

UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

# THESE

*présentée par*

**Wilfrido Arturo GONZALEZ HERMOSILLA**

*pour l'obtention du*

TITRE DE DOCTEUR EN MECANIQUE

*intitulée*

---

**Etude du comportement en fatigue  
de l'acier SAE 1045 revêtu par projection thermique  
HVOF de l'alliage WC-10%Co-4%Cr.**

---

Soutenue le **14 décembre 2009** devant le jury d'examen :

Directeurs: **Didier CHICOT**, Professeur, Université de Lille I  
**Eli Saul PUCHI-CABRERA**, Professeur, UCV (Caracas)

Rapporteurs: **Eric LE BOURHIS**, Professeur, Université de Poitiers  
**Edoardo BEMPORAD**, Professeur, Université de Roma Tre

Membres: **Arnaud TRICOTEAUX**, MdC, Université de Maubeuge  
**Alberto PERTUZ**, Professeur, UCV (Caracas)  
**Ana RIVAS**, Professeur, Université Simon Bolivar (Caracas)

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA  
FACULTAD DE INGENIERIA  
COMISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO  
DOCTORADO INDIVIDUALIZADO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

## **Wilfrido Arturo GONZALEZ HERMOSILLA**

*Trabajo de Tesis Doctoral a ser presentado ante la Ilustre  
Universidad Central de Venezuela para optar al Título de  
Doctor en Ciencia de la Ingeniería*

---

### **ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE UN ACERO SAE 1045 RECUBIERTO CON WC-10%CO- 4%CR DEPOSITADO MEDIANTE PROYECCIÓN TERMICA DE ALTA VELOCIDAD**

---

Defensa el 14 diciembre de 2009 delante del jurado del examen:

**Directores de Tesis:** **Didier CHICOT**, Profesor, Universidad de Lille I  
**Eli Saul PUCHI-CABRERA**, Profesor, UCV (Caracas)

**Ponentes:** **Eric LE BOURHIS**, Profesor, Universidad de Poitiers  
**Edoardo BEMPORAD**, Profesor, Universidad de Roma Tre,  
Italia

**Miembros:** **Alberto PERTUZ**, Profesor, UCV (Caracas)  
**Ana RIVAS**, Profesora, Universidad Simon Bolivar (Caracas)  
**Arnaud TRICOTEAUX**, Profesor, Universidad de Valenciennes

**Titre en français :**

ETUDE DU COMPORTEMENT EN FATIGUE DE L'ACIER SAE 1045 REVETU PAR PROJECTION THERMIQUE HVOF DE L'ALLIAGE WC-10%CO-4%CR.

**Résumé :**

Le présent travail a été mené dans le but d'étudier l'influence de la préparation de surface de l'acier SAE 1045 revêtu de l'alliage WC-10%Co-4%Cr par projection thermique HVOF sur le comportement en fatigue.

Avant la projection thermique HVOF, le substrat a été préparé avec trois conditions différentes de rugosité dans le but de fournir différentes propriétés d'adhérence du revêtement sur son substrat. L'analyse microstructurale des systèmes revêtus a été faite par microscopie électronique à balayage. La rugosité du substrat a été évaluée par profilométrie optique et l'adhérence du revêtement sur le substrat par l'essai d'indentation interfaciale. Les modules d'élasticité du substrat et du revêtement ont été déterminés par ultrasons. Le comportement en fatigue du système revêtu a été étudié en flexion rotation ( $R = -1$ ) en utilisant une contrainte maximum alternée dans le domaine 358-420 MPa. Une simulation numérique utilisant un code de simulation commerciale a été appliquée pour décrire le comportement en fatigue des systèmes revêtus. Cette étude a permis une meilleure compréhension du comportement en fatigue du système revêtu par projection thermique HVOF et la corrélation d'un tel comportement avec les paramètres importants comme la rugosité du substrat, les caractéristiques microstructurales du revêtement et son adhérence au substrat.

**English title:**

A STUDY ON THE FATIGUE BEHAVIOR OF SAE 1045 STEEL COATED WITH WC-10%CO-4%CR ALLOY DEPOSITED BY HIGH VELOCITY OXYGEN FUEL THERMAL SPRAYING

**Abstract:**

The present research work has been carried out in order to study the influence of the surface preparation of a SAE 1045 steel substrate on its fatigue behavior after coating with WC-10%Co-4%Cr deposited by HVOF thermal spraying. Prior to HVOF deposition, the substrate was prepared in three different surface roughness conditions, in order to provide mechanical bonding to the coating. The microstructural analysis of the coated systems was carried out employing SEM techniques. The substrate surface roughness was evaluated by means of optical profilometry and the adherence of the coating to the substrate was studied employing interface indentation techniques. The elastic modulus of both substrate and coating was determined by means of ultrasound techniques. The fatigue behavior of the substrate-coating system was investigated under rotating bending conditions ( $R = -1$ ), employing maximum alternating stresses in the range of 358-420 MPa. A numerical simulation, employing a FEM commercial code, was carried out in order to describe the fatigue behavior of the coated systems. This investigation has allowed a better understanding of the fatigue behavior of the coated systems obtained by HVOF thermal spraying and the correlation of such a behavior with important parameters such substrate roughness, coating microstructural characteristics and its adherence to the substrate.

## **RESUME FRANÇAIS ETENDU**

---

Le présent travail a pour but d'étudier l'influence de la préparation de la surface du substrat sur le comportement en fatigue de systèmes revêtus par la technique de projection thermique avec le combustible oxygène à haute vitesse (HVOF).

Le système substrat-revêtement étudié, utilise l'acier SAE 1045 comme matériau du substrat et l'alliage WC-10%Co-4%Cr comme matériau du revêtement. Le substrat est usiné sous forme d'éprouvettes pour essais de fatigue. Il a été préparé au préalable du processus de projection de manière à obtenir trois conditions différentes de préparation de surface. Premièrement, un lot d'éprouvettes a été soumis à un surfaçage avec un papier abrasif de grade 400 (Condition ST); un second lot d'échantillons a été soumis à un grenailage avec des particules abrasives d'alumine de taille inférieure à 1 mm (Condition STF) et finalement un lot d'éprouvettes a été soumis à un grenailage avec des particules d'alumine de taille inférieure à 3 mm (Condition STG). Tout ceci ayant pour but d'obtenir différents degrés de rugosité de surface pour obtenir différent niveau d'accrochage mécanique du revêtement. En plus, un lot d'éprouvettes sans revêtement et un autre lot d'éprouvettes avec une préparation de la surface par abrasion de particules d'alumine inférieure à 3 mm

La qualité des revêtements, a été évaluée au travers d'une caractérisation microstructurale et mécanique, tant dans la section transversale qu'à la surface des revêtements. L'étude microstructurale a été menée à bien en utilisant un Microscope Électronique à Balayage (MEB), la rugosité de surface du substrat a été évaluée par profilométrie optique, et l'adhérence des revêtements a été étudiée avec l'essai d'indentation interfaciale. En plus, les modules élastiques du revêtement et du substrat ont été déterminés par la technique des ultra-sons.

D'autre part, le comportement mécanique du substrat revêtu a été étudié par fatigue de flexion sous chargement alterné. Les essais de fatigue ont été effectués avec une machine de flexion rotative ( $R = -1$ ) à une fréquence de 50 Hz, en appliquant des efforts alternés maximum de 358, 380, 400 et 420 MPa.

Finalement, on a réalisé une simulation numérique par la Méthode des Éléments Finis, afin de représenter le comportement du système revêtu, sous l'action de charges cycliques.

Cette étude a permis d'avancer sur la compréhension du comportement mécanique des revêtements projetés thermiquement, en établissant quelques corrélations avec la rugosité du substrat, l'adhérence, les caractéristiques microstructurales et les propriétés mécaniques du système revêtu.

En évaluant les paramètres de rugosité superficielle par profilométrie optique, la hauteur maximale entre creux et vallées ( $R_z$ ) est le paramètre qui présente une différence remarquable entre les conditions de préparation des surfaces étudiées. Ceci est probablement dû au fait que dans le cas des échantillons grenillés, les conditions de projection ont été maintenues constantes en changeant seulement la taille de la particule d'alumine.

Quant à l'analyse de la qualité des revêtements WC-10Co-4Cr déposés, ces derniers présentent une épaisseur approximativement de 200  $\mu\text{m}$ , avec une morphologie uniforme et dense. Les revêtements montrent aussi une microstructure lamellaire typique pour ce type de revêtement avec des couches superposées et orientées parallèlement à l'interface. La présence de Cr dans le revêtement, conduit à une meilleure résistance à la corrosion, ce qui est attribué à la formation d'une couche passive sous forme d'un film d'oxyde superficiel qui protège le revêtement de la dissolution préférentielle d'agglomérat (CO). De plus, le Cr inhibe la décomposition du WC, ce qui

favorise la formation du tungstène métallique et améliore la cohésion entre les carbures et la matrice. En outre, on a déterminé que la microstructure des revêtements a une influence très importante sur les propriétés mécaniques. Ceci est dû au fait que pendant le processus de projection, les particules projetées se déposent sous forme biphasée solide-liquide, ce qui explique probablement, que l'ancrage n'est pas seulement mécanique mais aussi de type physique, ce pourquoi on obtient une bonne adhérence malgré la faible rugosité du substrat.

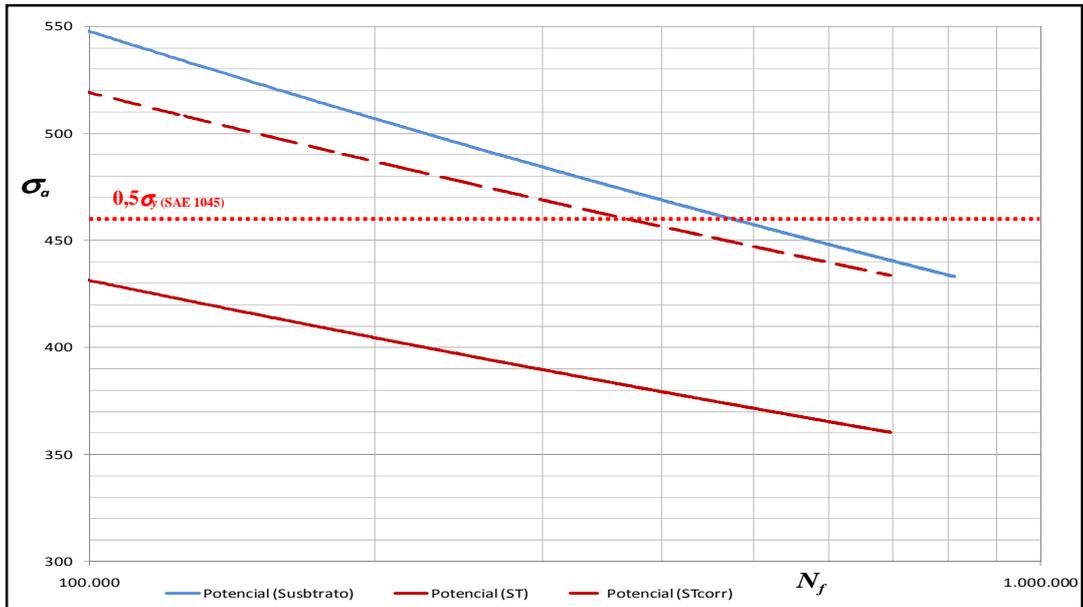
Les résultats de dureté Vickers conventionnelle de l'acier SAE 1045 et du revêtement WC-Co-Cr, ont montré une grande différence entre les deux composants du système. L'acier SAE 1045 présente une dureté de 3.1 GPa, tandis que le revêtement présente une valeur de 11.4 GPa. La dureté dans les revêtements à base de WC-Co dépend principalement de la phase WC, puisque celle-ci est une phase dure et fragile, tandis que la phase de CO est malléable et douce. En outre, les revêtements WC-10Co-4Cr possèdent une dureté plus importante en comparaison à ceux sans addition de Cr dans la phase agglomérée de CO. Par conséquent, l'addition de Cr conduirait à une plus grande résistance mécanique de la partie agglomérée, contribuant ainsi à une plus grande densification des particules de WC et, par conséquent, à un accroissement dans la dureté du revêtement

Il est important de souligner, que dans ce travail, nous avons validé la méthode de détermination du module élastique (E) du substrat et du revêtement, en employant la technique par ultra-sons de contact en utilisant des ondes longitudinales. Les valeurs du module élastique déterminées, sont en accord avec ceux obtenus en employant la technique d'indentation qui s'appuie sur la méthode proposée par Oliver et Pharr. La valeur la plus importante du module transversale du revêtement (242 GPa) en comparaison avec celui de l'acier de base, est associée à une plus petite porosité et à une microfissuration interlamellaire du revêtement, du au fait

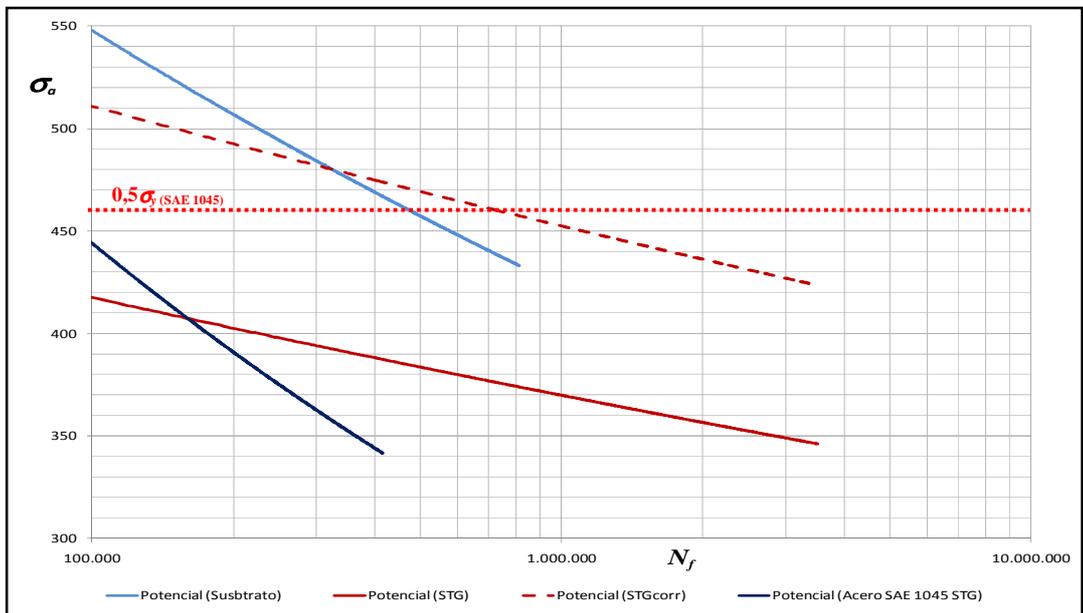
que la présence de défauts réduit la rigidité des revêtements projetés thermiquement.

D'autre part, quant à la détermination de l'adhérence du revêtement sur son substrat et étant donné les difficultés inhérentes à la méthode appliquée à ces matériaux grenillés et revêtus, nous avons choisi d'utiliser la dureté apparente interfaciale comme un paramètre de comparaison entre les trois conditions de préparation de surface du substrat, préalable au processus de projection. Les résultats obtenus montrent que la dureté apparente est respectivement de 3.81, 5.20 et 7.06 GPa pour les conditions ST, STF et STG.

En analysant les résultats obtenus des essais de fatigue des systèmes revêtus, on a obtenu une diminution des propriétés de fatigue de l'acier et de l'acier revêtu indépendamment de la préparation de surface du substrat. La perte de résistance à la fatigue moyenne, pour toutes les conditions étudiées, est voisine de 19%, ce qui équivaut à une diminution absolue d'approximativement de 90 MPa. Mais en appliquant le facteur de correction de l'épaisseur des éprouvettes testées en fatigue en condition ST, on a obtenu une perte de la résistance à la fatigue apparente moyenne de l'ordre de 20%. Ce résultat est très similaire à celui obtenu sur la perte de la résistance à la fatigue de 19% relatif à l'acier sans revêtement en condition de surface polie. Pour les conditions STF et STG, on a obtenu une augmentation dans la résistance à la fatigue tant pour les courbes corrigées, comme non corrigées, en ce qui concerne l'acier grenillée avec l'alumine, sans revêtement. Les Figures 1 et 2 montrent les courbes  $\sigma_a$ -Nf obtenues dans les conditions ST et STG, avec et sans correction de diamètre, ainsi que les courbes relatives à l'acier poli et à l'acier grenillée.



**Figure 1.** Courbes  $\sigma$ - $N_f$  du système substrat-revêtement avec la préparation superficielle utilisant le papier abrasif de grade 400 (condition ST), la courbe correspondante corrigée et la courbe relative au substrat (Acier SAE 1045) sans revêtement.



**Figure 2.** Courbes  $\sigma$ - $N_f$  du système substrat-revêtement avec la préparation superficielle condition STG, la courbe correspondante corrigée et la courbe relative au substrat (Acier SAE 1045) grenailé sans revêtement.

Il convient de souligner, qu'à partir de l'étude des surfaces de rupture des éprouvettes testées, et bien qu'on ait observé de nombreuses amorces de fissuration à la surface de l'acier au niveau de l'interface substrat-revêtement, il est aussi certain qu'on n'a pas observé la présence de fissures primaires le long de l'épaisseur du revêtement, ce qui d'une certaine manière indiquerait que le revêtement conserve son intégrité pendant l'application du chargement cyclique.

Finalement, à l'aide de la simulation par la Méthode des Éléments Finis, on peut en conclure que la simulation permet apparemment de reconstruire la courbe de fatigue corrigée de l'éprouvette en condition ST, où les variables les plus importantes à considérer sont le module d'élasticité des deux composants de système substrat-revêtement et les conditions d'adhérence entre eux. Évidemment, une telle procédure est seulement une simplification du problème réel, lequel devrait partir de la considération de l'existence d'une fissure de taille critique dans substrat à l'interface avec le revêtement, laquelle croît depuis le substrat à chaque cycle d'application de charge en suivant la loi de Paris-Erdogan.

A mi hijo Alejandro  
Wilarturo  
A mi esposa Maribel

## **AGRADECIMIENTOS**

Este trabajo fue realizado en el marco del convenio de Doble Titulación entre la Universidad Central de Venezuela (UCV) y la Universidad de Ciencia y Tecnología de Lille 1 (USTL1), financiado a través del Programa de Cooperación de Postgrado (PCP)- Revestimiento de Materiales entre el Fondo Nacional de Ciencia, Tecnología e Innovación (FONACIT-Venezuela) y el Ministère de l'Éducation Nationale de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche (Francia).

Quiero expresar mis agradecimientos:

A la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales de la Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela y, especialmente, al Centro de Ciencia e Ingeniería de Nuevos Materiales y Corrosión (CENMACOR).

A mi tutor, el Profesor Elí Saúl Puchi Cabrera le quiero dar el más profundo y sincero agradecimiento por haberme permitido desarrollar este trabajo con su ayuda y asesoramiento.

A la Profesora Mariana Henriette Staia, por permitirme participar en el Programa de Cooperación de Postgrado (PCP)- Revestimiento de Materiales entre el Fondo Nacional de Ciencia, Tecnología e Innovación (FONACIT- Venezuela) y el Ministère de l'Éducation Nationale de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche (Francia).

Al Laboratorio de Mecánica de Lille de la Universidad de Ciencia y Tecnología de Lille 1, y especialmente a los Profesores J. Lesage y D. Chicot por su apoyo en la realización de este trabajo.

Al Fondo Nacional de Ciencia, Tecnología e Innovación (FONACIT) por el financiamiento recibido a través de los proyectos FONACIT-UCV F-2001000600 y FONACIT-CNRS 39270, entre la UCV y la Universidad de Poitiers, Francia.

A la Empresa Plasmatec Ingenieros C.A. (Guarenas, Edo. Miranda) y en especial al Ingeniero Andrea Scani por haber suministrado las muestras estudiadas.

Al Profesor Javier Palencia, a la TSU Mairin Rojas y al Ingeniero Jesús Hidalgo, por toda la ayuda, consejos y asesoría en la realización del presente trabajo.

A mis amigos los Profesores José Balbino León, Edwain Carrasquero y Katherine Silva, por sus consejos y apoyo ofrecido en todo momento, para lograr la culminación de este trabajo.

A los Profesores José Gregorio La Barbera y Yucelis Santana, por el tiempo dedicado a ayudarme en el análisis de los resultados obtenidos en el presente estudio.

A la Coordinación de Postgrado de la Facultad de Ingeniería de la U.C.V., especialmente al Profesor Manuel Martínez, a las Sras. Yoreima y Ana, por su paciencia y ayuda en la realización de todos los trámites administrativos.

Por último, mi más profundo agradecimiento a la Profesora Maribel Suárez Fernández, mi esposa, por su paciencia, apoyo y comprensión durante la realización de esta Tesis de Grado.

## **RESUMEN**

**ING. WILFRIDO A. GONZÁLEZ H. MSc.**

***“ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE UN ACERO SAE 1045  
RECUBIERTO CON WC-10%Co-4%Cr DEPOSITADO MEDIANTE PROYECCIÓN  
TERMICA DE ALTA VELOCIDAD”***

**Tutor: Prof. Elí Saúl Puchi Cabrera. Tesis de Doctorado, Caracas, U.C.V. Facultad de Ingeniería. 2009. 159 Páginas.**

**Palabras Claves: WC-Co-Cr, Fatiga, Proyección Térmica, Módulo Elástico, Dureza Aparente, MEF.**

El presente trabajo, tiene la finalidad de estudiar la influencia de la preparación superficial del sustrato sobre el comportamiento en fatiga de sistemas recubiertos, fabricados a través de la técnica de proyección térmica oxígeno-combustible de alta velocidad (HVOF).

El sistema sustrato-recubrimiento objeto de estudio, está conformado por un acero SAE 1045 como material base y WC-10%Co-4%Cr como material de recubrimiento. El sustrato ya maquinado en forma de probetas para ensayos de fatiga, fue preparado previo al proceso de deposición, mediante tres condiciones distintas de preparación superficial. Primeramente, un lote de probetas fue sometido a desbaste superficial con papel abrasivo de grado 400 (Condición ST); un segundo lote de muestras fue sometido a desbaste con chorro de alúmina, con tamaño de partícula abrasiva menor a 1 mm (Condición STF) y, por último, un lote de probetas fue sometido a desbaste con chorro de alúmina con tamaño de partícula menor a 3 mm (Condición STG). Todo esto con la finalidad de proporcionar diferentes grados de rugosidad a la superficie para el anclaje mecánico del recubrimiento. Adicionalmente, fue preparado un lote de probetas sin recubrimiento, y un lote de probetas con preparación superficial con chorro de alúmina con tamaño de partícula menor a 3 mm.

La calidad de los recubrimientos, fue evaluada a través de una caracterización microestructural y mecánica, tanto en la sección transversal como en la superficie de los

depósitos. El estudio microestructural se llevó a cabo utilizando Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), la rugosidad superficial del sustrato fue evaluada mediante perfilometría óptica, mientras que la adherencia fue estudiada a través de ensayos de indentación en la intercara. Además, fue posible determinar el módulo elástico de cada uno de los componentes del sistema, a través de la técnica ultrasónica de eco pulsado.

Por otro lado, el comportamiento mecánico del conjunto sustrato-recubrimiento fue estudiado mediante el comportamiento bajo cargas cíclicas. Los ensayos de fatiga se efectuaron en una máquina de flexión rotativa ( $R = -1$ ) a una frecuencia de 50 Hz, aplicando esfuerzos alternantes máximos de 358, 380, 400 y 420 MPa.

Finalmente, se ha desarrollado un modelo geométrico mediante el Método de Elemento Finito, con la finalidad de representar el comportamiento del sistema sustrato-recubrimiento, bajo la acción de cargas cíclicas, para lo cual se utilizó un paquete computacional comercial.

Este estudio ha permitido avanzar en el entendimiento del comportamiento mecánico de los recubrimientos proyectados térmicamente, estableciendo algunas correlaciones entre la rugosidad del sustrato, la adherencia, las características microestructurales y las propiedades mecánicas del sistema.

En primer lugar, se determinó que la microestructura de los recubrimientos tiene una influencia muy importante en sus propiedades mecánicas, debido a que durante el proceso de recubrimiento, las partículas proyectadas se depositan en forma bifásica sólido-líquido, lo cual origina probablemente, que el anclaje no sea sólo mecánico sino también de tipo físico, por lo que se obtiene adherencia a pesar de una baja rugosidad del sustrato. Aunque no fue posible determinar la tenacidad de fractura aparente en la intercara sustrato-recubrimiento, se determinó la “Dureza aparente” en la intercara, y se utilizó como una forma de comparar la adherencia en función de la rugosidad del sustrato.

En segundo lugar, se validó el uso de la técnica ultrasónica para evaluar las propiedades elásticas de depósitos proyectados térmicamente, siendo el valor del módulo elástico obtenido, comparable con los obtenidos mediante ensayos de indentación instrumentada reportados en la literatura.

En tercer lugar, al analizar los resultados obtenidos de los ensayos de fatiga de los sistemas en estudio, se determinó que independientemente de la preparación substrato, se obtuvo una disminución de las propiedades en fatiga del acero recubierto, con respecto al acero sin recubrir en condición de superficie pulida. Pero al aplicar el factor de corrección del espesor de las probetas ensayadas en condición ST, se obtuvo que la pérdida en la resistencia a la fatiga era aparente. Mientras que para las condiciones STF y STG, se obtuvo un aumento en la resistencia a la fatiga tanto para las curvas corregidas, como sin corregir, con respecto al acero granallado con alúmina sin corregir.

Cabe destacar, que a partir del análisis de las superficies de fractura de la probetas ensayadas, aunque se observaron múltiples inicios de grieta en la superficie del acero adyacente a la intercara substrato-recubrimiento, también es cierto que no se observó la presencia de grietas primarias a lo largo del espesor del recubrimiento, lo cual de alguna manera indicaría que el recubrimiento conserva su integridad durante la aplicación de cargas cíclicas.

Por último, mediante la simulación por el Método de Elemento Finito, es importante considerar que la coincidencia entre la curva experimental corregida y la predicha por el modelo geométrico desarrollado, podría probablemente atribuirse a una consecuencia de que el código ANSYS fue alimentado con los valores experimentales  $\sigma$  vs  $N$  del acero AISI 1045 empleado como substrato. Además, es importante enfatizar que el modelo geométrico o posee las mismas condiciones que el modelo real, debido a que no se ha incorporado la naturaleza estadística propia de un ensayo de fatiga. También es necesario tomar en consideración, la existencia de una grieta de tamaño crítico en la intercara substrato-recubrimiento, la cual crece en el substrato en cada ciclo de aplicación de carga siguiendo la ley de Paris-Erdogan.

## TABLA DE CONTENIDOS

RESUMEN	
INDICE DE FIGURAS	
INDICE DE TABLAS	
CAPITULO I: INTRODUCCIÓN	
CAPITULO II: ANTECEDENTES	33
2.1. Proceso de Proyección Térmica de Alta Velocidad (HVOF)	33
2.1.1. Microestructura de los recubrimientos depositados por rociado térmico	36
2.1.2. Recubrimientos a base de carburo de tungsteno-cobalto (WC-Co)	39
2.1.3. Adherencia recubrimiento-substrato (efecto de la preparación superficial del substrato)	40
2.2. Propiedades Mecánicas de los Recubrimientos depositados por Proyección Térmica	43
2.2.1. Evaluación de la adherencia de recubrimientos depositados mediante proyección térmica	43
2.2.3. Aplicación de técnicas ultrasónicas para la determinación del módulo elástico de materiales	46
2.3. Esfuerzos Residuales en Recubrimientos Depositados Mediante Rociado Térmico	50
2.4. Fatiga de Sistemas Recubiertos Mediante Rociado Térmico	53
2.5. Simulación Mediante Elemento Finito	59
2.5.1. Soluciones analíticas	60
2.5.2. Soluciones numéricas	61
2.5.3. Etapas en el método de elemento finito	61
CAPITULO III: TÉCNICAS EXPERIMENTALES	64
3.1. Substrato o Material Base	65

3.2. Preparación de las Probetas de Fatiga	65
3.3. Preparación Superficial de las Probetas de Fatiga	65
3.4. Deposición de los Recubrimientos	66
3.5. Caracterización Microestructural de los Recubrimientos	67
3.6. Propiedades Mecánicas de los Recubrimientos	68
3.6.1. Determinación de la Dureza	68
3.6.2. Determinación del Módulo de Elasticidad del Recubrimiento	68
3.6.3. Determinación de la Adherencia del Recubrimiento	69
3.7. Ensayos de Fatiga	70
3.7.1. Análisis de las Superficies de Fractura de las Muestras Ensayadas	71
3.8. Simulación mediante el Método de Elemento Finito	72
3.8.1. Arquitectura del Sistema Computacional Disponible	72
3.8.2. Dimensionamiento de la Probeta	73
3.8.2.1. Consideraciones geométricas	73
3.8.2.2. Consideraciones dinámicas	73
3.8.2.3. Generación y Validación de Malla	74
3.8.2.4. Modelos Matemáticos	74
3.8.2.5. Diagrama de flujo de la secuencia de trabajo	76
<b>CAPITULO IV: RESULTADOS EXPERIMENTALES</b>	78
4.1. Substrato o Metal Base	78
4.2. Preparación Superficial de las Probetas de Fatiga	78
4.3. Deposición de los Recubrimientos	80
4.4. Caracterización Microestructural de los recubrimientos	80
4.5. Propiedades Mecánicas de los Recubrimientos	89
4.5.1.- Dureza de los Recubrimientos	89
4.5.2. Cálculo del Módulo de Elasticidad	89
4.5.3. Cálculo de la Adherencia del Recubrimiento	89
4.6. Ensayos de Fatiga	96
4.7. Análisis de las superficies de fractura de las probetas sometidas a fatiga, mediante técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	108

4.8. Simulación mediante el Método de Elemento Finito	131
4.8.1. Primera etapa: simulación de la probeta de acero SAE 1045, representación del dominio y consideraciones geométricas	132
4.8.1. Segunda etapa: simulación de la probeta de acero SAE 1045 y del recubrimiento, representación del dominio y consideraciones geométricas	136
CAPÍTULO V: DISCUSIÓN DE RESULTADOS	142
CAPÍTULO VI: CONCLUSIONES	164
CAPÍTULO VII: PERSPECTIVAS	166
CAPÍTULO VIII: REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	167

## INDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Representación esquemática de una pistola de rociado térmico HVOF [Nicoll <i>et al.</i> 1992]	35
Figura 2.2. Típica sección transversal de un recubrimiento proyectado térmicamente [Stokes y Looney 1999]	38
Figura 2.3. Dependencia de la morfología de solidificación del gradiente térmico (G) y de la velocidad de solidificación (Vs) [Christoulis <i>et al.</i> 2008]	39
Figura. 2.4. Esquema del principio de indentación en la intercara del sistema substrato recubrimiento [Chicot <i>et al.</i> 1996]	45
Figura 2.5. Esquema de la recta de agrietamiento asociada con la dureza [Silva 2008]	46
Figura 2.6. Definición de los ángulos [Shashidhara <i>et al.</i> 2005]	48
Figura 2.7. Propagación en el plano de incidencia [Shashidhara <i>et al.</i> 2005]	49
Figura 3.1.- Esquema del procedimiento experimental	64
Figura 3.2. Geometría y dimensiones de la probeta para ensayos de fatiga	65
Figura 3.3. Montaje para la determinación del módulo elástico del recubrimiento	69
Figura 3.4. Máquina de ensayos de fatiga en flexión rotativa marca Fatigue Dynamics Inc., modelo RBF-200	71
Figura 3.5. Representación esquemática de una fibra genérica a medida que gira la probeta durante el ensayo de fatiga	74
Figura 3.6. Diagrama de flujo de la secuencia de trabajo para la simulación del comportamiento a fatiga de una probeta recubierta de WC-Co-Cr mediante HVOF	77
Figura 4.1. Perfiles de rugosidad de la superficie del substrato. (a) condición ST. (b) condición STF. (c) condición STG	79
Figura 4.2. Fotomicrografías obtenidas por MEB de la superficie del recubrimiento a base de WC-Co. (a) Aumento 500X. (b) Aumento 1000X. (c) Aumento 3000X	81
Figura 4.3. Análisis químico de elementos, obtenido EDS	83
Figura 4.4. Análisis químicos puntuales de los constituyentes del recubrimiento. (a) Partícula de WC. (b) Matriz de Co. (c) Fase rica en Cr	84
Figura 4.5. Patrón de difracción del recubrimiento a base de WC-Co	85
Figura 4.6. Fotomicrografías obtenidas por MEB de la sección transversal de las muestras recubiertas en condición ST. (a) Aumento 200X. (b) Aumento 500X. (c) Aumento 1000X	86

Figura 4.7. Fotomicrografías obtenidas por MEB de la sección transversal de las muestras recubiertas en condición STF. (a) Aumento 200X. (b) Aumento 500X. (c) Aumento 1000X	88
Figura 4.8. Fotomicrografías obtenidas por MEB de la sección transversal de las muestras recubiertas en condición STG. (a) Aumento 200X. (b) Aumento 500X. (c) Aumento 1000X	88
Figura 4.9. Huellas de las indentaciones en la intercara de una muestra recubierta sobre el sustrato en condición ST. (a) 300 g, (b) 500 g, (c) 1 kg, (d) 3 kg, (e) 5 kg y (f) 10 kg	91
Figura 4.10. Huellas de las indentaciones en la intercara de una muestra recubierta sobre el sustrato en condición STF. (a) 300 g, (b) 500 g, (c) 1 kg, (d) 2 kg, (e) 3 kg y (f) 5 kg	91
Figura 4.11. Huellas de las indentaciones en la intercara de una muestra recubierta sobre el sustrato en condición STG. (a) 300 g, (b) 500 g, (c) 1 kg, (d) 2 kg, (e) 3 kg y (f) 5 kg	92
Figura 4.12. Gráfica correspondiente a la “Dureza aparente” del sistema sustrato-recubrimiento para la condición de preparación superficial del sustrato con lija grado 400, condición ST	93
Figura 4.13. Gráfica correspondiente a la “Dureza aparente” del sistema sustrato-recubrimiento para la condición de preparación superficial del sustrato con chorro de alúmina fina (0-1 mm), condición STF	94
Figura 4.14. Gráfica correspondiente a la “Dureza aparente” del sistema sustrato-recubrimiento para la condición de preparación superficial del sustrato con chorro de alúmina gruesa (1-3 mm), condición STG	94
Figura 4.15. Gráfica $\sigma_a-N_f$ correspondiente al acero SAE 1045 sin recubrimiento	101
Figura 4.16. Gráfica $\sigma_a-N_f$ correspondiente al acero SAE 1045 sin recubrimiento, tratado con alúmina gruesa (SAE 1045 STG)	102
Figura 4.17. Gráfica $\sigma_a-N_f$ correspondiente al sistema sustrato-recubrimiento con preparación superficial del sustrato con lija 400, condición ST	103
Figura 4.18. Gráfica $\sigma_a-N_f$ correspondiente al sistema sustrato-recubrimiento con preparación superficial con chorro de alúmina fina, condición STF	104
Figura 4.19. Gráfica $\sigma_a-N_f$ correspondiente al sistema sustrato-recubrimiento con preparación superficial con chorro de alúmina gruesa, condición STG	105

- Figura 4.20. Fotomicrografía que muestra una vista general de la superficie de fractura del acero recubierto en condición ST;  $\sigma_a = 358$  MPa,  $N_f = 541.200$ . Se observan múltiples inicios de grietas (IG) entre los escalones (EC). También se indica el sentido de avance de la grieta (SAG) en el acero, sugerido por las marcas de fractura, grietas secundarias en el sustrato (GSS), la zona de fractura dúctil (ZFD) y grietas secundarias a lo largo de la intercara sustrato-recubrimiento (GSI) 112
- Figura 4.21. Detalles a mayores aumentos de la Figura 4.22. (a) y (b) Grietas secundarias (GS) y escalones (EC). (c) Detalles de grietas secundarias en el sustrato (GSS). (d) Detalle a mayor aumento de las grietas secundarias en la zona de fractura dúctil del sustrato (ZFD) 113
- Figura 4.22. Fotomicrografías de la sección longitudinal de la probeta presentada en la Figura 4.20 (Condición ST;  $\sigma_a = 358$  MPa,  $N_f = 541.200$ ). (a) Vista general de la intercara sustrato-recubrimiento. (b) Detalle de la pared lateral adyacente a la superficie de fractura, donde se puede observar la microestructura del acero 114
- Figura 4.23. Fotomicrografía que muestra una vista general de la superficie de fractura del acero recubierto en condición STF;  $\sigma_a = 358$  MPa,  $N_f = 111.800$ . Se observan múltiples inicios de grietas (IG) entre los escalones (EC) y partículas de alúmina incrustadas en el sustrato en la intercara sustrato-recubrimiento. También se indica el sentido de avance de la grieta (SAG) en el acero, sugerido por las marcas de fractura, la zona de fractura dúctil (ZFD) y grietas secundarias (GSS) en el sustrato y a lo largo de la intercara sustrato-recubrimiento (GSI) 115
- Figura 4.24. Detalles a mayores aumentos de la Figura 4.25. (a) Inicio de grieta (IG), escalones (EC) y partículas de alúmina (PA). (b) Grietas secundarias en la intercara (GSI) y partículas de alúmina (PA) en la intercara sustrato-recubrimiento 116
- Figura 4.25. Fotomicrografías de la sección longitudinal de la probeta presentada en la Figura 4.23 (Condición STF;  $\sigma_a = 358$  MPa,  $N_f = 111.800$ ). (a) Vista general de la intercara sustrato-recubrimiento, en la pueden apreciarse partículas de alúmina (PA) incrustadas en el sustrato. (b) y (c) Detalles a mayor aumento de la pared lateral adyacente a la superficie de fractura, en las que pueden apreciarse con mayor detalle las partículas de alúmina (PA) incrustadas en el sustrato, así como la deformación producida por el impacto de dichas partículas en el sustrato 117

- Figura 4.26. Fotomicrografía que muestra una vista general de la superficie de fractura del acero recubierto en condición STG;  $\sigma_a = 358$  MPa,  $N_f = 387.100$ . Se observan múltiples inicios de grietas (IG) entre los escalones (EC) y partículas de alúmina incrustadas en el sustrato en la intercara sustrato-recubrimiento. También se indica el sentido de avance de la grieta (SAG) en el acero, sugerido por las marcas de fractura, la zona de fractura dúctil (ZFD) y grietas secundarias (GSS) en el sustrato y a lo largo de la intercara sustrato-recubrimiento (GSI) 118
- Figura 4.27. Detalles a mayores aumentos de la Figura 4.26. (a) Zona de inicio de grieta (IG) y grietas secundarias en la intercara, escalones (EC). (b) y (c) Grietas secundarias en la intercara (GSI) y partículas de alúmina (PA) en la intercara sustrato-recubrimiento 119
- Figura 4.28. Fotomicrografías de la sección longitudinal de la probeta presentada en la Figura 4.26 (Condición STG;  $\sigma_a = 358$  MPa,  $N_f = 387.100$ ). (a) Vista general de la intercara sustrato-recubrimiento, en la que pueden apreciarse partículas de alúmina (PA) incrustadas en el sustrato. (b) y (c) Detalles a mayor aumento de la pared lateral adyacente a la superficie de fractura, en las que pueden apreciarse con mayor detalle las partículas de alúmina (PA) embebidas en el acero y la deformación producida por las partículas en el sustrato 120
- Figura 4.29. Fotomicrografía que muestra una vista general de la superficie de fractura del acero recubierto en condición ST;  $\sigma_a = 420$  MPa;  $N_f = 125.300$ . Se observan múltiples inicios de grietas (IG) entre los escalones (EC). También se indica el sentido de avance de la grieta (SAG) en el acero, sugerido por las marcas de fractura, la zona de fractura dúctil (ZFD) y grietas secundarias (GS) en el sustrato y a lo largo de la intercara sustrato-recubrimiento 121
- Figura 4.30. Detalles a mayores aumentos de la Figura 4.29. (a) Zona de inicio de grieta (IG), donde se pueden observar grietas secundarias (GS), tanto en la intercara como en el recubrimiento. (b) Detalle Grietas secundarias (GS) en el recubrimiento y en la intercara. (c) Zona de inicio de grieta (IG), donde pueden observarse escalones, grietas secundarias (GS) y desprendimiento del recubrimiento (DR) 122
- Figura 4.31. Fotomicrografías de la sección longitudinal de la probeta presentada en la Figura 4.29 (Condición ST;  $\sigma_a = 420$  MPa,  $N_f = 125.300$ ). (a) y (b) Vistas generales de la intercara sustrato-recubrimiento, en las que se aprecia separación del recubrimiento y severa delaminación del mismo 123

- Figura 4.32. Fotomicrografías de la sección longitudinal de la probeta presentada en la Figura 4.29 (Condición ST;  $\sigma_a = 420$  MPa,  $N_f = 125.300$ ). (a) Fractura transversal del recubrimiento y delaminación la intercara. (b) Detalle a mayor aumento de la fractura 124
- Figura 4.33. Fotomicrografía que muestra una vista general de la superficie de fractura del acero recubierto en condición STF;  $\sigma_a = 420$  MPa,  $N_f = 137.800$ . Se observan múltiples inicios de grietas (IG) entre los escalones y partículas de alúmina (PA) incrustadas en el sustrato en la intercara sustrato-recubrimiento. También se indica el sentido de avance de la grieta (SAG) en el acero, sugerido por las marcas de fractura, la zona de fractura dúctil (ZFD) y grietas secundarias (GSI) en la intercara sustrato-recubrimiento 125
- Figura 4.34. Detalles a mayores aumentos de la Figura 4.33. (a) Zona de inicio de grieta (IG), donde se pueden observar escalones (EC) y grietas secundarias en la intercara (GSI) sustrato recubrimiento. (b) Zona de inicio de grieta (IG), donde se pueden observar escalones (EC) y partículas de alúmina (PA) incrustadas en el acero, en la intercara sustrato-recubrimiento 126
- Figura 4.35. Fotomicrografías de la sección longitudinal, adyacente a la superficie de fractura, de la probeta presentada en la Figura 4.33 (Condición STF;  $\sigma_a = 420$  MPa,  $N_f = 137.800$ ). (a) Vista general de la intercara sustrato-recubrimiento, en la se aprecian partículas de alúmina (PA) incrustadas en el sustrato. (b) y (c) Detalles a mayor aumento de la pared lateral adyacente a la superficie de fractura, en las que pueden apreciarse con mayor detalle las partículas de alúmina (PA) embebidas en el acero y la deformación producida por las partículas en el sustrato 127
- Figura 4.36. Fotomicrografía que muestra una vista general de la superficie de fractura del acero recubierto en condición STG;  $\sigma_a = 420$  MPa,  $N_f = 164.300$ . Se observan múltiples inicios de grietas (IG) entre los escalones (EC) y partículas de alúmina (PA) incrustadas en el sustrato en la intercara sustrato-recubrimiento. También se indica el sentido de avance de la grieta (SAG) en el acero, sugerido por las marcas de fractura, la zona de fractura dúctil (ZFD) y grietas secundarias (GSI) en la intercara sustrato-recubrimiento 128
- Figura 4.37. Detalles a mayores aumentos de la Figura 4.36. (a) Zona de inicio de grieta (IG), donde se pueden observar escalones (EC). (b) Zona de inicio de grieta (IG), donde se pueden observar escalones (EC), partículas de alúmina (PA) incrustadas en el acero en la intercara sustrato-recubrimiento y grietas secundarias (GS) en el recubrimiento 129

Figura 4.38. Fotomicrografías de la sección longitudinal de la probeta presentada en la Figura 4.36 (Condición STG; $\sigma_a = 420$ MPa, $N_f = 164.300$ ). (a) Vista general de la intercara substrato-recubrimiento, se aprecian partículas de alúmina (PA) incrustadas en el substrato. (b) Detalle de las partículas de alúmina retenidas en el substrato, en la intercara substrato-recubrimiento. (c) y (d) Detalles a mayor aumento de la pared lateral adyacente a la superficie de fractura, en las que pueden apreciarse con mayor detalle las partículas de alúmina (PA) embebidas en el acero y la deformación producida por las partículas en el substrato	130
Figura 4.39. Dimensionamiento de la probeta simulada	133
Figura 4.40. Representación tridimensional de la probeta para ensayos de fatiga	133
Figura 4.41. Volumen simplificado de la probeta de ensayo de fatiga	134
Figura 4.42. Ejemplos del estudio de validación de malla. (a) Tamaño máximo del elemento: 3 mm, (b) Tamaño máximo del elemento 0,3 mm	135
Figura 4.43. Representación de la predicción del esfuerzo máximo según Von Mises, para una malla con tamaño de elemento de 0,2 mm	136
Figura 4.44. Representación de las geometrías tanto del acero SAE 1045(a), como del recubrimiento (b)	137
Figura 4.45. Representación del medio dominio de la probeta de acero SAE 1045 recubierto con un recubrimiento WC-Co-Cr, con visualización de la esfera de refinamiento de malla	138
Figura 4.46. Representación del estado de esfuerzos obtenido en la superficie del acero adyacente a la intercara substrato-recubrimiento en una simulación de prueba	141
Figura 5.1. Gráfica comparativa $\sigma_a-N_f$ entre sistema substrato-recubrimiento con preparación superficial con lija grado 400 (condición ST) y el substrato sin recubrimiento	150
Figura 5.2. Gráfica comparativa $\sigma_a-N_f$ entre el sistema substrato-recubrimiento con preparación superficial con chorro de alúmina fina (condición STF) y el substrato sin recubrimiento	151
Figura 5.3. Gráfica comparativa $\sigma_a-N_f$ entre el sistema substrato-recubrimiento con preparación superficial con chorro de alúmina gruesa (condición STG) y el substrato (Acero SAE 1045) sin recubrimiento	152
Figura 5.4. Gráfica comparativa $\sigma_a-N_f$ entre el sistema substrato-recubrimiento con preparación superficial lija grado 400 (condición ST), su correspondiente curva corregida y el substrato (Acero SAE 1045) sin recubrimiento	157

- Figura 5.5. Gráfica comparativa  $\sigma_a-N_f$  entre el sistema substrato-recubrimiento con preparación superficial con chorro de alúmina gruesa (condición STF), su correspondiente curva corregida y el substrato (Acero SAE 1045) tratado superficialmente con alúmina sin recubrimiento 158
- Figura 5.6. Gráfica comparativa  $\sigma_a-N_f$  entre el sistema substrato-recubrimiento con preparación superficial con chorro de alúmina gruesa (condición STG), su correspondiente curva corregida y el substrato (Acero SAE 1045) tratado superficialmente con alúmina sin recubrimiento 159
- Figura 5.7. Curva de fatiga corregida para la condición ST y los valores obtenidos mediante MEF 162

## INDICE DE TABLAS

Tabla II.1. Esfuerzos Inducidos durante el Rociado Térmico [Godoy <i>et al.</i> 2002]	52
Tabla III.1. Condiciones del proceso de preparación del sustrato previo a la deposición de los recubrimientos WC-Co-Cr	66
Tabla III.2. Procedimiento de preparación metalográfica de recubrimientos WC-Co-Cr	68
Tabla III.3. Arquitectura del computador utilizado en la investigación	72
Tabla III.4. Modelos matemáticos evaluados y condiciones de borde para cada malla	75
Tabla IV.1. Composición química nominal del acero SAE 1045 (% peso)	78
Tabla IV.2. Parámetros de Rugosidad del Sustrato	78
Tabla IV.3. Parámetros de deposición de los recubrimientos WC-Co-Cr	80
Tabla IV.4. Porcentajes en peso de elementos obtenido por espectroscopía de rayos X por dispersión en la energía (EDS) de un Recubrimiento a base de WC-Co	83
Tabla IV.5. Valores de dureza Vickers del sistema sustrato-recubrimiento	89
Tabla IV.6. Valores de módulo elástico del Sistema sustrato-recubrimiento	89
Tabla IV.7. Valores de carga ( $P$ ) y longitud de la diagonal de la huella de Indentación ( $d$ ) para la condición superficial ST	92
Tabla IV.8. Valores de carga ( $P$ ) y longitud de la diagonal de la huella de Indentación ( $d$ ) para la condición superficial STF	93
Tabla IV.9. Valores de carga ( $P$ ) y longitud de la diagonal de la huella de Indentación ( $d$ ) para la condición superficial STG	93
Tabla IV.10. Coeficiente $\alpha$ y $\beta$ para las tres condiciones estudiadas	95
Tabla IV.11. Ecuaciones para la representación de la dureza aparente para las tres condiciones estudiadas	95
Tabla IV.12. Ecuaciones de Meyer para las tres condiciones estudiadas	95
Tabla IV.13. Resultados de los ensayos de fatiga realizados sobre las muestras sin recubrimiento	97

Tabla IV.14. Resultados de los ensayos de fatiga realizados sobre las probetas con preparación superficial con alúmina gruesa sin recubrimiento	98
Tabla IV.15. Resultados de los ensayos de fatiga realizados sobre las muestras recubiertas sobre sustrato preparado con lija grado 400	99
Tabla IV.16. Resultados de los ensayos de fatiga realizados sobre las muestras recubiertas sobre sustrato preparado chorro de alúmina fina (Condición STF)	99
Tabla IV.17. Resultados de los ensayos de fatiga realizados sobre las muestras recubiertas sobre sustrato preparado chorro de alúmina gruesa (Condición STG)	100
Tabla IV.18. Promedio del número de ciclos a falla por cada nivel de esfuerzo alternante aplicado para el sustrato (acero SAE 1045)	106
Tabla IV.19. Promedio del número de ciclos a falla por cada nivel de esfuerzo alternante aplicado para el sustrato tratado con alúmina gruesa (acero SAE 1045)	106
Tabla IV.20. Promedio del número de ciclos a falla por cada nivel de esfuerzo alternante aplicado, correspondiente al sistema sustrato-recubrimiento con tres diferentes tipos de preparación superficial del sustrato	107
Tabla IV.21. Parámetros $A$ y $m$ involucrados en la ecuación de Basquin para las diferentes condiciones ensayadas en fatiga	107
Tabla IV.22. Arquitectura del sistema computacional utilizado	132
Tabla IV.23. Propiedades mecánicas del acero SAE 1045 y del recubrimiento WC-Co-Cr consideradas	137
Tabla IV.24. Comparación de los resultados obtenidos a partir de los modelos matemáticos para evaluar las condiciones de adherencia entre el sustrato y el recubrimiento	139
Tabla IV.25. Validación de predicción de esfuerzo máximo en la superficie del acero adyacente a la intercara sustrato-recubrimiento, modelo de contacto de “no separación”	140

Tabla V.1. Comparación entre los valores del módulo de elasticidad ( $E$ ) del acero y del recubrimiento reportados en la literatura, con respecto a los determinados mediante ultrasonido en el presente trabajo	146
Tabla V.2. Disminución absoluta (MPa) y Porcentaje de disminución de resistencia a la fatiga (%PRF) en función del número de ciclos a falla para las probetas recubiertas por proyección térmica	149
Tabla V.3. Factor de corrección ( $FC$ ) para cada condición ensayada a fatiga	153
Tabla V.4. Aumento absoluto (MPa) y Porcentaje de aumento de resistencia a la fatiga (%ARF) en función del número de ciclos a falla para las probetas recubiertas por proyección térmica en condición STF y STG con respecto al acero granallado con alúmina sin recubrir	155
Tabla V.5. Valores calculados numéricamente del número de ciclos a falla ( $N_f$ ) y sus correspondientes valores de esfuerzo alternante ( $\sigma_a$ )	161
Tabla V.6. Intervalo de valores de Momento flector empleados en la simulación de la vida en fatiga de las probeta en condición ST	161

# CAPÍTULO I

## INTRODUCCIÓN

Los recubrimientos depositados mediante proyección térmica, actualmente tienen un amplio campo de aplicación, en la protección de una gran cantidad de componentes en diversas aplicaciones industriales. Entre las industrias que emplean este sistema de protección, se encuentran las automotrices, aeroespacial, petroquímica, nuclear, de papel, del gas, etc. Este tipo de recubrimientos pueden ser depositados sobre una gran variedad de materiales y son capaces de mejorar las propiedades superficiales frente a la corrosión, desgaste, erosión y altas temperaturas [Zhang *et al.* 2009, Hadad *et al.* 2008, Lima y Guilemany 2007, Al-Fadhli *et al.* 2006, Voorwald *et al.* 2005, Padilla *et al.* 2002, Nascimento *et al.* 2001, Watanabe *et al.* 1997].

En la actualidad, uno de los motivos que ha incrementado el considerar este tipo de depósitos en nuevas aplicaciones industriales, se fundamenta en la sustitución de los recubrimientos electro depositados de cromo duro, los cuales presentan excelentes propiedades, entre las que se encuentran una alta dureza, resistencia al desgaste, a la corrosión y además poseen un bajo coeficiente de desgaste [Carvalho y Voorwald 2009, Gibbons *et al.* 2007, Espallargas, *et al.* 2008, Voorwald *et al.* 2005, HCAT 2004, Nascimento *et al.* 2001a; 2001b]. El problema con estos recubrimientos electro depositados, se encuentra durante el proceso de cromado, en el cual se generan vapores de cromo hexavalente, el cual es altamente cancerígenos y posee una alta toxicidad, incluso mayor que el cadmio y el arsénico [Gibbons *et al.* 2007, HCAT 2004, Sartwell *et al.* 2002].

Aunque existen diversos procesos de deposición de recubrimientos, como por ejemplo la deposición química en fase vapor (CVD), la deposición física en fase vapor (PVD), “ión plating”, etc., que pudieran producir películas delgadas con excelentes propiedades, los recubrimientos depositados por proyección térmica presentan ventajas sobre éstos, dentro de las que se encuentran que prácticamente puede ser depositado cualquier tipo de material, sobre cualquier tipo de sustrato, además muchos de los procesos no causan excesivo calentamiento del sustrato, se pueden realizar depósitos in-situ, es una tecnología ambientalmente más segura y limpia [Ibrahim y Berndt 2007, Voorwald *et al.* 2005, Nascimento *et al.* 2001a; 2001b, McGrann *et al.*

1998a]. Sin embargo, aunque en los últimos años se han logrado avances significativos en los procesos y la tecnología de los materiales utilizados a través de la proyección térmica haciendo de ésta una técnica ampliamente utilizada, algunas limitaciones en cuanto a confiabilidad y reproducibilidad han evitado su aplicación extensa particularmente en aquellas funciones que son de “ alta confiabilidad”, es decir, en aquellas aplicaciones donde falla del recubrimiento resulte directamente en la falla del componente. Adicionalmente, otro de los problemas que presenta esta técnica, se genera en que como resultado del proceso de deposición, los recubrimientos proyectados térmicamente presentan propiedades muy diferentes a la de los materiales volumétricos de la misma composición, como consecuencia de la porosidad, anisotropía y esfuerzos residuales. Además, las condiciones de procesamiento de los polvos, afectan significativamente la microestructura y las propiedades de estos recubrimientos [Matejicek y Sampath 2003, Fauchais *et al.* 2001, Sampath *et al.* 1999, Herman y Sampath 1996].

Dentro de las técnicas de proyección térmica existentes, el proceso de deposición por combustión de alta velocidad oxígeno-combustible (HVOF), ha demostrado poseer grandes ventajas, debido a que las altas velocidades de proyección de partículas dan como resultado una muy buena adhesión del recubrimiento, así como baja porosidad, además, debido al menor tiempo de exposición durante el vuelo de las partículas, se produce una menor oxidación superficial, se consigue una alta densidad de recubrimiento, lo que implica una baja porosidad, que puede traducirse en una buena resistencia a la corrosión de los recubrimientos, también se consiguen altos valores de dureza del recubrimiento, lo que causa una muy buena resistencia al desgaste, así como una buena retención de la química y fases de las partículas [Ruggiero y Froning 2006, Sidhu *et al.* 2006, Stokes y Looney 2004].

Dentro de los diferentes materiales que pueden ser depositados mediante la técnica de HVOF, destacan los recubrimientos a base de WC-Co, los cuales son ampliamente utilizados como barreras protectoras debido a sus características de alta dureza y resistencia al desgaste [Skandan *et al.* 2000]. Este tipo de recubrimientos también se utiliza como sustituto en el caso del cromado del acero y del anodizado del aluminio.[Brooman 2004, HCAT 2004, Sartwell *et al.* 2002, Nascimento *et al.* 2001a, Nascimento *et al.* 2001b, Dorfman *et al.* 2000, McGrann *et al.* 1998, Berger *et al.* 1996, Savarimuthu *et al.* 2000].

En cuanto al efecto que los recubrimientos depositados por proyección térmica producen sobre el comportamiento en fatiga de los sistemas recubiertos, existen numerosos estudios que han abordado este tema, pero no se ha determinado realmente el efecto de los diversos parámetros involucrados en el mecanismo de falla por fatiga, además, algunos investigadores reportan efectos benéficos del depósito, mientras que otros reportan efectos negativos, aún cuando se trata del mismo recubrimiento [Ibrahim y Berndt 2007; 2000, Puchi-Cabrera *et al.* 2006a; 2006b; 2003, Al-Fadhli *et al.* 2006, Voorwald *et al.* 2005, HCAT 2004, Stokes y Looney 2004, Ahmed 2002, Ahmed *et al.* 2000, Sartwell *et al.* 2002, Khaled 2002, Oliveira *et al.* 2001, Higuera *et al.* 2001, Nascimento *et al.* 2001a; 2001b, Hernández *et al.* 2000, McGrann *et al.* 1998a, Ogawa *et al.* 1998, Nieminen *et al.* 1997]. Además, el desempeño del recubrimiento dependerá de su respuesta ante el ambiente de trabajo y su adhesión al sustrato [Kawakita *et al.* 2003, Stokes y Looney 2004].

En el mismo orden de ideas, la adherencia de los recubrimientos proyectados térmicamente es de crucial importancia ya que ésta influencia el desempeño de los recubrimientos producidos, tales como, su resistencia al impacto, vida a fatiga e incluso la resistencia a la corrosión [Kuroda *et al.* 2004]. Sin embargo, aunque la preparación superficial previa a la deposición mejora el enlace entre el sustrato y el recubrimiento, la resistencia a la fatiga del sustrato puede disminuir debido al granallado con partículas de alúmina [Al-Anazi *et al.* 2007, Al-Fadhli *et al.* 2006, Puchi *et al.* 2006a; 2006b; 2003, Oliveira *et al.* 2001, Hernández *et al.* 2000]. Durante el proceso de granallado algunas partículas de alúmina pueden alojarse en el sustrato convirtiéndose en concentradores de esfuerzo, lo cual favorece la nucleación de grietas y disminuye la resistencia a la fatiga del material [Puchi *et al.* 2003, Padilla *et al.* 2002, Nascimento *et al.* 2001a].

