUPERFICIE ROCIADA POR ARCO ELÉCTRICO DESGASTADA POR ABRASIÓN..... 95

FIGURA 3.24-B DETALLE DE SUPERFICIE DE RECUBRIMIENTO POR ARCO  
ELÉCTRICO DESGASTADA POR ABRASIÓN..... 95

## ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1.1 ELEMENTOS CONSTITUYENTES DE LA ALEACIÓN SHS717 CON SUS RESPECTIVAS PROPORCIONES EN MASA APROXIMADAS	41
TABLA 1.2 REPRESENTACIÓN TÍPICA DE UN ANÁLISIS DE VARIANZA	48
TABLA 2.1 PARÁMETROS DE DEPOSICIÓN RECOMENDADOS (TOMADO DE NANOSTEEL CO.)	57
TABLA 2.2 ALGUNOS EJEMPLOS DE VARIACIÓN DE PARÁMETROS DE DEPOSICIÓN	58
TABLA 2.2-A DISEÑO EXPERIMENTAL 3 <sup>2</sup> PARA LA OPTIMIZACIÓN DEL ROCIADO POR HVOF	59
TABLA 2.2-B: DISEÑO EXPERIMENTAL 3 <sup>2</sup> PARA LA OPTIMIZACIÓN DEL ROCIADO POR ARCO ELÉCTRICO	60
TABLA 2.3 CONVERSIÓN DE NUMERO DE GRIT A TAMAÑO PROMEDIO DE PARTÍCULA	63
TABLA 2.4 PREPARACIÓN SUPERFICIAL DE LAS MUESTRAS PARA LA MICROSCOPIA	72
TABLA 3.1: ANÁLISIS DE VARIANZA PARA HVOF	77
TABLA 3.2: ANÁLISIS DE VARIANZA PARA ARCO ELÉCTRICO	78
TABLA 3.3 PROMEDIOS DE VALORES DE MICRODUREZA HV300 PARA LA SEGUNDA ETAPA DEL ENSAYO	83
TABLA 3.4 ANÁLISIS DE VARIANZA DE LAS DIFERENCIAS ENTRE IDENTACIONES DE LA SEGUNDA ETAPA DEL ENSAYO DE MICRODUREZA	84
TABLA 3.5 COMPOSICIÓN PORCENTUAL DE LA ALEACIÓN SHS717	85
TABLA 3.6 DISTRIBUCIÓN PORCENTUAL DE ELEMENTOS EN LAS DISTINTAS FASES DEL “MEJOR” RECUBRIMIENTO POR HVOF	89

TABLA 3.7 DISTRIBUCIÓN PORCENTUAL DE ELEMENTOS EN LAS DISTINTAS FASES DEL RECUBRIMIENTO DE MEJORES RESULTADOS PARA ARCO ELÉCTRICO	93
TABLA 4.1 PARÁMETROS DE APLICACIÓN OPTIMIZADOS	97



## INTRODUCCIÓN

La reducción del desgaste de elementos de máquina es el objetivo fundamental de una fracción significativa de la comunidad científica dedicada al desarrollo de nuevas tecnologías en la Ingeniería Mecánica y Metalúrgica. A partir de los años 70 del siglo pasado comenzó a tomar fuerza el proceso de rociado térmico como procedimiento para reducir el desgaste y mejorar las propiedades superficiales de piezas y elementos de maquina sometidos a este fenómeno. Numerosas publicaciones científicas han calificado al Rociado Térmico como un método que, dependiendo del material a rociar puede proveer una excelente respuesta a la erosión, abrasión, corrosión, fatiga y otras propiedades metalúrgicas requeridas por la industria.

A pesar de que el rociado térmico comenzó a aplicarse como proceso de recuperación de piezas desde hace casi un siglo, su reciente desarrollo se debe principalmente al énfasis que se le ha dado a dos líneas de investigación. La primera, se refiere básicamente a la optimización de las diversas técnicas de deposición que permiten mejorar sustancialmente la calidad de los recubrimientos, y la segunda, al desarrollo de materiales novedosos que respondan satisfactoriamente a las diversas necesidades de la industria. Del primer enfoque dos métodos que han tenido una aceptación general en la industria serán objeto de nuestra investigación, La proyección térmica de oxígeno-combustible por alta velocidad HVOF (del ingles High Velocity Oxygen Fuel) y el Rociado por Arco Eléctrico. Estas dos técnicas de deposición cumplen el principio de aplicar energía calórica para fundir el material a rociar y energía cinética para proyectarlo sobre el sustrato. Ambas técnicas se diferencian en la fuente de energía suministrada para calentar el material a depositar.

Entre los numerosos materiales desarrollados para ser aplicados por HVOF y arco eléctrico, una nueva generación se encuentra disponible para su aplicación conocida como Nanopolvos. Los nanopolvos prometen revolucionar la industria de los materiales de alimentación ya que investigaciones preliminares han demostrado que aumentan considerablemente la resistencia al desgaste (Benea, 2001) sin comprometer la tenacidad a costos completamente justificados dados los beneficios obtenidos. Los nanopolvos se comienzan a comercializar en la década de los 70s con el propósito de mejorar la calidad de herramientas de máquina, aplicados mediante el proceso de sinterizado, pero en los últimos años es cuando comienzan a ser utilizados como materiales de alimentación en los procesos de HVOF y Arco Eléctrico. Los Nanomateriales son la tecnología actual con mayor aplicación comercial dentro de toda la corriente “nanotecnológica” que ha invadido las publicaciones científicas especializadas en los últimos meses. Algunas publicaciones (Mechanical Engineering Magazine, Nanotechnology, Scientific American entre otras) han reportado que actualmente se encuentra en estudio el desarrollo de supercomputadores de escala manométrica, o micro sistemas electro-mecánicos (mems) que serán capaces de autoreproducirse. En la industria de los recubrimientos ya existen respuestas tangibles a problemas comerciales comunes, como recubrimientos con microestructuras de escala nanométrica (menor a los 100 nanómetros) que mejoran substancialmente las propiedades respecto a los recubrimientos tradicionales (Jia, 1997).

Uno de los nanomateriales mas prometedores, recientemente aparecidos en el mercado, es la aleación Super Hard Steel 717 (SHS717), desarrollada en el Laboratorio Nacional de Ingeniería y Ambiente (Idaho, USA), el cual fue reseñado como uno de los avances tecnológicos (de un total de 100) mas resaltantes del año 2001 en la revista R&D (Research and Development) publicada en los Estados Unidos. El líder del equipo que desarrolló el material conocido comercialmente como SHS717 es Daniel Branagan, quien ha sido reconocido por la revista “Technology

Review” publicada por el Massachusetts Institute of Technology (MIT) como “uno de los jóvenes mas brillantes, cuyo trabajo tendrá impacto en la forma en que vivimos, trabajamos y pensamos en el siglo que comienza”.

La composición y microestructura del material es solo una de las variables a considerarse en los procesos de rociado térmico (tal vez la mas significativa). Otras variables de campo, como la relación oxígeno/combustible y la velocidad de alimentación para el HVOF, y el amperaje o la presión de inyección de aire para el arco eléctrico son determinantes en las propiedades mecánicas presentadas por el recubrimiento. El objetivo del presente trabajo es realizar un análisis de la influencia de dichos parámetros sobre las propiedades mecánicas de la aleación SHS717, para obtener los valores óptimos de aplicación de la misma. La validez de los resultados será determinada aplicando el método estadístico conocido como Análisis de Multivarianza (MANOVA) y el método de las superficies de respuesta

## ANTECEDENTES

Quiao y colaboradores (2.003) estudiaron los efectos de la química del combustible y el polvo utilizado en las propiedades mecánicas y tribológicas de recubrimientos de WC-Co nanocristalinos por la técnica de HVOF. Estudiaron tres nanopulvos de WC-Co distintos, el primero nanocristalino, el segundo con un aditivo que retarda el crecimiento de grano y el tercero, una mezcla entre nanopulvo y micro polvo. Paralelamente modificaron las condiciones para tres relaciones oxígeno/combustible distintas. Concluyeron que la relación oxígeno/combustible que produce mayor temperatura de partícula, (1,2) resulta en mayor resistencia a la abrasión y al desgaste por deslizamiento, pero presenta una mayor descarburización. También reportaron estos investigadores, que el nanopulvo que presenta mejores resultados, independientemente de las condiciones de aplicación es el de crecimiento de grano retardado.

Holubar y colaboradores (2.000) realizaron un estudio sobre las aplicaciones futuras y presentes de los recubrimientos nanocompuestos superduros. Estudiaron los distintos nanopulvos producidos actualmente a escala industrial con durezas entre 35 y 45 GPa. Concluyeron que la mayor aplicación presente de los nanocompuestos superduros es el recubrimiento de máquinas de herramientas, pero que estas aplicaciones podrían expandirse a otras áreas con la masificación de su comercialización.

Patscheider y colaboradores (2001) analizaron la relación estructura-calidad en recubrimientos nanocompuestos y crearon un modelo que relaciona la dureza con la microestructura. Encontraron que la máxima dureza para materiales nanocristalinos se consigue cuando son depositados con 20% de fase amorfa.

Jia y Fischer (1997) compararon el desgaste por deslizamiento entre recubrimientos convencionales y nanocristalinos de WC-Co. Llegaron a la conclusión que la dependencia entre tamaño de grano y resistencia al desgaste es distinta para los recubrimientos convencionales y los nanopulvos. En los últimos la resistencia es mayor que en los primeros, y es proporcional a la dureza. También encontraron estos investigadores que a menor contenido de Cobalto, menor desgaste por deslizamiento.

Stewart y colaboradores (1999) estudiaron la respuesta a la abrasión de recubrimientos convencionales y nanocristalinos de WC-Co. Aplicaron los dos recubrimientos en condiciones similares y realizaron ensayos de abrasión con alúmina y compuestos de sílice. La resistencia al desgaste fue mayor en los recubrimientos convencionales para todas las pruebas. Esto se debió a que los recubrimientos nanocristalinos presentan mayor descarburización debido a su alta relación área superficial/volumen de partícula.

Branagan y colaboradores (2003) emplearon desvitrificación de cristales en estado sólido para desarrollar estructuras nanocompuestas en materiales de base ferrosa. La desvitrificación es un proceso de recocido especial de dos pasos que consiste primero en ubicar por periodos extensos la muestra por debajo de la temperatura de cristalización para desvitrificar granos extremadamente finos, seguido por un calentamiento a temperaturas superiores a la de cristalización por periodos cortos. Microestructuras nanocompuestas pudieron ser formadas, consistiendo en  $\alpha$ -Fe,  $\text{Fe}_{23}\text{C}_6$  and  $\text{Fe}_3\text{B}$  de tipo “triples” de tamaño en el orden de los 75 nm que fueron estabilizadas por dispersiones de  $\alpha$ -Fe de 2 a 10 nm a lo largo de los bordes de grano e incrustadas en la fase  $\text{Fe}_{23}\text{C}_6$ . Según estos investigadores a 750 °C y a una tasa de esfuerzo de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  esta microestructura nanométrica estabilizada, demostró exhibir súper plasticidad, esfuerzo máximo a la tensión de 1800 MPa y una elongación a la tensión del 230%.

Gil (2002) optimizó recubrimientos en base níquel depositados por HVOF utilizando un diseño experimental factorial  $3^3$  en el cual los parámetros optimizados fueron la relación oxígeno combustible, la velocidad de alimentación de los polvos y la distancia de rociado. Caracterizó la microestructura de la aleación NiCrWBSiFeC (conocida comercialmente como Colmonoy 88) empleando las técnicas de difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido (MEB) y microsonda de electrones. Evaluó el efecto de post-tratamiento térmico sobre la microestructura, microdureza, y resistencia a la corrosión de los recubrimientos rociados con la aleación Colmonoy 88 mediante la técnica HVOF. Utilizó los métodos de superficie de respuestas y análisis de varianza para la optimización de los parámetros operacionales.

## CAPÍTULO I: FUNDAMENTOS TEÓRICOS

### 1.1 ROCIADO TÉRMICO (GENERALIDADES)

El Rociado Térmico incluye una serie de procesos en los cuales un material de alimentación es calentado y proyectado como partículas o gotas individuales hacia una superficie. La pistola de rociado térmico requiere de calor tomado de gases combustibles o un arco eléctrico. Cuando el material de alimentación es calentado este se derrite a estado plástico y es posteriormente es transportado por una corriente de gas inyectado a alta presión hasta el sustrato. Las partículas golpean la superficie del sustrato, se aplanan en forma discos (conocidos como *splats*) que se adhieren a las irregularidades del sustrato preparado y a si mismas. Cuando las partículas rociadas se adhieren a la superficie se enfrían y agrupan, splat sobre splat, en una estructura laminar formando el recubrimiento por rociado térmico. La Figura 1.1 ilustra una sección transversal típica de una estructura laminar en la cual se pueden observar el recubrimiento y algunos defectos que frecuentemente se producen como consecuencia del proceso de deposición como lo son los óxidos, inclusiones, porosidad, entre otros.

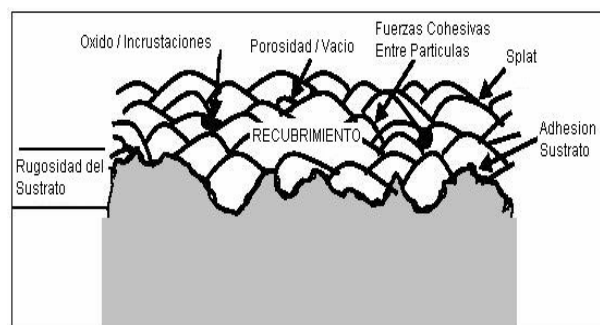


Fig. 1.1 Estructura típica de un recubrimiento por Rociado Térmico (Tomado del U.S. Army Corps of Engineers)

Como se observa en la Fig. 1.1 el recubrimiento formado no es homogéneo y contiene cierto grado de porosidad. El material de recubrimiento puede ser cualquier sustancia que pueda ser fundida incluyendo metales, cerámicos, óxidos, polímeros y otros materiales compuestos. Estos pueden venir en formato de polvo, alambres y barras, dependiendo del método a utilizarse y de las propiedades deseadas. Las propiedades obtenidas en el recubrimiento dependen del material utilizado, el tipo de proceso, parámetros de aplicación y tratamientos térmicos aplicados posteriormente al recubrimiento.

## 1.2 TIPOS DE ROCIADO TÉRMICO

### Proyección Térmica de Alta Velocidad

Mejor conocido como HVOF por sus siglas en inglés *high velocity oxygen fuel* consiste en una pistola de proyección que posee una cámara de combustión, la cual inyecta energía térmica al material a recubrir, el cual viene en forma de polvo. El aumento de la temperatura en la cámara se traduce en un aumento de la presión en la misma, junto con el calentamiento y fusión de las partículas del polvo. Este aumento de presión en la cámara respecto al exterior de la pistola, produce una aceleración de los gases de combustión junto con el material fundido. Posteriormente, los gases se expanden por el cañón de la pistola hacia el exterior, donde la presión es atmosférica. La expansión violenta produce un cambio de velocidad de subsónica a supersónica formando ondas de choque oblicuas mejor conocidas como “ondas de diamante” por su particular luminiscencia en forma de pequeños rombos (Guilemany y Calero, 1999) Un esquema general de la construcción de una pistola de rociado por HVOF puede ser observado en la figura 1.2.

Al salir gas y las partículas a la atmósfera, el medio ambiente de trabajo juega un papel esencial. La turbulencia debida a la expansión violenta puede añadir



excesivo oxígeno de la atmósfera, oxidando así las partículas calientes de polvo fundido. La pérdida de calor del fluido por convección es también un factor importante. Las partículas por lo general alcanzan su máximo nivel de presión y temperatura en zonas próximas al final de la llama. El tiempo en que las partículas permanecen en esta zona, es suficiente como para elevar la temperatura y realizar los cambios que faciliten la adhesión de las partículas al sustrato y la cohesión de ellas entre sí. No obstante, el tiempo que permanece la partícula en la atmósfera antes de llegar al sustrato es lo suficientemente breve para evitar la oxidación de las partículas u otra degradación química como la descarburización, que puede afectar la calidad del recubrimiento.

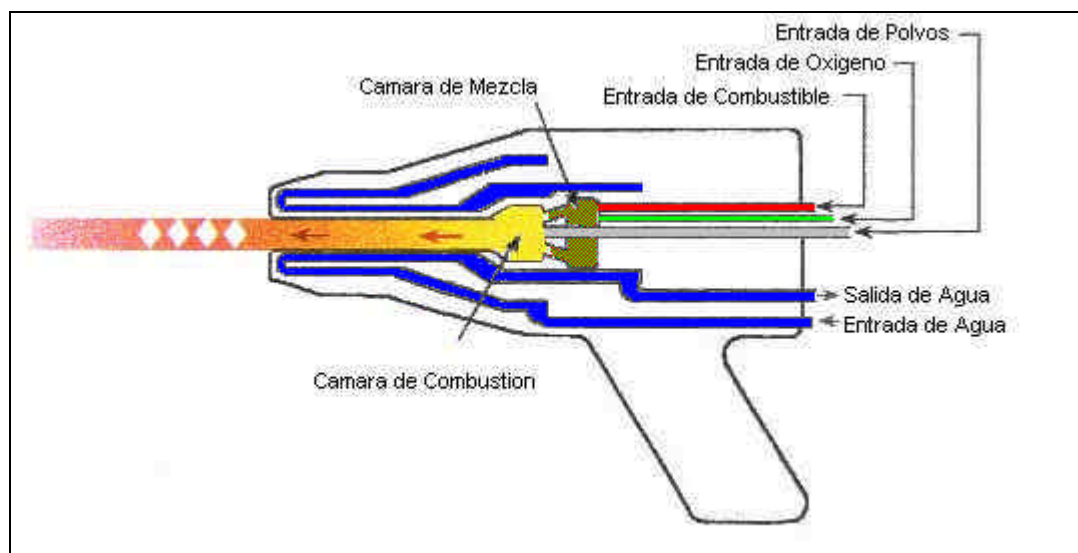


Fig. 1.2 Pistola de Rociado por HVOF (tomado de airProducts)

Al impactar las partículas con el sustrato la energía cinética de las mismas se transforma en energía térmica, lo que produce un ligero aumento de la temperatura superficial del sustrato. En el impacto, las partículas pueden estar en estado fundido, semifundido o sólido. Una partícula en estado sólido rebota o se adhiere ligeramente al sustrato desmejorando la calidad del recubrimiento. En estado fundido se deforma

en forma de disco delgado o en forma de disco no continuo con separación de masa, el disco continuo exhibe un buen contacto entre el recubrimiento y el sustrato. También pueden impactar partículas sólidas con comportamiento plástico las cuales poseen una excelente adherencia causado por la fuerza y la velocidad del impacto.

Posterior al impacto de la partícula fundida o splat ocurre el último pero no menos importante fenómeno en la formación del recubrimiento: la solidificación y nucleación del recubrimiento. La primera capa de recubrimiento tiene una importancia específica para la calidad de la adherencia del mismo. Es la primera que nuclea debido al rápido flujo de calor de los splats con el sustrato, esta nucleación es altamente heterogénea debido a la alta velocidad del proceso, el cual puede inducir incluso a la formación de fases amorfas. La primera capa es adherida a la superficie mediante dos mecanismos. Al solidificar la primera capa, cuyos splats envuelven las rugosidades del sustrato, se generan contracciones que anclan los dos materiales produciendo la unión física deseada. Otro mecanismo menos común en HVOF consiste en uniones químicas causadas por difusión o reacciones que varían dependiendo de la composición del recubrimiento y el sustrato.

Posterior a la aplicación de la primera capa, la pistola no vuelve proyectar material por un periodo de tiempo, en el cual se transfiere calor por convección a la atmósfera, y puede ocurrir oxidación, si el proceso no es debidamente controlado pueden aparecer grietas causadas por esfuerzos térmicos. Al volver a pasar la pistola ya la capa aplicada previamente ha solidificado, pero, el calor por la aplicación de la capa siguiente puede afectar la estructura cristalina de la capa ya solidificada lo cual explica la forma de la estructura que se observa en la mayoría de los recubrimientos aplicados por este método.

