

EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LAS VARIABLES DE PROCESO EN
RECUBRIMIENTOS DEPOSITADOS POR HVOF EN LA RESISTENCIA A LA EROSIÓN
POR PARTÍCULA DURA

KAREN J. GUZMAN DELGADO



UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERIA
ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA
SANTIAGO DE CALI

2019

EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LAS VARIABLES DE PROCESO EN
RECUBRIMIENTOS DEPOSITADOS POR HVOF EN LA RESISTENCIA A LA EROSIÓN
POR PARTÍCULA DURA

Trabajo de grado para optar por el título de ingeniera mecánica

Director:

JHON JAIRO CORONADO MARIN, PhD

Co-directora:

SARA AIDA RODRIGUEZ PULECIO, PhD

UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERIA
ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA
SANTIAGO DE CALI

2019

NOTA DE ACEPTACION

JOHN JAIRO CORONADO
Director del proyecto

SARA AIDA RODRÍGUEZ
Co-Director del proyecto

FERNANDO CASANOVA GARCÍA
Jurado

OSCAR ALEXANDER ZAMBRANO
Jurado

DEDICATORIA

Mi trabajo de grado quiero dedicarlo a mi familia quienes estuvieron durante toda mi formación académica, especialmente a mi madre, padre, hermano, abuela, tía y prima. Ellos son lo máspreciado en mi vida, sin su compañía no hubiera sido posible lograr esta meta porque me dieron la fortaleza, comprensión, consejos, paciencia, amor y apoyo cuando más lo necesitaba.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a Dios por que escuchó mis oraciones durante los momentos más difíciles. Cuando sentía que perdía la esperanza me dio la fuerza, voluntad, confianza y perseverancia necesaria para seguir, su bondad ha sido grande conmigo y este trabajo es nuevamente una demostración de su amor.

A la Universidad de Valle porque fue el lugar donde experimenté situaciones y emociones que forjaron lo que soy actualmente, las cuales me permitieron formarme como una persona y profesional integra.

Quiero agradecer a mis directores Sara Aida Rodríguez y John Jairo Coronado por que tuvieron la disposición, confianza y amabilidad para orientarme de la mejor forma durante la realización del proyecto de grado.

A los jurados por dedicar una parte de su tiempo a revisar y corregir el proyecto con la intención de mejorar su contenido. También por su amabilidad y comprensión durante el proceso.

Al profesor Wilmar Alexander Torres por su compromiso y paciencia en la realización del proyecto.

A la empresa EPSA y a Colciencias por la financiación del proyecto.

Al grupo de investigación GIFS por brindarme su apoyo.

Agradecimiento a mi padre, madre y hermano quienes confiaron en mí, me dieron amor incondicional, fortaleza durante los momentos difíciles e inspiración para seguir. A mi tía, abuela y prima quienes abrieron las puertas de su casa para hospedarme durante mi formación, además de su cariño, comprensión, ayuda y confianza.

Contenido

RESUMEN.....	9
1 INTRODUCCIÓN.....	10
2 OBJETIVOS	12
2.1 Objetivo general	12
2.2 Objetivos específicos.....	12
3 MARCO TEÓRICO	13
4 MATERIALES Y MÉTODOS.....	16
4.1 Recubrimientos.....	16
4.2 Ensayo de erosión por partícula dura	19
4.3 Análisis de las superficies de desgaste	22
5 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	22
5.1 Resistencia a la erosión por partícula dura y análisis estadístico.....	22
5.1.1 Efecto principal tipo de polvo (B)	25
5.1.2 Efecto principal preparación superficial (E).....	26
5.1.3 Efecto espesor (H).....	27
5.1.4 Efecto de interacción de los factores: espesor – flujo de oxígeno (HD) y espesor- razón oxígeno combustible (HC)	28
5.1.5 Efecto de interacción de los factores: espesor - flujo de gas de transporte (HF) 32	
5.2 Selección del recubrimiento.....	33
5.3 Análisis SEM	38
6 CONCLUSIONES	45
7 REFERENCIAS	46
8 ANEXOS	50

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Tribómetro de erosión por partícula dura a) Vista general b) Detalle de la boquilla y ubicación de la probeta.....	21
Figura 2. Pérdida de masa vs tiempo para el tratamiento No 8 en donde la barra de error corresponde al intervalo de confianza al 80%.....	23
Figura 3. Comparación de tasa de erosión entre tratamientos diferenciados por el tipo de polvo, con intervalo de confianza de 95%.....	23
Figura 4 Representación gráfica de los efectos principales (A-G) para la respuesta transformada de Ln (tasa de erosión)	25
Figura 5 Influencia de la interacción HD sobre la respuesta transformada Ln (tasa de erosión)	29
Figura 6 Influencia de la interacción HC sobre la respuesta transformada de Ln (tasa de erosión)	30
Figura 7. Influencia de la interacción HF sobre la respuesta transformada de Ln (tasa de erosión)	32
Figura 8 Patrones de difracción de rayos X para los tratamientos 1, 7 y 12 [5].	35
Figura 9 Correlación Tasa de erosión Vs Dureza del recubrimiento.....	37
Figura 10 Correlación Tasa de erosión Vs Porosidad del recubrimiento	37
Figura 11 Superficie de desgaste del recubrimiento a un ángulo de impacto de 45°: (a) Tratamiento 1 y (b) Tratamiento 8.....	39
Figura 12 Superficie de desgaste del recubrimiento a un ángulo de impacto de 45°: (a) Tratamiento 4 y (b) Tratamiento 14.....	40
Figura 13 Superficie de desgaste del recubrimiento a un ángulo de impacto de 45°: Tratamiento 4	42
Figura 14 Análisis de EDS del tratamiento 14 (recubrimiento)	43
Figura 15 Superficie del recubrimiento depositado con las condiciones del tratamiento 1: (a) sin erosionar y (b) erosionado por partícula dura a 45°	44

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Composición química (wt%) WC-10Co-4Cr y WC-12Co [32][33].....	17
Tabla 2 Distribución de tamaño de partículas de WC-10Co-4Cr y WC-12Co [32][33]	17
Tabla 3 Estructura DOE - Matriz de experimentos	18
Tabla 4 Factores y niveles asociados a los parámetros de rociado	18
Tabla 5 Condiciones de deposición según la matriz de experimentos con los parámetros de estudio.....	19
Tabla 6 Parámetros tribológicos para el ensayo de erosión por partícula dura	22
Tabla 7 Análisis de varianza para modelo lineal ajustado para 7 factores (A-G) y 1 covariable (H)	24
Tabla 8 Niveles de los factores que generan mayor resistencia a la erosión por cavitación y partícula dura.....	33
Tabla 9 Comprobación de la tasa de erosión del acero CA6NM, en la prueba de erosión por Slurry a 90°.....	50
Tabla 10 Propiedades tribológicas y mecánicas para los tratamientos de estudio	50

RESUMEN

En el presente trabajo se evaluó el efecto de las variables de proceso sobre las propiedades mecánicas y tribológicas de los recubrimientos WC-12Co y WC-10Co-4Cr depositados con la técnica de rociado térmico HVOF. Los recubrimientos tipo cermets son ampliamente utilizados por sus excelentes propiedades mecánicas de alta dureza, baja porosidad, buena adherencia y alta resistencia al desgaste; sin embargo, estas propiedades son afectadas desfavorablemente por el estado (temperatura y velocidad) de las partículas durante el rociado. Por esta razón, en un estudio previo realizado por Ojeda, evaluó el efecto de los parámetros de proceso sobre la dureza, porosidad, adherencia y rugosidad con un diseño factorial fraccionado 2^{8-4} , el cual generó 16 tratamientos con combinaciones distintas de los siguientes factores: distancia de rociado (A), tipo de polvo (B), relación O_2/H_2 (C), flujo de oxígeno (D), preparación superficial (E), flujo de gas de transporte (F), velocidad transversal (G) y espesor (H). Continuando con la investigación mencionada, en este trabajo se analizó el efecto de los factores principales e interacción entre factores sobre la resistencia a la erosión por partícula dura, así como su relación con las propiedades mecánicas descritas. Para ello se realizó una prueba de erosión por partícula dura (*Slurry*) manteniendo los mismos parámetros tribológicos para todos los tratamientos, la cual consistió en el impacto de un chorro de agua con partículas de arena sobre el recubrimiento a un ángulo de 45° . Se concluyó que los factores e interacciones más significativos fueron en orden descendente: B, HC, HD, HF, E y H; los cuales tienen una contribución de 58,07% de los resultados.

Palabras clave: Recubrimientos WC-12Co y WC-10Co-4Cr, rociado térmico HVOF, diseño factorial fraccionado, parámetros de proceso, desgaste erosivo por partícula dura, efectos principales.

1 INTRODUCCIÓN

La erosión por partícula dura es un desgaste que genera severos daños superficiales durante el servicio de piezas como paletas guías, alabes de turbina y sellos laberínticos en hidroturbinas, debido al impacto de alta velocidad de partículas duras inmersas en agua [1]. Un método efectivo para mitigar la erosión son los recubrimientos, puesto que logran incrementar la resistencia al desgaste de las superficies y proporcionan protección sin modificar las propiedades de la pieza (sustrato). Los recubrimientos compuestos por carburo de tungsteno (WC) y matriz metálica (Co, Cr y Ni) son ampliamente utilizados por que las partículas de WC proporcionan alta dureza y resistencia al desgaste, mientras que la matriz metálica provee tenacidad al recubrimiento [2].

Una de las técnicas más adecuadas para la deposición de recubrimientos WC-10Co-4Cr y WC-12Co es el proceso de rociado térmico HVOF (*High Velocity Oxy-Fuel*), debido a sus características de alta velocidad y baja temperatura que resultan en mejores propiedades mecánicas [3]. Los recubrimientos obtenidos por la técnica HVOF exhiben alta densidad, adherencia, cohesión y microdureza así como una baja porosidad, debido a la alta velocidad de las partículas en el momento de impactar sobre el sustrato y la baja temperatura que reduce la oxidación, descarburación y descomposición de los recubrimientos.

Sin embargo, el desempeño de los recubrimientos es fuertemente afectado por la estructura depositada después del rociado térmico, por lo tanto optimizar el proceso es indispensable para obtener mayor resistencia al desgaste. Varios autores han evaluado los efectos de los parámetros de proceso y coinciden en que los más significativos son: el flujo de oxígeno, flujo de combustible, tasa de alimentación de polvo y distancia de rociado.

Previamente Ojeda [4] determinó el efecto de los parámetros de proceso de la técnica HVOF sobre la dureza, porosidad, adherencia y rugosidad del recubrimientos WC-10Co-4Cr y WC-12Co. En su estudio se realizó un diseño factorial fraccionado de dos niveles y 8 factores que incluyeron la distancia de rociado (A), tipo de polvo (B), relación O_2/H_2 (C), flujo de oxígeno (D), preparación superficial (E), flujo de gas de transporte (F), velocidad transversal (G) y espesor (H), dando en total 16 tratamientos. Concluyó que los factores C, D y F son representativos para la dureza y estadísticamente significativos para la porosidad, mientras que en la rugosidad no se obtuvieron los efectos de los factores porque no dependía de las variables evaluadas; en la prueba de adherencia no pudieron evaluarse los efectos debido al desempeño del adhesivo que falló a cargas inferiores de lo esperado e impidió obtener la máxima resistencia a la adhesión de los recubrimientos.

Muñoz [5] usando los mismos recubrimientos, evaluó el efecto de los factores mencionados sobre la erosión por cavitación mediante el análisis de varianza (ANOVA), para un modelo lineal ajustado con 7 factores (A-G) y una covariable (H). El efecto de los factores principales y las interacciones entre factores con mayor influencia sobre la tasa máxima de erosión (TME) son en orden descendente: C (21,16%), HG (18,54%), HF (15,23%), HD (11,74%), A (8,10%) y HC (6,45%). De su estudio se concluyó que para tener mejor resistencia a la cavitación se debe mantener H mayor a 243 μm y los niveles de los factores en la siguiente condición: distancia de rociado (260 mm), tipo de polvo (WC-10Co-4Cr), relación O_2/H_2 (0,39), flujo de oxígeno (593,2 SCFH), preparación superficial (5 μm), flujo gas de transporte (20 l/min) y velocidad transversal (1,0 m/s), debido a que esta condición permite un mayor

grado de fundición y velocidad de las partículas que resulta en mejor adhesión, cohesión y dureza del recubrimiento.

Según lo dicho, el presente trabajo tiene por objetivo investigar el efecto de los parámetros de rociado mencionados, en la resistencia a la erosión por partícula dura (*slurry*) de los mismos recubrimientos y su relación con la microestructura, composición y propiedades mecánicas para cada tratamiento, con el fin de seleccionar el más idóneo.

Este proyecto se enmarca en el proyecto de investigación “Diseño integral de estrategias de control de desgaste erosivo en turbinas” desarrollado entre EPSA, COLCIENCIAS y la Universidad del Valle.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo general

Evaluar el efecto de las variables de proceso (de acuerdo con el diseño de experimentos) en las propiedades de recubrimientos depositados por HVOF, ante erosión por partícula dura.

2.2 Objetivos específicos

1. Ajustar y poner a punto el tribómetro de erosión de chorro de agua por medio de pruebas preliminares, para verificar su correcto funcionamiento.
2. Realizar las pruebas de erosión con partículas duras en probetas recubiertas con HVOF, sin modificar el proceso de operación del equipo.
3. Determinar los mecanismos de desgaste respecto al comportamiento de las partículas en cada probeta.
4. Cuantificar y analizar de acuerdo a los parámetros de rugosidad, porosidad, dureza, y la pérdida de masa de los recubrimientos en cada probeta.
5. Seleccionar por medio de comparación, el proceso de recubrimiento HVOF que presenta mejores propiedades ante la erosión de partícula dura.

3 MARCO TEÓRICO

Para mitigar el daño de partes sometidas a desgaste, que reduce el tiempo de vida de los componentes y aumenta los costos de mantenimiento, se han utilizado técnicas como tratamientos químicos y recubrimientos puesto que modifican la microestructura y propiedades a nivel superficial para mejorar la resistencia al desgaste. Los rociados térmicos son ampliamente utilizados para depositar recubrimientos por su versatilidad y buen desempeño ante el desgaste, los cuales se diferencian según el proceso de rociado como *D-gun (Detonation Gun)*, rociado por plasma, HVOF por sus siglas en inglés (*high velocity oxy-fuel flame*), HVAF por sus siglas en inglés (*high velocity air-fuel flame*), y rociado en frío [6], [7], [8].

El rociado térmico HVOF es considerado como uno de los mejores métodos para producir recubrimientos de buena calidad porque presenta alta dureza, baja porosidad y aceptable tenacidad a la fractura, lo cual lo hace ideal para enfrentar ambientes agresivos como la abrasión, erosión y corrosión [2], [9], [10]. En el proceso HVOF una cantidad de partículas en polvo es inyectada en la cámara de combustión donde es calentada y acelerada hacia el sustrato, lo cual construye el recubrimiento por los impactos sucesivos a alta velocidad de la corriente de partículas en estado sólido, semi fundidas o completamente fundidas, seguido de la deformación, enfriamiento rápido y solidificación de la fracción fundida. El recubrimiento se constituye de varias capas conocidas como *splats* formadas por las partículas que se adhieren fuertemente al sustrato y entre ellas mismas a través del recubrimiento [11], [12].