Por lo tanto, el presente Trabajo de Tesis Doctoral tiene por finalidad evaluar de una manera sistemática la influencia de la rugosidad del sustrato sobre las características microestructurales de los recubrimientos base carburo de tungsteno cobalto, y correlacionar estas características con la determinación de algunas propiedades estáticas y dinámicas a fin de optimizar el proceso de deposición de la aleación por la técnica de HVOF.

## **CAPITULO II**

### **ANTECEDENTES**

#### **2.1. Proceso de Proyección Térmica de Alta Velocidad (HVOF)**

El rociado térmico o proyección térmica, es el término genérico que se aplica al conjunto de procesos en donde materiales metálicos, cerámicos y algunos polímeros, en forma de polvos o alambres son proyectados en estado fundido o parcialmente fundido, dentro o fuera del sistema de proyección, para la formación de un recubrimiento por anclaje mecánico sobre un material de sustrato, donde la microestructura del recubrimiento resulta de la rápida solidificación de las partículas proyectadas. La energía térmica utilizada para fundir el material de recubrimiento, puede ser dividida en dos categorías: Eléctrica y calor por flama [Lima *et al.* 2008, Stokes *et al.* 2003, Pina *et al.* 2003, Guilemany *et al.* 2002, Lau y Lavernia 2002, Knotek 2000, Robert *et al.* 1992].

El rociado térmico es una de las técnicas más versátiles para la aplicación de recubrimientos de protección de componentes contra el desgaste erosivo, abrasivo, fatiga superficial y la corrosión. Una de las ventajas del rociado térmico es el hecho que la fusión parcial o entera de las partículas del material a ser depositado ocurre sin la fusión del sustrato, debido a que solamente tiene lugar un leve calentamiento del mismo. Por lo tanto, usualmente no se observa influencia alguna sobre el tratamiento térmico, composición química, etc. del sustrato, ya que el proceso de deposición por proyección térmica introduce poco calor y la temperatura de éste raramente excede los 150°C [Stokes *et al.* 2004].

Dentro de los procesos de rociado térmico, podemos citar técnicas como: rociado por flama (FP), rociado por arco (AP), rociado por pistola de detonación (D-gun), rociado por plasma atmosférico (APS), por plasma al vacío (VPS), por plasma en atmosfera controlada (CAPS) y proyección térmica oxígeno-combustible de alta velocidad (HVOF), entre otras [Stokes 2003, Lau y Lavernia 2002].

Particularmente, los procesos de proyección térmica oxígeno-combustible de alta velocidad “HVOF”, por sus siglas en Inglés (High Velocity Oxy-Fuel), los cuales están enmarcados dentro de los procesos de rociado por flama, ofrecen un número de potenciales ventajas y alternativas, debido en gran parte a que con la alta velocidad de las partículas que se

genera durante la proyección y las temperaturas más moderadas, es posible depositar materiales que tienden a descomponerse a elevadas temperaturas, logrando recubrimientos densos y con prácticamente pocos cambios de fase en la composición del material de recubrimiento, además, compite con otros procesos en cuanto a su bajo costo de capital, portabilidad y fácil uso en campo. Los recubrimientos obtenidos por proyección térmica HVOF, han demostrado ser una importante alternativa frente al cromo duro debido a su bajo impacto ambiental, además, poseen excelentes propiedades tribológicas y de resistencia a la corrosión [Bolelli *et al.* 2008, Kulkarni 2004, Chivabibul *et al.* 2003, Pina *et al.* 2003, Stokes 2003, Stewart 2002].

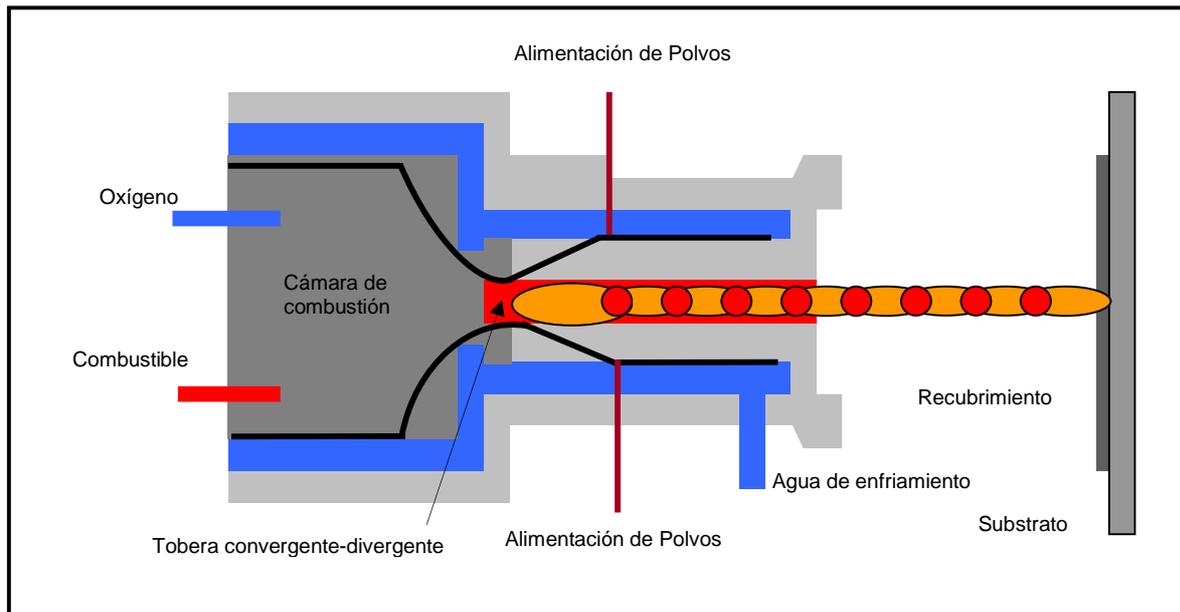
Existe una gran variedad de recubrimientos que puede depositarse mediante HVOF, entre los que se encuentran materiales compuestos monolíticos y particulados (por ejemplo WC-Co), pseudo aleaciones (WC o  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  con Co, Ni o Fe como aleación base), compuestos metal-cerámica “cermets” (por ejemplo  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{30}(\text{Ni}20\text{Al})$ ) y cerámicas puras (Alúmina, Zirconio, óxido de Cromo, etc.) [Gibbons *et al.* 2008, Knotek 2000].

En forma general, independientemente del sistema de proyección HVOF con que se trabaje [Zhang *et al.* 2003, Knotek 2000], su característica principal es que el material a depositar es alimentado en forma de polvo [Nicoll *et al.* 1992]. Dicho material, con tamaños de partícula de 10-63  $\mu\text{m}$ , es inyectado dentro de la cámara de combustión de una pistola de proyección (Figura 2.1), donde una corriente de gas a alta velocidad temperatura, producto de la combustión de un combustible con oxígeno a presiones y caudales elevados, proyecta las partículas a velocidades que pueden incluso alcanzar los  $1700 \text{ m.s}^{-1}$  [Stokes 2003, Nicoll *et al.* 1992].

Debido a la temperatura alcanzada y dependiendo del material a depositar, las partículas pueden llegar al substrato en forma fundida o parcialmente fundidas [Zhang *et al.* 2003, Notek 2000]. La velocidad y temperatura de las partículas dependerá de la densidad, forma y tamaño de los polvos de alimentación, así como de las condiciones de proyección [Dongmo *et al.* 2008]. El recubrimiento se obtiene al realizar un barrido, a una cierta distancia de la superficie del substrato, con la pistola de proyección, de forma de crear capas sucesivas de depósito, producto del impacto, enlace y solidificación de las partículas proyectadas [Dent *et al.* 2000].

En la Figura 2.1, se muestra una representación esquemática de una pistola de proyección HVOF que utiliza combustible líquido, frecuentemente kerosene. Al pasar el oxígeno y el kerosene a la cámara de combustión, éste último es vaporizado y quemado con el oxígeno antes de pasar a través de la tobera convergente divergente, en la cual el gas de combustión es

acelerado hasta alcanzar temperaturas de 1,5 2 veces la velocidad del sonido. En el sistema mostrado en la Figura 2.1, los polvos son alimentados radialmente a la corriente de gas en la tobera. La velocidad del gas en la boquilla de este tipo de pistola, puede llegar a los  $1700 \text{ m.s}^{-1}$ , mientras que la temperatura puede alcanzar valores hasta de  $2870 \text{ }^\circ\text{C}$  [Stokes 2003, Zhang *et al.* 2003].



**Figura 2.1. Representación esquemática de una pistola de rociado térmico HVOF [Nicoll *et al.* 1992].**

Debido a la alta velocidad de las partículas y las temperaturas más moderadas, estos procesos se emplean de manera preferencial para depositar polvos que tienden a descomponerse a temperaturas elevadas. Esta es la razón para su principal campo de aplicación en la deposición de metales duros y carburos cementados tales como WC-Co y  $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$  ya que la densidad y resistencia al desgaste de estos recubrimientos es extremadamente buena y elevada. Sin embargo, también se está prestando mayor atención al rociado de aleaciones metálicas tales como: Inconel (NiCrMoNb), Hastelloys (NiMoCr), Stellites (CoCrNi) o Triballoys (CoMoSi) y aleaciones auto-fundentes base níquel, las cuales se pueden depositar eficientemente [Gibbons *et al.* 2008, Zhang *et al.* 2003, Stokes 2003, Knotek 2000].

### 2.1.1. Microestructura de los recubrimientos depositados por rociado térmico

Las partículas proyectadas en estado líquido, debido a su temperatura y energía cinética elevada, al impactar contra el sustrato forman lamelas, es decir, las partículas se aplanan, fracturan, extienden y templan dentro de un periodo de tiempo muy corto. De esta manera, tiene lugar un enfriamiento rápido de las partículas debido a su expansión radial, aumento en área superficial y masa más pequeña. El tiempo necesario para que se produzca la solidificación oscila entre  $10^{-8}$  y  $10^{-6}$  segundos. Por lo tanto, aunque la temperatura de las partículas proyectadas fuese mayor que la temperatura *solidus* del sustrato, no ocurriría fusión alguna de éste ya que las lamelas tendrían una tasa de enfriamiento muy elevada [Knotek 2000].

Las partículas proyectadas que impactan unas detrás de otras, una vez solidificadas, también se enfrían rápidamente ya que el periodo de tiempo de impacto entre sí está alrededor de  $10^{-2}$  segundos, lo cual es mucho mayor que el tiempo necesario para su enfriamiento. Incluso, materiales fácilmente inflamables tales como la madera o los plásticos pueden utilizarse como sustratos debido a que en la intercara del sistema sustrato-recubrimiento se desarrollan temperaturas bajas que varían entre 100 y 280°C [Knotek 2000]. Además de las lamelas, los recubrimientos por rociado térmico presentan una red de poros y discontinuidades muy singulares, las cuales resultan de la combinación de varios fenómenos que ocurren durante el proceso de construcción de los mismos (Figura 2.2). Los poros cerrados, usualmente de grandes dimensiones, resultan de la falta de apilamiento cuando las partículas golpean y se deforman sobre capas previamente depositadas. Las grietas intralamelares, perpendiculares a la superficie del sustrato, se desarrollan mayormente en lamelas cerámicas durante la solidificación. Las grietas interlamelares, paralelas a la superficie del sustrato, dependen significativamente de las características de tensión superficial durante la etapa en la que se esparce la partícula. Por lo tanto, la combinación de la decohesión intralamelar, decohesión interlamelar y cavidades constituye una red de poros conectados que puede afectar significativamente las características de los recubrimientos. En cualquiera de los casos, estas características están relacionadas a los parámetros de procesamiento establecidos en la fabricación de los recubrimientos y ellos modificaran significativamente las características del recubrimiento, su cohesión, sus constantes elásticas o constantes de cedencia y su impermeabilidad, entre las más importantes [Guessasma *et al.* 2004].

Un análisis más profundo de la microestructura de la lamela producida por los procesos de proyección térmica, revela que debido a la velocidad de enfriamiento y a los procesos correspondientes a la rápida solidificación, tres diferentes morfologías pueden aparecer. La Figura 2.3, ilustra las posibles morfologías del “splat” o lamela, en función del gradiente de temperatura,  $G$ , en la fase líquida justo frente de la vecindad de la interfase sólido-líquido y de la velocidad de solidificación,  $V_s$ , [Christoulis *et al.* 2008].

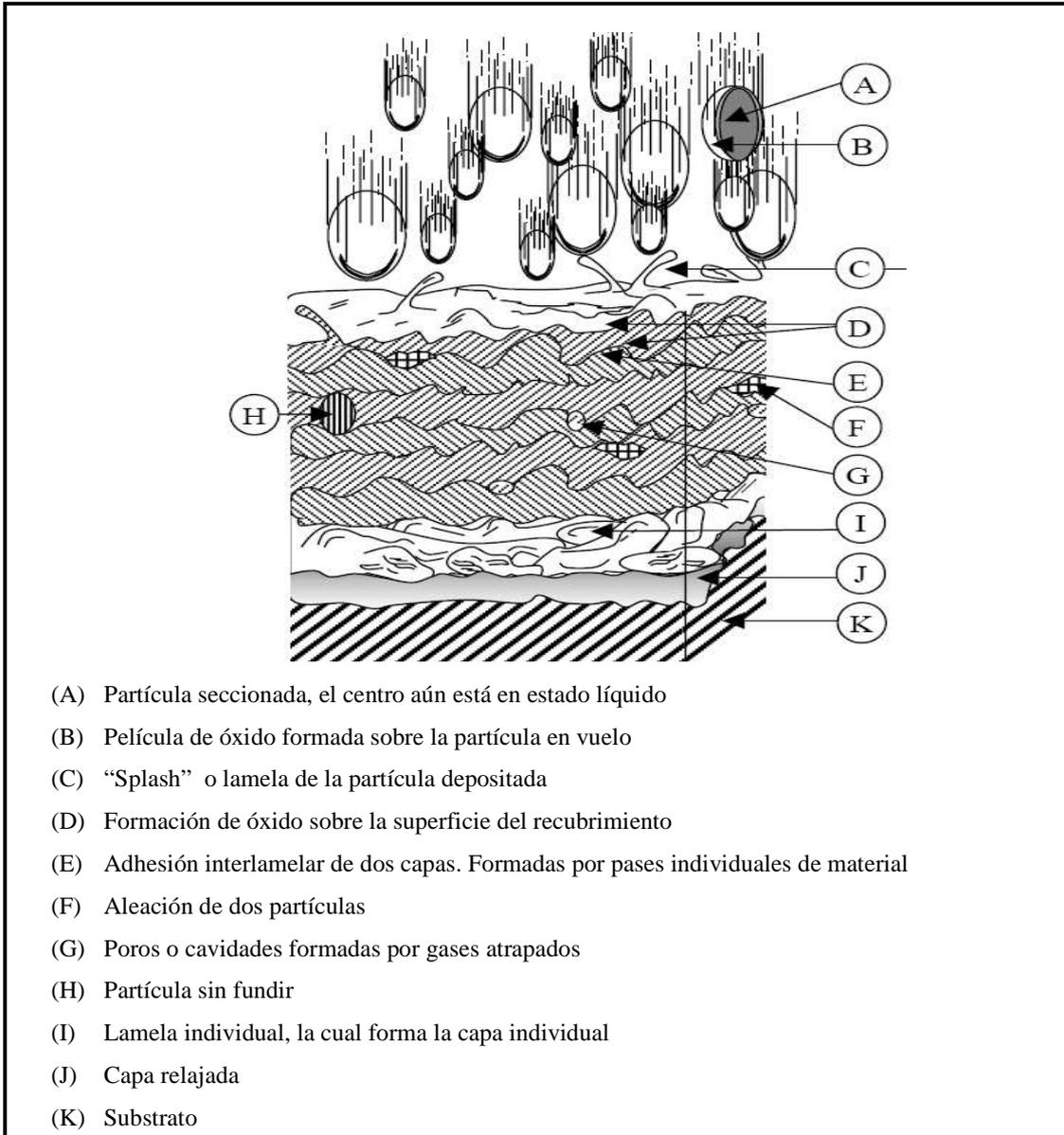
El proceso de solidificación de la lamela está caracterizado por tres parámetros importantes:

- i. La velocidad de enfriamiento:  $V_r = dT/dt$  ( $T$  es la temperatura y  $t$  es el tiempo)
- ii. La velocidad de solidificación:  $V_s = dx/dt$  ( $x$  es el desplazamiento del frente de solidificación)
- iii. El gradiente de temperatura:  $G = dt/dx$  en la interfase líquido/sólido.

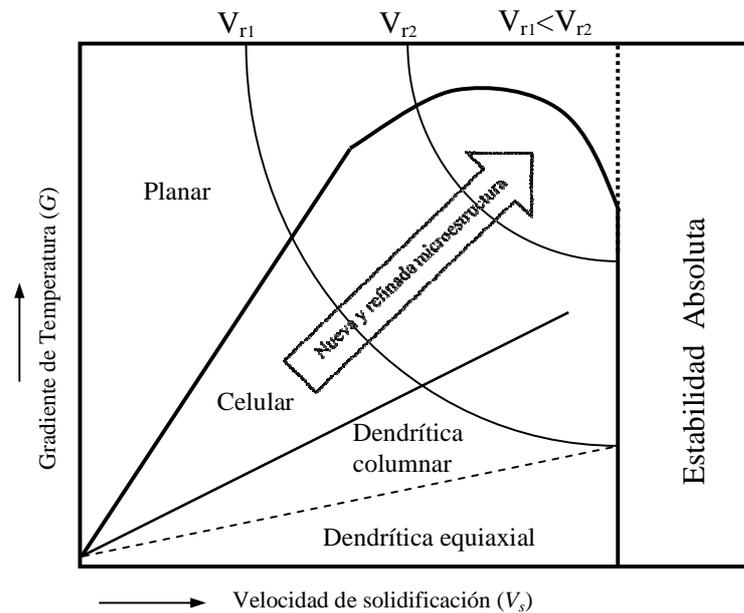
Estos parámetros están relacionados por la ecuación:

$$V_r = V_s G \quad (\text{ec. 2.1})$$

La relación entre el gradiente de temperatura ( $G$ ) y la velocidad de solidificación ( $V_s$ ) determina el tipo de microestructura. El incremento de la relación  $G/V_s$  causa un cambio en el tipo de microestructura (Figura 2.2), en el siguiente orden: dendrítica, celular y planar. Por otro lado, el tamaño de grano de la microestructura es determinado por la velocidad de enfriamiento  $V_r$  [Christoulis *et al.* 2008].



**Figura 2.2. Típica sección transversal de un recubrimiento proyectado térmicamente [Stokes y Looney 1999].**



**Figura 2.3. Dependencia de la morfología de solidificación del gradiente térmico ( $G$ ) y de la velocidad de solidificación ( $V_s$ ) [Christoulis *et al.* 2008].**

### 2.1.2. Recubrimientos a base de carburo de tungsteno-cobalto (WC-Co)

Los polvos de carburo de tungsteno (WC), son ampliamente utilizados debido a que producen recubrimientos densos, de alta dureza y excelente resistencia al desgaste. Generalmente se emplean para proteger contra la erosión y la corrosión en medios industriales. En aplicaciones donde la resistencia al desgaste abrasivo o erosivo es de principal importancia, el WC-Co con o sin níquel o cromo son utilizados. Los polvos de WC-Co-Cr son principalmente utilizados cuando existe una alta demanda de resistencia a la corrosión. Esta resistencia depende de los óxidos, poros y de las transformaciones que ocurren durante los procesos de proyección térmica [Mann y Arya 2003]. Entre otras aplicaciones, los recubrimientos a base de WC-Co se emplean para la fabricación de componentes a partir de sustratos metálicos más económicos o ligeros, así como en la reparación de componentes desgastados [Voorwald *et al.* 2005, McGrann *et al.* 1998, Berguer *et al.* 1996].

Comparado con otros procesos de proyección térmica, el rociado mediante HVOF es uno de los mejores métodos convencionales de deposición de polvos de carburo de tungsteno-cobalto

(WC-Co), debido principalmente a las altas velocidades y temperaturas experimentadas por el polvo, lo cual resulta en una menor descomposición del carburo de tungsteno (WC) durante el proceso de rociado [Wang *et al.* 2009, Yang *et al.* 2003]. Además, estos recubrimientos se han empleado como sustituto de del cromado de acero y anodizado de aluminio, así como en el campo automotriz, aeronáutico y en la industria aeroespacial [Nascimento *et al.* 2001, McGrann *et al.* 1998].

El mono carburo de tungsteno (WC), es la fase carburada deseable para la mayoría de las aplicaciones, sin embargo, las reacciones de alta temperatura durante el rociado y el temple debido a las altas velocidades de enfriamiento inherentes al proceso de deposición, pueden convertir al WC en otras fase secundaria. La decarburización de WC para formar  $W_2C$ , W y la fase amorfa o nanocristalina Co-W-C resulta desfavorable para algunas aplicaciones prácticas. Además, pueden formarse otras fases adicionales como  $W_2(C, O)$ ,  $Co_3W_3C$  y  $Co_6W_6C$ . El grado de descomposición de los polvos durante el rociado depende principalmente de dos factores: (a) historial tiempo-temperatura de la partícula y, (b) tamaño de partícula, porosidad y tamaño de grano del WC dentro de la partícula. La disolución del carburo y subsecuente decarburización es promovida por las altas temperaturas debido al largo tiempo de residencia de las partículas en la flama. En algunos casos, al tratar de disminuir el tiempo de permanencia de las partículas en la flama, puede resultar en un inadecuado calentamiento de la partícula, lo que consecuentemente produciría recubrimientos con una pobre adhesión entre las lamelas [Kamnis *et al.* 2008, Chivavibul *et al.* 2007, Guilemany *et al.* 2005, Stewart *et al.* 1999].

### **2.1.3 Adherencia recubrimiento-substrato (efecto de la preparación superficial del substrato)**

La adhesión de recubrimientos producidos por proyección térmica sobre substratos metálicos, es un factor crítico para el comportamiento de estos sistemas. Debido principalmente, a que la adherencia de muchos de los recubrimientos proyectados térmicamente es por anclaje mecánico, el cual se genera en función de condición superficial del substrato, la alta presión desarrollada por el impacto de las partículas y la solidificación de las lamelas. Por lo que es crucial que el substrato sea adecuadamente preparado para asegurar la máxima adhesión de recubrimiento. La limpieza superficial y la rugosidad son los factores más importantes que afectan la adhesión. La apropiada limpieza y rugosidad proporcionan la superficie crítica sobre la

cual la primera partícula fundida o en estado plástico, choca cuando se emplean procesos de rociado térmico [Lima y Guilemany 2007].

La rugosidad incrementa significativamente el área superficial para el contacto partícula-substrato por incremento de la interacción atómica y metalúrgica, además de proporcionar muchos sitios para el anclaje mecánico. La limpieza con chorro abrasivo es realizada para preparar el substrato antes de la aplicación del recubrimiento, mediante la remoción de contaminantes y proporcionando el perfil de rugosidad necesario para la buena adhesión del recubrimiento al substrato [Varacalle *et al.* 2006].

La técnica de preparación superficial mediante chorro de partículas abrasivas, consiste en aplicar sobre la superficie a preparar una corriente de alta presión de aire con diferentes partículas (generalmente alúmina), las cuales erosionan la superficie metálica creando una superficie rugosa. La rugosidad obtenida es dependiente de los parámetros del proceso de chorreado, la rugosidad se incrementa con el incremento de la presión de aire y con el incremento del ángulo de chorreado (hasta un ángulo límite de 75°), mientras que la rugosidad disminuye con la distancia de chorreado. La remoción de material en el proceso de chorreado con partículas abrasivas, ocurre por un proceso abrasivo, donde mecanismos como microcorte, surcado y extrusión son activados. Además, por efecto del impacto de las partículas abrasivas, la superficie es endurecida y en general, queda bajo esfuerzos compresivos, los cuales se incrementan con la presión del chorreado y con el tamaño de la partícula abrasiva [Poorna *et al.* 2009]

El perfil superficial consiste en un modelo de picos y valles marcados sobre el acero, resultado de la alta velocidad de partículas abrasivas. El substrato deberá ser limpiado seguido del chorreado con partículas abrasivas para remover los residuos de sucio, ya sea por el uso de solventes o aire seco limpio. Es importante que la superficie preparada sea recubierta tan pronto como sea posible después de la preparación, para prevenir la oxidación o contaminación que pueda producir fallas en el recubrimiento [Mann y Arya 2003].

Aunque está establecido que la adhesión del recubrimiento es función de la rugosidad del substrato, algunos investigadores han sugerido que existe un valor máximo de adherencia para una rugosidad específica [Mohammadi *et al.* 2007]. Además, es importante destacar que la morfología de la lamela inicial sobre la superficie rugosa del substrato juega un papel importante en la integridad de la intercara substrato/recubrimiento y sobre la resistencia adhesiva del recubrimiento [Ivosevic *et al.* 2006].

Existen tres diferentes mecanismos de adhesión recubrimiento-substrato, durante un proceso de rociado térmico: (1) efecto de anclaje mecánico, (2) enlace físico y, (3) enlace químico-metalúrgico. En un proceso convencional de proyección térmica, con una velocidad de partícula relativamente baja, la adhesión entre el substrato y el recubrimiento depende principalmente del anclaje mecánico, el cual está relacionado con la rugosidad superficial y la solidificación de las partículas que impactan. Sin embargo, pueden ocurrir procesos de difusión, como en el proceso de rociado térmico por plasma al vacío (VPS) o por procesos de plasma a baja presión, donde el substrato puede alcanzar altas temperaturas. Los mecanismos de enlace físico o adhesivo, son efectivos en las áreas de micro-contacto entre las partículas y/o el substrato. Estas fuerzas corresponden a las fuerzas de atracción atómica dentro de la materia sólida cristalina, puesto que las partículas se aproximan unas a otras tan estrechamente como a niveles atómicos. Dependiendo del tipo de enlace atómico, pueden tener lugar, por un lado, fuerzas de van der Waals y por el otro intercambio de electrones de valencia [Knotek 2000]. Por último, el enlace químico-metalúrgico del recubrimiento con el substrato puede desarrollarse cuando se depositan materiales con alto punto de fusión (Mo, W), sobre substratos con bajo punto de fusión. Por otro lado, la fuerte adhesión de recubrimientos proyectados mediante HVOF, ha mostrado depender fuertemente del estado de fusión de la partícula que sobre su velocidad o temperatura [Wang *et al.* 2005, Knotek 2000].

En el caso de los recubrimientos WC-Co depositados por proyección térmica de alta velocidad, éstos son depositados como partículas en estado bifásico sólido-líquido, donde las partículas de WC están en estado sólido, adheridas por una matriz en fase líquida (Co). Por lo que un enlace físico junto con el anclaje mecánico es un factor importante que contribuye a la alta resistencia adhesiva de este tipo de recubrimiento. Este enlace físico resulta de la alta presión de impacto de la fracción sólida presente en el estado bifásico sólido-líquido de las partículas proyectadas, característico del proceso de deposición de WC-Co por HVOF. Mientras que la fase líquida alrededor de la fracción sólida, es obligada a un contacto íntimo con el substrato bajo la substancial presión de impacto de la fracción sólida. Como resultado de esto, las fuerzas de Van der Waals pueden aparecer como enlace físico entre los átomos de las partículas rociadas y los átomos de la superficie del substrato. Todo lo anterior se traduce en que, al crear partículas con un núcleo sólido cubierto por un escudo en fase líquida, resulta en una excelente adherencia de

los recubrimientos de WC-Co depositados mediante HVOF [Wang *et al.* 2005, Watanabe *et al.* 2006].

## **2.2. Propiedades Mecánicas de los Recubrimientos depositados por Proyección Térmica**

La exacta determinación de las propiedades mecánicas, así como la resistencia a la fatiga de recubrimientos metálicos sujetos a cargas dinámicas variables, es un aspecto importante de muchos problemas de ingeniería. Dada la propia naturaleza de los recubrimientos depositados por rociado térmico, la presencia de poros, microgrietas, límites de lamelas y partículas sin fundir, además de sus espesores, hace que sus propiedades mecánicas sean difíciles de determinar. Además, la remoción del recubrimiento sin utilizar medios químicos que puedan afectar el recubrimiento, es relativamente difícil lo que dificulta adicionalmente dicha evaluación. La determinación de propiedades mecánicas es útil a la hora de comparar las condiciones de deposición y permite seleccionar mejor un recubrimiento para una aplicación específica [Hadjiyiannis *et al.* 2008, Guilemany *et al.* 2002, Li y Khor 2002, Nakamura *et al.* 2000].

### **2.2.1. Evaluación la adherencia de recubrimientos depositados mediante proyección térmica**

La adhesión de los recubrimientos depositados por proyección térmica, es una propiedad muy importante para evaluar el comportamiento y fiabilidad del recubrimiento en aplicaciones de ingeniería, debido a que está directamente relacionada con la durabilidad del mismo. Muchos recubrimientos interesantes no pueden ser usados, debido a su baja e insuficiente adherencia [Hadad *et al.* 2008, Watanabe *et al.* 2006]. Diversos recubrimientos depositados industrialmente, han demostrado tener una superior adhesión sobre sustratos metálicos, los recubrimientos tipo “cermet” de la familia de los carburo de tungsteno-cobalto (WC-Co) son un excelente ejemplo de ello [Watanabe *et al.* 2006].

Diferentes métodos han sido desarrollados para evaluar la adherencia del recubrimiento al sustrato, muchos de ellos están basados en la mecánica de fractura lineal elástica “LEFM” por sus siglas en inglés, pero cada método está relacionado a un cierto tipo de recubrimiento, condición de carga, técnica de aplicación del recubrimiento, etc., por lo que no existe un ensayo universal que permita medir la adhesión de recubrimientos. Esto puede ser explicado por la gran variedad de sistemas recubiertos, los cuales están presentes en muchas aplicaciones de ingeniería:

metal/metal, metal/cerámica, polímero/metal, polímero/cerámica, etc. Los ensayos que funcionan con un tipo en particular de sistema, no necesariamente funciona con otro sistema, aunque no existe un ensayo de adhesión estándar que pueda satisfacer todo tipo de materiales, los más usados son los ensayos de indentación, ensayos de corte, de flexión y de resistencia adhesiva a la tracción. Este último es ampliamente aplicado en la industria (ASTM C633, ASTM F1147, ISO 14916, EN 582), en el cual un adhesivo de tipo polimérico es adherido al recubrimiento y a una contraparte, la cual es traccionada hasta lograr el desprendimiento del depósito, pero se debe hacer notar que este ensayo depende de condiciones de carga, espesor del recubrimiento, métodos de preparación superficial, etc. Además, la resistencia a la adhesión medible está limitada a la resistencia del adhesivo (60 a 80 Mpa) [Hadad *et al.* 2008, Watanabe *et al.* 2006, Yao *et al.* 1999].

En los últimos años, los ensayos de indentación en la intercara substrato-recubrimiento, han sido propuestos como una alternativa frente a otros tipos de ensayos para caracterizar las propiedades adhesivas de los recubrimientos depositados por proyección térmica [Chicot *et al.* 2005]. Lo atractivo de esta técnica de ensayo se verifica por [Factor y Roman 2000]:

- i. Es un procedimiento de laboratorio bien establecido, debido a que utiliza equipos comúnmente encontrados en laboratorios de materiales estándares.
- ii. La técnica tiene una historia de aplicación desde hace décadas.
- iii. El entendimiento de los principios científicos es relativamente simple, dándole al operador una sensación de seguridad.
- iv. Los datos cuantitativos son generados en un tiempo relativamente corto.
- v. La preparación superficial necesaria es idéntica a la de cualquier preparación para una observación por microscopía óptica.

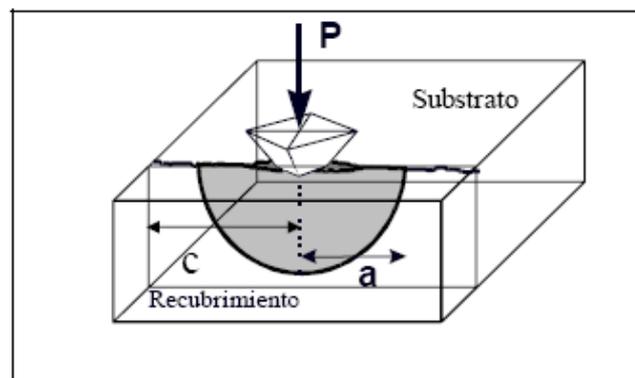
El ensayo de indentación en la intercara, consiste en medir la longitud de las grietas generadas en la intercara entre el substrato y el recubrimiento como consecuencia de una indentación Vickers. Con la finalidad de interpretar los resultados, varios métodos han sido propuestos, buscando expresar ya sea una tenacidad en la intercara o una energía de agrietamiento [Chicot *et al.* 2005].

En el ensayo de indentación, se aplican altos esfuerzos localizados para romper las uniones recubrimiento-substrato, introduciendo mecánicamente una grieta estable en la intercara, por medio de un penetrador convencional utilizado en los ensayos de dureza. Se usa la resistencia a la propagación de la grieta a lo largo de la intercara como una medida de adherencia y puede

relacionarse con la resistencia a la fractura. El parámetro de resistencia a la fractura se relaciona con los enlaces a través de la intercara y es una medida fundamental de la adherencia, considerando que la fuerza es determinada por la combinación entre la resistencia a la fractura, los esfuerzos residuales y la distribución de los defectos en la intercara. Los ensayos se basan en asumir que la intercara tiene menor tenacidad que el recubrimiento o el sustrato, de manera que actuará como sitio preferencial para la propagación de las grietas laterales durante el ensayo de indentación. Cuando la fractura no ocurre en la intercara se puede concluir que la tenacidad de la misma es por lo menos tan grande como el del más débil de los componentes del sistema [Silva, 2008, Chicot *et al.* 1996, Demarecaux *et al.* 1996, Lesage *et al.* 1993].

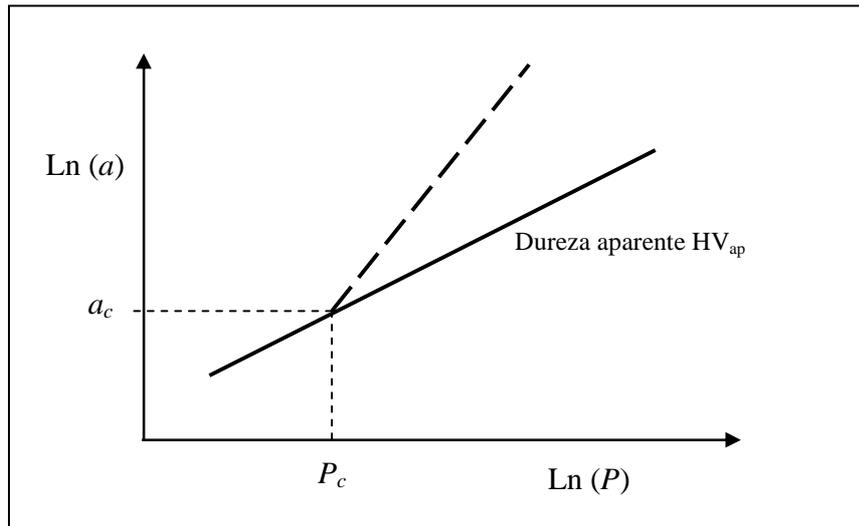
La longitud de la grieta ( $c$ ), medida a partir del centro de la impronta, es igual a que se tome la medida de la longitud a partir del extremo de la impronta, en conjunto con el valor semidiagonal de la impronta ( $a$ ) (Figura 2.4). Cuando la carga aplicada no es suficiente para promover la formación de una grieta en la intercara, el valor de  $c$  es menor o igual a la semidiagonal de la huella en la intercara. Este último corresponde a una dureza aparente  $HV_{ap}$  que es el resultado de las contribuciones del sustrato y recubrimiento. Chicot *et al.* (1996), demostraron que la diagonal a la intercara es una medida de las diagonales que se obtienen separadamente en el sustrato y en el recubrimiento bajo la misma carga. Entonces, es posible calcular la diagonal promedio de los ensayos de dureza realizados bajo diferentes cargas, a través de una representación gráfica bi-logarítmica, en la que se obtiene una línea recta, que se denomina dureza aparente [Chicot *et al.* 1996], la relación entre  $P$  y  $a$  viene dada por la dureza de Meyer [Meyer, 1908].

$$a = \alpha P^n \quad (\text{ec. 2.2})$$



**Figura. 2.4.** Esquema del principio de indentación en la intercara del sistema sustrato recubrimiento [Chicot *et al.*1996].

Dentro de estas condiciones, la carga crítica es aquella donde empieza la posibilidad de romper las uniones entre el recubrimiento y el substrato, lo que se considera como representativo de la adherencia, cuando se reduce la longitud de la grieta a la semidiagonal de la impronta; es decir, el punto de intersección entre las dos rectas. La Figura 2.5, muestra un esquema de la recta de agrietamiento asociada con la dureza aparente [Silva 2008].



**Figura 2.5. Esquema de la recta de agrietamiento asociada con la dureza aparente [Silva 2008].**

La carga crítica  $P_C$  representa la tendencia a agrietarse propia de la intercara; porque  $P_C$  es independiente del espesor del recubrimiento. Por consiguiente,  $P_C$  representa la posibilidad de romper los enlaces entre el recubrimiento y el substrato, entonces puede considerarse como una medida para interpretar la adherencia [Silva, 2008].

### **2.2.2. Aplicación de técnicas ultrasónicas para la determinación del módulo elástico de materiales**

El conocimiento de la matriz de rigidez es esencial para modelar y evaluar el comportamiento mecánico de los materiales compuestos bajo condiciones de carga severas. Entre las desventajas del uso de técnicas convencionales se encuentran los siguientes hechos: (a) algunas constantes de los materiales anisotrópicos son difíciles de medir, (b) las técnicas son por naturaleza destructivas, (c) alto costo involucrado en producir muestras con la forma y tamaños deseados y (d) las mediciones “in situ” son difíciles de realizar [Shashidhara *et al.* 2005].

En el caso de los materiales isotrópicos, solamente con dos constantes elásticas (por ejemplo módulo de Young y relación de Poisson), son suficientes para describir completamente su comportamiento elástico. Esas constantes pueden ser fácilmente determinadas del resultado de un simple ensayo cuasi estático de tracción. Sin embargo, cuando se trata de materiales anisotrópicos, para describir su comportamiento elástico se requiere un mayor número de constantes elásticas, dependiendo del grado de anisotropía. Esas constantes son los elementos del tensor de elasticidad, el cual describe completamente el comportamiento elástico del material. En este caso, los ensayos mecánicos convencionales pueden determinar solo una parte del tensor [Zeng *et al.* 2001, Basaran *et al.* 2002, Shashidhara *et al.* 2005, Kostopoulos *et al.* 2006].

En el caso de los sistemas recubiertos, el comportamiento esfuerzo-deformación en la intercara, la dureza superficial, etc., dependen del módulo elástico,  $E$ , del recubrimiento, por lo que este parámetro es fundamental para caracterizar el comportamiento de dichos sistemas [Zeng *et al.* 2001, Guilemany *et al.* 2002, Chivavibul *et al.* 2007, Kruger *et al.* 2008].

Debido a que la propagación de las ondas elásticas está directamente relacionada con las propiedades elásticas del medio de propagación, el ensayo ultrasónico puede emplearse para lograr la completa determinación del tensor de elasticidad de los materiales anisotrópicos. Las técnicas ultrasónicas, están especialmente calificadas para la medición no destructiva de todas las propiedades mecánicas de materiales. Las constantes elásticas son determinadas por medio de la medición de velocidades ultrasónicas, las cuales son posteriormente relacionadas con las propiedades del material [Shashidhara *et al.* 2005].

Existen diversos métodos para medir la velocidad ultrasónica en un material. Para diferentes aplicaciones, el módulo elástico, la microestructura del material, las condiciones morfológicas y las propiedades mecánicas asociadas pueden ser caracterizadas por medio de ensayos ultrasónicos. Las cantidades directamente medidas por ultrasonido son la velocidad ultrasónica y la atenuación. El módulo elástico es determinado por medición de velocidades. La microestructura del material puede ser caracterizada por medidas de velocidad y atenuación. La evaluación ultrasónica de las propiedades mecánicas (resistencia o tenacidad), son directas y dependen de ya sea inferencias teóricas o correlaciones empíricas [Zeng *et al.* 2001, Guilemany *et al.* 2002, Basaran *et al.*, 2002; Shashidhara *et al.* 2005, Kostopoulos *et al.* 2006, Chivavibul *et al.* 2007, Kruger *et al.* 2008].

En los materiales que puedan ser considerados como isotrópicos, la velocidad de las ondas ultrasónicas longitudinales y transversales pueden ser utilizadas para determinar sus propiedades elásticas. Si  $V_L$  y  $V_T$  son las velocidades de la onda longitudinal y transversal, respectivamente y  $\rho$  es la densidad; entonces:

$$G = \rho V_T^2 \quad (\text{ec. 2.3}); \quad \nu = \frac{V_L^2 - 2V_T^2}{2(V_L^2 - V_T^2)} \quad (\text{ec. 2.4}) \quad \text{y} \quad E = 2G(1 + \nu) \quad (\text{ec. 2.5})$$

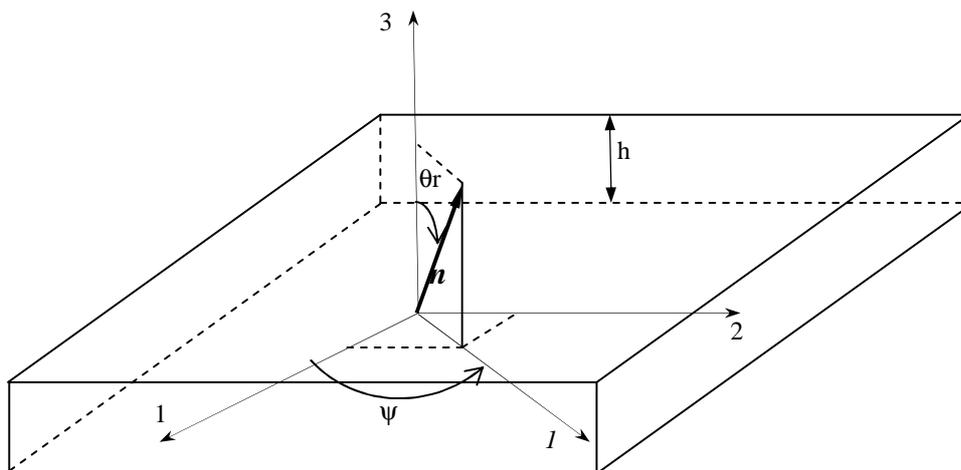
Donde:  $E$  es el módulo de Young del recubrimiento,  $G$  es el módulo de corte y  $\nu$  es la relación de Poisson [Zeng *et al.* 2001].

La determinación de las propiedades mecánicas de los materiales anisotrópicos se puede llevar a cabo calculando los coeficientes de la ecuación de propagación de una onda elástica plana, basado en la selección apropiada de mediciones de velocidades a lo largo de direcciones conocidas en el material.

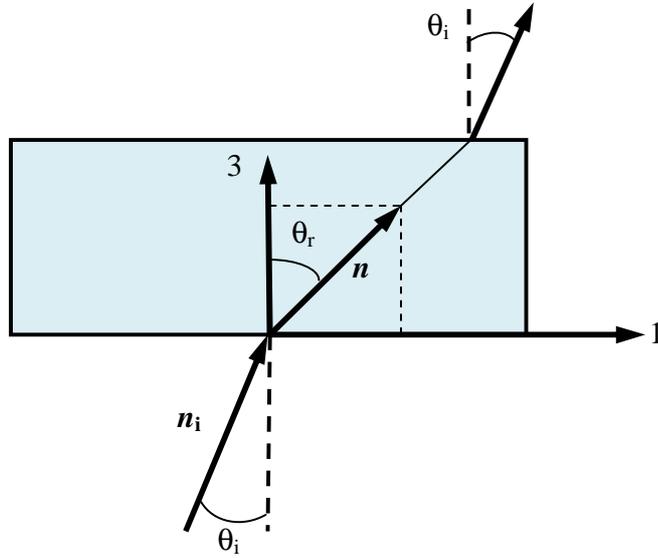
El tensor de propagación en el caso general de un material anisotrópico, también llamado matriz de Christoffel [Shashidhara *et al.* 2005], tiene la forma:

$$\Gamma_{ij} = C_{ilkj} n_l n_k \quad (\text{ec. 2.6})$$

Donde  $C_{ilkj}$  son los elementos del tensor de elasticidad/matriz de rigidez del sólido anisotrópico elástico bajo investigación y,  $n_l, n_k$  ( $l, k = 1, 2, 3$ ) son los componentes del vector de dirección de propagación  $\mathbf{n}$ , como se muestra en las Figuras i y ii. Donde  $n_1, n_2$  y  $n_3$  son los cosenos directores ( $n_1 = \sin \theta \sin \psi, n_2 = \sin \theta \cos \psi, n_3 = \cos \theta$ ).



**Figura 2.6. Definición de los ángulos [Shashidhara *et al.* 2005].**



**Figura 2.7. Propagación en el plano de incidencia [Shashidhara *et al.* 2005].**

Las velocidades de fase  $V_i$  de las tres ondas propagadas en la dirección  $n$  vienen dadas por los valores propios del tensor de propagación  $C_{ij}$  de acuerdo a la ecuación de propagación de onda o ecuación de Christoffel:

$$\det(\Gamma_{ij} - \rho V^2 \delta_{ij}) = 0 \quad (\text{ec. 2.7})$$

Donde  $\Gamma_{ij}$  es la matriz de Christoffel,  $\rho$  es la densidad del material y  $\delta_{ij}$  es el delta de Kronecker:

$$\delta_{ij} = \begin{cases} 1 & \text{si } i = j \\ 0 & \text{si } i \neq j \end{cases} \quad (\text{ec. 2.8})$$

Escribiendo las componentes del en forma vectorial se puede lograr una contracción en el orden del tensor de rigidez, el cual es de cuarto orden. En función de la simetría del cristal, se puede lograr reducir el número de variables independientes del tensor resultante, ecuaciones 2.9a y 2.9b, [Basaran *et al.* 2002, Shashidhara *et al.* 2005]. Para un cristal con simetría cúbica:

$$[C_{ij}] = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & & & \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & & & \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & & & \\ & & & C_{44} & 0 & 0 \\ & & & 0 & C_{44} & 0 \\ & & & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \quad (\text{ec. 2.9a})$$

Para un cristal con simetría hexagonal:

$$[C_{ij}] = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & & & \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & & & \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & & & \\ & & & C_{44} & 0 & 0 \\ & & & 0 & C_{44} & 0 \\ & & & 0 & 0 & C_{66} \end{pmatrix} \quad (\text{ec. 2.9b})$$

Los componentes resultantes del tensor de elasticidad, reducido en orden, son subsecuentemente obtenidos de las velocidades de propagación a través de un análisis cuadrático de regresión. Esto es desarrollado por la minimización de los residuos  $F(C_{ij})$  de las ecuaciones de propagación de onda para el grupo completo de mediciones.

$$F(C_{ij}) = \sum_{p=1}^N \{f_p(\lambda(n)), C_{ij}\}^2 \quad (\text{ec. 2.10})$$

Donde  $N$  es el número total de mediciones de un intervalo de ángulos incidentes  $\theta_i$ , cada uno correspondiente a las diferentes direcciones de propagación  $n$ ;  $\lambda(n)$  representan los valores propios de la ecuación 2.7 y  $f_p$  son los residuos de cada grupo de valores experimentales de mediciones, y

$$\lambda_p = \rho_b V_p^2 \quad (\text{ec. 2.11})$$

La precisión del análisis de regresión, puede ser definido solamente a través de la subsecuente solución del problema de propagación (por ejemplo: calculando la velocidad de propagación de la derivada de la matriz de rigidez). Después del cálculo de los componentes del tensor de elasticidad, se pueden calcular las constantes ingenieriles [Lima *et al.* 2008, Kostopoulos *et al.* 2006].

Una solución de la ecuación 2.11, determina el módulo elástico en función de la relación de Poisson ( $\nu$ ) del material [Chivavibul *et al.* 2007], y tiene la forma:

$$E = (1+\nu)(1-2\nu)(1-\nu)^{-1} \rho V^2 \quad (\text{ec. 2.12})$$

### 2.3. Esfuerzos Residuales en Recubrimientos Depositados Mediante Rociado Térmico

La deposición de recubrimientos mediante rociado térmico, está inherentemente asociada con la generación de esfuerzos residuales en el recubrimiento [Ibrahin y Berndt 2007, Bansal *et al.* 2007]. Los esfuerzos residuales en los recubrimientos depositados por proyección térmica,

varían en naturaleza y magnitud, además, tienen un marcado efecto en el comportamiento mecánico del sistema substrato-recubrimiento. Por ejemplo, los esfuerzos residuales influyen fuertemente sobre el desgaste, resistencia a la fatiga y al agrietamiento [Bansal *et al.* 2007, Totemeier *et al.* 2006]. Existe un nivel importante de esfuerzos residuales producidos por los procesos de proyección térmica, como consecuencia principalmente de la alta energía tanto cinética como térmica involucrada en el proceso de deposición y de la diferencia en las propiedades termofísicas y mecánicas entre el recubrimiento y el substrato [Pina *et al.* 2003].

Los procesos de recubrimiento mediante rociado térmico, imparten un estado de esfuerzos residuales en la capa superficial del componente recubierto. Este estado de esfuerzos que se desarrolla, depende principalmente de las condiciones térmicas a las cuales el sistema ha estado sujeto [Ibrahim *et al.* 2007]. Por otro lado, los esfuerzos residuales limitan el espesor de los recubrimientos depositados, debido principalmente a la pérdida de adhesión al substrato, decohesión interlamelar, formación de grietas y pandeo [Stokes y Looney 2004].

Las propiedades del material, esfuerzo de fluencia y resistencia a la tracción son positivos o negativos cuando se súper imponen los esfuerzos residuales. Los esfuerzos residuales de tracción reducen la vida útil del componente bajo cargas dinámicas, ya que se favorece la formación de grietas verticales y su propagación. Además, los productos de corrosión condensados pueden penetrar el recubrimiento a través de las microgrietas, así como desestabilizar el recubrimiento y atacar el substrato. Mientras, los esfuerzos residuales compresivos presentan un efecto benéfico en cuanto a la adherencia y a la vida en fatiga del sistema substrato-recubrimiento. En definitiva, los esfuerzos de tracción en el recubrimiento promueven la propagación de grietas mientras que los esfuerzos compresivos en el recubrimiento incrementan la adhesión y la resistencia a la fatiga [Stokes y Looney, 2004, McGrann *et al.* 1997, Pejryd *et al.* 1995].

En los procesos de rociado térmico, los esfuerzos residuales principalmente se generan por la suma de tres fuentes diferentes: (i) contracción de las partículas rociadas después de la solidificación (procesos de enfriamiento primario) y (ii) diferencias entre los coeficientes de expansión térmica del recubrimiento ( $\alpha_r$ ) y del substrato ( $\alpha_s$ ); (procesos de enfriamiento secundario) y, (iii) esfuerzos de compresión por impacto generados por el choque de las partículas proyectadas a velocidad elevada contra la superficie del depósito [Santana *et al.* 2008;

2006, Bansal *et al.* 2007, Gadow *et al.* 2005, Totemeier *et al.* 2004, Wenzelburger *et al.* 2004, Pina *et al.* 2003].

La primera fuente es el enfriamiento rápido al cual están sometidas las partículas rociadas, es decir, el proceso de enfriamiento de la partícula que comienza desde la temperatura de fusión hasta la temperatura alcanzada por el sustrato durante el proceso de deposición. Estos esfuerzos son llamados “intrínsecos” o de “deposición”. La segunda fuente produce esfuerzos generados por la diferente contracción térmica durante el enfriamiento del sistema sustrato/recubrimiento después de la deposición hasta la temperatura ambiente.

Los esfuerzos “intrínsecos” ( $\sigma_i$ ) producidos por el enfriamiento primario, son siempre de tensión. Por el contrario, los esfuerzos inducidos por los procesos de enfriamiento secundario, pueden ser de tensión o compresivos, dependiendo de los valores relativos de  $\alpha_r$  y  $\alpha_s$ . Si  $\alpha_r > \alpha_s$ , los esfuerzos inducidos serán de tensión y los esfuerzos residuales resultantes en el recubrimiento serán siempre de tensión. Si  $\alpha_r < \alpha_s$ , los esfuerzos residuales resultantes en el recubrimiento, podrán ser ya sea de tensión o compresivos, aunque los esfuerzos residuales que se alcanzan desde el enfriamiento primario sean de tensión y los que se alcanzan desde el enfriamiento secundario sean compresivos. Sin embargo, la magnitud y el signo (+, tensión; -, compresivo) de los esfuerzos residuales resultantes dependerá del balance entre esas fuentes (Tabla 2.I) [Godoy *et al.* 2002].

**Tabla II.1. Esfuerzos Inducidos durante el Rociado Térmico [Godoy *et al.* 2002]**

Origen de los esfuerzos	Esfuerzos resultantes de diversas relaciones entre $\alpha_r$ y $\alpha_s$		
	$\alpha_r < \alpha_s$	$\alpha_r = \alpha_s$	$\alpha_r > \alpha_s$
Enfriamiento primario	+	+	+
Enfriamiento secundario	-	0	+
Esfuerzos residuales resultantes	+ o -	+	+

+, esfuerzos de tensión; -, esfuerzos compresivos

En contraste, los esfuerzos por impacto típicamente dominan en los recubrimientos de HVOF debido a la mayor velocidad de las partículas (hasta 1000 m.s<sup>-1</sup> comparado con cerca de 100 m.s<sup>-1</sup> en los depósitos rociados por plasma) y temperaturas menores (1500° hasta 1800°C en comparación con los rociados por plasma 2000° y 3000°C) [Kuroda 1998]. Además, los

recubrimientos de HVOF son típicamente metales o cerámico-metálicos “cermets”, con coeficientes de expansión térmica más similares al sustrato. Debido a la gran contribución del impacto, los esfuerzos residuales en los recubrimientos de HVOF son usualmente compresivos, aunque algunos autores han reportado esfuerzos residuales de tracción [Totemeier *et al.* 2004, Pejryd *et al.* 1995, Greving *et al.* 1994b]. Por lo tanto, el desarrollo de los esfuerzos residuales durante la deposición del recubrimiento está significativamente afectado por el tipo de material y los parámetros del proceso de rociado (tales como: relación de caudales de combustible y oxígeno, presión y diseño de la pistola) que principalmente gobiernan la temperatura de impacto y la velocidad de las partículas [Bansal *et al.* 2007, Hanson *et al.* 2002, Matejicek y Sampath 2001].

#### **2.4. Fatiga de Sistemas Recubiertos Mediante Rociado Térmico**

La fatiga de materiales, es un parámetro importante a ser considerado en el comportamiento de mecánico de componentes sujetos a cargas de amplitud constante o variable. La resistencia a la fatiga de un componente estructural puede ser influenciado por variables mecánicas, metalúrgicas y ambientales [ Voorwald *et al.* 2005].

En muchas aplicaciones en la industria aeroespacial, automotriz y en el campo de la industria petrolera, el recubrimiento de Cromo es el más usado de los recubrimientos electrodepositados, debido a que se obtienen recubrimientos con altos valores de dureza, resistencia al desgaste y a la corrosión, así como un bajo coeficiente de fricción. Sin embargo, los baños de Cromo contienen Cromo hexavalente, el cual tiene un efecto perjudicial en la salud y en el ambiente, por estas importantes razones, los recubrimientos obtenidos por proyección térmica, son una excelente alternativa frente a los depósitos de Cromo duro [Ibrahim y Berndt 2007, Voorwald *et al.* 2005, De Camargo *et al.*, 2007, Nascimento *et al.* 2001, McGrann *et al.* 1998].

Una de las principales características de los recubrimientos de Cromo, es el alto nivel de esfuerzos residuales que se producen debido a la descomposición de los hidruros de Cromo durante el proceso de electrodeposición. Estos esfuerzos residuales se incrementan con el espesor del recubrimiento, originado una alta densidad de microgrietas, lo cual es relacionado con la alta dureza de estos recubrimientos, con su resistencia a la corrosión y al desgaste [Voorwald *et al.* 2005].

Ha sido establecido [Ibrahim y Berndt 2007, Voorwald *et al.* 2005, HCAT 2004, Sartwell *et al.* 2002; 1998, Khaled 2002, Nascimento *et al.* 2001a; 2001b, McGrann *et al.* 1998a], que cualquier sistema de recubrimiento que proporcione una alta resistencia al desgaste, reduce drásticamente la vida en fatiga de los componentes, debido al agrietamiento que se inicia en el recubrimiento y penetra en el material de sustrato, propagándose y causando una pérdida de la integridad del componente.

Para que un recubrimiento depositado por proyección térmica pueda ser considerado como alternativa frente a los depósitos de Cromo duro, debe ser evaluado en componentes susceptibles a fatiga. Siendo un requerimiento mínimo el que no cause una disminución en las propiedades a fatiga del material empleado como sustrato o que por lo menos su desempeño sea superior al presentado por los depósitos de Cromo duro [HCAT 2004, Khaled 2002, Sartwell *et al.* 2002, Padilla *et al.* 2002].

Son numerosos los factores que afectan las propiedades a fatiga de los recubrimientos proyectados térmicamente sobre materiales metálicos, haciendo el fenómeno de fatiga complicado; ejemplos de tales factores incluyen: las condiciones de granallado para limpiar e incrementar la rugosidad de la superficie del sustrato, el sistema de proyección de los polvos que formaran el recubrimiento, el nivel de esfuerzos residuales en el depósito, la adherencia, la presencia de un ambiente corrosivo, etc. [Akebono *et al.* 2008, Oh *et al.* 2008, Al-Fadhli *et al.* 2006, De Camargo *et al.* 2007, Voorwald *et al.* 2005, Oliveira *et al.* 2001].