### Rociado Térmico Por Arco Eléctrico.

En este proceso la energía térmica necesaria se obtiene mediante un arco de corriente continua creado entre dos electrodos consumibles, los cuales conforman el material de recubrimiento. La energía cinética requerida se obtiene atomizando el material fundido con un gas comprimido, generalmente aire. El principio de formación del recubrimiento es bastante similar al de HVOF, pero existen diferencias operacionales que lo hacen ideal para ciertas aplicaciones donde el HVOF no sería recomendable por consideraciones técnicas y/o económicas. El rociado por Arco Eléctrico es el más productivo de los métodos de Rociado Térmico en términos de masa rociada por unidad de tiempo. El proceso es de operación simple y puede ser aplicado de forma manual o automatizada.

Debido a que el gas atomizador es usualmente aire, este favorece la oxidación de la partícula en comparación con otros procesos, siendo este uno de sus principales inconvenientes, además el aire puede enfriar la partícula e incluso disminuir su velocidad de impacto lo cual produce una menor adherencia del recubrimiento al sustrato

A pesar de las diferencias operacionales, los principios que garantizan la unión sustrato-recubrimiento son los mismos en los diversos procesos de rociado térmico, en el rociado por arco eléctrico el anclaje del recubrimiento es fundamentalmente mecánico debido a la solidificación de los splats calientes al impactar el sustrato. Sin embargo, pueden observarse fenómenos químicos de enlace como descarburización u oxidación etc. que dependen de la química del material utilizado.

Existen otros métodos de rociado térmico como el rociado por plasma, por llama de baja velocidad (el más antiguo de todos), el rociado por detonación, entre

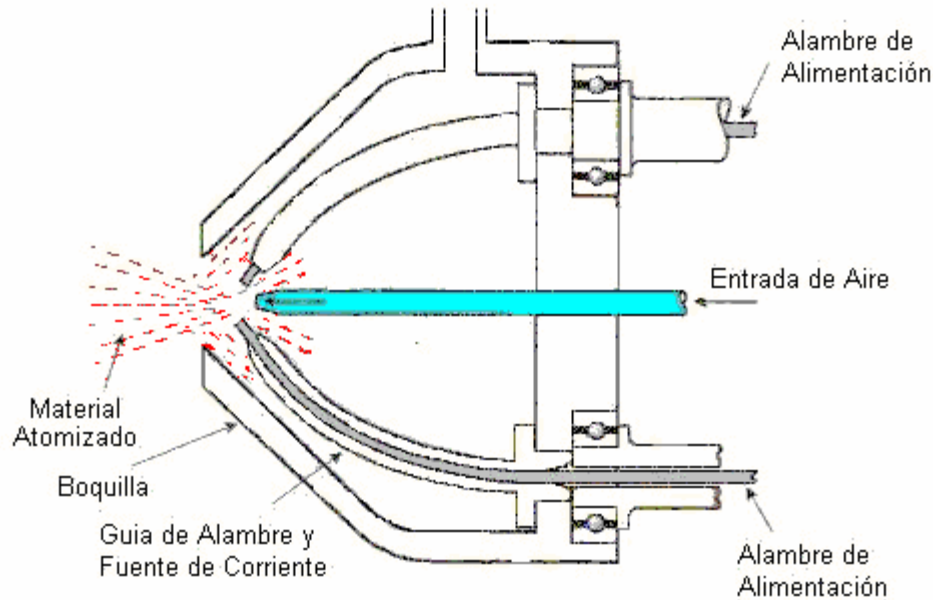


Fig. 1.3 Proceso de Rociado Térmico por Arco Eléctrico (Tomado de AirProducts)

otros, los cuales no fueron objeto de nuestra investigación y por ende no profundizaremos en los mismos. Un esquema general de la construcción de una pistola de rociado por arco eléctrico puede ser observado en la figura 1.3

### 1.3 VARIABLES DEL PROCESO DE ROCIADO TÉRMICO.

La calidad del anclaje y las propiedades tribológicas del recubrimiento por rociado térmico, como hemos expuesto previamente, son afectadas por aquellas variables inherentes a la química de los materiales utilizados, y las características de la aplicación del rociado. En planta, algunas de estas variables pueden ser controladas por el operario, y al ser manejadas de la manera correcta, se garantiza la obtención de un recubrimiento óptimo con el máximo aprovechamiento del potencial metalúrgico de cada material utilizado. Sin embargo, numerosos equipos de rociado cuentan con

sistemas automatizados que permiten un mayor control de los parámetros y por ende recubrimientos de muy alta calidad.

Según algunos investigadores (Swank, 1994) las variables que mas afectan la calidad del recubrimiento depositado por rociado térmico son la temperatura de la partícula y la velocidad de la misma en el momento del choque debido a la naturaleza mecánica del anclaje substrato-recubrimiento y a los mecanismos de agrupamiento de los splats, previamente explicados.

### 1.3.1 Relación Oxígeno / combustible

Es una de las variables operacionales más importantes en el proceso de rociado por HVOF. La Relación Oxígeno/Combustible afecta la velocidad y la temperatura de la partícula (Sobolev, 1994). Esta relación es comúnmente definida por el radio de equivalencia  $F$ , también conocida como el radio de equivalencia estequiométrica, cuya fórmula matemática se presenta en la ecuación 1.

$$\Phi = \frac{(F/O)}{(F/O)_{st}}$$

Ec. 1.

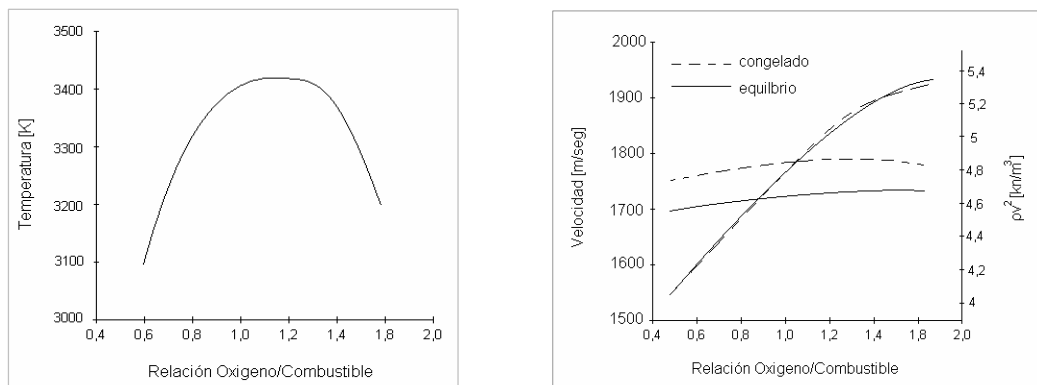
donde  $(F/O)$  es la relación entre flujo másico de kerosén y de oxígeno utilizado, y  $(F/O)_{st}$  es la misma relación en condiciones estequiométricas.  $(F/O)_{st}$  la cual es calculada asumiendo una combustión completa de acuerdo a la ecuación 2



Para condiciones estequiométricas  $(F/O)_{st}$  es igual a 0,2917 y en volumen es equivalente a 243 pies<sup>3</sup> de O<sub>2</sub> por cada galón de kerosén. Es importante acotar que la

presión de la cámara de combustión no es función directa de  $F$ . La presión es función de los caudales de oxígeno y kerosén, y  $F$  es función de la relación entre los mismos.

Las investigaciones de Swank (Swank, 1994) indican que  $F$  no es tan determinante como la presión de la cámara de combustión en la máxima velocidad de partícula. Para valores de  $F$  entre 0,5 y 1,17 estudiados, la variación de máxima velocidad fue de 350 m/seg.  $F$  demostró ser la principal variable modificadora de la temperatura máxima de partícula, la cual se obtiene con un valor de  $F$  aproximadamente 1,1. La velocidad máxima de partícula, es afectada principalmente por la presión en la cámara de combustión, y la velocidad a la salida de la boquilla, es principalmente sensible a esta variable. La influencia de  $F$  sobre la temperatura y velocidad de partícula puede ser observada en la figuras 1.4-A y 1.4-B.



Figuras 1.4-A: Temperatura de la llama en función del radio de equivalencia y 1.4-B: Velocidad y momento del gas en función del radio de equivalencia (tomadas de Swank, 1994)

La eficiencia de deposición es también dependiente de la velocidad y temperatura de la partícula. Cuando estas dos variables están en su máximo, se logra

la menor eficiencia de deposición, debido a que los impactos a alta temperatura producen morfologías de splats que son relativamente finas con alta formación de tentáculos. Estos tentáculos indican un choque violento con pérdida de material. La mayor cantidad de oxidación de las partículas ocurre en el choque con el sustrato (Voggenreiter, 1995), por consiguiente la temperatura y velocidad de partícula no influyen tanto como la temperatura del sustrato en la oxidación del recubrimiento (esta es una de las causas por las cuales se acostumbra a precalentar el sustrato para la aplicación del rociado).

### **1.3.2 Velocidad de Alimentación de los Polvos**

El efecto de la velocidad de alimentación de los polvos ha sido el menos documentado de todas las variables que afectan el rociado térmico (Gil, 2002). Sin embargo, existe suficiente información para concluir que afecta principalmente la densidad del recubrimiento (Ingham, 1995). Si la velocidad de alimentación es demasiado alta, el material no puede absorber todo el calor suministrado por la llama comprometiendo la calidad del recubrimiento. En cambio, si es demasiado baja, la productividad del proceso se compromete, no sólo porque se proyecta menos material, sino que también el poco material utilizado absorbe mucho más calor, aumentando la temperatura de choque de la partícula, lo cual compromete la eficiencia de deposición.

### **1.3.3 Distancia de Rociado**

La distancia de rociado es uno de los parámetros mejor documentados en la aplicación del rociado térmico. El consenso general es que al estar la pistola muy lejos del sustrato, la partícula se enfría, lo que favorece la solidificación de la misma y desmejora la calidad del recubrimiento ya que la partícula rebota o se adhiere ligeramente al sustrato. Si la pistola está demasiado cerca, la violencia en el choque

favorece la pérdida de material y el recubrimiento es irregular además de producir oxidación del recubrimiento.

Diversos estudios indican que la distancia de rociado óptima es función del tamaño de partícula utilizado. El tamaño de partícula no es significativo en la velocidad promedio de partícula. Aunque las partículas mas pesadas son mas lentas al principio, su inercia evita que desaceleren, a diferencia de las mas pequeñas, que tienen una velocidad inicial mayor, pero desaceleran muy rápidamente (Yang, 1996).

#### **1.3.4 Presión del Gas de Transporte**

Algunos investigadores (Sobolev, 1999, Fauchais, 2001 y Wang, 1996) coinciden en que la presión del gas de transporte debe ser suficiente como para garantizar el paso del material por el eje central de la llama de la cámara y así permitir la máxima absorción posible del calor de la misma. Si esto no se cumple, las partículas no se calentaran lo suficiente disminuyendo de esta forma la calidad del recubrimiento.

#### **1.3.5 Características del material de Alimentación**

El material de alimentación no constituye una variable que puede ser manipulada al realizar el recubrimiento, ya que el material es seleccionado debido a las propiedades requeridas. De todas maneras incluimos algunas propiedades que deben poseer los materiales utilizados para este fin. En muchos casos los materiales no poseen todas las propiedades debido a que no se justifica el esfuerzo técnico u económico para la aplicación requerida.

La composición química de los polvos debe garantizar que estos no se degraden debido al proceso de HVOF. No puede permitirse su sublimación, o reacción de los mismos con los gases de combustión. En muchos casos es inevitable un cierto nivel de degradación de los polvos, como es el caso de la descarburización de los polvos de Carburo de Tungsteno–Cobalto entre otros, Pero los polvos deben



ser diseñados para minimizar dicha degradación y mantener la calidad requerida por el usuario.

No solo la composición química define la respuesta de un material al ser aplicado por HVOF, es también necesario que posea las características apropiadas de tamaño de grano, distribución, morfología etc. Es deseable (aunque no siempre posible) que la morfología de los polvos sea esférica en lugar de irregular o con ángulos pronunciados e imperfecciones (Sampath, 1994), tanto para garantizar una formación adecuada de los splats, como para evitar esfuerzos residuales innecesarios en el recubrimiento.

Tamaños de partícula muy pequeños, pueden originar esfuerzos residuales y espesores muy pequeños de recubrimiento (Krepski, 1991) pero muy grandes pueden obstaculizar la absorción de calor, lo que trae como consecuencias las imperfecciones causadas por la baja temperatura del splat descritas previamente.

En el caso del proceso de deposición por Arco Eléctrico las siguientes variables deben ser tomadas en cuenta:

### **1.3.6 Presión del Gas de Transporte**

Su efecto es similar al que produce sobre el HVOF, el gas de transporte (usualmente aire para Arco Eléctrico, Nitrógeno para HVOF) debe garantizar el paso del material por el eje central del arco eléctrico fundente. La influencia de este parámetro sobre la calidad obtenida es mucho más significativa que en HVOF dado que este es el que define la velocidad de impacto de la partícula con el sustrato (recordemos que las velocidades de partícula en arco eléctrico son menores que en HVOF). Al tener mayores presiones de gas de transporte, la energía de impacto será mayor, y por consiguiente los splats serán más finos y compactos, con menos porosidad. Estos también se adherirán mejor a la rugosidad del sustrato obteniendo así un mejor recubrimiento.

Además de controlar el mecanismo de choque y formación de los splats, la presión de gas de transporte es decisiva en la cantidad de óxidos presentes en el recubrimiento debido a que esta define la interacción de las partículas con la atmósfera durante su trayectoria. Esta interacción no solo está determinada por la presión del gas, si no también por el tipo de gas de transporte utilizado.

Para mayor presión de aire se obtiene un mayor contenido de óxido, debido a que la atomización es mayor y existe una mayor área de contacto entre la partícula y la atmósfera (Jadin, 2002). En el caso del nitrógeno, debido a que la tasa de oxidación es mucho menor, altas presiones del mismo siempre son deseadas.

### **1.3.7 Gas de transporte utilizado**

Aire comprimido es usualmente utilizado en el proceso de rociado térmico por arco eléctrico debido a razones económicas. Sin embargo, el contenido de óxido obtenido es relativamente alto debido a la oxidación de las partículas fundidas. Esta cantidad de óxido desmejora la maquinabilidad de los recubrimientos y el anclaje de los mismos. La utilización de aire también puede favorecer la degradación del material de recubrimiento. El Nitrógeno es utilizado en aplicaciones críticas para evitar la oxidación y fenómenos como la descarburización de algunos materiales de recubrimiento.

A pesar de todos los inconvenientes que presenta el aire, éste sigue siendo el gas de transporte para rociado por arco eléctrico más utilizado en la industria, debido a que para aplicaciones más críticas se acostumbra a utilizar otros tipos de rociado térmico. Por ende es indispensable la optimización de los parámetros para minimizar los efectos negativos mencionados previamente.

### **1.3.8 Potencia del Arco Eléctrico**

El arco eléctrico ocurre cuando el aislamiento gaseoso entre dos elementos conductores, se ioniza y no puede resistir el paso de corriente debido a la alta

diferencia de potencial eléctrico entre los mismos. En el rociado por arco eléctrico este aislamiento es el aire comprimido que a la vez transporta el material fundido. La potencia del arco es función directa de la diferencia de potencial y la corriente aplicada, variables que pueden ser controladas independientemente por el operario.

El principal efecto de la variación de la potencia eléctrica utilizada por el arco eléctrico es la variación de la temperatura del mismo. Esta variación de temperatura se traduce en una variación de la rata de fundición del material de alimentación y en la temperatura de la partícula al chocar con el sustrato. El voltaje aplicado debe ser suficiente como para garantizar la ionización y ruptura dieléctrica del aire, además de un flujo uniforme de corriente. Potencias muy bajas producen partículas demasiado frías y ratas de deposición muy bajas, por el contrario, potencias muy altas calientan demasiado la partícula favoreciendo la oxidación, y también la fundición del alambre es demasiado violenta e irregular.

## **1.4 TRIBOLOGÍA**

Se define como tribología a la ciencia que estudia los fenómenos inherentes a la fricción entre dos superficies con movimiento relativo entre si. Proviene del griego “tribo”, que significa rozar o frotar, y “logía” que significa ciencia. La importancia de esta ciencia radica en que este fenómeno de fricción entre dos superficies trae siempre como consecuencia uno de los inconvenientes más comunes en cualquier sistema mecánico, el desgaste. En la industria, el desgaste es un causante principal del reemplazo periódico o mantenimiento de partes mecánicas sometidas a fricción. El desarrollo de la tribología, impulsada por el requerimiento de la industria de reducir los costos de operación de cualquier clase de maquinaria incluye tópicos como la lubricación, la ciencia de materiales, la optimización de mecanismos, y el estudio del desgaste a profundidad, todo esto con el objetivo de aumentar la vida útil de los elementos de maquina.

La fatiga y la corrosión, problemas compañeros del desgaste en el deterioro de partes mecánicas, han sido mas estudiados y tipificados. Todavía no existen modelos precisos que puedan predecir el fenómeno de desgaste debido a que este ha sido menos estudiado, y muchas veces alguna de las variables que lo afectan no son fáciles de medir o controlar en campo. Estas variables pueden ser separadas en las siguientes categorías: Variables relacionadas con el funcionamiento: Áreas en contacto, Presión, Temperatura, Velocidad relativa entre las partes. Variables relacionadas con la estructura metalúrgica: Composición Química, Rugosidad, Microdureza, Dureza. Otras variables que afectan el fenómeno: Lubricación, Características del medio ambiente circundante (temperatura, humedad relativa etc.) Geometría (dimensiones).

### **3.0.1 Tipos de Desgaste**

La Sociedad Americana para los Metales clasifica el desgaste en cinco tipos principales, que actúan por lo general de forma combinada, los cuales son:

#### **Desgaste Adhesivo**

Es causado por el deslizamiento entre dos superficies metálicas bajo altas presiones locales. Este deslizamiento induce a las estructuras atómicas a fracturarse generando un intercambio de material entre las superficies, las cuales intercambian materia, generándose cavidades en una, y proyecciones de material en la otra. También puede desprenderse material, lo que contribuye a la acción de otros mecanismos de desgaste. Superficies con excelentes acabados superficiales poseen mayor área de contacto, lo que puede favorecer el desgaste adhesivo. Es típico en piezas que acaban de ser puestas en servicio durante un periodo de adaptación o rodaje. El aumento de temperatura también lo favorece, porque aumenta la ductilidad de los materiales de contacto, con algunas excepciones debido a que ciertos rangos de temperatura presentan oxidaciones superficiales que exhiben excelentes propiedades tribológicas.

Este mecanismo de desgaste es común en equipos como cojinetes de deslizamiento, chumaceras, bocinas, bujes, engranajes, motores de combustión interna, compresores recíprocos, matrices, engranajes, etc., debido a las condiciones de funcionamiento de los mismos.

### **Desgaste Erosivo**

Es un mecanismo de desgaste en el cual el material de la superficie pierde material en contacto con un fluido que mantiene partículas. Se puede considerar como un desgaste abrasivo con la diferencia de que en la abrasión, la fuerza ejercida por las partículas erosivas en el material, es debida a su desaceleración, mientras que en la erosión, la fuerza que se aplica es externa y aproximadamente constante.

La erosión es influenciada por diversas variables, el ángulo de incidencia del material erosivo modifica significativamente las características del fenómeno. Por eso se hace la distinción entre erosión abrasiva, en la cual el movimiento relativo de las partículas es casi paralelo a la superficie y la erosión por choque, en la cual las partículas impactan en trayectoria casi normal a la superficie erosionada. El desgaste erosivo es típico de procesos industriales que involucran chorros de líquidos o gases con sólidos en suspensión, como son: compresores, turbinas, equipos para granallado etc.