En aplicaciones donde la resistencia a la erosión es fundamental, los polvos WC-Co y WC-Co-Cr son generalmente utilizados por la dureza de los carburos de tungsteno WC y la ductilidad en la matriz Co/ Co-Cr. Para estos tipos de polvos la técnica HVOF es adecuada para depositar los recubrimiento por la alta velocidad de impacto y relativa baja temperatura concedida a las partículas en vuelo que resulta en mejor fuerza de unión, alta densidad, baja porosidad, menor nivel de descomposición y transformación de fases en comparación con otras técnicas de rociado [2], [3], [13].

Según Budinski [14] los principales criterios para seleccionar recubrimientos resistentes al desgaste erosivo son los estructurales (composición, microestructura, porosidad, espesor del recubrimiento), cualitativos (dureza, tenacidad, esfuerzos residuales) y tribológicos (ángulo de impacto, dureza, forma de la partícula erosiva). Comúnmente se buscan recubrimientos con buenas propiedades mecánicas como baja porosidad, alta adhesión al sustrato y bajos esfuerzos residuales; en el proceso HVOF el desempeño del recubrimiento se relaciona con el proceso de degradación del material producto de la exposición térmica, pues la microestructura y propiedades del recubrimiento no solo dependen de la composición de los polvos iniciales, sino también de la transformación de fases que ocurre durante el proceso de rociado térmico [10], [15].

Para diseñar un recubrimiento con propiedades específicas se requiere el entendimiento de las técnicas de rociado, los parámetros de proceso y la relación entre microestructura y propiedades. El desempeño de los recubrimientos rociados por HVOF es fuertemente

afectado por la estructura depositada, que depende del estado físico y químico de las partículas en vuelo al impactar sobre el sustrato como la velocidad, temperatura, grado de fundición y el contenido de oxígeno; mientras que estas mismas variables son dependientes de los parámetros de proceso que incluyen la razón oxígeno/ combustible (O/F), distancia de rociado, tasa de alimentación de polvo y el tamaño de los polvos [16], [17], [18].

El efecto de los parámetros de proceso en las propiedades mecánicas de los recubrimientos ha sido estudiado por varios autores como Murugan *et al.* [16] quienes determinaron que el flujo de oxígeno y de combustible afectan la velocidad y temperatura de las partículas en vuelo. El aumento del flujo de oxígeno mejora la dureza del recubrimiento por que obtiene mayor velocidad, pero un excesivo aumento conduce a minimizar el tiempo de permanencia de la partícula en la llama y afecta el intercambio de calor con la partícula rociada. El incremento del flujo de combustible genera una óptima fundición de las partículas, lo que mejora la compactación del recubrimiento y disminuye la porosidad, mientras que un flujo muy bajo puede generar mayor cantidad de partículas sin fundir o semi fundidas que provocan menor adhesión y cohesión entre partículas lo cual disminuye la dureza. El incremento del flujo total de gas (flujo de oxígeno y flujo de combustible en la cámara de combustión) permite aumentar el aplastamiento de la partícula lo que disminuye la porosidad y aumenta la dureza debido a una mejor compactación durante la construcción del recubrimiento.

Respecto a la tasa de alimentación de polvo, cuando es muy baja se pueden vaporizar y sobre-fundir las partículas resultando en una alta porosidad, mientras que una alta tasa de alimentación puede generar baja fundición de las partículas rociadas lo que aumenta también la porosidad por su bajo aplastamiento. La distancia de rociado se relaciona con la pérdida de energía cinética durante el vuelo de las partículas y la temperatura en el impacto, una distancia corta genera mayor tasa de deposición pero produce una sobre fundición e incremento de oxidación en la deposición, una distancia mayor resulta en menor velocidad y temperatura de las partículas sobre el sustrato lo que disminuye la densidad del recubrimiento y la microdureza [16].

Según Wang *et al.* [17] los parámetros más significativos para la dureza son el flujo de combustible; para la porosidad, es la distancia de rociado; para la tenacidad a la fractura, es el flujo de oxígeno; y para el espesor por pasada, es la tasa de alimentación. Además determinaron que la interacción entre los parámetros de proceso en los recubrimientos WC-12Co depositados por HVOF producen alta microdureza, menor valor de porosidad, baja tenacidad a la fractura y bajo espesor por pasada si se incrementa el flujo de combustible y flujo de oxígeno, al igual que se disminuye la tasa de alimentación y distancia de rociado. Según Wang *et al.* [18] si la razón O/F (oxígeno / combustible) es muy baja, la temperatura no es suficiente para fundir completamente las partículas y no se obtiene alta velocidad en estas mismas debido a la presión de la cámara de combustión, afectando la porosidad y descomposición del recubrimiento. El recubrimiento con alta relación O/F y baja tasa de alimentación muestran alta microdureza y baja porosidad.

La composición del recubrimiento puede cambiar debido a la interacción de la partícula/combustión puesto que las fases que se forman durante el rociado son distintas a las presentes en los polvos iniciales, lo cual afecta la microestructura, propiedades y

resistencia al desgaste de los recubrimientos [10]. Durante el proceso de deposición se generan mecanismos de descarburación como la descomposición térmica de los carburos WC y la disolución de carburos en la matriz aglutinante [19]. Según Karimi *et al.* [20] debido al sobrecalentamiento durante la deposición, una parte de los carburos de tungsteno WC se funden y reaccionan con la matriz metálica para formar carburos ternarios o una mezcla compuesta de W-C-M donde M puede ser Co, Co Cr, Ni; al igual que los granos WC se descarburan permitiendo la aparición de W metálico o carburos secundarios W_2C ; de tal forma que el estado final de los recubrimientos exhibe una composición estructural donde la fase dura se compone principalmente de WC- W_2C , mientras que la aglutinante está formada por una composición nano cristalina incluido W, C y M [21]. También se puede encontrar la presencia de picos de Co, los cuales se atribuyen a un Co amorfo o nano estructurado por el enfriamiento de las láminas [22].

La retención de WC es deseable para mejorar las resistencia al desgaste de los recubrimientos puesto que cuando WC se descompone en la matriz, la fase dura se disuelve y la matriz metálica dúctil se fragiliza; sin embargo, una baja descomposición WC también puede atribuirse a que las partículas no se fundieron completamente, resultando en un recubrimiento con baja cohesión inter laminar [9], [23].

Varios investigadores reportan que los recubrimientos de WC depositados con la técnica de rociado térmico HVOF pueden presentar una baja resistencia al desgaste, principalmente por la variación en la composición química [24]. Cuando se decrece el tamaño de grano WC desde un tamaño micro a un tamaño nano, los granos WC de menor medida experimentan más descarburación durante la preparación del recubrimiento, permitiendo un incremento de la dureza y reduciendo la tenacidad a la fractura del recubrimiento; por lo tanto, el aumento en la dureza del recubrimiento puede relacionarse a la cantidad de fases amorfas duras y frágiles presentes después de la deposición, puesto que las fases en los recubrimientos tiene distintas micro durezas como WC- (2300 Hv) y W_2C (3000 Hv) [15], [25].

Según el estudio de Thakur *et al.* [26] la disminución del tamaño de grano WC de 2-4 μm a 200-500 nm en los recubrimientos WC-10Co-4Cr depositados por HVOF aumenta la microdureza y tenacidad a la fractura, mientras que disminuye la porosidad y rugosidad del recubrimiento, debido a estos resultados el recubrimiento nano estructurado presenta mayor resistencia a la erosión por *slurry*; no obstante, se utilizó un sistema de monitoreo en la temperatura y de la velocidad de las partículas rociadas durante el proceso para controlar los parámetros de rociado con el fin de disminuir la descarburación durante la deposición. Pugsley y Allen [27] estudiaron el comportamiento bajo la prueba de erosión por *Slurry* de cuatro recubrimientos WC-Co con distintos tamaños de grano WC (0,3 μm , 0,8 μm , 1,2 μm y 4 μm) y diferentes contenido de cobalto, determinando menor tasa de erosión con la disminución del tamaño de grano y contenido de aglutinante debido a un aumento en la dureza y tenacidad a la fractura.

Según Wheeler y Wood [13] un recubrimiento depositado por rociado térmico HVOF obtiene alta resistencia a la erosión si tiene una microestructura uniforme, bajos niveles de porosidad, una buena distribución de carburos, alta retención de granos WC, baja descomposición de carburos y si no tiene restos de granalla en la interfaz de recubrimiento

y sustrato [10], [20], [28]. Otro factor que afecta directamente la resistencia al desgaste son los esfuerzos generados durante la deposición, conocidos como esfuerzos evolutivo (pendiente de la curvatura durante la deposición), térmico y residual. El origen de los esfuerzos residuales se debe a tres mecanismo principales, el temple (*quenching*) de las capas sobre el sustrato las cuales generan esfuerzos de tensión, deposición (*peening*) de las partículas rociadas sobre la capa depositada que resulta en esfuerzos compresivos y por último la diferencia térmica entre el sustrato y las capas (*cooling*) que pueden ser compresivas o de tensión dependiendo de sus coeficientes de expansión térmica [29]. Los esfuerzos residuales son el resultado de los esfuerzos de deposición y térmicos que se producen durante el enfriamiento debido a la falta de coincidencia en la expansión térmica del recubrimiento y el sustrato [28].

La resistencia al desgaste es afectada por las propiedades mecánicas como la dureza, tenacidad, porosidad y esfuerzos residuales, las cuales a su vez son influenciadas por los parámetros micro estructurales (tamaño del grano de carburo, presencia de poros, distribución de carburos) y la composición (contenido de fracción de volumen de aglutinante, las fases (WC- W_2C) y su distribución) [12], [20], [25]. El fenómeno de erosión por partícula dura, es un tipo de desgaste producido por el impacto al azar de partículas erosivas que son transportadas por un fluido, generalmente gas o líquido, a una velocidad y ángulo de incidencia, la cual al impactar sobre el material lo deterioran por distintos mecanismos de remoción dependiendo de los parámetros erosivos [30]. La resistencia a la erosión por slurry y los mecanismos de remoción de material son afectados por los parámetros tribológicos: ángulo de impacto, velocidad de la partícula erosiva, la forma y tamaño de la partícula, tiempo de exposición al erodente, concentración de partículas erosivas, así como de la propiedades mecánicas de la superficie y los defectos superficiales [31].

El comportamiento de erosión puede ser distinto al convencional dúctil o frágil puesto que los recubrimientos WC-10Co-4Cr y WC-12Co consisten en carburos WC duros pero frágiles y una matriz aglutinante dúctil (Co, Co-Cr). Por lo tanto, pueden presentarse varios mecanismos bajo la prueba de erosión por partícula dura que incluyen deformación de los granos WC, agrietamiento y aplastamiento de WC, extrusión o deformación del aglutinante, desalojo de WC o pérdida individual del grano [2], [13].

4 MATERIALES Y MÉTODOS

4.1 Recubrimientos

Los recubrimientos se obtuvieron previamente en el estudio de Ojeda [4] quien realizó su aplicación con el equipo DIAMOND JET Sulzer metco y la pistola DJ2600 refrigerada por agua. Se utilizó como sustrato el acero AISI 420 y se seleccionaron dos tipos de polvo WC-Co y WC-Co-Cr. En la Tabla 1 y la Tabla 2 se muestran la composición y la distribución del tamaño de partícula respectivamente. Para la preparación superficial se realizó un proceso de granallado con partículas de granalla #20 y óxido de aluminio con una presión de 100 psi, a un ángulo de inclinación de 75° porque según la literatura revisada [4] se obtiene mayor adhesión del recubrimiento al sustrato para ese ángulo.

Tabla 1. Composición química (wt%) WC-10Co-4Cr y WC-12Co [32][33]

Producto	W	Co	Cr	C (total)	fe (Max)	Otros (Max)
Woka 3655	Balanceado	8,5 - 11,5	3,4 - 4,6	4,8 - 5,6	0,2	0
Diamalloy 2004	81 min	11,5 - 13,0	0	5,25 (max)	1,5	1,0

Tabla 2 Distribución de tamaño de partículas de WC-10Co-4Cr y WC-12Co [32][33]

Producto	Rango nominal (μm)	Tamaño de grano de carburo primario	Densidad aparente (g/cm^3)
Woka 3655	-38 + 10	medio	4,5 - 5,1
Diamalloy 2004	-45 + 5	medio	--

En el estudio [4] se realizó un diseño factorial fraccionado de 8 parámetros y dos niveles cada uno (2^{8-4}), resultando en 16 tratamientos como se muestra en la Tabla 3. El análisis incluyó los parámetros: distancia de rociado (A), tipo de polvo (B), relación O_2/H_2 (C), flujo de oxígeno (D), preparación superficial (E), flujo de gas de transporte (F), velocidad transversal (G) y espesor (H).

Al ser un diseño factorial fraccionado no se puede evaluar todas las posibles combinaciones de la variables. Los niveles de las variables E, F, G y H se seleccionaron usando los generadores: E= -BCD, F= -ACD, G= -ABC, H= ABD; con el fin de minimizar las confusiones del efecto de los factores con otros efectos, ver detalles [34].

La estructura de alias hasta el orden 4 es:

I + AFGH + ABEF - ACEH - ABCG + ADEG + ABDH -ACDF + BEGH - BCFH + BDFG - BCDE - CEFH - CDGH + DEFH

Efecto principal + interacciones de tres variables

A + FGH + BEF - CEH - BCG + DEG + BDH - CDF

B + AEF - ACG + ADH + EGH - CFH + DFG - CDE

C - AEH - ABG - ADF - BFH - BDE - EFG - DGH

D + AEG + ABH - ACF + BFG - BCE - CGH + EFH

E + ABF - ACH + ADG + BGH - BCD - CFG + DFH

F + AGH + ABE - ACD - BCH + BDG - CEG + DEH

G + AFH - ABC + ADE + BEH + BDF - CEF - CDH

H + AFG - ACE + ABD + BEG - BCF - CDG + DEF

Tabla 3 Estructura DOE - Matriz de experimentos

TRATAMIENTO	A	B	C	D	E =-BCD	F =-ACD	G=-ABC	H=ABD
6	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1
9	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1
1	-1	1	-1	-1	-1	1	-1	1
3	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1
15	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1	-1
14	1	-1	1	-1	-1	1	1	1
7	-1	1	1	-1	1	-1	1	1
11	1	1	1	-1	1	1	-1	-1
16	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1
5	1	-1	-1	1	-1	1	-1	-1
4	-1	1	-1	1	1	-1	-1	-1
10	1	1	-1	1	1	1	1	1
2	-1	-1	1	1	1	1	-1	1
12	1	-1	1	1	1	-1	1	-1
8	-1	1	1	1	-1	1	1	-1
13	1	1	1	1	-1	-1	-1	1

En la Tabla 4 y Tabla 5 se exponen los parámetros con sus niveles y los tratamientos con su combinación de parámetros respectivamente. En la deposición de los recubrimientos se obtuvieron probetas para los diferentes estudios de desgaste; por lo tanto la caracterización realizada por Ojeda [4] aplica en el análisis de este estudio. A pesar de ello, no se logró controlar efectivamente el valor del espesor (H) durante la deposición por la baja resolución del equipo de medición, lo que generó una variación del espesor final de los recubrimientos en relación al valor especificado por consiguiente en la actual investigación se la considera como una covariable del experimento.