En cuanto al espesor de los recubrimientos, se ha encontrado que las propiedades a fatiga de los recubrimientos depositados por proyección térmica mejoran significativamente y es posible combatir la delaminación seleccionando apropiadamente su espesor [Al-Fadhli *et al.* 2006, Ahmed 2002, Watamabe *et al.* 1998]. El comportamiento a la fatiga de recubrimientos más delgados (200  $\mu\text{m}$ ) es superior respecto a los depósitos más gruesos (450  $\mu\text{m}$ ) donde la posibilidad de iniciarse grietas es mayor [Tipton 1995].

En el mismo orden de ideas, la adherencia de los recubrimientos proyectados térmicamente es de crucial importancia ya que ésta influencia el desempeño de los recubrimientos producidos, tales como, su resistencia al impacto, vida a fatiga e incluso la resistencia a la corrosión [Kuroda *et al.* 2004]. Sin embargo, aunque la preparación superficial previa a la deposición mejora el enlace entre el sustrato y el recubrimiento, la resistencia a la

fatiga del sustrato puede disminuir debido al granallado con partículas de alúmina, como lo han señalado múltiples investigaciones [Al-Anazi *et al.* 2007, Al-Fadhli *et al.* 2006, Puchi *et al.* 2006a; 2006b; 2003, Oliveira *et al.* 2001, Hernández *et al.* 2000]. Durante el proceso de granallado algunas partículas de alúmina pueden alojarse en el sustrato convirtiéndose en concentradores de esfuerzo, lo cual favorece la nucleación de grietas y disminuye la resistencia a la fatiga del material [Puchi *et al.* 2003, Padilla *et al.* 2002, Nascimento *et al.* 2001a].

Varios estudios indican que existe una relación entre la resistencia a la fatiga, los esfuerzos residuales compresivos y la adhesión del recubrimiento al sustrato [Stokes y Looney 2004, Ahmed *et al.* 2002]. En relación a este punto Khaled (2002) afirma que el desempeño de cualquier depósito, sea electro-depositado o proyectado térmicamente, dependerá no solamente de si éste está adherido al sustrato, sino que también dependerá de la adherencia desarrollada. La efectividad de cualquier depósito frente a la corrosión dependerá entre otras cosas de su adherencia al sustrato, cuando el conjunto es sometido a flexión mecánica o dilataciones térmicas. Si los esfuerzos generados por la aplicación de un momento flector exceden la resistencia adhesiva del recubrimiento al sustrato, este pudiera delaminarse, por lo que una elevada resistencia adhesiva es deseable.

La resistencia a la fatiga de un material también está significativamente afectada por el tipo de sustrato y recubrimiento rociado térmicamente [Ogawa *et al.* 1998]. En este sentido, Sartwell *et al.* (2000) estudiaron el desempeño a la fatiga de alto y bajo ciclaje de dos recubrimientos de WC-17Co y Triballoy 400, obtenidos a través de la técnica de HVOF, depositados sobre muestras de una aleación de aluminio 7075-T73. Estos autores indicaron que los recubrimientos de Triballoy 400 no producen casi disminución a fatiga, mientras que la aleación de WC-17Co genera una disminución en la vida a fatiga similar a la que induce el cromo duro, resultado éste que se asoció a la significativa diferencia existente entre los módulos elásticos del recubrimiento y el sustrato.

Por otro lado, Ibrahim y Berndt (2007) recientemente llevaron a cabo un estudio comparativo que involucraba un análisis detallado del comportamiento a fatiga y a la deformación de dos grupos de muestras depositadas sobre un acero AISI 4340. Un grupo de probetas fueron recubiertas con un depósito de WC-Co vía HVOF y el otro grupo con cromo duro. Los ensayos de fatiga fueron realizados en una máquina de flexión rotativa y el estudio de

deformación se realizó a fin de estimar el módulo elástico aparente del sistema substrato-recubrimiento a través de ensayos de flexión con galgas de deformación adheridas a la superficie de cada grupo de probetas. Dichos investigadores encontraron que los especímenes recubiertos con WC-Co y cromo duro presentan módulos de Young aparente mayores que el substrato, siendo este aumento de aproximadamente 36% y 13% respectivamente. También reportaron una disminución de la vida a la fatiga de las muestras con cromo duro y un aumento en la resistencia a la fatiga del material base con WC-Co, debido a la mayor capacidad de este último recubrimiento, con un elevado módulo de elasticidad, para soportar una porción relativamente elevada de la carga aplicada y la presencia de esfuerzos residuales compresivos en el depósito, los cuales son inducidos por el proceso de rociado, siendo el efecto de mayor contribución a la mejora en la vida a la fatiga la capacidad de soporte de carga. Por lo tanto, de acuerdo a resultados experimentales obtenidos por Ibrahim y colaboradores [Ibrahim y Berndt 2007, Ibrahim *et al.* 2007, Ibrahim y Berndt 1997], la resistencia a la fatiga de los componentes recubiertos mediante proyección térmica puede considerarse como una combinación del desempeño del depósito y el substrato. De esta manera, un recubrimiento con un módulo de elasticidad elevado es más rígido y en consecuencia sostendrá una carga mayor que un recubrimiento de módulo elástico menor.

A continuación, presentaremos un resumen detallado, de algunas de las investigaciones más importantes, relacionadas con los factores que afectan el comportamiento en fatiga de componentes recubiertos mediante la técnica de proyección térmica HVOF.

McGrann *et al.* (1998), siguiendo una línea de investigación en la cual tratan de identificar aquellas aplicaciones en la cuales los recubrimientos de WC puedan sustituir los recubrimientos de Cromo duro electrodepositados, estudiaron el efecto de los esfuerzos residuales sobre la resistencia a la fatiga de un acero AISI 4130 y de un aluminio 6160, recubiertos con WC-Co depositado mediante HVOF. Estos investigadores, plantean que los esfuerzos residuales en el recubrimiento es función de la aplicación de los parámetros de deposición del recubrimiento, por lo que controlando y seleccionando dichos parámetros es posible diseñar recubrimientos óptimos. También, reportaron que se obtuvieron mayores esfuerzos compresivos en el recubrimiento depositado sobre el aluminio que sobre el acero y, que a medida que aumenta el nivel de esfuerzos residuales compresivos en el recubrimiento, aumenta el número de ciclos de falla, tanto en el substrato de aluminio como de acero, incluso, en el caso del substrato de acero, la

resistencia a la fatiga del material recubierto con WC-Co, es comparable a la del material con un recubrimiento de Cromo duro.

En el caso del efecto del espesor del recubrimiento, sobre el comportamiento frente a la fatiga de recubrimientos depositados mediante proyección térmica, Watanabe *et al.* (1998), estudiaron la iniciación y el crecimiento de grietas de fatiga en un acero medio carbono (0,43%C), tratado superficialmente con chorro de alúmina y recubierto con dos tipos de polvos de WC-Co, los cuales tenían la misma composición química, pero fabricados de dos formas distintas. Fueron evaluados dos espesores de recubrimiento, para cada tipo de depósito, 50 y 100  $\mu\text{m}$ . Estos investigadores reportaron, que la morfología de las grietas de fatiga en los recubrimientos estudiados, está dominada por el estado de adherencia entre las partículas del depósito, mientras que con el aumento del espesor del recubrimiento, se disminuye la adherencia entre éste y el sustrato, causando la iniciación de grietas en la intercara, siendo éste el fenómeno dominante que causa la falla por fatiga del material recubierto.

Por otro lado, Nascimento *et al.* (2001), estudiaron el efecto sobre la resistencia a la fatiga de un acero AISI 4340 con recubrimientos de WC depositados por HVOF y de Cromo duro electrodepositado tanto convencional como libre de fluoruros o “acelerado”. Estos autores encontraron que todos los recubrimientos depositados fueron dañinos sobre la resistencia a la fatiga del acero, pero de los recubrimientos estudiados, el de WC depositado por HVOF resultó ser el menos perjudicial que los de Cromo, lo cual se atribuye a los esfuerzos residuales compresivos que se generan por el continuo impacto de las partículas durante el proceso de deposición HVOF. Sin embargo, debido a la cantidad de poros y de óxidos formados en el recubrimiento, se disminuye la resistencia a la fatiga del acero, su comportamiento mejora cuando el sustrato es tratado con chorro de alúmina. En el caso de los recubrimientos de Cromo, el convencional resultó tener un mejor comportamiento que el “acelerado”, pero en ambos casos disminuyen la resistencia a la fatiga del acero en mayor grado que los de WC, esto es debido a los esfuerzos residuales de tensión que se generan por el proceso de recubrimiento, los cuales exceden la resistencia cohesiva del depósito. Además, la resistencia a la fatiga también es afectada por la densidad de microgrietas que se generan los recubrimientos de Cromo, las cuales cambian a lo largo de espesor del recubrimiento, siendo altas en el núcleo del recubrimiento y menores en la superficie y en la interface sustrato/recubrimiento, esto debido al balance entre los esfuerzos residuales.

Padilla *et al.* (2002), estudiando el comportamiento en fatiga de un acero SAE 4140 recubierto con NiMoAl depositado por proyección térmica mediante HVOF, encontraron una fuerte disminución de la resistencia a la fatiga del acero causado por un tratamiento superficial con chorro de alúmina. Además, también encontraron que un posterior recubrimiento de NiMoAl de las muestras tratadas con chorro de alúmina, causa una mayor reducción en la resistencia a la fatiga del material. Además, reportaron que esta disminución en la resistencia a la fatiga del material estudiado, se debe a que las partículas de alúmina retenidas en la superficie del acero, actúan como concentrador de tensiones, causando la nucleación de grietas de fatiga, que sumado a la posible existencia de esfuerzos residuales de tensión en el sustrato y en la zona cercana a la interface sustrato/recubrimiento promueve la propagación de grietas de fatiga originadas por las partículas de alúmina retenidas.

Con la finalidad de evitar el efecto negativo de las partículas de alúmina, sobre la resistencia a la fatiga, Puchi *et al.* (2003), estudiaron el comportamiento frente a la fatiga de un acero 4140 templado y revenido, recubierto con Colmonoy 88 (240-250  $\mu\text{m}$ ) depositado por HVOF, empleando una película intermedia de NiMoAl (Metco 447) también depositada por HVOF, para favorecer la adherencia. Estos investigadores, encontraron una significativa reducción en las propiedades en fatiga en comparación con el sustrato sin recubrir. Atribuyeron este comportamiento tanto a la presencia de la película de intermedia de enlace, como al Colmonoy 88. Esto debido a que las grietas nuclearon en la superficie del recubrimiento y fueron transferidas a la película intermedia y luego al sustrato.

Voorwald *et al.* (2005), estudiaron el comportamiento a la fatiga de un acero AISI 4340 recubierto con Cromo duro electrodepositado, con WC-10Co-4Cr y con WC-17Co depositados mediante dos procesos de HVOF, con y sin preparación superficial del acero mediante granallado. Estos investigadores reportaron la reducción de la resistencia a la fatiga del acero causada por el recubrimiento de Cromo, atribuido a los altos esfuerzos residuales de tensión, densidad de microgrietas y la fuerte adhesión interfacial sustrato recubrimiento. Además, observaron que los recubrimientos de WC-17Co, también tienen un efecto negativo sobre la resistencia a la fatiga del acero, pero en menor grado que con el recubrimiento de Cromo. El efecto del WC-17Co, puede ser asociado a la alta densidad de poros e inclusiones de óxido en el recubrimiento, los cuales son responsables de la nucleación y crecimiento de grietas. Mientras, que en el caso de los recubrimientos WC10Co-4Cr depositados por HVOF sobre el sustrato granallado, se apreció

que la reducción en la resistencia a la fatiga era en menor grado, esto, según los autores, se debe a que los esfuerzos residuales compresivos causados por el tratamiento superficial sobre el acero disminuye la propagación de grietas.

Puchi *et al.* (2006), compararon el comportamiento en fatiga de un acero AISI 1045 sin recubrimiento y recubierto con Colmonoy 88 (NiCrBSiW), depositado mediante proyección térmica por HVOF. Previo a la deposición del recubrimiento, el acero fue preparado superficialmente con chorro de alúmina. Se determinó que el recubrimiento causa una disminución en la vida en fatiga del acero, comparado con las muestras pulidas sin recubrir. Al analizar la superficie de fractura de las muestras ensayadas, encontraron que partículas de alúmina remanentes en la superficie del sustrato, actuaron como concentrador de tensiones, induciendo la nucleación de grietas de fatiga en la interface sustrato/recubrimiento. Por otro lado, cuando las muestras fueron sometidas a ensayos de corrosión-fatiga a bajos esfuerzos alternantes en una solución de NaCl, las muestras recubiertas mostraron una mayor vida en fatiga que las muestras sin recubrir, lo cual demuestra un éxito notable en el comportamiento del sistema recubierto.

En un estudio comparativo, realizado por Ibrahim y Berndt (2007), entre recubrimientos de TiO<sub>2</sub> tanto nanoestructurado como convencional, depositados por HVOF y por plasma al aire (APS) respectivamente, sobre un acero de bajo carbono (AISI 1018), se encontraron que los recubrimientos nanoestructurados depositados por HVOF, mostraron un mejor comportamiento ante la fatiga que los recubrimientos de TiO<sub>2</sub> convencionales depositados por APS, debido principalmente a que por el proceso HVOF se pudo obtener un alto módulo elástico, capaz de soportar una relativamente alta porción de carga. Además, mediante el proceso HVOF se obtuvo una película uniforme de esfuerzos residuales compresivos sobre el acero. Adicionalmente, la resistencia a la fatiga de los recubrimientos de TiO<sub>2</sub> nanoestructurados depositados por HVOF, también puede ser correlacionado con la resistencia a la propagación de grietas de al menos dos veces mayor que para los recubrimientos de TiO<sub>2</sub> convencionales depositados por APS.

## **2.5. Simulación Mediante el Método de Elemento Finito**

El método de elemento finito, es un enfoque numérico que puede ser usado para obtener soluciones en una gran variedad de sistemas de ingeniería, las cuales incluyen análisis de esfuerzos, transferencia de calor, estudios de dinámica de fluidos, electromagnetismo, etc. En el

área de procesos de proyección térmica, el análisis por el método de elemento finito es usado para validar o predecir resultados experimentales, así como formulaciones numéricas. Por ejemplo, en el estudio de esfuerzos residuales, debido a que este es uno de los principales problemas en los procesos de proyección térmica donde, grandes espesores de depósitos son requeridos. El análisis mediante técnicas de elemento finito, puede ayudar a verificar experimentos y encontrar y predecir resultados de muchas situaciones complejas [Fukanuma *et al.* 1994, Steffens y Gramlich 1992, Wright *et al.* 1995].

Existen muchos programas comerciales disponibles basados en el método de elemento finito, que permiten generar diferentes soluciones ingenieriles. Sin embargo, en el presente trabajo describiremos de forma genérica los conceptos básicos de formulación para el análisis mediante elemento finito de dos aplicaciones prácticas: soluciones analíticas y soluciones numéricas [ANSYS 2007].

### **2.5.1. Soluciones analíticas**

Generalmente, muchos de los problemas de ingeniería pueden ser descritos por modelos matemáticos o situaciones físicas [Fagan 1992]. Los modelos matemáticos comprenden numerosas ecuaciones diferenciales, las cuales corresponden a las condiciones límites iniciales. Estas ecuaciones son derivadas de la aplicación de leyes fundamentales y principios naturales de un sistema de ingeniería. Las mismas representan el balance de masa, fuerza o energía cuando es posible; la solución de estas ecuaciones representa el comportamiento detallado de un sistema bajo un grupo de situaciones dadas.

Las soluciones analíticas muestran el comportamiento exacto de un sistema en algún punto dentro del sistema. Una solución analítica puede estar compuesta de dos partes; primeramente una parte homogénea y en segundo lugar una parte particular. En cualquier sistema de ingeniería, existen dos grupos de parámetros que influyen el camino que toma el sistema. En primer lugar existen algunos parámetros que proporcionan información acerca del comportamiento natural de un sistema dado y siempre aparecen en la parte homogénea de la solución. Ejemplo de esos parámetros incluyen conductividad térmica, módulo de elasticidad y propiedades de viscosidad de un material. Por otro lado, existen parámetros que producen perturbaciones en un sistema y estos aparecen en la parte particular de la solución. Ejemplos de

estos parámetros incluyen: diferencias de temperatura a través de un medio, fuerzas externas, momentos y diferencias de presión en un fluido en movimiento.

### **2.5.2. Soluciones numéricas**

Muchos problemas prácticos de ingeniería, pueden ser solamente resueltos de manera aproximada. Esta incapacidad de obtener una solución exacta puede ser atribuida ya sea a la naturaleza compleja de las ecuaciones diferenciales o a la dificultad de alcanzar una concordancia entre las condiciones iniciales y las condiciones límites [Fagan 1992]. Para tratar con tales problemas, las aproximaciones numéricas son usadas. En contraste con las soluciones analíticas, las cuales muestran el comportamiento exacto de un sistema en algún punto dentro del mismo, las soluciones numéricas aproximan las soluciones exactas solamente en puntos discretos. Por lo tanto, el primer paso en el procedimiento numérico es discretizar (dividir) el sistema en pequeños subsistemas, conocidos como elementos, donde su forma es descrita por puntos discretos conocidos como nodos.

Existen dos tipos de métodos numéricos: los así denominados métodos de diferencias finitas y los métodos de elemento finito. Con los métodos de diferencias finitas, la ecuación diferencial es escrita en cada punto discreto (nodo) y las derivadas en las ecuaciones diferenciales, son reemplazadas por diferencias, lo cual resulta en un grupo de ecuaciones lineales simultáneas [Moaveni 1999].

Los métodos de diferencia finita, son fáciles de entender en un sistema simple; sin embargo, se hacen difíciles de aplicar en un sistema con geometría compleja o con condiciones límites complejas; un ejemplo de esto podría ser un sistema que involucre propiedades de un material anisotrópico.

El método de elemento finito, usa formulaciones integrales mayores que las ecuaciones diferenciales, lo que permite crear un sistema de ecuaciones algebraicas. Más aún, se asume una función aproximada continua para representar la solución de cada elemento. La solución completa es generada conectando o ensamblando las soluciones individuales, siguiendo con la continuidad en las fronteras entre los elementos.

### **2.5.3. Etapas en el método de elemento finito**

Las etapas básicas que involucra un análisis de elemento finito son las siguientes:

a) Fase de preprocesamiento

- i. Crear y discretizar el dominio de la solución en elementos finitos, es decir, el sistema es dividido en elementos y nodos.
- ii. Asumir una función de forma para representar el comportamiento físico de un elemento.
- iii. Desarrollar una ecuación para cada elemento.
- iv. Arreglar y ensamblar los elementos para representar el sistema completo. Construyendo la matriz de rigidez global.
- v. Aplicar condiciones límite, condiciones iniciales y cargas.

b) Fase de solución

- i. Resolver un conjunto de ecuaciones algebraicas no lineales simultáneamente para obtener un resultado nodal, tales como valores de desplazamiento en diferentes nodos o valores de temperatura en diferentes nodos en un sistema de transferencia de calor.

c) Fase de post-proceso

- i. Obtener otras informaciones importantes, como por ejemplo valores de esfuerzo, flujo de calor, etc.

Existen muchos trabajos publicados referentes a la aplicación del método de elemento finito para la simulación de problemas ingenieriles en el campo de recubrimiento; en este sentido, citaremos algunos en los cuales los procesos de deposición, fatiga y esfuerzos residuales son los puntos de interés.

Baraguetti *et al.* (2003), aplicaron el método de elemento finito para simular el crecimiento de grietas de fatiga en sistemas recubiertos de CrN por PVD. Reportaron que mediante este método es posible determinar en número de ciclos a falla, pero no es posible calcular el límite de fatiga en el caso de los sistemas recubiertos estudiados.

Por otro lado, Bansal *et al.* (2007) estudiaron por el método de elemento finito la transferencia de calor entre partícula y sustrato, en sistemas recubiertos por proyección térmica de alta velocidad. Mediante la conductividad térmica partícula-sustrato en la intercara y entre la

partícula y substrato. Con el modelo empleado lograron predecir la distribución de los esfuerzos residuales, enfatizando la importancia de los esfuerzos generados por el granallado en el control del estado final de esfuerzos residuales en muestras recubiertas.

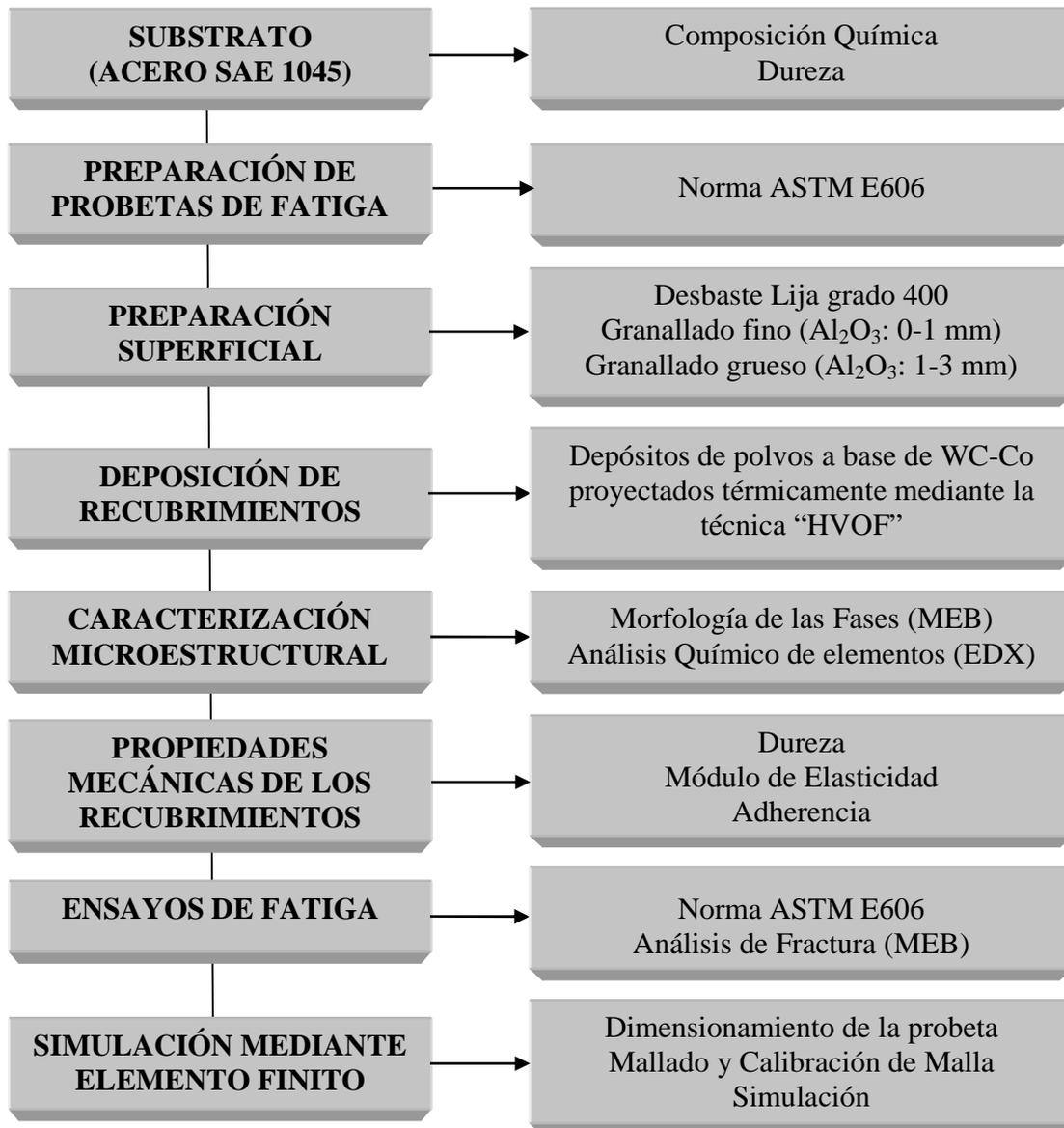
Anteriormente, Bansal *et al.* (2006a), utilizaron el método de elemento finito para modelar el crecimiento de grietas en muestras de Ti-6Al-4V recubiertas con WC-Co mediante proyección térmica de alta velocidad, sometidas a fatiga por flexión. Estos investigadores determinaron que mediante el modelaje por elemento finito se puede mejorar el entendimiento del comportamiento a la fractura de los recubrimientos. Además, mediante el método de elemento finito es posible estudiar el efecto de varios parámetros de deposición de manera aislada.

Igualmente, Bansal *et al.* (2006b) reportaron que mediante el modelaje por elemento finito es posible la identificación de los factores que controlan la fractura de los sistemas recubiertos, lo cual es clave para establecer las condiciones óptimas del proceso de proyección térmica, que pueden ser utilizadas para mejorar el comportamiento de mecánico de dichos sistemas.

Wenzelburger *et al.* (2004), emplearon modelaje mediante el método de elemento finito para llevar a cabo una simulación numérica del crecimiento de películas depositadas mediante proyección térmica, sobre substratos de metales livianos. Reportaron la capacidad del análisis mediante elemento finito para la determinación del estado final de esfuerzos residuales en películas de materiales compuestos, depositadas mediante proyección térmica.

## CAPITULO III TÉCNICAS EXPERIMENTALES

Para la realización del presente estudio, se siguió el procedimiento descrito en el diagrama de la Figura 3.1.



**Figura 3.1.- Esquema del procedimiento experimental.**

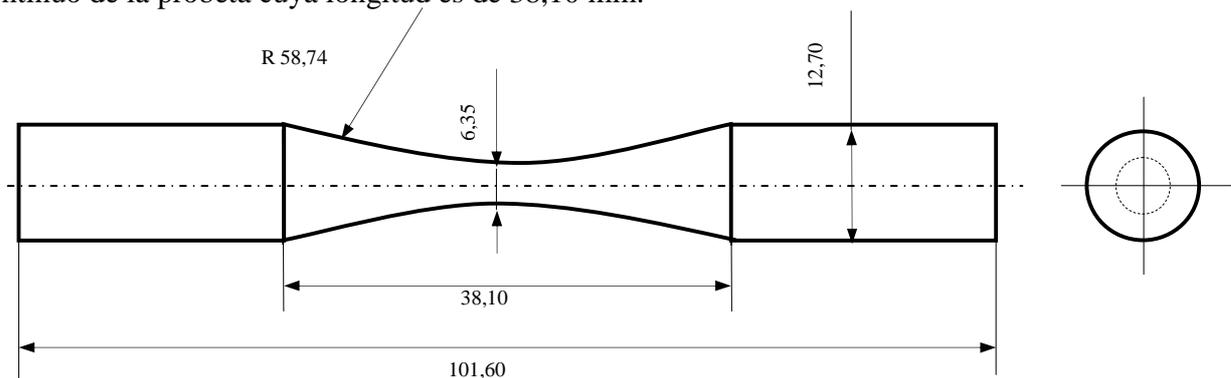
### 3.1. Substrato o Material Base

El material utilizado como substrato fue un acero al carbono SAE 1045 en estado de normalizado, el cual fue suministrado en forma de barras de 25,4 y 12,7 mm de diámetro. Las mismas, fueron mecanizadas con la finalidad de obtener las probetas recubiertas que serían sometidas a los ensayos de fatiga.

La medición de la dureza superficial del substrato fue realizada mediante indentación convencional en un microdurómetro marca Buehler, modelo Identamet 1100 Series, utilizando un indentador Vickers, aplicando carga de 300 g durante un tiempo de 15 s.

### 3.2. Preparación de las Probetas de Fatiga

El acero utilizado como substrato, fue maquinado según lo indicado en la Norma ASTM E606, cuyo diseño es sugerido por el manual de la máquina de ensayos de fatiga. La geometría de las probetas se ilustra en la Figura 3.2. El recubrimiento fue depositado en la región de radio continuo de la probeta cuya longitud es de 38,10 mm.



**Figura 3.2. Geometría y dimensiones de la probeta para ensayos de fatiga (medidas en mm).**

### 3.3. Preparación Superficial de las Probetas de Fatiga

Antes de la preparación superficial de las probetas, las mismas fueron limpiadas cuidadosamente para eliminar residuos de polvo o grasa, para lo cual fue empleada una mezcla de solventes orgánicos compuesta por tolueno, xilueno y benceno. Posteriormente, fueron empleadas tres condiciones de preparación superficial, con la finalidad de proporcionar condiciones distintas de rugosidad que permitan el anclaje mecánico del recubrimiento.

En primer lugar, un lote de probetas fueron lijadas con papel abrasivo de grado 400; en segundo lugar, la superficie de otro lote de probetas fue granallada con chorro de partículas de

alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), con un tamaño de partícula no mayor de 1 mm y en tercer lugar, un lote de muestras fue granallado con chorro de alúmina con un tamaño de partícula entre 1 y 3 mm.

El procedimiento de granallado de la superficie de las probetas, se llevó a cabo empleando un equipo de erosión marca Empire, modelo 350, el cual permite proyectar las partículas de alúmina desde una distancia de 150 mm hacia la superficie del sustrato con una presión aproximada de 400 kPa. Las condiciones de tratamiento superficial del sustrato, se presentan en la Tabla III.1.

**Tabla III.1. Condiciones del proceso de preparación del sustrato previo a la deposición de los recubrimientos WC-Co-Cr**

<b>Tamaño de partículas de alúmina</b>	0-1 mm	0-3 mm
<b>Distancia del arenado</b>	150 mm	150 mm
<b>Presión</b>	0,6 MPa	0,6 MPa

La rugosidad obtenida con los tres métodos aplicados sobre la superficie de las probetas de fatiga, fue medida mediante perfilometría óptica, para lo cual se empleó un perfilómetro marca Zygo, modelo New View 200, realizando no menos de cuatro mediciones por condición superficial. La rugosidad fue evaluada mediante la determinación de los siguientes indicadores: (a) raíz cuadrada de la rugosidad media o promedio de las desviaciones de las alturas medidas a partir de una superficie lineal media ( $R_{ms}$ ), (b) rugosidad aparente ( $R_a$ ) y (c) altura máxima entre pico y valle ( $R_z$ ).

### **3.4. Deposición de los Recubrimientos**

Las probetas de fatiga, fueron recubiertas industrialmente con depósitos a base de WC-Co por la Empresa Plasmatec Ingenieros C.A. (Caracas, Venezuela). Dichos recubrimientos se depositaron por rociado térmico mediante la técnica de alta velocidad por combustión de oxígeno (HVOF). En dicho procedimiento, se empleó una pistola HVOF, marca Praxair-TAFA, modelo JP-5000 con un sistema de boquilla convergente-divergente. La mezcla utilizada para la combustión está compuesta por una combinación de kerosene líquido y oxígeno gaseoso.

El combustible es atomizado y mezclado con el oxígeno en la cámara de combustión, donde éstos se queman generando una llama de velocidad supersónica, al tiempo que los polvos se hacen ingresar por una corriente de gas nitrógeno a través de un agujero ubicado en la tobera. De esta manera, las partículas son fundidas y aceleradas por los productos de la combustión, dentro del cañón de la pistola y en el chorro fuera de la pistola hasta impactar el substrato donde se forma el recubrimiento.

### **3.5. Caracterización Microestructural de los Recubrimientos**

El análisis microestructural de los recubrimientos se llevó a cabo mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), empleando un equipo marca Philips, modelo XL30, el cual está equipado con un analizador de elementos químicos por espectroscopía de rayos X por dispersión en la energía (EDS). El modo de imagen utilizado principalmente, fue de electrones retrodispersados con un potencial de trabajo de 25 kV, invariable a diferentes aumentos.

Adicional al estudio de las fases presentes en el recubrimiento por espectroscopía de rayos X, se realizó la identificación de las fases mediante el análisis del recubrimiento por difracción de rayos X, empleando un difractómetro marca Siemens D5005, utilizando una radiación de  $\text{Cu K}\alpha$  ( $\lambda = 0,154 \text{ nm}$ ). Los patrones se obtuvieron en el intervalo de  $20^\circ < 2\theta < 95^\circ$ , con un paso de  $0,08$  y un tiempo de  $3 \text{ s}$ .

Inicialmente, a las muestras recubiertas en su condición original, se les realizó un estudio de las características superficiales empleando MEB y la técnica de interferometría óptica empleando un equipo marca Zygo, modelo New View 200.

En cuanto al análisis microestructural de los recubrimientos, éste se realizó a través del espesor de los mismos o sección transversal. Las muestras fueron seccionadas utilizando una cortadora de baja velocidad con un disco de diamante y lubricante. A fin de minimizar el posible daño de los recubrimientos durante el corte, las probetas fueron colocadas de manera tal que el sentido de rotación del disco de corte fuese desde la superficie más externa del recubrimiento hacia el substrato. El estudio microestructural de los recubrimientos se llevó a cabo con la finalidad de establecer la morfología y naturaleza química elemental de los constituyentes presentes en el mismo. De igual forma, se hicieron algunas observaciones en la intercara del sistema substrato-recubrimiento. La preparación metalográfica para el estudio microestructural de

los recubrimientos, fue realizada siguiendo las recomendaciones que para tal fin, proporciona la empresa “Struer” [Struer, 2008]. Dicho procedimiento se muestra en la Tabla III.2.

**Tabla III.2. Procedimiento de preparación metalográfica de recubrimientos WC-Co-Cr**

Etapa	Superficie	Lubricante	Abrasivo	Tiempo (min)	Velocidad (rpm)
Desbaste	MD-Piano 220	Agua	Diamante	2	300
	MD-Piano 1200	Agua	Diamante	2	300
	MD-Largo	Verde/Azul	Suspensión de diamante	7	150
Pulido	MD-DAC	Verde/Azul	DP 9 $\mu\text{m}$	7	150
	MD-Chem	OP-A	DP 3 $\mu\text{m}$	1	150
			Suspensión de alúmina		

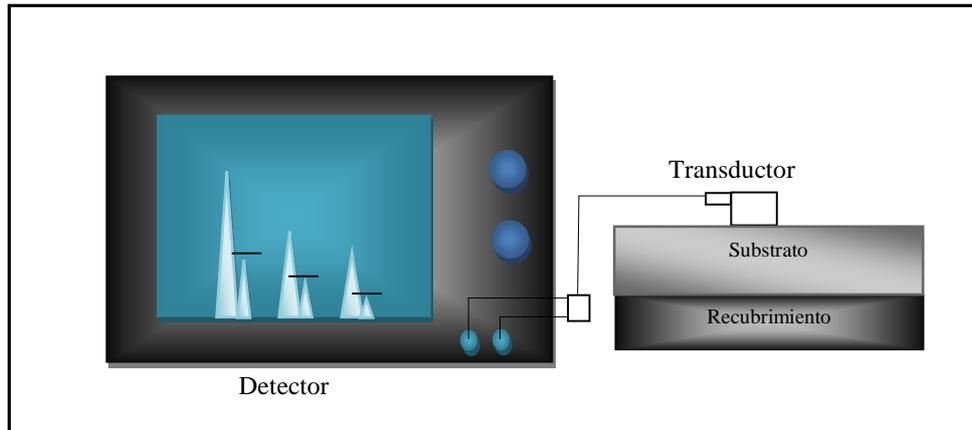
### 3.6. Propiedades Mecánicas de los Recubrimientos

#### 3.6.1. Determinación de la Dureza

La dureza de los recubrimientos, fue determinada por medio de ensayos de indentación convencional, para lo cual se utilizó un microindentador marca Buehler, modelo Identamet 1100 Series, empleando un indentador Vickers, una carga de 300 g y un tiempo de 15 s. Se realizaron diez mediciones en la sección transversal de los recubrimientos, los cuales fueron preparados metalográficamente siguiendo la secuencia presentada en la Tabla III.2.

#### 3.6.2. Determinación del Módulo de Elasticidad del Recubrimiento

La determinación del módulo elástico del recubrimiento, se llevó a cabo empleando el método ultrasónico pulso-eco [Chivavibul *et al.*, 2007; Shashidhara *et al.*, 2005; Basaran *et al.*, 2002], para lo cual se utilizó un transductor ultrasónico dual, con una frecuencia central de 10 MHz, marca Kraufkramer. Como detector ultrasónico, se empleó un equipo también marca Kraufkramer, modelo USN 60. El transductor fue colocado sobre la superficie del sustrato, opuesta a la del recubrimiento en su condición original, para generar y detectar las ondas ultrasónicas que se propagan en la muestra (Figura 3.3).



**Figura 3.3. Montaje experimental para la determinación del módulo elástico del recubrimiento.**

Como medio acoplante entre el transductor y el recubrimiento se utilizó glicerina. El primer y tercer eco fueron registrados y la velocidad de propagación de la onda ultrasónica fue calculada, por medio de la diferencia del tiempo de arribo de la señal registrada. El módulo elástico del recubrimiento fue determinado por medio de la ecuación 2.12 [Chivavibul *et al.* 2007].

$$E = (1+\nu)(1-2\nu)(1-\nu)^{-1}\rho V^2 \quad (\text{ec. 2.12})$$

Donde  $\nu$  es la relación de Poisson,  $\rho$  es la densidad y  $V$  es la velocidad de la onda ultrasónica en el recubrimiento.

### 3.6.3. Determinación de la Adherencia del Recubrimiento

La adherencia del recubrimiento fue determinada mediante el método de indentación en la intercara, para cada condición superficial de sustrato. Para la aplicación de este método, las probetas recubiertas fueron seccionadas en la dirección transversal. Tal como se explicó anteriormente, las muestras fueron seccionadas utilizando una cortadora de baja velocidad con un disco de diamante y empleo de lubricante. A fin de minimizar el posible daño de los recubrimientos durante el corte, las probetas fueron colocadas de manera tal que el sentido de rotación del disco de corte fuese desde la superficie más externa del recubrimiento hacia el sustrato. Posteriormente fueron preparadas metalográficamente siguiendo el procedimiento mostrado en la Tabla III.2.

Las muestras fueron colocadas en un portamuestras ajustable, con la finalidad de garantizar la estabilidad y lograr una superficie paralela al soporte de los equipos de indentación. Para lograr las indentaciones, fueron empleados dos equipos. En primer lugar se utilizó un microdurómetro marca Buehler, modelo Identamet 1100 Series, con un indentador tipo Vickers, el cual se empleó para aplicar cargas de 3; 5 y 10 N. En segundo lugar, se utilizó un durómetro marca Future-Tech, modelo Vickers Hardness Tester FV-700, igualmente con un indentador tipo Vickers. Con este equipo, se aplicaron cargas de 20, 30 y 50 N. La medición de las diagonales de las huellas y de las grietas generadas por la indentación en la intercara, fueron realizadas mediante microscopía óptica y con ayuda del programa Micrometrics SE Premium. Versión 2.9.

Primeramente, se determina la longitud media ( $a$ ) de la diagonal ( $d$ ) de la huella ( $a = d/2$ ) dejada por el indentador para distintos valores de carga ( $P$ ), luego a través de una representación gráfica y por ajuste lineal por mínimos cuadrados, es posible calcular el exponente  $n$  de la ecuación de Meyer, que relaciona  $P$  y  $a$ , denominada dureza aparente [Chicot *et al.* 1996].

$$a = \alpha P^n \quad (\text{ec. 2.2})$$

### 3.7. Ensayos de Fatiga

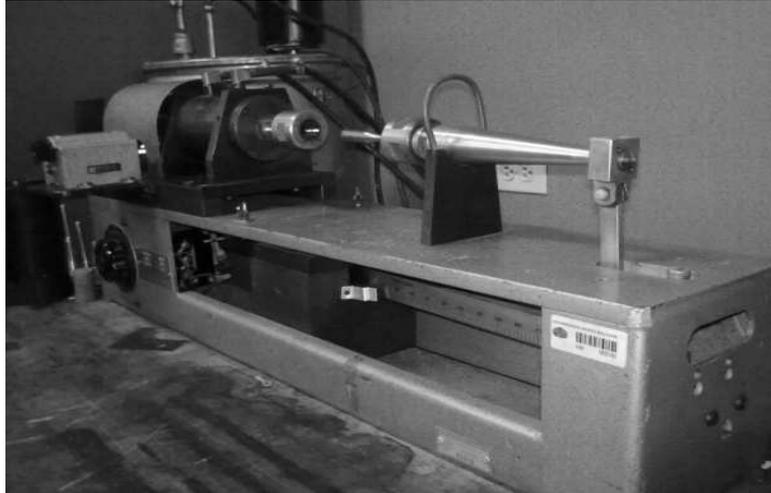
Los ensayos de fatiga del sistema substrato-recubrimiento, se llevaron a cabo en una máquina de ensayos de fatiga en flexión rotativa marca Fatigue Dynamics Inc., modelo RBF-200. Los ensayos se realizaron aplicando una relación de carga,  $R = -1$  y una frecuencia de giro de la probeta de 50 Hz (Figura 3.4).

El comportamiento a la fatiga se evaluó en términos de la resistencia a la fatiga de las diferentes condiciones, descrita a través de la ecuación de Basquin (1910) dada por la siguiente expresión paramétrica simple tipo potencia:

$$\sigma_a = A(N_f)^{-m} \quad (\text{ec. 3.2})$$

Donde  $A$  y  $m$  representan constantes que dependen de las propiedades del material y las condiciones de ensayo. La constante  $A$  está relacionada con el coeficiente de resistencia a la fatiga del material y  $m$  representa el exponente de resistencia a la fatiga. Estas constantes son determinadas a partir del ajuste de los datos, de máximo esfuerzo alternante ( $\sigma_a$ ) y el número de ciclos a falla ( $N_f$ ), con la ecuación propuesta por Basquin a través de un método de mínimos cuadrados.

Fueron ensayadas un total de dieciséis (16) probetas en su condición original, por cada condición de preparación superficial del sustrato, distribuidas en cuatro (4) diferentes niveles de esfuerzo alternante: 358, 380, 400 y 420 MPa.



**Figura 3.4. Máquina de ensayos de fatiga en flexión rotativa marca Fatigue Dynamics Inc., modelo RBF-200.**

### **3.7.1. Análisis de las Superficies de Fractura de las Muestras Ensayadas**

El análisis de la superficie de fractura de las muestras ensayadas por fatiga, se llevó a cabo mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), empleando nuevamente un equipo marca Philips, modelo XL30 y un equipo marca JEOL JSM-6390. El modo de imagen utilizado principalmente, fue de electrones retrodispersados con un potencial de trabajo de 25 kV, invariable a diferentes aumentos.

Adicionalmente, algunas muestras ensayadas fueron estudiadas a través del espesor del recubrimiento o sección transversal. Las muestras fueron seccionadas utilizando una cortadora de baja velocidad con un disco de diamante y lubricante. A fin de minimizar el posible daño de los recubrimientos y de la superficie de fractura durante el corte, las probetas fueron colocadas de manera tal que el sentido de rotación del disco de corte fuese desde la superficie más externa del recubrimiento hacia el sustrato. Este estudio se llevó a cabo con la finalidad de poder observar la posible presencia de grietas que se pudiesen haber generado en la superficie libre del recubrimiento y que se propagasen a través del mismo hacia el sustrato. La preparación metalográfica para este estudio, fue realizada siguiendo nuevamente las recomendaciones que

para tal fin, proporciona la empresa “Struer” [Struer, 2008]. Dicho procedimiento se muestra en la Tabla III.2.

### 3.8. Simulación mediante el Método de Elemento Finito

Para simular el comportamiento de las probetas recubiertas durante un ensayo de fatiga, se seleccionó el método de elemento finito [Browell 2006]. Este método requiere de la representación geométrica de la probeta por medio de una retícula, también denominada malla, que subdivide al volumen que ocupa la probeta en pequeños elementos como tetraedros o hexaedros, para luego resolver de forma simultánea las ecuaciones de la mecánica de materiales aplicada en cada uno de los nodos y así obtener la distribución de esfuerzo y deformación en el material. En el presente estudio, se empleó el paquete computacional ANSYS®, versión 11.

#### 3.8.1. Arquitectura del Sistema Computacional Disponible

Mientras más grande sea el sistema de ecuaciones, mayor será la cantidad de cálculos necesaria para resolverlo. Como los computadores actuales poseen capacidad de memoria y velocidad de procesamiento limitadas al igual que un tiempo de cálculo finito para realizar las operaciones aritméticas, entonces, el tamaño de sistema de ecuaciones no puede ser arbitrariamente grande, sino que debe estar acotado en dimensión según los recursos de hardware disponibles. Durante la presente investigación se contó con un procesador con las características de la Tabla III.3.

**Tabla III.3. Arquitectura del computador utilizado en la investigación**

<b>Procesador</b>	Intel®_xeon64.sse2_winnt5.1. Pentium® 4 CUP 3,00 GHz, Bus speed 800 MHz
<b>Sistema Operativo</b>	Windows XP Professional 5.1.2600 Service Pack 3
<b>Memoria RAM</b>	1024 MB, 533 MHz
<b>Disco duro</b>	148 GB
<b>Tarjeta madre</b>	Intel® Desktop Board D915GEV

### **3.8.2. Dimensionamiento de la Probeta**

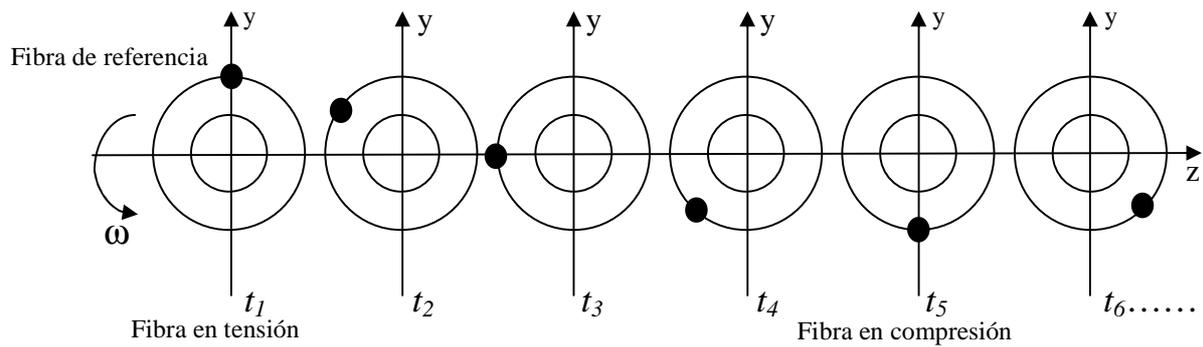
#### **3.8.2.1. Consideraciones geométricas**

Para administrar de forma óptima la capacidad de cómputo disponible, se requiere reducir el tamaño del dominio a estudiar para que la máxima malla posible ocupe un menor volumen y, en consecuencia, se obtenga un resultado discreto con una densidad maximizada de nodos, las simplificaciones están enmarcadas dentro de un criterio macroscópico.

#### **3.8.2.2. Consideraciones dinámicas**

El ensayo de fatiga consiste en el giro constante de la probeta alrededor de su eje, sometida a un momento flector puro hasta ocasionar la ruptura (falla) de la probeta. El esfuerzo alternante equivalente producido por la flexión debe ser menor que esfuerzo de fluencia a tracción. En la máquina de ensayos de fatiga utilizada, este proceso se logra mediante la sujeción de uno de los extremos cilíndricos por medio de un soporte con mordazas, obligado a rotar alrededor de su eje por el torque suministrado por el motor, sin posibilidad de desplazamiento vertical u horizontal. Por el otro extremo, la probeta es sujeta firmemente por otro soporte con un peso basculante, el cual aplica la carga necesaria para lograr el esfuerzo de trabajo en función del diámetro de la probeta.

En la Figura 3.5, se muestra una secuencia que representa la vista transversal de la probeta a medida que esta gira. Se ilustran 6 momentos consecutivos de una fibra que para  $t_1$ , se encontraba en la posición de máxima tensión. Conforme rota la probeta, la fibra se descarga y se comprime hasta llegar a la posición de compresión máxima  $t_5$ . Luego comienza el proceso de descarga para tensarse nuevamente. Se puede observar que por cada revolución, cada fibra de la probeta es tensada, comprimida y vuelta a tensar en un ciclo ininterrumpido que puede ser descrito como una ecuación sinusoidal completamente reversible y de amplitud constante.



**Figura 3.5. Representación esquemática de una fibra genérica a medida que gira la probeta durante el ensayo de fatiga.**

El método numérico empleado considera que la probeta es perfectamente simétrica por lo que la localización de la primera fibra que genere falla es completamente irrelevante. En consecuencia, un estado de cargas equivalente enfocado en el estudio de una fibra arbitraria no alterará este estudio ideal.

### 3.8.2.3. Generación y Validación de Malla

Las mallas se generan mediante algoritmos matemáticos. En el caso del análisis estructural mediante el método de elemento finito para cuerpos tridimensionales, es común utilizar la técnica denominada “Patch Conforming Meshing Test” [ANSYS 2007]. Este algoritmo rellena el volumen con elementos tetraédricos. No es posible conocer a priori la cantidad y tamaño de los elementos más adecuados para representar el dominio de interés, por lo que se requiere de un proceso de ensayo y error, modificando arbitrariamente algunas variables. En el presente estudio, la capacidad de memoria RAM libre de la arquitectura disponible es el factor límite para seleccionar un tamaño de malla adecuado.

### 3.8.2.4. Modelos Matemáticos

El estudio de convergencia de la malla requiere de una revisión simultánea de dos modelos matemáticos. Esto permite seleccionar el conjunto de ecuaciones más adecuado al problema en cuestión, en función de la arquitectura computacional disponible. Además, se evaluaron varias condiciones de borde. Las condición inicial de velocidad y deformación fueron nulas e iguales para todos los casos. El análisis matemático en régimen permanente (invariable

con el tiempo) se basa en la solución directa de la ecuación lineal de equilibrio para análisis estructural:

$$[K]\vec{u} = \vec{F} \quad (\text{ec. 3.3})$$

Donde  $K$  es la matriz de rigidez, la cual es función directa del módulo de elasticidad y tamaño de cada uno de los elementos de la malla,  $u$  es un vector que representa al desplazamiento de todos y cada uno de los nodos y,  $F$  es un vector que representa las fuerzas de reacción de todos y cada uno de los nodos, (ANSYS, v11.0- Analysis Procedure, 2007). Los efectos inerciales y de amortiguamiento no son tomados en cuenta excepto para campos de aceleración constante. El tamaño de las matrices y vectores es función directa del número de nodos de la matriz y los grados de libertad.

**Tabla III.4. Modelos matemáticos evaluados y condiciones de borde para cada malla**

Tipo de análisis	Condiciones de borde (carga)	Aplicación de la carga
Régimen permanente (estático)	Momento flector en direcciones Y, Z	M sen360 t M cos360 t
	Momento flector en dirección Z	M cos360 t
	Momento flector en dirección +Z	M (escalón)
	Momento flector en dirección -Z	M (escalón)
Régimen no permanente (dinámico, variable en el tiempo)	Momento flector en dirección Y	M cos360 t

M: Momento flector constante de 10 [Nm], t: tiempo virtual de simulación [1s]

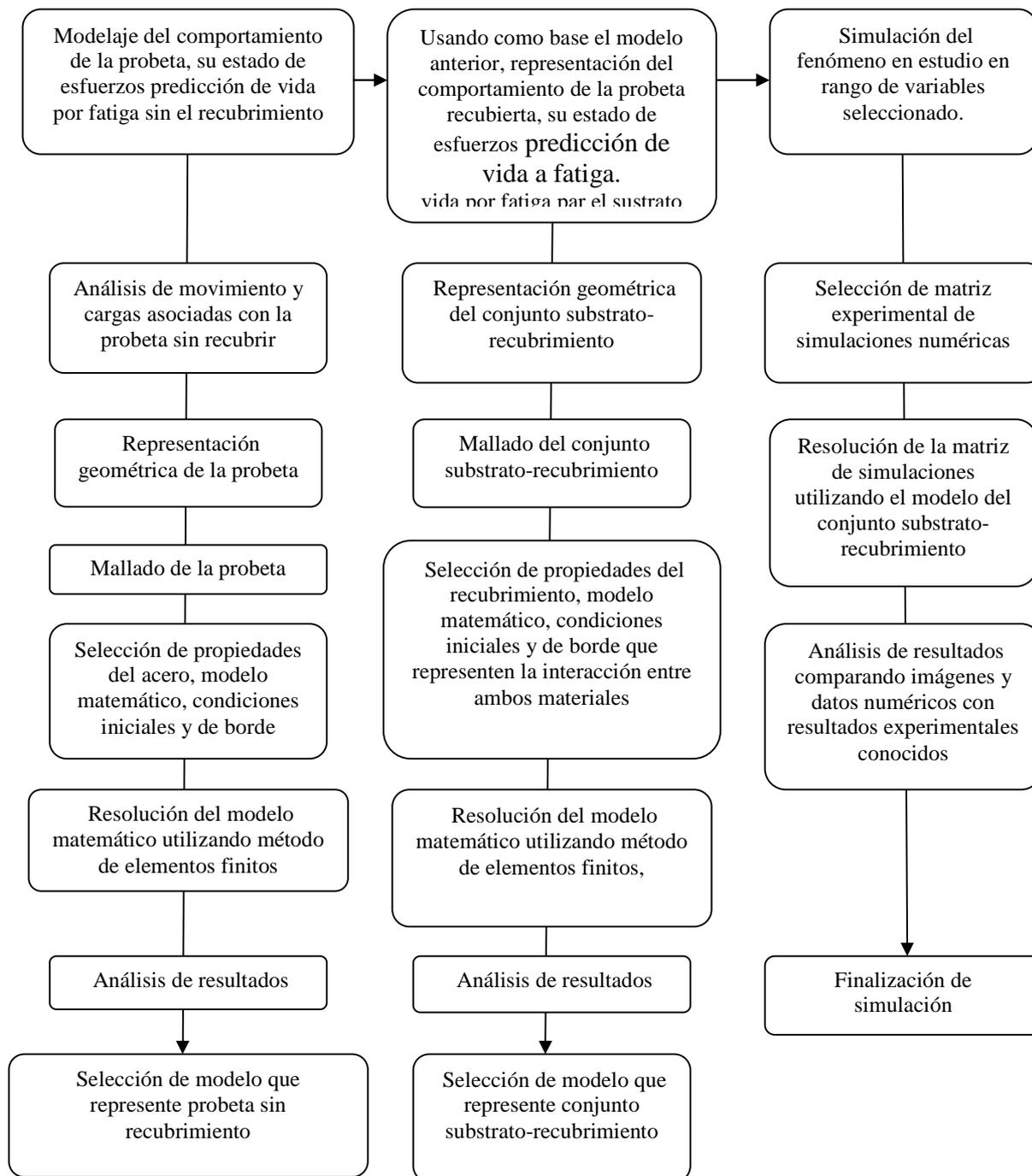
El método numérico seleccionado para resolver la ecuación 3.3, es una eliminación Gaussiana. Este consiste en la factorización de la matriz  $K$  en matrices triangulares superior e inferior para determinar posteriormente la solución del vector  $u$ . El algoritmo que se utiliza se denomina “Sparse Direct Solver” y está basado en la descomposición de Cholesky, (ANSYS v11.0-Analysis Tools 17.1, 2007). El análisis matemático en régimen no permanente (variable con el tiempo), resuelve la ecuación no permanente en condición de equilibrio para análisis estructurales: ecuación (3.4):

$$[M]\frac{d^2\vec{u}}{dt^2} + [C]\frac{d\vec{u}}{dt} + [K]\vec{u} = \vec{F} \quad (\text{ec. 3.4})$$

Donde  $M$  es la matriz de masa estructural,  $C$  es la matriz de amortiguamiento,  $K$  es la matriz de rigidez,  $F$  es el vector de fuerza aplicada y  $u$  es el vector incógnita de desplazamiento. Los efectos inerciales y de amortiguamiento sí son tomados en cuenta. El tamaño de las matrices y vectores es función directa del número de nodos de la matriz y los grados de libertad del problema. Las condiciones iniciales de velocidad y deformación fueron escogidas como nulas (cero). El análisis estuvo basado en diez iteraciones de 0,1 s cada una. El modelo matemático seleccionado para resolver la ecuación 3.2, es una solución combinada implícita entre el método de integración en el tiempo de Newmark, algoritmo denominado HHT, desarrollado por Chung (1993). [ANSYS v11.0-Analysis Tools 17.2]. Existen múltiples métodos numéricos para estimar la resistencia a falla por fatiga para un material. Entre los métodos que se emplean con mayor frecuencia se encuentran aquellos basados en el análisis de las curvas deformación-vida (conocido por su nombre en inglés como “Strain-Life Method”), esfuerzo-vida (“Stress-Life Method”) y mecánica de la fractura (“Fracture Mechanics”) [Browell, 2006]. El método más ampliamente utilizado es el basado en curvas de esfuerzo-vida, empleado particularmente en materiales sometidos a un elevado número de ciclos de carga y el cual está basado en el diagrama esfuerzo alternante versus el número de ciclos, también conocido como diagrama de Wöhler o curva “S-N”. Este diagrama se obtiene mediante el ensayo de especímenes en una máquina rotativa tipo Moore, donde se aplica una carga cíclica de momento uniaxial, totalmente reversible, con un esfuerzo alternante promedio nulo, tal y como se ha llevado a cabo en el presente estudio. Es importante notar que este enfoque asume que las deformaciones plásticas del material son mínimas y que el mínimo número de ciclos de carga es mayor a 1000. [Bannantine 1989]. El método numérico utilizado para analizar cada nodo en función de sus propiedades de falla por fatiga y cargas aplicadas está fundamentado en el código ASME, “Boiler and Pressure Vessle Code, Section III, Section VIII” [ASME 1974]. Para evaluar una malla a través de la información suministrada por un diagrama esfuerzo-vida se requiere del conocimiento tanto de la curva de Wöhler, como de la resistencia a la tracción de cada material.

#### **3.8.2.5. Diagrama de flujo de la secuencia de trabajo**

Para lograr obtener la simulación del comportamiento de una probeta recubierta de WC-Co-Cr, sometida a fatiga mediante el método de elemento finito, se seguirá la secuencia de trabajo presentada en el siguiente diagrama:



**Figura 3.6. Diagrama de flujo de la secuencia de trabajo para la simulación del comportamiento a fatiga de una probeta recubierta de WC-Co-Cr mediante HVOF.**

## CAPITULO IV RESULTADOS EXPERIMENTALES

A continuación, se presentaran los resultados en función de la secuencia descrita en el procedimiento experimental.