### **Desgaste Corrosivo**

Consiste en la interacción química de la superficie con el ambiente circundante, el cual la oxida, originando películas u óxidos. Esta capa superficial suele poseer un alto grado de dureza, y al crecer, llega a tener un grado significativo de fragilidad, lo que favorece su remoción. Al ser removida la capa de óxido, la superficie vuelve a demostrar las condiciones originales, repitiéndose el ciclo anteriormente descrito. El desgaste corrosivo también favorece otros mecanismos,

debido a que las partículas de óxido removidas favorecen el desgaste abrasivo debido a su alta dureza. El desgaste corrosivo es afectado por todas condiciones ambientales que favorecen la corrosión, como altas temperaturas y la presencia de sustancias que favorecen la corrosión, por supuesto la composición química de la superficie desgastada es un factor primordial en el mecanismo de deterioro. El desgaste corrosivo es común en todos los elementos que trabajan bajo condiciones ambientales adversas, como barcos, plantas de productos cáusticos entre otros.

### **Desgaste por Fatiga**

Se genera por la aplicación continua de cargas alternantes que crean tensiones sobre las capas superficiales, lo cual ocasiona fisuras sobre las mismas. A medida que las fisuras se incrementan se origina un desprendimiento violento de material. Este fenómeno se presenta de forma común en los rodamientos debido a las cíclicas producidas por las bolas sobre la pista de los mismos.

### **Desgaste abrasivo**

Consiste en la penetración de partículas duras en la superficie del material, causando deformación plástica y/o arranque de viruta en la misma. Estas partículas pueden provenir de la superficie adyacente, pueden ser partículas externas provenientes del medio circundante, o incluso viruta de la misma superficie endurecida por deformación u oxidación. Este mecanismo de desgaste es muy común en la industria, deteriorando la superficie de las piezas y dejando canales o ranuras de diversas morfologías, debido a la acción de las partículas.

El desgaste puede ocurrir en presencia de líquidos o en seco, y es también influenciado por la presión de los mismos. Si la presión es muy alta favorece la penetración de las partículas abrasivas acentuando el deterioro de la superficie.

También debe considerarse el desgaste abrasivo causado por partículas duras interpuestas entre superficies deslizantes

La respuesta del acero al desgaste abrasivo viene condicionada por su contenido de carbono, la microestructura martensítica es la que típicamente presenta una mejor resistencia al desgaste abrasivo si se compara con la del tipo ferrita-carburo. También han sido logradas buenas condiciones de resistencia a la abrasión utilizando refinamientos de perlita debido a la elevada tasa de endurecimiento por deformación. La Figura 1.5 muestra el comportamiento del acero frente a la abrasión de acuerdo a su contenido de carbono. En el caso de que el material deba soportar condiciones de impacto y se requiera una matriz tenaz, se recomienda el empleo de una estructura austenítica inestable, que al estar sometida al desgaste abrasivo tenderá a endurecerse por deformación, y/o sufrir transformación de fase, logrando un desempeño adecuado de la superficie. (Babaresco y Klisans 2000).

La dureza de la superficie expuesta a desgaste debe ser mayor a la mitad de la dureza Vickers del abrasivo, sin que llegue a un valor mayor a 1,3 x la dureza del abrasivo evitando posibles inconvenientes.

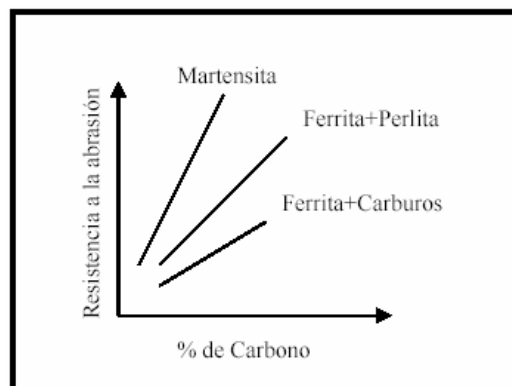


Figura 1.5 Influencia de la microestructura sobre la resistencia al desgaste por abrasión del acero (tomado de Babaresco y Klisans, 2000)

Uno de los modelos mas utilizados para describir el desgaste abrasivo es la Ecuación de Archard, la cual supone que la abrasión es el resultado del rayado de una superficie por una partícula de forma cónica, lo cual es una idealización dado que la morfología de la partícula puede variar. La Ecuación de Archard, originalmente empleada para el modelado del desgaste adhesivo, permite estimar el máximo volumen de remoción de material cuando un grano abrasivo desgasta una superficie. La ecuación de Archard viene dada por:

$$W = A \cdot d \quad \text{Ec. 3}$$

donde W: volumen de material removido  
A: Sección transversal de la ranura  
D: distancia de desplazamiento

Simultáneamente los términos de esta ecuación son función de otros factores, por ejemplo:

$$A = k_1 \cdot p \quad \text{Ec. 4}$$

donde A: Sección transversal de la ranura  
k<sub>1</sub>: Factor de forma de del grano  
p: profundidad de penetración

y también

$$P = k_2 \cdot \frac{L}{H} \quad \text{Ec. 5}$$

donde p: profundidad de penetración  
k<sub>2</sub>: Factor de forma de del grano abrasivo  
L: Carga Aplicada

Si agrupamos las dos ecuaciones anteriores obtenemos que



$$W = k_3 x \frac{(Lxd)}{H} \quad \text{Ec. 6}$$

donde  $k_3$  agrupa a  $k_1$  y  $k_2$

Es común calificar la resistencia de un material al desgaste utilizando el recíproco del volumen desgastado, ya que mientras mayor sea este valor, mayor será la resistencia de la superficie a la abrasión del material

$$R = \frac{1}{W} \quad \text{Ec. 7}$$

Aunque con el tiempo se han realizado algunas modificaciones a la ecuación de Archard, ésta sigue siendo el punto de partida para el modelado de situaciones específicas de desgaste abrasivo. En la práctica, los diversos factores que modifican la respuesta de un material frente al desgaste abrasivo, no siempre son factibles de modificar. Estos factores son:

**Morfología del abrasivo:** Partículas con aristas pronunciadas o formas irregulares son más destructivas para una superficie que partículas redondeadas. La forma de la partícula es decisiva en el tipo de huella de desgaste, y en su facilidad de penetración.

**Granulometría:** los abrasivos tanto naturales como artificiales son reducidos a polvo mediante máquinas trituradoras. Los abrasivos pueden clasificarse en función del tamaño de grano, y para separarlos se emplean procesos de tamizado y decantación.

**Temperatura:** Para los aceros el aumento de temperatura facilita el desgaste abrasivo, debido a la disminución de la dureza y el esfuerzo de fluencia. En materiales como el cobre y el aluminio el efecto de la temperatura no es significativo.

Velocidad de Contacto: es especialmente significativa cuando aumenta de 0 a 2,5 m/s. en este rango de velocidad aumenta el desgaste abrasivo principalmente debido a la fricción

Carga: La proporcionalidad carga–volumen removido de la ecuación de Archard es sólo válida mientras la carga sea capaz de fracturar el material abrasivo. Dependiendo de la morfología del material fracturado se puede acentuar o disminuir el efecto abrasivo.

Corrosión: Al desgastar por abrasión superficies corroídas se descubre materia libre de óxidos, reiniciándose el proceso. Este fenómeno es favorecido por ambientes de pH bajo. El material removido funciona como material abrasivo, empeorando las condiciones con el paso del tiempo.

Entre los materiales comúnmente empleados por sus buenas propiedades frente a la abrasión se encuentran:

Cerámicos: Su principal ventaja radica en que poseen mayor dureza comparados con las partículas abrasivas, pero se caracterizan por una baja resistencia bajo cargas de impacto. Podemos mencionar la Alúmina, el Zirconio y el Nitruro de Silicio.

Metales: son ideales los que poseen alta dureza, además pueden ser aleados con otros metales formadores de carburos y tamaño de grano superior al del agente abrasivo. Son los más utilizados debido a que poseen otras propiedades para el diseño de elementos de máquinas además de su resistencia al desgaste. Podemos mencionar las fundiciones blancas con alto porcentaje de Carbono, el Cromo-Molibdeno, el Cromo-Níquel y las fundiciones blancas perlíticas. Estos materiales poseen la desventaja de una baja resistencia al impacto.

Plásticos: mientras mayor sea su dureza en comparación con su módulo elástico, mayor será su resistencia al desgaste. El peso molecular también afecta su resistencia al desgaste abrasivo, a mayor peso molecular, mayor será la resistencia al desgaste del material.

## **1.5 NANOTECNOLOGÍA**

La nanotecnología incluye todas aquellas tecnologías que permiten la manipulación de la estructura de la materia en escalas de orden nanométrico (un nanómetro es un milmillonésimo de metro,  $10^{-9}$  m) El físico Richard Feynman, ganador del Premio Nóbel en 1965, introduce la posibilidad de modificar estructuras, átomo por átomo, para solucionar problemas de origen químico y la biológico en el año de 1959. La nanotecnología en vez de considerarse una rama de la ciencia por si misma, es mejor definida como un “nivel de trabajo” de las ciencias básicas tradicionales y también de las distintas ramas de la ingeniería.

Los métodos utilizados para manipular la materia a escala nanométrica pueden ser muy distintos. En algunos casos las nanoestructuras se “esculpen” sobre un material. Este es el enfoque conocido como "top down" y puede ser utilizado para aplicaciones electrónicas como la impresión de circuitos en obleas de silicio mediante emisiones de electrones o diversas ondas radioeléctricas.

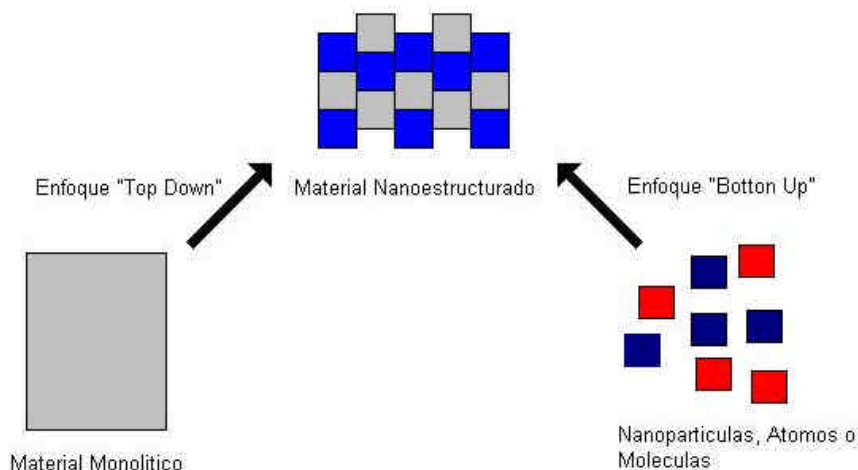


Figura 1.6 Distintos enfoques de la nanotecnología (tomado de los autores)

Otro enfoque, mas común en la industria de los materiales es el conocido como “botton up” y se refiere a la síntesis de materiales a escala nanométrica que presentan propiedades distintas a sus similares de mayor escala. La rama biológica de la nanotecnología es conocida como nanotecnología húmeda, que consiste en la manipulación de sistemas biológicos para la obtención de material genético, membranas, enzimas y otros componentes celulares.

Existen muchos métodos para obtener nanoestructuras en las diversas áreas de la ciencia y la tecnología que están siendo desarrollados actualmente. La nanotecnología húmeda, como se le conoce a la manipulación de sistemas biológicos para la obtención de material genético, membranas, enzimas y otros componentes es ampliamente utilizada hoy en día en la industria.

Existen algunas aplicaciones (Ibarren, 2003) en las cuales ya existen soluciones palpables a nivel comercial, o están muy cerca de su comercialización, entre las cuales podemos mencionar:

- Técnicas Sensoras de gases, destinadas a detectar la presencia de gases nocivos en ambientes cerrados o abiertos, o aromas que caracterizan la calidad de bebidas y productos alimenticios ("nariz electrónica").
- Sistemas fotovoltaicos de alta eficiencia para la conversión de la energía solar.
- Nuevos materiales con una elevada relación resistencia/ masa para aplicaciones aeroespaciales, biomédicas y en medios de transporte.
- Embalajes de productos alimenticios con mejores características de barrera a la penetración de gases y capacidad para indicar el estado de conservación.
- Técnicas diagnósticas basadas en el sistema denominado "lab-on-a-chip", para la realización de análisis clínicos y genéticos con mínimas cantidades de muestra y en tiempo real.
- Cosméticos, en especial para la protección contra la radiación solar.
- Materiales para la filtración y catálisis de hidrocarburos y otras sustancias.
- Herramientas de corte de altísima tenacidad y fragilidad reducida.
- Pantallas de video más livianas y funcionales basadas sobre la electrónica de polímeros.
- Nuevas prótesis e implantes para colocación in vivo.
- de maquinado de piezas para micromecánica y microelectrónica en escala de 100 nm.
- Revestimientos superficiales con resistencia a la corrosión y al desgaste notablemente mejorada.

Esta última aplicación es producto del desarrollo reciente de la nanotecnología en la ciencia de los materiales, los nanomateriales o materiales nanoestructurados proporcionan mejoras sustanciales respecto a sus antecesores tradicionales, aunque a primera vista no difieran unos de los otros. Los granos de los materiales microcristalinos normales pueden contener millones o miles de millones de átomos, la mayor parte de los cuales se encuentra en el interior de los mismos, y en consecuencia están poco influenciados por las interfaces o bordes de grano. Estas interfases tienen propiedades distintas de las de la masa del material, pero representan solo alrededor de un 1 % del volumen de un trozo de material policristalino usual, y por lo tanto tiene una influencia limitada sobre las propiedades del trozo en su conjunto. En cambio, en los "nanogranos" o nanoestructuras de dimensiones de cien a mil veces inferiores, constituidas por un número relativamente pequeño de átomos (de decenas a miles), las propiedades dependen mucho más las superficies que limitan a estos nanogranos que ejercen una influencia notable sobre el conjunto de los átomos del agregado. Si los nanogranos se agregan para constituir un sólido nanoestructurado, los bordes de grano representan alrededor del 50 % del volumen del sólido. Así, a igual composición química, el sólido constituido por estos agregados tiene propiedades distintas a las que tiene el agregado policristalino normal (Cho, 2003).

Una de las aplicaciones más relevantes del uso de nanomateriales son las cerámicas nanoestructuradas, las cuales poseen tenacidad mayor a sus antecesoras duras y frágiles. Los metales nanoestructurados pueden presentar una resistencia mecánica 4 a 5 veces mayor que la de los mismos metales en su forma microcristalina habitual (Bowen, 2002) los catalizadores, ampliamente utilizados en la industria química, petroquímica, farmacéutica y de sistemas de reducción de la contaminación ambiental, cuando están constituidos por nanoestructuras tienen una reactividad más elevada que la que presentan los catalizadores normales, y pueden conferir también

propiedades catalíticas a materiales menos costosos; los nanocompuestos poliméricos, además de ofrecer una extraordinaria relación resistencia/masa, sin aumentar proporcionalmente los costos, pueden llegar a ser buenos conductores eléctricos.

El material nanoestructurado que será objeto de nuestra investigación es una aleación comercial de base hierro, desarrollada en el Instituto Nacional de Ingeniería y Ambiente de Idaho (INEEL) denominada “Super High Steel 717”

## **1.6 LA ALEACIÓN SHS 717**

La aleación SHS 717, es un material desarrollado especialmente para el Rociado Térmico, su fabricante, *The Nanosteel Company*, presenta pocos detalles sobre su fabricación debido a secretos industriales. Sin embargo existen algunas publicaciones por parte del INEEL que dan una idea de los procesos involucrados en la fabricación de la misma. Los elementos que la componen se presentan en la Tabla 1.1, sin embargo su proporción en masa no esta definida con precisión. SHS 717 es una aleación de formación amorfa producida por técnicas de atomización. Sus creadores, afirman que al ser rociada térmicamente, presenta una microestructura mixta que consiste en fases vitreas con trazas de granos de dimensiones nanométricas.

Material	Porcentaje en Masa
Hierro	Balance
Cromo	< 20%
Molibdeno	< 5%
Tungsteno	< 10%
Carbono	< 2%
Manganeso	< 5%
Silicio	< 2%
Boro	< 5%

Tabla 1.1 Elementos constituyentes de la aleación SHS717 con sus respectivas proporciones en masa aproximadas

También aseveran que al ser calentados por periodos cortos de tiempo a una temperatura por el orden de los 625 °C, la microestructura devitrificará, transformándose en una estructura nanocompuesta. Este tratamiento térmico es solo necesario si se quiere maximizar la dureza del recubrimiento.

Siendo la composición química el parámetro determinante en la microestructura de una aleación, las condiciones específicas de temperatura y tiempo, en las cuales un cristal desvitrifica, determinan el desarrollo de la misma. La recuperación, relajación, cristalización y re-cristalización de una estructura amorfa, base hierro, son procesos fundamentales en la obtención de materiales nanoestructurados con propiedades específicas (Branagan et al. 2003)



La aleación es obtenida a partir de materias primas de alta pureza, las cuales son fundidas y mezcladas. La mezcla es luego sometida a un proceso de atomización (Fig. 1.7) en el cual se inyecta la mezcla fundida a un chorro presurizado de gas, el cual instantáneamente enfría las partículas atomizadas solidificándolas a la estructura descrita con anterioridad.



Figura 1.7 Atomización por chorro de gas (tomado del INEEL)

## 1.7 DISEÑO EXPERIMENTAL

En todas las áreas del saber es necesario realizar experimentos para comprender mejor la influencia de sistemas, procesos o variables entre si. Un experimento es literalmente una prueba o ensayo. El experimento diseñado se define como una prueba, o serie de pruebas en las cuales se inducen cambios deliberados en las variables de entrada de un proceso o sistema, de tal manera que sea posible observar e identificar las causas de los cambios en la respuesta de salida (Montgomery, 1991)

El modelaje del comportamiento de un proceso o sistema, consiste en una combinación de variables que transforman una entrada en una salida modificada con una o más respuestas observables. Las variables estudiadas pueden consistir no sólo en valores numéricos cuantificables, sino también en grupos de personas, máquinas, métodos o cualquier otro recurso utilizado para el proceso.

En el modelo de la Figura 1.8 se observa el concepto descrito previamente, en el que algunas variables del proceso ( $x_1, x_2 \dots x_p$ ) son controlables, mientras que otras ( $z_1, z_2 \dots z_p$ ) son incontrolables, pero deben ser al menos cuantificables para darle validez a la prueba.

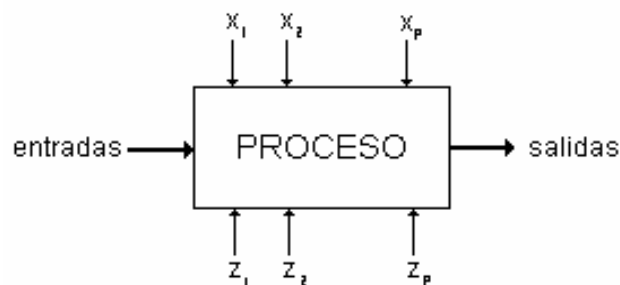


Figura 1.8 Modelo general de un proceso o sistema (tomado de Montgomery, 1991)

El diseño de un experimento es un proceso que debe ser realizado con un estudio profundo de la situación estudiada, con el objeto de evitar inconsistencias en los resultados obtenidos. El investigador debe, al diseñar un experimento hacerse preguntas como: ¿Los grupos a evaluar escogidos son de nuestro interés potencial y cubren toda el área utilidad? ¿Existen factores externos que pueden afectar nuestros resultados significativamente? ¿Qué métodos de recopilación y análisis de información deben ser utilizados? ¿Las diferencias entre resultados obtenidos deben considerarse importantes, o solo producto circunstancias aleatorias? Los métodos de

diseño experimental poseen infinidad de aplicaciones prácticas en la ingeniería, como lo son las mejoras en el rendimiento de procesos, disminución de la variabilidad en los resultados finales, reducciones en tiempo de desarrollo, etc. Consecuentemente, la aplicación de estas metodologías se sustenta en sus comprobados resultados para lograr la reducción de costos.