Tabla 4 Factores y niveles asociados a los parámetros de rociado

Símbolo	Factores	-1	1
A	Distancia de rociado	260 mm	300 mm
B	Tipo de polvo	WC-12Co	WC-10Co-4Cr
C	Relación O ₂ /H ₂	0,39	0,44
D	Flujo de oxígeno	453,4 SCFH	593,2 SCFH
E	Preparación superficial R	5 μm	10μm
F	Flujo de gas de transporte (Nitrógeno)	12 l/min	20 l/min
G	Velocidad transversal	1 m/s	1,6 m/s
H	Espesor final del recubrimiento	250 μm	400 μm

Tabla 5 Condiciones de deposición según la matriz de experimentos con los parámetros de estudio

	A	B	C	D	E (-BCD)	F (-ACD)	G (-ABC)	H (ABD)
Tratamiento	Distancia (mm)	Tipo de polvo	Relación O ₂ /H ₂	Flujo de O ₂ F.M.R (SCFH)	Preparación superficial (um)	Flujo de gas de transporte (l/min)	Velocidad transversal (m/s)	Esesor (um)
1	260	WC-10Co-4Cr	0,39	453,4	5	20	1	452,67
2	260	WC-12Co	0,44	593,2	10	20	1	463,00
3	300	WC-10Co-4Cr	0,39	453,4	5	12	1,6	669,33
4	260	WC-10Co-4Cr	0,39	593,2	10	12	1	261,67
5	300	WC-12Co	0,39	593,2	5	20	1	570,33
6	260	WC-12Co	0,39	453,4	10	20	1,6	277,67
7	260	WC-10Co-4Cr	0,44	453,4	10	12	1,6	243,00
8	260	WC-10Co-4Cr	0,44	593,2	5	20	1,6	351,67
9	300	WC-12Co	0,39	453,4	10	12	1	255,00
10	300	WC-10Co-4Cr	0,39	593,2	10	20	1,6	440,00
11	300	WC-10Co-4Cr	0,44	453,4	10	20	1	562,67
12	300	WC-12Co	0,44	593,2	10	12	1,6	522,33
13	300	WC-10Co-4Cr	0,44	593,2	5	12	1	219,67
14	300	WC-12Co	0,44	453,4	5	20	1,6	546,67
15	260	WC-12Co	0,44	453,4	5	12	1	312,00
16	260	WC-12Co	0,39	593,2	5	12	1,6	451,33

4.2 Ensayo de erosión por partícula dura

Los ensayos de erosión por *Slurry* se realizaron en un tribómetro de chorro de agua que está compuesto por el tanque de agua, sistema de agitación y sistema de inyección como se ilustra en la Figura 1 a). Inicialmente, se suministra una cantidad de partículas erosivas al tanque de *Slurry*, el cual es llenado con agua por medio de la bomba conectada al tanque de almacenamiento de agua, después se enciende el sistema de agitación de paletas con el propósito de mantener las partículas en suspensión; posteriormente se presuriza hasta 100 psi con la ayuda del compresor y se descarga la mezcla contra la superficie de la probeta, durante 1 minuto, por medio del inyector o boquilla cerámica con diámetro $1,13 \pm 0,10$ mm. La mayor parte de las boquillas fueron utilizadas al menos 2 veces durante los experimentos, se verifico su diámetro por medio de micrografías con el estereoscopio trinocular (JSZ-6S) y se analizaron con el programa de procesamiento de imagen ImageJ, para asegurar que tuvieran el rango especificado. Por la diferencia de diámetros en el sistema se genera un chorro de agua con velocidad de aproximadamente $32,2 \pm 1,0$ m/s, que según la literatura puede ser considerada como una condición de alta velocidad [7].

Al finalizar la prueba, la probeta se limpia en el limpiador ultrasónico, se seca con aire frío y se pesa en la balanza de medición con resolución 0,00001 g.

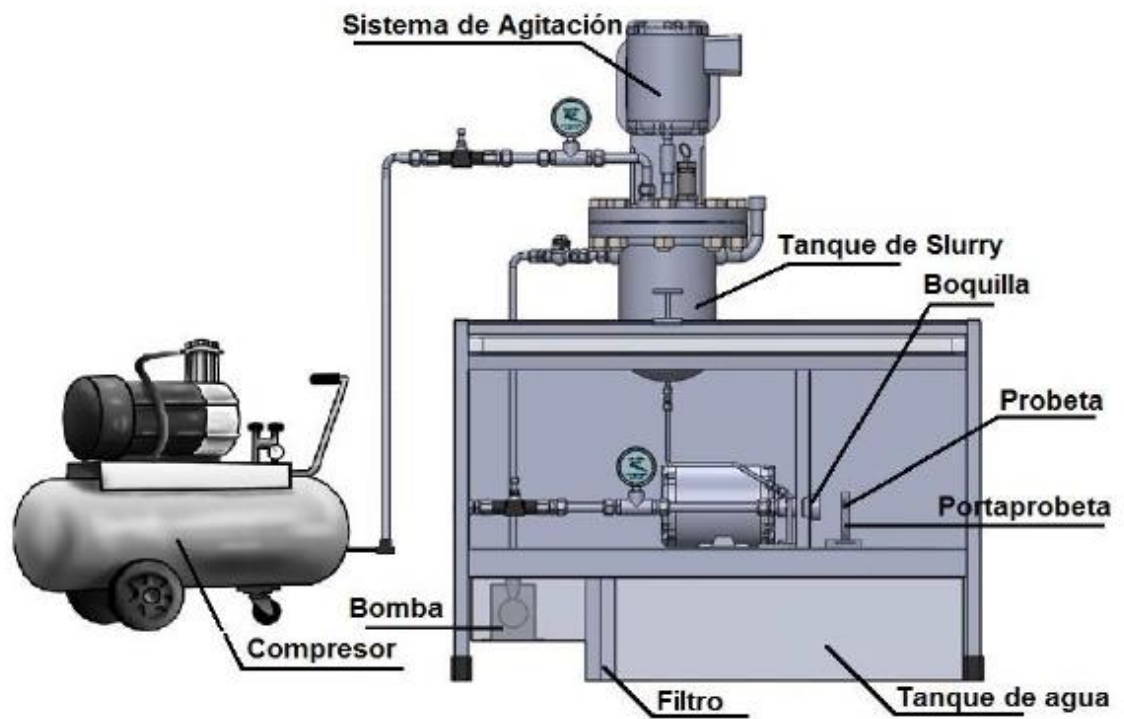
La probeta se instala en un portaprobetas que permite graduar el ángulo de impacto y la distancia entre la boquilla y el material, como se muestra en la Figura 1b). Las muestras fueron impactadas a un ángulo de incidencia de 45°, porque se presentó mayor tasa de erosión bajo esta condición en los recubrimientos de WC 10Co 4Cr aplicados por HVOF en el estudio realizado por Roa [35] quien evaluó recubrimientos obtenidos usando las variables de proceso en la condición comercial local que se utiliza en aplicaciones industriales, diferentes a las incluidas en este estudio.

El *slurry* es una mezcla de agua y partículas de arena del río Amaime en una concentración de 1.25% en peso. La arena está constituida por agregados muy finos menores a 300 μm , de los cuales el 80% tienen un tamaño entre 50-150 μm ; presentan una dureza en promedio de 775.9 ± 124.2 HV y su factor de forma es de 0.67 ± 0.016 , que indica que son partículas angulosas (teniendo en cuenta que el factor de forma de un triángulo equilátero es 0,6). Las partículas fueron caracterizadas en un estudio previo [35], y estos parámetros se resumen en la Tabla 6.

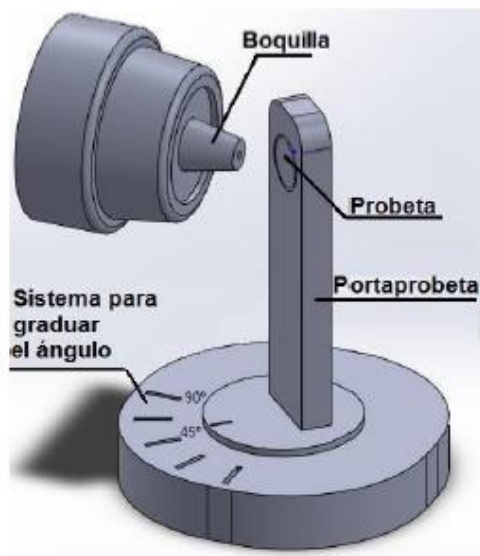
Estas condiciones simulan las condiciones de desgaste de una turbina Francis de una pequeña central hidroeléctrica y permiten inferir el comportamiento del material, sin embargo el ensayo no está estandarizado bajo norma.

Para cada tratamiento se recubrieron 4 muestras con los mismos parámetros de proceso, para un total de 64 muestras. Después de la prueba de erosión se construyó la curva de pérdida de masa acumulada en función del tiempo que corresponde al promedio de 4 muestras ensayadas; adicionalmente se calculó la tasa de desgaste como la pendiente de la pérdida de masa acumulada vs tiempo para cada probeta [14]. Se eliminaron repeticiones para los tratamientos 5, 7, 9 y 14 por que presentaron comportamientos anómalos, en todos los casos se procesaron al menos 2 probetas por tratamiento.

Se realizaron modificaciones en el tribómetro de erosión por partícula dura debido a la fractura en el eje del motor y fisuras en la tubería de inyección; además se realizó mantenimiento general del equipo con el cambio del empaque y los sellos del sistema de agitación. Debido a la desinstalación de los componentes se necesitó ajustar la altura y distancia del porta probetas para cumplir los requisitos de la prueba. Para verificar su correcto funcionamiento, se realizaron pruebas de erosión con probetas caracterizadas previamente por Roa [35], obteniendo 2,9% de diferencia en los resultados de la tasa de erosión (Anexo).



a)



b)

Figura 1 Tribómetro de erosión por partícula dura a) Vista general b) Detalle de la boquilla y ubicación de la probeta

Tabla 6 Parámetros tribológicos para el ensayo de erosión por partícula dura

Parámetro	Valor
Ángulo de impacto	45°
Velocidad de impacto (m/s)	32,2 ± 1,0
Concentración	1,25 wt%
Factor de forma de la partícula	0,67 ± 0,016
Dureza de las partículas (HV)	775,9 ± 124,2
Tamaño promedio de las partículas (μm)	75
Rango de tamaño de las partícula (μm)	0-300
Distancia boquilla - muestra (mm)	8

4.3 Análisis de las superficies de desgaste

Para identificar los mecanismos de remoción de material, se realizó microscopia electrónica de barrido SEM (*Scanning Electron Microscope*) con el microscopio JEOL Modelo JSM 6490 LV a diferentes aumentos, de la Escuela de Ingeniería de Materiales de la Universidad del Valle.

5 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

5.1 Resistencia a la erosión por partícula dura y análisis estadístico

En la Figura 2 se presenta una curva típica de pérdida de masa acumulada en el tiempo, donde pudo observarse un comportamiento lineal en todos los ensayos y la dispersión característica del ensayo que es generada por: i) variaciones en el ángulo de impacto causadas por desviaciones en la geometría de la boquilla dado su manufactura artesanal, ii) tendencia a acumular humedad y partículas difíciles de eliminar en la limpieza y secado de las muestras, iii) acumulación de los limos más finos generados por la reutilización del agua iv) variaciones de velocidad del chorro por obstrucciones momentáneas de la boquilla.

Se seleccionó el intervalo de confianza del 80% en la Figura 2 para una mejor visualización de la gráfica y para hacer énfasis en la linealidad de los resultados pues aun con este porcentaje de confianza menor, la regresión lineal queda contenida dentro de los intervalos. Se calculó el promedio de la tasa de desgaste (4 probetas) y el intervalo de confianza al 95% para cada tratamiento, en la Figura 3 se resume estos resultados. Se identifica el tratamiento 8 y 14 con la menor y mayor tasa de erosión respectivamente.

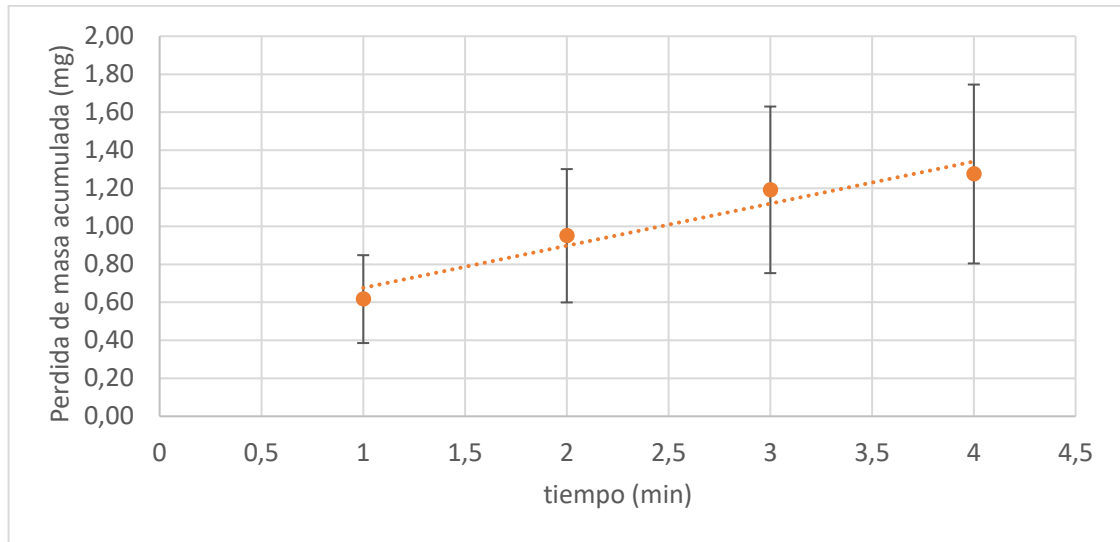


Figura 2. Pérdida de masa vs tiempo para el tratamiento No 8 en donde la barra de error corresponde al intervalo de confianza al 80%