### 4.1. Substrato o Metal Base

En la Tabla IV.1, se presenta la composición química nominal del acero SAE 1045, el cual presentó una dureza HV = 316 ( $\approx$  3 GPa).

**Tabla IV.1. Composición química nominal del acero SAE 1045 (%peso)**

Fe	Mn	C	Si	S	P
Bal.	0,60-0,90	0,43-0,50	0,15-0,35	< 0,040	< 0,040

### 4.2. Preparación Superficial de las Probetas de Fatiga

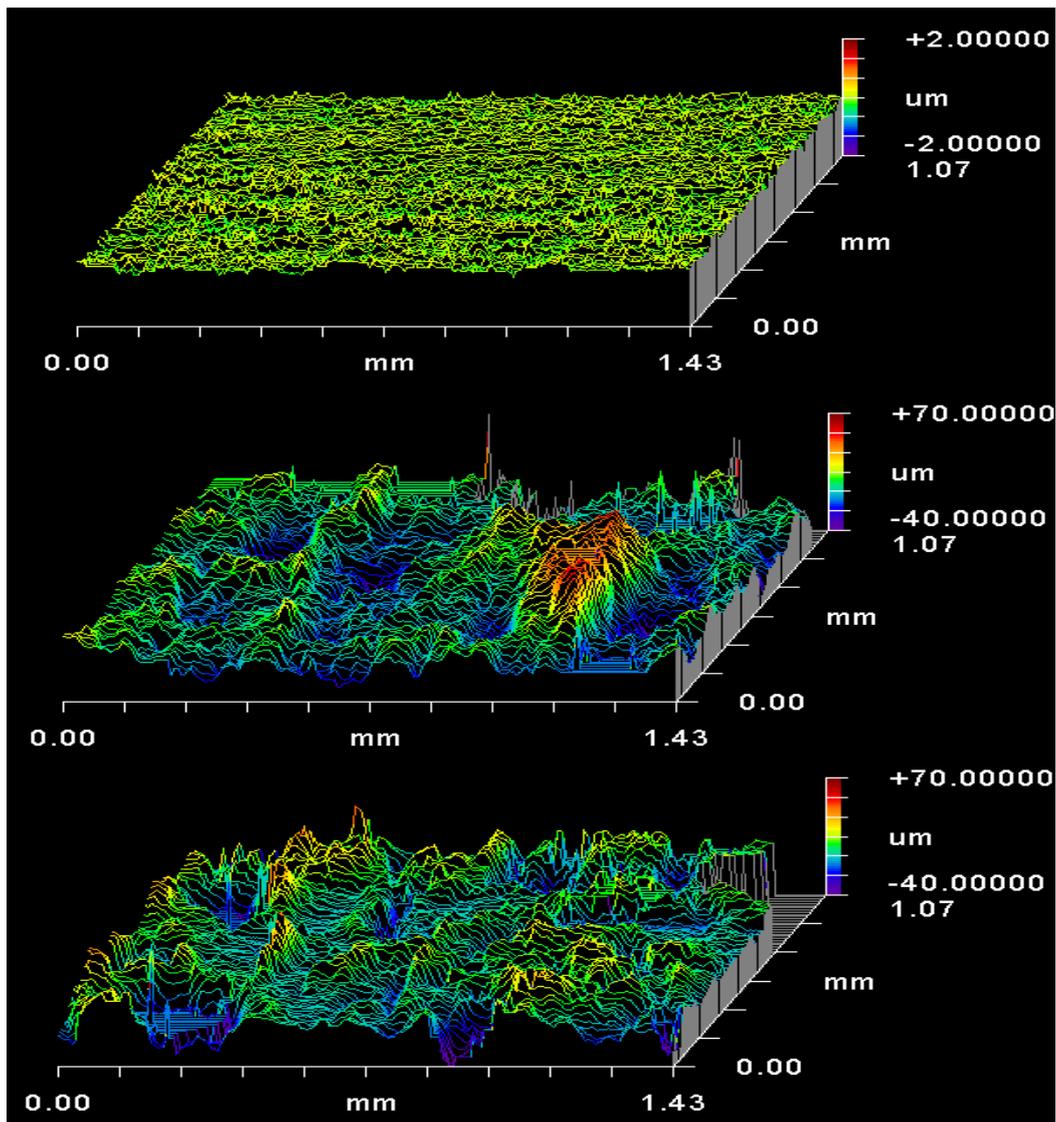
La rugosidad de las muestras preparadas superficialmente mediante tres condiciones distintas; ST: lijado (Grado 400), STF: chorro de alúmina ( $Al_2O_3$ ) de tamaño de partícula fino (< 1,0 mm) y STG: chorro de alúmina ( $Al_2O_3$ ) con tamaño de partícula grueso (< 3,0 mm), presentaron valores de rugosidad media ( $R_{ms}$ ), rugosidad aparente ( $R_a$ ) y altura máxima entre pico y valle ( $R_z$ ), mostrados en la Tabla IV.2.

**Tabla IV.2. Parámetros de Rugosidad del Substrato**

Condición Superficial	$R_{ms}$ [ $\mu m$ ]	$R_a$ [ $\mu m$ ]	$R_z$ [ $\mu m$ ]
Lija grado 400 (ST)	0,11 $\pm$ 0,10	0,08 $\pm$ 0,02	2,11 $\pm$ 0,10
$Al_2O_3$ fina (STF)	12,53 $\pm$ 0,54	9,40 $\pm$ 0,33	117,74 $\pm$ 0,65
$Al_2O_3$ gruesa (STG)	13,40 $\pm$ 0,20	9,99 $\pm$ 0,25	139,63 $\pm$ 0,54

En la Figuras 4.1, se muestran los perfiles de rugosidad de las tres condiciones de preparación superficial del substrato previo a la deposición del recubrimiento, donde se aprecian los

resultados de la Tabla IV.2, donde a pesar de que la condición STF y STG tienen valores de rugosidad media ( $R_{ms}$ ) cercanos, existe una diferencia apreciable entre el valor de altura máxima entre pico y valle. Pero claramente estos indicadores muestran la esperada tendencia del incremento de la rugosidad en función de grado de preparación del sustrato.



**Figura 4.1. Perfiles de rugosidad de la superficie del sustrato. (a) condición ST. (b) condición STF. (c) condición STG.**

### 4.3. Deposición de los Recubrimientos

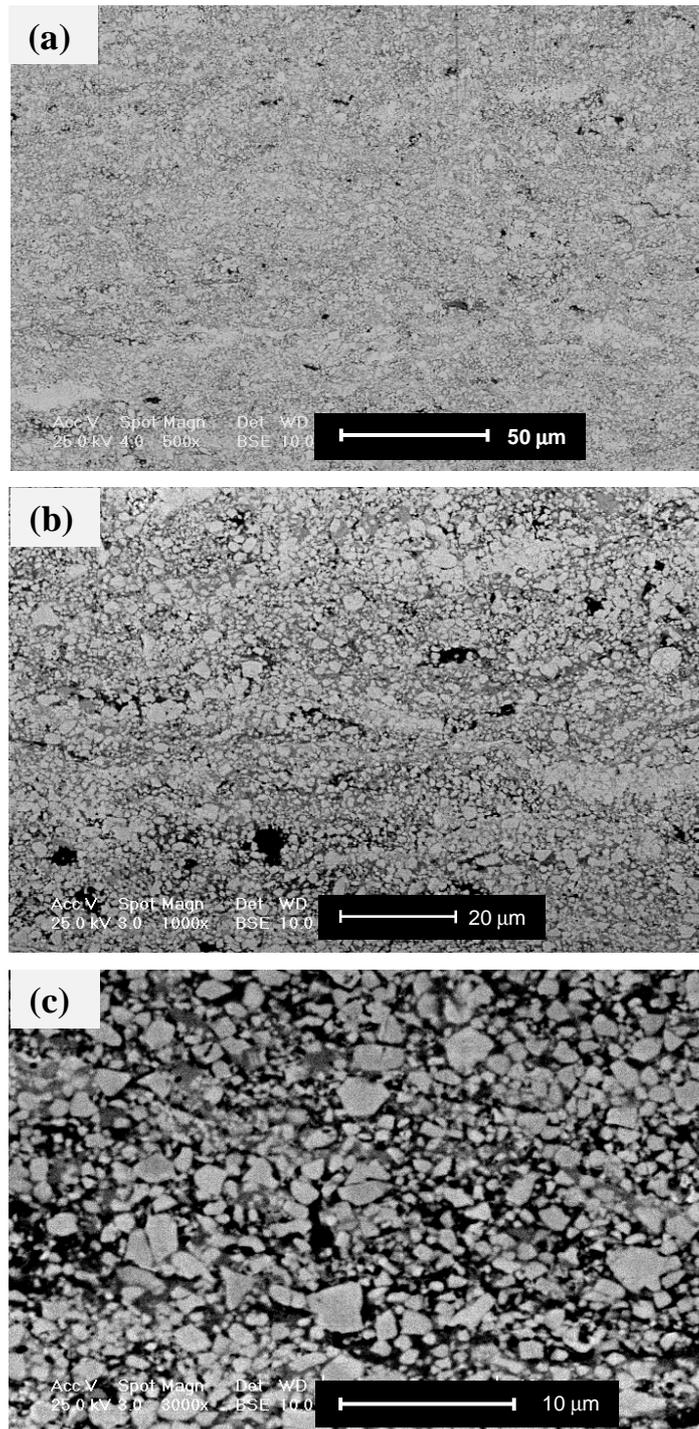
Como se mencionó en el Procedimiento experimental, las probetas de fatiga, fueron recubiertas industrialmente con depósitos a base de WC-Co por la Empresa Plasmatec Ingenieros C.A. (Caracas, Venezuela). Dichos recubrimientos se depositaron por rociado térmico mediante la técnica de alta velocidad por combustión de oxígeno (HVOF). En la Tabla IV.3, se presenta las condiciones de deposición de los recubrimientos.

**Tabla IV.3. Parámetros de deposición de los recubrimientos WC-Co-Cr**

<b>PARÁMETROS DE DEPOSICIÓN</b>	<b>WC-10%Co-4%Cr</b>
<b>Pistola</b>	<b>HVOF JP-5000</b>
<b>Tamaño de Partícula de los Polvos</b>	<b>22 - 66 <math>\mu\text{m}</math></b>
<b>Distancia de Rociado</b>	<b>380 mm</b>
<b>Ángulo de Rociado</b>	<b>90°</b>
<b>Flujo de Kerosene</b>	<b>6,22x10<sup>-3</sup> l.s<sup>-1</sup></b>
<b>Flujo de Oxígeno</b>	<b>11,40x10<sup>-3</sup> l.s<sup>-1</sup></b>
<b>Tasa de Alimentación del Polvo</b>	<b>83 g/min</b>

### 4.4. Caracterización Microestructural de los recubrimientos.

La constitución microestructural de los recubrimientos, en cuanto al tamaño, forma y distribución de las fases presentes en su condición original, se muestran en la Figura 4.2. Estas fotomicrografías fueron obtenidas a través del espesor del recubrimiento o sección transversal, por medio de MEB en el modo de imagen de electrones retrodispersados (BSE).



**Figura 4.2. Fotomicrografías obtenidas por MEB de la superficie del recubrimiento a base de WC-Co. (a) Aumento 500X. (b) Aumento 1000X. (c) Aumento 3000X.**

En términos generales, el recubrimiento presenta un depósito denso, no se verifica la presencia de poros y prácticamente es inexistente la observación de grietas o partículas de óxido.

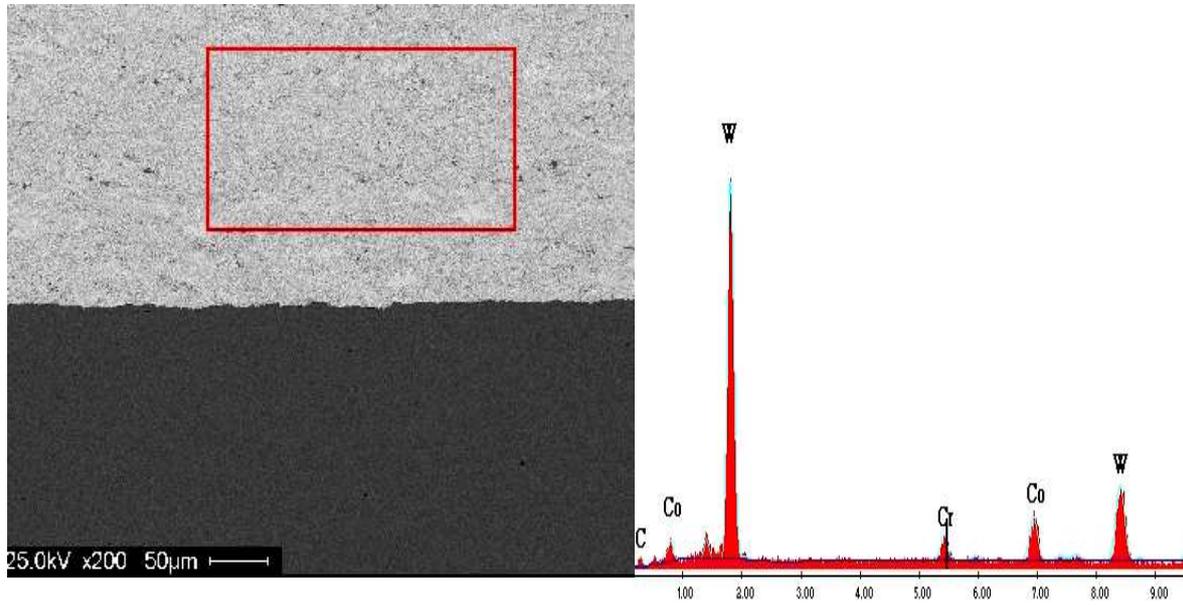
En las Figuras 4.2 (b) y 4.2 (c), se puede observar que el recubrimiento está constituido microestructuralmente por granos equiaxiales de Carburo de Tungsteno en una matriz de Cobalto. Además, se observa la presencia de una fase oscura.

En la Figura 4.3, se presenta un análisis químico general de elementos, obtenido por EDS, en la sección transversal de un recubrimiento depositado sobre el sustrato con preparación con lija grado 400 (ST). Mientras que en la Tabla IV.4, se muestran los porcentajes en peso de los constituyentes del recubrimiento.

Por otro lado, en la Figura 4.4, se muestran los análisis puntuales de los constituyentes microestructurales del recubrimiento. Según el análisis químico puntual presentado en la Figura 4.5 (c), la fase de apariencia oscura es una fase rica en Cromo (Cr).

En la Figura 4.5, se muestra el patrón de difracción de rayos X del recubrimiento a base de WC-Co, el cual muestra la presencia de WC y de una fase de  $W_2C$ .

En las Figuras 4.6 a la 4.8, se pueden apreciar las secciones transversales de las muestras, las tres condiciones de preparación superficial del sustrato, en las mismas se observa la intercara sustrato-recubrimiento, apreciándose los grados de rugosidad obtenido con la preparación superficial. En la Figura 4.6 se observa una intercara prácticamente lisa, mientras que en las Figuras 4.7 y 4.8 se observa que el recubrimiento rellena los valles producto del imparto de las partículas de alúmina sobre la superficie del acero, además se observan partículas de alúmina incrustadas en el acero tratado con chorro de alúmina (Figuras 4.7c y 4.8c)



**Figura 4.3. Análisis químico de elementos, obtenido EDS.**

**Tabla IV.4. Porcentajes en peso de elementos obtenido por espectroscopía de rayos X por dispersión en la energía (EDS) de un Recubrimiento a base de WC-Co**

Elemento	W	C	Co	Cr
% en Peso	76,24	9,89	9,94	3,93

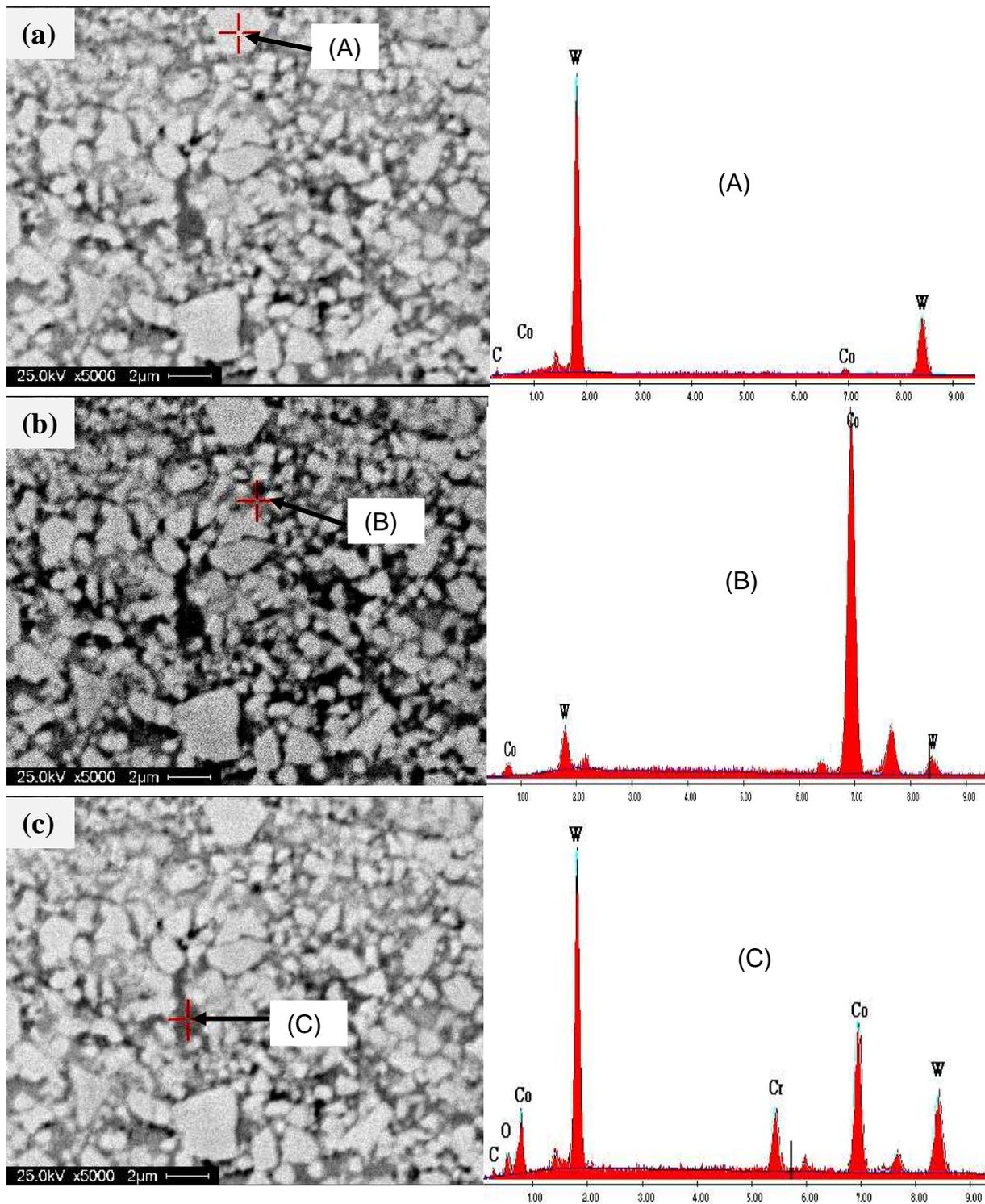


Figura 4.4. Análisis químicos puntuales de los constituyentes del recubrimiento. (a) Partícula de WC. (b) Matriz de Co. (c) Fase rica en Cr.

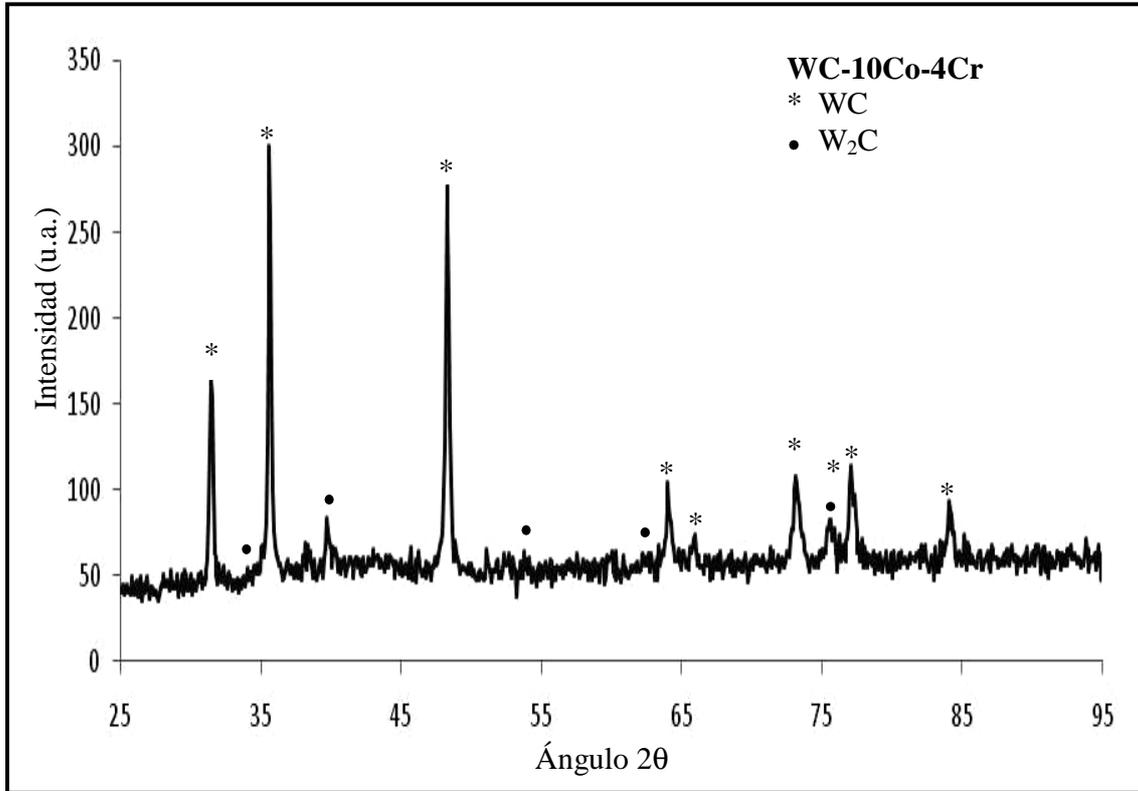
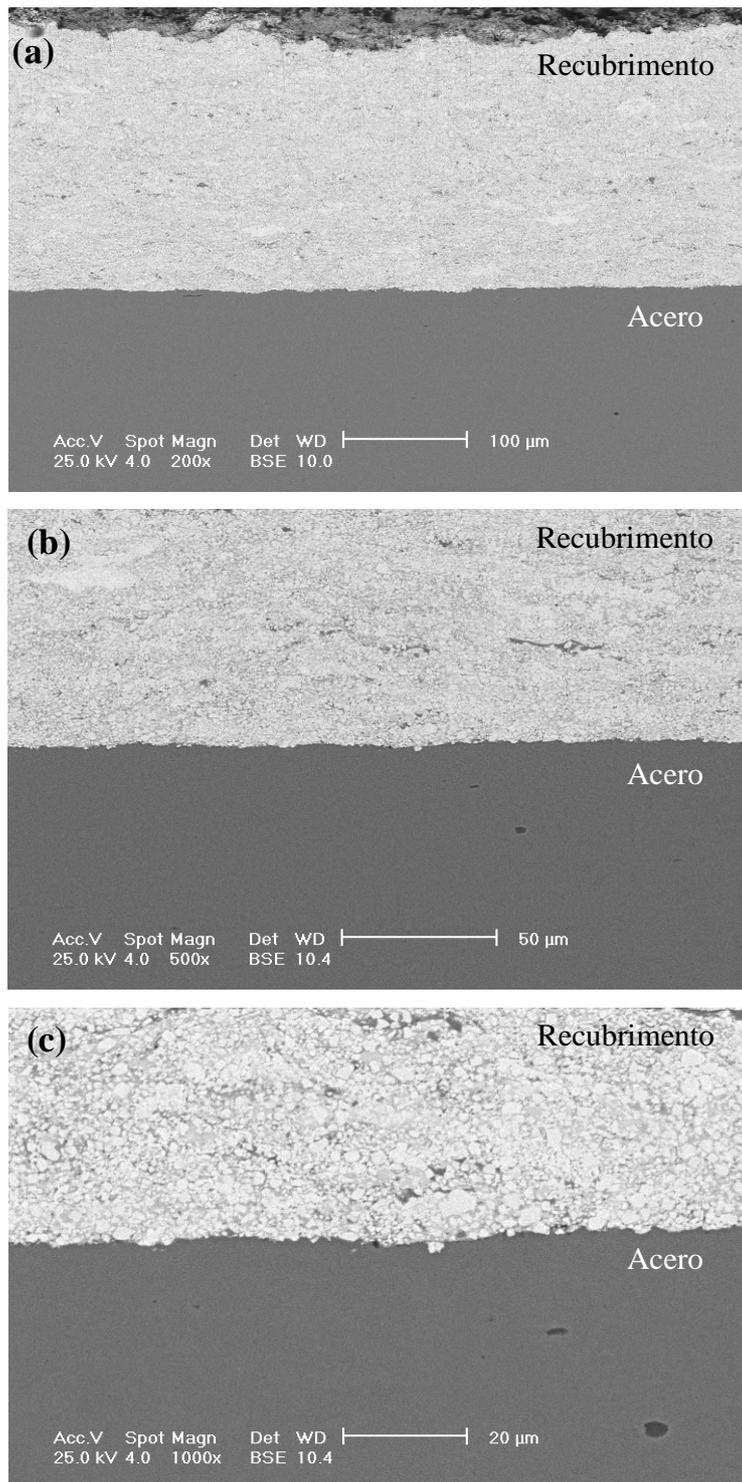
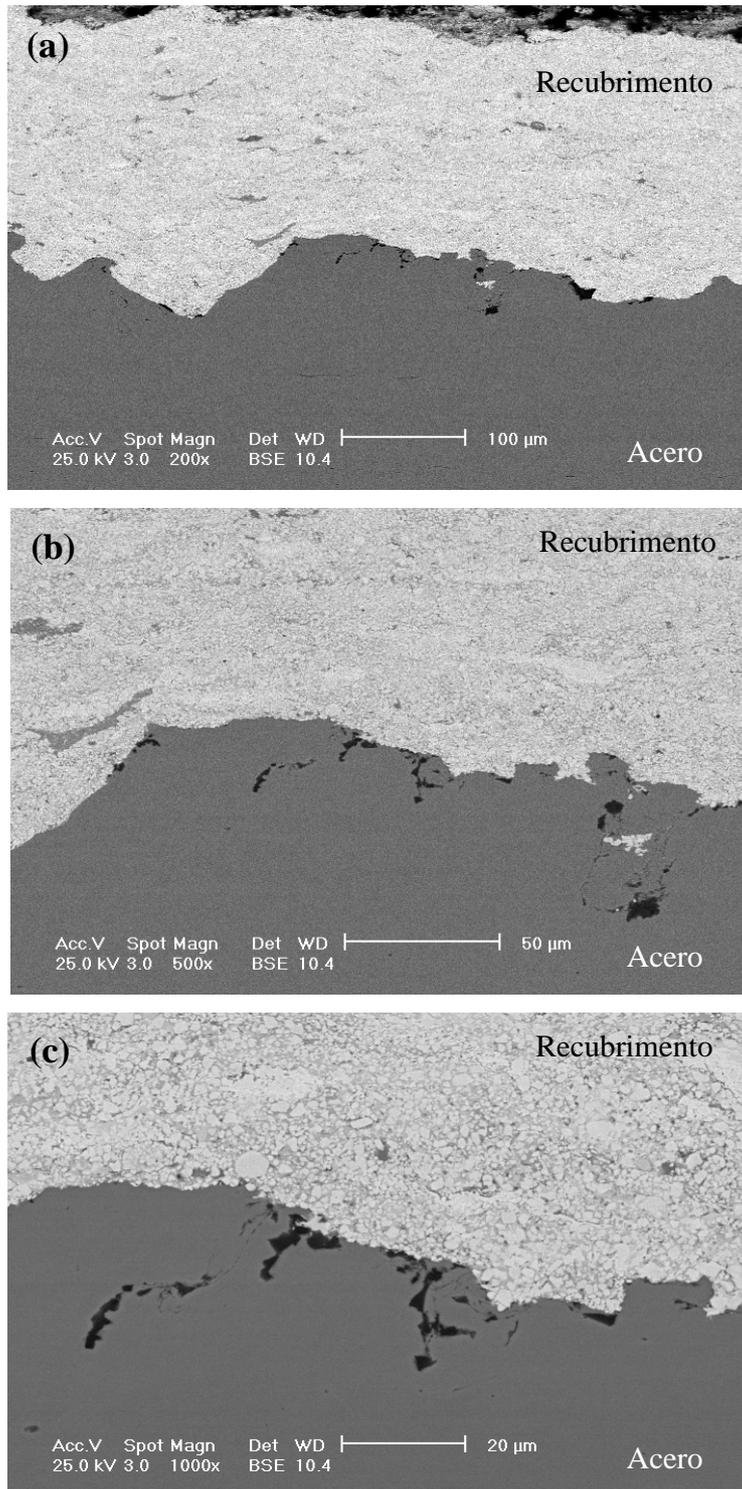


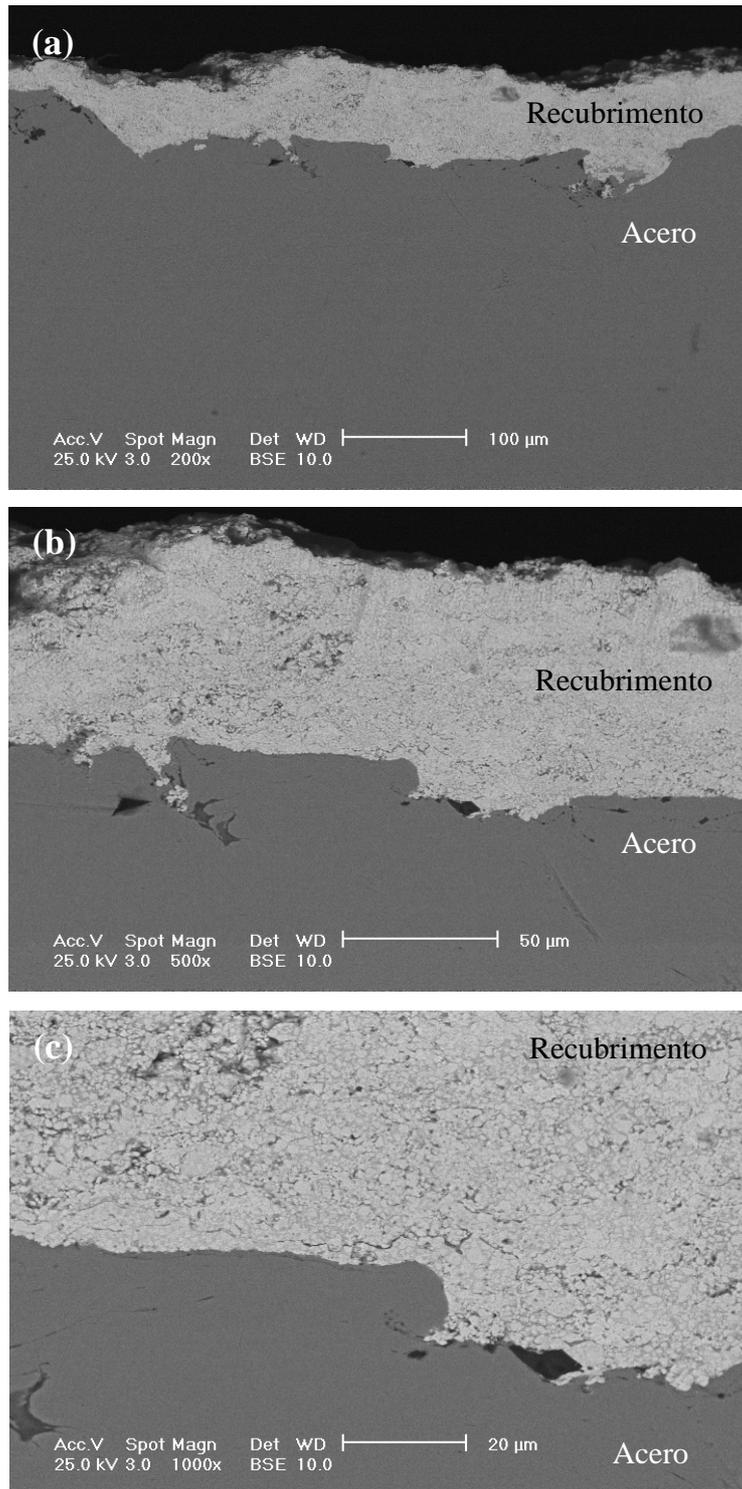
Figura 4.5. Patrón de difracción del recubrimiento a base de WC-Co.



**Figura 4.6. Fotomicrografías obtenidas por MEB de la sección transversal de las muestras recubiertas en condición ST. (a) Aumento 200X. (b) Aumento 500X. (c) Aumento 1000X.**



**Figura 4.7. Fotomicrografías obtenidas por MEB de la sección transversal de las muestras recubiertas en condición STF. (a) Aumento 200X. (b) Aumento 500X. (c) Aumento 1000X.**



**Figura 4.8. Fotomicrografías obtenidas por MEB de la sección transversal de las muestras recubiertas en condición STG. (a) Aumento 200X. (b) Aumento 500X. (c) Aumento 1000X.**

## 4.5. Propiedades Mecánicas de los Recubrimientos

### 4.5.1.- Dureza de los Recubrimientos

En la Tabla IV.5, se muestra la dureza Vickers (HV) de los recubrimientos, así como la del material del sustrato, en ambos casos la dureza fue determinada en la sección transversal, resultados que serán utilizados en el cálculo de la dureza aparente del sistema sustrato-recubrimiento.

**Tabla IV.5. Valores de dureza Vickers del sistema sustrato-recubrimiento**

Acero SAE 1045 [GPa]	Recubrimiento WC-Co [GPa]
3,1 ± 0,8	11,4 ± 0,9

### 4.5.2. Cálculo del Módulo de Elasticidad

El cálculo del módulo de elasticidad del recubrimiento fue realizado usando el método ultrasónico pulso-eco y aplicando la ecuación 2.10. Para obtener una solución, se emplearon los valores de la densidad del WC-Co y de la relación de Poisson reportados en la bibliografía [Chivabibil *et al.*, 2007]. En la Tabla IV.6, se muestran los valores del módulo elástico del recubrimiento y del sustrato.

**Tabla IV.6. Valores de módulo elástico del Sistema sustrato-recubrimiento**

Acero SAE 1045 [GPa]	Recubrimiento WC-Co-Cr [GPa]
206 ± 3	242 ± 3

### 4.5.3. Cálculo de la Adherencia del Recubrimiento

En las Figuras 4.9 a 4.11, se presentan las indentaciones en la sección transversal de las muestras recubiertas sobre el sustrato en condición ST, STF STG respectivamente. En las

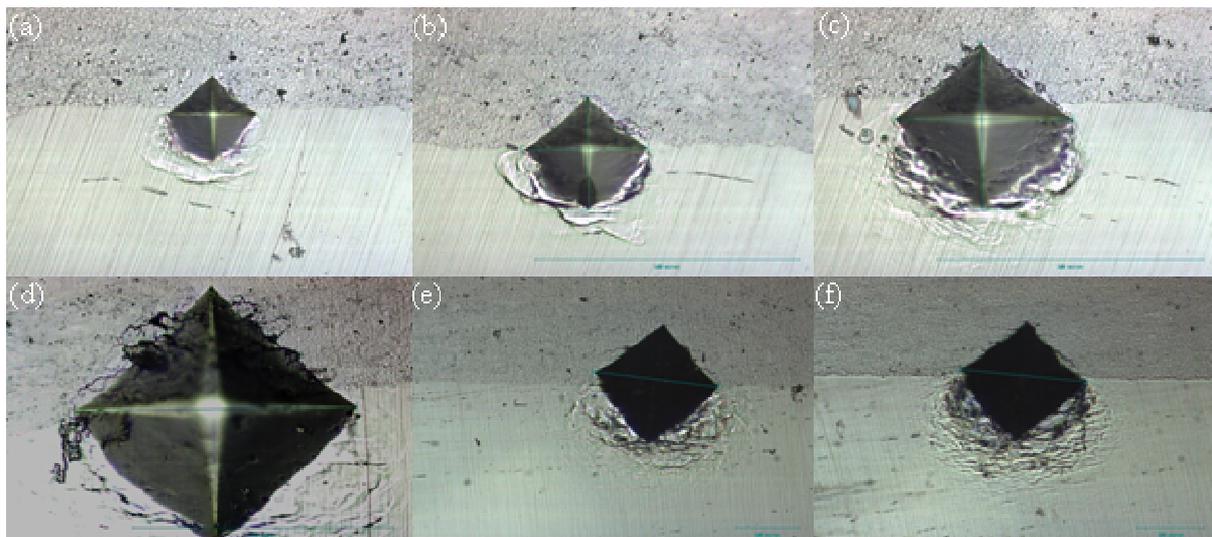
mismas se puede observar que no es posible medir una grieta continua en los vértices de la huella dejada por la impronta, debido a que se presenta agrietamiento secundario, producto de la decohesión de las lamelas del recubrimiento y, en el caso en que se formó una grieta, la misma es obstruida por las partículas de alúmina incrustadas en el sustrato, producto de la preparación superficial previo al proceso de deposición del recubrimiento en las condiciones STF y STG.

En las Tablas IV.7 a la IV.9, se presentan los valores de carga,  $P$  (N) y diagonal,  $d$  ( $\mu\text{m}$ ), medida de la huella dejada por el indentador sobre la superficie de la intercara sustrato-recubrimiento, obtenidas por indentación Vickers. Asimismo, se presentan los valores de  $\text{Ln}(P)$  y  $\text{Ln}(a)$ ;  $a = d/2$ , los cuales permiten calcular la “Dureza aparente del sistema sustrato-recubrimiento”.

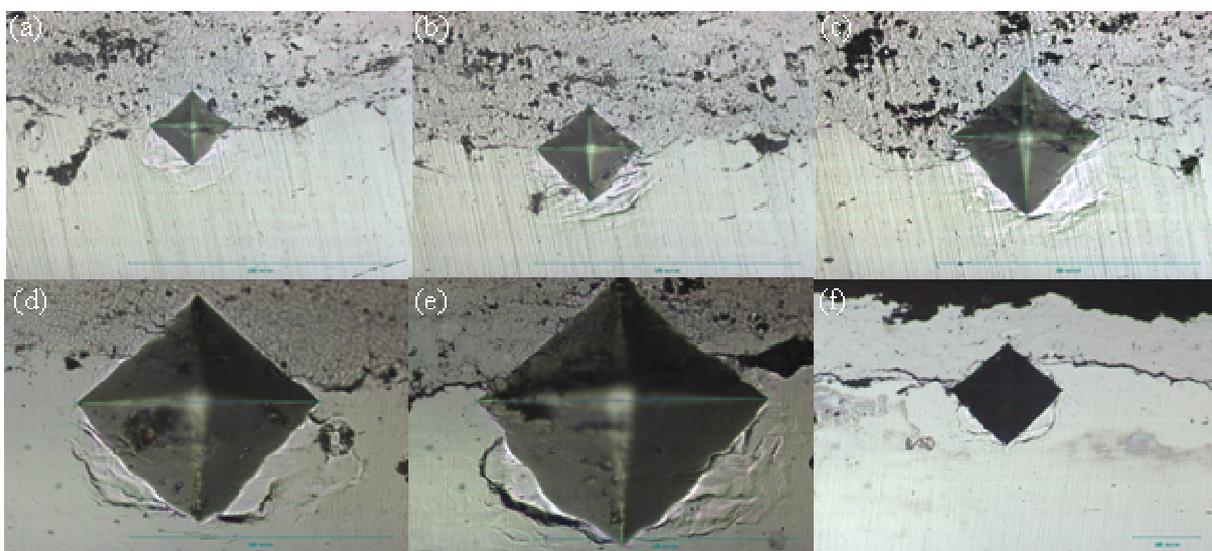
En las Figuras 4.12 a la 4.14, se presentan las gráficas correspondientes a  $\text{Ln}(a) - \text{Ln}(P)$ , a partir de las cuales se determinó la “Dureza Aparente” del sistema sustrato-recubrimiento para las tres condiciones de tratamiento superficial del sustrato. Siguiendo la metodología experimental propuesta, se obtuvieron los coeficientes ( $\alpha$  y  $\beta$ ) de la ecuación  $\text{Ln}(a) = \alpha + \beta \text{Ln}(P)$ , para la tendencia lineal que mejor se ajusta a los datos y luego, determinar el coeficiente de la ecuación 2.2 (Tabla IV.10) [Chicot *et al.* 1996].

A partir de la proximidad de los coeficientes de la Tabla IV.10, se puede definir una ecuación para la representación de la dureza aparente para cada condición de preparación superficial del sustrato (Tabla IV.11).

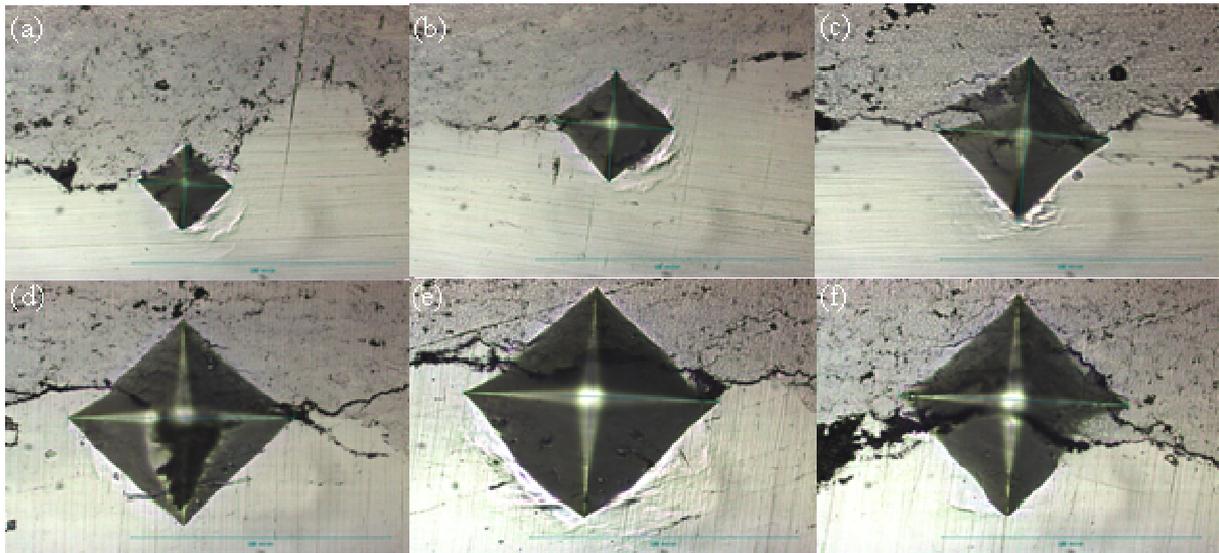
Estas ecuaciones se puede expresar como:  $P = \alpha a^2$  [Chicot *et al.* 1996], como se muestra en la Tabla IV.12.



**Figura 4.9.** Huellas de las indentaciones en la intercara de una muestra recubierta sobre el sustrato en condición ST. (a) 300 g, (b) 500 g, (c) 1 kg, (d) 3 kg, (e) 5 kg y (f) 10 kg.



**Figura 4.10.** Huellas de las indentaciones en la intercara de una muestra recubierta sobre el sustrato en condición STF. (a) 300 g, (b) 500 g, (c) 1 kg, (d) 2 kg, (e) 3 kg y (f) 5 kg.



**Figura 4.11. Huellas de las indentaciones en la intercara de una muestra recubierta sobre el sustrato en condición STG. (a) 300 g, (b) 500 g, (c) 1 kg, (d) 2 kg, (e) 3 kg y (f) 5 kg.**

**Tabla IV.7. Valores de carga ( $P$ ) y longitud de la diagonal de la huella de Indentación ( $d$ ) para la condición superficial ST**

$P(N)$	$d(\mu\text{m})$	$\text{Ln}(P)$	$\text{Ln}(a)$
3	35,85	1,10	2,89
5	46,31	1,61	3,14
10	67,02	2,30	3,51
20	103,01	3,00	3,94
30	110,17	3,40	4,01
50	133,43	3,91	4,20
100	191,95	4,61	4,56

$$(a = d/2)$$

**Tabla IV.8. Valores de carga ( $P$ ) y longitud de la diagonal de la huella de Indentación ( $d$ ) para la condición superficial STF**

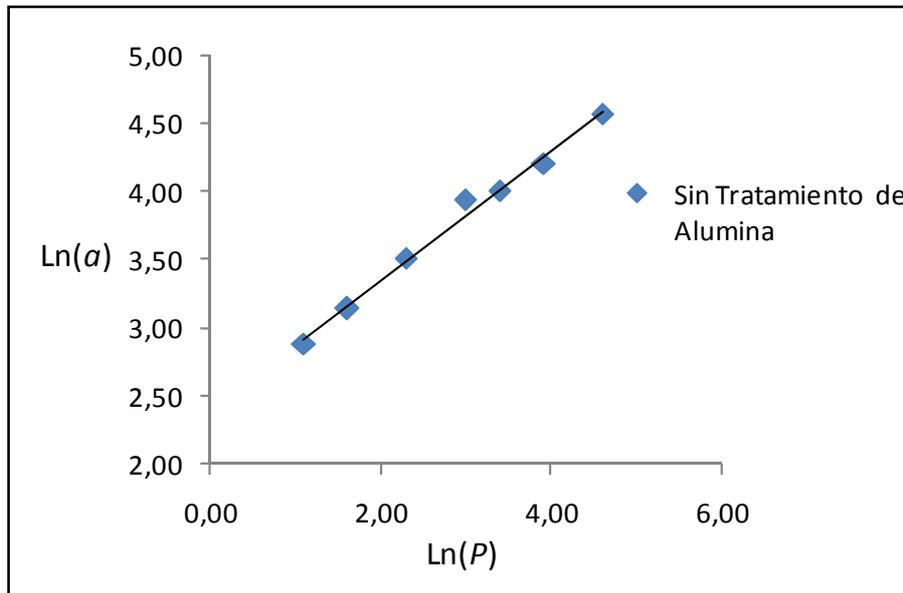
$P(N)$	$d(\mu m)$	$\ln(P)$	$\ln(a)$
3	31,01	1,10	2,74
5	36,43	1,61	2,90
10	54,47	2,30	3,30
20	90,92	3,00	3,82
30	108,97	3,40	4,00
50	129,24	3,91	4,17

$(a = d/2)$

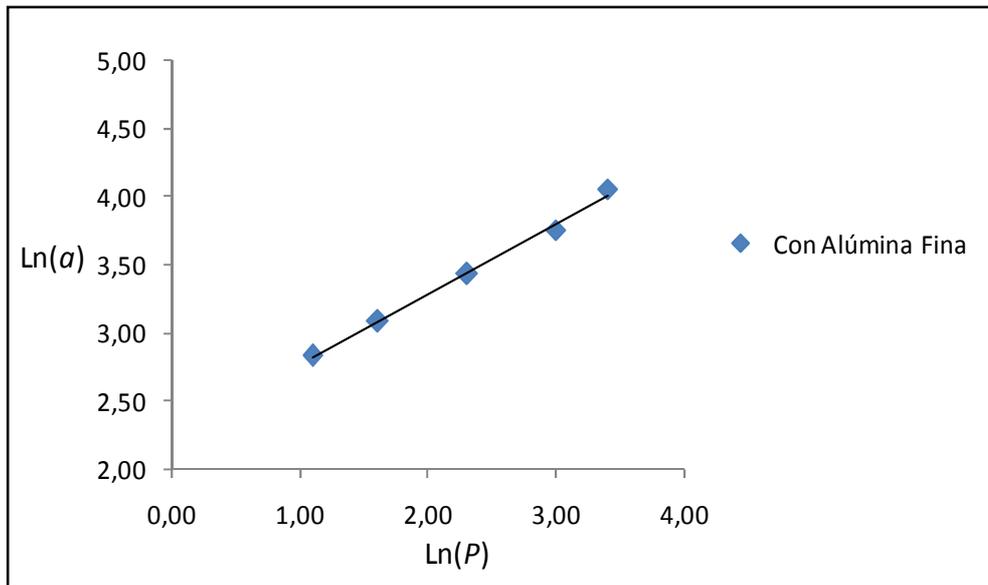
**Tabla IV.9. Valores de carga ( $P$ ) y longitud de la diagonal de la huella de Indentación ( $d$ ) para la condición superficial STG**

$P(N)$	$d(\mu m)$	$\ln(P)$	$\ln(a)$
3	33,82	1,10	2,83
5	43,49	1,61	3,08
10	61,66	2,30	3,43
20	85	3,00	3,75
30	115,05	3,40	4,05

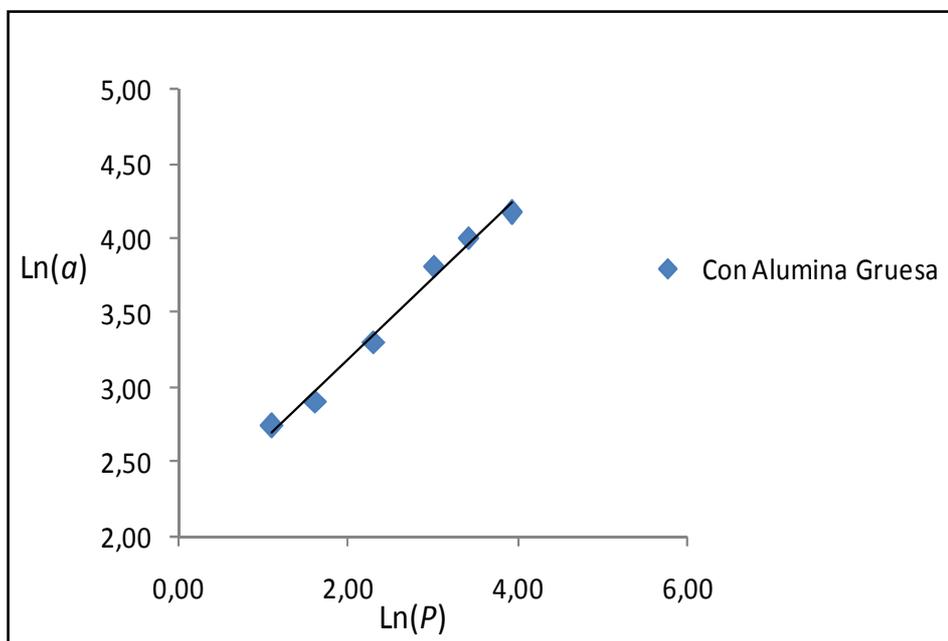
$(a = d/2)$



**Figura 4.12. Gráfica correspondiente a la “Dureza aparente” del sistema sustrato-recubrimiento para la condición de preparación superficial del sustrato con lija grado 400, condición ST,  $(a = d/2)$ .**



**Figura 4.13.** Gráfica correspondiente a la “Dureza aparente” del sistema substrato-recubrimiento para la condición de preparación superficial del substrato con chorro de alúmina fina (0-1 mm), condición STF, ( $a= d/2$ ).



**Figura 4.14.** Gráfica correspondiente a la “Dureza aparente” del sistema substrato-recubrimiento para la condición de preparación superficial del substrato con chorro de alúmina gruesa (1-3 mm), condición STG, ( $a= d/2$ ).

**Tabla IV.10. Coeficiente  $\alpha$  y  $\beta$  para las tres condiciones estudiadas**

Condición del Substrato	$\alpha$	$\beta$	Correlación
ST	0,474	2,401	0,99
STF	0,518	2,245	0,99
STG	0,546	2,092	0,98

**Tabla IV.11. Ecuaciones para la representación de la dureza aparente para las tres condiciones estudiadas, obtenidas de las gráficas de las Figuras 4.12, 4.13 y 4.14**

Condición del Substrato	Ecuación	
ST	$\text{Ln}(a) = 0,474\text{Ln}(P) + 2,401$	(ec. 4.1)
STF	$\text{Ln}(a) = 0,518\text{Ln}(P) + 2,245$	(ec. 4.2)
STG	$\text{Ln}(a) = 0,546\text{Ln}(P) + 2,092$	(ec. 4.3)

**Tabla IV.12. Ecuaciones de Meyer para las tres condiciones estudiadas [Chicot *et al.* 1996]**

Condición del Substrato	Ecuación	
ST	$P = 8,2 \times 10^{-3} a^2$	(ec. 4.4)
STF	$P = 11,2 \times 10^{-3} a^2$	(ec. 4.5)
STG	$P = 15,2 \times 10^{-3} a^2$	(ec. 4.6)

Si consideramos la ecuación de dureza VHN [ASTM E92-82, revisado 2003], como:

$$VHN = 1854,4 \frac{P}{d^2} \quad (\text{ec. 4.7})$$

y sustituyendo el valor de  $P$  por las expresión de las ecuaciones 4.4 a 4.6 en la ecuación 4.7 y siendo  $d = 2a$ , se obtiene:

$$\text{Para la condición ST:} \quad ST : HV_{ap} = 1854,4 \frac{8,2 \times 10^{-3} a^2}{4a^2} = 3,81 \text{ GPa}$$

$$\text{Para la condición STF:} \quad STF : HV_{ap} = 1854,4 \frac{11,2 \times 10^{-3} a^2}{4a^2} = 5,20 \text{ GPa}$$

$$\text{Para la condición STG:} \quad STG : HV_{ap} = 1854,4 \frac{15,2 \times 10^{-3} a^2}{4a^2} = 7,06 \text{ GPa}$$

Estos valores representan la dureza aparente,  $HV_{ap}$ , en la intercara del sistema sustrato/recubrimiento para las tres condiciones de tratamiento superficial del sustrato.

#### 4.6. Ensayos de Fatiga

En la Tabla IV.13 a la IV.17, se presentan los resultados correspondientes a de los ensayos de fatiga de las probetas sin recubrimiento, tratadas superficialmente con chorro de alúmina con tamaño de partícula gruesa ( $< 3,0$  mm), sin recubrimiento, y con las tres condiciones de preparación superficial del sustrato. En estas Tablas se muestra el número de la probeta ensayada, el máximo esfuerzo alternante aplicado ( $\sigma_a$ ), el momento flector a la que fue sometida la muestra ( $M_f$ ) y finalmente el número de ciclos a falla ( $N_f$ ). También se puede observar que los máximos esfuerzos alternantes aplicados a las probetas recubiertas de 358, 380, 400 y 420 MPa corresponden a aproximadamente un 39, 42, 44 y 46% del esfuerzo de fluencia del material base.

**Tabla IV.13. Resultados de los ensayos de fatiga realizados sobre las muestras sin recubrimiento**

$\sigma_a$ (MPa)	$N_f$ (ciclos)
462	321.200
462	591.500
462	301.300
462	812.700
462	306.300
462	416.500
504	167.800
504	227.200
504	191.300
504	205.200
504	189.900
504	248.300
546	117.900
546	112.600
546	101.200
546	92.200
546	88.100
546	121.200
588	60.600
588	50.700
588	59.700
588	59.500
588	60.400
588	58.600

**Tabla IV.14. Resultados de los ensayos de fatiga realizados sobre las probetas con preparación superficial con alúmina gruesa sin recubrimiento**

$\sigma_a$	$N_f$ (ciclos)
368	147.000
368	416.000
368	164.900
368	365.700
368	127.800
378	274.000
378	271.300
378	219.000
378	198.100
420	154.700
420	94.000
420	176.600
504	64.200
504	88.200
546	38.800
546	42.800
588	22.800
588	20.200

**Tabla IV.15. Resultados de los ensayos de fatiga realizados sobre las muestras recubiertas sobre substrato preparado con lija grado 400**

<b>Probeta No.</b>	<b><math>\sigma_a</math> (MPa)</b>	<b><math>M_f</math> (N.mm)</b>	<b><math>D_p</math> (mm)</b>	<b>t (mm)</b>	<b><math>N_f</math> (ciclos)</b>
1	358	88	6,56	0,19	1.206.200
2	358	86	6,50	0,14	1.484.400
3	358	92	6,65	0,23	1.524.600
4	358	84	6,45	0,14	3.502.500
5	380	87	6,40	0,19	530.000
6	380	89	6,46	0,22	453.400
7	380	92	6,54	0,15	466.800
8	380	84	6,33	0,20	637.200
9	400	91	6,40	0,22	186.100
10	400	95	6,48	0,26	109.600
11	400	93	6,45	0,25	288.400
12	400	93	6,45	0,19	233.200
13	420	93	6,33	0,21	106.200
14	420	97	6,42	0,17	172.500
15	420	99	6,46	0,20	86.900
16	420	97	6,42	0,19	164.300

**Tabla IV.16. Resultados de los ensayos de fatiga realizados sobre las muestras recubiertas sobre substrato preparado chorro de alúmina fina (Condición STF)**

<b>Probeta No.</b>	<b><math>\sigma_a</math> (MPa)</b>	<b><math>M_f</math> (N.mm)</b>	<b><math>D_p</math> (mm)</b>	<b>t (mm)</b>	<b><math>N_f</math> (ciclos)</b>
1	358	96	6,76	0,20	446.800
2	358	86	6,50	0,21	575.000
3	358	88	6,56	0,20	387.100
4	358	96	6,76	0,19	424.100
5	380	93	6,55	0,23	377.100
6	380	99	6,70	0,20	332.200
7	380	99	6,70	0,21	385.500
8	380	97	6,65	0,20	373.500
9	400	102	6,61	0,19	287.700
10	400	99	6,58	0,22	225.200
11	400	100	6,60	0,18	272.900
12	400	105	6,70	0,21	332.200
13	420	113	6,77	0,21	137.000
14	420	102	6,54	0,26	179.000
15	420	113	6,77	0,22	125.300
16	420	113	6,77	0,19	137.800

**Tabla IV.17. Resultados de los ensayos de fatiga realizados sobre las muestras recubiertas sobre substrato preparado chorro de alúmina gruesa (Condición STG)**

<b>Probeta No.</b>	<b><math>\sigma_a</math> (MPa)</b>	<b><math>M_f</math> (N.mm)</b>	<b><math>D_p</math> (mm)</b>	<b>t (mm)</b>	<b><math>N_f</math> (ciclos)</b>
1	358	89	6,57	0,17	690.800
2	358	92	6,66	0,19	695.100
3	358	96	6,75	0,21	541.200
4	358	92	6,66	0,20	691.500
5	380	102	6,76	0,17	359.800
6	380	102	6,76	0,21	370.700
7	380	102	6,75	0,19	396.200
8	380	98	6,67	0,22	397.400
9	400	105	6,70	0,20	189.00
10	400	102	6,64	0,21	268.800
11	400	107	6,75	0,19	332.700
12	400	104	6,68	0,13	310.900
13	420	100	6,50	0,20	96.900
14	420	108	6,67	0,23	154.300
15	420	112	6,74	0,35	182.00
16	420	108	6,66	0,17	111.800

En las Figuras 4.15 a la 4.17, se muestran las gráficas correspondientes a  $\sigma_a-N_f$ , para el acero sin recubrimiento, así como para el material recubierto bajo las tres condiciones de preparación superficial del substrato. Mientras que en las Tablas IV.18 a la IV.20, se presentan los promedios del número de ciclos a falla por cada nivel de esfuerzo alternante, para cada condición de probetas ensayadas a fatiga, y en la Tabla IV.21 se presentan los parámetros  $A$  y  $m$  involucrados en la ecuación de Basquin para las diferentes condiciones ensayadas en fatiga.