Para obtener conclusiones significativas y objetivas en el análisis de los datos es necesario utilizar un enfoque estadístico, dado que éste es el único que permite considerar cualitativamente los errores experimentales del estudio. Existen dos principios básicos para el diseño de un experimento objetivo: la obtención de replicas y la aleatorización.

La importancia de la obtención de replicas radica en la necesidad de estimar el grado de error experimental. Si el número de replicas es demasiado bajo, o se trabaja con un solo valor por cada grupo estudiado, puede ser imposible determinar si las diferencias obtenidas son producto de contrastes entre las variables escogidas o, por el contrario, son el producto de errores experimentales, tales como mediciones incorrectas o imprecisiones en algunas etapas del experimento.

La aleatorización del diseño consiste en evitar seleccionar con un orden específico, la asignación del material experimental, así como los distintos estudios realizados. La importancia de ésta reside en la necesidad de confirmar la suposición de que los errores experimentales son variables aleatorias, cancelando las posibles diferencias entre grupos no previstos en el diseño experimental.

Los métodos estadísticos incrementan significativamente la eficiencia de los experimentos y refuerzan conclusiones obtenidas empíricamente, pero el uso inteligente de estas técnicas requiere que el investigador tenga presente ciertos principios básicos. Uno de ellos es que la estadística no puede sustituir los conocimientos necesarios para investigar en un área determinada. En las diversas

áreas del conocimiento, para poder llegar a conclusiones precisas es necesario una formación académica y práctica para lograr explicar las relaciones últimas entre los factores y las respuestas. Es también necesario que el investigador haga todo lo posible por mantener tanto el diseño como el análisis lo más simple como sea posible, tratar de envolver demasiadas variables puede traer como consecuencia resultados contradictorios o poco significativos. Debe haber también una línea marcada entre la significación práctica y la estadística, ya que es posible encontrar diferencias significativas entre dos procesos distintos en un área de la ingeniería, pero si los costos no justifican los cambios, el resultado no es aplicable. Cuando se estudian situaciones muy complejas es muy probable que sea mas inteligente realizar el diseño experimental por etapas, un acercamiento iterativo a la solución final puede ser la alternativa mas viable.

### ***DISEÑO EXPERIMENTAL FACTORIAL***

El diseño experimental Factorial es una metodología que consiste en estudiar todas las posibles combinaciones de los niveles de factores estudiados. Los factores son las variables independientes de las cuales queremos determinar la influencia sobre el proceso. Las variables que indican la respuesta del proceso son conocidas como variables dependientes. En el diseño factorial, cada una de las posibles combinaciones de niveles de factores posibles es conocida como tratamiento.

Los diseños experimentales factoriales suelen ser denominados de la forma  $x^y$  donde “y” es el numero de factores a analizar y “x” el numero de niveles en los cuales se decide estudiar los factores, por consiguiente, el valor  $x^y$  es equivalente al numero de tratamientos posibles.

Por ejemplo, estudiar la influencia de la presión y temperatura en una reacción química, podríamos, dichos valores serian los factores del diseño. Si escogemos

valores de presión de 50 y 100 y 150 Psi, y temperaturas de 100, 200 y 300 °C, tendríamos un diseño factorial  $3^2$ , con 2 factores (P y T) y tres niveles cada uno, lo que resulta en 9 tratamientos distintos.

## 1.8 ANÁLISIS DE VARIANZA

El análisis de Varianza es una prueba estadística que evalúa si las diferencias entre promedios de dos o mas grupos son debidas al azar, o a diferencias significativas en el tratamiento de los mismos. Si tenemos una cantidad “n” de muestras, como por ejemplo, bloques de concreto que han sido fabricados con distintos tipos de arena y a los cuales aplicamos pruebas de resistencia a la compresión, el análisis de varianza nos permite medir la probabilidad de que los resultados de las pruebas sean producto de errores experimentales, o que las diferencias de la arena utilizada tengan un efecto significativo en la resistencia del bloque.

Para explicar la metodología, supongamos que tenemos k tratamientos, aleatorios e independientes, cada uno con n cantidad de muestras. Los distintos tratamientos pueden ser combinación de la variación de uno o más parámetros de las muestras. Un claro ejemplo es el diseño experimental factorial, donde la denominación  $x^y$  indica el número de tratamientos (k). Con esta cantidad de muestras y tratamientos, existen dos maneras independientes de estimar la varianza de la población ( $S^2$ )

A) Una llamada varianza dentro de los grupos o residual (ya que sólo contribuye a ella la varianza dentro de las muestras) habitualmente representada por MSE (Mean Square Error) o MSW (Mean Square Within) que se calcula como la media de las k varianzas muestrales (cada varianza muestral es un estimador centrado de  $S^2$  y la media de k estimadores centrados es también un estimador centrado y más

eficiente que todos ellos). MSE es un cociente: al numerador se le llama suma de cuadrados del error y se representa por SSE y al denominador grados de libertad por ser los términos independientes de la suma de cuadrados.

B) Otra llamada varianza entre grupos o explicada (sólo contribuye a ella la varianza entre las distintas muestras) representada por MSA o MSB (Mean Square Between). Se calcula a partir de la varianza de las medias muestrales y es también un cociente; al numerador se le llama suma de cuadrados de los tratamientos (se le representa por SSA) y al denominador (k-1) grados de libertad.

Si los tratamientos tienen un efecto significativo, se espera que la varianza explicada sea grande en comparación con la varianza residual.

Definimos los siguientes términos para un número k de tratamientos y  $n_{(k)}$  muestras por k-ésimo tratamiento y n muestras en total:

$$\bar{X}^{(k)} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i^{(k)}}{n}$$

Como la media empírica del k-ésimo tratamiento. Ec. 8

$$\bar{V}^{(k)} = \frac{\sum_{i=1}^n \left( x_i^{(k)} - \bar{X}^{(k)} \right)^2}{n-1}$$

Es la varianza empírica del k-ésimo tratamiento. Ec. 9

$$\bar{X} = \sum_{j=1}^k \sum_{i=1}^{n_{(j)}} x_i^{(j)}$$

Es la media global de la muestra Ec. 10

$$V_{intra} = \sum_{h=1}^k \left( \frac{n_{(h)}}{n} \times V^{(h)} \right)$$

Es la media de las varianzas (MSE), o varianza residual (intra-clases) Ec. 11

$$V_{inter} = \sum_{h=1}^k \frac{n_{(h)}}{n} \left( \bar{X}^{(h)} - \bar{X} \right)^2$$

Es la varianza de las medias (MSB), o varianza explicada (inter clases) Ec. 12

Sabemos que:

$$S^2 = V_{intra} + V_{inter} \text{ Ec. 13}$$

Donde  $S^2$  es la varianza global de la muestra. Los resultados de un ANOVA se suelen representar en una tabla como la siguiente:

<b>Fuente de Variación</b>	<b>SS (Suma de Cuadrados)</b>	<b>DF (Grados de Libertad)</b>	<b>MS (Media de Cuadrados)</b>	<b>Relación F</b>	<b>P</b>
<b>Inter.- grupos o tratamientos</b>	<b>SSB</b>	<b>k-1</b>	<b>SSA/(k-1)</b>	<b>MSB/MSE</b>	<b>P</b>
<b>Intra-grupos o Error</b>	<b>SSE</b>	<b>(n<sub>(k)</sub>-1)k</b>	<b>SSE/k(n<sub>(k)</sub>-1)</b>		
<b>Total</b>	<b>SST</b>	<b>kn<sub>(k)</sub>-1</b>			

Tabla 1.2 Representación típica de un análisis de varianza

El test ANOVA consiste, en probar o rechazar la hipótesis nula de la igualdad de las medias grupales, que se expresa como:

$$H_0 : m_1 = m_2 = \dots = m_k \text{ Ec. 14}$$

La probabilidad de que la hipótesis sea cierta, es expresada por el valor P o valor de significancia estadística. Mientras mas cercano sea P a 1, mas probable sea que las diferencias intergrupales sean debidas al azar, y mientras sea más cercano a 0, las dichas diferencias serán claramente producto de las diferencias entre tratamientos. El valor de P es función directa de los grados de libertad y el cálculo del valor de F, puede ser realizado por diversos métodos dependiendo de las herramientas disponibles. Muchos paquetes estadísticos (como por ejemplo systat) calculan directamente el valor, mientras que existen métodos más laboriosos cuando no se tienen herramientas computacionales, nosotros no explicaremos dichos métodos debido a que se escapa de los alcances de nuestro trabajo.

La selección del valor del P, a partir del cual los resultados serán clasificados como poco significativos es un valor arbitrario, que debe ser definido previo a la aplicación del análisis, el valor acostumbrado en diversas ramas de las ciencias básicas e ingeniería para que los resultados sean considerados significativos es  $P=0,05$  aunque este valor no debe ser tomado con mucha rigidez dependiendo del experimento a analizar.

En los casos en que las diferencias entre tratamientos estudiadas, sean debido a variaciones de distintos parámetros o diferencias grupales en las muestras, el análisis de varianza es comúnmente denominado Multianálisis de Varianza o MANOVA, a diferencia del ANOVA, el cual es usado en casos en los cuales las diferencias entre tratamientos sean debidas a la modificación de un único parámetro o característica grupal de la población.

## **1.9 MÉTODO DE LAS SUPERFICIES DE RESPUESTA.**

La metodología de superficies de respuesta, también conocida como MSR o RSM por sus siglas en ingles consiste en una serie de técnicas matemáticas y



estadísticas para estudiar y modelar sistemas en los cuales una o varias respuestas de interés son influenciadas por diversas variables. El MSR es comúnmente utilizado en ingeniería con los siguientes objetivos:

- Optimizar parámetros de operación de procesos
- Identificar los puntos débiles en la operación sistemas complejos
- Obtener productos o procesos menos influenciados por factores externos no controlables

El método de las superficies de respuesta esta fundamentado, en que la respuesta de un proceso o sistema a las variables que lo afectan pueden ser descritas de la siguiente forma:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_n) + e \quad \text{Ec.15}$$

donde:  $y$  representa la respuesta del sistema o variable dependiente,  $x$  representa las variables de entrada o variables independientes, y  $e$  representa el ruido o error observado.

La superficie de respuesta obtenida es usualmente graficada en función de las variables independientes, ya sea como una superficie sólida en un espacio tridimensional o como contornos de dicha superficie, en los cuales líneas de respuesta constante representan una altura específica de la variable dependiente.

En la mayoría de los problemas en los cuales se aplica el MSR, la forma de la relación entre la respuesta y las variables independientes se desconoce. Por ello, el primer paso en la MRS consiste en determinar una aproximación apropiada a la relación funcional real entre la variable dependiente y las independientes.

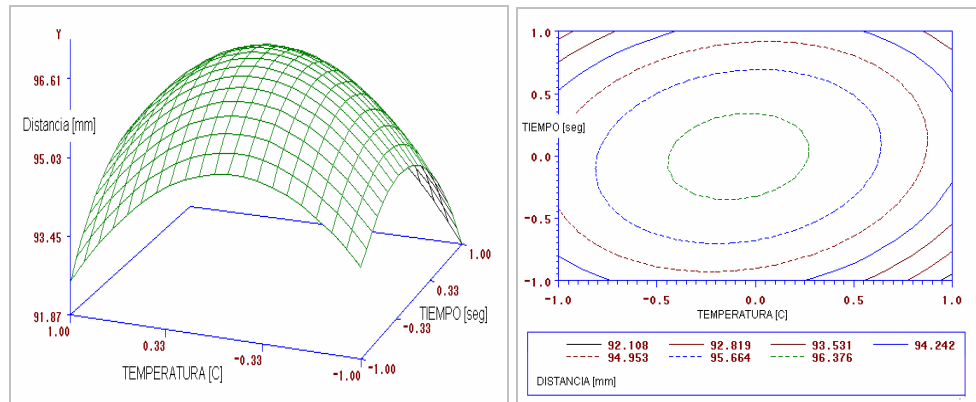


Figura 1.9 graficación típica de superficies de respuesta

Es común la utilización de un polinomio de orden bajo sobre alguna región de variables independientes de la región de variables. Si la respuesta es descrita adecuadamente por una función lineal de las variables independientes, la función de aproximación es el modelo de primer orden:

$$y = \mathbf{b}_0 + \mathbf{b}_1x_1 + \mathbf{b}_2x_2 + \dots + \mathbf{b}_n x_n + \mathbf{e} \quad \text{Ec.16}$$

Si existen curvaturas en el sistema, son utilizados polinomios de mayor grado, siendo el de segundo el más común de estos

$$y = \mathbf{b}_0 + \sum_{i=1}^k \mathbf{b}_i x_i + \sum_{i=1}^k \sum_{\substack{j=1 \\ j < i}}^k \mathbf{b}_{ij} x_i x_j + \mathbf{e} \quad \text{E. 17}$$

Las aproximaciones polinomiales constituyen un modelo usualmente restringido a regiones relativamente pequeñas del dominio de las variables independientes, pero estas restricciones deben ser lo suficientemente amplias como para incluir a todas las áreas con posibilidad de presentar la respuesta óptima del sistema. El MRS es comúnmente utilizado como técnica secuencial, sobretodo en los casos en los que la ubicación del punto óptimo es completamente desconocida, o se espera que este lejos de los puntos de operación actuales. La aplicación secuencial

consiste en utilizar primero un polinomio de primer orden, que guíara al experimentador hacia las cercanías del punto óptimo, con un diseño experimental rápido y eficiente. Posteriormente se utiliza un modelo mas elaborado, como por ejemplo una superficie de segundo grado para localizar el punto óptimo con mayor precisión. Al utilizar el modelo cuadrático la superficie de respuesta encontrada por lo general cumple con una de las siguientes características:

- El punto óptimo es claramente identificable debido a que existe una superficie de respuesta óptima claramente diferenciable o pico.
- No existe un punto óptimo diferenciable dentro del área de experimentación, pero existe una superficie casi plana con tendencia hacia una dirección, este tipo de superficie es conocida como ladera.

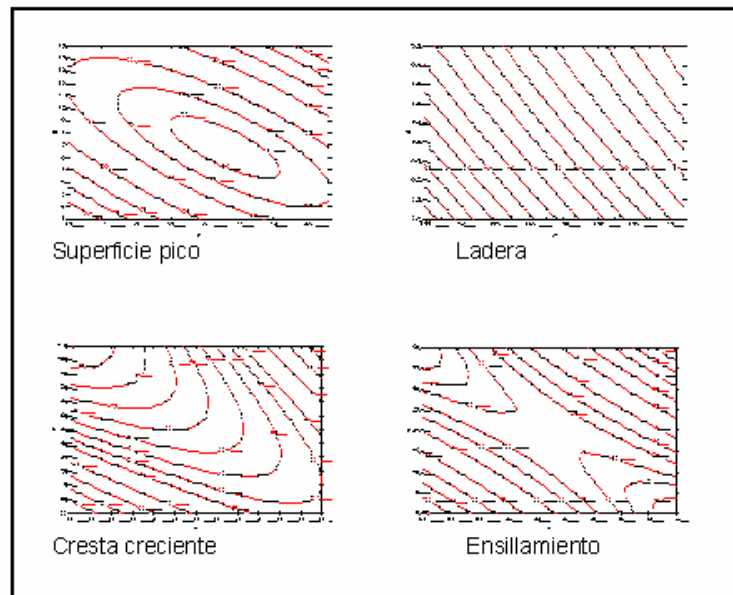


Figura 1.10 clásicas superficies de respuesta de segundo grado

- Tampoco existe un punto óptimo diferenciable, pero la tendencia es mucho más clara que en la ladera, debido a la forma elíptica de las líneas de contorno de la superficie.
- Existe un punto de respuesta que cumple con la definición matemática de máximo o mínimo (el plano tangente al mismo es normal al eje z) pero debido a la geometría de la superficie es claro que este punto corresponde solo a una singularidad local, dichos puntos son conocidos como puntos de ensillamiento.
- En la figura 1.10 se observan las cuatro respuestas clásicas listadas anteriormente.

## CAPÍTULO II: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

El procedimiento realizado puede ser dividido en seis etapas principales, las cuales presentamos a continuación mediante un diagrama de flujo (Figura 2.1)

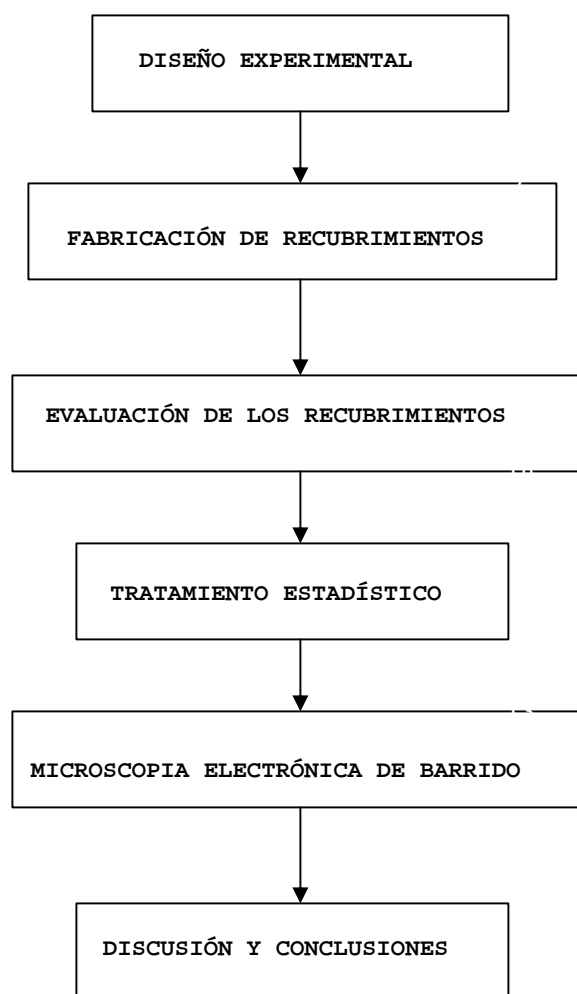


Figura 2.1 diagrama de flujo de la metodología experimental utilizada

## 2.1 DISEÑO DE LOS EXPERIMENTOS

Para cumplir con nuestro objetivo principal, la optimización de los parámetros de aplicación, decidimos evaluar la respuesta de los recubrimientos en dos parámetros fundamentales en el desempeño de elementos de máquina. El primero fue la resistencia al desgaste abrasivo, la cual es cuantificada siguiendo la norma ASTM G65-C. El segundo, la dureza del recubrimiento, fue evaluada mediante un ensayo de microdureza vickers, siguiendo la norma ASTM E384-89. La microscopia electrónica de barrido, debido a sus altos costes no fue aplicada a todos los tratamientos del estudio, solo a algunos casos específicos.

Los parámetros a ser evaluados fueron escogidos en base a un estudio de la literatura disponible, datos suministrados por Nanosteel Co. y las sugerencias del personal de PLASMATEC, que tiene una amplia experiencia práctica en la aplicación de recubrimientos por rociado térmico. Gil (2002) encontró que los parámetros mas significativos en la optimización de recubrimientos base níquel por HVOF fueron la relación oxígeno/combustible y la distancia de rociado. La significancia de la velocidad de alimentación fue pequeña comparada con los parámetros anteriores, aunque fue el 3er parámetro mas significativo estudio. Nanosteel Co. publica en su pagina web datos sobre algunos estudios realizados para encontrar la mejor distancia de rociado (pero no para la mejor velocidad de alimentación ni relación oxígeno/Combustible). En la opinión de PLASMATEC, la distancia de rociado es un parámetro muy influyente, pero ya esta muy bien documentado, así que no consideraron de importancia estudiar su influencia sobre el SHS 717.

Todas estas consideraciones nos llevaron a la escoger la relación oxígeno/combustible (que llamaremos F de ahora en adelante) y la velocidad de

alimentación del material, como los parámetros a optimizar en la aplicación de HVOF en nuestro trabajo de investigación.