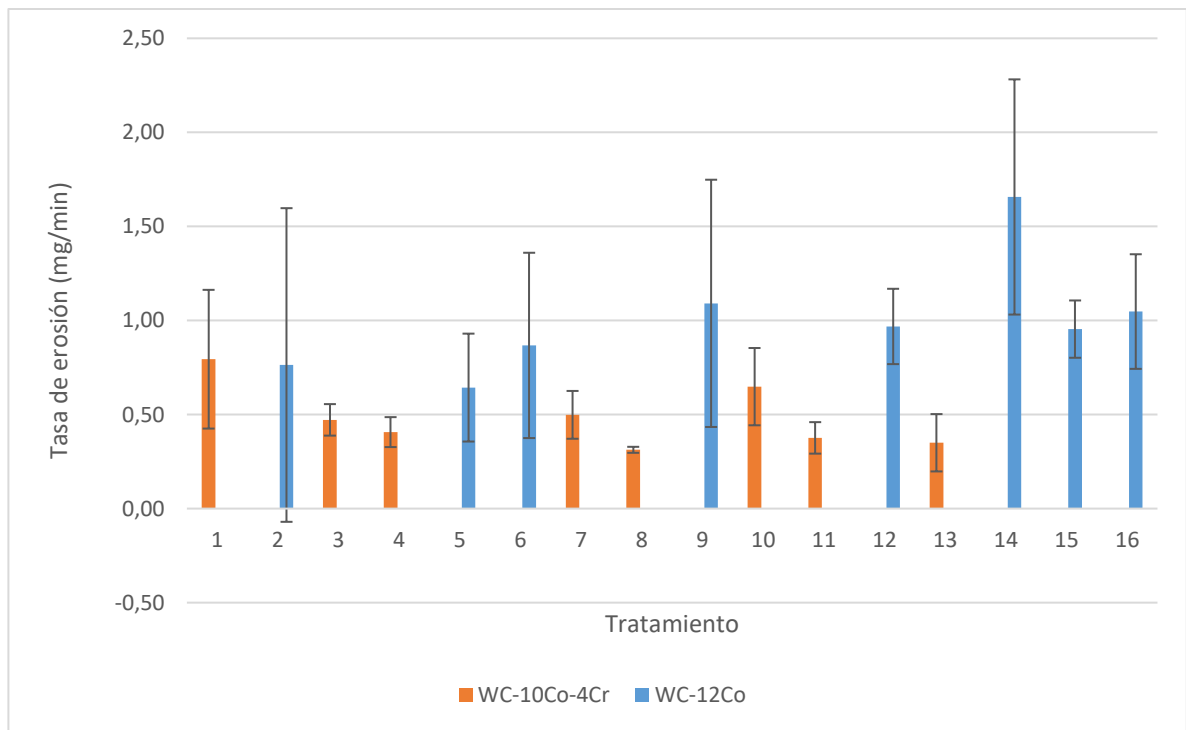


Figura 3. Comparación de tasa de erosión entre tratamientos diferenciados por el tipo de polvo, con intervalo de confianza de 95%

Para calcular el efecto y la significancia de los factores, se realizó un análisis de varianza (ANOVA) empleando el software estadístico R. El modelo fue ajustado con 7 factores (A-G) y una covariable correspondiente a la variable no controlada, es decir el espesor (H). La

variable de respuesta es la tasa de erosión. Para garantizar los supuestos de normalidad y homogeneidad se transformó la tasa de erosión en Logaritmo natural.

Solo fue posible estudiar la interacción de los factores con la covariable. El total de grados de libertad permitió el estudio de los 7 efectos principales y 6 interacciones con H, porque se excluyó la interacción HG debido a una menor contribución al modelo, como se expone en la Tabla 7.

Tabla 7 Análisis de varianza para modelo lineal ajustado para 7 factores (A-G) y 1 covariable (H)

Factor	Grados de libertad	Sum de Cuadrados	Valor p	Contribución (%)
Espesor (H)	1	0,6134	0,010	5,16
Distancia (A)	1	0,2934	0,068	2,47
Tipo de polvo (B)	1	3,3644	1,02E-07	28,31
Relación oxígeno-combustible O ₂ /H ₂ (C)	1	0,0542	0,426	0,46
Flujo de Oxígeno (D)	1	0,0156	0,668	0,13
Preparación superficial Ra (E)	1	0,6273	0,009	5,28
Flujo de gas de transporte (nitrógeno) (F)	1	0,145	0,196	1,22
Velocidad transversal (G)	1	0,2182	0,114	1,84
HA	1	0,173	0,158	1,46
HB	1	0,246	0,094	2,07
HC	1	1,0308	0,001	8,67
HD	1	0,6325	0,009	5,32
HE	1	0,0559	0,419	0,47
HF	1	0,6318	0,009	5,32
Error	45	3,7815		31,82
Total	59	11,883		100

Según la Tabla 7 los factores principales H, B y E y las interacciones de C, D y F con la covariable H son significativos porque su valor p es menor que la significancia del 5%. Los factores B, HC, HD, HF, E y H tienen una contribución en orden descendente de 28,31%, 8,67%, 5,32%, 5,32%, 5,28% y 5,16% respectivamente, los cuales explican el 58,07 % de los resultados.

La contribución del error en el ensayo de erosión por *Slurry* (31,82%) es alta en comparación con el error del ensayo de cavitación (1,01%) [5] para los mismos recubrimientos, puede concluirse que las fuentes de variación experimental del tribómetro son las principales responsables de la dispersión.

La Figura 4 muestra gráficamente el efecto de los factores principales donde el tipo de polvo (B) tiene la mayor contribución. Se omite la gráfica de las interacciones con la covariable debido a que esta no se pudo mantener en valores fijos, se optó por otra forma de presentación de las interacciones que se incluye en las siguientes secciones. Debido al análisis estadístico es importante explicar el efecto sobre la calidad del recubrimiento de los factores principales B, E y la interacción de H con C, D y F, con el fin de seleccionar el recubrimientos con los parámetros óptimos para obtener mayor resistencia a la erosión.

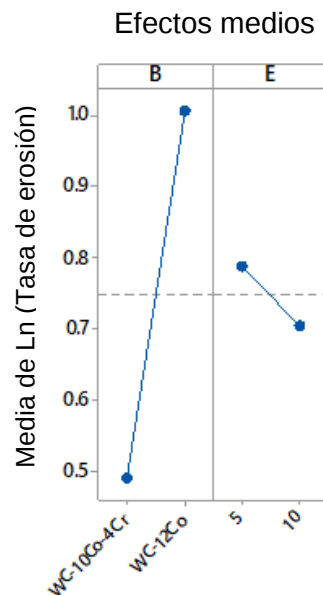


Figura 4 Representación gráfica de los efectos principales (A-G) para la respuesta transformada de Ln (tasa de erosión)

5.1.1 Efecto principal tipo de polvo (B)

El tipo de polvo (B) afecta las propiedades de dureza, tenacidad y porosidad de los recubrimientos, las cuales influyen en la resistencia al desgaste de erosión por partícula dura [12], [36]. Un tipo de polvo ampliamente utilizado para aplicaciones de alta criticidad es WC-10Co-4Cr, puesto que los recubrimientos depositados con éste presentan una excelente combinación de resistencia al desgaste y la corrosión [25].

Según Santana *et al.* [37] la relación W_2C/WC es aproximadamente 5,5 para WC-10Co-4Cr y 11,4 para WC-12Co, indicando que este último presenta mayor descarburación. Lo cual concuerda con Wang *et al.* [38] quienes encontraron más descarburación en el recubrimiento WC-12Co mientras que la adición de Cr disminuyó los niveles de disolución de WC en el aglutinante, reduciendo la formación de la fase amorfa Co-W-C y la fase frágil $\eta(Co_6W_6C, Co_3W_3C)$.

Por lo tanto, la adición de Cr inhibe la descomposición de WC-Co y disminuye la oxidación de los cermetes. Los recubrimientos WC-10Co-4Cr presentan también alta dureza debido a la alta contigüidad y baja cantidad de W disuelto en el aglutinante, lo cual mejora la resistencia a la erosión [10], [12], [36], [39]. Según Karimi *et al.* [20], quienes estudiaron el comportamiento ante la erosión por slurry de los recubrimientos WC-M, encontraron mejor resistencia a la erosión de los recubrimientos WC-Co en un factor de 4 a 6 por la adición del 4% Cr, puesto que promueve la formación de una microestructura favorable con mayor tenacidad en la matriz o mejor unión de los carburos; además aumenta la fracción de volumen del aglutinante que mejora la proporción de carburo-aglutinante y beneficia la distribución de los carburos en la matriz.

El único estudio que reporta un mejor comportamiento para el WC-12Co es realizado por Hawthorne *et al.* [40] quienes determinaron menor tasa de desgaste en el recubrimiento WC-12Co en comparación con WC-17Co, WC-10Co-4Cr y WC-10Ni bajo la prueba de erosión húmeda y seca por partícula dura, sin embargo se muestra una pequeña diferencia con WC-10Co-4Cr y no se contrastó con la desviación normal del proceso.

Con la Figura 3 se determina un aumento de la resistencia a la erosión con el tipo de polvo WC-10Co-4Cr, puesto que según la literatura la adición de Cr mejora significativamente la microestructura del recubrimiento y disminuye la descomposición de WC en la matriz aglutinante; además aumenta la contigüidad y unión de los carburos lo cual genera mayor microdureza, mayor tenacidad y menor porosidad en el recubrimiento.

5.1.2 Efecto principal preparación superficial (E)

La preparación superficial está directamente relacionada con la adherencia del recubrimiento al sustrato, la cual se puede mejorar con el grado de fundición de las partículas en vuelo y la rugosidad del sustrato. Wang *et al.* [41] determinaron que aumentar la rugosidad a partir de Ra 5,8 μm , en los recubrimientos de WC-Co depositados por HVOF con espesores entre 200-220 μm , genera mayor fuerza adhesiva superando los 70 MPa de la resistencia del pegante, principalmente por enclavamiento mecánico (*interlocking effect*) y el enlace físico (*physical bond*) provocado por las altas velocidades de impacto durante el rociado. Al igual que Staia *et al.* [42] quienes compararon tres rugosidades: 9,74 μm , 10,99 μm y 12,57 μm en los recubrimientos WC-17Co depositados por HVOF, determinaron que al aumentar la rugosidad se aumenta la fuerza de adhesión lineal.

Puede observarse un resultado similar en el estudio de Sen *et al.* [8] quienes estudiaron la influencia de los parámetros de granallado en la rugosidad de la superficie y encontraron mejor fuerza de unión en los recubrimientos Al_2O_3 , WC-12Co y Cu depositados por DSC (*Detonation spray coating*) con valores de rugosidad superficial superiores a 4 μm ; pero el recubrimiento WC-12Co obtuvo la mayor fuerza de unión (*bond strengths*) debido a una mejor fundición de las partículas WC-Co, producto de la temperatura experimentada en el proceso.

Gonzales- Hermosilla *et al.* [43] quienes generaron tres rugosidades ST (0.08 μm), STG (9.40 μm) y STF (10.00 μm) en los recubrimientos WC-10Co-4Cr depositado por la técnica

HVOF sobre el sustrato SAE 1045, determinaron que la condición ST (menor rugosidad) presentó mejor desempeño en la fatiga debido a una menor cantidad de partículas de óxido de aluminio incrustadas en el sustrato, las cuales actúan como concentradores de esfuerzos; aun así la baja rugosidad perjudicó la unión mecánica del recubrimiento al sustrato. En el actual análisis, el nivel alto del factor preparación superficial (10 μm) genera menor tasa de erosión debido principalmente a una mejor fuerza de adhesión del recubrimiento al sustrato.

5.1.3 Efecto espesor (H)

En la literatura se encuentran estudios que analizan la relación del espesor con otras variables del proceso; al respecto Rajasekaran *et al.* [44] evaluaron el efecto de los factores de flujo de oxígeno, flujo de combustible y distancia de rociado sobre el espesor del recubrimiento X190CrVMo20-4 (acero para herramientas de trabajo en frío con alto contenido de cromo) depositados por HVOF, sin encontrar ningún efecto significativo, según el análisis de ANOVA del diseño factorial 2^3 . Por lo contrario, Magnani *et al.* [45] encontraron distintos espesores en tres recubrimientos WC-12Co, al variar el flujo de oxígeno y flujo de aire comprimido mientras mantenían constantes el flujo de combustible, tasa de alimentación de polvos, distancia de rociado y número de pasadas sobre el sustrato; este resultado se atribuye al efecto de la energía de la llama combinado con el tiempo de exposición a esta misma, puesto que el recubrimiento de menor espesor (147 μm) se depositó con alto flujo de aire que resultó en mayor velocidad de la partícula y capas más delgadas, mientras que el recubrimiento de mayor espesor (191 μm) se depositó con alto flujo de oxígeno lo que promovió mejor fundición de las partículas y generó un recubrimiento más homogéneo y compacto; al ser evaluada la microdureza y resistencia al desgaste abrasivo a tres cuerpos el recubrimiento de mayor espesor obtuvo mejores resultados. La discrepancia entre los resultados de [44] y [45] se deben principalmente a los métodos de análisis de los parámetros de rociado y las diferencias en la magnitudes de los espesores depositados (unidades de μm y mm).

Según Stokes y Looney [46] la generación de esfuerzos residuales en los recubrimientos WC-Co depositados por HVOF limita el espesor del recubrimiento porque causa formación de grietas, pérdida de cohesión inter laminar y adherencia entre las capas y el sustrato. Los recubrimientos con espesores de 0,2 mm, 0,6 mm y 1 mm mostraron esfuerzos compresivos a través del espesor, los cuales disminuyen de magnitud a medida que el éste aumenta, por lo tanto los recubrimientos de 1 mm tienen 91,4 % menos esfuerzos compresivos que en 0,2 mm, y pasan a ser de tensión a través del recubrimiento con espesores mayores a 2 mm.

Las capas que se depositan en cada pasada sobre el sustrato contribuyen a la generación de esfuerzos residuales en el recubrimiento, los cuales a su vez dependen de los parámetros de proceso. Varis *et al.* [29] estudiaron el efecto de los parámetros de proceso en la generación de esfuerzos residuales de los recubrimientos WC-10Co-4Cr depositados por HVOF y encontraron en cada pasada esfuerzos de tensión por el estrés de temple (*quenching*) debido a la temperatura de la partícula, los cuales activan diferentes

mecanismos de relajación como micro grietas si se aumentan excesivamente. Contrario a Pukaszewicz *et al.* [28], quienes estudiaron los recubrimientos FeMnCrSi depositados por HVOF encontrando en cada capa una curvatura negativa y el incremento de los esfuerzos compresivos por el efecto *peening* de las partículas en la deposición debido a su alta velocidad, los cuales se obtuvieron a mayor flujo de combustible, menor distancia de rociado y baja tasa de alimentación; los recubrimientos con menor tasa de alimentación tienen un incremento significativo en los esfuerzos compresivos puesto que necesita mayor cantidad de capas para construir un espesor específico.