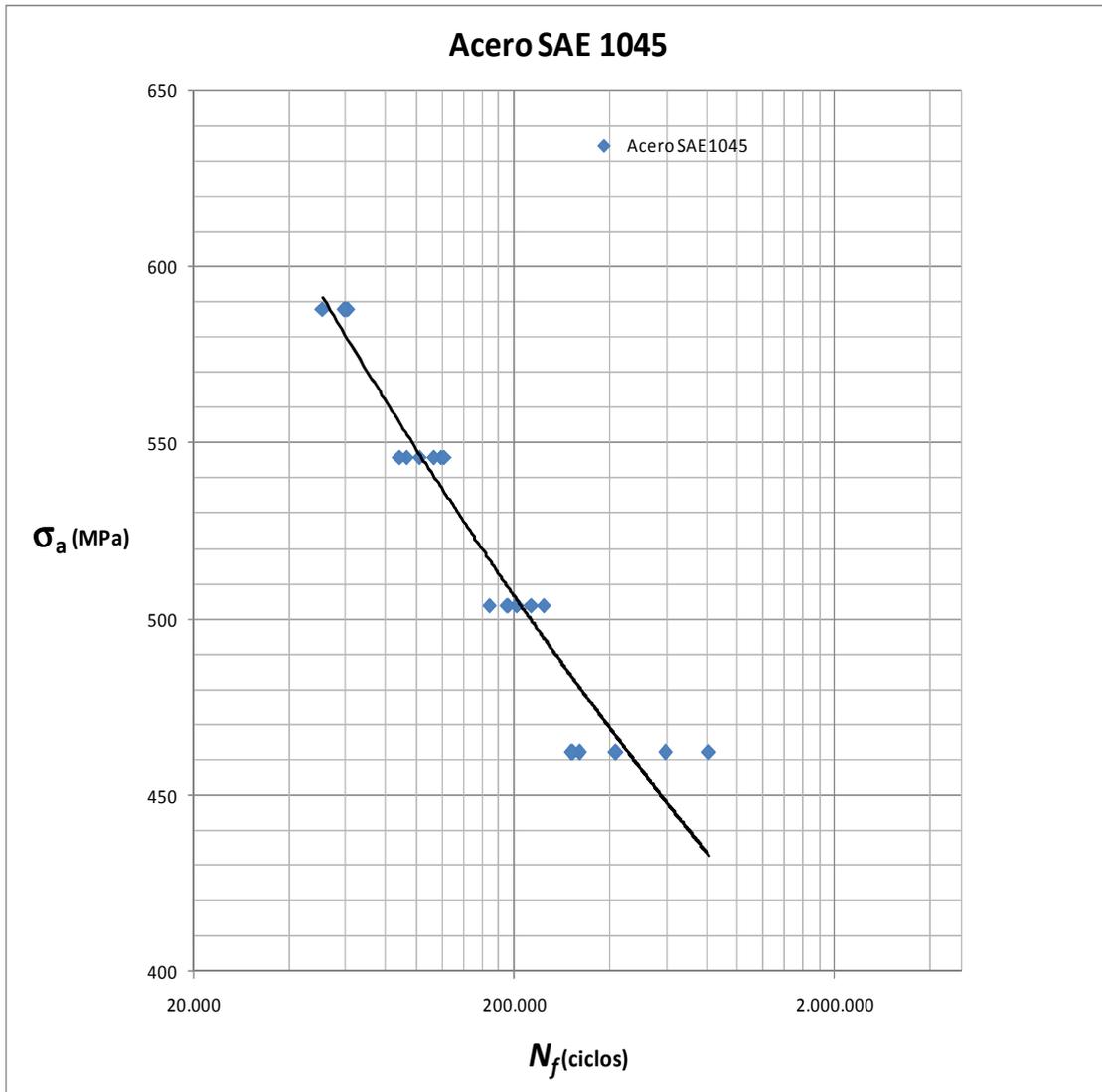
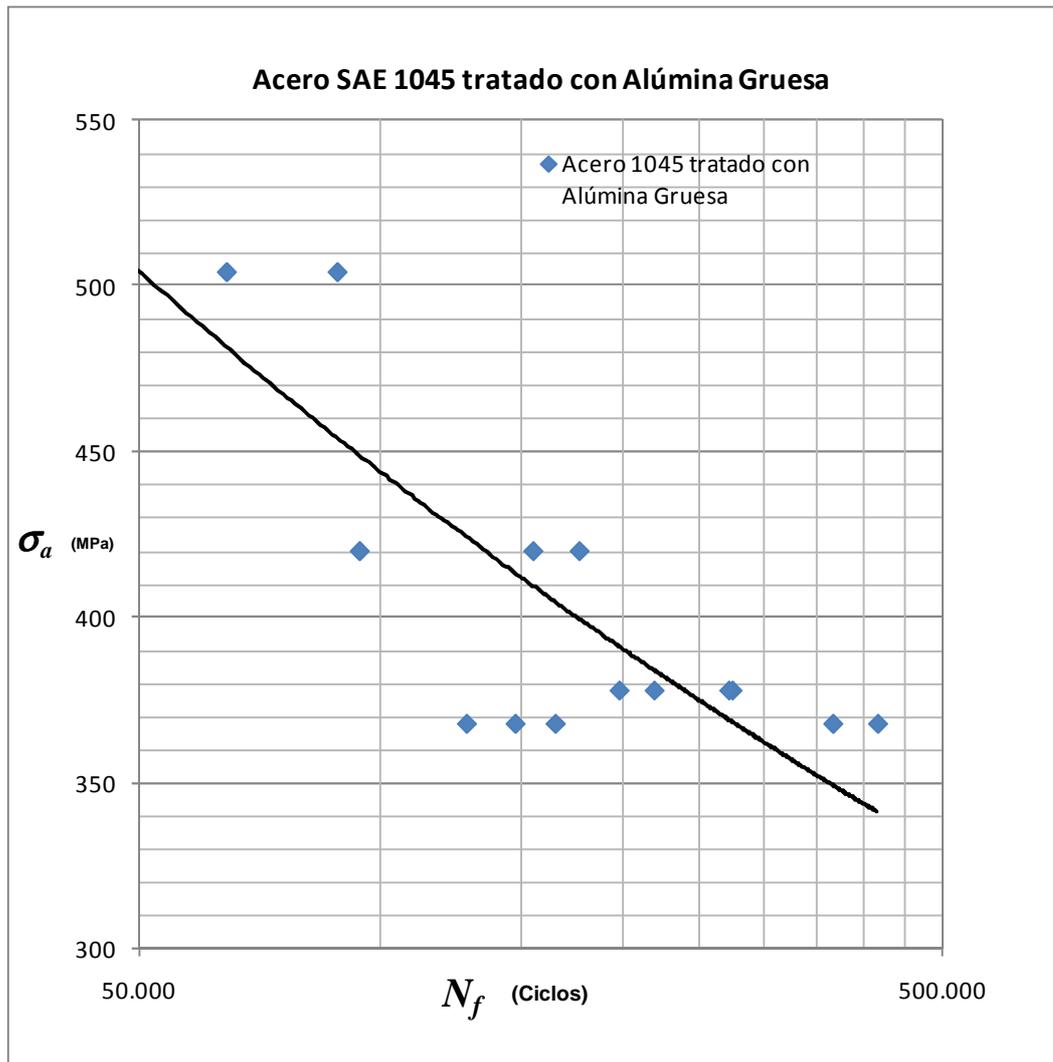
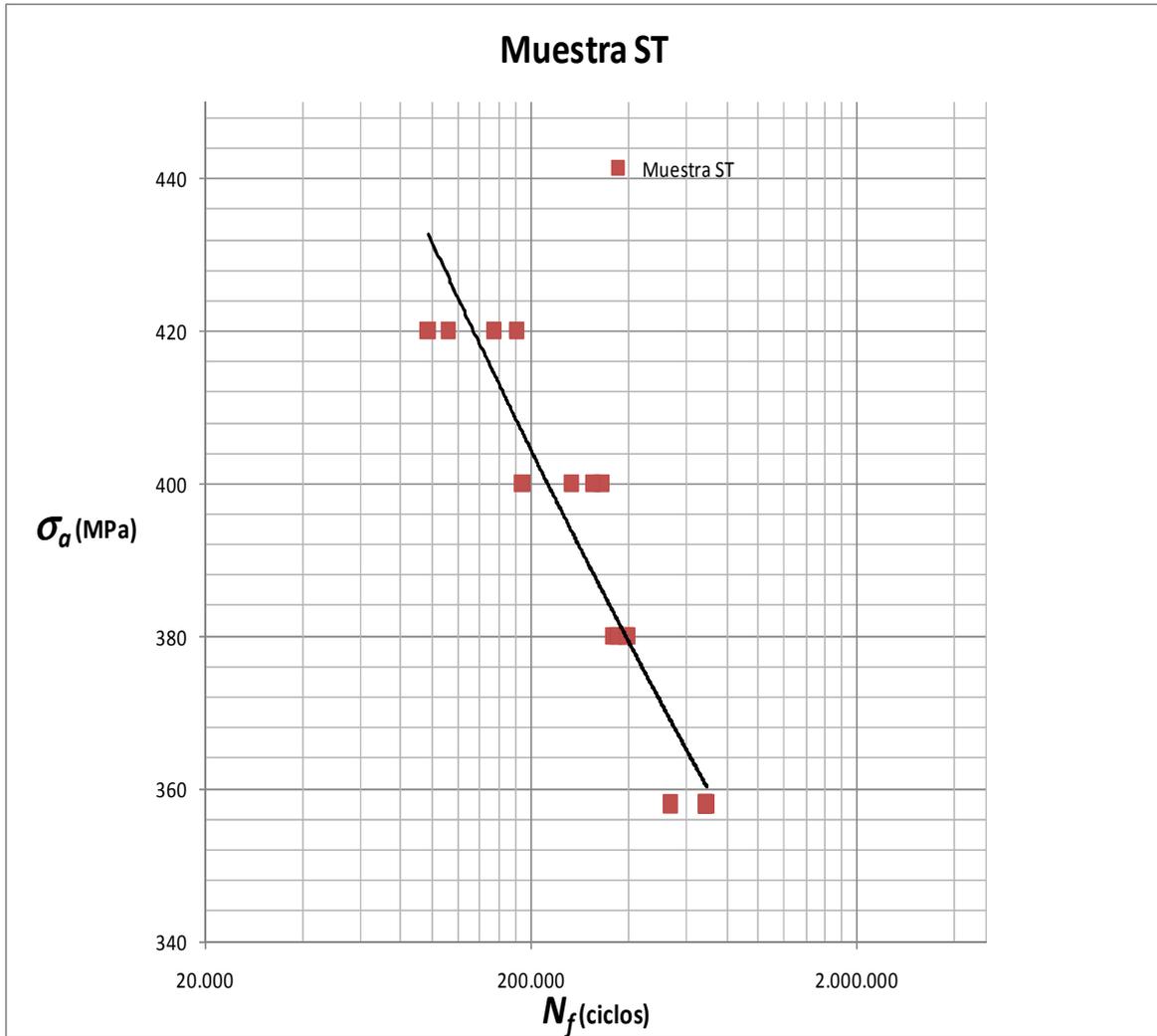


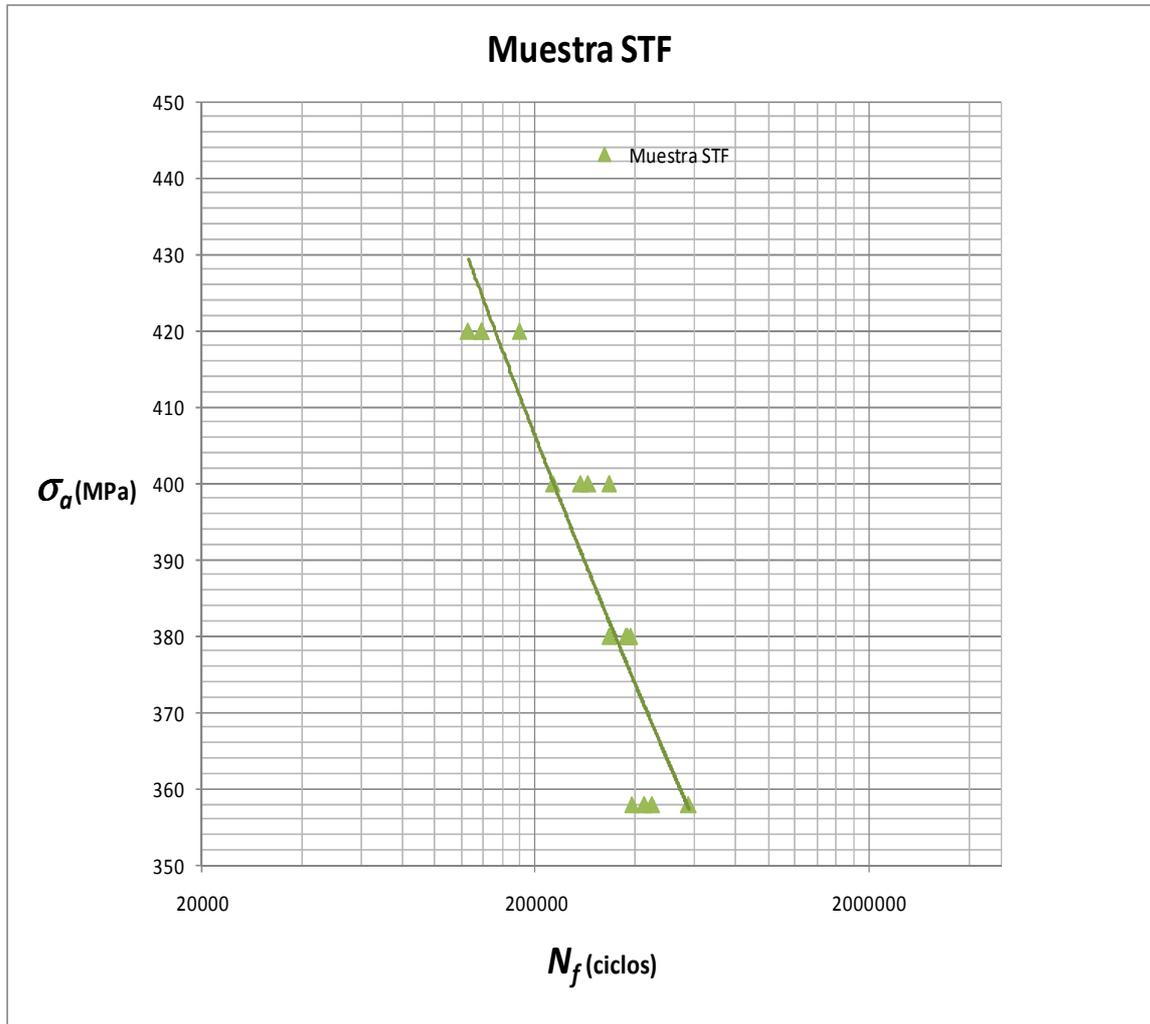
Figura 4.15. Gráfica  $\sigma_a-N_f$  correspondiente al acero SAE 1045 sin recubrimiento.



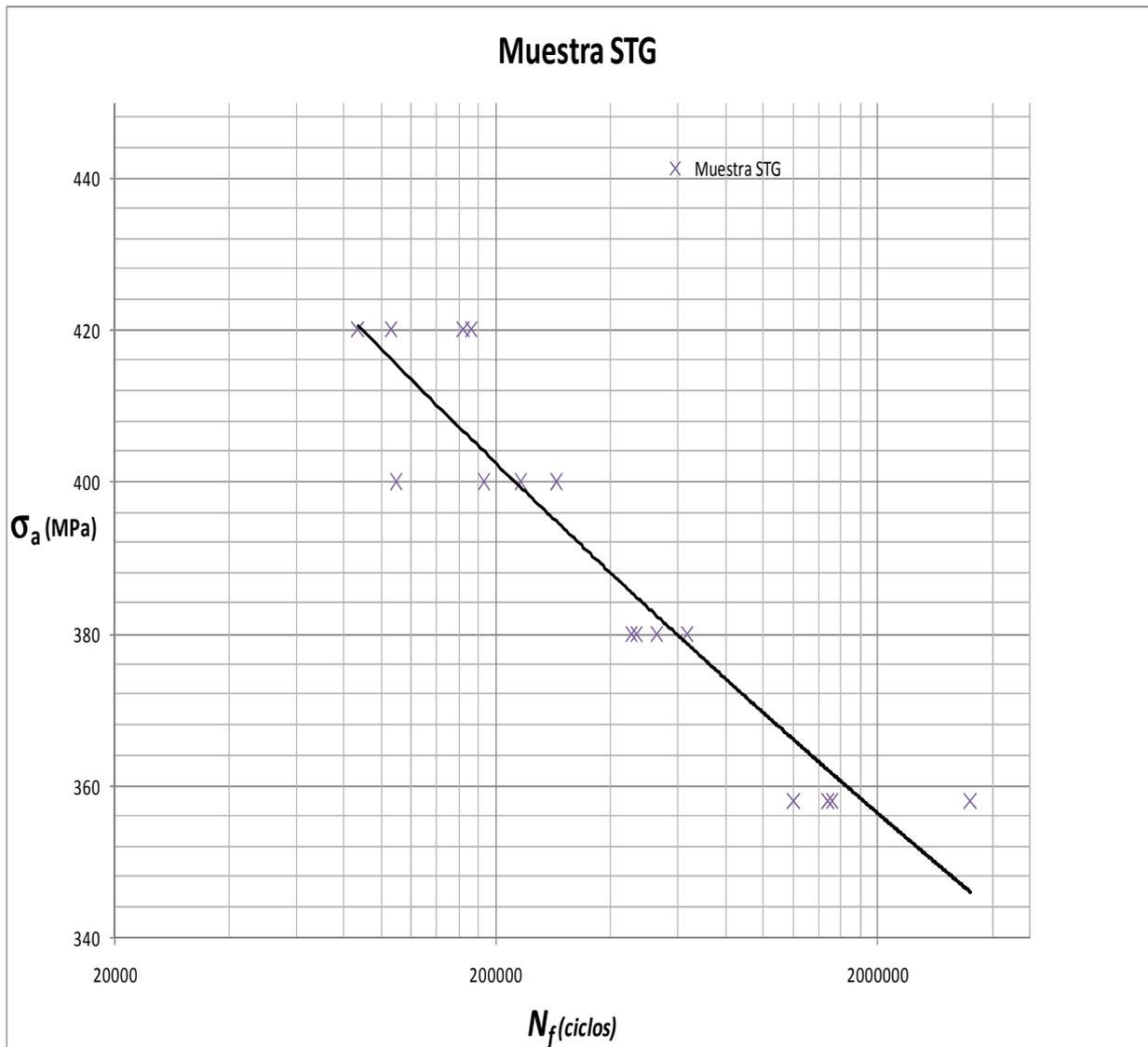
**Figura 4.16.** Gráfica  $\sigma_a-N_f$  correspondiente al acero SAE 1045 sin recubrimiento, tratado con alúmina gruesa (SAE 1045 STG).



**Figura 4.17. Gráfica  $\sigma_a-N_f$  correspondiente al sistema substrato-recubrimiento con preparación superficial del substrato con lija 400, condición ST.**



**Figura 4.18. Gráfica  $\sigma_a-N_f$  correspondiente al sistema substrato-recubrimiento con preparación superficial con chorro de alúmina fina, condición STF.**



**Figura 4.19.** Gráfica  $\sigma_a-N_f$  correspondiente al sistema substrato-recubrimiento con preparación superficial con chorro de alúmina gruesa, condición STG.

**Tabla IV.18. Promedio del número de ciclos a falla por cada nivel de esfuerzo alternante aplicado para el sustrato (acero SAE 1045)**

CONDICIÓN	$\sigma_a$ (MPa)					
	250	300	350	400	428	462
<b>SAE 1045</b>	513.750	291.850	273.280	122.400	113.550	112.300
	$\pm 119.451$	$\pm 25.668$	$\pm 64.134$	$\pm 424$	$\pm 9.122$	$\pm 19.766$

**Tabla IV.19. Promedio del número de ciclos a falla por cada nivel de esfuerzo alternante aplicado para el sustrato tratado con alúmina gruesa (acero SAE 1045)**

CONDICIÓN	$\sigma_a$ (MPa)					
	368	378	420	504	546	588
<b>SAE 1045</b>	244.280	240.600	141.767	76.200	40.800	21.500
	$\pm 135.612$	$\pm 37.995$	$\pm 42.792$	$\pm 16.971$	$\pm 2.828$	$\pm 1.838$

**Tabla IV.20. Promedio del número de ciclos a falla por cada nivel de esfuerzo alternante aplicado, correspondiente al sistema substrato-recubrimiento con tres diferentes tipos de preparación superficial del substrato**

CONDICIÓN	$\sigma_a$ (MPa)			
	358	380	400	420
ST	655.550 ± 76.260	381.025 ± 18.757	275.350 ± 63.383	136.250 ± 39.009
STF	458.250 ± 81.630	367.075 ± 23.787	279.500 ± 44.108	144.775 ± 23.521
STG	1.929.425 ± 158.230	521.850 ± 83.841	204.325 ± 75.735	132.475 ± 42.357

**Tabla IV.21. Parámetros  $A$  y  $m$  involucrados en la ecuación de Basquin para las diferentes condiciones ensayadas en fatiga**

CONDICIÓN	$A$ (MPa)	$m$	$R^2$
SAE 1045	1.994±255	-0,11±0,01	0,93
SAE 1045 (STG)	3.697±728	-0,18±0,01	0,86
ST	1.254±132	-0,09±0,01	0,89
STF	1.765±292	-0,12±0,01	0,84
STG	766±51	-0,05±0,05	0,89

#### **4.7. Análisis de las superficies de fractura de las probetas sometidas a fatiga, mediante técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)**

Con la finalidad de determinar las características fractográficas y establecer la secuencia de iniciación, crecimiento y propagación de las grietas por fatiga en las muestras recubiertas, con tres tipos de preparación superficial del sustrato, se estudiaron las superficies de fractura de las probetas ensayadas a fatiga. El análisis fue realizado a las superficies de fractura de las probetas ensayadas al mayor y al menor nivel de esfuerzo alternante aplicado para cada condición de preparación del sustrato. Adicionalmente, se realizaron cortes longitudinales sobre las probetas en las condiciones citadas arriba, con la finalidad de observar la posible presencia de grietas paralelas a la superficie de fractura e identificar el origen de las mismas.

Primeramente, en las Figuras 4.20, 4.23 y 4.26 se presentan las vistas generales de las superficies de fractura de las muestras recubiertas con preparación del sustrato con lija grado 400 (ST), con chorro de alúmina fina (STF) y con chorro de alúmina gruesa (STG) respectivamente, las cuales fueron ensayadas al menor nivel de esfuerzo alternante (358 MPa). Mientras, que las Figuras 4.31, 4.35 y 4.38 muestran las vistas generales de las superficies de fractura de las probetas ensayadas al mayor nivel de esfuerzo alternante aplicado (420 MPa).

El análisis de estas Fotomicrografías, en primer lugar permite señalar que para todas las condiciones de preparación superficial del sustrato, las superficies de fractura observadas muestran múltiples inicios de grieta ubicados hacia la periferia de la probeta, los cuales pueden ser identificados en principio por la presencia de los múltiples escalones, los cuales sugieren la intersección de dos frentes de grietas en pleno avance. Estos múltiples inicios de grietas, favorecen el crecimiento de varios frentes de grietas que consumen progresivamente la sección transversal de la probeta. En los casos donde la zona final de falla se encuentre en el centro de la probeta, indica que la fractura ocurrió como consecuencia de la propagación simultánea de varias grietas formadas en la periferia. Mientras que los casos donde la fractura se encuentra desplazada del centro de la probeta, indican que el avance de algunas grietas ha sido mayor en comparación con otras, lo cual sugiere, que la fractura es responsabilidad de una grieta dominante.

A continuación presentaremos la descripción detallada de las fractografías correspondientes a las superficies de fractura de las muestras ensayadas al menor esfuerzo alternante; 358 MPa.

La Figura 4.20, presenta la superficie de fractura de una probeta recubierta sobre el sustrato preparado con lija grado 400 (condición ST), ensayada a 358 MPa ( $N_f = 541.200$ ). En la

misma, se observa que la zona de fractura por sobrecarga está desplazada hacia la izquierda de la Figura. Además, se pueden observar múltiples inicios de grietas, entre los escalones en la periferia de la probeta, específicamente en la intercara sustrato/recubrimiento. Además, se presenta la zona de fractura dúctil, así como el sentido preferencial de avance de grieta. También es posible ver grietas secundarias tanto en el sustrato como en el recubrimiento, causando delaminación o separación de éste del sustrato. En la figura 4.21, se presentan detalles de la zona de inicio de grietas y la de fractura dúctil. Se pueden observar grietas secundarias (GS), tanto en el recubrimiento como en el sustrato, así como un mayor detalle de los escalones (EC), igualmente, se observa desprendimiento del recubrimiento.

Por otro lado, en la Figura 4.22, se observa la sección transversal de la zona adyacente a la superficie de fractura mostrada en la Figura 4.20. En dicha Figura, podemos notar que la intercara es muy regular, debido a que no se utilizó chorro de alúmina sobre el sustrato, lo cual se evidencia en la Figura 4.22(b), donde la microestructura del acero ha sido revelada mediante un ataque químico con Nital.

Las Figura 4.23 y 4.26, muestran la superficie de fractura de la probeta en condición STF, ensayada a un esfuerzo alternante de 358 MPa ( $N_f = 111.800$ ), y de la probeta en condición STG ensayada a un esfuerzo alternante de 358 MPa ( $N_f = 387.100$ ), respectivamente. En la primera de ellas, la zona de fractura parece encontrarse situada en el centro de la probeta, por lo que no es posible hablar de una grieta dominante. Mientras que en la correspondiente a la condición STG, la zona de fractura por sobrecarga aparece desplazada del centro de la muestra, lo cual como se mencionó anteriormente, se debe a que la fractura es responsabilidad de una grieta dominante. Además, se pueden apreciar en ambos casos, múltiples inicios de grieta, siendo los escalones mucho más evidentes que en el caso de la probeta observada en la Figura 4.20 (Condición ST). Los inicios de grieta, en estas probetas, están asociados a la presencia de partículas de alúmina retenidas en el acero, en la zona adyacente a la intercara sustrato recubrimiento, las cuales actúan como concentradores de esfuerzos. También es posible observar grietas secundarias en el acero.

En las Figuras 4.24 y 4.27, se muestra en mayor detalle la presencia de las partículas de alúmina entre los escalones. Además, se observa la presencia de grietas secundarias en la intercara sustrato/recubrimiento.

Las Figuras 4.25(a) y 4.28(a), se presentan las intercaras substrato/recubrimiento adyacente a la zona de fractura, de las probetas mostradas en las Figuras 4.23 y 4.26, respectivamente. En ambas Figuras, pueden apreciarse una intercara irregular, producto de la preparación con chorro de alúmina. Además, se ven claramente partículas de alúmina distribuidas en la intercara. En las Figuras 4.25(b-c) y 4.28(b-c), se presentan en mayor detalle las partículas de alúmina, así como la deformación del acero en torno a ellas.

La descripción de fractografías correspondientes a las superficies de fractura de las muestras ensayadas a un esfuerzo alternante de 420 MPa, será presentada a continuación.

La Figura 4.29, presenta una vista general de la superficie de fractura del acero recubierto en condición ST, a un esfuerzo de 420 MPa ( $N_f = 125.300$ ). Donde puede observarse el desplazamiento hacia la periferia, de la zona de fractura por sobrecarga, lo que indica el predominio de una o varias grietas en el proceso de fractura. Además, es posible observar múltiples inicios de grietas entre los escalones, así como el sentido de avance de la grieta en el acero, el cual es sugerido por las marcas de fractura. Se puede apreciar la zona de fractura dúctil y grietas secundarias en a lo largo de la intercara substrato/recubrimiento, las cuales causaron separación del recubrimiento. En la Figura 4.30, se pueden observar con mayor detalle los escalones, grietas secundarias en el recubrimiento y desprendimiento del mismo.

La Figura 4.31, presenta fotomicrografías de la sección longitudinal de la probeta presentada en la Figura 4.39. En la misma se aprecia separación del recubrimiento en la intercara substrato-recubrimiento y decohesión del mismo. Lo cual se deba probablemente a la falta de preparación superficial del substrato con chorro de alúmina, para aumentar la adherencia por anclaje mecánico. La Figura 4.32, muestra la presencia de una fractura transversal al recubrimiento, en la que además se aprecia delaminación o separación del mismo del substrato.

Las Figura 4.33 y 4.36, muestran las fotomicrografías de una vista general de las superficies de fractura del acero recubierto en condición STF, ensayado a un esfuerzo de 420 MPa,  $N_f = 137.800$ , y del acero recubierto en condición STG, ensayado a un esfuerzo de 420 MPa,  $N_f = 164.300$ . Como se observa en la Figura 4.33, la zona de fractura por sobrecarga se encuentra relativamente en el centro de la probeta, lo que significa que la falla es responsabilidad de la propagación simultánea de varias grietas desde la periferia de la muestra. Mientras que en la superficie de fractura de la muestra en condición STG, la zona de fractura por sobrecarga está desplazada hacia la periferia de la probeta, nuevamente tenemos que indicar, que esto es debido

al predominio de una o varias grietas en el proceso de fractura. En ambas superficies, se observan múltiples inicios de grietas entre los escalones. Además, se muestran partículas de alúmina incrustadas en el sustrato en la intercara sustrato-recubrimiento. También se indica el sentido de avance de la grieta en el acero, sugerido por las marcas de fractura, la zona de fractura dúctil y grietas secundarias en la intercara sustrato-recubrimiento. Estas observaciones, son presentadas con mayor detalle en las Figura 4.34 (Condición STF) y 4.36 (Condición STG), donde se verifica que el inicio de las grietas se debe a las partículas de alúmina incrustadas en el acero, las cuales actúan como concentradores de esfuerzo, originando a aparición de grietas.

Las secciones longitudinales, adyacentes a las superficies de fractura, de las probetas presentadas en la Figura 4.33 y 4.36, se presentan en las Figuras 4.35(a) y 4.38(a). En ambas se pueden observar partículas de alúmina incrustadas en el sustrato en la intercara, pero en la primera de ellas se aprecia ausencia del recubrimiento en la zona más cercana a la superficie de fractura. En las Figuras 4.35(b-c) y 4.38(b-c), se presentan detalles a mayor aumento de las paredes laterales adyacente a las superficies de fractura, en las que pueden apreciarse con mayor detalle las partículas de alúmina embebidas en el acero y la deformación producida por las partículas en el sustrato.

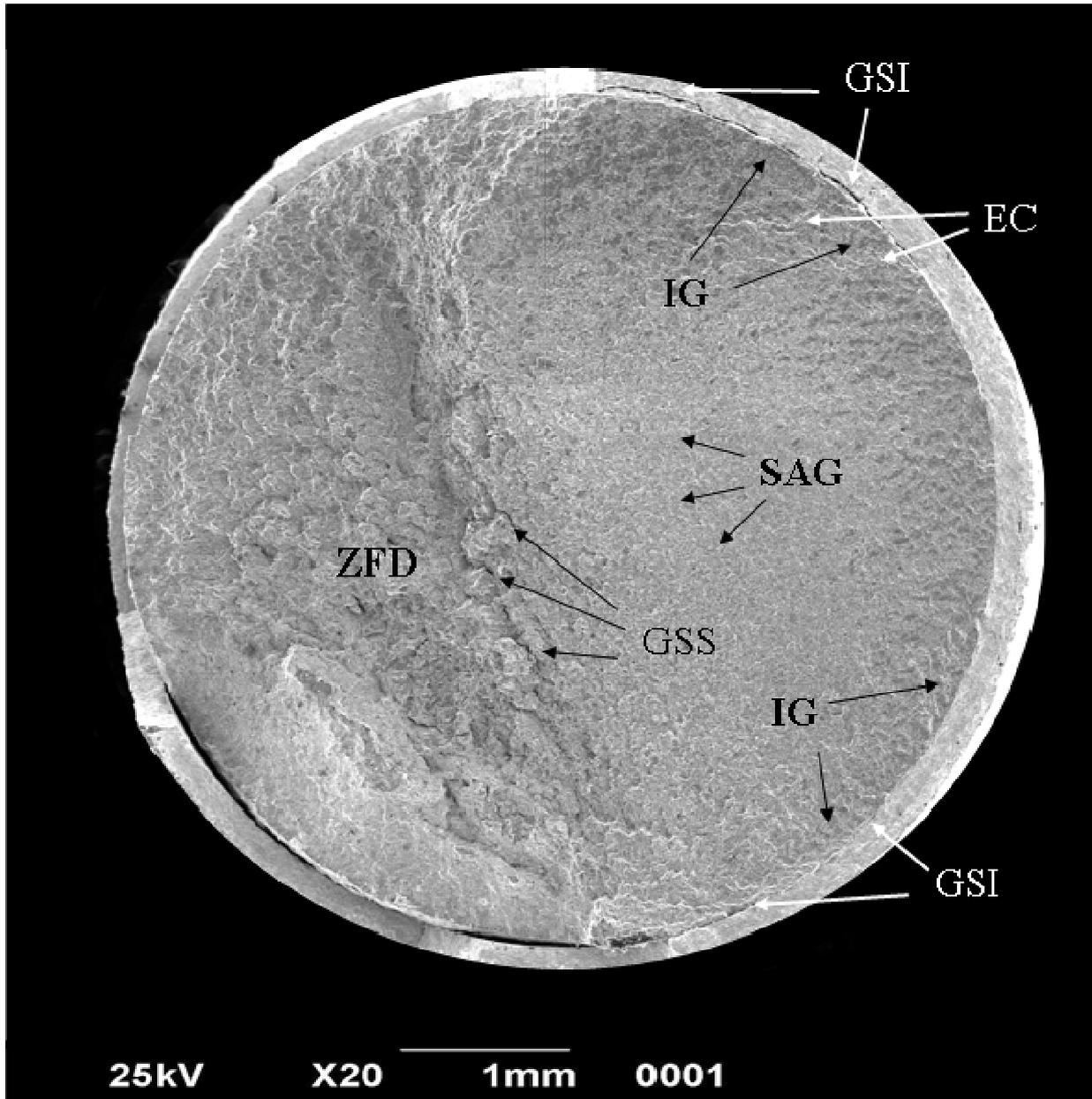


Figura 4.20. Fotomicrografía que muestra una vista general de la superficie de fractura del acero recubierto en condición ST;  $\sigma_a = 358$  MPa,  $N_f = 541.200$ . Se observan múltiples inicios de grietas (IG) entre los escalones (EC). También se indica el sentido de avance de la grieta (SAG) en el acero, sugerido por las marcas de fractura, grietas secundarias en el sustrato (GSS), la zona de fractura dúctil (ZFD) y grietas secundarias a lo largo de la intercara sustrato-recubrimiento (GSI).

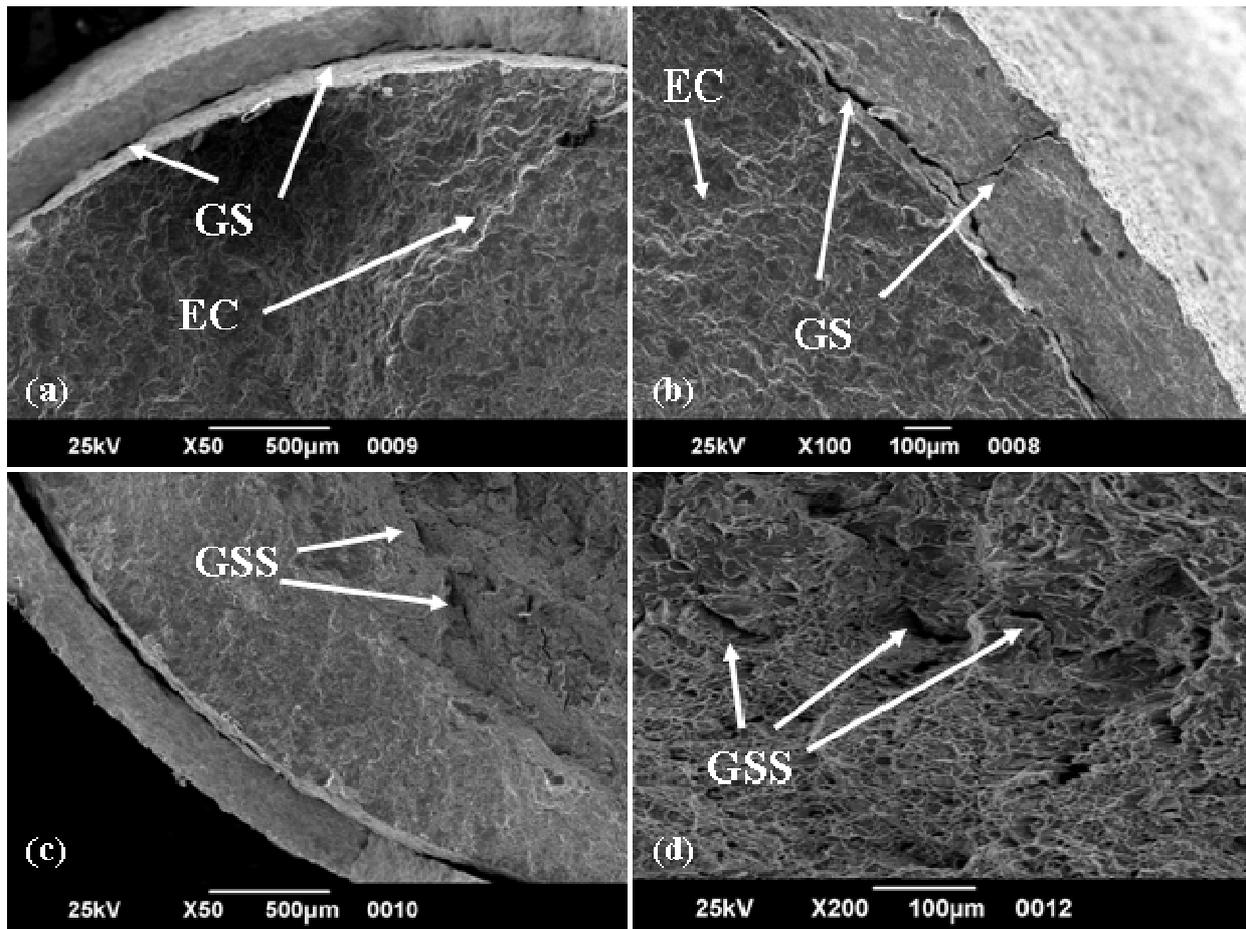


Figura 4.21. Detalles a mayores aumentos de la Figura 4.22. (a) y (b) Grietas secundarias (GS) y escalones (EC). (c) Detalles de grietas secundarias en el sustrato (GSS). (d) Detalle a mayor aumento de las grietas secundarias en la zona de fractura dúctil del sustrato (ZFD).

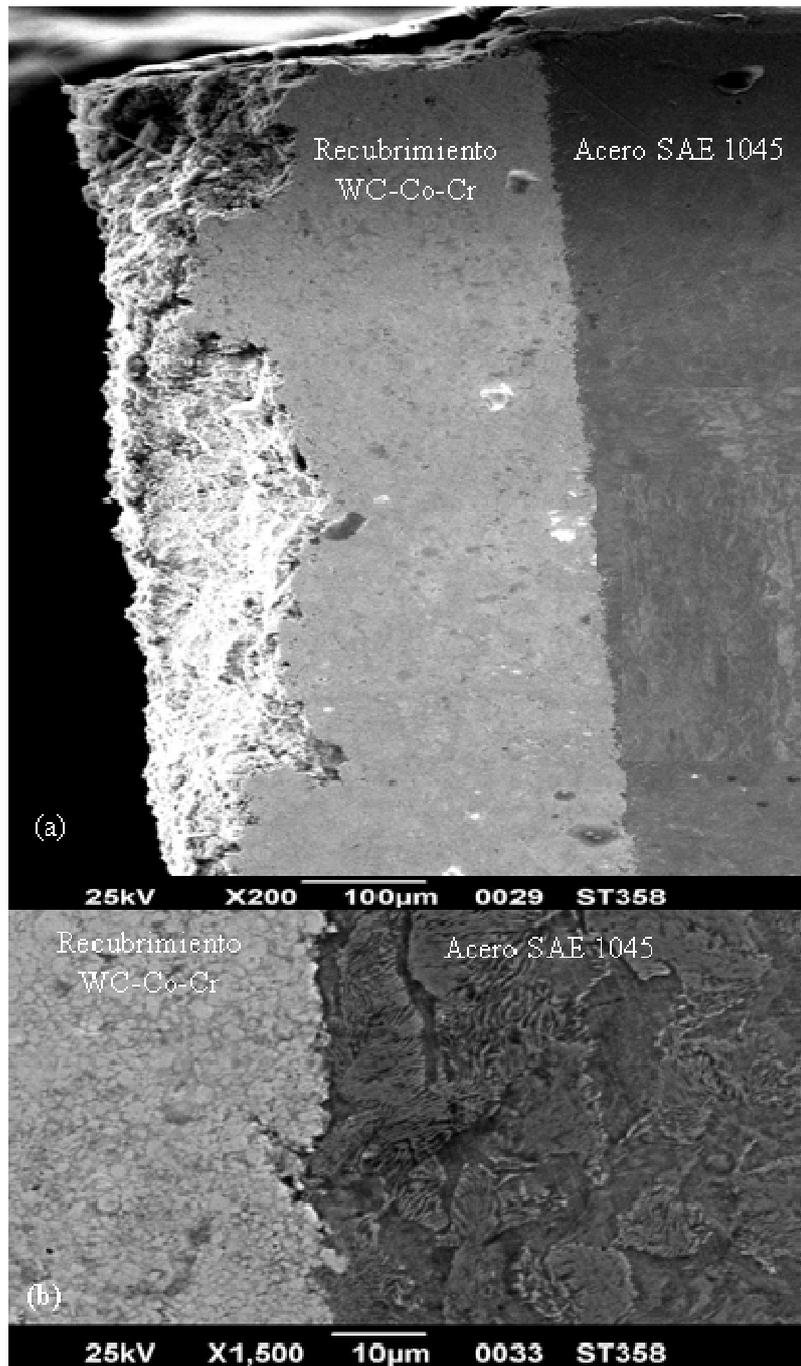


Figura 4.22. Fotomicrografías de la sección longitudinal de la probeta presentada en la Figura 4.20 (Condición ST;  $\sigma_a = 358$  MPa,  $N_f = 541.200$ ). (a) Vista general de la intercara substrato-recubrimiento. (b) Detalle de la pared lateral adyacente a la superficie de fractura, donde se puede observar la microestructura del acero.

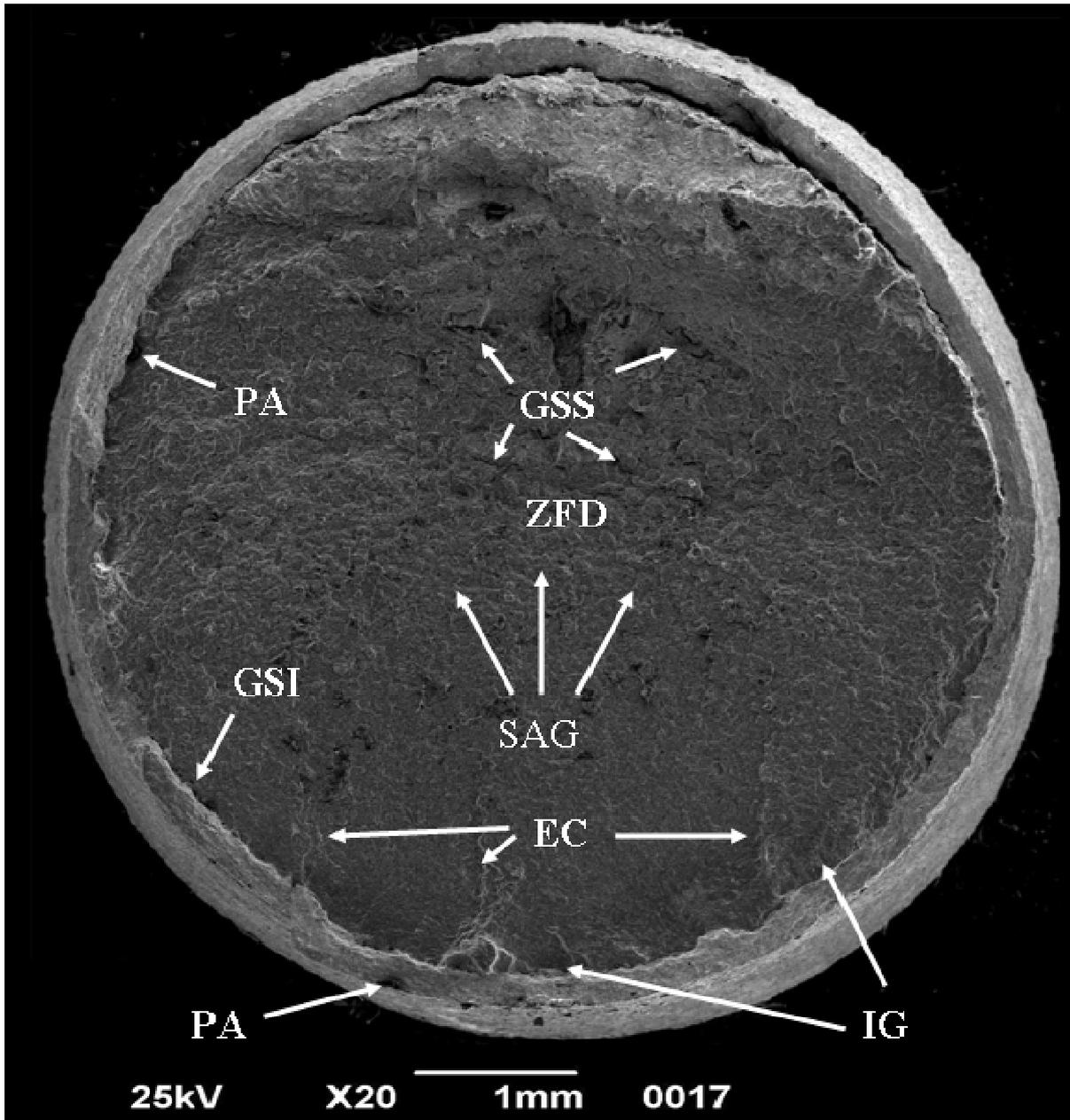


Figura 4.23. Fotomicrografía que muestra una vista general de la superficie de fractura del acero recubierto en condición STF;  $\sigma_a = 358$  MPa,  $N_f = 111.800$ . Se observan múltiples inicios de grietas (IG) entre los escalones (EC) y partículas de alúmina incrustadas en el sustrato en la intercara sustrato-recubrimiento. También se indica el sentido de avance de la grieta (SAG) en el acero, sugerido por las marcas de fractura, la zona de fractura dúctil (ZFD) y grietas secundarias (GSS) en el sustrato y a lo largo de la intercara sustrato-recubrimiento (GSI).

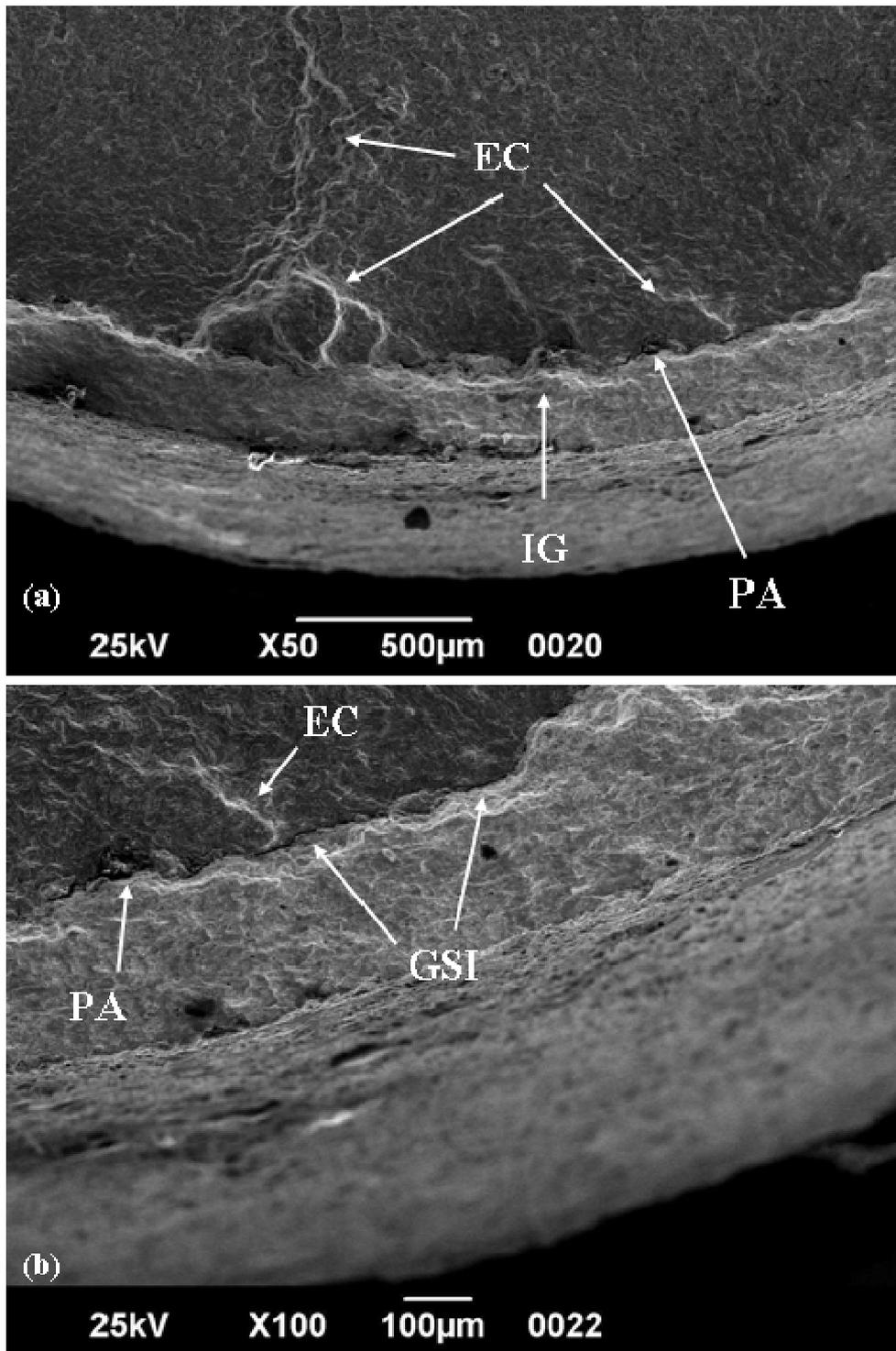


Figura 4.24. Detalles a mayores aumentos de la Figura 4.25. (a) Inicio de grieta (IG), escalones (EC) y partículas de alúmina (PA). (b) Grietas secundarias en la intercara (GSI) y partículas de alúmina (PA) en la intercara substrato-recubrimiento.

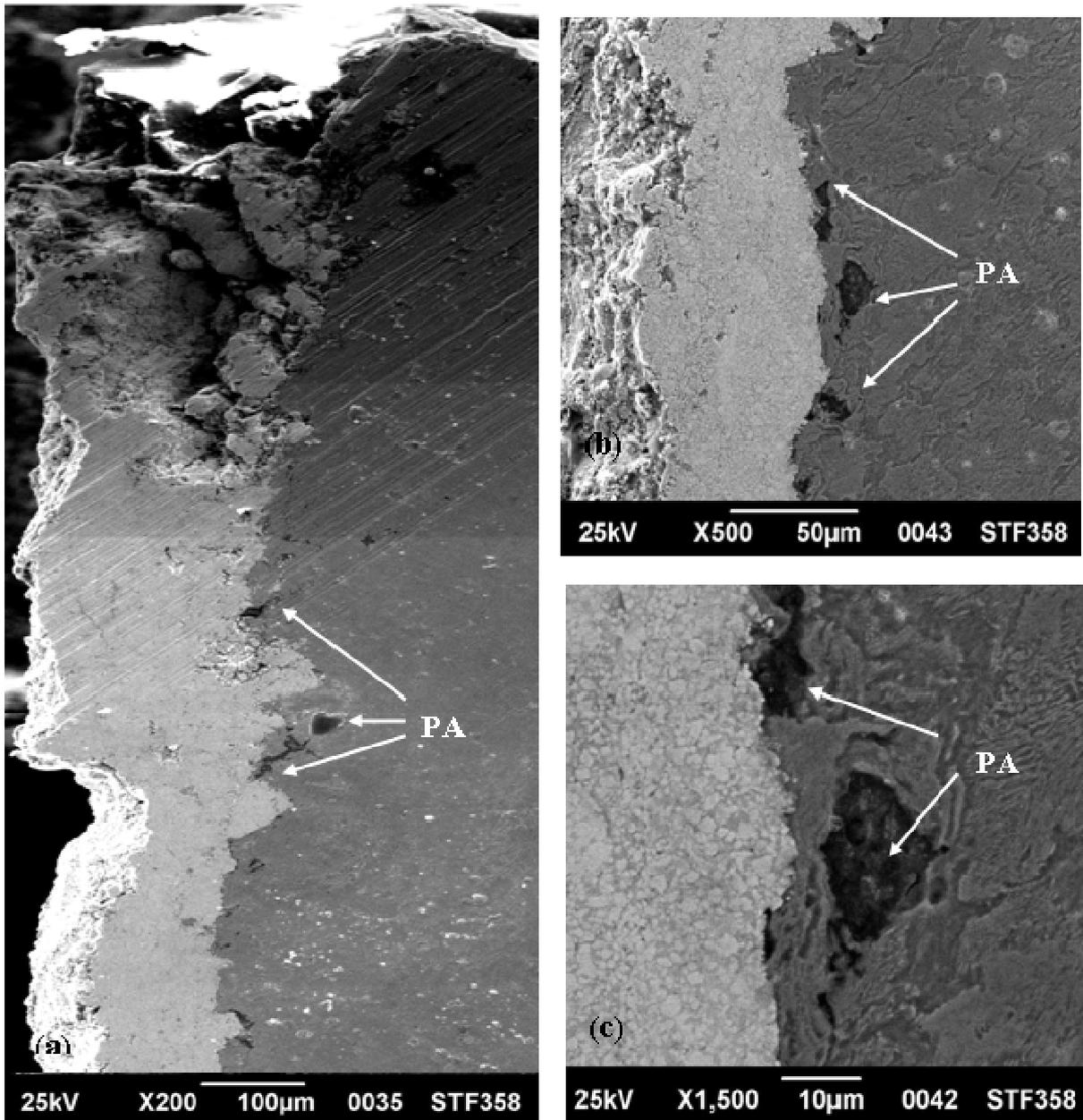


Figura 4.25. Fotomicrografías de la sección longitudinal de la probeta presentada en la Figura 4.23 (Condición STF;  $\sigma_a = 358$  MPa,  $N_f = 111.800$ ). (a) Vista general de la intercara substrato-recubrimiento, en la pueden apreciarse partículas de alúmina (PA) incrustadas en el substrato. (b) y (c) Detalles a mayor aumento de la pared lateral adyacente a la superficie de fractura, en las que pueden apreciarse con mayor detalle las partículas de alúmina (PA) incrustadas en el substrato, así como la deformación producida por el impacto de dichas partículas en el substrato .