Para la escogencia de los parámetros a modificar en el rociado por arco eléctrico, la distancia de rociado fue también descartada por razones similares que en HVOF. La presión del gas de transporte fue confirmada tanto por la literatura como por la experiencia de práctica de PLASMATEC como un parámetro significativo en la calidad del sustrato, debido a que esta controla la velocidad de impacto. Para variar la potencia del arco, pueden variarse el amperaje o el voltaje del equipo (o los dos simultáneamente). Se descartó la posibilidad de variar los dos simultáneamente debido a que esta decisión ampliaría la matriz del diseño demasiado, haciendo el estudio impráctico. La literatura disponible no marcaba una distinción de cual variable es más significativa. En la experiencia de PLASMATEC el amperaje es la variable más significativa. Esta suposición se justifica, debido que la diferencia de potencial o voltaje asegura la ionización del aire para la formación del arco, pero el amperaje es la medida real de flujo eléctrico. Todo esto confirma la decisión de utilizar el amperaje como segunda variable.

Nanosteel Co. recomienda una serie de parámetros para la aplicación del rociado, pero en la experiencia de PLASMATEC, los parámetros recomendados por los fabricantes de material para rociado térmico no siempre presentan los mejores resultados. Esta diferencia puede ser explicada por las distintas características de los equipos, la calidad del combustible, e incluso, la falta de un estudio estadístico por parte del fabricante, para asegurar que los parámetros que recomienda son óptimos. Teniendo en cuenta todas estas consideraciones los parámetros recomendados fueron tomados como niveles centrales para el diseño del experimento. La Tabla 2.1 indica los parámetros recomendados por el fabricante para la aplicación del termorrociado por HVOF y Arco Eléctrico:

HVOF		Arco Eléctrico	
F	1,1	Amperaje [A]	200
Velocidad de Alimentación de los Polvos [gr/min]	60-70	Presión de Aire [PSI]	70
Distancia de Rociado [in.]	14	Voltaje [volt]	33
Presión de Nitrógeno [PSI]	55-60	Distancia de Aplicación [in.]	5
Velocidad Transversa de Aplicación [mm/seg]	600	Velocidad Transversa de Aplicación [mm/seg]	600
Caudal de Nitrógeno [stft <sup>3</sup> /hr]	16		

Tabla 2.1 Parámetros de Deposición Recomendados (tomado de Nanosteel Co.)

Otra decisión importante para definir el diseño experimental, fue la de utilizar 3 niveles de variación en los parámetros. Algunos autores, como Gil (2000) utilizaron 2 niveles de variación, otros como Quiao et al. (2003) Trabajaron con 3 niveles de variación de los parámetros estudiados. Otros autores, como Jadin et. Al (2002) variaron sus niveles de trabajo con 2 ó 3 parámetros dependiendo de la variable a utilizar. Nuestra decisión de utilizar 3 niveles de variación se justifico gracias al principio de que, mientras más niveles de trabajo son escogidos, un estudio mas



representativo del comportamiento del proceso es obtenido, y por ende la significancia de los resultados es mayor, pero, tampoco es correcto escoger demasiadas variaciones en los parámetros (como es el caso de Swank, 1994) porque la matriz experimental sería demasiado grande y costosa.

El diseño experimental obtenido fue de  $3^2$ ; ya que escogimos 2 factores en cada método de rociado, con tres niveles de variación cada uno. La última decisión respecto a la planificación experimental, fue el nivel de variación de los parámetros respecto a los niveles centrales recomendados por el fabricante. La tabla 2.2 presenta algunos valores de parámetros utilizados por algunos trabajos anteriores, los cuales sirvieron como referencia para definir nuestros niveles de trabajo.

Autores	Año	Material de Rociado	Parámetro Variado	Rango de Variación
Qiao et al.	2003	WC-Co nanoestructurado	F	0.8 a 1.2
Drzeniek et al	1988	Aleación FeCrC	Amperaje	100-250
Drzeniek et al	1988	Aleación FeCrC	Presión de Aire	40 a 80 PSI
Jadin et al	2002	Acero al 0.8% C	Amperaje	35 a 350 Amper
Jadin et al	2002	Acero al 0.8% C	Presión de Aire	40 a 75 PSI

Tabla 2.2 algunos ejemplos de variación de parámetros de deposición

En la opinión de PLASMATEC, los parámetros debían ser variados en un 25% sobre su nivel central. El estudio de la literatura disponible, junto con la recomendación de PLASMATEC, nos condujo a un diseño observado en las tablas número 2.2-A y 2.2-B. Los parámetros fijos (distancia de rociado, velocidad transversal de aplicación, voltaje etc.) fueron escogidos según las recomendaciones del fabricante.

HVOF		
Tratamiento numero	F	Velocidad de Alimentación de los Polvos [gr/min]
1	0,9	73
2	0,6	73
3	1,2	73
4	0,9	90
5	0,6	90
6	1,2	90
7	0,9	50
8	0,6	50
9	1,2	50

Tabla 2.2-A Diseño experimental  $3^2$  para la optimización del rociado por HVOF

<b>Arco Eléctrico</b>		
<b>Tratamiento numero</b>	<b>Corriente [A]</b>	<b>Presión de Aire [PSI]</b>
<b>1</b>	<b>140</b>	<b>75</b>
<b>2</b>	<b>140</b>	<b>50</b>
<b>3</b>	<b>140</b>	<b>95</b>
<b>4</b>	<b>180</b>	<b>75</b>
<b>5</b>	<b>180</b>	<b>50</b>
<b>6</b>	<b>180</b>	<b>95</b>
<b>7</b>	<b>250</b>	<b>75</b>
<b>8</b>	<b>250</b>	<b>50</b>
<b>9</b>	<b>250</b>	<b>95</b>

Tabla 2.2-B: Diseño experimental  $3^2$  para la optimización del rociado por arco eléctrico

## 2.2 FABRICACIÓN DE LAS PROBETAS

El material seleccionado como sustrato fue acero AISI 1020. La decisión fue tomada debido a que podría existir un interés tecnológico en conferir propiedades superiores a este material que se caracteriza por su resistencia pobre al desgaste, corrosión y fatiga.

Debido a limitaciones económicas y disponibilidad de material, se realizó una modificación del tamaño de las probetas para el ensayo de abrasión. El tamaño original (dictado por la norma ASTM G65-C) fue reducido al tamaño que indica la norma para ensayos erosivos G76-83. Rojas y Suárez (2003) comprobaron que esta reducción del tamaño es viable, debido a que la huella resultante del ensayo de abrasión era de dimensiones suficientemente pequeñas para utilizar las probetas de ensayo erosivo. Para ajustar las probetas reducidas a la máquina de ensayo de abrasión, se utilizó un porta muestra diseñado para tal fin. Los ensayos de microdureza y la microscopía electrónica de barrido fueron realizados sobre probetas del mismo tamaño... La figura 2.2 muestra el tamaño de las probetas utilizadas.

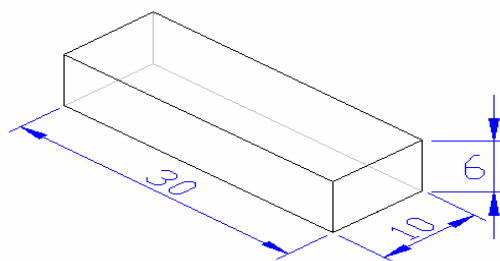


Figura 2.2 medidas de las probetas en mm

### 2.3 PREPARACIÓN SUPERFICIAL DE LAS PROBETAS

Para garantizar resultados óptimos en el proceso de rociado térmico, es necesario aplicar una serie de procedimientos rutinarios sobre el sustrato a rociar. Estos procedimientos son los siguientes:

las probetas fueron limpiadas con thinner, para garantizar una superficie libre de impurezas como grasa, aceite, polvo, entre otras

Las probetas fueron precalentadas mediante una llama oxiacetilénica hasta una temperatura aproximada de 90 °C, por un tiempo aproximado de período de 1 min. para garantizar la eliminación de la humedad en la superficie de las mismas (ver Fig. 2.3)



Figura 2.3 Precalentado de las muestras

Posteriormente las probetas fueron sometidas a un proceso de granallado con alúmina grit # 24 a una presión de 60 PSI (415 kilo pascal). El granallado fue realizado para garantizar una superficie de sustrato lo suficientemente rugosa para garantizar el anclaje mecánico entre este y el material de rociado. Nanosteel Co. recomienda la utilización de alúmina grit # 24 para asegurar una distribución

adecuada de la rugosidad. La alúmina disponible en PLASMATEC no contaba con dicha característica, por lo que fue necesario utilizar una tamizadora industrial (Fig. 2.4) para separar la alúmina y retener solo el tamaño de grano deseado. La norma comercial CS 271-65 del departamento de comercio de los estados unidos, indica que una malla de tamizado grit # 24 debe tener las dimensiones especificadas en la tabla 2.3.

Grit #	Pulgadas			Micrómetros		
	Media	Máximo	mínimo	Media	Máximo	mínimo
24	0.027	0.043	0.018	686	1092	457

Tabla 2.3 conversión de numero de grit a tamaño promedio de partícula



Fig. 2.4 Tamizadora Industrial

## 2.4 CALIBRACIÓN DE LOS INSTRUMENTOS.

Los instrumentos presentes en los equipos de Plasmatec ingenieros, debieron ser calibrados previamente a la realización del termorrociado, debido a que estos fueron instalados con fines meramente industriales, lo que dificulta su utilización para procedimientos en los cuales se requieren medidas precisas de flujo. Los instrumentos calibrados fueron los siguientes:

**Tornillo de alimentación de material de recubrimiento:** Este dispositivo, que es parte de la pistola JP 5000 para HVOF, tiene la particularidad de expresar la tasa de alimentación de material, no en unidades de flujo másico, si no en las revoluciones por minuto con que gira el mecanismo de alimentación. Fue necesario entonces realizar pruebas en las cuales se alimentaba material a un recipiente por 1 minuto, y cuantificar la cantidad de masa depositada por unidad, todo esto en función de distintas R.P.M. de trabajo.

**Flujómetro de Kerosén:** Este flujómetro presenta la problemática de que las medidas indicadas no coinciden con las reales. Fue necesario determinar la medida real del instrumento, alimentando un cilindro graduado con kerosén por periodos de un minuto, determinando el volumen de fluido depositado. Esto permitió obtener la medida real de flujo en relación a la lectura del instrumento.

**Flujómetro de Oxígeno:** Este equipo, de funcionamiento similar al de Kerosén, tiene la particularidad, que es posible determinar la medida real del flujo gracias a la literatura suministrada por el fabricante, por lo cual no fue necesario realizar ninguna prueba. Sin embargo, debido a que la lectura es diferente a la medida real de flujo, y es función de la presión de alimentación de oxígeno, fue necesario calcular los diversos valores requeridos para distintas presiones de alimentación, todo esto en función de los 1900 pies<sup>3</sup> estándar/hr.

No fue necesario calibrar ninguno de los instrumentos de la pistola de rociado por arco eléctrico. Posterior a todos los procedimientos previos de preparación de las muestras y calibración de instrumentos, se procedió a realizar el termorrociado de las piezas según el diseño experimental establecido. El rociado por HVOF se realizó utilizando una pistola Tafa JP-5000 (Figura 2.5-A) y el rociado por arco eléctrico utilizo también una pistola Tafa, modelo 8830 (Figura 2.5-B)

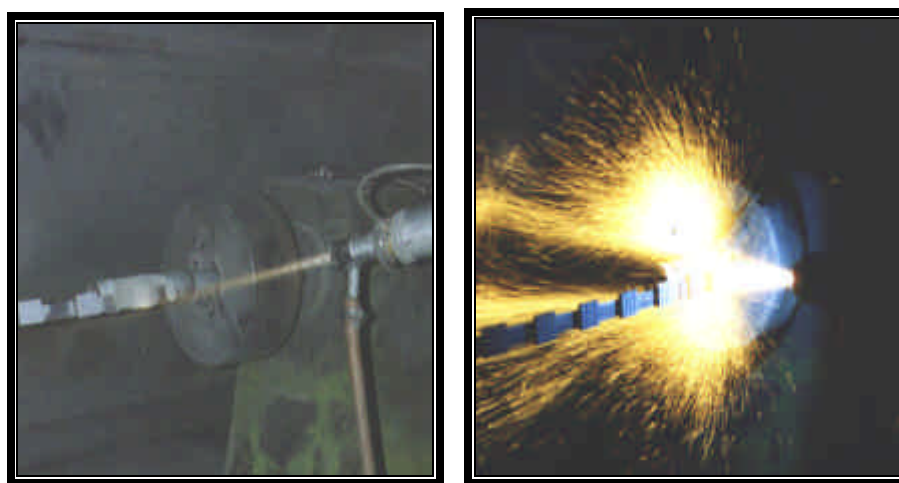


Figura 2.5-A: Rociado Térmico por HVOF.      Figura 2.5-B: Rociado Térmico por Arco Eléctrico.

## 2.5 RECTIFICADO

Posterior al Rociado, las probetas fueron rectificadas utilizando una rectificadora marca Doall, modelo DH-616 (Figura 2.6) para garantizar el acabado superficial requerido para los ensayos posteriores. Algunas de las probetas recubiertas con el método de HVOF presentaron desprendimiento total del recubrimiento, lo cual será analizado en el siguiente capítulo.





Figura 2.6 rectificadora Doall modelo DH-616

## 2.6 ENSAYO DE ABRASIÓN

El ensayo de Abrasión fue realizado en el banco de prueba de la escuela de ingeniería mecánica fabricado por Pinto (1999) según la norma ASTM G-65. La norma requiere que las probetas posean una rugosidad superficial de menor a  $0,8 \mu\text{m}$  la cual es asegurada con la preparación previa ya expuesta. También es requerido que las probetas estén completamente limpias y secas

La arena utilizada para el ensayo debe cumplir con las condiciones de humedad y granulometría de la norma AFS 50-70, para asegurar dichas condiciones se realizaron dos estudios

Para garantizar que la humedad de la arena estuviese en un intervalo menor al 0,5% se tomó una muestra de 100 g, la cual fue horneada a una temperatura de  $120 \text{ }^\circ\text{C}$  por 1 hora, la pérdida de masa debido al horneado fue de 0,2 g, siendo menor a la establecida por la norma.

La arena utilizada fue la misma adquirida por González y Estévez (2003). No fue necesario verificar que la Granulometría estuviese dentro de los parámetros establecidos por la norma.

Fue también requerido verificar que el flujo de arena en la maquina estuviese dentro del intervalo de 200 a 300 g/min. Como establece la norma. Se realizaron 3 medidas de flujo arena por un minuto, todas las medidas estuvieron dentro del nivel requerido y se obtuvo un promedio de 270 g/min.

La norma ASTM G-65 tiene diversas variantes dependiendo de la carga aplicada y el tiempo de ensayo. El tipo de ensayo seleccionado fue el ASTM G-65-A, de una duración de 30 minutos y una fuerza de 130 N aplicada a la muestra. La variante A fue seleccionada debido a que ésta es la utilizada comúnmente para evaluar materiales de alta resistencia al desgaste.

Después de garantizar todas las condiciones de trabajo exigidas por la norma, se procedió a realizar el ensayo en todas las muestras. La pérdida de masa debido al desgaste abrasivo fue determinada utilizando una balanza analítica marca Scientech modelo SA310 con una precisión de 0,0001g. Fue necesario un tiempo de por lo menos 30 minutos entre los ensayos para permitir el enfriamiento del disco de goma. También fue necesaria una nivelación superficial del mismo utilizando una lima.

En la figura 2.7 podemos observar la disposición interna de la máquina de ensayo de abrasión y sus componentes principales.

Los resultados del ensayo son reportados en términos de pérdida volumétrica corregida de material. Siendo el mejor material aquel que pierde menos volumen para las condiciones de carga y duración del ensayo establecidas.

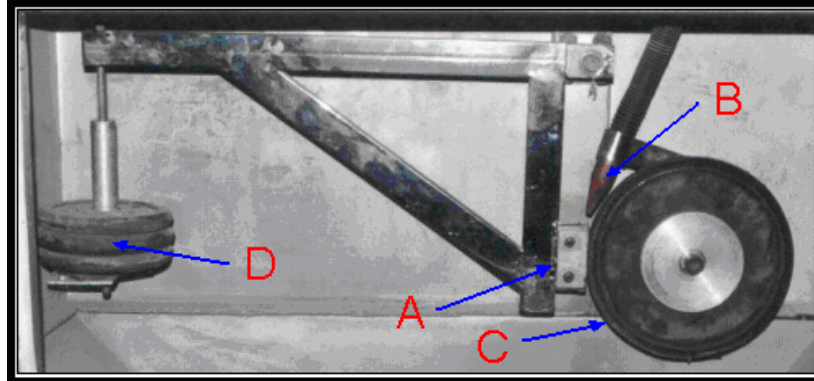


Figura 2.7 partes principales de la maquina de ensayo abrasivo: A- Porta muestras B- Boquilla de arena abrasiva C- Disco de Goma D- Pesos variables para modificar la carga

Para el cálculo de esta pérdida de volumen la norma establece las siguientes ecuaciones:

$$\Delta m_{corr} [gr] = \frac{\Delta m [gr] \cdot 228,6mm}{D_{fr} [mm]} \quad \text{Ec.18}$$

donde  $\Delta m_{corr}$  es la pérdida de masa corregida debido al ensayo de abrasión;  $\Delta m$  es la pérdida de masa medida en la muestra (masa inicial – masa final);  $D_{fr}$  es el diámetro de la rueda de goma luego de aplicar el ensayo de abrasión los 228,6 mm se refieren al diámetro original de la rueda.

$$\Delta V_{corr} [mm^3] = \frac{\Delta m_{corr} [gr]}{r [gr/mm^3]} \quad \text{Ec.19}$$

$\Delta V_{corr}$  corresponde a la pérdida de volumen corregido y  $r$  es la densidad del recubrimiento

La corrección de valores de pérdida de masa y volumen se aplica para poder definir resultados con un criterio de unicidad a pesar de las diferencias en el diámetro del disco. Las diferencias en el diámetro del disco varían la distancia de contacto del disco con la muestra en todos los ensayos. La densidad utilizada corresponde a la suministrada por el fabricante,  $\rho = 0.007501 \text{ gr/mm}^3$ . El pequeño tamaño de muestra utilizado dificultaba la determinación de la densidad del recubrimiento por métodos como inmersión del recubrimiento o la medición por vernier de las dimensiones del mismo.

## **2.7 ENSAYO DE MICRODUREZA**

El ensayo de microdureza fue dividido en dos etapas, la primera, realizada en la escuela de Ingeniería Mecánica de la UCV y la segunda, en las instalaciones del Instituto Universitario de Tecnología “Dr. Federico Rivera Palacios”. La diferencia entre las dos consistió en que en la primera, las indentaciones del ensayo fueron realizadas perpendiculares a la superficie del mismo, y se practicaron ensayos a todas las combinaciones de parámetros (excepto a las que presentaron desprendimiento de recubrimiento). El objetivo de esta etapa fue de obtener valores comparativos de microdureza entre los distintos tratamientos más que un valor real de dureza, ya que debido a la configuración del ensayo la respuesta puede ser afectada por el sustrato. Para evitar la posible interferencia del sustrato, los ensayos de la segunda etapa fueron realizados posteriores al corte de las muestras, aplicando las indentaciones perpendiculares a la cara cortada, la figura 2.8 muestra las configuraciones de indentación para las dos etapas.