El espesor del recubrimiento es un factor importante para la resistencia al desgaste y podría pensarse que tener mayor espesor permitiría proteger el sustrato con mayor efectividad; pero en el estudio Bolelli *et. al* [23], quienes depositaron el recubrimiento WC-10Co-4Cr con la técnica HVOF en un sustrato de aleación de aluminio, encontraron baja porosidad y alta microdureza con el aumento del espesor, debido al impacto de las partículas rociadas que emparejaban y densificaban la capa previamente depositada, en especial las primeras capas en contacto con el sustrato, la cual a su vez modificaba los mecanismos de aplanamiento de las siguientes partículas rociadas puesto que se depositan sobre una superficie nueva con mayor dureza y menor cantidad de defectos; no obstante, cuando se han depositado gran cantidad de capas (espesores mayores a 79,2 μm), los mecanismos de *peening* y aplanamiento de las capas subyacentes alcanzan su límite y se disminuye el efecto sobre la densidad y resistencia de la capa nueva.

El espesor (H) no se logró controlar durante la deposición de los recubrimientos, debido a un error del equipo que provocó diferencias en los valores esperados; se realizó la medición en la sección transversal de los recubrimientos utilizando el microscopio electrónico de barrido (SEM). Por esa razón, en el actual estudio no fue posible evaluar el efecto del factor H como un parámetro de proceso, sino como una covariable, la cual según el análisis de ANOVA tiene una interacción con los factores flujo de oxígeno (D), relación O_2/H_2 (C) y flujo de gas de transporte (F). En estas interacciones no se puede realizar un ajuste de los datos a un modelo y no se sugiere que sea lineal, sin embargo se incluye una tendencia lineal para visualizar mejor los espesores recomendados, como se muestra en la Figura 5, Figura 6 y Figura 7. Se debe tener en cuenta que sumada la dispersión (los valores de las réplicas se incluyen asignado un mismo valor de espesor, y los datos se agrupan en líneas verticales de entre dos y cuatro puntos) la aparente dispersión en las gráficas tiene su origen en la diferencia entre tratamientos debido a los cambios de los otros factores.

5.1.4 Efecto de interacción de los factores: espesor – flujo de oxígeno (HD) y espesor- razón oxígeno combustible (HC)

En la Figura 5 se grafican los resultados de los 16 tratamientos (60 probetas) en la tasa de erosión transformada vs espesor, para observar la interacción del factor D (flujo de oxígeno) y la covariable H (espesor). Se evidencia un aumento en la tasa de erosión para los dos niveles del factor D cuando H aumenta y una intersección entre las regresiones para un espesor de 293,3 μm . Este aumento es más significativo cuando se fija D en el nivel bajo (453,4 SCFH), mientras que en el nivel alto (593,2 SCFH) la tasa de erosión muestra una

tendencia casi constante y su pendiente es considerablemente menor lo que indica que la variación en la tasa de erosión es pequeña. Se mejora la resistencia a la erosión cuando se fija D en 593,2 SCFH y el espesor del recubrimiento disminuye de 669,33 μm a 293,3 μm .

Para los mismos resultado de los tratamientos, en la Figura 6 se grafica la interacción del factor C (relación O_2/H_2) con la covariable H. Se presenta una menor tasa de erosión para el nivel alto de C (0,44) μm y se presenta una intersección entre regresión para un espesor de 288 μm . Aunque la tasa de erosión se incrementa para los dos niveles de C con el incremento del espesor, la tasa de erosión permanece casi constante en el nivel alto de C (0,44). Por lo tanto, se mejora la resistencia a la erosión cuando se fija C en 0,44 y el espesor del recubrimiento disminuye de 669,33 μm a 288 μm .

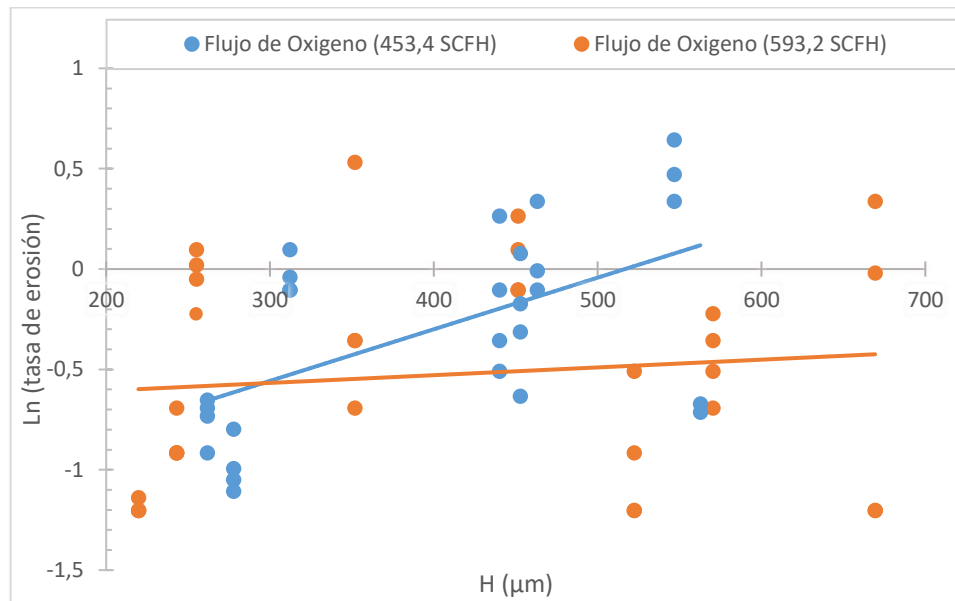


Figura 5 Influencia de la interacción HD sobre la respuesta transformada Ln (tasa de erosión)

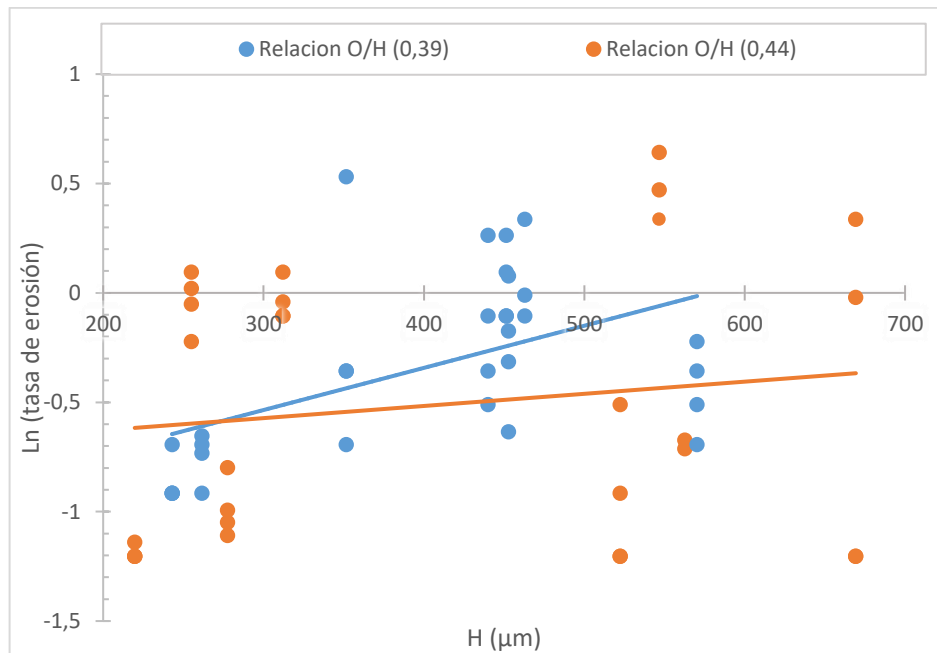


Figura 6 Influencia de la interacción HC sobre la respuesta transformada de Ln (tasa de erosión)

El aumento del flujo de oxígeno (factor D) y flujo de hidrogeno dentro de la cámara de combustión, genera el aumento del flujo total de gas (presión de gas) que incrementa la velocidad y temperatura de la partícula en vuelo, las cuales afectan positiva o negativamente las propiedades mecánicas y microestructurales del recubrimiento, según el control de sus valores [29], [47], [48]. De acuerdo con Varis *et al.* [29] la temperatura puede controlarse con la razón oxígeno/ combustible (O/F-factor C), obteniendo alta y baja temperatura cuando se pasa de una condición rica en combustible a una rica en oxígeno respectivamente, y la velocidad de las partículas se ajusta con la presión de la cámara (flujo total de gas) para cada razón O/F. Según Picas *et al.* [47] cuando se mantiene constante el flujo de hidrogeno, la temperatura alcanza su mayor valor cerca de la razón de combustión 0,45 y decrece para mayores valores de O/F, mientras que la velocidad presenta un incremento con el aumento del flujo de oxígeno debido al aumento del flujo total de gas.

La relación O_2/H_2 es uno de los factores más significativos para el estado de las partículas en vuelo por su efecto en la temperatura y velocidad, las cuales aumentan cuando la relación es menor [29], [47]. Guo *et al.* [49] encontraron que al aumentar la cantidad de combustible cuando se mantiene constante el flujo de O_2 , se genera un aumento de la velocidad del 6,2% debido a una mayor presión en la cámara de combustión, así como la disminución en la temperatura del 6,3% puesto que se tiene menor tiempo de permanencia de la partícula en la cámara de combustión, lo que reduce el proceso de intercambio de calor, el aumento de la razón oxígeno/combustible de 0,59 a 0,64, produjo la disminución de la porosidad y el aumento de la dureza. Al igual que en otro estudio, el incremento del flujo de oxígeno resulta en una baja porosidad y buena adhesión del recubrimiento con el sustrato; sin embargo, cuando hay un exceso en el flujo de oxígeno se genera la

disminución de la temperatura que resulta en alta porosidad y baja fundición, así como una baja fuerza de adherencia [50].

El incremento en el flujo total de gas aumenta la velocidad de la partícula pero reduce el tiempo de residencia de esta misma en la llama lo que disminuye su temperatura; durante el rociado las partículas que tienen poca exposición en la llama no tiene el tiempo suficiente para derretirse uniformemente, como resultado algunas partículas están semi-fundidas y no se adhieren completamente al recubrimiento generando una superficie desigual con poros y grietas [47], [51], [52].

Para la correcta deposición de los recubrimientos WC-Co, la fundición de la fase metálica y una alta velocidad de las partículas en vuelo permiten menor porosidad y alta adherencia [39]. El aumento de la temperatura mejora la fundición de la partículas, el aplastamiento de las partículas en el sustrato y la cohesión entre láminas mientras que una alta velocidad asegura la energía cinética de impacto para obtener un recubrimiento más denso y bien unidos al sustrato debido a la deformación de la partículas para crear los *splats* [48], [49].

En esta investigación se utilizaron dos niveles de flujo de oxígeno en combinación con distintas cantidades de flujo de hidrógeno. Se puede esperar que al utilizar un flujo de oxígeno de 593,2 SCFH, las partículas rociadas presenten mayor temperatura y velocidad puesto que en comparación con el otro nivel (453,4 SCFH) tiene mayor cantidad de flujo de hidrógeno; es decir los tratamientos con el nivel de 593,2 SCFH presentan mayor flujo de oxígeno y flujo de hidrógeno simultáneamente. Por lo tanto, según la investigación realizada por otros autores esta condición conlleva al aumento de la velocidad de las partículas rociadas por el incremento en el flujo total de gas y a la variación de la temperatura de acuerdo a la proporción oxígeno/ combustible (factor C), puesto que la cantidad de oxígeno debe ser suficiente para producir la completa combustión del hidrógeno.

Para las dos razones O_2/H_2 de 0,39 y 0,44, las partículas que seguramente tienen mayor velocidad y una variación en la temperatura son aquellas con el flujo de oxígeno de 593,2 SCFH por la explicación expuestas anteriormente. En las dos pruebas de erosión (cavitación y partícula dura) se recomiendan O_2/H_2 diferentes, puesto que en cavitación es la razón 0,39 mientras que en la erosión por *Slurry* es la razón 0,44 [5]. Esta diferencia radica en la cantidad de descomposición porque una elevada temperatura genera mayor descarburación y descomposición del WC en el recubrimiento (W_2C) debido al máximo valor de combustible y alta tasa de flujo de oxígeno, lo cual deteriora las propiedades mecánicas y la resistencia a la erosión por su naturaleza frágil [39], [53]. Por lo tanto, se espera esta respuesta en la relación 0,39 por el posible máximo aumento en la temperatura; sin embargo, los tratamientos recubiertos con esta combinación presentan buenas propiedades mecánicas lo cual indica que la temperatura y velocidad de las partículas en vuelo fueron óptimas para la construcción de un buen recubrimiento.

5.1.5 Efecto de interacción de los factores: espesor - flujo de gas de transporte (HF)

En la Figura 7 se observa la interacción del factor F con la covariable H. Cuando H disminuye de 459,8 μm a 219,67 μm la tasa de erosión disminuye si el factor F es fijado en el nivel alto (20 l/min), mientras que en el nivel bajo (12 l/min) tiende a aumentar. Este resultado concuerda con el obtenido en la prueba de cavitación donde se recomienda el nivel alto (20 L/min) con un espesor mayor a 277,67 μm . Por lo tanto, se espera mejor resistencia a la erosión cuando el factor F se fija en el nivel alto 20 l/min y el espesor del recubrimiento está entre 277,67 μm y 459,8 μm .

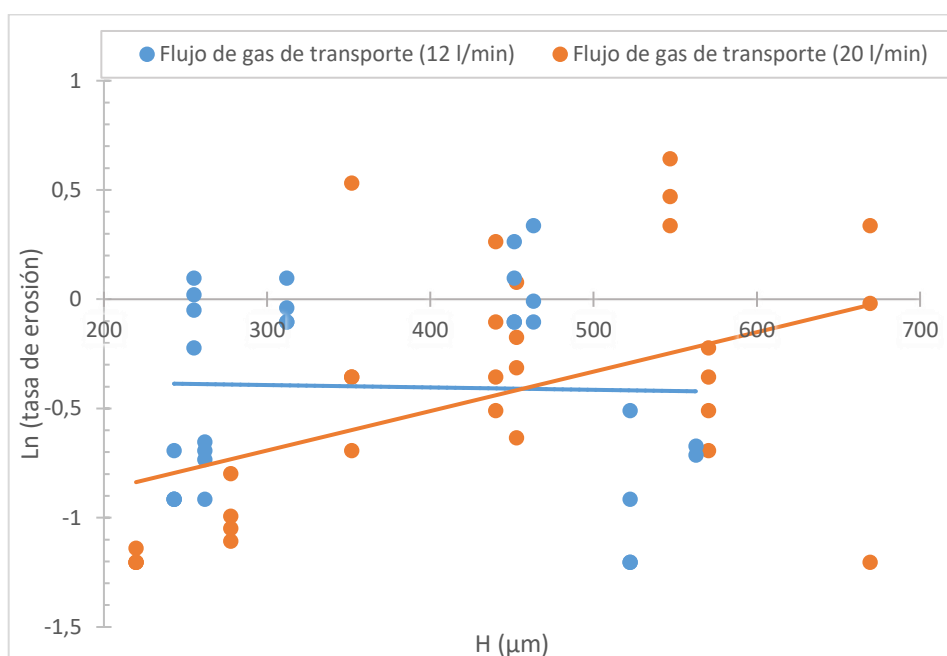


Figura 7. Influencia de la interacción HF sobre la respuesta transformada de Ln (tasa de erosión)

La tasa de alimentación está relacionada con la transferencia de calor y el comportamiento del impacto durante el rociado. Si la tasa de alimentación es menor, se disminuye la cantidad de partículas inyectadas a la cámara y éstas se funden lo suficiente porque reciben más calor, mejorando el comportamiento del aplanamiento que permite disminuir la porosidad. Si la tasa de alimentación aumenta, se generan mayor cantidad de partículas sin fundir, que resulta en alta porosidad del recubrimiento [18]. Al igual que el estudio de otros autores, la disminución de la tasa de alimentación produce un aumento en el grado de fundición de la partícula rociadas, lo cual incrementa la dureza y disminuye la porosidad [17], [22], [48].