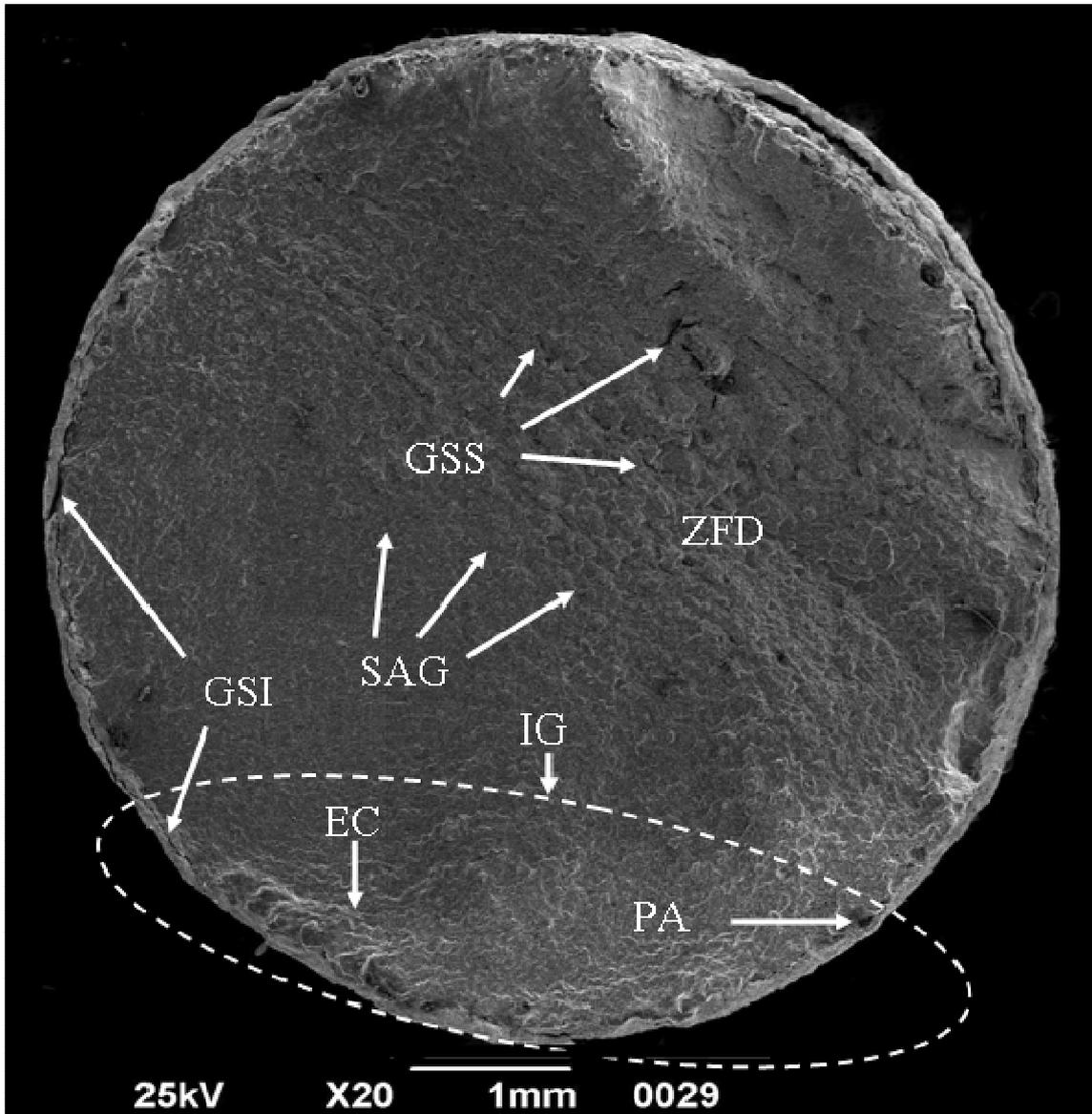
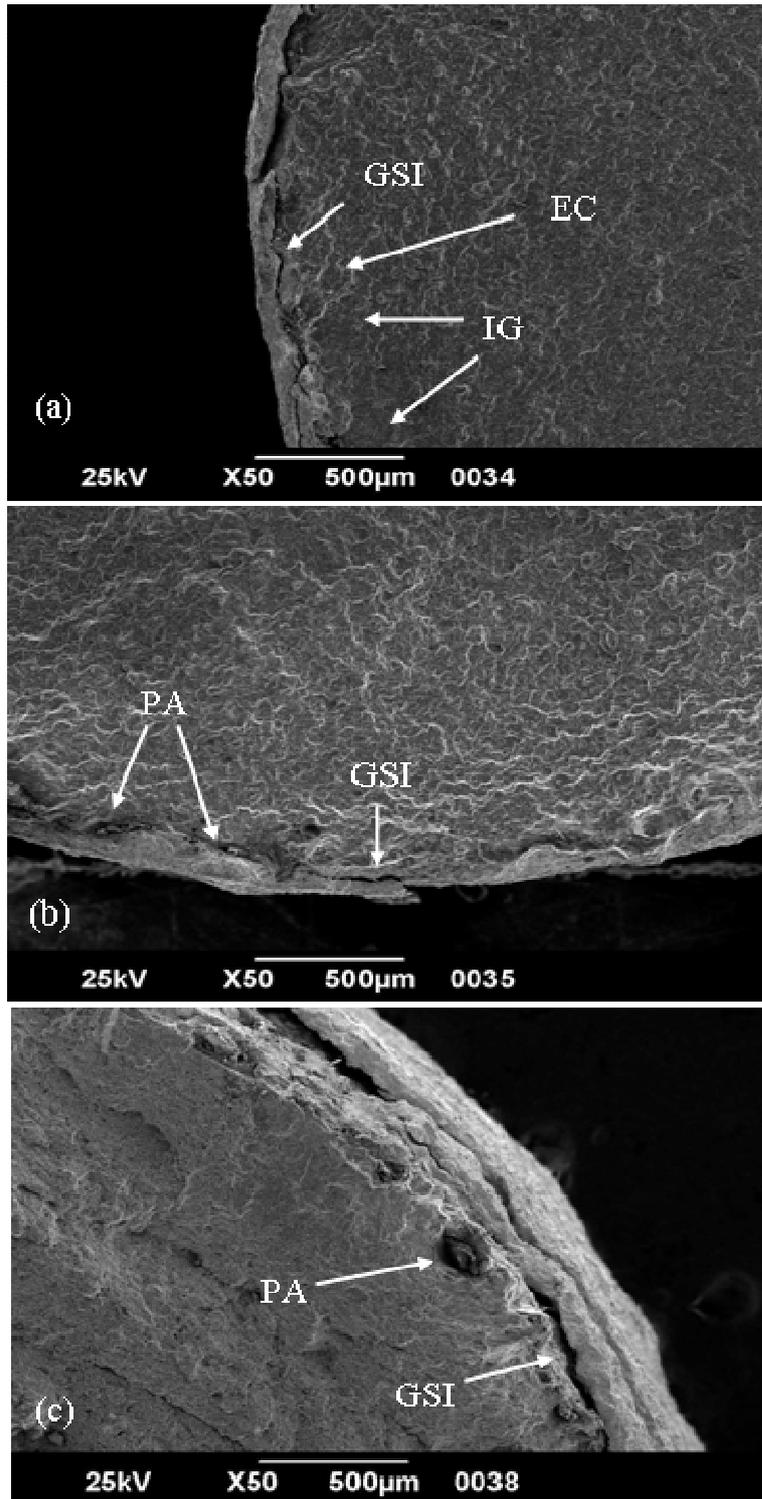


Figura 4.26. Fotomicrografía que muestra una vista general de la superficie de fractura del acero recubierto en condición STG;  $\sigma_a = 358$  MPa,  $N_f = 387.100$ . Se observan múltiples inicios de grietas (IG) entre los escalones (EC) y partículas de alúmina incrustadas en el sustrato en la intercara sustrato-recubrimiento. También se indica el sentido de avance de la grieta (SAG) en el acero, sugerido por las marcas de fractura, la zona de fractura dúctil (ZFD) y grietas secundarias (GSS) en el sustrato y a lo largo de la intercara sustrato-recubrimiento (GSI).



**Figura 4.27. Detalles a mayores aumentos de la Figura 4.26. (a) Zona de inicio de grieta (IG) y grietas secundarias en la intercara, escalones (EC). (b) y (c) Grietas secundarias en la intercara (GSI) y partículas de alúmina (PA) en la intercara substrato-recubrimiento.**

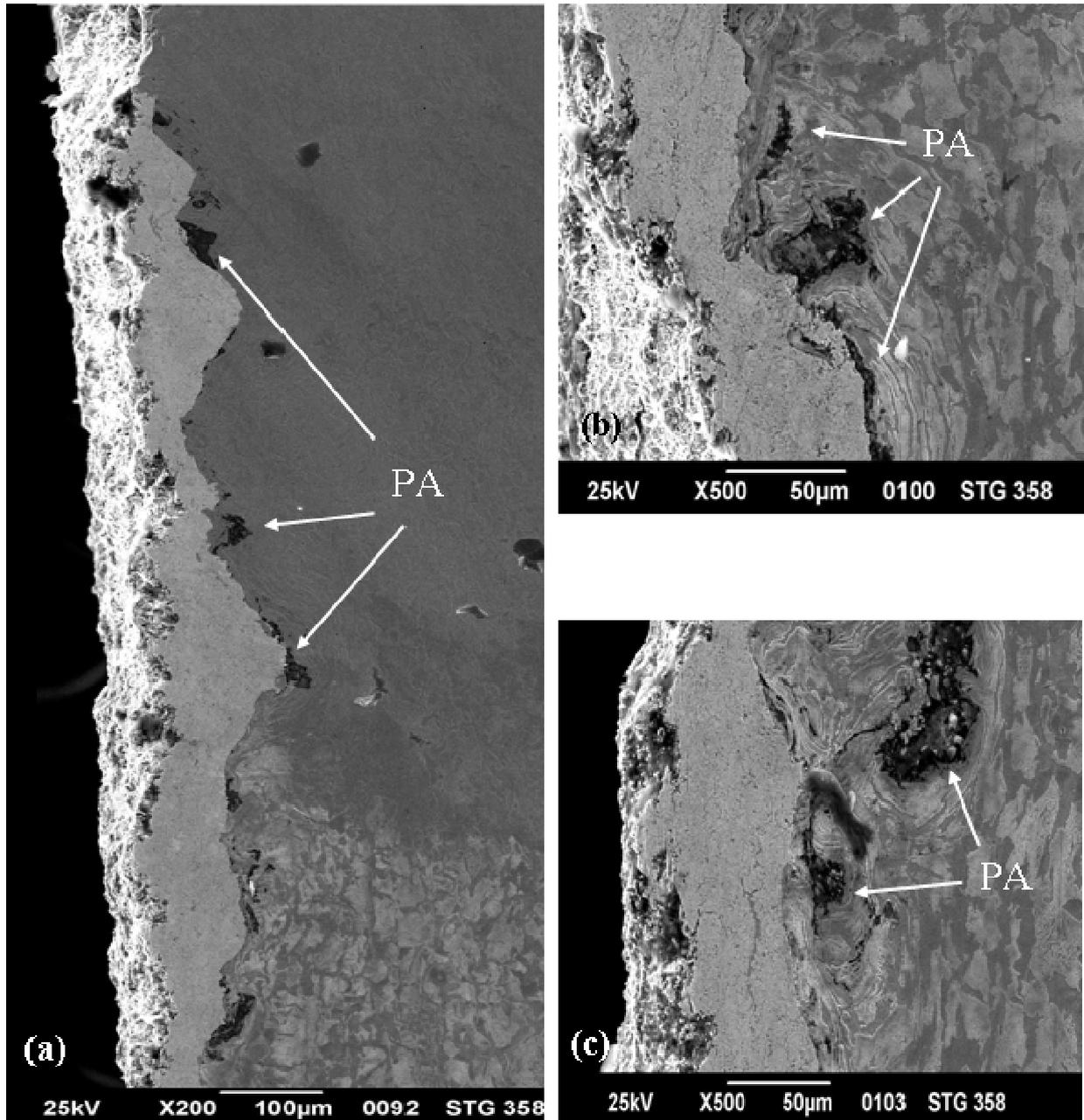


Figura 4.28. Fotomicrografías de la sección longitudinal de la probeta presentada en la Figura 4.26 (Condición STG;  $\sigma_a = 358$  MPa,  $N_f = 387.100$ ). (a) Vista general de la intercara sustrato-recubrimiento, en la que pueden apreciarse partículas de alúmina (PA) incrustadas en el sustrato. (b) y (c) Detalles a mayor aumento de la pared lateral adyacente a la superficie de fractura, en las que pueden apreciarse con mayor detalle las partículas de alúmina (PA) embebidas en el acero y la deformación producida por las partículas en el sustrato.

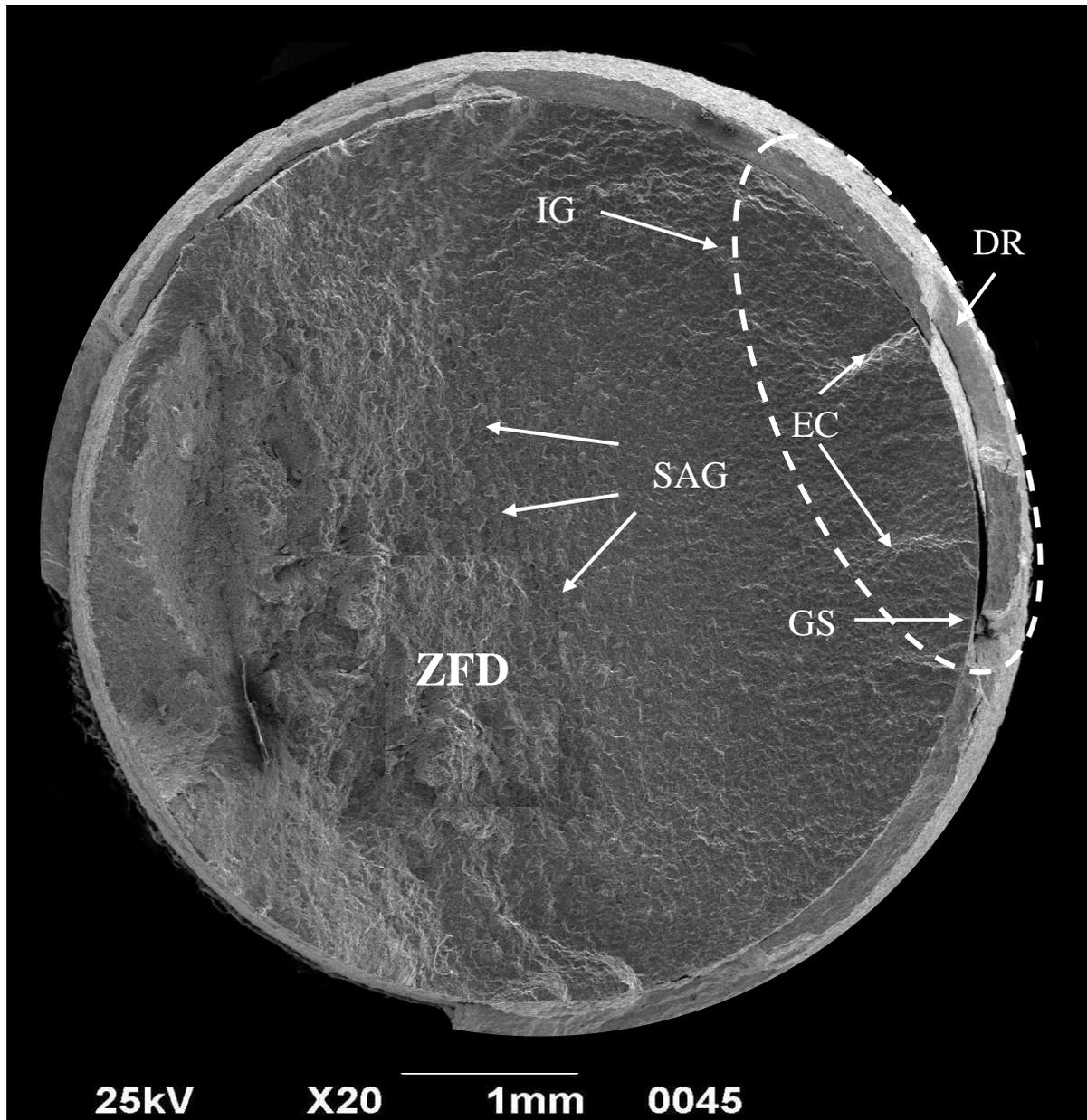
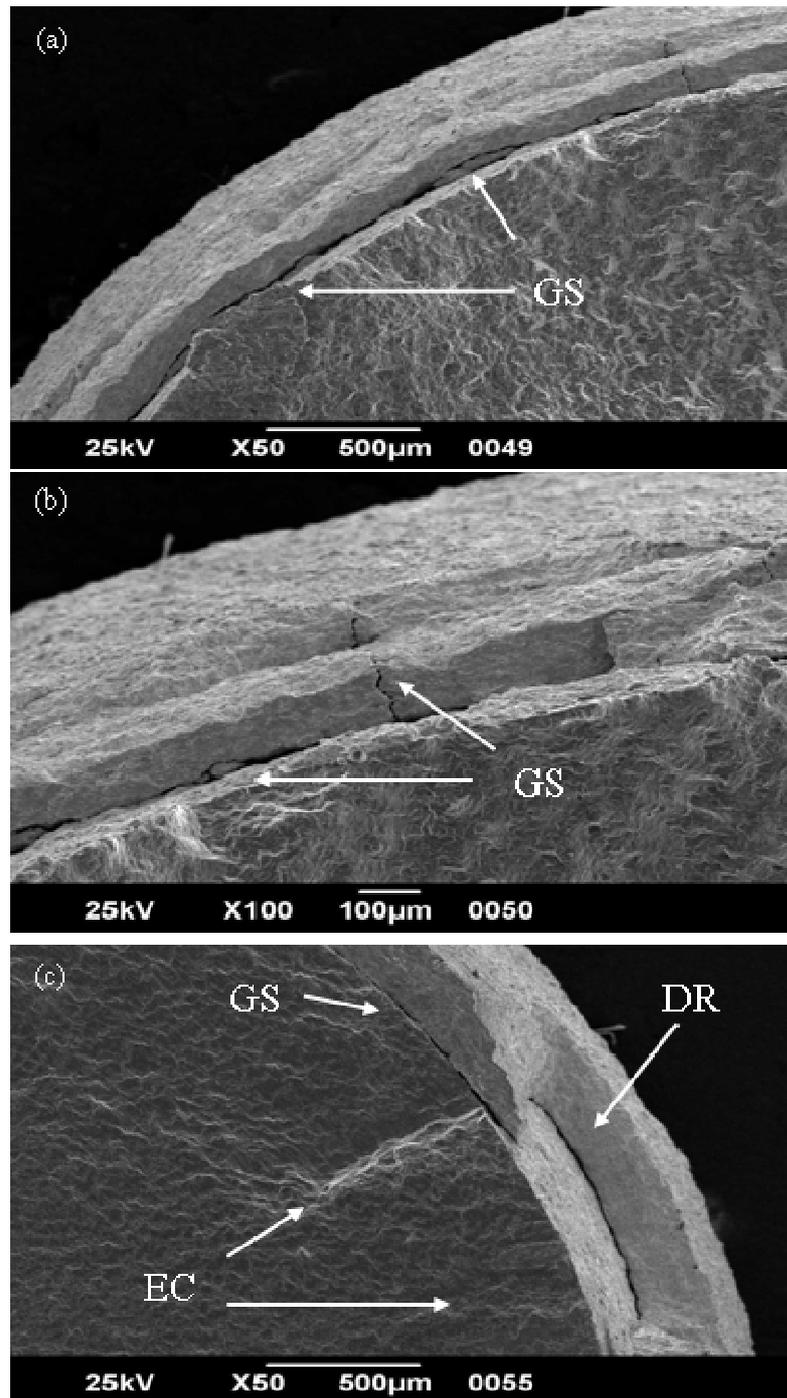


Figura 4.29. Fotomicrografía que muestra una vista general de la superficie de fractura del acero recubierto en condición ST;  $\sigma_a = 420$  MPa;  $N_f = 125.300$ . Se observan múltiples inicios de grietas (IG) entre los escalones (EC). También se indica el sentido de avance de la grieta (SAG) en el acero, sugerido por las marcas de fractura, la zona de fractura dúctil (ZFD) y grietas secundarias (GS) en el sustrato y a lo largo de la intercara sustrato-recubrimiento.



**Figura 4.30. Detalles a mayores aumentos de la Figura 4.29. (a) Zona de inicio de grieta (IG), donde se pueden observar grietas secundarias (GS), tanto en la intercara como en el recubrimiento. (b) Detalle Grietas secundarias (GS) en el recubrimiento y en la intercara. (c) Zona de inicio de grieta (IG), donde pueden observarse escalones, grietas secundarias (GS) y desprendimiento del recubrimiento (DR).**

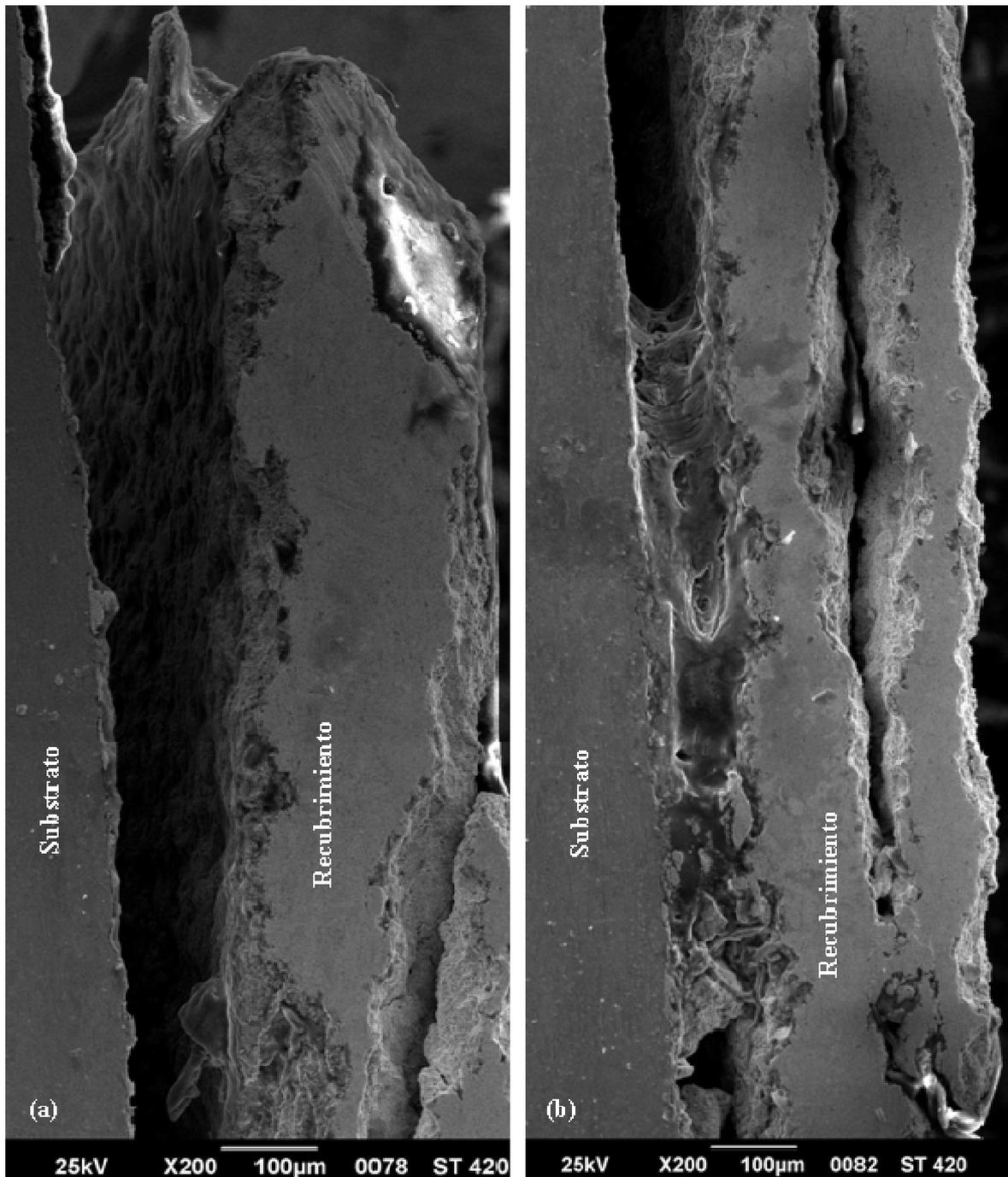


Figura 4.31. Fotomicrografías de la sección longitudinal de la probeta presentada en la Figura 4.29 (Condición ST;  $\sigma_a = 420$  MPa,  $N_f = 125.300$ ). (a) y (b) Vistas generales de la intercara substrato-recubrimiento, en las que se aprecia separación del recubrimiento y severa delaminación del mismo.

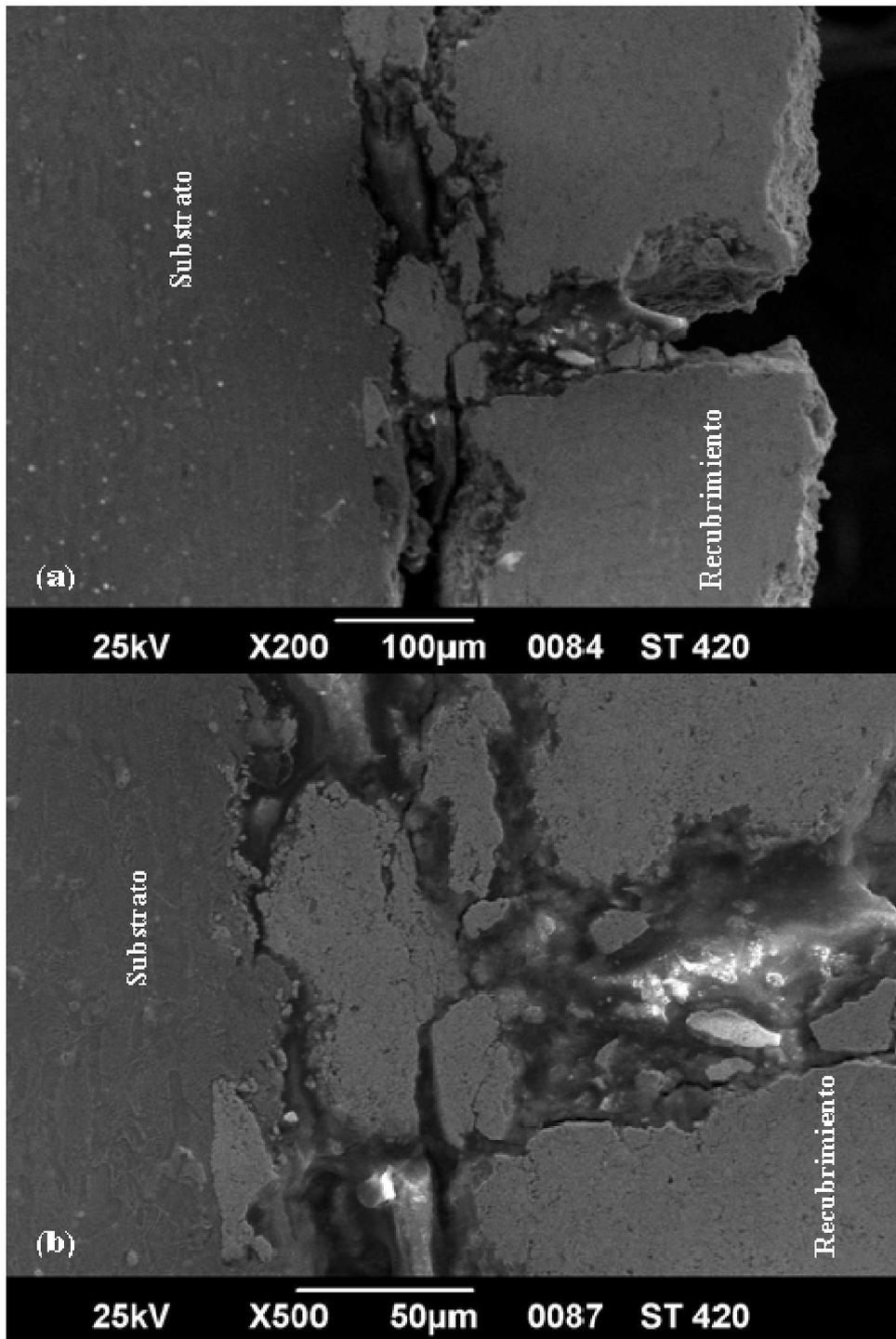


Figura 4.32. Fotomicrografías de la sección longitudinal de la probeta presentada en la Figura 4.29 (Condición ST;  $\sigma_a = 420$  MPa,  $N_f = 125.300$ ). (a) Fractura transversal del recubrimiento y delaminación la intercara. (b) Detalle a mayor aumento de la fractura.

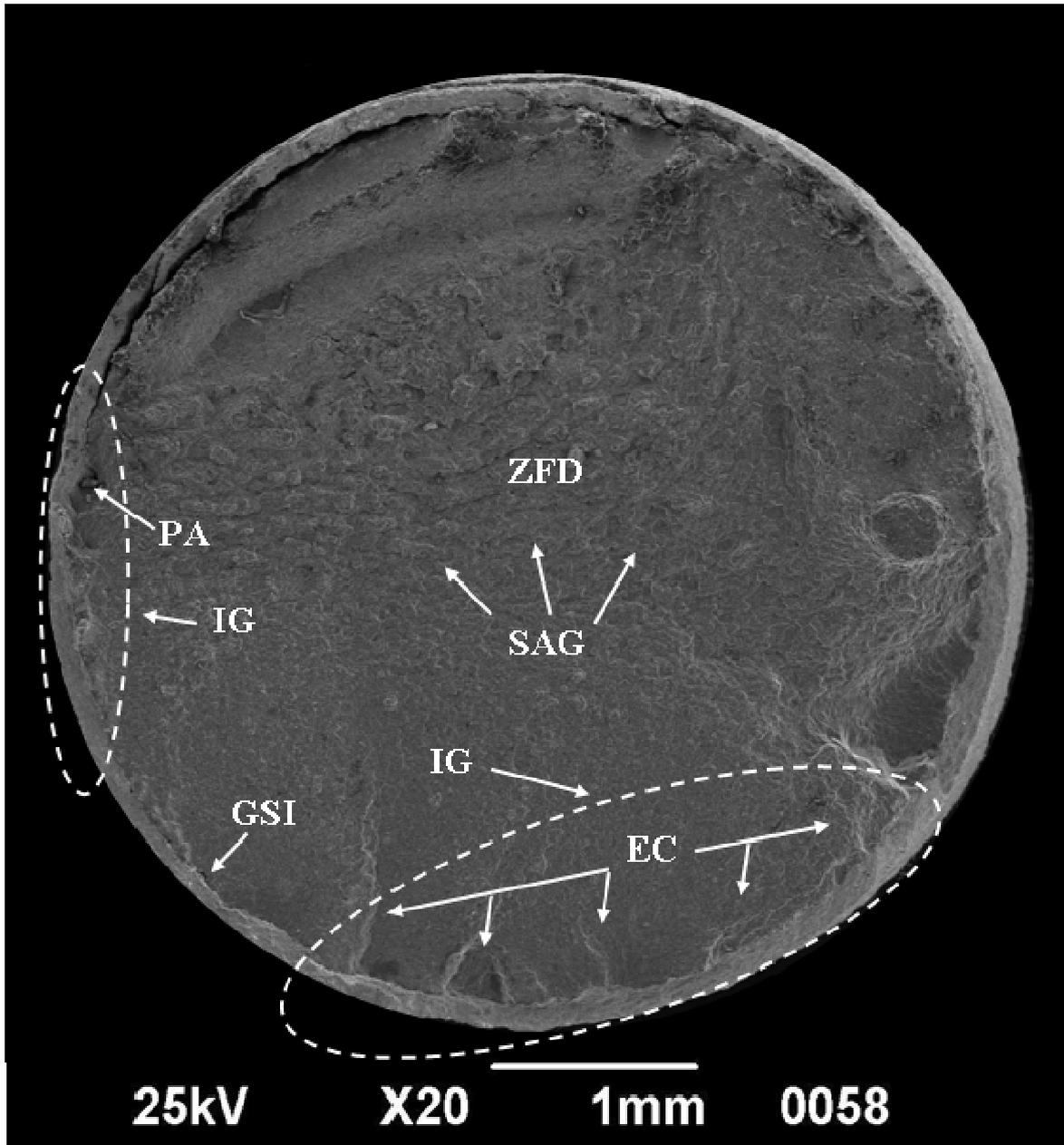


Figura 4.33. Fotomicrografía que muestra una vista general de la superficie de fractura del acero recubierto en condición STF;  $\sigma a = 420$  MPa,  $N_f = 137.800$ . Se observan múltiples inicios de grietas (IG) entre los escalones y partículas de alúmina (PA) incrustadas en el sustrato en la intercara sustrato-recubrimiento. También se indica el sentido de avance de la grieta (SAG) en el acero, sugerido por las marcas de fractura, la zona de fractura dúctil (ZFD) y grietas secundarias (GSI) en la intercara sustrato-recubrimiento.

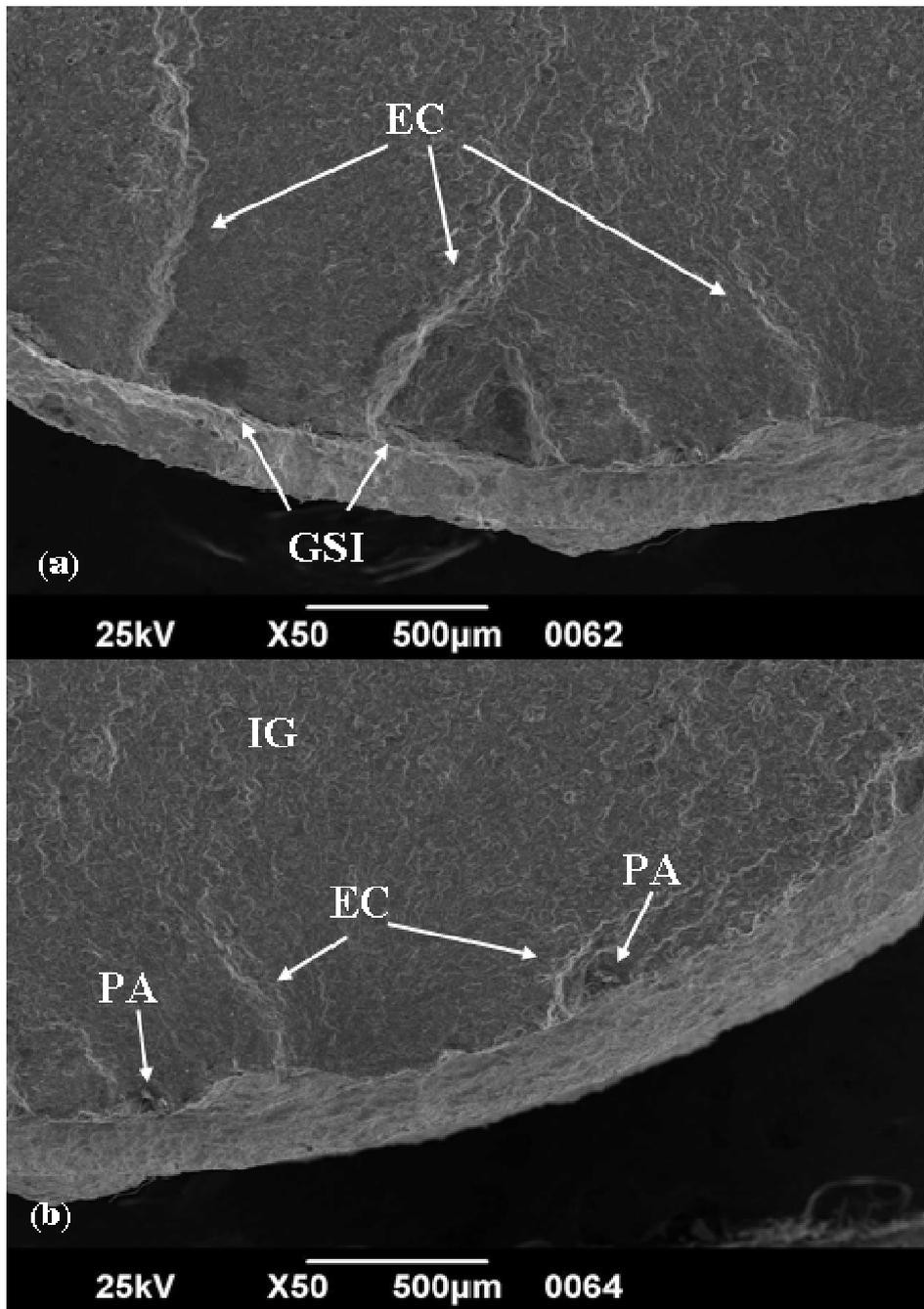


Figura 4.34. Detalles a mayores aumentos de la Figura 4.33. (a) Zona de inicio de grieta (IG), donde se pueden observar escalones (EC) y grietas secundarias en la intercara (GSI) sustrato recubrimiento. (b) Zona de inicio de grieta (IG), donde se pueden observar escalones (EC) y partículas de alúmina (PA) incrustadas en el acero, en la intercara sustrato-recubrimiento.

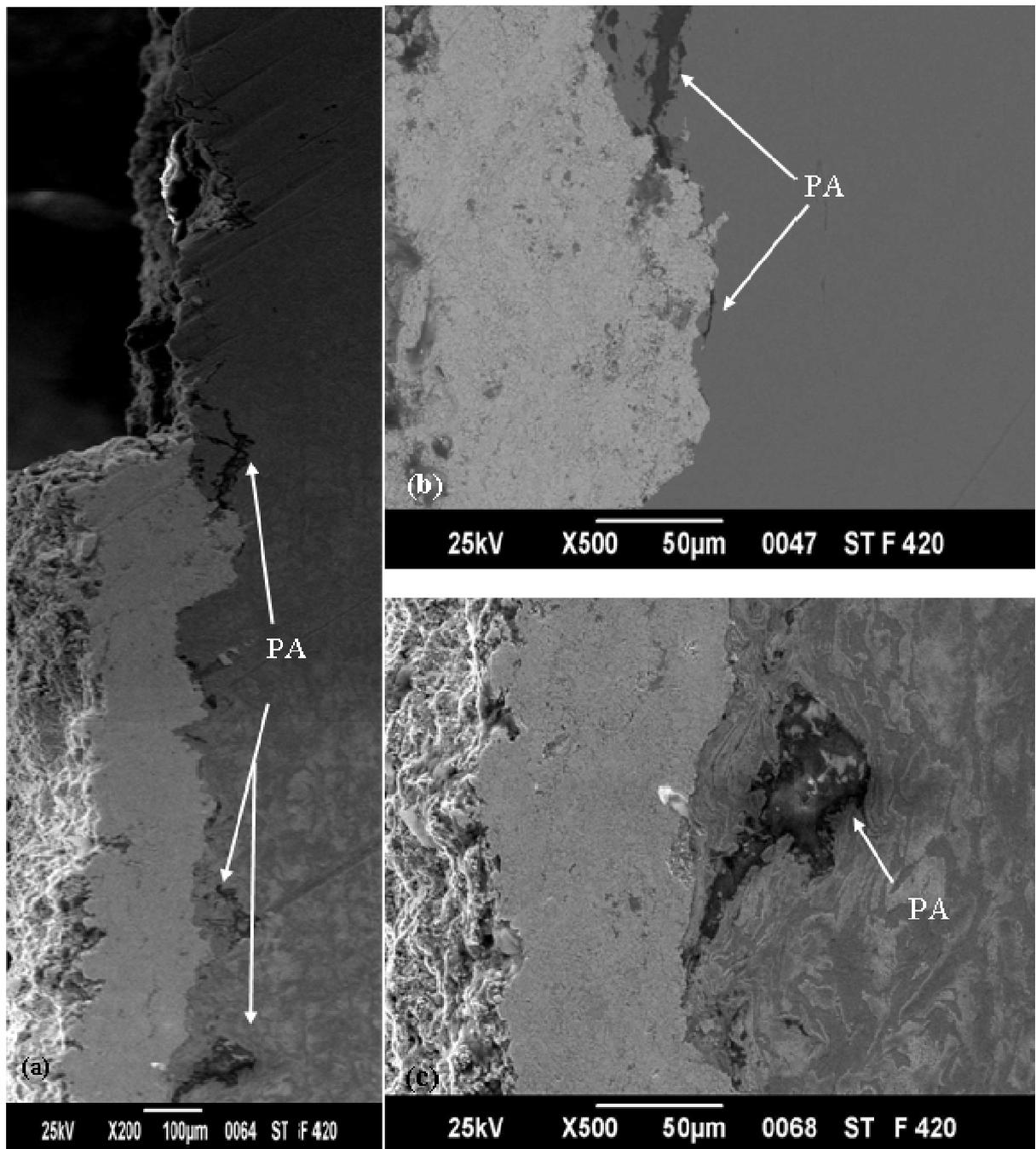


Figura 4.35. Fotomicrografías de la sección longitudinal, adyacente a la superficie de fractura, de la probeta presentada en la Figura 4.33 (Condición STF;  $\sigma_a = 420$  MPa,  $N_f = 137.800$ ). (a) Vista general de la intercara substrato-recubrimiento, en la se aprecian partículas de alúmina (PA) incrustadas en el substrato. (b) y (c) Detalles a mayor aumento de la pared lateral adyacente a la superficie de fractura, en las que pueden apreciarse con mayor detalle las partículas de alúmina (PA) embebidas en el acero y la deformación producida por las partículas en el substrato.

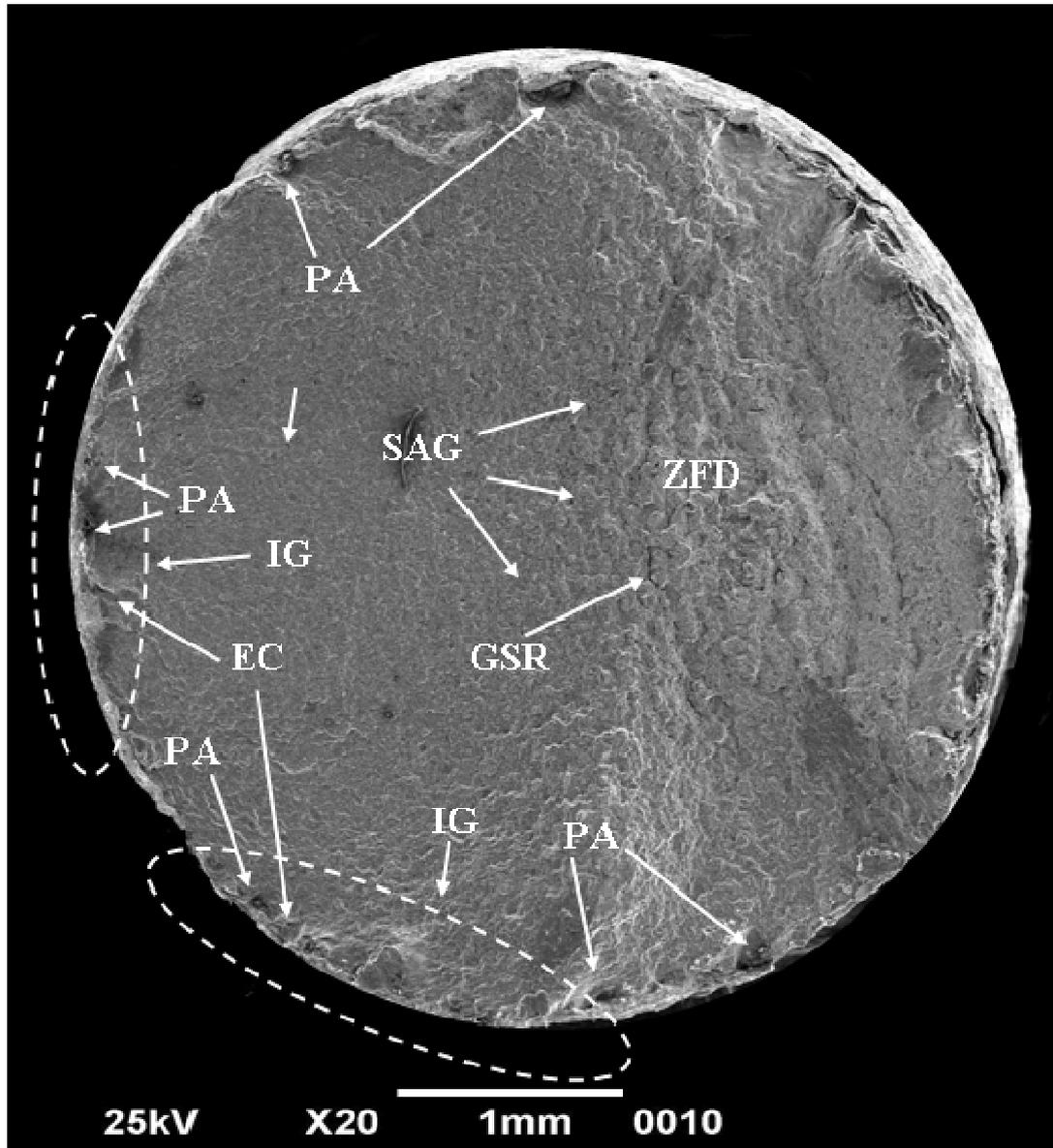


Figura 4.36. Fotomicrografía que muestra una vista general de la superficie de fractura del acero recubierto en condición STG;  $\sigma_a = 420$  MPa,  $N_f = 164.300$ . Se observan múltiples inicios de grietas (IG) entre los escalones (EC) y partículas de alúmina (PA) incrustadas en el sustrato en la intercara sustrato-recubrimiento. También se indica el sentido de avance de la grieta (SAG) en el acero, sugerido por las marcas de fractura, la zona de fractura dúctil (ZFD) y grietas secundarias (GSI) en la intercara sustrato-recubrimiento.

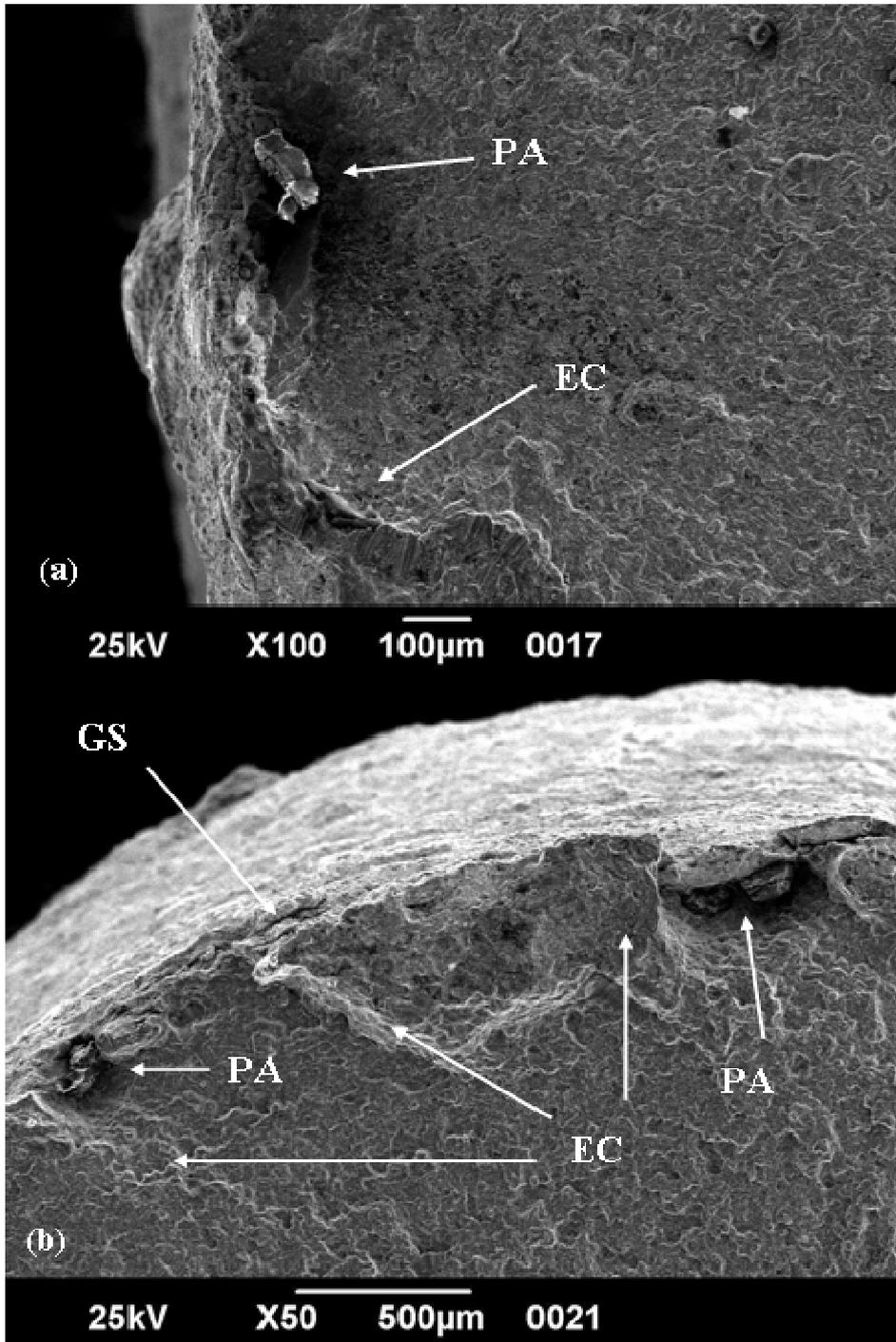


Figura 4.37. Detalles a mayores aumentos de la Figura 4.36. (a) Zona de inicio de grieta (IG), donde se pueden observar escalones (EC). (b) Zona de inicio de grieta (IG), donde se pueden observar escalones (EC), partículas de alúmina (PA) incrustadas en el acero en la intercara substrato-recubrimiento y grietas secundarias (GS) en el recubrimiento.

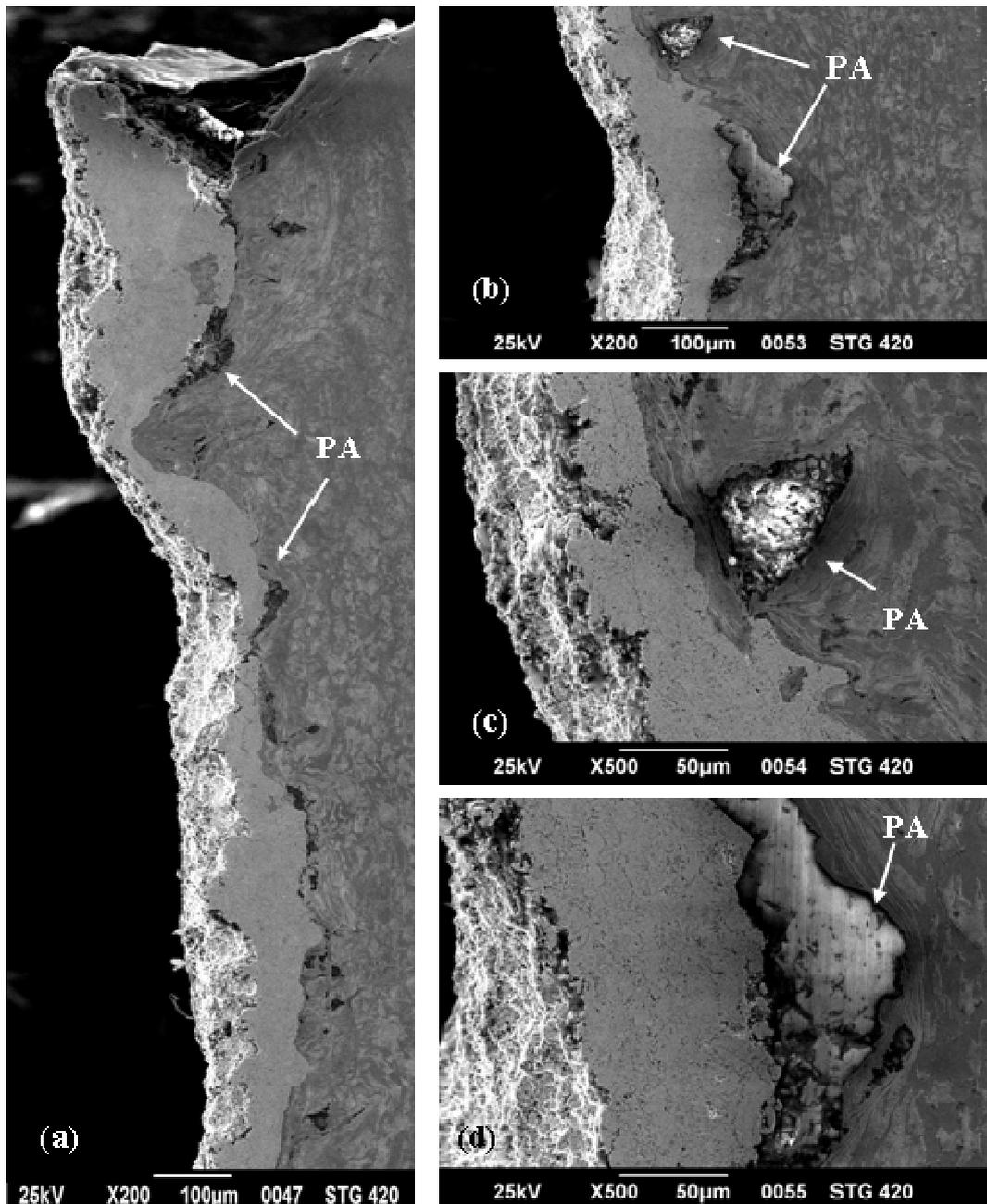


Figura 4.38. Fotomicrografías de la sección longitudinal de la probeta presentada en la Figura 4.36 (Condición STG;  $\sigma_a = 420$  MPa,  $N_f = 164.300$ ). (a) Vista general de la intercara substrato-recubrimiento, se aprecian partículas de alúmina (PA) incrustadas en el substrato. (b) Detalle de las partículas de alúmina retenidas en el substrato, en la intercara substrato-recubrimiento. (c) y (d) Detalles a mayor aumento de la pared lateral adyacente a la superficie de fractura, en las que pueden apreciarse con mayor detalle las partículas de alúmina (PA) embebidas en el acero y la deformación producida por las partículas en el substrato.

#### **4.8. Simulación mediante el Método de Elemento Finito**

Para simular el comportamiento en fatiga de una probeta de acero SAE 1045 recubierta con WC-Co-Cr depositado mediante el proceso de proyección térmica HVOF, se desarrolló un modelo numérico, basado en Métodos de Elemento Finito (MEF). Para lograr este objetivo, el procedimiento se dividió básicamente en tres etapas:

En la primera de ellas, se simuló el comportamiento de la probeta de acero, sin considerar la presencia del recubrimiento. Este estudio permitió establecer la representación matemática del estado de cargas de flexión sobre el sustrato, la simplificación del movimiento de giro de la probeta durante el ensayo de fatiga para efectos de los cálculos numéricos, la simplificación de la geometría y la selección de ecuaciones que representan adecuadamente el estado de esfuerzos en función de las propiedades mecánicas del acero. Así mismo, se verificó que los resultados fuesen independientes de las características particulares de las mallas utilizadas en la simulación, por medio de un proceso de validación de las mismas. Esta etapa es la base de la simulación planteada. La misma solamente involucra las propiedades del acero con un sistema de ecuaciones reducido, en comparación con el sistema de ecuaciones que requiere la simulación del conjunto sustrato-recubrimiento.

En la segunda etapa, se adhirió el recubrimiento al sustrato, se estudió y se seleccionó la ecuación adecuada que permitiese representar el comportamiento observado experimentalmente en los ensayos de fatiga. Esta etapa está basada en los resultados obtenidos de la primera y se hace uso de las propiedades físicas del recubrimiento. Se obtuvo una predicción de falla por fatiga utilizando información fundamental a partir de los experimentos realizados. También se realizaron nuevas simplificaciones geométricas y ajustes en la malla del modelo para aprovechar al máximo los recursos computacionales disponibles.

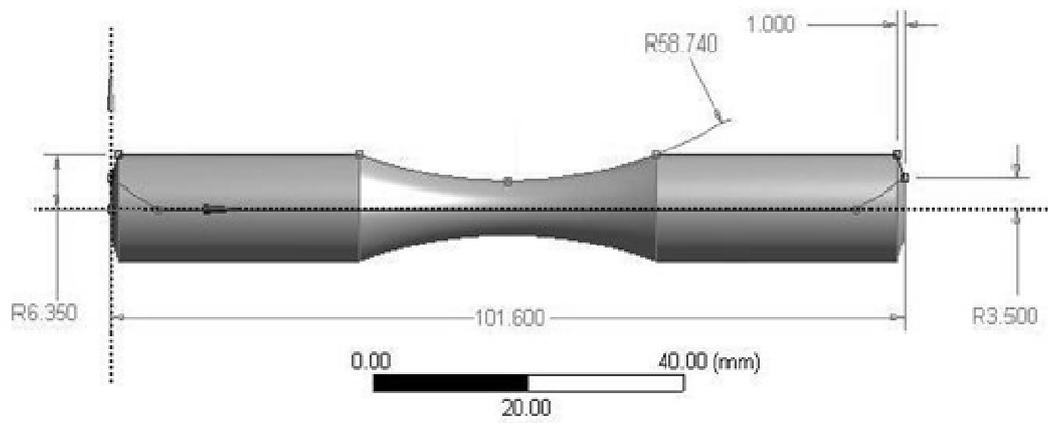
Finalmente, en la tercera y última etapa se seleccionó la condición experimental que se adecua a la presente simulación, es decir la condición ST, debido a que se sabe que no están presentes esfuerzos residuales producto del granallado, ni existe la presencia de partículas de alúmina en el sustrato, los cuales no fueron considerados en la simulación.

#### 4.8.1. Primera etapa: simulación de la probeta de acero SAE 1045, representación del dominio y consideraciones geométricas

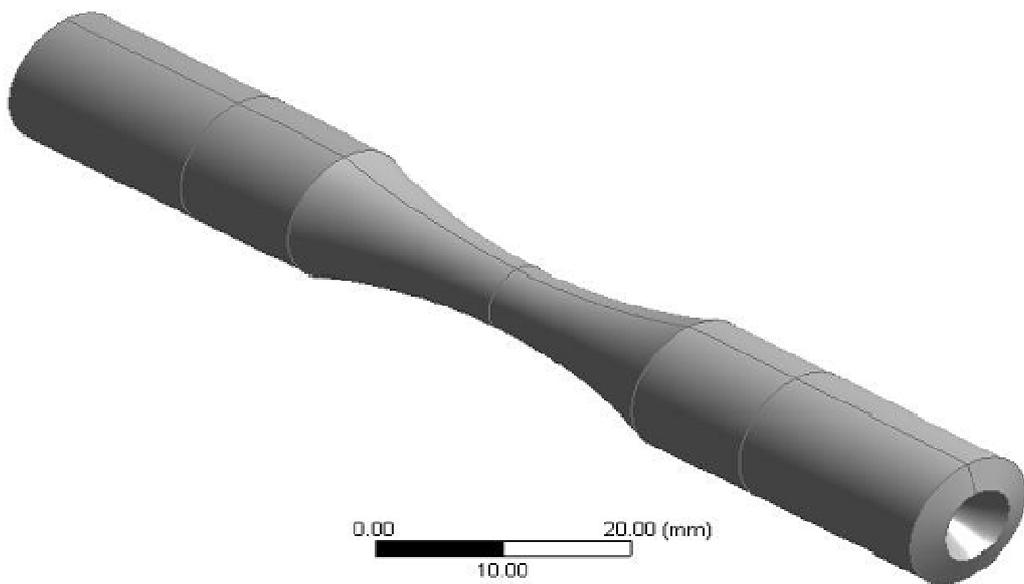
Para administrar de forma óptima la capacidad de cómputo disponible, la cual se actualizó con dos procesadores cuyas características se presentan en la Tabla IV.22, se requirió reducir el tamaño del dominio a estudiar, a fin que la máxima malla posible ocupara un menor volumen y en consecuencia, se obtuviese un resultado discreto con una densidad maximizada de nodos. Las simplificaciones realizadas están enmarcadas dentro de lo que se conoce como un criterio macroscópico. En la Figura 4.39, se presentan las dimensiones de la probeta simulada, mientras que en la Figura 4.40 se muestra una representación tridimensional de la probeta en su totalidad. Además, en la Figura 4.41, se puede observar el volumen simplificado utilizado en el presente estudio.