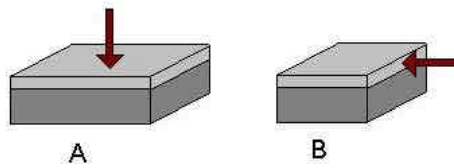


Figura 2.8-A: indentación en la primera etapa del ensayo, 2.8-B: indentación en la segunda etapa del ensayo

En la segunda etapa se ensayaron solo las muestras que presentaron mejores y peores resultados a la abrasión para los dos métodos de rociado utilizados. Se realizaron barridos de indentación en dirección del espesor del recubrimiento, y a lo largo del mismo, para evaluar las posibles diferencias entre la dirección del barrido

Las dos etapas fueron realizadas utilizando un microdurometro marca Leitz Wetzlar, en la primera, modelo Metallux (Fig. 2.10). Ambos instrumentos equipados con un indentador Vickers. La carga escogida fue de 300 HV en función de la dureza esperada del recubrimiento y con un criterio unicidad con estudios similares a recubrimientos por Rociado Térmico realizados en la UCV. El ensayo fue aplicado siguiendo la norma ASTM 384-99. El cálculo de la microdureza es realizado en base a la huella resultante de la indentación realizada, como indica la figura 2.9

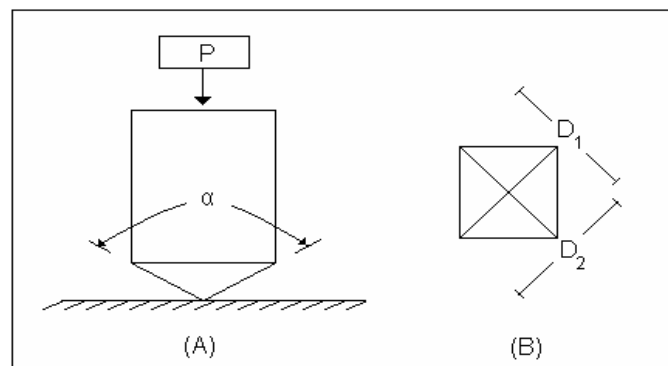


Figura 2.9-A Vista lateral del indentador vickers al realizar el ensayo de microdureza 2.9-B Esquema de la huella dejada por el indentador en la superficie ensayada

Las ecuaciones utilizadas para el cálculo de microdureza son las siguientes:

$$HV = \frac{2 \cdot P \cdot \text{sen}(a/2)}{d^2} \quad \text{Ec. 20}$$

donde  $d = \frac{D_1 + D_2}{2}$  Ec. 21,  $a = 136^\circ$  y P es la carga aplicada

sustituyendo obtenemos la siguiente ecuación para la dureza vickers

$$HV = \frac{P[\text{Kgf}] \times 1,854}{(d[\text{mm}])^2} \quad \text{Ec. 22}$$



Figura 2.10 microdurometro Leitz Wetzlar Metallux

## 2.8 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Las muestras seleccionadas para la microscopia electrónica de barrido fueron las muestras que mejores resultados presentaron para el ensayo de desgaste abrasivo, tanto para rociado por arco eléctrico como por HVOF, y las que presentaron los peores resultados. Se analizaron muestras rectificadas y muestras a las cuales se les practicó el ensayo de abrasión, para estudiar el mecanismo de desgaste.

Previo a la microscopia las muestras fueron cortadas utilizando una cortadora de disco diamantado marca Struers modelo Minitom-1, la cual asegura un corte limpio, con un mínimo de deformaciones ni aumentos significativos de temperatura de la muestra que podrían producir cambios en la microestructura.

Para un acabado superficial óptimo para la microscopia, la superficie de las muestras analizadas fue sometida a los procedimientos descritos en la tabla 2.4

PROCEDIMIENTO	EQUIPO	MARCA	MODELO
Desbaste Grueso	Desbastadora/pulidora rotativa	Struers	Labpol-21
Pulido	Desbastadora/pulidora rotativa	Struers	Labpol-5
Limpieza por Ultrasonido	Limpiador Sónico	Buehler	Ultramet-2003

Tabla 2.4 preparación superficial de las muestras para la microscopia

La microscopia electrónica fue realizada utilizando un equipo marca Philips, modelo XL30 con capacidad para ampliaciones de hasta 30000x (Fig. 2.11) el cual

permite el uso de electrones primarios para contrastes composicionales, o electrones secundarios para topografías de superficie. También es posible la aplicación de Espectroscopia por Dispersión en Energía de Rayos X para identificar primero la naturaleza elemental de la muestra estudiada y luego de una forma semi-cuantitativa estimar su porcentaje en peso.



Figura 2.11 Microscopio Philips XL



## CAPÍTULO III: ANÁLISIS DE RESULTADOS

### 3.1 ANÁLISIS DEL ENSAYO DE ABRASIÓN

En la figuras 3.1 y 3.2 pueden observarse los resultados obtenidos para el ensayo de desgaste abrasivo en función de los parámetros variados tanto para rociado hipersónico como para arco eléctrico.

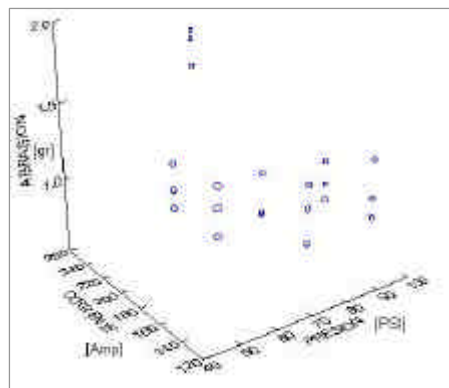


Figura 3.1 pérdida de masa corregida por abrasión en rociado por HVOF en función de los parámetros de aplicación variados

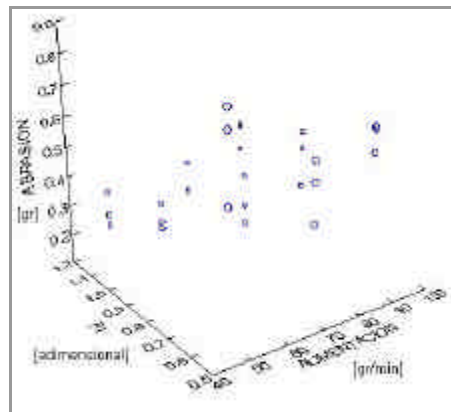
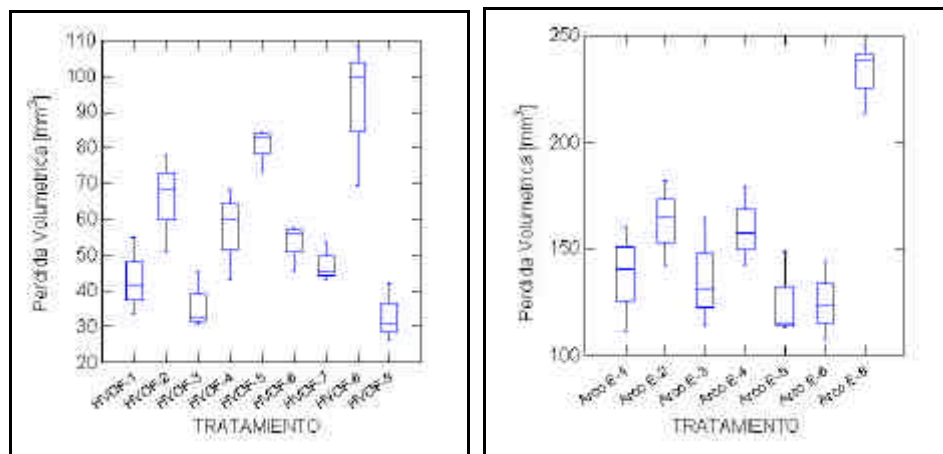


Figura 3.2 pérdida de masa corregida por abrasión en rociado por arco eléctrico en función de los parámetros de aplicación variados

Las figuras 3.3-A y 3.3-B nos indican la pérdida de volumen corregido, en función de los tratamientos aplicados. El tratamiento que presenta la mayores pérdidas para HVOF es el tratamiento 8, el cual utiliza la relación oxígeno / combustible más baja y también la menor velocidad de alimentación de material. El tratamiento que mejor respuesta tuvo al ensayo de abrasión, con una menor tasa de desgaste fue el tratamiento 9, con la mayor relación oxígeno / combustible, y también con la menor velocidad de alimentación.

Para el rociado con arco eléctrico, la mayor pérdida volumétrica obtenida correspondió al mayor amperaje aplicado, y el valor medio de presión de aire (tratamiento 8). Para los valores de alta y baja presión de aire con el máximo amperaje, el recubrimiento presentó mala adherencia y las muestras siquiera pudieron ser ensayadas debido al levantamiento del recubrimiento.



Figuras 3.3-A y 3.3-B Pérdida volumétrica corregida en función de los tratamientos aplicados

La tabla 3.1 muestra el análisis de varianza (ANOVA) de la pérdida de volumen corregida en función de los parámetros variados para HVOF con un 95% de confiabilidad. Definiendo el valor máximo de significancia estadística como 0,05, observamos que el parámetro más significativo en la variación de la respuesta a la abrasión es F, debido a que su significancia es menor a 0,001. Esta altísima influencia de F en la calidad del recubrimiento se debe a que esta variable define la

temperatura de fundición del material, y la velocidad de impacto del mismo en cierto nivel. La velocidad de alimentación de los polvos queda fuera del intervalo establecido lo que descarta estadísticamente la influencia de la misma en la calidad del recubrimiento y confirma la afirmación del fabricante de que el material es poco sensible a dicha variable. El alto valor de P en la microdureza también descarta la influencia de esta variable en la resistencia del recubrimiento a la abrasión.

La tabla 3.2 presenta el análisis de varianza en el rociado por arco eléctrico de la pérdida de volumen corregida en función de los parámetros variados. También con una confiabilidad del 95%. En este el parámetro variado más significativo es la corriente, con una significancia de 0,001. Esto se explica debido a la influencia que ejerce la corriente en la temperatura de fundición del material. El valor de P para la presión de aire (0,08) queda fuera de los límites establecidos, por lo cual su efecto no es concluyente. Esto se debe a que aunque sabemos que velocidades muy bajas producen energías de impacto insuficientes, presiones muy altas causan demasiada turbulencia en el flujo, afectando negativamente el choque de la partícula. El efecto de la microdureza se descarta por completo debido al elevado valor de P (0,544).

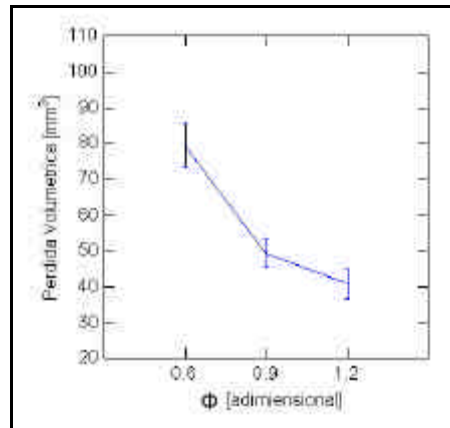
La figura 3.4 presenta el efecto de F en la pérdida de volumen corregida debido al desgaste abrasivo. La grafica demuestra la tendencia a la disminución de la misma con el aumento de la relación oxígeno / combustible, siendo el mayor nivel de F (1,2) el que presenta mejores resultados a la abrasión.

Tabla 3.1: Análisis De Varianza Para HVOF

ORIGEN	SUMA DE CUADRADOS	GRADOS DE LIBERTAD	PROMEDIO DEL CUADRADO	RELACION F	PROBABILIDAD P	PROBABILIDAD (2 Especies)
Regresión	29410.201	3	9803.4	22.446	0.000	
Residual	3824.296	11	347.698			
<b>EFFECTO</b>	<b>COEFICIENTE</b>	<b>ERROR STANDARD</b>	<b>COEFICIENTE STANDARD</b>	<b>TOLERANCIA</b>	<b>F</b>	<b>PROBABILIDAD</b>
CONSTANTE	178.072	54.945	0	.	3.241	0.008
MICRODUREZA	0.034	0.03	0.141	0.834	1.138	0.279
ALIMENTACION	0.309	0.327	0.214	0.674	1.537	0.148
F1	-137.137	26.88	-0.723	0.636	-5.102	0.000

Tabla 3.2: Análisis de Varianza Para Arvo Efectivo

ORIGEN	SUMA DE CUADRADOS	GRADOS DE LIBERTAD	PROMEDIO DEL CUADRADO	RELACION F	PROBABILIDAD P	PROBABILIDAD (2 EXTREMOS)
Regresión	161815.746	3	53938.582	6.376	0.004	
Residual	143824.421	17	8460.26			
<b>EFFECTO</b>	<b>COEFICIENTE</b>	<b>ERROR STANDARD</b>	<b>COEFICIENTE STANDARD</b>	<b>TOLERANCIA</b>	<b>T</b>	
CONSTANTE	319.283	160.548	0	.	1.989	0.063
PRESTIÓN	-2.209	1.185	-0.312	0.986	-1.864	0.08
CORRIENTE	2.243	0.556	0.679	0.976	4.034	0.001
MICRODUREZA	-0.065	0.105	-0.105	0.966	-0.62	0.544

Figura 3.4 Pérdida Volumétrica Corregida en Función de  $\Phi$ 

En la figura 3.5 se observa la pérdida de volumen corregida en función de la corriente utilizada. Observamos que el punto de menor pérdida volumétrica se encuentra en los 180 amperios, con un ligero aumento para valores menores, y otro de mayor amplitud para corrientes muy altas. Esto se explica debido a que un valor de corriente muy alta produce desprendimientos demasiado violentos del alambre, lo cual se traduce en una distribución de calor irregular con consecuencias negativas en la microestructura.

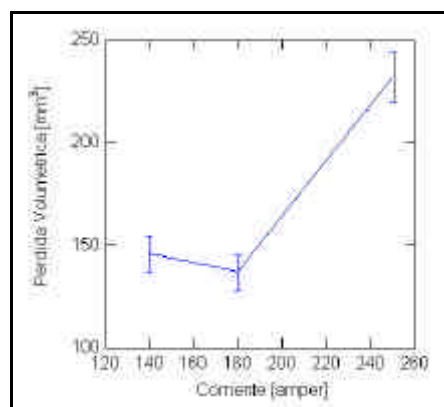


Figura 3.5 Pérdida Volumétrica Corregida en Función del Amperaje

La figura 3.6 muestra la superficie de respuesta calculada con el software mathcad® que presenta la pérdida de masa corregida por desgaste abrasivo, en

función de  $F$  y la velocidad de alimentación de los polvos. El software realiza una aproximación de una superficie de segundo orden, utilizando el método de los mínimos cuadrados.

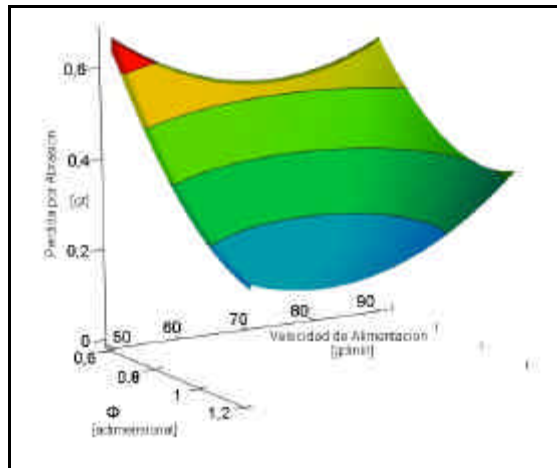


Figura 3.6 Superficie de Pérdida de Masa en función de parámetros variados en HVOF

La ecuación de la superficie aproximada es

$$Z = -2,842 \cdot X - 0,042 \cdot Y + 0,898 \cdot X^2 + 0,0002401 \cdot Y^2 + 0,01 \cdot XY \quad \text{Ec.23}$$

Donde  $X$  es  $F$ ,  $Y$  es la velocidad de alimentación y  $Z$  la pérdida de masa corregida. Los valores óptimos (mínimos) de dicha ecuación son

$$\mathbf{X = 1,2 \text{ y } Y \sim 65 \text{ gr/min}}$$

La figura 3.7 presenta una superficie calculada de la misma forma que la anterior, pero en función de la corriente y la presión de aire utilizada. Las figuras 3.6 y 3.7 fueron calculadas utilizando los datos del ensayo de desgaste abrasivo presentados en las figuras 3.1 y 3.2 respectivamente.

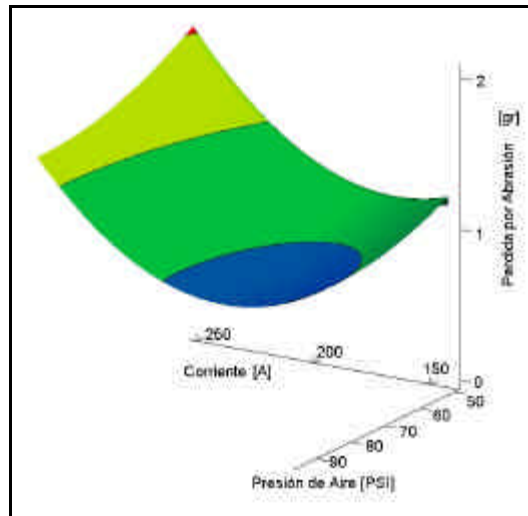


Figura 3.7 Superficie de Pérdida de Masa en función de parámetros variados en Arco Eléctrico

La ecuación de la superficie de respuesta a la abrasión en arco eléctrico es:

$$Z = -0.037 \cdot X - 0.027 \cdot Y + 1.177 \cdot 10^{-4} \cdot X^2 + 1.895 \cdot 10^{-4} \cdot Y^2 + -3.472 \cdot 10^{-5} \cdot XY \quad \text{Ec. 24}$$

donde X es la corriente, Y es la presión de aire y Z la pérdida de masa corregida. La cual optimizada resulta en los siguiente valores.

$$X \sim 175 \text{ amperios e } Y \sim 90 \text{ PSI}$$

### 3.2 ANÁLISIS DE LA MICRODUREZA

La figura 3.8 muestra una grafica de los valores de microdureza obtenidos en la primera etapa de evaluación, realizados sobre la superficie del recubrimiento. En función de los distintos tratamientos aplicados.



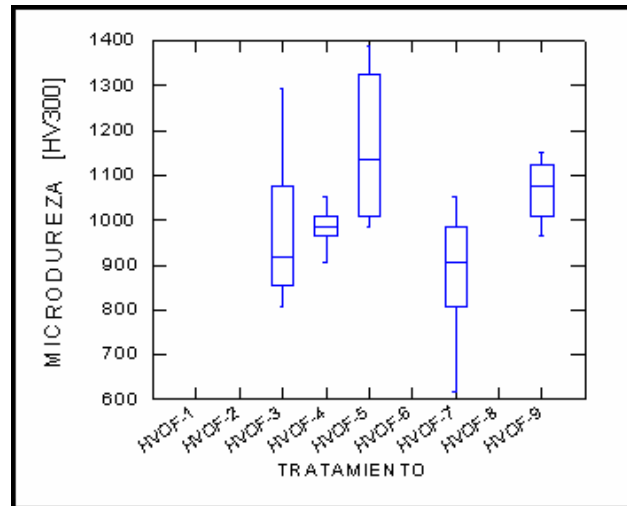


Figura 3.8 Microdureza superficial en función de los tratamientos aplicados para HVOF

La alta dispersión de los resultados obtenidos explica porque los valores de significancia encontrados descartaron su efecto en la abrasión. Esta variabilidad puede ser causada por diferencias en las fases del recubrimiento e irregularidades estructurales del mismo. En la figura 3.9 podemos observar la respuesta de la microdureza a los distintos tratamientos aplicados en el rociado por arco eléctrico:

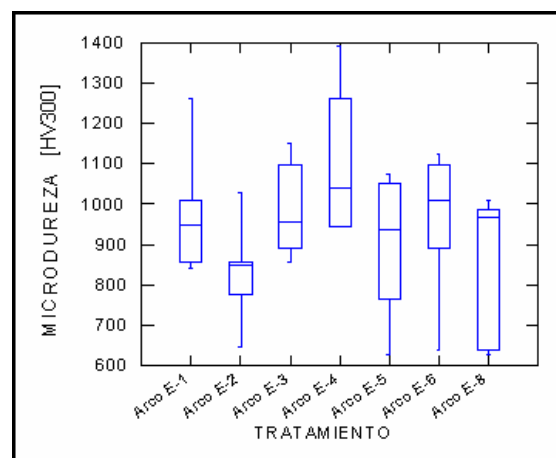


Figura 3.9 Microdureza superficial en función de los tratamientos aplicados para rociado por arco eléctrico

Los resultados de la segunda etapa del análisis de microdureza pueden ser observados en la tabla 3.3, en la cual se estudiaron los valores de las mejores y peores muestras respecto a la abrasión tanto en HVOF como en arco eléctrico, con diferentes direcciones del barrido de las indentaciones. La tabla muestra el promedio de las indentaciones realizadas para cada una de las condiciones estudiadas

<b>MUESTRA</b>	<b>ESPEJOR</b>	<b>LARGO</b>	<b>TOTAL</b>
<b>Mejor - HVOF</b>	<b>929</b>	<b>869</b>	<b>891</b>
<b>Peor - HVOF</b>	<b>937</b>	<b>865</b>	<b>909</b>
<b>Mejor - Arco Eléctrico</b>	<b>946</b>	<b>1048</b>	<b>993</b>
<b>Peor - Arco Eléctrico</b>	<b>867</b>	<b>907</b>	<b>889</b>

Tabla 3.3 Promedios de Valores de Microdureza  $HV_{(300)}$  para la segunda etapa del ensayo

La tabla 3.4 muestra los resultados del análisis de varianza de la microdureza, en función del método de rociado utilizado, la calidad de la muestra al ensayo abrasivo y la dirección del barrido de las indentaciones. En este análisis de varianza, ninguna de las diferencias entre los ensayos aplicados presenta un valor de P menor a 0,05 Lo que indica que el valor de la microdureza no es afectado significativamente por las diferencias mencionadas. El promedio de todas las indentaciones realizadas en la segunda etapa es de 924  $HV_{(300)}$ .