Según Pukasiewicz [28] reducir la tasa de alimentación permite un incremento significativo en los esfuerzos compresivos durante la deposición del recubrimiento, probablemente porque la menor velocidad de alimentación del polvo conlleva a requerir más capas de

deposición, lo que aumenta el *peening* y en consecuencia, induce un mayor estrés compresivo. Incrementar la tasa de alimentación reduce la formación de esfuerzos compresivos durante a deposición y aumenta los esfuerzos de tensión durante el enfriamiento por el espesor de la capa. La menor distancia, el alto flujo de combustible y la menor tasa de alimentación incrementan la velocidad de la partícula, así como los esfuerzos compresivos en el recubrimiento que permite obtener mayor microdureza.

Según la Figura 7, la tasa de erosión disminuye con el nivel alto de F (20 l/min), probablemente por las condiciones de la cámara de combustión donde las partículas alcanzaron altas velocidades por el flujo total de gas y se fundieron lo suficiente debido a la alta temperatura del gas. Estos concuerdan con los factores C y D.

5.2 Selección del recubrimiento

Según los resultados presentados, en la Tabla 8 se muestran las condiciones óptimas para obtener menor tasa de erosión por partícula dura y cavitación, los cuales son similares para todas las variables menos en el factor C y E [5]. Además, ningún recubrimiento se aplicó con estas combinaciones debido a las características del diseño de experimentos. A pesar de que en la prueba de cavitación [5] se recomienda rociar el recubrimiento con espesores distintos a la prueba de *Slurry*, el rango de esta última abarca todos los espesores especificados en cavitación.

Debido a que en las dos pruebas de erosión se tienen rangos de espesores (H) distintos para las interacciones con los factores, se debe seleccionar un espesor que garantice la menor tasa de erosión para la prueba de erosión y cavitación, el cual es 293,3 μm .

Tabla 8 Niveles de los factores que generan mayor resistencia a la erosión por cavitación y partícula dura

Ensayo	A (μm)	B	C	D (SCFH)	E (μm)	F (l/min)	G (μm)
Cavitación	260	WC-10Co-4Cr	0.39 para 243 μm < H	593,2 para H < 463 μm	5	20 para 277 μm < H	1 para 243 μm < H
Partícula dura	260	WC-10Co-4Cr	0.44 para 288 μm < H	593,2 para 293,3 μm < H	10	20 para H < 459,8 μm	1

En la Figura 3 se evidencia que el tratamiento 8 presentó la menor tasa de erosión mientras que el tratamiento 14 presentó la mayor tasa de erosión, esto se debe al tipo de polvo utilizado en estos recubrimientos puesto que los WC-12Co son más susceptibles a cambios micro estructurales que WC-10Co-4Cr y también por una notable diferencia en la temperatura y velocidad de la partícula en vuelo, los cuales según la literatura parámetros que afectan significativamente la resistencia a la erosión [21], [47].

Sin embargo, se decide seleccionar el tratamiento 4 como el recubrimiento con mejor resistencia al desgaste porque presentó un buen comportamiento en erosión y cavitación; aunque no tiene la menor pérdida de masa, en las dos pruebas presenta propiedades y

microestructura que son aceptables para las condiciones de desgaste. En la prueba de cavitación [5] el tratamiento 4 tiene la segunda menor tasa máxima de erosión (TME), mientras que en erosión por *slurry* ocupa el cuarto puesto en la tasa de erosión. Además, los parámetros del tratamiento 4 concuerdan con la mayoría de los niveles de los efectos para obtener menor desgaste por partícula dura, menos en el nivel del factor C (0,39) recomendado en cavitación y en el nivel del flujo de gas de transporte (12 l/min) que es contrario para las dos pruebas.

A pesar de esperar mayor descomposición en las partículas por los altos niveles de temperatura y velocidad debido a la relación de 0,39 y 593,2 SCFH, además de la menor cantidad de partículas a la cámara de combustión por el nivel del flujo de gas de transporte (12 l/min), el recubrimiento 4 presenta un buen comportamiento.

Los niveles de descarburación de WC son importantes para la dureza y resistencia al desgaste, para ello debe controlarse el contenido de W_2C [22]. Debido a la dificultad para realizar el análisis de DRX de los tratamientos 4 y 14, los cuales presentaron la menor y mayor tasa de erosión por partícula dura respectivamente, se relacionan con el análisis de fases de recubrimientos caracterizados previamente por Muñoz [5], quien determinó que los tratamientos 1 y 7 presentaron las fases WC, W_2C , W y Co_3W_3C mientras que el tratamiento 12 presentó las fases WC, W_2C y Co, como se muestra en la Figura 8. Muñoz [5] precisó que el tratamiento 1 tiene mayor presencia de W_2C que en el tratamiento 7 lo que sugiere mayor temperatura en el primero y una mejor fundición de partículas; el tratamiento 12 tuvo una mínima o casi nula formación de W_2C debido a la alta velocidad de las partículas y alta velocidad transversal de la pistola de rociado (G), a pesar de esperar mayor presencia de W_2C por tener mayor distancia de rociado (A). Por lo tanto, la mejor fundición en el tratamiento 1 y las altas velocidades de impacto en el tratamiento 12 contribuyeron a mejorar la resistencia a la cavitación.

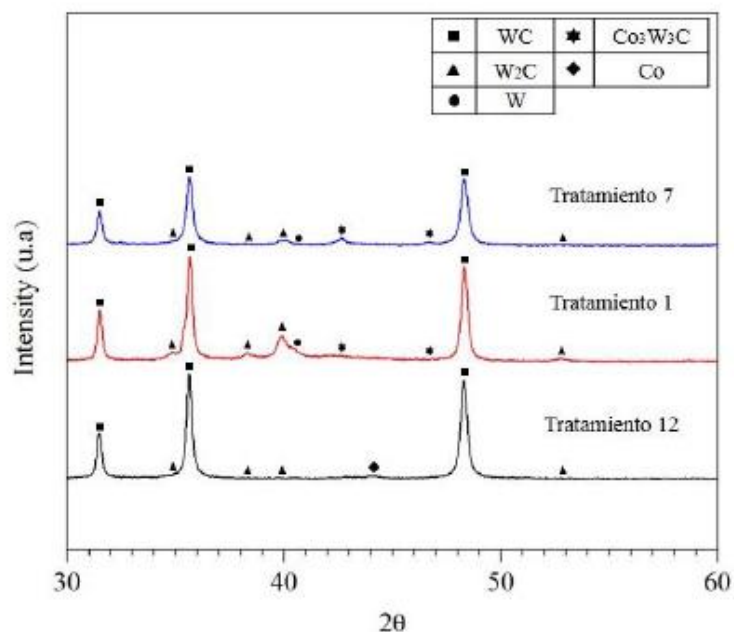


Figura 8 Patrones de difracción de rayos X para los tratamientos 1, 7 y 12 [5].

Según Zhao *et al.* [48] encontraron variación en la temperatura y velocidad de las partículas en vuelo al variar los parámetros de proceso; la velocidad de la partícula es más sensible al cambio de los parámetros de rociado que la temperatura, puesto que presenta un aumento de 14% y 8% cuando se incrementa el flujo total de gas; 11% y 3 % cuando se disminuye la tasa de alimentación, 2% y 1% cuando se disminuye la distancia de rociado, respectivamente. Al igual que Pukasiewicz *et al.* [28] quienes determinaron que la temperatura de las partículas es menos afectada por los parámetros de proceso que la velocidad. Además, Varis *et al.* [29] encontraron que la temperatura no presenta un aumento significativo al aumentar el flujo de oxígeno y flujo de combustibles en la misma razón O/F, mientras que la velocidad aumenta al incrementar la presión de gas.

De acuerdo con los estudios presentados podría esperarse que los tratamientos rociados con la razón O/H de 0,39 o 0,44 tengan temperaturas similares; según este razonamiento el tratamiento 1 y 4, los cuales han sido rociados con la misma razón O/H de 0,39, pueden presentar fases similares debido a la alta temperatura en los dos tratamientos, por lo tanto se espera tener en el tratamiento 4 las fases WC, W₂C, W y Co₃W₃C. Sin embargo de acuerdo a la sección 5.1.4 podría esperarse que el tratamiento 4 presente mayor temperatura y velocidad puesto que tiene el mayor flujo de oxígeno e hidrógeno, de forma que se esperan fases similares pero con mayor intensidad.

Según las referencias, los recubrimientos WC-12Co se someten a mayor grado de descarburización debido a que tiene mayor porcentaje de picos W₂C/ WC [21][54]. Sin embargo, el tratamiento 12 que se depositó con el tipo de polvo WC-12Co tuvo poca o casi nula presencia de W₂C, lo cual indica que se depositó con la temperatura suficiente para fundir las partículas sin generar altos niveles de descomposición y descarburación, además de la influencia de otros factores sobre la velocidad. De esta forma, se espera que el

tratamiento 14 tenga presencia de fases WC, W_2C y Co con baja intensidad puesto que tiene la menor temperatura y velocidad con el flujo de oxígeno de 453,4 SCFH y relación O_2/H_2 de 0,44.

Este análisis se puede reforzar con el incremento de la microdureza del recubrimiento debido al aumento de la temperatura que genera mayor cantidad de fase dura W_2C (3000 HV) por la disolución de las partículas W y C en la matriz (descarburación de WC) [25] [55]. Debido que los recubrimientos 4, 5, 10 y 16 depositados con mayor temperatura (flujo de oxígeno 593,2 SCFH y razón 0,39) presentan mayor microdureza en comparación con los demás tratamientos puede esperarse que esté relacionado con un mayor grado de descarburación.

La comparación entre tratamientos permite determinar que aquellos expuestos a mayor temperatura experimentan más descomposición y descarburación, pero no afecta contundentemente el comportamiento ante las prueba de erosión por *Slurry* y cavitación puesto que los tratamientos 4 y 10, los cuales tienen mayor temperatura y velocidad que los demás recubrimientos, tienen baja tasa de erosión para las dos pruebas; es decir que los niveles de descarburación a pesar de ser mayores en comparación con los demás tratamientos, son aceptables. Por lo tanto, el recubrimiento 4 tiene los parámetros óptimos para obtener mayor resistencia a la erosión, principalmente por su alta temperatura y velocidad que permitió tener alta microdureza, baja porosidad, alta adherencia de las partículas al resto del recubrimiento, lo cual aumenta la cohesión entre *splats* y adhesión entre láminas, puesto que aumentar la temperatura permitió la deposición de las partículas completamente fundidas en el sustrato y la velocidad mejoró la deformación de *splats* por el impacto sobre el sustrato [4].

Según la literatura los recubrimientos WC-10Co-4Cr presentan mayor microdureza en comparación con los tratamientos WC-12Co [38], esta tendencia no se verifica en este estudio en donde se obtuvieron el mismo rango de durezas para los dos tipos de polvo. Adicionalmente en esta investigación no se encontró una relación entre la microdureza y la tasa de erosión como se puede apreciar en la Figura 9, pero se muestra una mayor tasa de erosión con el tipo de polvo WC-12Co. Tampoco se encontró una relación entre la porosidad y la tasa de erosión, como se muestra en la Figura 10, debido principalmente a que los

niveles de porosidad obtenidos son muy buenos y no logran afectar el desempeño del recubrimiento en erosión.