**Tabla IV.22. Arquitectura del sistema computacional utilizado**

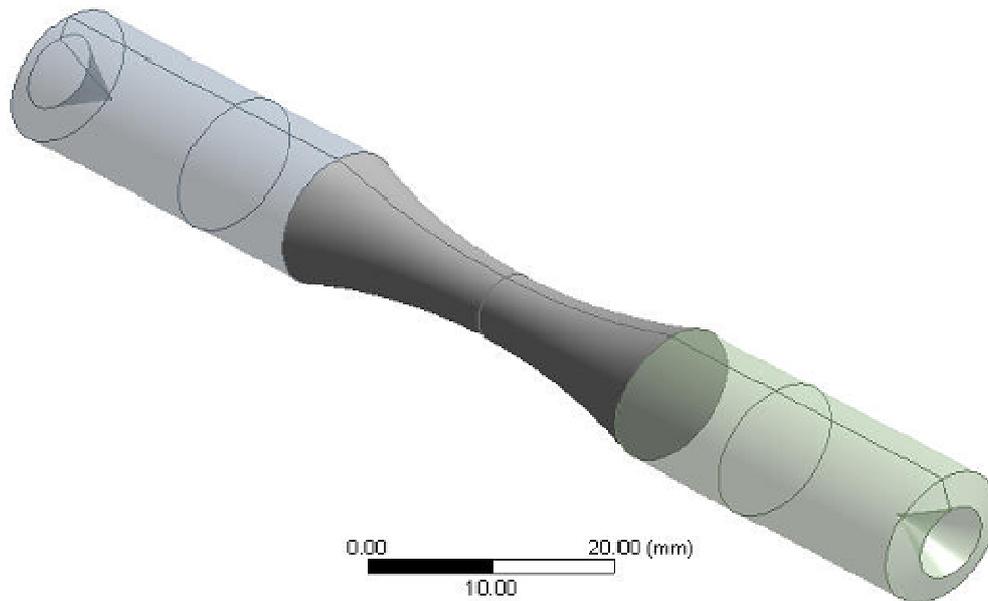
<b>Procesador 1</b>	Intel®_xeon64.sse2_wint5.1. Pentium® 4 CUP 3,00 GHz, Bus speed 800 MHz
Sistema Operativo	Windows XP Professional 5.1.2600 Service Pack 3
Memoria RAM	1024 MB, 533 MHz
Disco duro	148 GB
Tarjeta madre	Intel® Desktop Board D915GEV
<b>Procesador 2</b>	Intel®_Core TM 2 duo CPU T6500 @2.10 GHz
Sistema Operativo	Windows Vista Home Premium, Service Pack 1
Memoria RAM	3,00 GB, 533 MHz
Disco duro	283 GB
Tarjeta madre	Dell Studio 1440



**Figura 4.39. Dimensiones de la probeta simulada.**



**Figura 4.40. Representación tridimensional de la probeta para ensayos de fatiga.**

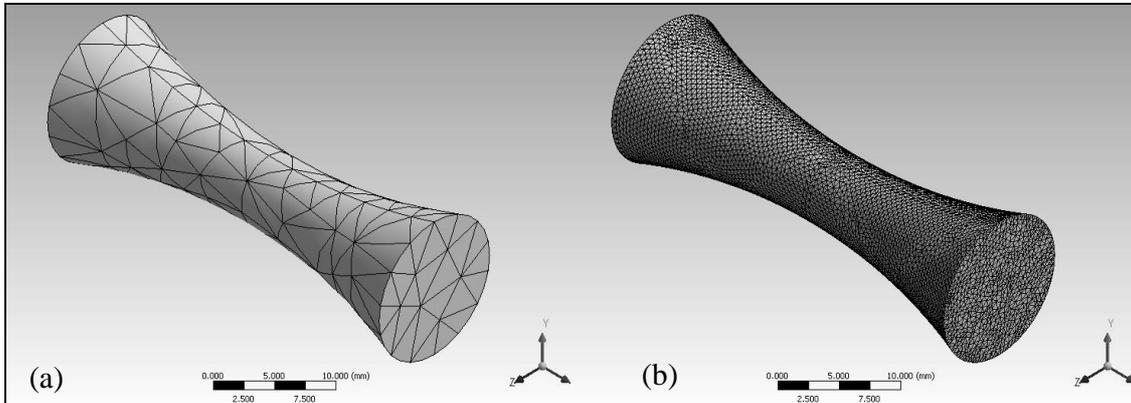


**Figura 4.41. Volumen simplificado de la probeta de ensayo de fatiga.**

La geometría que representa a la probeta se subdividió para su estudio discreto, proceso que se conoce con el nombre de mallado. Las mallas se generan mediante algoritmos matemáticos. En el caso del análisis estructural mediante MEF para cuerpos tridimensionales, se utilizó la técnica conocida como “patch conforming meshing Test” [ANSYS 2007]. Este algoritmo rellena el volumen con elementos tetraédricos. No es posible conocer a priori la cantidad y tamaño de elementos más adecuado para representar el dominio de interés, por lo que se empleó un proceso de ensayo y error, modificando arbitrariamente algunas de las variables. En la Figura 4.42, se presentan dos ejemplos de subdivisión del dominio, utilizados en el proceso de convergencia.

Se analizaron 5 modelos matemáticos para calcular el estado de esfuerzos de la probeta rotativa sometida a la carga de flexión. Los cuatro primeros estuvieron basados en una formulación de carga aplicada equivalente, en régimen permanente (estática). Se varió la dirección y forma del momento flector (de aplicación instantánea o incremento lineal –rampa-) respecto al tiempo. El quinto modelo evaluado, utilizó una carga aplicada en régimen no

permanente (transitorio), con una frecuencia sinusoidal reversible, equivalente a aquella aplicada en el ensayo a fatiga.

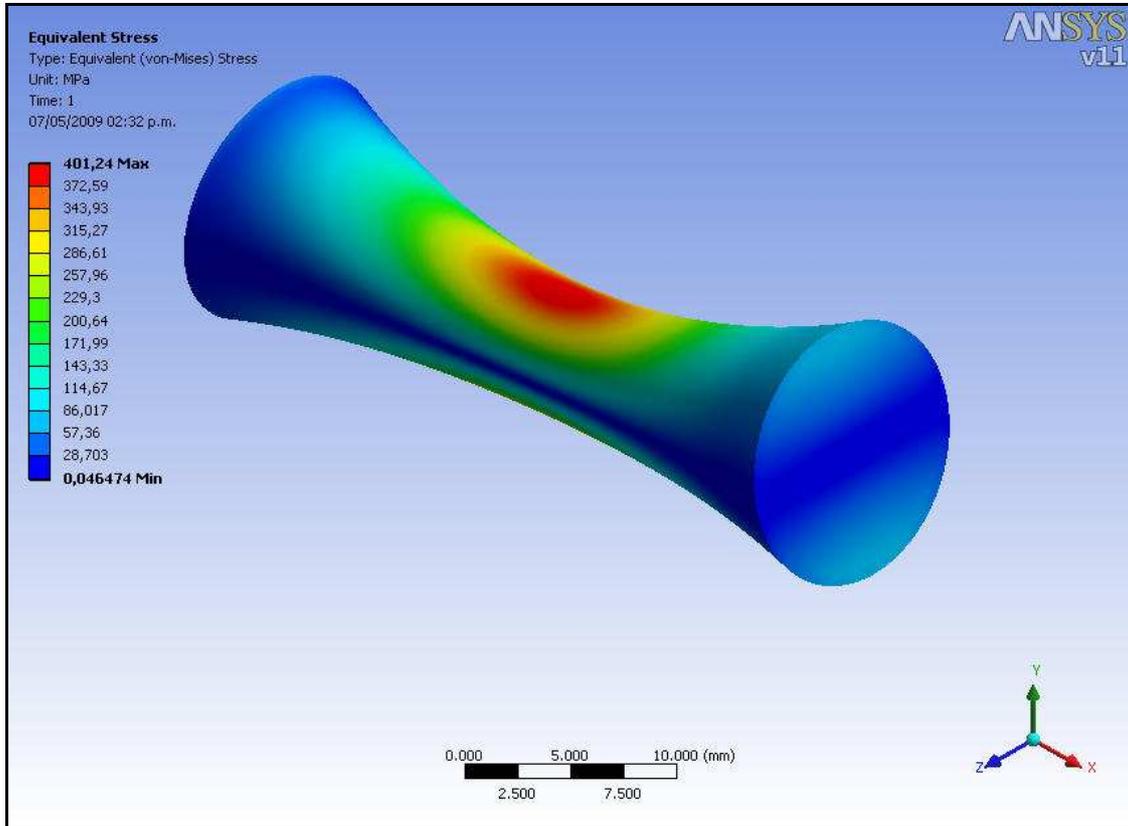


**Figura 4.42. Ejemplos del estudio de validación de malla. (a) Tamaño máximo del elemento: 3 mm, (b) Tamaño máximo del elemento 0,3 mm.**

Cuando se compararon los resultados de los diferentes modelos y se calculó el error relativo en la predicción del esfuerzo alternante equivalente máximo, respecto al modelo que considera régimen permanente con momento cargado en dirección positiva, se obtiene una desviación no mayor al 1%. También, se observa que a medida que se aumenta el número de nodos, todos los modelos matemáticos convergen al mismo valor. Este hecho permitió seleccionar el modelo matemático que requirió el menor tiempo de cálculo y la menor cantidad de memoria.

Como la geometría bajo investigación es simétrica, está sometida a un esfuerzo totalmente uniaxial, reversible y con amplitud constante. Por lo tanto, la predicción de falla por fatiga ( $N_f$ ) para un esfuerzo dado debe ser igual a la suministrada en la curva  $\sigma-N$ , en función de las propiedades del substrato. Este hecho permite una verificación rápida y sencilla de los resultados de la simulación. En la Figura 4.43 se muestra una representación de la predicción del esfuerzo máximo de Von Mises, por el método numérico, empleando una malla con tamaño de elemento de 0,2 mm. En la misma, se observa que el esfuerzo máximo (401,24 MPa), se concentra en el

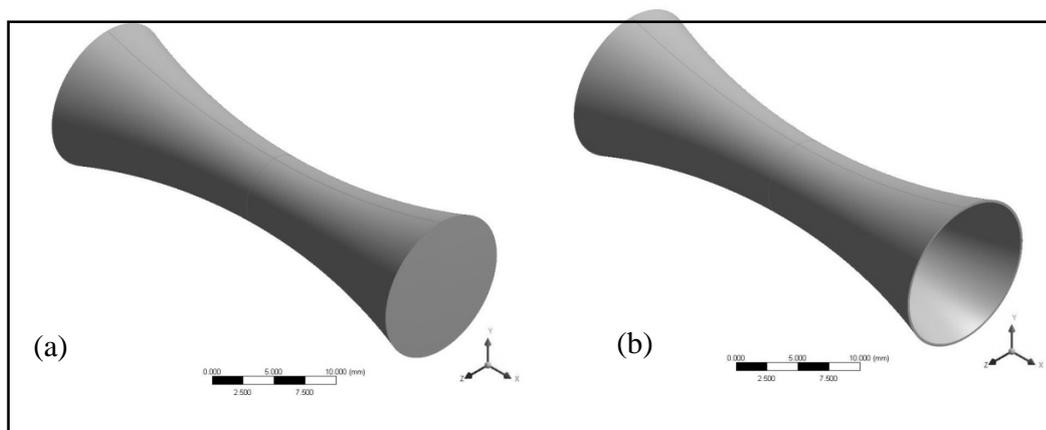
centro de la probeta, con lo cual se verifica que la configuración geométrica de la probeta simulada es correcta.



**Figura 4.43. Representación de la predicción del esfuerzo máximo de Von Misses, para una malla con tamaño de elemento de 0,2 mm.**

#### **4.8.2. Segunda etapa: simulación de la probeta de acero SAE 1045 y del recubrimiento, representación del dominio y consideraciones geométricas**

En esta etapa, se consideró la geometría de la probeta de acero recubierta, la cual está definida por dos cuerpos: el substrato de acero SAE 1045 y el recubrimiento de WC-Co-Cr, tal como se ilustra en la Figura 4.44, en la cual se muestran las geometrías respectivas. En la Tabla IV.23, se presentan las propiedades mecánicas consideradas para cumplir con esta etapa. Cabe destacar que, como punto de partida, se utilizó el modelo matemático escogido en la primera etapa.



**Figura 4.44. Representación de las geometrías tanto del acero SAE 1045(a), como del recubrimiento (b).**

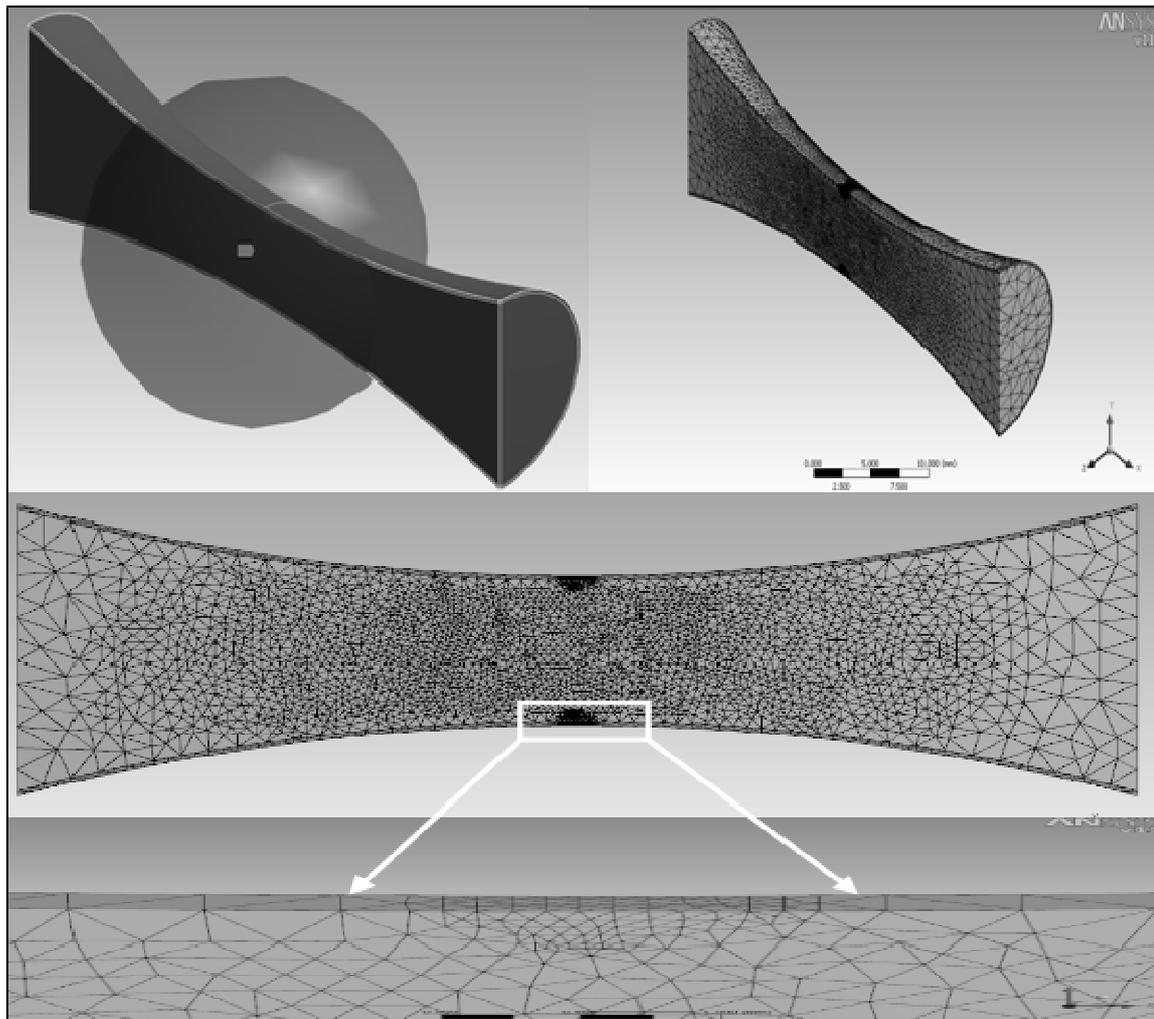
**Tabla IV.23. Propiedades mecánicas del acero SAE 1045 y del recubrimiento WC-Co-Cr consideradas**

Propiedad	Unidad	SAE 1045	WC-Co-Cr
Módulo de Young	GPa	206*P**	242****
Relación de Poisson		0,29*	0,25
Densidad	kg/mm <sup>3</sup>	7,85e-6*	1,57e-5**
Expansión Térmica	1/°C	1,2e-5*	5,2e-6**
Curva esfuerzo alternante S-N		Véase curva acero SAE***	
Esfuerzo de fluencia en tensión	MPa	920*	
Esfuerzo de fluencia en compresión	MPa	920	4,1****

\*(Davis, 1996)  
 \*\* (Bauccio, 1994)  
 (Ley de Tabor, 1953)  
 \*\*\*Información determinada experimentalmente

El uso de ecuaciones adicionales, aumentó el requerimiento de memoria y tiempo de cómputo de forma tal, que una simplificación de la geometría fue necesaria para permitir una

densidad de nodos de malla aproximadamente igual al de la primera etapa, con un tiempo de cálculo no mucho mayor. También se pudo refinar la malla en la zona de mayor interés, donde el diámetro de la probeta es menor, el esfuerzo alternante es máximo y donde se espera que ocurra la falla por fatiga. La malla definitiva se muestra en la Figura 4.45.



**Figura 4.45. Representación de la mitad del dominio de la probeta de acero SAE 1045 recubierto con WC-Co-Cr y visualización de la esfera de refinamiento de la malla.**

Con la malla seleccionada, la interacción entre el sustrato y el recubrimiento se modeló asumiendo un enfoque de adhesión total entre estos, es decir, suponiendo coeficientes de fricción y rigidez infinitamente grandes. Posteriormente, se procedió a repetir la simulación con cada uno de los modelos restantes. En la Tabla IV.24, se presenta la comparación de los resultados

obtenidos a partir de los modelos numéricos que permitieron evaluar las condiciones de adherencia entre el sustrato y el recubrimiento.

**Tabla IV.24. Comparación de los resultados obtenidos a partir de los modelos matemáticos para evaluar las condiciones de adherencia entre el sustrato y el recubrimiento**

Malla con mayor número posible de nodos convergida	Método interferencia entre superficies	No. Nodos	Esfuerzos límite acero MPa		Esfuerzos límite WC-Co-Cr MPa	
			Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo
Malla 10: Tetraédrica con refinamiento por esferas malla no.8	"Bounded"	182130	0,51	346,98	0,00	432,42
Malla 10: Tetraédrica con refinamiento por esferas malla no.8	"No separation"	182130	0,03	367,23	0,38	350,32
Tetraédrica sin refinamiento tamaño máximo 1 mm	"Friccionless"	14224	2,82	379,27	1,43	383,21
Cualquier malla probada	"Rough"		No se obtuvo convergencia			
Tetraédrica sin refinamiento tamaño máximo 1 mm	"Final frictional"	4588	5,19	359,06	15,81	1634,70

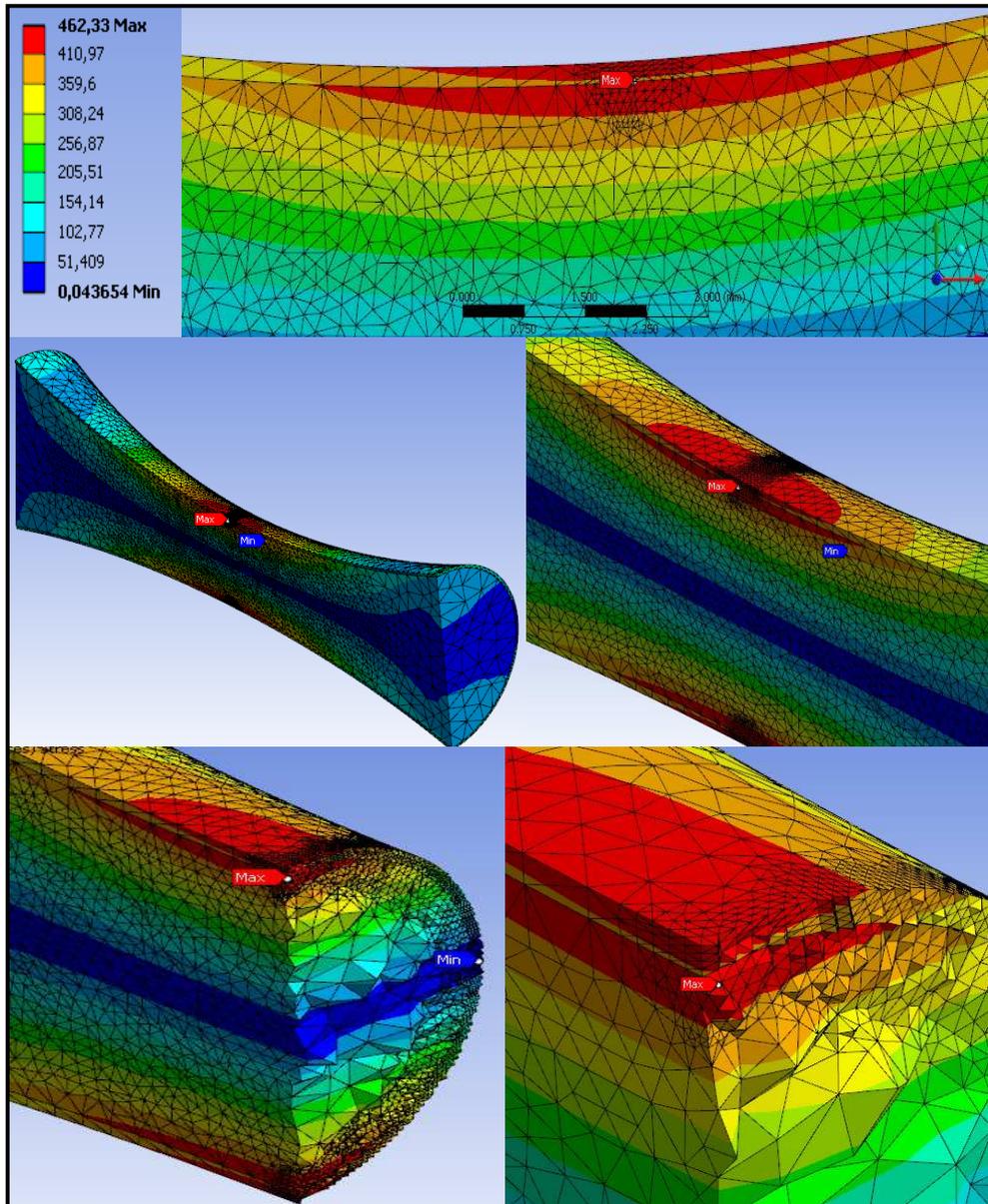
Como el recubrimiento se encuentra sobre el diámetro exterior máximo del acero, se podría esperar que este falle primero. A pesar de esta suposición lógica, la observación bajo el microscopio electrónico de los cortes longitudinales en las probetas ensayadas sugiere que la evolución de las grietas de fatiga y la consecuente falla de la probeta ocurre en la interface sustrato-recubrimiento, propagándose hacia ambos materiales y haciendo que el acero fracture primero.

Esta evidencia sugiere que desde el punto de vista numérico, un esfuerzo máximo en el acero es conveniente para que este falle antes que el recubrimiento, comportamiento que se observa con el segundo modelo denominado "no separation". Este modelo permite un micro movimiento tangencial entre las superficies (microdeslizamiento) y una separación nula [ANSYS

2007]. En la Tabla IV.25, se muestran los resultados de la validación de la predicción de esfuerzo máximo en la intercara substrato-recubrimiento, para el modelo de contacto de no separación. Mientras que el la Figura 4.46, de presentan detalles del estado de esfuerzos obtenido en una simulación de prueba.

**Tabla IV.25. Validación de predicción de esfuerzo máximo en la superficie del acero adyacente a la intercara substrato-recubrimiento, modelo de contacto de “no separación”**

<b>Momento flector aplicado 11517 N.mm</b>	<b>Esfuerzo máximo Recubrimiento MPa</b>	<b>Esfuerzo máximo Sustrato MPa</b>
Acero SAE 1045	N.A.	462,1
<b>Conjunto substrato-recubrimiento</b>		
Modelo adherencia total	<b>432</b>	347
Modelo micro deslizamientos sin separar	350	<b>367</b>



**Figura 4.46.** Representación del estado de esfuerzos obtenido en la superficie del acero adyacente a la intercara substrato-recubrimiento en una simulación de prueba.

## CAPÍTULO V DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este Capítulo se analizarán las correlaciones existentes entre las diferentes condiciones de tratamiento superficial del sustrato, microestructura, propiedades mecánicas y de fatiga de los sistemas recubiertos de WC-Co-Cr, obtenidos mediante proyección térmica HVOF.

Uno de los principales objetivos del presente Trabajo, ha sido el evaluar el efecto de la preparación superficial del sustrato, previo al proceso de deposición del recubrimiento, las condiciones de la intercara sustrato-recubrimiento y como ésta influye sobre el comportamiento en fatiga de los diferentes sistemas estudiados. En este sentido, en los resultados presentados en la Tabla IV.1, podemos observar que se lograron crear tres diferentes perfiles de rugosidad mediante los dos métodos empleados de acabado superficial del sustrato; desbaste de la superficie con papel abrasivo grado 400 (condición ST), y desbaste con chorro de partículas abrasivas de alúmina con dos diferentes tamaños de partícula (condiciones STF y STG).

Como era de esperarse, el menor perfil de rugosidad superficial se obtuvo en la condición ST, el cual es significativamente menor a los otros perfiles generados sobre el sustrato. Mientras que para la condición condiciones STF y STG, no se presentó una gran diferencia entre la rugosidad media ( $R_{ms}$ ) y la rugosidad aparente ( $R_a$ ), pero si se logró obtener una diferencia notable entre la altura máxima entre pico y valle ( $R_z$ ), estos resultados probablemente se deben a que de las condiciones de chorreado empleadas para crear el perfil de rugosidad (Tabla III.1), la presión de aire, el ángulo de proyección y la distancia de chorreado, son principalmente las que gobiernan el tipo de perfil a obtener [Poorna *et al.* 2009, Varacalle *et al.* 2006]), las cuales se mantuvieron constantes durante el tratamiento del sustrato. Pero, el tamaño y velocidad de la partícula de alúmina son responsables del estado de esfuerzos compresivo que se genera sobre la superficie del sustrato [Toshal *et al.* 2005].

En cuanto al análisis de la calidad de los recubrimientos WC-10Co-4Cr depositados, los mismos presentaron valores de raíz cuadrada de la rugosidad media ( $R_{ms}$ ) de  $9,13 \pm 1,27 \mu\text{m}$ , rugosidad aparente ( $R_a$ ) de  $7,51 \pm 1,12 \mu\text{m}$  y altura máxima entre pico y valle ( $R_z$ )  $41,93 \pm 5,26 \mu\text{m}$ , mientras que el espesor promedio obtenido fue de aproximadamente  $200 \mu\text{m}$ . Por otro lado, en la Figura 4.2 se puede observar que los recubrimientos presentan una morfología uniforme y

densa. Además, se observa la típica microestructura de lamelas con capas superpuestas y orientadas de forma paralela a la interface (Figura 4.2b). Se observa lo que parecen ser pequeños huecos y granos equiaxiales de WC de diferentes tamaños embebidos en una matriz de Co (Figura 4.2c). Esta microestructura es característica de recubrimientos a base de WC-Co, obtenidos por el proceso de HVOF, la cual se origina por las altas velocidades de impacto de las partículas, que se generan durante el proceso de deposición [Berger *et al.* 2008, Lima *et al.* 2005].

Al analizar los espectros realizado por EDS de los recubrimientos (Figura 4.3), se verifica la composición química de los mismos (Tabla IV.4), donde el contenido de Cromo alcanza un 3,93%, el cual es bastante cercano al valor nominal de un contenido de Cr de 4%, para este tipo de recubrimiento. Además, en la Figura 4.4, donde se pueden apreciar los EDS puntuales de cada uno de los constituyentes del recubrimiento, se puede notar que lo que aparentemente se apreciaba como pequeños huecos, podría asociarse a una fase rica en Cr (Figura 4.4c). La adición de Cr al recubrimiento, proporciona una mejor resistencia a la corrosión, lo cual se atribuye a la formación de una capa pasiva en forma de película de óxido superficial que protege al recubrimiento de la disolución preferencial de aglutinante (Co). Adicionalmente, el Cr inhibe la descomposición del WC, lo cual previene la formación del Tungsteno metálico y mejora la unión entre los carburos y la matriz aglutinante, lo que mejora la resistencia a la erosión de éstos recubrimientos [Cho *et al.* 2006, Murthy *et al.* 2001].

Así mismo, en el patrón de difracción de rayos X de los recubrimientos a base de WC-Co, se muestra la presencia de WC y de una fase de  $W_2C$ . La descarburización y disolución de carburos, ha sucedido en un nivel moderado, durante la deposición de los recubrimientos WC-Co-Cr, lo cual se asocia a que los picos de difracción de  $W_2C$  tienen muy baja intensidad en relación a la intensidad mostrada por los picos correspondientes a WC. La retención de WC es generalmente deseable, debido a que se optimizan las propiedades tribológicas del recubrimiento. Cuando el WC se descompone o se disuelve en la matriz, dos fenómenos desfavorables ocurren simultáneamente; pérdida de la fase dura, con lo cual se pierde resistencia al desgaste y, pérdida de la ductilidad de la matriz, con lo cual se pierde tenacidad del recubrimiento. Sin embargo, la no descomposición puede indicar insuficiente calentamiento de la partícula, resultando en un recubrimiento defectuoso, con pobre cohesión interlamelar. Mientras que cuando resulta un recubrimiento con baja porosidad, alta dureza y alta resistencia al desgaste y al impacto, claramente indica que el compromiso entre la retención de la fase carburo y el suficiente

calentamiento de los polvos para la deposición, fue alcanzado durante la proyección térmica. Se ha considerado que a mayor razón entre superficie y volumen de carburos pequeños (como polvo de alimentación), se promueve una más rápida disolución y descarburización. La diferencia en el grado de descarburización causa la variación en la composición de la fase aglutinante y puede tener un considerable efecto sobre las propiedades mecánicas del recubrimiento [Watanabe *et al.* 2006].

En términos generales, se puede decir que la existencia en el recubrimiento del  $W_2C$ , es negativa para las propiedades del recubrimiento o del componente [Stokes y Looney 2004, Yang *et al.* 2000, Steward *et al.* 2000].

Por otro lado, al analizar la morfología de la intercara substrato-recubrimiento, podemos observar en la Figura 4.6, correspondiente a la sección transversal de una muestra recubierta en condición ST (substrato preparado con lija grado 400), que se ha obtenido un recubrimiento denso, la intercara es prácticamente lisa y no presenta espacios entre el substrato y el recubrimiento. Esto puede llevarnos a decir que aparentemente podría existir buena adherencia entre el recubrimiento y el acero, como lo reportan algunos investigadores [Wang *et al.* 2006, Watanabe *et al.* 2006, Wang *et al.* 2005], quienes expresan que la deposición de recubrimientos a base de WC-Co, mediante la técnica de proyección HVOF, ha demostrado ser única en cuanto al lograr adherencia sobre substratos sin una rugosidad superficial significativa. Esto se logra debido a que las partículas cuando son proyectadas, viajan en un estado bifásico, donde el WC se proyecta en fase sólida, mientras que el Co lo hace en fase líquida, esto implica que las partículas impactan sobre el substrato con una elevada energía cinética. Además, las lamelas presentan una elevada viscosidad al impactar, lo que limita su aplastamiento, esto permite una mayor área efectiva, originando un íntimo contacto entre el depósito y el substrato.

En cuanto a los recubrimientos depositados sobre superficies rugosas, en las Figuras 4.7 y 4.8, muestran las secciones transversales de las muestras depositadas sobre el substrato tratado con chorro de alúmina, condiciones STF y STG respectivamente. En estas Figuras se hace evidente el efecto del granallado con alúmina sobre la superficie, donde debido a la presión de impacto de las partículas, muchas de ellas quedan embebidas en la superficie del acero en la intercara substrato-recubrimiento. El empleo de la alúmina tiene como finalidad la de impartir en el substrato un perfil de rugosidad que favorezca el anclaje mecánico del recubrimiento y por

tanto su adherencia. Otra de las consecuencias del proceso de granallado, es el relacionado con la alta deformación plástica generada por el impacto de las partículas, lo cual puede apreciarse en las 4.25(b-c) y 4.28(b-c), las cuales pudieran generar un estado de esfuerzos compresivo en las capas superficiales adyacentes a la intercara. Esto implica que existen efectos diversos, por un lado, un estado de esfuerzos compresivos en la superficie del acero son benéficos, debido a que retardan la propagación de grietas de fatiga en el material, sumado al hecho de que siempre es deseable una excelente adherencia del depósito, pero una excesiva rugosidad y partículas de alúmina remanentes en la superficie del acero, causan concentradores de tensiones, creando sitios donde preferencialmente se pueden nuclear grietas de fatiga. Todo implica un compromiso entre lograr el adecuado perfil de rugosidad, con un deseable estado de esfuerzos y minimizar la presencia de partículas de alúmina retenidas, con una excelente adhesión y resistencia a la fatiga de sistemas recubiertos [Poorna *et al.* 2009, Ibrahim y Berndt 2007, Varacalle *et al.* 2006, Gnaeupel-Herold *et al.* 2006].

El comportamiento mecánico de los recubrimientos proyectados térmicamente, depende significativamente de la magnitud de la carga aplicada, del módulo elástico y de la adherencia del mismo al sustrato, lo cual está íntimamente ligado a la microestructura desarrollada durante el proceso de fabricación y a las condiciones superficiales del sustrato.

En este sentido, en la Tabla 4.5, se muestran los resultados de dureza Vickers convencional del acero SAE 1045 y del recubrimiento WC-Co-Cr, donde se observa la gran diferencia entre los dos componentes del sistema, el acero SAE 1045 presentó una dureza de 3,1 GPa, mientras que el recubrimiento, presentó un valor de 11,4 GPa. La dureza en los recubrimientos a base de WC-Co depende principalmente de la fase de WC, ya que ésta es una fase dura y frágil, mientras que la fase de Co es dúctil y blanda. Además, los recubrimientos WC-10Co-4Cr poseen una dureza más elevada en comparación con aquellos sin adición de Cr en la fase aglomerante de Co, lo cual pareciera estar gobernado por la adición de Cr en la fase aglomerante de Co, la cual incidiría en una mayor resistencia en el aglomerante, contribuyendo así a una mayor densificación de las partículas de WC y, por lo tanto, a un incremento en la dureza del recubrimiento [Santana 2008, Murthy *et al.* 2001, Karimi *et al.* 1993].

Con relación al módulo de elasticidad,  $E$ , de los recubrimientos depositados mediante proyección térmica HVOF, como ha sido mencionado anteriormente, éste influye directamente

sobre el comportamiento esfuerzo-deformación en la intercara, la dureza superficial, etc., por lo que este parámetro es fundamental para caracterizar el comportamiento de dichos sistemas. Muchos investigadores [La Barbera 2008, Zeng *et al.* 2001, Guilemany *et al.* 2002, Chivavibul *et al.* 2007, Kruger *et al.* 2008], reconocen que un elevado  $E$  está asociado a una menor porosidad y un menor microagrietamiento interlamelar del depósito, debido a que la presencia de defectos reduce la rigidez de los recubrimientos proyectados térmicamente [Leigh y Berndt 1999, Wallace e Ilavsky 1998]. Además, la proporción relativa de área superficial asociada con los poros y las grietas determina la anisotropía del módulo de elasticidad aparente de estos depósitos.

Es importante destacar, que en el presente trabajo, se validó el método de determinación del módulo elástico mediante ultrasonido [Zeng *et al.* 2001, Guilemany *et al.* 2002, Chivavibul *et al.* 2007], empleando la técnica ultrasónica pulso-eco de contacto con ondas longitudinales, la cual resultó ser una herramienta muy precisa en cuanto a los resultados obtenidos de  $E$  en la dirección transversal de los recubrimientos. Los valores del módulo elástico presentados en la Tabla IV.6, para el acero SAE 1045 y para el recubrimiento WC-Co-Cr, concuerdan con los reportados por La Barbera (2008) y Santana (2008), respectivamente. Estos investigadores empleando la técnica de indentación instrumentada y mediante el método propuesto por Oliver y Pharr (1992, 2004), reportan valores similares de  $E$  en la sección transversal de tanto el acero como de los recubrimientos WC-Co-Cr. En la Tabla V.1, se presenta la comparación entre los valores del módulo elástico determinado por indentación instrumentada, del acero SAE 1045 reportado por La Barbera (2008) y del recubrimiento WC-Co-Cr reportado por Santana (2008), con respecto a los valores determinados en el presente trabajo mediante la técnica ultrasónica.

**Tabla V.1. Comparación entre los valores del módulo de elasticidad ( $E$ ) del acero y del recubrimiento reportados en la literatura, con respecto a los determinados mediante ultrasonido en el presente trabajo**

Trabajo	$E_{SAE\ 1045}$ (GPa)	$E_{WC-Co-Cr}$ (GPa)
La Barbera (2008)	$205 \pm 8$	
Santana (2008)		$242 \pm 15$
Presente Investigación	$206 \pm 3$	$242 \pm 3$

Además, la aplicación de la técnica ultrasónica para el cálculo del módulo de elasticidad, tiene como ventajas que sólo es necesario conocer la relación de Poisson ( $\nu$ ) y la densidad ( $\rho$ ), de los materiales y, que la determinación de la velocidad del ultrasonido en el material puede ser realizada en tiempos relativamente cortos, en comparación con el tiempo involucrado en la determinación de  $E$  mediante las técnicas de indentación instrumentada. Pero la aplicación de este método también presenta dificultades, entre las cuales podemos citar: La necesidad de un espesor relativamente grueso de recubrimiento ( $\sim 800 \mu\text{m}$ ), para tener mediciones precisas de la velocidad ultrasónica, además, la determinación de  $E$  en la dirección paralela a la intercara substrato-recubrimiento, se hace difícil debido a los espesores que normalmente presentan los recubrimientos y a las dimensiones de los transductores con que se opera en la medición de la velocidad ultrasónica. Pero, estas dificultades pueden ser superadas si se emplean otras técnicas ultrasónicas menos convencionales, entre las que se encuentran: Medición de velocidad ultrasónica mediante ondas superficiales, el empleo de equipos ultrasónicos de laser [Kruger *et al.* 2008, Lima *et al.* 2008], técnicas ultrasónicas por inmersión, entre otras.

Por otro lado, en cuanto a la determinación del grado de adherencia del recubrimiento al substrato, como se reportó en los resultados presentados, no fue posible determinar la tenacidad de fractura en la intercara como parámetro para medir la adherencia interfacial, principalmente debido a que como el método se basa en el seguimiento de las grietas generadas por la impronta en la intercara substrato-recubrimiento, no se determinó un agrietamiento que pudiese ser relacionado en función de las cargas de indentación. Como se observa en las Figuras 4.9, donde se presentan fotomicrografías de las huellas dejadas por el microindentador en la intercara, para las muestras en condición ST, se produjo agrietamiento secundario en el recubrimiento, lo cual está relacionado con la decohesión interlamelar, tal y como lo reporta Silva (2008), quien determinó la tenacidad de fractura “aparente” en la intercara de sistemas recubiertos, midiendo y promediando las grietas secundarias que se generaron en el recubrimiento, estimando de esta manera los valores de adherencia. En el mismo sentido, en las Figuras 4.10 y 4.11, se presentan las fotomicrografías correspondientes a la huellas dejadas por la impronta sobre la intercara substrato recubrimiento para las condiciones STF y STG, respectivamente, en estos casos, la dificultad en realizar un seguimiento de las grietas generadas por el microindentador, se presentó debido al obstáculo que representan las partículas de alúmina incrustadas en la superficie del

substrato adyacente a la intercara, producto del proceso de granallado con alúmina. En vista de lo anterior y debido a que inicialmente lo que se pretendía era utilizar la tenacidad de fractura en la intercara como un parámetro para estimar el grado de adherencia en cada condición, lo cual no fue posible por las razones antes señaladas, se optó emplear la dureza aparente interfacial, como un parámetro de comparación entre las tres condiciones de preparación superficial del substrato, previo al proceso de deposición.

Uno de los resultados más significativos, es en lo referente al desempeño a fatiga del material recubierto bajo las tres condiciones de preparación superficial del substrato. En este sentido, en las Figuras 5.1 a 5.3, se presentan las comparaciones entre las curvas de fatiga obtenidas de los sistemas substrato-recubrimiento, con respecto al acero sin recubrir. Además, se presenta el valor de  $0,5\sigma_y$  (trazo discontinuo), donde  $\sigma_y$  es el esfuerzo de fluencia del acero sin recubrir. Como se puede observar, en todos los casos, los niveles de esfuerzo alternante aplicado para todas las condiciones de estudio, estuvieron en el dominio elástico del material base. Así mismo, se aprecia una disminución en las propiedades de fatiga del acerorecubierto, con respecto al acero sin recubrir. Con respecto a este punto, dicha disminución fue cuantificada usando los coeficientes de la ecuación de Basquin que describen el comportamiento a la fatiga de cada uno de los sistemas estudiados, mediante la expresión presentada en la ecuación 5.1, de manera tal de calcular el porcentaje de pérdida de resistencia a la fatiga (%PRF).

$$\%PRF = \frac{\sigma_{\text{acero}} - \sigma_{\text{sistema}}}{\sigma_{\text{acero}}} \times 100\% \quad (\text{ec. 5.1})$$

Donde  $\sigma_{\text{acero}}$  y  $\sigma_{\text{sistema}}$ , representan el esfuerzo alternante del acero y del sistema substrato-recubrimiento, respectivamente, calculados de acuerdo a la ecuación de Basquin (ec. 3.2), para un número de ciclos a falla dado.

Estos resultados son presentados en la Tabla V.2, donde se puede observar que no existe una variación sistemática en la disminución en la resistencia a la fatiga de las probetas recubiertas, con respecto a la condición de preparación superficial del substrato previa a la deposición. Donde para la condición STF, se presenta la mayor disminución de la resistencia a la fatiga. Mientras que en la condición STG, la pérdida es menor en comparación con la condición STF, y además se presenta una relación inversa entre el número de ciclos a falla y la pérdida de resistencia a la

fatiga. Con respecto a la condición ST, ésta presenta una pérdida de resistencia a la fatiga intermedia entre las condiciones antes señaladas. Sin embargo, las diferencias encontradas en la pérdida de resistencia, pudieran no ser significativas si se considera que para los diferentes niveles de esfuerzo alternante aplicados, la desviación estándar del número de ciclos a falla es muy elevada, como se aprecia en la Tabla IV.22. De manera tal que observando la Tabla V.2, podríamos decir en primera aproximación que la pérdida en la resistencia a la fatiga promedio, para todas las condiciones estudiadas, está alrededor de un 19%, lo que equivale a una disminución absoluta de aproximadamente 90 MPa.

**Tabla V.2. Disminución absoluta (MPa) y Porcentaje de disminución de resistencia a la fatiga (%PRF) en función del número de ciclos a falla para las probetas recubiertas por proyección térmica**

Condición	$N_f$ (ciclos)			
	100.000	400.000	600.000	1.000.000
<b>ST</b>	117 (21)	90 (19)	83 (18)	75(17)
<b>STF</b>	119 (21)	107 (22)	104 (23)	100 (23)
<b>STG</b>	131 (24)	81 (17)	68 (15)	52 (12)

( ) Porcentaje de Reducción de Resistencia a la Fatiga

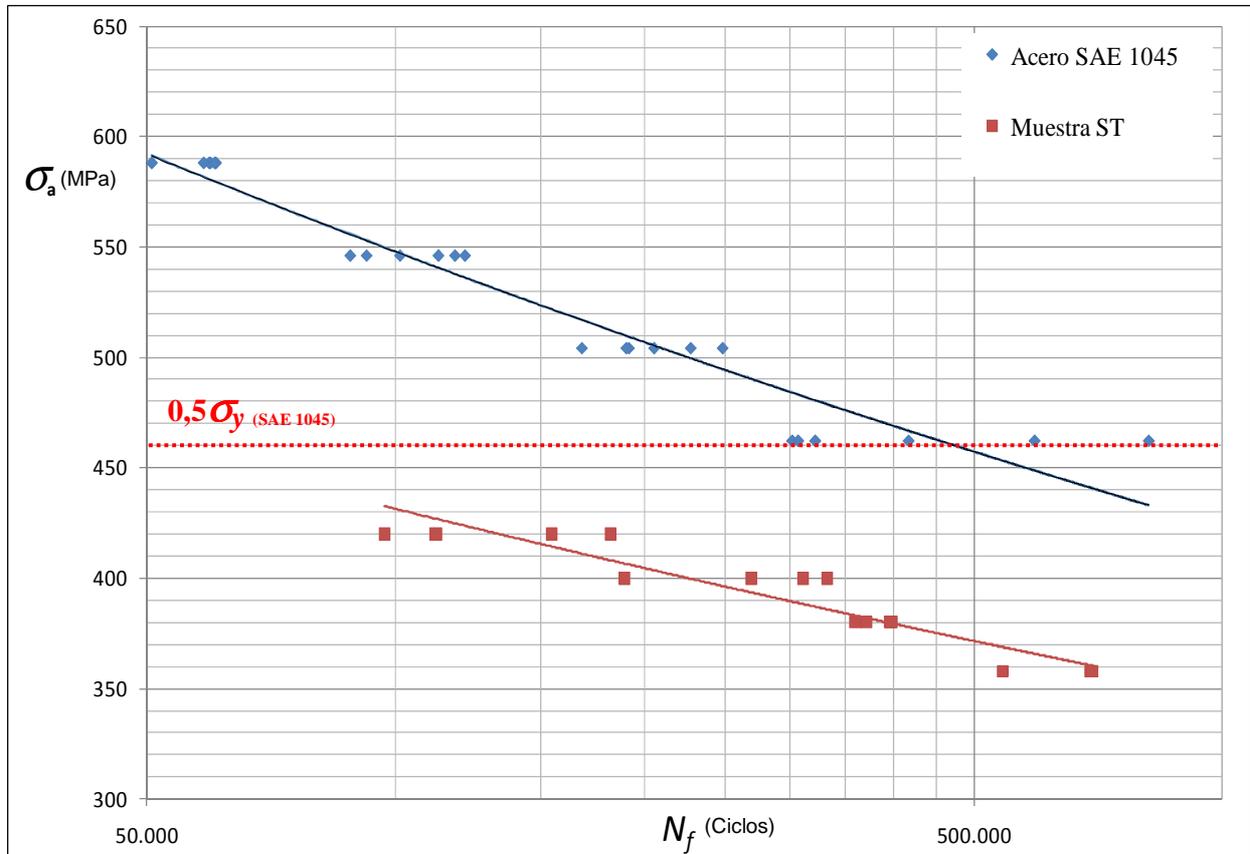
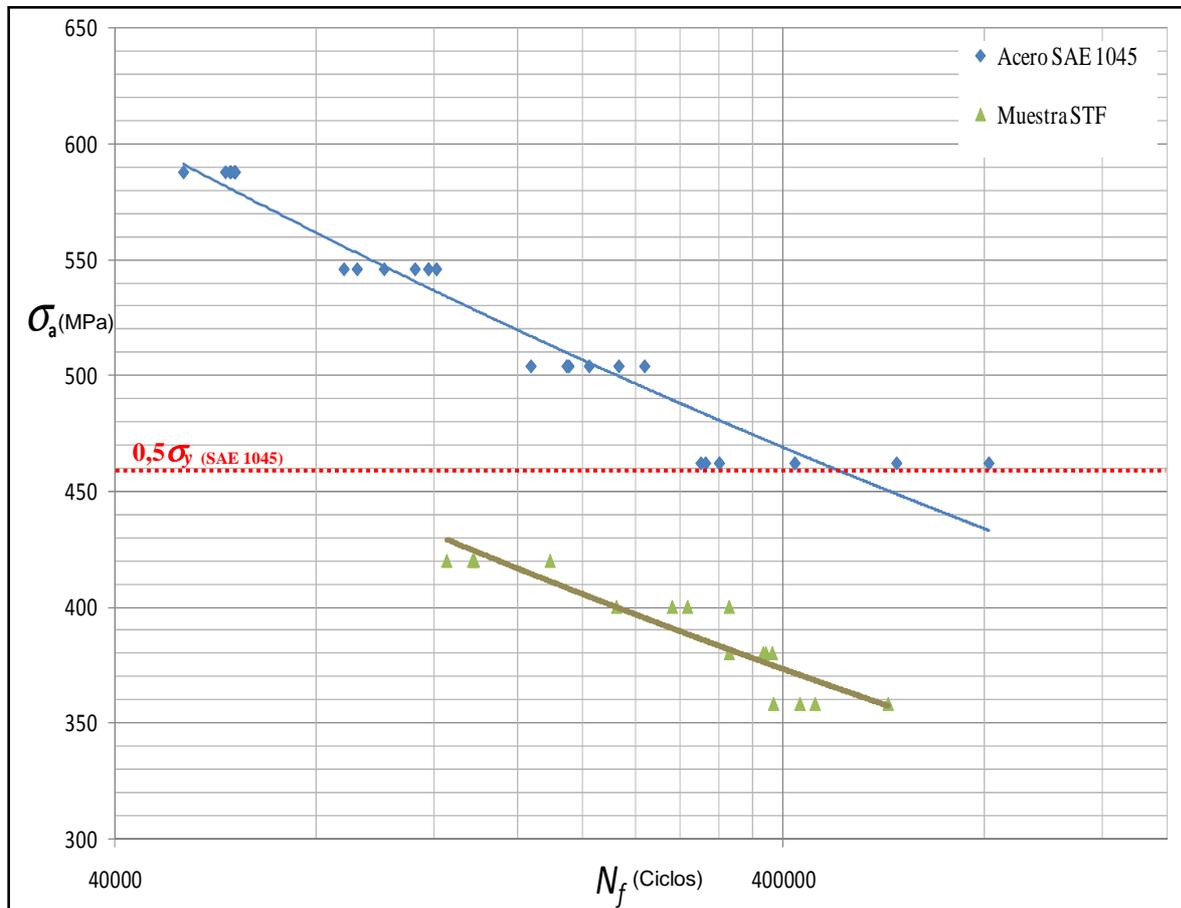
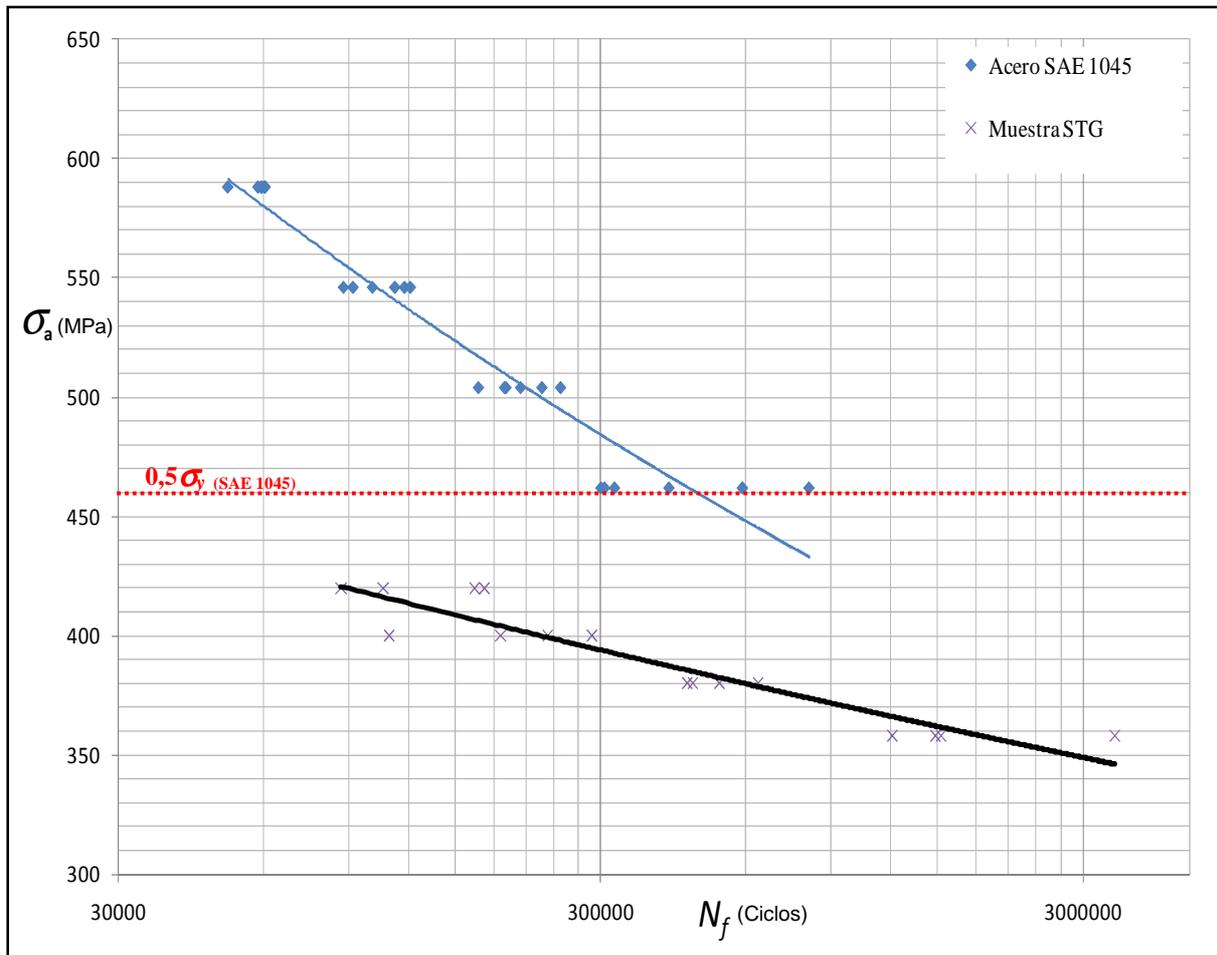


Figura 5.1. Gráfica comparativa  $\sigma_a-N_f$  entre sistema substrato-recubrimiento con preparación superficial con lija grado 400 (condición ST) y el substrato sin recubrimiento.



**Figura 5.2. Gráfica comparativa  $\sigma_a-N_f$  entre el sistema substrato-recubrimiento con preparación superficial con chorro de alúmina fina (condición STF) y el substrato sin recubrimiento.**



**Figura 5.3. Gráfica comparativa  $\sigma_a-N_f$  entre el sistema substrato-recubrimiento con preparación superficial con chorro de alúmina gruesa (condición STG) y el substrato (Acero SAE 1045) sin recubrimiento.**

Desde un punto de vista estricto, las comparaciones anteriormente realizadas, tendrían validez, solo en el caso de la condición ST, debido a que esta condición presenta un acabado superficial del sustrato similar al acero ensayado sin recubrimiento, mientras que en el caso de las otras condiciones, el acabado superficial del sustrato es muy distinta, por lo que resultaría más adecuado realizar dichas comparaciones utilizando como referencia, la curva de fatiga obtenida para el acero tratado superficialmente con alúmina, este último punto será abordado más adelante.

Otro aspecto que debe ser considerado, es que desde el punto de vista del diseño, los cálculos empleados para estimar el esfuerzo de trabajo en elementos estructurales que están recubiertos, sólo consideran como área de soporte de carga, aquella correspondiente al sustrato [Oliveira *et al.* 2001, Hernández *et al.* 2000]. Desde este punto de vista, la corrección de las diferentes curvas de fatiga obtenidas sin considerar el espesor del recubrimiento, vendría dado por el producto del esfuerzo alternante aplicado, considerando el área de la sección transversal total de la probeta, por un factor de corrección (*FC*) igual a:

$$FC = \left[ \frac{D_p}{D_p - 2t} \right]^3 \quad \text{ec. 5.2}$$

Donde  $D_p$  corresponde a la suma del diámetro del sustrato promedio más dos veces el espesor del recubrimiento ( $t$ ) promedio, para cada condición estudiada.

El factor de corrección (*FC*), para cada condición ensayada, se muestra en la Tabla V.3. La estimación de este factor se realizó, tomando en cuenta los valores presentados en las Tablas IV.15 a la IV.17.