ORIGEN	SUMA DE CUADRADOS	GRADOS DE LIBERTAD	PROMEDIO DEL CUADRADO	RELACIÓN F	PROBABILIDAD P
RECORRIDO (Espesor/largo)	67.292	1	67.292	0.004	0.949
MÉTODO (HVOF/ArcoE.)	17007.65	1	17007.65	1.056	0.312
RESPUESTA A LA ABRASIÓN (Buena/mala)	28186.297	1	28186.297	1.749	0.195

Tabla 3.4 Análisis de Varianza de las diferencias entre indentaciones de la segunda etapa del ensayo de microdureza

### 3.3 ANÁLISIS DE LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

#### 3.3.1 Análisis de los Polvos

La figura 3.10-A presenta una imagen de la aleación SHS 717 en forma de polvos para ser utilizados como material de rociado por HVOF, la imagen posee una ampliación de 700x y es obtenida por microscopia electrónica de barrido, utilizando el método de los electrones secundarios. La figura 3.10-B Presenta el detalle de uno de los polvos con una ampliación de 3000x y es obtenida por MEB, mediante el método de Backscattering

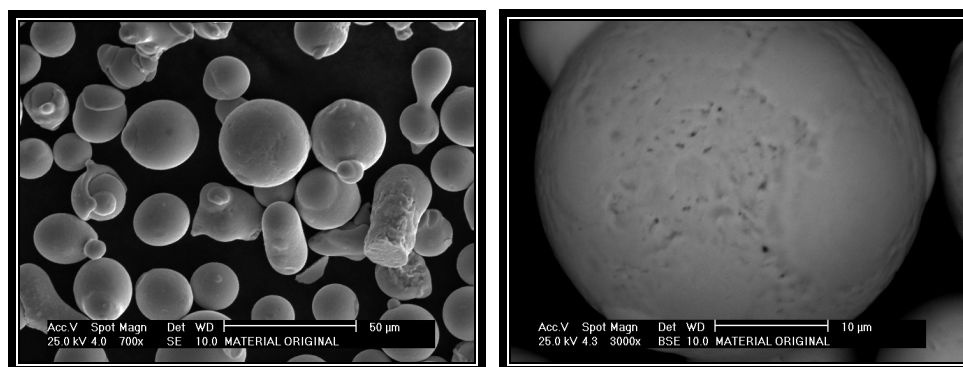


Figura 3.10-A Aleación SHS 717 vista en el microscopio electrónico

Figura 3.10-B Detalle a 3000x de una partícula de la aleación

De las imágenes previas se observa una estructura claramente monofásica. Con una composición química descrita por la espectroscopia de dispersión de rayos X

presentada en la tabla 3.5 El tamaño de los polvos observados oscila entre los 8,5 y los 34,4  $\mu\text{m}$ , y la moda se encuentra alrededor de los 17  $\mu\text{m}$ . La morfología de los polvos corresponde a un material fabricado por un proceso de atomización, lo cual favorece la formación de splats.

Elemento	O	Si	W	Mo	Cr	Mn	Fe
Porcentaje en Masa	3.89	1.15	10.22	4.38	20.07	2.81	57.47

Tabla 3.5 composición porcentual de la aleación SHS717

### 3.3.2 Rociado Térmico por HVOF

En la figura 3.11-A Se observa una vista general de una muestra rociada por HVOF con el tratamiento que presentó la menor pérdida por desgaste abrasivo, mientras que en la 3.11-B podemos observar otra muestra rociada por HVOF, pero del tratamiento con peor resistencia al desgaste. Las dos imágenes tienen una ampliación de 50x

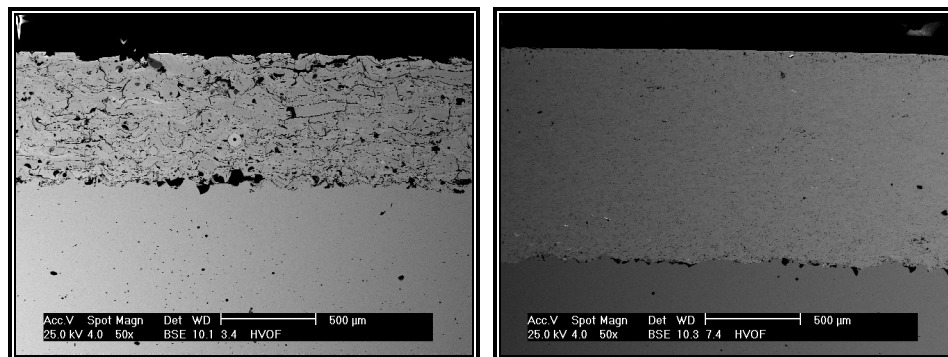


Figura 3.11-A Mejor Respuesta a la Abrasión en rociado por HVOF

Figura 3.11-B Peor Respuesta a la Abrasión en rociado por HVOF

Cabe resaltar que a primera vista, la microestructura de la “mejor” muestra rociada es aparentemente mucho más irregular que la de la “peor”. Análisis posteriores con mayor magnificación explicarían el porqué de las diferencias microestructurales y su efecto en la calidad del recubrimiento. La diferencia de las

imágenes previas es resaltada también por la diferencia de espesor, que proporciona un efecto visual disuasorio pero que no es influyente en las conclusiones alcanzadas (porque también el espesor varía para las distintas replicas de cada tratamiento).

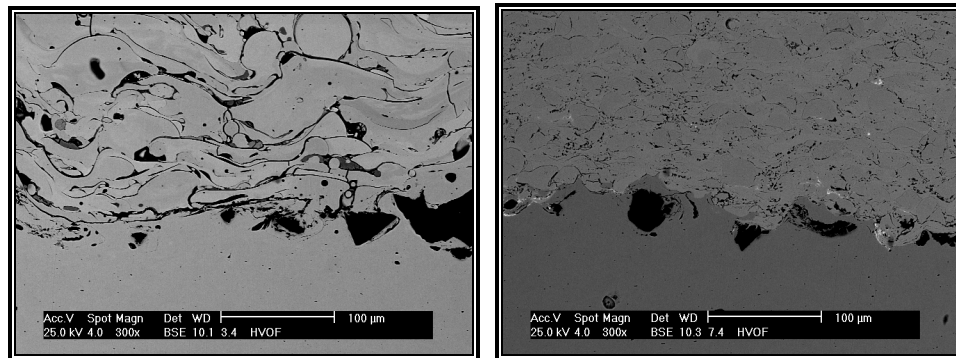


Figura 3.12-A Detalle a 300x de la interfase sustrato recubrimiento en “mejor” muestra HVOF

Figura 3.12-B Detalle a 300x de la interfase sustrato recubrimiento en “Peor” muestra HVOF

En las figuras 3.12 A y B se observa con una mayor ampliación las diferencias microestructurales entre los distintos tratamientos de recubrimiento por HVOF. En la “mejor” muestra, la estructura del recubrimiento corresponde a granos aplanados, o splats, con pocos granos redondos, los cuales son indicación de una fundición incompleta del material en la cámara. En cambio, la “peor” muestra, a pesar de presentar una estructura aparentemente mucho más regular, los granos son en su gran mayoría de un tamaño muy redondo, lo cual indica absorción deficiente de calor por parte del material en la cámara de combustión de la pistola. Debe recordarse que el caso de mejor resistencia al desgaste tiene una relación oxígeno combustible de 1,2 mientras que la peor fue rociada utilizando una relación de 0,6 lo cual afecta de manera directa el mecanismo de transferencia de calor de la llama al material de recubrimiento. Estas diferencias morfológicas de los granos del recubrimiento

influyen directamente en la cohesión de la estructura formada, lo cual se traduce directamente en diferencias de la respuesta del recubrimiento al desgaste abrasivo.

La irregular distribución de calor en la llama, en los tratamientos con bajos valores de F, se traduce también en diferencias de temperatura indeseadas en el mecanismo de formación de recubrimiento. Cuando una gota de material choca con la superficie y tiene una temperatura considerablemente mayor a la gota que fue depositada en el mismo punto previamente, el enfriamiento de la gota caliente es demasiado brusco, causando solidificaciones excesivamente violentas, lo que favorece la formación de dendritas como la observada en la figura 3.13

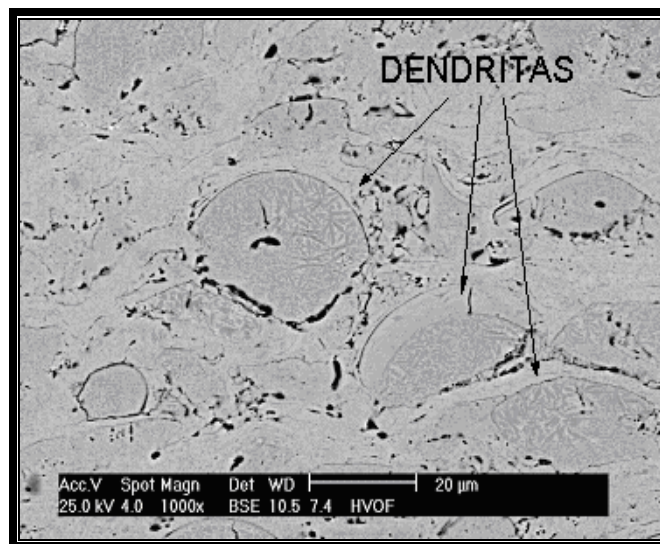


Figura 3.13 formación de dendritas en una muestra rociada con HVOF, F de 0,6

Las muestras rociadas con F igual a 1,2 aunque presentan una microestructura mucho más cohesionada, también presentan algunos defectos microestructurales, como agrietamientos entre las distintas fases que componen el recubrimiento, como los observados en la figura 3.14

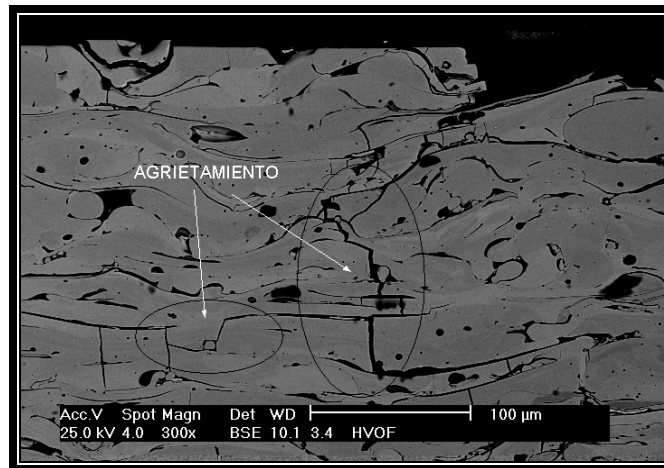


Figura 3.14 agrietamiento en muestra rociada con HVOF, F de 1,2

En la figura 3.15 podemos apreciar una área específica del recubrimiento con  $F = 1,2$  y con ampliación de 700x. Son observables tres fases claramente distinguibles por la tonalidad que presentan. Presentamos también la composición química de las fases en la tabla 3.6 y las espectrografías por dispersión de energía de rayos X en la figura 3.16

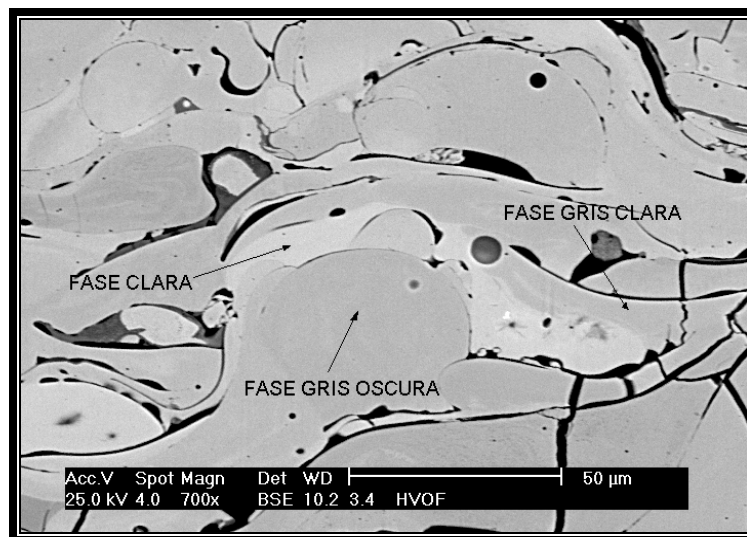


Figura 3.15 Fases Presentes en el recubrimiento de mejores resultados por HVOF

FASE	O	Si	W	Mo	Cr	Mn	Fe
Clara	2.72	2	8.69	5.8	22.7	2.27	55.83
Gris Clara	2.14	0.31	2.04	1.44	22.42	0.65	68.99
Gris Oscura	21.17	0.33	9.46	4.74	19.93	0.14	44.24
Área General	2.78	.35	4.01	1.64	24.47	.79	61.32

Tabla 3.6 Distribución Porcentual de Elementos en las distintas Fases del “mejor” recubrimiento por HVOF

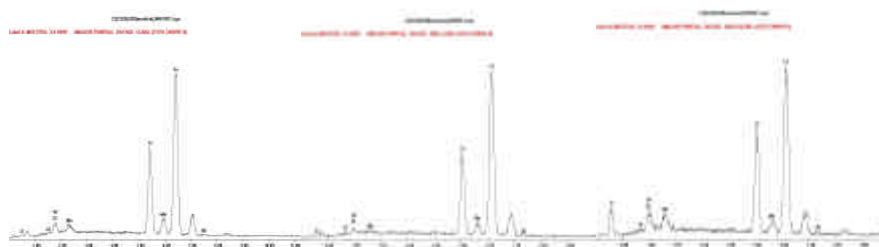


Figura 3.16 Distintas espectroscopias por dispersión de Rayos X de las fases presentes en los recubrimientos por HVOF

La composición química de las distintas fases coincide con los datos suministrados por el fabricante, lo que indica que hubo ningún proceso de degradación química de los polvos en el proceso de rociado.

### 3.3.3 Rociado Térmico por Arco eléctrico

Las figuras 3.17-A y 3.17-B presentan vistas generales a 50x de muestras rociadas por arco eléctrico, la primera siendo la que mejor respuesta presentó ante el desgaste abrasivo y la segunda la que presentó los peores resultados. La mejor muestra fue aplicada con una corriente de 180 amperios mientras que la peor con 250.



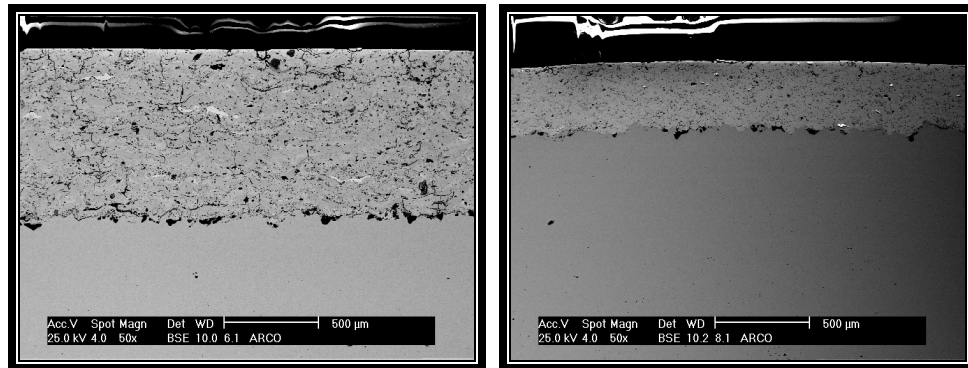


Figura 3.17-A vista general de muestra rociada por arco eléctrico que presentó menor pérdida de masa por ensayo abrasivo

Figura 3.17-B vista general de muestra rociada por arco eléctrico que presentó mayor pérdida de masa por ensayo abrasivo

La comparación entre las microestructuras nos lleva a un análisis similar al realizado a las muestras rociadas por HVOF. La microestructura de la muestra de 180 amperios presenta una estructura aparentemente más irregular que la de 250 amperios, y también existe un efecto visual causado por las diferencias entre espesores de recubrimientos, el cual no es significativo en nuestras conclusiones.