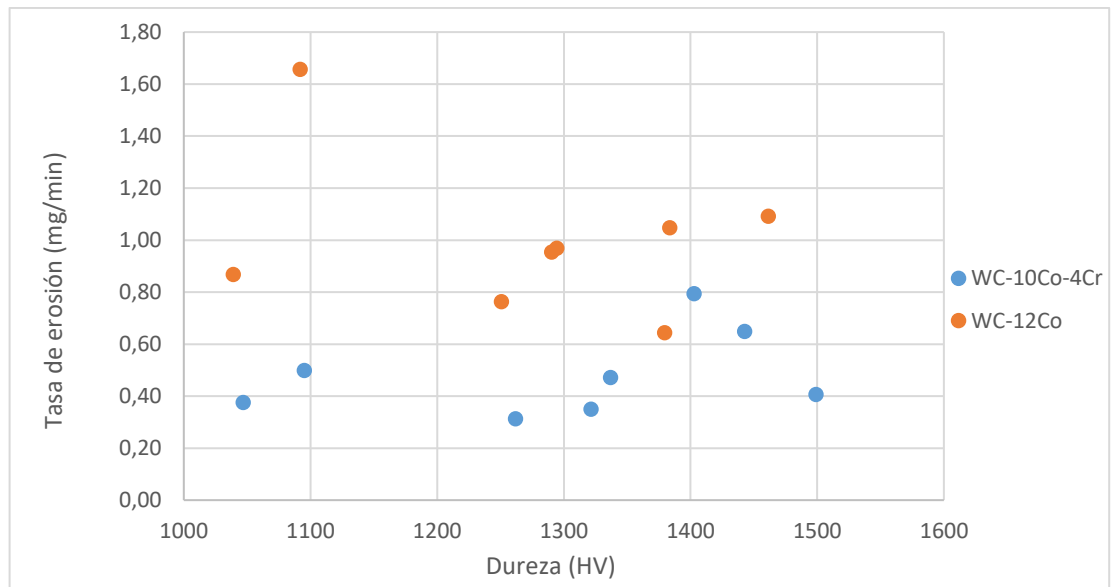


Figura 9 Correlación Tasa de erosión Vs Dureza del recubrimiento

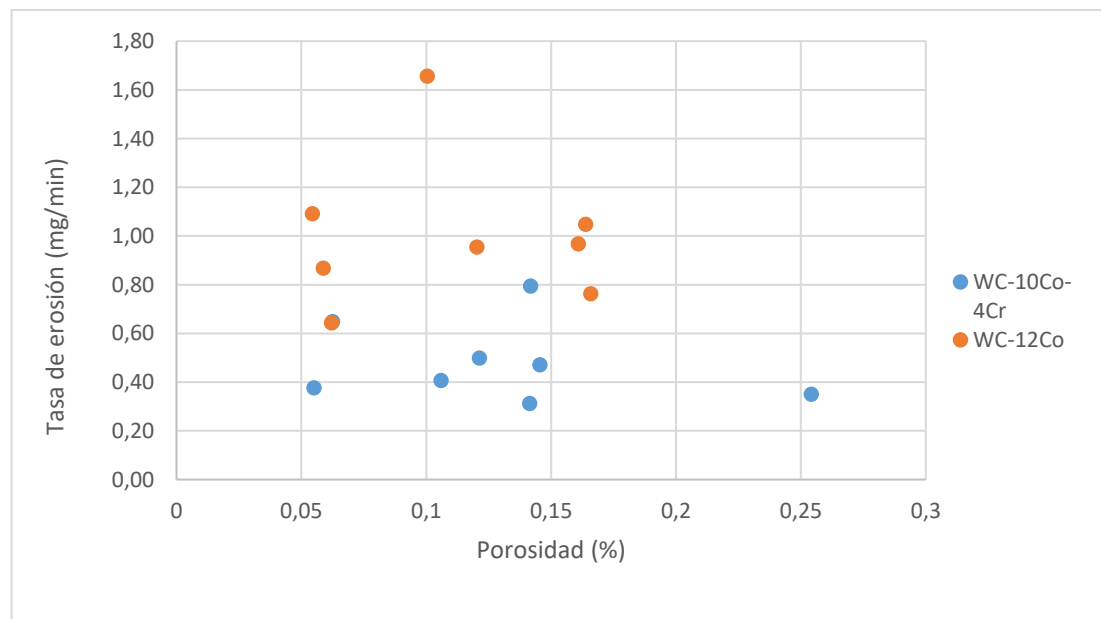


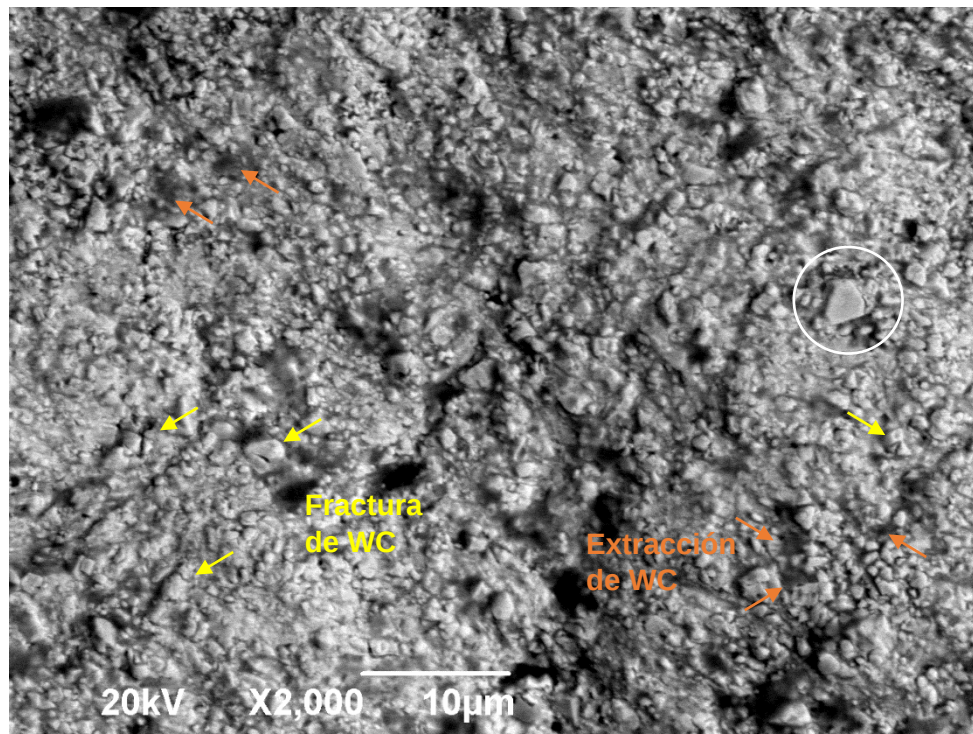
Figura 10 Correlación Tasa de erosión Vs Porosidad del recubrimiento

5.3 Análisis SEM

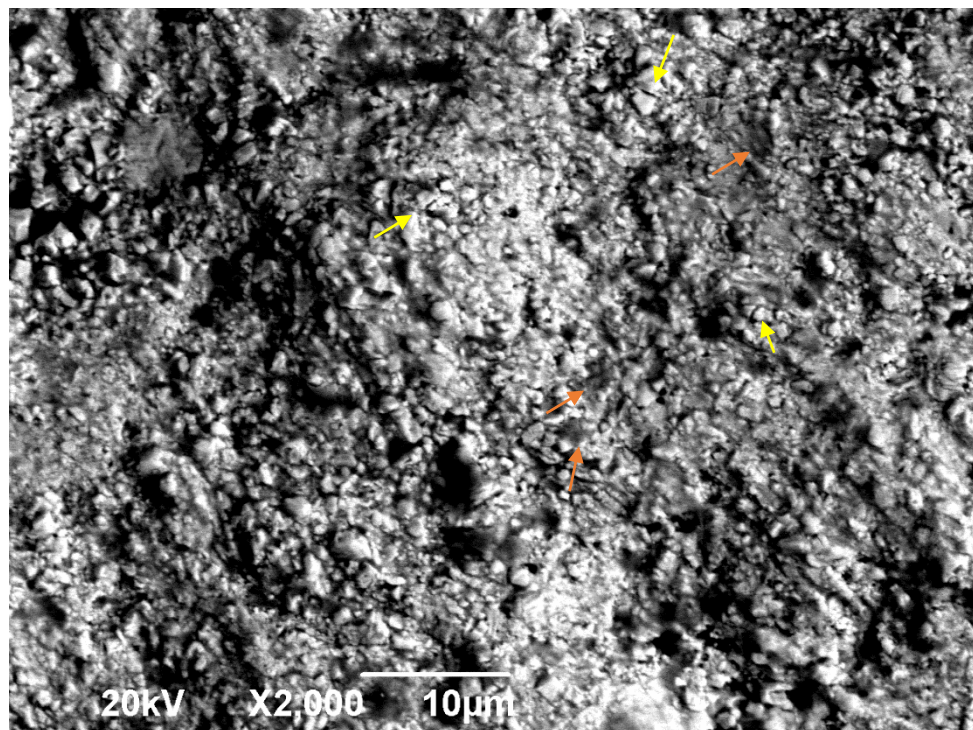
El análisis de las superficies de desgaste puede proporcionar información útil para entender el desempeño de los recubrimientos. Cui *et al.* [51] encontraron que los recubrimientos WC-10Co-4Cr expuestos al impacto de partículas duras a ángulos pequeños presentan principalmente arado del aglutinante lo que expone los granos WC sobre la superficie, sin embargo éstos por su alta dureza soportan la erosión hasta que son completamente removidos. Según Santana *et al.* [37] los recubrimientos WC-10Co-4Cr y WC-12Co presentan un comportamiento mixto porque se evidencian mecanismos dúctiles y frágiles, puesto que en la matriz aglutinante existe una deformación plástica (*grooves*) y en los carburos se presenta fractura y consecuente remoción. Al igual que otros autores determinan que los recubrimientos presentan un comportamiento mixto principalmente dúctil en prueba de erosión por slurry [24], [53].

Debido a que los recubrimientos tienen granos WC duros y frágiles en medio de una matriz aglutinante dúctil, se presentan diferentes mecanismos de remoción de material durante el proceso de erosión, los cuales dependen de las condiciones del ensayo, la microestructura de la matriz, la composición y el tamaño de grano del recubrimiento [24]. Los materiales dúctiles obtienen una erosión máxima en ángulos de impacto pequeños (20°-30°) y decrece en ángulos mayores; mientras que los materiales frágiles presentan un comportamiento opuesto, la erosión incrementa con ángulo mayores siendo máxima a 90°. Según Kumar *et al.* [7] existe una disminución de la tasa de erosión en los recubrimientos WC-10Co-4Cr bajo la prueba de erosión por slurry cuando el ángulo aumenta de 15° a 90° porque se disminuye la velocidad de la partícula erosiva debido a la formación de una zona en la superficie que amortigua su impacto, por lo tanto en un ángulo de 45° se presentará mayor tasa de erosión en comparación con el ángulo 90°, lo cual concuerda con el resultado de Roa [35].

En la Figura 11 se muestra la superficie de desgaste para evaluar el nivel de daño de los tratamientos 1 (a) y 8 (b), los cuales son los mejores recubrimientos para disminuir la erosión por cavitación y partícula dura respectivamente. Mientras que la Figura 12 muestra la superficie de desgaste del tratamientos 4 (a), seleccionado como el mejor comportamiento para las dos pruebas de erosión; así como el tratamiento 14 (b) que es el peor en erosión por partícula dura. Puesto que la prueba de erosión se realizó con una alta concentración de partículas erosivas en un periodo corto de tiempo, el desgaste es superficial y no se espera erosionar el sustrato; la respuesta es suficiente para deducir e identificar los mecanismos más representativos.

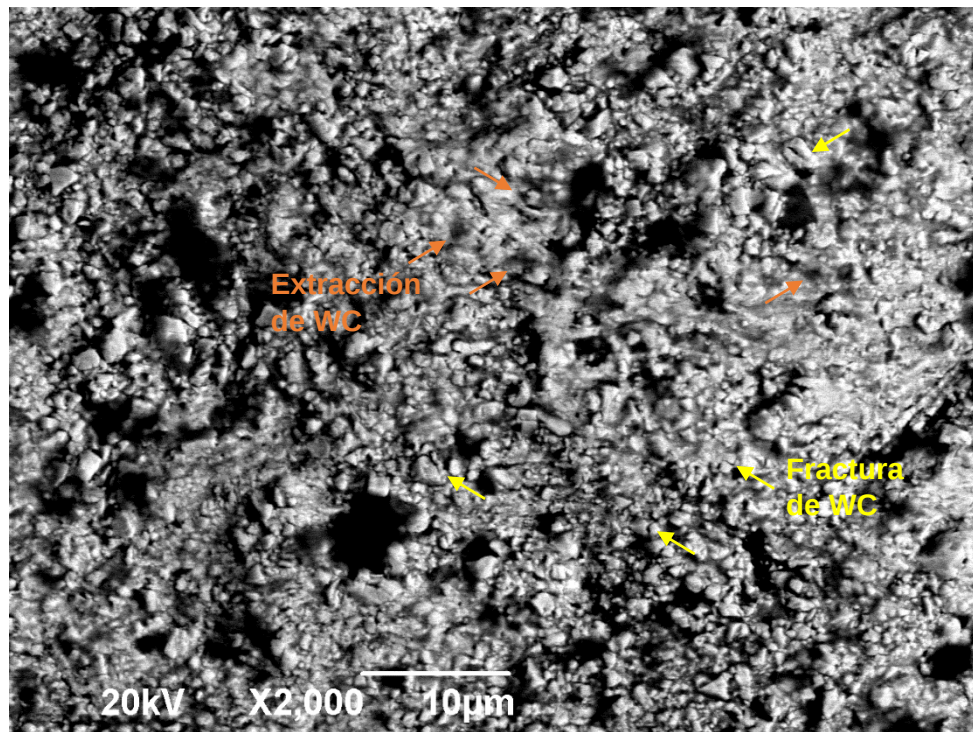


(a)

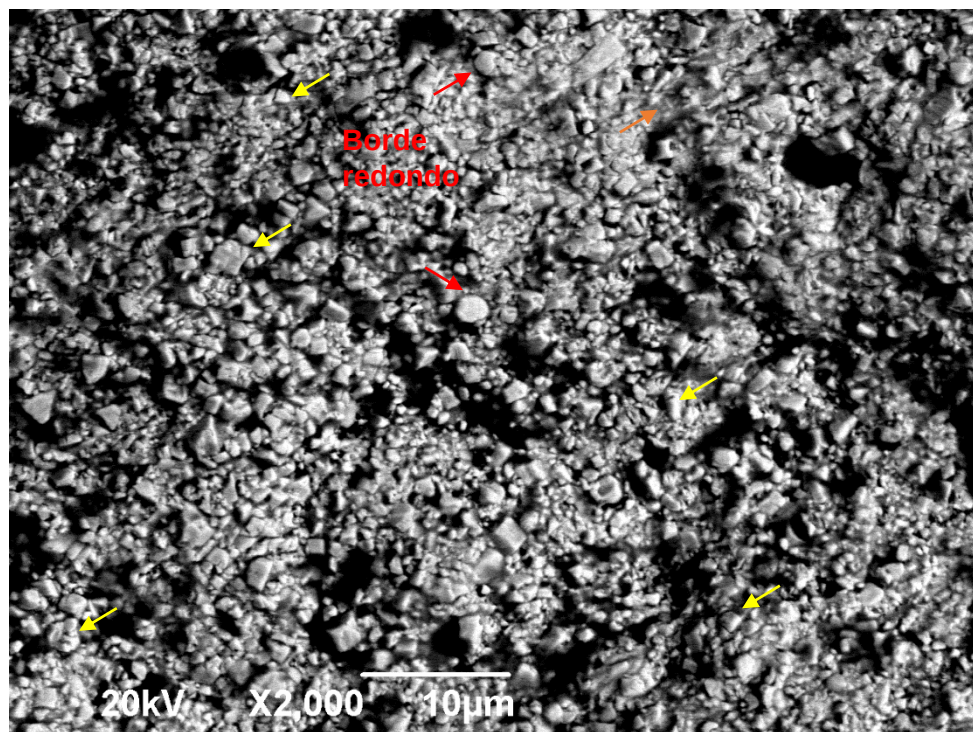


(b)

Figura 11 Superficie de desgaste del recubrimiento a un ángulo de impacto de 45°: (a) Tratamiento 1 y (b) Tratamiento 8



(a)



(b)

Figura 12 Superficie de desgaste del recubrimiento a un ángulo de impacto de 45°: (a) Tratamiento 4 y (b) Tratamiento 14

En todos los recubrimientos se presentaron mecanismos de remoción similares a un ángulo de 45° , los cuales inician con la remoción de material aglutinante por medio de la deformación plástica generada por los impactos de las partículas erosivas; la matriz es removida alrededor del grano de carburo dejándolo expuesto a los siguientes impactos, el cual absorbe la mayor parte de la energía cinética provocando la fractura y despunte del carburo; además pierde adhesión al recubrimiento y es propenso a ser removido completamente por la ausencia de material aglutinante capaz de retenerlo [7].

En la Figura 11 (a) se muestra un carburo de gran tamaño, indicando que no se fundió en el recubrimiento; puesto que el aglutinante metálico se fundió parcial o completamente mientras que alguna partículas WC permanecieron en el estado sólido durante el rociado [48], [51]. En todos los recubrimientos existen zonas donde se evidencia claramente la morfología del carburo principalmente rectangular, mientras que otros presentan contornos suaves o redondos debido al impacto de las partículas erosivas, también se observa la fractura y remoción de los carburos. La remoción de la matriz aglutinante de los carburos, posiblemente por deformación plástica, no se puede evidenciar claramente. Las zonas oscuras se conforman por orificios pequeños o círculos alargados de distintas formas, éstos corresponden probablemente a huecos o porosidad del material.