**Tabla V.3. Factor de corrección (*FC*) para cada condición ensayada a fatiga**

Condición	<i>FC</i>
ST	1,20
STF	1,22
STG	1,22

Al aplicar el factor de corrección a los resultados obtenidos de los ensayos de fatiga para la condición ST, como se presenta en la Figura 5.4, podemos observar el desplazamiento de la curva de fatiga corregida (curva de trazo discontinuo) por dicho factor hacia arriba en aproximadamente un 20% (Tabla V.4), estando muy cercana a la curva de fatiga del metal base sin recubrir. Esto quiere decir, que el esfuerzo alternante aplicado aumenta, debido a que la sección transversal que soporta el momento flector, establecido durante el ensayo, sería de menor magnitud. Por lo tanto, estos resultados sugieren que la reducción en la resistencia a la fatiga señalada anteriormente para la condición ST, pudiera considerarse como aparente, debido a que el factor de corrección, que en promedio está en el orden del 20%, es muy similar con el resultado de pérdida de la resistencia a la fatiga presentado anteriormente (19%), para esta misma condición. Es importante señalar, que en el análisis del mecanismo de nucleación y propagación de grietas de fatiga en las muestras ensayadas en condición ST, se observan múltiples inicios de grieta en la periferia de la superficie adyacente a la intercara, las cuales se propagan hacia el interior del acero, tanto para aquellas muestras ensayadas tanto al menor como al mayor esfuerzo alternante aplicado (Figuras 4.20 y 4.29), además, se observó delaminación del recubrimiento, siendo más severa a altos esfuerzos. Esto es muy interesante, debido a que para esta condición no están involucradas las partículas de alúmina retenidas en la superficie del substrato ni una elevada rugosidad. En este caso, pareciera que el factor determinante es la adherencia del substrato al recubrimiento, debido que al desprenderse el recubrimiento, produce un alivio de las tensiones producidas por el proceso de deposición del mismo sobre el substrato, dando como resultado que solamente el acero es quien actúa como soporte de carga, corroborando el comportamiento observado en las curvas de fatiga [Watanabe *et al.*1998].

En relación con el comportamiento a la fatiga de las probetas recubiertas cuya preparación previa del substrato fue realizada con granalla de alúmina, condiciones STF y STG, en la Figuras 5.5 y 5.6, se presentan para cada condición, las curvas correspondientes al substrato granallado con alúmina, la curva del acero recubierto y su correspondiente curva corregida, para la cual se tomó en consideración el factor de corrección correspondiente presentado en la Tabla V.3. En dichas Figuras, podemos observar que tanto la curva corregida como sin corrección, están ubicadas por encima de la curva correspondiente al metal base granallado (acero<sub>STG</sub>), lo cual indicaría que el desempeño a la fatiga del sistema recubierto es mejor que en la condición del acero granallado, lo cual implicaría que el recubrimiento tiene un efecto benéfico. Cabe destacar,

que a partir del estudio de la superficies de fractura de las probetas ensayadas en condición STF y STG, aunque se observaron múltiples inicio de grieta en la superficie del acero adyacente a la intercara substrato-recubrimiento, también es cierto que no se observó la presencia de grietas primarias a lo largo del espesor del recubrimiento, lo cual de alguna manera indicaría que el recubrimiento conserva su integridad durante en el ensayo, con lo que se corroboraría el efecto benéfico del recubrimiento.

Como hemos hecho anteriormente al calcular la pérdida de la resistencia a la fatiga, el efecto benéfico del recubrimiento también puede ser cuantificado para cada condición de preparación superficial del substrato con granalla de alúmina, tanto para las curvas corregidas como sin corrección, con respecto a la curva de fatiga del acero granallado sin recubrimiento. Empleando los coeficientes de la ecuación de Basquin que describen el comportamiento a la fatiga de cada curva en condición STF y STG, mediante la expresión presentada en la ecuación 5.3, de manera tal de calcular el porcentaje de aumento de resistencia a la fatiga (%ARF).

(ec. 5.3)

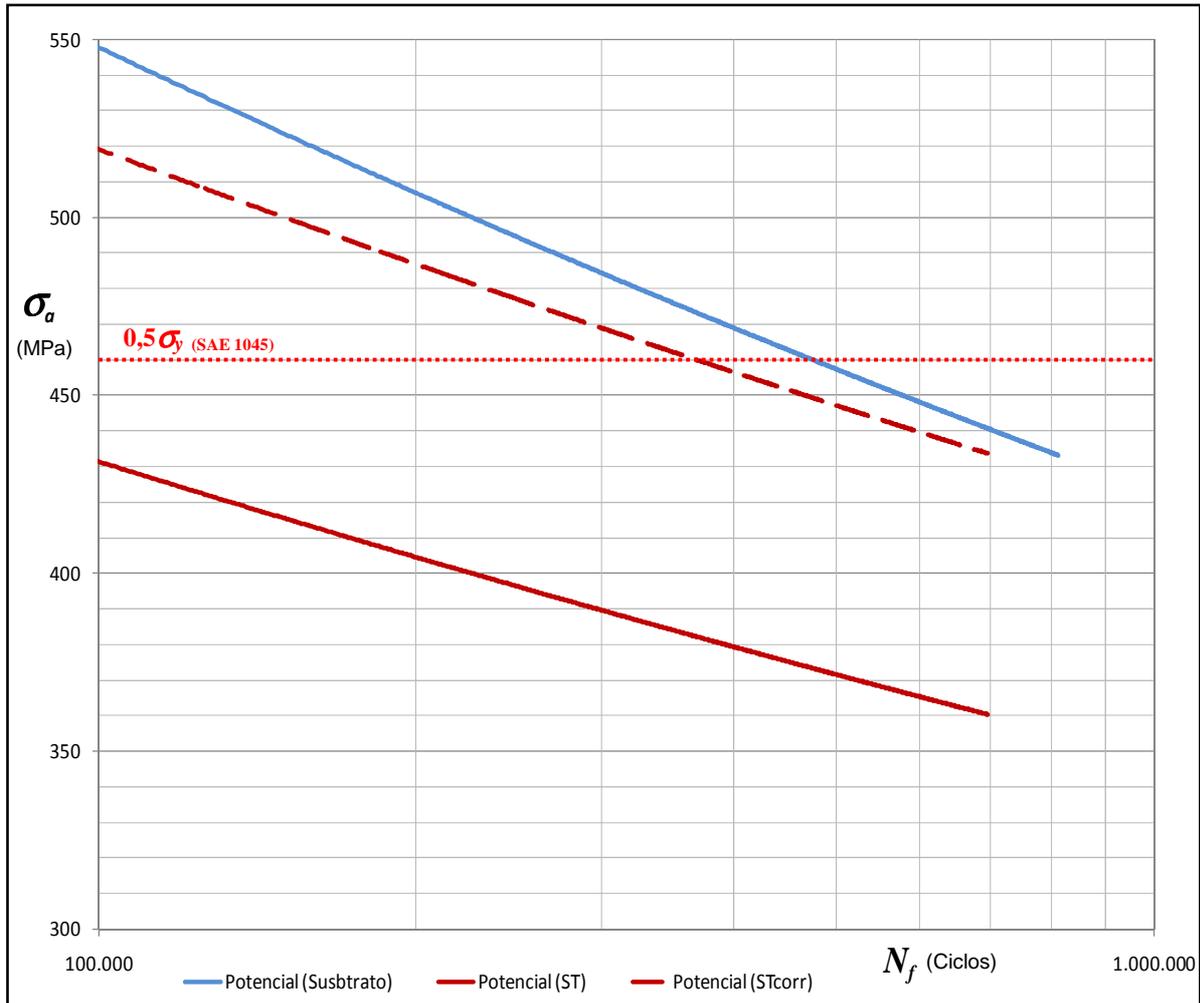
$$\%ARF = \frac{\sigma_{conjunto} - \sigma_{acero\ STG}}{\sigma_{acero\ STG}} \times 100\%$$

Donde  $\sigma_{conjunto}$  representa el esfuerzo alternante del sistema en condiciones STF y STG, ya sea sin corrección o corregida, mientras que  $\sigma_{acero\ STG}$  representan el esfuerzo alternante del acero granallado, calculados de acuerdo a la ecuación de Basquin (ec. 3.2), para un número de ciclos a falla dado.

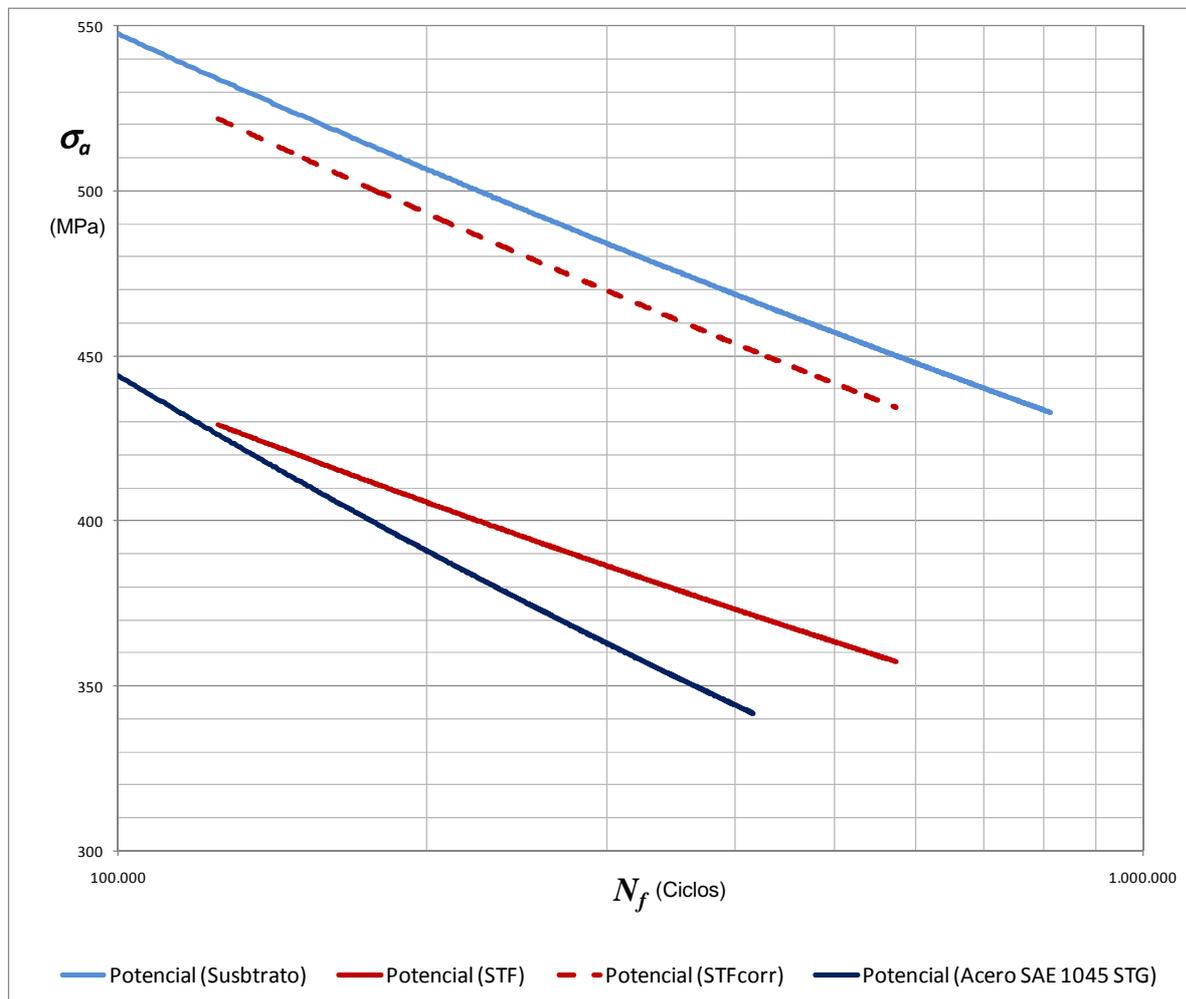
**Tabla V.4. Aumento absoluto (MPa) y Porcentaje de aumento de resistencia a la fatiga (%ARF) en función del número de ciclos a falla para las probetas recubiertas por proyección térmica en condición STF y STG con respecto al acero granallado con alúmina sin recubrir**

Condición	$N_f$ (ciclos)			
	100.000	400.000	600.000	1.000.000
<b>STF</b>	-22(-5)	13(4)	20(6)	29(9)
<b>STF<sub>corr</sub></b>	75(16)	95(26)	99(29)	103(33)
<b>STG</b>	-35 (-7)	39 (11)	57 (17)	76(25)
<b>STG<sub>corr</sub></b>	60 (13)	128 (35)	143 (43)	161 (52)

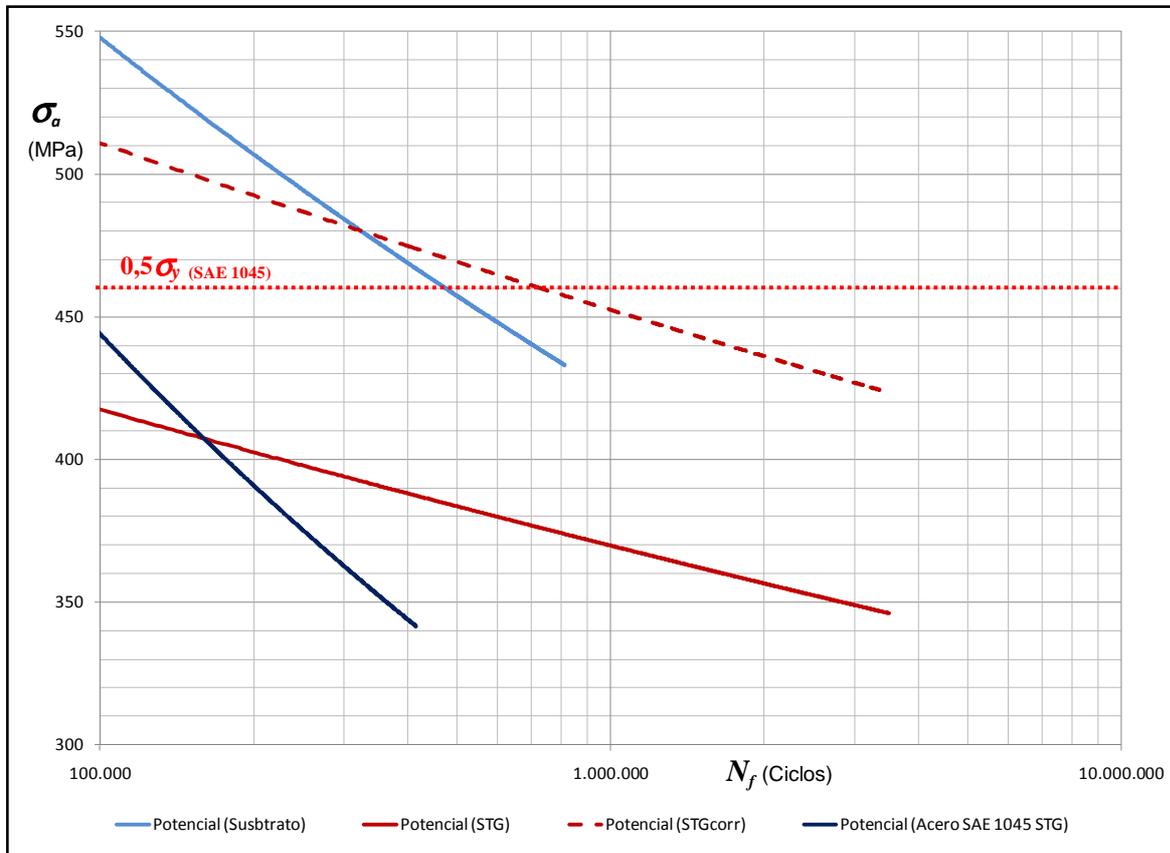
( ) Porcentaje de Aumento de Resistencia a la Fatiga



**Figura 5.4. Gráfica comparativa  $\sigma_a-N_f$  entre el sistema sustrato-recubrimiento con preparación superficial lija grado 400 (condición ST), su correspondiente curva corregida y el sustrato (Acero SAE 1045) sin recubrimiento.**



**Figura 5.5. Gráfica comparativa  $\sigma_a-N_f$  entre el sistema substrato-recubrimiento con preparación superficial con chorro de alúmina gruesa (condición STF), su correspondiente curva corregida y el substrato (Acero SAE 1045) tratado superficialmente con alúmina sin recubrimiento.**



**Figura 5.6. Gráfica comparativa  $\sigma_a-N_f$  entre el sistema sustrato-recubrimiento con preparación superficial con chorro de alúmina gruesa (condición STG), su correspondiente curva corregida y el sustrato (Acero SAE 1045) tratado superficialmente con alúmina sin recubrimiento.**

Por otro lado, en cuanto a la simulación mediante el Método de Elemento Finito (MEF), existen algunos aspectos que deben ser tratados: En primer lugar, se trata de un modelo geométrico y no la solución aproximada a la ecuación matemática que gobierna el fenómeno. La realización del proceso de simulación fue presentado como un ejercicio que permitiese visualizar lo observado experimentalmente, particularmente en lo concerniente a los resultados obtenidos de los ensayos de fatiga de las probetas recubiertas en condición de preparación superficial del sustrato con lija grado 400, es decir en condición ST. Esto debido a que para la simulación mediante MEF, no se consideraron los efectos producidos por concentradores de esfuerzos en la superficie del acero adyacente a la intercara sustrato-recubrimiento; como por ejemplo: partículas de alúmina retenidas en el acero, los esfuerzos residuales producto del proceso de granallado con alúmina, ni los esfuerzos residuales producto del impacto de las partículas (WC-Co-Cr) en el proceso de deposición del recubrimiento por proyección térmica HVOF.

Además, las observaciones realizadas a las superficies de fractura de las muestras ensayadas, particularmente las observaciones de las secciones transversales, mostraron una severa delaminación del depósito, lo que permitió asumir las condiciones empleadas en la simulación. Esto nos lleva al segundo aspecto a considerar, la selección de las condiciones de adherencia asumidas en el modelo para definir las condiciones de unión entre el sustrato y el acero. Particularmente, es importante considerar la condición que asume la existencia de “microdeslizamientos” entre los dos materiales en contacto ya que ésta permitió adaptar la simulación a las observaciones experimentales realizadas. Es importante señalar que aunque no existen evidencias experimentales que apoyen la suposición realizada, las condiciones de adherencia obtenidas entre el sustrato y el recubrimiento para la condición ST, permiten especular sobre la posible existencia de un mecanismo de “microdeslizamiento” entre ambos materiales.

De esta forma, tomando en consideración que las curvas corregidas son las que representan de forma real el comportamiento a la fatiga de las muestras en condición ST, en la Tabla V.5, se presentan cinco valores calculados numéricamente, del número de ciclos a falla ( $N_f$ ), de forma que sus correspondientes valores de esfuerzo alternante ( $\sigma_a$ ), estén dentro del intervalo de valores que se aplicaron en los ensayos.

**Tabla V.5. Valores calculados numéricamente del número de ciclos a falla ( $N_f$ ) y sus correspondientes valores de esfuerzo alternante ( $\sigma_a$ ), condición ST corregida**

$N_f$ [ciclos]	$\sigma_a$ [MPa]
115.000	512
210.000	485
350.000	462
480.000	449
760.000	430

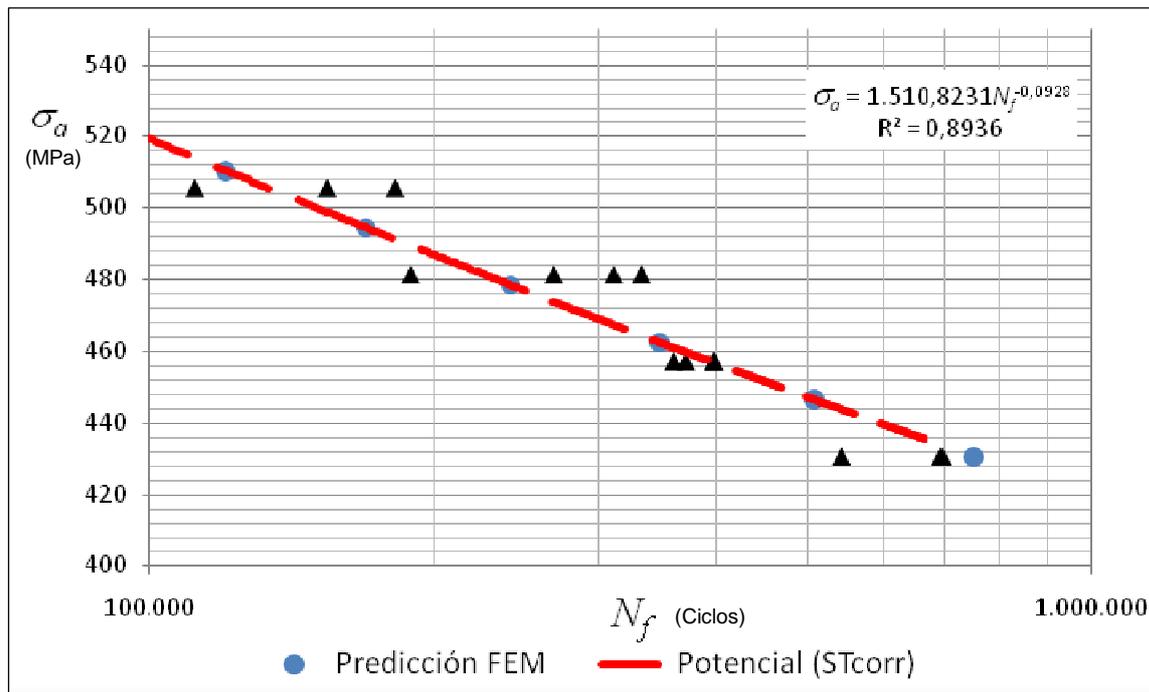
$$\sigma_a = 1.510,82N_f^{-0,093}$$

Los valores de la Tabla V.4 se utilizaron como propiedad del acero en el programa MEF, por lo que fue posible calcular nuevamente la vida a fatiga para la probeta simplificada (media probeta), en un intervalo de momentos flectores que satisfacen la ecuación de Basquin correspondiente a la curva de fatiga de las probetas en condición ST. Los resultados se muestran en Tabla V.6.

**Tabla V.6. Intervalo de valores de Momento flector empleados en la simulación de la vida en fatiga de las probeta en condición ST**

Simulación Probetas ST Momento flector $M_f$ [N.mm]	Máximo esfuerzo alternante acero SAE 1045 [MPa]	Máximo esfuerzo alternante WC-Co-Cr [MPa]	Vida a fatiga [ciclos]
13,5	430	410	7,52E+05
14,0	446	425	5,08E+05
14,5	462	441	3,48E+05
15,0	478	456	2,42E+05
15,5	494	471	1,70E+05
16,0	510	486	1,20E+05

En la Figura V.7, se presenta la curva de fatiga corregida para la condición ST (triángulos negros), así como la predicción de falla por fatiga obtenida por MEF (puntos azules), coincidentes con la curva experimental.



**Figura 5.7. Curva de fatiga corregida para la condición ST y los valores obtenidos mediante el Método de Elemento Finito (MEF).**

Es importante considerar que la coincidencia entre la curva experimental corregida y la predicha por el modelo, ilustradas en la Figura 5.7, podría probablemente atribuirse a una consecuencia que el código ANSYS fue alimentado con los valores experimentales  $\sigma$  vs  $N$  del acero AISI 1045 empleado como substrato, ya que estos son parte de los datos que deben ingresarse al código para realizar el cálculo. Además, es importante enfatizar que el modelo geométrico planteado no posee las mismas condiciones que el modelo real, debido a que no se ha incorporado la naturaleza estadística propia de un ensayo de fatiga. También es necesario tomar en consideración, la existencia de una grieta de tamaño crítico en la intercara substrato-recubrimiento, la cual crece en el substrato en cada ciclo de aplicación de carga siguiendo la ley de Paris-Erdogan. Sí se conoce el estado de esfuerzos en la punta de grieta, por ejemplo mediante la suposición que esta posee una forma elíptica, a partir de las constantes involucradas en dicha ecuación es posible calcular el avance de la grieta en cada ciclo de esfuerzo, así como el consumo de la sección transversal de la muestra. Un criterio de falla admisible podría ser en este caso el

número de ciclos para el cual el esfuerzo alternante aplicado alcanza el esfuerzo real a carga máxima, el cual se conoce de la evaluación de las propiedades estáticas del acero. Otro criterio pudiera ser la comparación del factor de intensidad de esfuerzos en la punta de la grieta con la tenacidad de fractura del acero base. En cualquier caso, la comparación del número de ciclos calculados de esta manera con el número de ciclos a falla observado experimentalmente, permitiría hacer predicciones en torno al tamaño de las grietas presente inicialmente en la intercara.

## **CAPÍTULO VI**

### **CONCLUSIONES**

La presente investigación ha permitido evaluar el efecto de la rugosidad superficial sobre el comportamiento mecánico de los recubrimientos de WC-10%Co-4%Cr, depositados sobre un acero SAE 1045, empleando la técnica de proyección térmica oxígeno-combustible de alta velocidad (HVOF), estableciéndose las siguientes correlaciones entre el tratamiento superficial del sustrato, características microestructurales y propiedades mecánicas del depósito:

1. Se determinó, que independientemente de la preparación superficial de sustrato previo al proceso de deposición, los recubrimientos WC-10Co-4Cr no causan una disminución apreciable en las propiedades en fatiga del material utilizado como sustrato. Esto claramente valida el uso de este recubrimiento como un excelente sustituto de los recubrimientos de Cromo duro.
2. Se validó el método de determinación del módulo elástico mediante ultrasonido, siendo los valores obtenidos de 206 GPa para el acero y de 242 GPa para el recubrimiento. Estos valores concuerdan con aquellos obtenidos mediante indentación instrumentada, reportados en la literatura.
3. En cuanto al estudio fractográfico de las superficies de fractura, se encontró que el mecanismo de falla por fatiga en las probetas ensayadas en condición ST, puede asociarse a una baja adherencia del recubrimiento. Mientras que para las condiciones STF y STG, la falla está asociada a la presencia de partículas de alúmina retenidas en la superficie del acero, producto de la preparación superficial con chorro de alúmina, las cuales actuaron con concentradores de tensiones, favoreciendo el inicio y propagación de grietas de fatiga.
4. El recubrimiento WC-Co-Cr presentó un valor de dureza absoluta en su superficie de 12,3 GPa, la cual se verificó mediante el modelo de Thomas que no está influenciada por el sustrato.

5. El valor del esfuerzo de fluencia ( $\sigma_y$ ) del recubrimiento WC-Co-Cr es de 4,1 GPa, el cual fue determinado mediante la relación de Tabor.
6. El acero SAE 1045 presentó un valor de dureza Vickers en su sección transversal de 3,1 GPa, mientras que el recubrimiento presentó un valor de 11,4 GPa. Esta gran diferencia en los valores, se debe a que la dureza en los recubrimientos WC-Co-Cr depende principalmente de la fase dura de WC.
7. Se determinó la “Dureza aparente” en la intercara (HVap), para comparar la adherencia del recubrimiento, obtenida debido a las tres condiciones de preparación superficial del sustrato. Donde los valores obtenidos fueron de 3,8 GPa, 5,2 GPa y 7,1GPa, para las condiciones ST, STF y STG, respectivamente.
8. Mediante los dos procedimientos de preparación superficial del sustrato, se logró obtener tres valores de rugosidad aparente (Ra) del acero previo al proceso de deposición; 0,08, 9,40 y 9,99 mm, para las condiciones ST, STF y STG respectivamente.
9. Los recubrimientos de WC-10Co-4Cr, presentaron un espesor promedio de 200 mm, con una morfología uniforme, densa y una rugosidad aparente (Ra) de 7,51 mm.
10. Se pudo observar mediante difracción de rayos X, que la descarburización y disolución de carburos durante la deposición los recubrimientos, fue moderada.
11. En cuanto al proceso de simulación mediante el Método de Elemento Finito (MEF), éste se empleó como una forma de visualizar el estado de esfuerzos durante la aplicación de cargas cíclicas, para las probetas ensayadas en condición ST.
12. Para las condiciones STF y STG, no es posible aplicar el modelo desarrollado por MEF, debido a que éste no toma en consideración los esfuerzos residuales producto del impacto de las partículas de alúmina, ni el efecto de concentrador de tensiones de las partículas de alúmina retenidas en la superficie del sustrato.

## **CAPÍTULO VII**

### **PERSPECTIVAS**

1. Se deben realizar ensayos de fatiga en materiales recubiertos, con preparación superficial del substrato, donde se logre aplicar un método con que se obtengan perfiles de rugosidad minimizando la presencia de alúmina retenida.
2. Tratar de determinar el módulo de elasticidad en la dirección longitudinal del recubrimiento, mediante técnicas ultrasónicas no convencionales.
3. Realizar ensayos de fatiga en muestras recubiertas, tratando de reducir la rugosidad superficial del depósito, minimizando la introducción de esfuerzos residuales, de forma de poder observar agrietamiento superficial, si existiese.
4. Desarrollar un modelo mediante MEF a partir del presentado, donde se consideren los efectos de concentrador de tensiones del granallado, de las partículas retenidas, y que sea capaz considerar la existencia de una grieta de tamaño crítico en la intercara substrato-recubrimiento.

## CAPÍTULO VIII

### REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Akebono H., Komotori J., Shimizu M. “Effect of coating microstructure on the fatigue properties of steel thermally sprayed with Ni-based self-fluxing alloy”. *International Journal of Fatigue*. Vol. 30, 2008, 814-821.
- Al-Anazi M., Hashmi M.S.J., Yilbas B.S. “High-velocity oxy-fuel thermally sprayed CoNiCrAlY coatings on Ti-6Al-4V alloy: high cycle fatigue properties of coating”. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*. Vol. 221, No. 4, 2007, 647-654.
- Al-Fadhli H.Y., Stokes J., Hashmi M.S.J., Yilbas B.S. “HVOF coating of welded surfaces: Fatigue and corrosion behaviour of stainless steel coated with Inconel-625 alloy”. *Surface & Coatings Technology*. 200 (2006), 4904 – 4908.
- ANSYS. Release 11.0 Documentation for ANSYS. Theory Reference, Chapter 17, Analysis Procedures. (2007). (a)
- Bansal P., Shipway P.H., Leen S.B. “Residual stresses in high-velocity oxy-fuel thermally sprayed coatings – Modelling the effect of particle velocity and temperature during the spraying process”. *Acta Materialia*. 55 (2007), 5089–5101.
- Bansal P., Shipway P.H., Leen S.B. “Residual stresses in high velocity oxy-fuel thermally sprayed coatings – Modelling the effect of particle velocity and temperature during the spraying process”. *Acta Materialia*. 55 (2007), 5089-5101.
- Bansal P., Shipway P.H., Leen S.B. “Finite element modelling of the fracture behaviour of brittle coatings”. *Surface & Coatings Technology*. 200 (2006), 5318 – 5327. (a)
- Bansal P., Shipway P.H., Leen S.B., Driver L.C. “Experimental validation of FE predicted fracture behavior in thermally sprayed coatings”. *Materials Science and Technology*. A 430 (2006), 104-112. (b)
- Baragetti S., Tordini F. “Fatigue resistance of PECVD coated steel alloy”. *International Journal of Fatigue*. 29 (2007), 1832–1838. (a)
- Baragetti S. “Fatigue resistance of steel and titanium PVD coated spur gears”. *International Journal of Fatigue*. 29 (2007), 1893–1903. (b)

- Baragetti S., La Vecchia G.M., Terranova A. "Variables affecting the fatigue resistance of PVD-coated components". *International Journal of Fatigue*. 27 (2005), 1541–1550.
- Baragetti S., La Vecchia G.M., Terranova A. "Fatigue behavior and FEM modeling of thin-coated components". *International Journal of Fatigue*. 25 (2003), 1229–1238.
- Baragetti S., La Vecchia G.M., Terranova A. "Analysis of fatigue behavior in nickel-plated components". *International Journal of Fatigue*. 23 (2001), S395–S404.
- Berger L.-M., Saaro S., Naumann T., Wiener M. Weihnacht V, Thiele S., Suchánek J. "Microstructure and properties of HVOF-sprayed chromium alloyed WC–Co and WC–Ni coatings". *Surface & Coatings Technology*. 202 (2008), 4417–4421.
- Berndt C.C., Link K. "Measurement of adhesion for thermally sprayed materials". *Journal Adhesion Science Technology*. 7, 12(1993). 1235-1264.
- Bolelli G., Lusvarghi L., Varis T., Turunen E., Leoni M., Scardi P., Azanza-Ricardo C.L., Barletta M. "Residual stresses in HVOF-sprayed ceramic coatings". *Surface & Coatings Technology*. 202 (2008), 4810–4819.
- Bolelli G., Lusvarghi L., Barletta M. "Heat treatment effects on the corrosion resistance of some HVOF-sprayed metal alloy coatings". *Surface & Coatings Technology*. 202 (2008), 4839–4847.
- Bansal P., Shipway P.H., Leen S.B. "Residual stresses in high-velocity oxy-fuel thermally sprayed coatings – Modelling the effect of particle velocity and temperature during the spraying process". *Acta Materialia*. 55 (2007), 5089–5101.
- Bansal P., Shipway P.H., Leen S.B., Driver L.C. "Experimental validation of FE predicted fracture behavior in thermally sprayed coatings". *Materials Science and Engineering*. A430 (2006), 104-112.
- Bansal P., Shipway P.H., Leen S.B., Driver L.C. "Finite element modeling of the fracture behavior brittle coatings". *Surface & Coatings Technology*. 200 (2006), 5318–5327.
- Basaran C., Jiang J. "Measuring intrinsic elastic modulus of Pb/Sn solder alloys". *Mechanics of Materials*. 34 (2002), 349–362.
- Boudi A.A., Hashmi M.S.J., Yilbas B.S. "Fatigue testing of Inconel-625 coatings on carbon and stainless steel after one and three weeks of exposure to aqueous electrolytic solution". *Industrial Lubrication and Tribology*. Vol. 60, No. 1, 2008, 24-30.

- Buffoli A., Pesetti M., in: C. C. Berndt, S. Sampath (Eds.), Proc. 8th Nat. Thermal Spray Conf.: Thermal Spray Science and Technology. ASM International, Materials Park, OH, USA, 1995, 671.
- Carvalho A.L.M., Voorwald H.J.C. "Influence of shot peening and hard chromium electroplating on the fatigue strength of 7050-T7451 aluminum alloy. International Journal of Fatigue". Vol. 29, 2007, 1282-1291.
- Clare J.D. "Surface Engineering". ASM International Handbook, 5, (1994). 361-374.
- Chalker P.R., Bull S.J., Rickerby D.S. "A review of the methods for the evaluation of coating-substrate adhesion". Materials Science and Engineering. A 140, (1991). 583-592.
- Chicot D., Araujo P., Horny N., Tricoteaux A., Lesaje J. "Application of the interfacial indentation test for adhesion toughness determination". Surface & Coatings Technology. 200 (2005), 174-177.
- Chicot D., Démarécaux P., Lesaje J. "Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation test". Thin Solid Films. 283 (1996), 151-157.
- Chivavibul P., Watanabe M., Kuroda S., Shinoda K. "Effects of carbide size and Co content on the microstructure and mechanical properties of HVOF-sprayed WC-Co coatings". Surface & Coatings Technology. 202 (2007), 509-521.
- Christoulis D.K., Pantelis D.I., Dave-Fabrègue N., Borit F., Guipont V., Jeandin M. "Effect of substrate temperature and roughness on the solidification of copper plasma sprayed droplets". Materials Science and Engineering. A 485 (2008), 119-129.
- Choulier D. "Contribution à l'étude de l'adhérence de revêtements projetés à la torche à plasma". PhD thesis, Université de Technologie de Compiègne, (1989). Francia.
- De Camargo J.A.M., Cornelis H.J., Voorwald M.O., Cioffi H., Yoshikawa M., Costa P. "Coating residual stress effects on fatigue performance of 7050-T7451 aluminum alloy". Surface & Coatings Technology. 201 (2007), 9448-9455.
- Démarecaux P., Chicot D., Lesaje J. "Interface indentation test for the determination of adhesive properties of thermal sprayed coatings. Journal Material Science Letters. 15, (1996), 1377.
- Dent A.H., Horlock A.J., McCartney D.G., Harris S.J. "Microstructure formation in high velocity oxy-fuel thermally sprayed Ni-Cr-Mo-B alloys". Materials Science and Engineering. A283 (2000), 242-250.

- Dongmo E., Wenzelburger M., Gadow R. “Analysis and optimization of the HVOF process by combined experimental and numerical approaches”. *Surface & Coatings Technology*. 202 (2008), 4470–4478.
- Evans A.G., Hutchinson J.W., Wei Y. “Interface adhesion: Effects of plasticity and segregation”. *Acta Metallurgical*. 47, 15, (1999). 4093-4113.
- Fukanuma, H., Ohmori, A., “Behavior of Molten Droplets Impinging on Flat Surfaces”, *Proceedings of the 7th National Thermal Spray Conference, Boston, (1994), 563-568.*
- Factor M., Roman I. “Vickers microindentation of WC-12%Co thermal spray coating Part 2: the between-operator reproducibility limits of microhardness measurement and alternative approaches to quantifying hardness of cemented-carbide thermal spray coatings”. *Surface and Coatings Technology*. 132 (2000), 65-75.
- Fagan, M. J., “Finite Element Analysis: Theory and Practice”, John Wiley and Sons, New York, (1992).
- Fredy J., Arboleda J.D., Arias J.A., Parra J.E., Vargas F. “Caracterización de polvos para uso como materia prima en recubrimientos depositados mediante rociado térmico”. *Scientia et Técnica Año XIII, No. 36, Septiembre 2007, 199-204.*
- Ghafouri-Azar R., Mostaghimi J., Chandra S. “Modeling development of residual stresses in thermal spray coatings”. *Computational Materials Science*. 35 (2006), 13–26.
- Gibbons G. J., Hansell R.G. “Thermal-sprayed coatings on aluminium for mould tool protection and upgrade”. *Journal of Materials Processing Technology*. Volume 204, Issues 1-3, 2008, 184-191.
- Gnaeupel-Herold T., Prask H.J., Barker J., Biancaniello F.S., Jiggetts R.D., Matejcek J. “Microstructure, mechanical properties, and adhesion in IN625 air plasma sprayed coatings”. *Materials Science and Engineering. A* 421 (2006), 77–85.
- Godoy C., Souza E.A., Lima M.M., Batista J.C.A. “Correlation between residual stresses and adhesion of plasma sprayed coatings: effects of a post-annealing treatment”. *Thin Solid Films*. 420 –421 (2002), 438–445.
- Gómez J.M., Guilemany J.M., Barrena M.I., Miguel J.R. Dosta S., Matesanz L. “Estudio de las superficies de fractura de uniones obtenidas mediante soldadura por difusión dinámica de aceros SAE 1045/WC-Co (depositado por HVOF)”. *Anales de Mecánica de la Fractura*. Vol. II (2006), 359-363.

- Gong J., Si W., Guan Z. "Effect of load-dependence of hardness on indentation toughness determination for soda-lime glass". *Journal of Non-Crystalline Solids*. 282 (2001), 325-328.
- Greving D.J., Rybicki E.R., Shadley J.R. "Through-thickness residual stress evaluations for several industrial thermal spray coatings using a modified layer-removal method". *Journal of Thermal Spray Technology*. Vol. 3, No. 4, 1994, 379-388.
- Guilemany J.M., Miguel J.M., Vizcaíno S. "Evaluación de propiedades mecánicas en recubrimientos obtenidos por proyección térmica". VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos, Gandía 2002, 443-450.
- HCAT. Hard Chrome Alternatives Team. "Validation of HVOF Thermal Spray Coatings as Replacements for Hard Chrome Plating On Hydraulic/Pneumatic Actuators". August 2, 2004.
- Hadjiyiannis S., Bouzakis K.-D., Asimakopoulos A., Psimolophitis E., Philimis P., Michaelides K., Charalampous N. "Investigation of the mechanical properties and the geometry of imprints made by impact testing for the determination of the fatigue behavior of plasma and HVOF coatings". *Proceedings of the 7th International Conference Coatings in Manufacturing Engineering*, 1-3 October 2008, Chalkidiki, Greece, 247-258.
- Hanlona T., Tabachnikova E.D., Suresha S. "Fatigue behavior of nanocrystalline metals and alloys". *International Journal of Fatigue*. 27 (2005), 1147-1158.
- Hanson T. C., Hackett C. M., Settles G. S. "Independent control of HVOF particle velocity and temperature". *Journal of Thermal Spray Technology*. Vol. 11, No. 1, 2002, 75-85.
- Hernandez L., Berrios J. A., Villalobos C., Pertuz A., Puchi-Cabrera E.S. "Fatigue properties of a 4340 steel coated with a Colmonoy 88 deposit applied by high-velocity oxygen fuel". *Surface and Coatings Technology*. Vol. 133-134, 2000, 68-77.
- Higuera-Hidalgo V., Belzunce-Varela J., Carriles-Menéndez A., Poveda-Martínez S. "Experimental study. Effects of Thermal Spray Procedure and Thermal Fatigue on Microstructure and Properties of NiCrAlMoFe Coating". *Surface Engineering*. Vol. 17, No. 6, 2001, 512-517.
- Hivart P., Crampon J. "Interfacial indentation test and adhesive fracture characteristics of plasma spray cermet Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>/Ni-Cr coating". *Mechanics of Materials*. 36, (2007), 998-1005.
- Ibrahim A., Lima R.S., Berndt C.C., Marple B.R. "Fatigue and mechanical properties of nanostructured and conventional titania (TiO<sub>2</sub>) thermal spray coatings". *Surface & Coatings Technology*. 201 (2007), 7589-7596.

- Ibrahim A. Berndt C.C. “Fatigue and deformation of HVOF sprayed WC-Co coatings and hard chrome”. *Material Science and Engineering. A* 456 (2007). 114-119.
- Ivosevic M., Gupta V., Cairncross R. A., Twardowski T. E., Knight R. “Effect of Substrate Roughness on Splating Behavior of HVOF Sprayed Polymer Particles: Modeling and Experiments”. *International Thermal Spray Conference – ITSC-2006*. Seattle, Washington, U.S.A., May 2006.
- Kamnis S., Gu S., Lu T.J., Chen C. “Computational simulation of thermally sprayed WC-Co powder”. *Computational Materials Science*. 43 (2008), 1172-1182.
- Kawakita J., Kuroda S., Kodama T. “Evaluation of through-porosity of HVOF sprayed coating”. *Surface and Coatings Technology*. 166, 1, (2003), 17-23.
- Khaled T. “A look at hard chrome replacement”. Report # ANM-112N-01-02. Lakewood, CA, January 2002, 1-24.
- Knotek O. “Thermal spraying and detonation gun processes in: Handbook of Hard Coating. Deposition Technologies, Properties and Applications”. Edited by Rointan F. Bunshah, University of California, Los Angeles, California. Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey, U.S.A. 2000, 77-107.
- Kruger S., Lévesque D., Bescond C., Lima R., Maple B., Campgne B., Blouin A., Mochalin J.P. “Laser evaluation of thermal spray coatings”. 1st. *International Symposium in Laser Ultrasonics: Science, Technology and Applications*. July 16-18 2008. Montreal, Canada.
- Kulkarni A., Gutleber J., Sampath S., Goland A., Lindquist W.B., Hermana H., Allen A.J., Dowd B. “Studies of the microstructure and properties of dense ceramic coatings produced by high-velocity oxygen-fuel combustion spraying”. *Materials Science and Engineering. A* 369 (2004), 124–137.
- Kuroda S. In: *Thermal Spray: Meeting the Challenges of the 21st Century*. C. Coddet, ed., ASM INTERNATIONAL. Materials Park, OH., 1998, 539-550.
- La Barbera-Sosa J.G., Santana Y.Y., Staia M.H., Chicot D., Lesage J., Caro J., Mesmacque G., Puchi-Cabrera E.S. “Microstructural and mechanical characterization of Ni-base thermalspray coatings deposited by HVOF”. *Surface and Coatings Technology*. Vol. 202, 2008, 4552-4559.
- Lau M.L. y Lavernia E.J. “Thermal spray processing of Nanocrystalline materials in: *Nanostructured Materials, Processing, Properties and Potential Applications*”. Edited by Carl

- C. Koch, North Carolina State University, Raleigh, North Carolina. Noyes Publications, Norwich, New York, USA (2002), 57-72.
- Lascar G. “Mesure du facteur d'intensité critique de contrainte des céramiques par indentation Vickers”. *Journal Physique. IV- 8*, (1998), 267-275.
- Lawn B.R., Marshall D.B. “Hardness, toughness, and brittleness: an indentation analysis”. *Journal America Ceramic Society*. 62, (1979), 347–350.
- Lesage J., Chicot D. “Role of residual stresses on interface toughness of thermally sprayed coatings”. *Thin Solid Films*. 415, 1-2 (2002), 143-150.
- Li Y., Khor K.A. “Mechanical properties of the plasma-sprayed Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / ZrSiO<sub>4</sub> coatings”. *Surface and Coatings Technology*. Vol. 150, 2002, 143-150.
- Lima C.R.C., Guilemany J.M “Adhesion improvements of Thermal Barrier Coatings with HVOF thermally sprayed bond coats”. *Surface & Coatings Technology*. 201 (2007), 4694–4701.
- Lima M.M., Godoy C., Avelar-Batista J.C., Modenesi P.J. “Toughness evaluation of HVOF WC-Co coatings using non-linear regression analysis”. *Materials Science and Engineering*. A357 (2003), 337-345.
- Lou D., Hellman J., Luhulima D., Liimatainen J., Lindroos V.K. “Interactions between tungsten carbide (WC) particulates and metal matrix in WC-reinforced composites”. *Material Science and Engineering*. A 340 (2003). 155-162.
- Mahesh R.A., Jayaganthan R., Prakash S. “Microstructural characterization and hardness evaluation of HVOF sprayed Ni–5Al coatings on Ni- and Fe-based superalloys”. *Journal of Materials Processing Technology*. 209(2009), 3501–3510.
- Mann B.S., Arya V. “HVOF coating and surface treatment for enhancing droplet erosion resistance of steam turbine blades”. *Wear*, 254 (2003), 652-667.
- Marot G., Lesage J., Démarécaux Ph., Hadad M., Siegmans St., Staia M.H. “Interfacial indentation and shear tests to determine the adhesion of thermal spray coatings”. *Surface & Coatings Technology*. 201 (2006), 2080–2085.
- Matejcek J., Sampath S. “Intrinsic residual stresses in single splats produced by thermal spray processes”. *Acta Materialia*. Vol. 49, 2001, 1993-1999.
- McGrann R.T.R., Greving1 D.J., Shadley J.R., Rybicki E.F., Kruecke T.L., Bodger B.E. “The effect of coating residual stress on the fatigue life of thermal spraycoated steel and aluminum”. *Surface and Coatings Technology*. 108–109 (1998), 59–64. (a)

- Mohammadi Z., Ziaei-Moayyed A.A., Sheikh-Mehdi Mesgar A. "Grit blasting of Ti-6Al-4V alloy: Optimization and its effect on adhesion strength of plasma-sprayed hydroxyapatite coatings". *Journal of Materials Processing Technology*. 194 (2007),15–23.
- Moaveni, S., "Finite Element Analysis: Theory and Application with ANSYS", Prentice Hall, New Jersey, (1999).
- Murthy J.K.N., Rao D.S., Venkataraman B. "Effect of grinding on the erosion behavior of a WC-Co-Cr coating deposited by HVOF and detonation gun spray processes". *Wear*. 249 (2001), 592-600.
- Nakamura T., Qian G., Berndt C.C. "Effects of Pores on Mechanical Properties of Plasma-Sprayed Ceramic Coatings". *Journal of the American Ceramic Society*. Vol. 83, No. 3, 2000, 578-584.
- Nascimento M.P., Souza R.C., Pigatin W.L., Voorwald H.J.C. "Effects of surfaces treatments on the fatigue strength of AISI 4340 aeronautical steel". *International Journal of Fatigue*. Vol. 23, 2001, 607-618. (a)
- Nascimento M. P., Souza R.C., Miguel I.M., Pigatin W.L., Voorwald H.J.C. "Effects of tungsten carbide thermal spray coating by HP/HVOF and hard chromium electroplating on AISI 4340 high strength steel". *Surface and Coatings Technology*. Vol. 138, 2001, 113-124. (b)
- Ng H.W., Gan Z. "A finite element analysis technique for predicting as-sprayed residual stresses generated by the plasma spray coating process". *Finite Elements in Analysis and Design*. 41 (2005), 1235–1254.
- Nicoll A.R., Bachmann A., Moens J.R., and Loewe G. "The Application of High Velocity Combustion Spraying", *Proceeding of the International Thermal Spray Conference & Exposition*, Orlando, Florida, USA, 1992. 149-152.
- Ogawa T., Tokaji K., Ejimat T., Kobayashi Y., Harada Y. *Proceeding of the 15th International Thermal Spray Conference*, 25–29 Nice, France (1998), 635–640.
- Oh J., Komotori J., Song J. "Fatigue strength and fracture mechanism of different post-fused thermal spray-coated steels with a Co-based self-fluxing alloy coating". *International Journal of Fatigue*. 30 (2008), 1441–1447.
- Oliveira F., Hernandez L., Berrios J. A., Villalobos C., Pertuz A., Puchi-Cabrera E. S. "Corrosion–fatigue properties of a 4340 steel coated with Colmonoy 88 alloy, applied by HVOF thermal spray". *Surface and Coatings Technology*. Vol. 140, No. 2, 2001, pp. 128-135.

- Padilla K., Velásquez A., Berríos J.A., Puchi Cabrera E.S. “Fatigue behavior of a 4140 steel coated with a NiMoAl deposit applied by HVOF thermal spray”. *Surface and Coatings Technology*. 150 (2002), 151–162.
- Pejryd L., Wigren J., Greving D.J., Shadley J.R., Rybicki E.F. “Residual Stress as a Factor in the Selection of Tungsten Carbide Coatings for a Jet Engine Application”. *Journal of Thermal Spray Technology*. Vol. 4, 1995, 268-274.
- Pina J., Dias A., Lebrun J.L. “Study by X-ray diffraction and mechanical analysis of the residual stress generation during thermal spraying”. *Materials Science and Engineering*. A347 (2003), 21-31.
- Poorna K., Vashista M., Sabiruddin K., Paul S., Bandyopadhyay P.P. “Effects of grit blasting on surface properties of steel substrates”. *Materials and Design*. 30 (2009), 2895–2902.
- Puchi-Cabrera E.S., Staia M.H., Lesage J., Chicot D., La Barbera-Sosa J.G., Ochoa-Pérez E.A. “Fatigue performance of a SAE 1045 steel coated with a Colmonoy 88 alloy deposited by HVOF thermal spraying”. *Surface & Coatings Technology*. 201 (2006), 2038–2045. (a)
- Puchi-Cabrera E.S., Maccio R., Staia M.H. “Fatigue behaviour of 7075-T6 aluminium alloy coated with WC-12Co alloy deposited by plasma spray”. *Surface Engineering*. Vol. 22, No. 4, 2006, 253-262. (b)
- Puchi Cabrera E.S., Berríos-Ortiz J.A., Da-Silva J., Nunes J. “Fatigue behavior of a 4140 steel coated with a Colmonoy 88 alloy applied by HVOF”. *Surface and Coatings Technology*. 172 (2003), 128–138.
- Rhys-Jones T. N. y Cunningham T. P. “The influence of surface coatings on the fatigue behaviour of aero engine materials”. *Surface and Coatings Technology*. Vol. 42, No. 1, 1990, 13-19.
- Ruggiero P. y Froning M. A. “Winning alternative to hard chrome in deep bore applications”. *Advanced Materials & Processes*. August 2006, 60.
- Santana Y.Y., Renault P.O., Sebastiani M., La Barbera J.G., Lesage J., Bemporad E., Le Bourhis E., Puchi-Cabrera E.S., Staia M.H. “Characterization and residual stresses of WC–Co thermally sprayed coatings”. *Surface & Coatings Technology*. 202 (2008), 4560–4565.
- Santana Y.Y., La Barbera J.G., Staia M.H., Lesage J., Puchi-Cabrera E.S., Chicot D., Bemporad E. “Measurement of residual stress in thermal spray coatings by the incremental hole drilling method”. *Surface & Coatings Technology*. 201 (2006), 2092-2098.

- Sarikaya O., E. Celik, Cem Okumus S., Aslanlar S., Anik S. "Effect on residual stresses in plasma sprayed Al-Si/B<sub>4</sub>C composite coatings subjected to thermal shock". *Surface & Coatings Technology*. 200 (2005), 2497– 2503.
- Sartwell B., Legg K. y Sauer J. U.S. Hard Chrome Alternatives Team (HCAT) and Canadian Hard Chrome Alternatives Team (CHCAT). "Validation of WC/Co and WC/CoCr HVOF Thermal Spray Coatings as a Replacement for Hard Chrome Plating On Aircraft Landing Gear". November 21, 2002.
- Shashidhara S.S., Balasubramaniam K., Krishnamurthy C.V., Shankar M. "Ultrasonic goniometry immersion techniques for the measurement of elastic moduli". *Composite Structures* 67 (2005), 3–17.
- Sidhu H.S., B. S. Sidhu B.S., Prakash S. "Mechanical and microstructural properties of HVOF sprayed WC-Co and Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr coatings on the boiler tube steels using LPG as the fuel gas". *Journal of Materials Processing Technology*. 171, (2006), 77–82.
- Souza R.C., Voorwald H.J.C., Cioffi M.O.H. "Fatigue strength of HVOF sprayed Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-25NiCr and WC-10Ni on AISI 4340 steel". *Surface & Coatings Technology*. 203 (2008), 191–198.
- Staia M.H., Ramos E., Carrasquero A., Roman A., Lesage J., Chicot D., Mesmacque G. "Effect of substrate roughness induced by grit blasting upon adhesion of WC-17% Co thermal sprayed coatings". *Thin Solid Films*. 377-378, (2000), 657-664.
- Steffens, H. D. and Gramlich, M., "FEM-Analysis of Plasma Sprayed Thermal Barrier Coatings", *Proceedings of 13th International Thermal Spray Conference, Florida, USA, (1992), 531-536*
- Stewart S., Ahmed R. "Rolling contact fatigue of surface coatings—a review". *Wear*. 253 (2002), 1132–1144.
- Steward D.A., Shipway P.H., McCarnerney D.G. "Abrasive wear behavior of conventional and nanocomposite HVOF-sprayed WC-Co coatings". *Wear*. 225-229 (1999). 789-798.
- Stokes J., Looney L. "Residual stress in HVOF thermally sprayed thick deposits". *Surface & Coatings Technology*. 177-178 (2004), 18-23.
- Stokes J., Looney L. "HVOF system definition to maximise the thickness of formed components". *Proceedings of Advances in Materials and Processing Technologies, Dublin, Ireland (1999), Vol. 2, 775 – 784.*
- Taha Z.Y., Hashmi M.S., Yilbas B.S. "Effect of WC on the residual stress in the laser treated HVOF coating". *Journal of Materials Processing Technology*. 209 (2009), 3172-3181.

- Tipton A. A., in: C. C. Berndt, S. Sampath (Eds.), Proc. 8th Nat. Thermal Spray Conf.: Thermal Spray Science and Technology. ASM International, Materials Park, OH, USA, 1995, 463.
- Toshal K, Lu J., Guelorget B., Nagashima E. “Shot peening and grit blasting-effects on surface integrity”. Proceeding of International Conference on Shot Peening ICSP-9. Paris-Francia. 2005, 4000-405.
- Totemeier T.C., Wright J.K. “Residual stress determination in thermally sprayed coatings—a comparison of curvature models and X-ray techniques”. Surface & Coatings Technology. 200 (2006), 3955 – 3962.
- Totemeier T.C., Wright R.N. y Swank W.D. “Residual Stresses in High-Velocity Oxy-Fuel Metallic Coatings”. Metallurgical and Materials Transactions A. Vol. 35, No. 6, 2004, 1807-1814.
- Varacalle D., Guillen D.P., Deason D.M, Rhodaberger W., Sampson E. “Effect of grit-blasting on substrate roughness and coating adhesion”. Journal of Thermal Spray Technology. Vol. 15, No. 3 (2006), 348-355.
- Voorwald H.J.C., Souza R.C., Pigatin W.L., Cioffi M.O.H. “Evaluation of WC–17Co and WC–10Co–4Cr thermal spray coatings by HVOF on the fatigue and corrosion strength of AISI 4340 steel”. Surface & Coatings Technology. 190 (2005), 155– 164.
- Wang Q., Chen Z.H, Ding Z.X. “Performance of abrasive wear of WC-12Co coatings sprayed by HVOF”. Tribology International. 42 (2009), 1046–1051.
- Watanabe M., Kuroda S., Yokoyama K., Inoue T., Gotoh Y. “Modified tensile adhesion test for evaluation of interfacial toughness of HVOF sprayed coatings”. Surface & Coatings Technology. 202 (2008), 1746–1752.
- Watanabe M., Owada A., Kuroda S., Gotoh Y. “Effect of WC size on the fracture toughness of WC-Co HVOF sprayed coatings”. Surface & Coatings Technology. 201 (2006), 619–627.
- Wenzelburger M., López D., Gadow R. “Methods and application of residual stress analysis on thermally sprayed coatings and layer composites”. Surface and Coatings Technology. 201 (2006), 1995–2001.
- Wenzelburger M., Escribano M., Gadow R. “Modeling of thermally sprayed coatings on light metal substrates: – layer growth and residual stress formation”. Surface and Coatings Technology. 180 –181 (2004), 429–435.

- Wright, J. K., Fincke, J. R., Wright, R. N., Swank, W. D., and Haggard, D. C., "Experimental and Finite Element Investigation of Residual Stress Resulting from the Thermal Spray Process", Proceedings of the 8th National Thermal Spray Conference, Houston, Texas, (1995), 187-192
- Yang Q.Y., Senda T., Ohmori A. "Effect of carbide grain size on microstructure and sliding wear behavior of HVOF-sprayed coatings". *Wear*. 254 (2003), 23-24.
- Yang Z.G., Zhang J.M., Li S.X., Li G.Y., Wang Q.Y., Hui W.J., Weng Y.Q. "On the critical inclusion size of high strength steels under ultra-high cycle fatigue". *Materials Science and Engineering. A* 427 (2006), 167-174.
- Yao Q., Qu J., Wu J., Wong C.P. "Quantitative Characterization of underfill/substrate interfacial toughness enhancement by silane additives". Proceeding of 49th electronic components and technology conference. (1999), San Diego, USA.
- Yilbas B.S., Arif A.F.M. "Residual stress analysis for hvof diamalloy 1005 coating on Ti-6Al-4V alloy". *Surface & Coatings Technology*. 202 (2007), 559-568.
- Zhang D., Harris S.J., McCartney D.G. "Microstructure formation and corrosion behavior in HVOF-sprayed Inconel 625 coatings". *Materials Science and Engineering*. 344 (2003), 45-56.
- Zeng Y., Ding C., Lee S. "Young's modulus and residual stress of plasma-sprayed boron carbide coatings". *Journal of the European Ceramic Society*. 21 (2001), 87-91.