En las figuras 3.18-A y 3.18-B observamos detalles a 300x de las interfases sustrato-recubrimiento donde se aprecia mejor la morfología de los granos obtenidos. Para el recubrimiento de mejor calidad observamos una morfología de granos aplanados o splats, con distintos tonos de gris que indican diversas fases claramente diferenciables. En el de peor calidad observamos granos mucho más redondos y de fases más uniformes

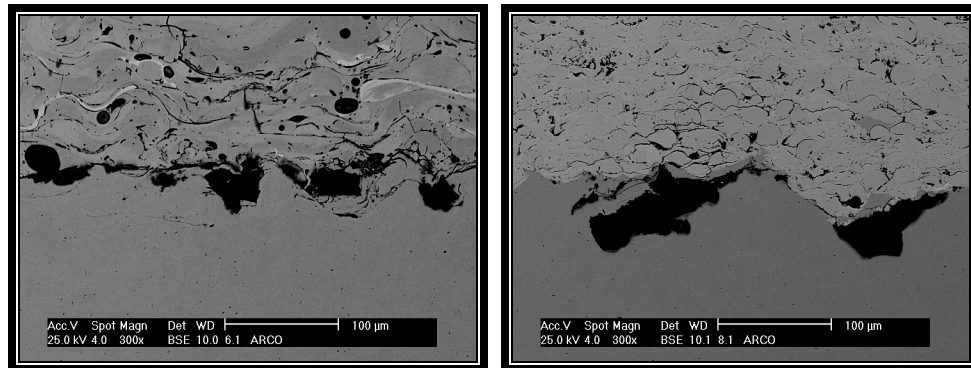


Figura 3.18-A detalle de la interfase sustrato recubrimiento para una muestra rociada por arco eléctrico con 180 amperios

Figura 3.18-B detalle de la interfase sustrato recubrimiento para una muestra rociada por arco eléctrico con 250 amperios

El uso de un amperaje demasiado alto produce un calentamiento excesivo y violento del material de recubrimiento. Lo cual produce que la cantidad de alambre “arrancado” para su fundición sea demasiado grande. Este excesivo material disparado violentamente no absorbe el calor de una manera uniforme, produciendo microestructuras con características de calentamiento insuficiente en algunos casos, mientras que en otros, el material se calienta lo suficiente, pero el choque violento con una superficie fría, producto de el deficiente mecanismo de transferencia de calor, trae como consecuencia formación de dendritas y en algunos casos extremos el agrietamiento interno de los granos debido a los excesivos esfuerzos térmicos, un ejemplo de esto puede observarse en la figura 3.19

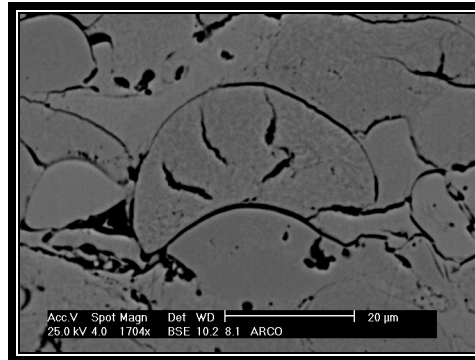


Figura 3.19 agrietamiento interno de grano en recubrimiento por arco eléctrico de mala calidad

Las muestras con mejor respuesta a la abrasión (por la utilización de niveles adecuados de corriente) también presentaron agrietamientos en su microestructura, lo cual desmejora la calidad del recubrimiento al desgaste, un ejemplo se observa en la figura 3.20

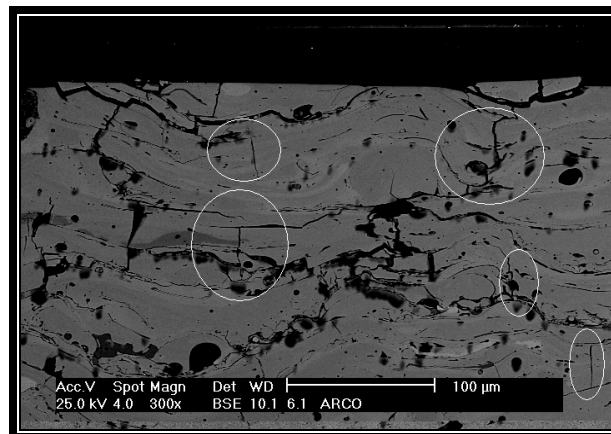


Figura 3.20 agrietamiento en muestra rociada por arco eléctrico utilizaron 250 amperios

En la figura 3.21 se aprecia un área específica del recubrimiento vista con ampliación de 700x. Se distinguen cuatro fases debido a la tonalidades mostradas. La tabla 3.7 muestra la composición química de dichas fases. Las espectrografías por dispersión de energía de rayos X de las fases son mostradas en la figura 2.22

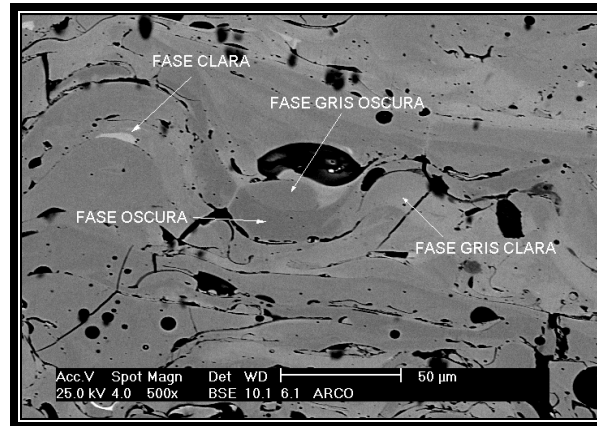


Figura 3.21 Fases Presentes en el recubrimiento de mejores resultados por Arco eléctrico

Fase	O	Si	W	Mo	Cr	Mn	Fe
Clara	2.72	2.00	6.69	5.8	22.7	2.27	55.83
Gris Clara	2.14	0.31	4.04	1.44	22.42	0.65	68.99
Gris Oscura	2.18	0.48	3.06	1.78	26.24	0.93	64.75
Oscura	1.58	0.26	1.39	.79	31.51	2.96	61.53
Área General	2.96	1.27	4.45	1.5	23.67	.33	67.53

Tabla 3.7 Distribución Porcentual de Elementos en las distintas Fases del recubrimiento de mejores resultados para arco eléctrico

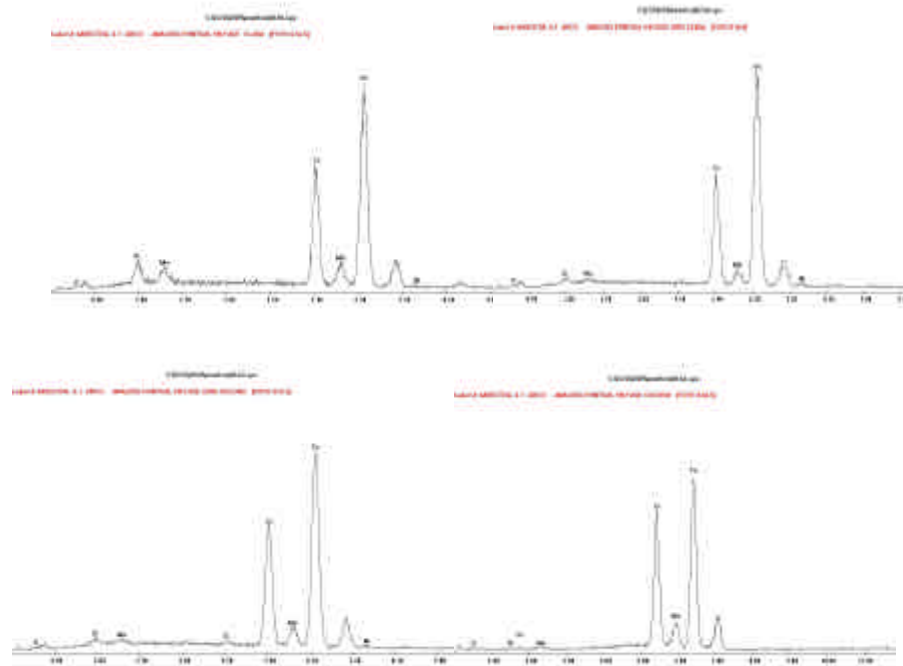


Figura 3.22 Distintas espectroscopias por dispersión de Rayos X de las fases presentes en los recubrimientos por arco eléctrico

### 3.3.4 Muestras Ensayadas Al Desgaste Abrasivo

En la figura 3.23-A se observa una microscopia de electrones secundarios, utilizada para diferenciar con precisión contrastes topográficos en la superficie de un recubrimiento por HVOF ensayado al desgaste abrasivo. En esta imagen se observa que el mecanismo de desgaste es únicamente deformación plástica. Una ampliación mayor (de 700x) muestra con mayor detalle el mecanismo casi perfecto de deformación presente en la superficie ensayada en la figura 3.23-B.

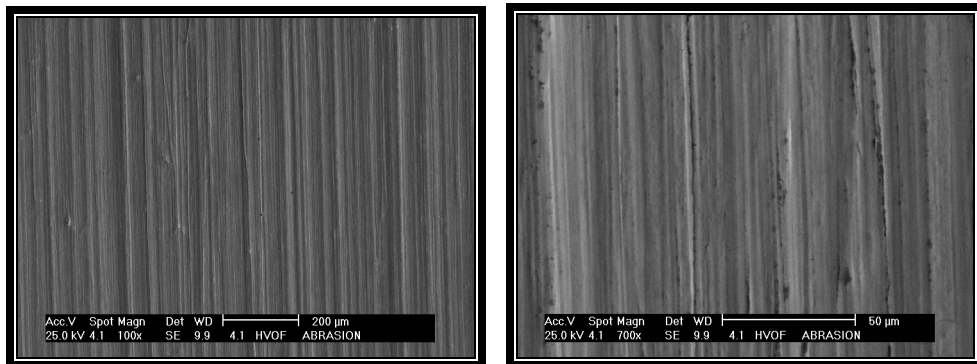


Figura 3.23-A vista general de superficie de recubrimiento HVOF desgastada por abrasión

Figura 3.23-B detalle de superficie de recubrimiento HVOF desgastada por abrasión

La figura 3.24-A muestra una de una muestra rociada por arco eléctrico sometida al ensayo de abrasión. El mecanismo de desgaste es menos uniforme que en HVOF, pero sigue predominando la deformación plástica como indica n las huellas en la superficie. La figura 3.24-B presenta una área de desgastada por deformación plástica en la cual se distinguen claramente las fases presentes previamente estudiadas

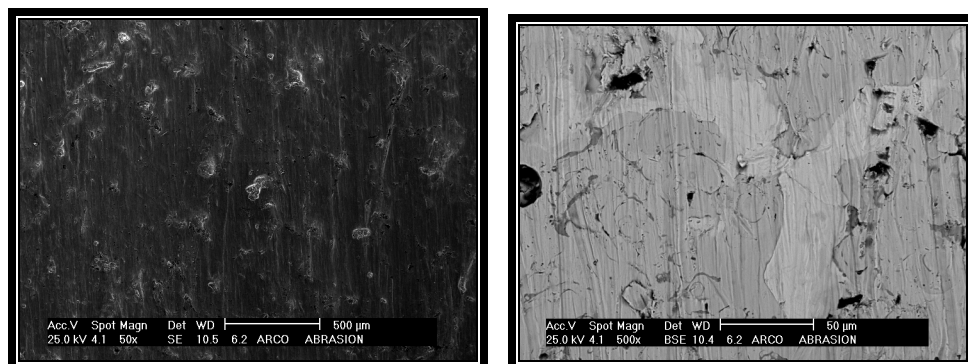


Figura 3.24-A Vista general de superficie rociada por arco eléctrico desgastada por abrasión.

Figura 3.24-B detalle de superficie de recubrimiento por arco eléctrico desgastada por abrasión

## CAPÍTULO IV: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 4.1 CONCLUSIONES

Debido a las variaciones en los parámetros de aplicación del diseño experimental implementado, en el tratamiento que presentó mejores resultados al ensayo de abrasión, la pérdida volumétrica corregida resultante fue el 39% de la presentada por el tratamiento de peores resultados. Para rociado por arco eléctrico el mejor tratamiento presentó el 54% de la pérdida del peor tratamiento.

Los únicos parámetros cuyo efecto en la calidad del recubrimiento fue comprobada estadísticamente, fueron la relación oxígeno/combustible para rociado por HVOF y la corriente para el rociado por arco eléctrico.

La relación oxígeno/combustible optimizada (1,2) y resultó 9% mayor a la recomendada por el fabricante (1.1) Mientras que el valor de corriente optimizado (180 amperios) resultó 10% menor al valor el recomendado (200 amperios)

La variación de la microdureza del recubrimiento entre los distintos tratamientos, así como su efecto en la resistencia al desgaste abrasivo fue descartada debido a los resultados del análisis de varianza. La dureza promedio de los recubrimientos obtenidos fue de 924 HV<sub>(300)</sub>. Cualquier variación de esta, debido al tipo de rociado aplicado o los parámetros de aplicación implementados, es considerada como producto del azar

El tratamiento que presentó mejores resultados a el ensayo de abrasión en rociado por HVOF, perdió, en promedio, el 30% de material perdido por el mejor tratamiento de rociado por arco eléctrico.

Las diferencias entre la calidad de los tratamientos se deben a la calidad de la absorción de calor por parte del material en la pistola de rociado. Los tratamientos que presentaron mejor resistencia al desgaste abrasivo poseen granos aplanados o splats, lo que evidencia fundición correcta de la partícula de material. Los tratamientos que presentaron los peores resultados al ensayo de abrasión muestran morfologías más redondas con agrietamientos y formación de dendritas, que indican una transferencia de calor incompleta e irregular del material en la pistola de rociado.

El mecanismo de desgaste abrasivo predominante es la deformación plástica, característica de los materiales dúctiles.

En las imágenes obtenidas por microscopia electrónica de barrido no se observaron trazas de granos con dimensiones nanométricas en ninguna de las fases analizadas, tanto para los mejores como los peores tratamientos observados.

Los valores optimizados para la aplicación de la aleación SHS 717 por rociado térmico son los indicados a continuación en la tabla 4.1

<b>HVOF</b>	<b>ARCO ELÉCTRICO</b>
<b>F = 1,2</b>	<b>Amperaje = 175 amperios</b>
<b>Velocidad de alimentación = 65 gr/min</b>	<b>Presión de Aire = 90 PSI</b>

Tabla 4.1 Parámetros de aplicación optimizados



## 4.2 RECOMENDACIONES

Un estudio de la estructura de los recubrimientos obtenidos, ya sea realizando un ataque químico previo a la microscopía electrónica de barrido, o la utilización de Microscopía Electrónica de Transmisión, permitiría comprobar la afirmación del fabricante de que la aleación SHS 717 al ser termorrociada, presenta trazas de granos de dimensiones nanométricas.

Las dimensiones de las probetas para el ensayo abrasivo deben ser fieles a las indicaciones de la norma ASTM G-65. La modificación realizada en este trabajo dificulta la determinación de la densidad del recubrimiento. El reducido tamaño en las dimensiones de las muestras utilizadas, marca una diferencia metodológica con respecto a trabajos de investigación similares, lo que dificulta la comparación de los resultados obtenidos con los mismos.

La máquina de ensayo de abrasión debería ser ubicada en un espacio acondicionado para el trabajo con arena de sílice, debido a los riesgos para la salud que implica el trabajo con este material.

Es necesario realizar investigaciones a futuro de las propiedades de la aleación SHS 717 sometida a la erosión para una mejor comprensión del comportamiento del material.

El estudio de la aleación SHS 717 sometida a tratamiento térmico posterior a el rociado, que según las indicaciones del fabricante, devitrificaría el recubrimiento en una estructura nanocompuesta de cristalina, es una investigación imprescindible para la determinación de la capacidad real del material para ser una alternativa comercial viable frente a otros materiales en el mercado.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Air Products, "Thermal Spraying Basics", Disponible en [http://www.airproducts.com/Products/CylinderGases/MAXX/ThermalSpraying/thermalspraying\\_techpaper.htm](http://www.airproducts.com/Products/CylinderGases/MAXX/ThermalSpraying/thermalspraying_techpaper.htm)

ASTM, G 65-80, "Standard Practice for Conducting Dry Sand/Rubber Wheel Abrasion Tests"

ASTM, E 384-99, "Standard Test Method for Microhardness of Materials"

L. Benea, P. Bonorab, A. Borelloc y S. Martellid, 2001, "Wear corrosion properties of nano-structured SiC–nickel composite coatings obtained by electroplating", WEAR, Volumen 249. Págs. 995-1003

P. Bowen, y C. Carry, 2002, "From powders to sintered pieces: forming, transformations and sintering of nanostructured ceramic oxides" Powder Technology, Volumen 128, Págs. 248-255

D. Branagan, B. Kappes<sup>1</sup>, B. Meacham y Y. Tang, 2003, "Relaxation, recovery, crystallization, and recrystallization transformations in an iron-based amorphous precursor", Nanotechnology, Volumen 14, Págs 1228-1234.

D. Branagan, Y. Tang, A. Sergueeva y A. Mukherjee, 2003, "Low-temperature superplasticity in a nanocomposite iron alloy derived from a metallic glass", Nanotechnology, Volumen 14, Págs. 1216-122

N. Cho, M. Park y J. Hwang, "Effect of the grain size and chemical features on the phase transition and physical characteristics of nano-grained BaTiO<sub>3</sub> ceramics", Materials Science and Engineering B , Volumen 99, Págs. 155-158

P. Fauchais, A. Vardelle y B. Dussoubs, 2001, "Quo Vadis Thermal Spraying", Journal of Thermal Spray Technology, Volume 10, Págs. 44-66

M. Galárraga y F. González, 2002, "Evaluación de la resistencia al desgaste abrasivo y erosivo de recubrimiento tipo cermet depositados por HVOF", Trabajo especial de grado, Caracas, Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Mecánica.

L. Gil, 2002, "Optimización de la calidad de recubrimientos base níquel obtenidos por termorrociado HVOF", Tesis Doctoral, Caracas, Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales.

J. Guillemany y J. Calero, 1999, "Proyección Térmica de Alta Velocidad (HVOF)" Soldadura y Tecnología de Unión, Volumen 55, Págs. 9-15

P. Holubar, M. Jilek y M. Sima, 2000, "Present and possible future applications of superhard nanocomposite coatings", Surface and Coatings Technology, volumen 133-134, Págs. 145-151

INEEL (Idaho National Engineering and Environmental Laboratory), "2002 press releases" disponible en <http://www.inel.gov/featurestories/>

R. Iribarren, H. Fernandez, M. Ñanculeo, M. Velásquez, "La Nanotecnología", 2003, Universidad de Concepción, Chile, Disponible en <http://www2.udec.cl/~riribarr/nano.doc>

G. Jandin, H. Liao, Z. Feng y C. Coddet, 2003, "Correlations between operating conditions, microstructure and mechanical properties of twin wire arc sprayed steel coatings", Materials Science and Engineering A, Volumen 349, Págs. 298-305.

K. Jia, y S. Fischer, 1997, "Sliding Wear of conventional and nanostructured cemented carbides", WEAR, Volumen 203-204, Págs. 310-318

J. Klissans y L. Bavaresco, 2000, “Estudio de la influencia al desgaste de recubrimientos rociados mediante la técnica HVOF”, Trabajo especial de grado, Caracas, Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Mecánica.

R. Krepski y R. Drossman, 1991, "Tribolite iron based thermal spray coating for control of wear" Thermal Spray Coatings Processes and Applications, Materials Park, OH, ASM International, Págs. 353-356

D. Montgomery, 1991, "Diseño y Análisis de Experimentos", México, Grupo Editorial Iberoamericana

Nanosteel Co., "The NanoSteel™ Company Background and Products", Disponible en <http://www.nanosteelco.com/>

J. Patscheider, T. Zehnder y M. Diserens, 2001, "Structure-performance relation in nanocomposite coatings”, Surface and Coatings Technology, volumen 146-147, Págs. 201-208

N. Pinto y A. Rangel, 1999, “Diseño, construcción y puesta a punto de una máquina para ensayo de abrasión según la norma ASTM G-65”, Trabajo especial de grado, Caracas, Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Mecánica.

Y. Quiao, T. Fischer y A. Dent, 2003, "The Effects of fuel chemistry and feedstock power structure on the mechanical and tribological properties of HVOF thermal sprayed WC-Co coatings with very fine structures", Surface and Coatings Technology, volumen 172, Págs 24-41

E. Rabinowicz, 1992, "Friction and wear of materials", New York, Editorial John Wiley and Sons

V. Sobolev, J. Guillemany y J. Calero, 1994, "Theoretical investigation on the gas powder particles transport phenomena in HVOF spraying" Thermal Spray Industrial Applications, Materials Park, OH, ASM International, Págs 393-404

V. Sobolev y J. Guillemany, 1999, "Flattening of droplets and formation of splats in thermal spraying: Review of Recent Work - Part 1" Journal of Thermal Spray Technology, Volumen 8, Págs. 87-107

D. Stewart, P. Sipway, D. McCartney, 1999, "Abrasive wear behavior of conventional and nanocomposite HVOF-sprayed WC-Co coatings" WEAR, Volumen 225-229, Págs. 225-229.

W. Swank, J. Fincke, D. Haggard, G. Irons y R. Bullock, 1994, "HVOF Particle flow field characteristics", Thermal Spray Industrial Applications, Materials Park, OH, ASM International, Págs 273-278

W. Swank, J. Fincke, D. Haggard, G. Irons y R. Bullock, 1994, "HVOF gas flow field characteristics", Thermal Spray Industrial Applications, Materials Park, OH, ASM International, Págs 313-318

U.S. Army Corps of Engineers "Thermal Spray Fundamentals", disponible en <http://www.usace.army.mil/inet/usace-docs/eng-manuals/em1110-2-3401/c-2.pdf>

H. Voggenreither, H. Huber, S. Beyer, y H. Spies, 1995, "Influence of particle velocity and molten phase on the chemical and mechanical properties of HVOF sprayed structural coatings of alloy 316-L" Proceedings of the 8th National Thermal Spray Conference, Houston, ASM International, Págs 303-308

X. Wang, J. Hebrlein, E. Pfender y W. Gerberich, 1996, "Effect of gas velocity and particle velocity on coating adhesion in wire arc Spraying", Thermal Spray Practical Solutions for Engineering Problems, Materials Park, Ohio, ASM International, Págs 807-811

W. Dixon, 1969, "Introduction to Statistical Analysis", San Francisco, McGraw-Hill Book Company.

Y. Yang, H. Fang, Y. Zheng, Z. Yang y Z Jiang, "The failure models induced by white layers during impact wear", WEAR, Volumen 185, Págs. 17-22