Los dos recubrimientos en la Figura 11 se diferencian principalmente en el tamaño del grano WC, porque el tratamiento 1 (a) presenta menor tamaño que el tratamiento 8 (b), posiblemente por una mayor temperatura en el primero. Un comportamiento similar se muestra en la Figura 12, donde el tratamiento 4 (a) muestra menor tamaño de carburo que el tratamiento 14 (b), además en este último se encuentran carburos grandes aglomerados con poca presencia de matriz aglutinante debido al tipo de polvo (WC-12Co).

El tratamiento 1, a pesar de tener una buena fundición de las partículas, la velocidad no es suficiente para tener buena adhesión, así que presentó baja resistencia a la erosión por partícula dura. Mientras que el tratamiento 8 obtuvo una alta velocidad y una buena temperatura, suficiente para fundir las partículas sin provocar alta descarburación, por lo tanto es la mejor condición para la resistencia a la erosión por partícula dura. Se puede evidenciar una gran diferencia del tratamiento 14 respecto a los demás, porque los carburos son más grandes e irregulares debido a la condición de menor temperatura y velocidad, lo cual ocasionó que los carburos no se fundieron completamente teniendo baja adhesión y dureza; por lo tanto, la resistencia a la erosión por partícula dura disminuyó significativamente. Por último, el tratamiento 4 a pesar de no ser la mejor condición presenta un buen comportamiento en las dos pruebas, debido a la alta temperatura y velocidad que permitió depositar las partículas con un tamaño óptimo para soportar la erosión; se espera mayor grado de descomposición en comparación con los demás, sin embargo la alta velocidad posiblemente impidió un tiempo prolongado de permanencia en la cámara y no se generó una descomposición significativa.

En la Figura 13 se aprecia con más detalle la fractura y despunte de los granos WC en el tratamiento 4. Se pueden observar zonas donde los granos WC tienen menor tamaño, los cuales han sido formados durante la deposición del recubrimiento por la disolución de los granos WC en la matriz aglutinante [25]. En la Figura 14 se detecta una cantidad de oxígeno anormal, característico de un proceso de oxidación [48], [51].

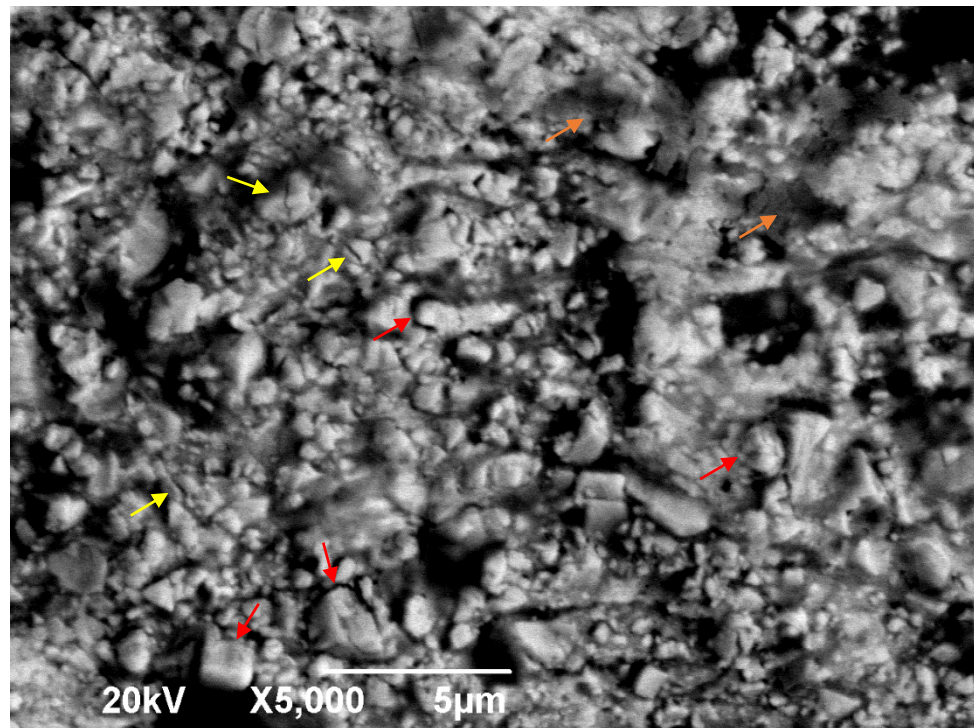
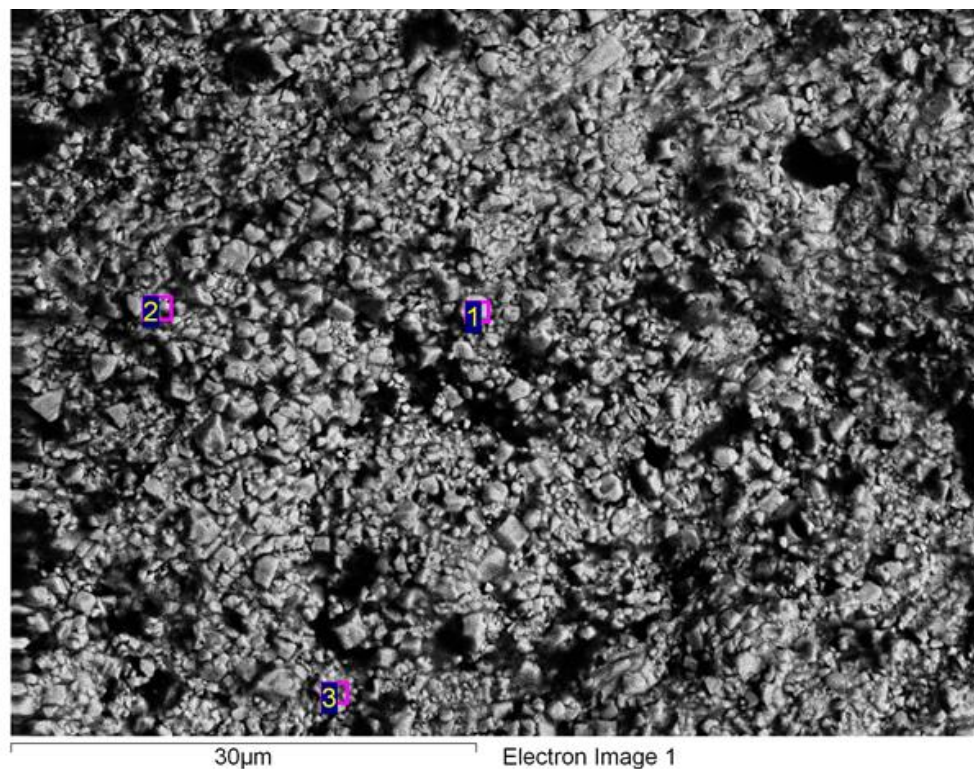


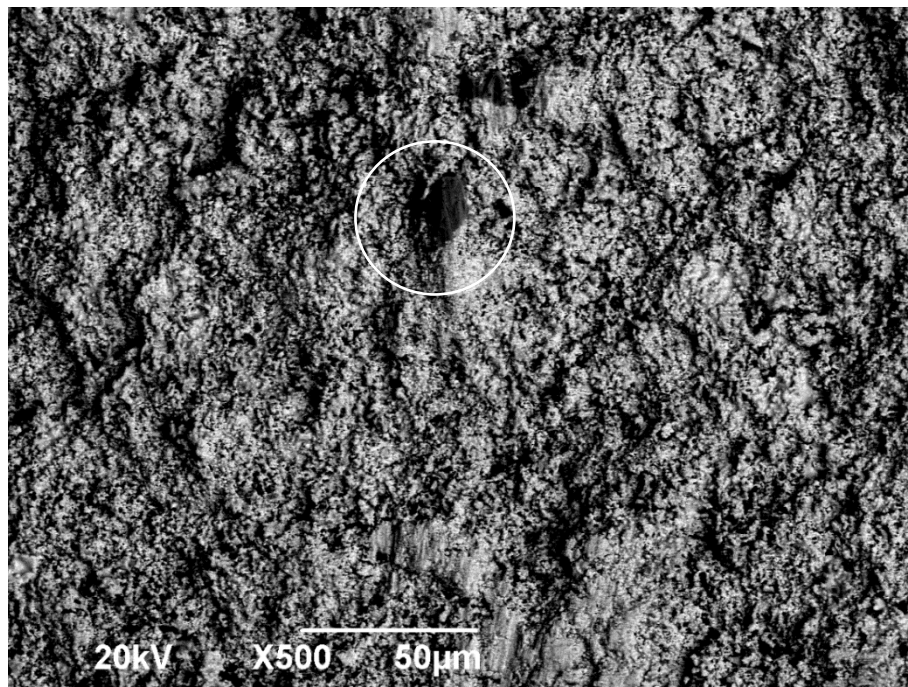
Figura 13 Superficie de desgaste del recubrimiento a un ángulo de impacto de 45°: Tratamiento 4



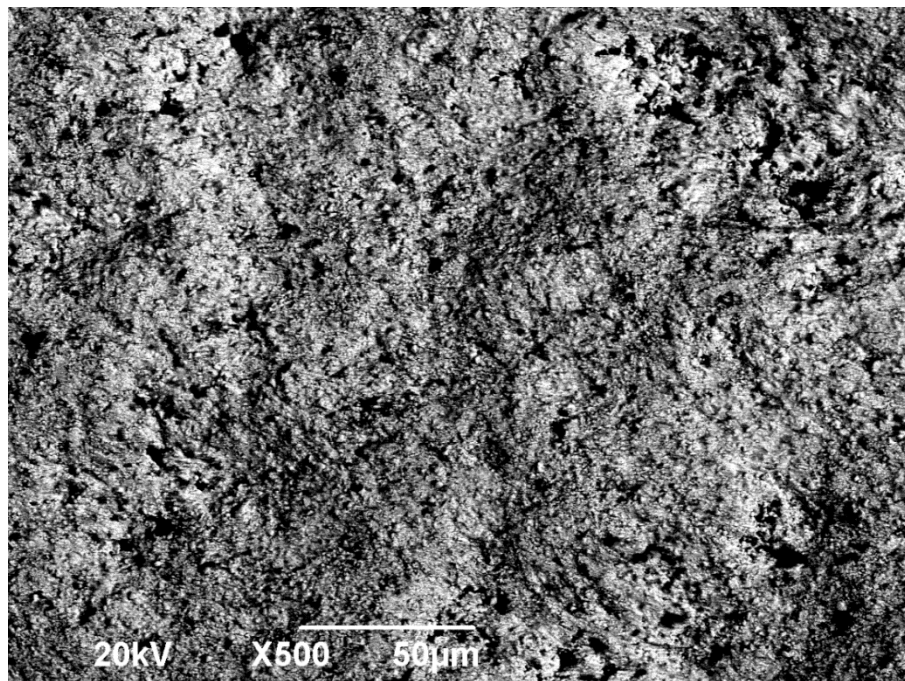
Muestra	C	O	Co	W
1	-	6,50	-	93,50
2	-	7,20	8,18	84,62
3	2,29	7,27	13,79	76,66

Figura 14 Análisis de EDS del tratamiento 14 (recubrimiento)

En la Figura 15 se compara la superficie del recubrimiento 1, depositado inicial (a) y la superficie erosionado (b), se observa que esta última es relativamente más lisa, esto se debe posiblemente a la remoción de micro-crestas y granos ligeramente adheridos a la superficie por los impactos repetitivos de las partículas erosivas [24]. Puede apreciarse en la Figura 15 (a) que la superficie del recubrimiento depositado es más rugosa y áspera, también se observa una mancha oscura la cual es una región rica en Cr y no debe considerarse como porosidad o extracción de grano [39]. En la Figura 15 (b) se evidencian los granos WC con un contraste claro, los huecos con contraste oscuro y en la matriz aglutinante distintos tonos de grises; las regiones de alta claridad o brillantes indican la disolución de WC en la matriz que son provocadas por la descarburización [24], [25], [47].



(a)



(b)

Figura 15 Superficie del recubrimiento depositado con las condiciones del tratamiento 1: (a) sin erosionar y (b) erosionado por partícula dura a 45°

6 CONCLUSIONES

Con el propósito de seleccionar el recubrimiento con mejor comportamiento ante el desgaste de erosión por partícula dura, se evaluó el efecto de los parámetros de proceso en 16 tratamientos depositados por la técnica HVOF sobre la resistencia a la erosión. Las principales conclusiones de este trabajo son:

- Del análisis estadístico ANOVA del diseño factorial fraccionado 2^{8-4} usando como variable de respuesta la tasa de erosión por *Slurry*, se determina que los factores más significativos son: tipo de polvo (B), preparación superficial (E), espesor (H) y las interacciones de la relación O_2/H_2 (C), flujo de oxígeno (D) y flujo de gas de transporte (F) con el factor H, los cuales tienen una contribución de 58,07% de los resultados, teniendo el factor B la mayor contribución con 28,31%.
- De acuerdo con el análisis de la tasa de erosión vs H (espesor), para las interacciones entre los factores C, D, F y G con la covariable H en las pruebas de erosión por *Slurry* y cavitación, se determinó el espesor de 293,3 μm como el más óptimo para tener menor tasa de erosión en los dos pruebas.
- Entre los 16 tratamientos, el recubrimiento depositado con el tratamiento 4 presentó buena resistencia a la erosión por *Slurry* y cavitación, el cual tiene los niveles óptimos según el análisis de los factores e interacciones, menos en los factores E y F para cavitación así como C y F para *Slurry*. Su comportamiento se debe a una mejor fundición y alta velocidad de las partículas que genera alta adhesión, mayor dureza y menor porosidad.
- No se observó correlación de la resistencia a la erosión por partícula dura con las propiedades mecánicas de dureza, porosidad y rugosidad, debido a la dispersión en los datos de la tasa de erosión
- Los principales mecanismos de desgaste en la prueba de erosión por *Slurry* de los recubrimientos a un ángulo de 45° , fueron la exposición de los carburos sobre la superficie, lo cual permitió la fractura y despunte por los impactos repetitivos de las partículas erosivas con una posterior remoción de los carburos; además de una posible remoción de la matriz aglutinante debido a la deformación plástica, la cual no se evidencio claramente.

7 REFERENCIAS

- [1] M. K. Padhy and R. P. Saini, "A review on silt erosion in hydro turbines," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 12, no. 7, pp. 1974–1987, 2008.
- [2] N. Vashishtha, R. K. Khatirkar, and S. G. Sapate, "Tribological behaviour of HVOF sprayed WC-12Co, WC-10Co-4Cr and Cr₃C₂-25NiCr coatings," *Tribol. Int.*, vol. 105, pp. 55–68, 2017.
- [3] M. Oksa, E. Turunen, T. Suhonen, T. Varis, and S.-P. Hannula, "Optimization and Characterization of High Velocity Oxy-fuel Sprayed Coatings: Techniques, Materials, and Applications," *Coatings*, vol. 1, no. 1, pp. 17–52, 2011.
- [4] W. Ojeda, "Evaluación del efecto de las variables de proceso en recubrimientos depositados por HVOF sobre acero AISI 420," *Univ. del Val.*, 2016.
- [5] C. Muñoz, "Evaluación del efecto de las variables de proceso involucradas en la aplicación de recubrimientos por HVOF sobre la resistencia a la erosión por cavitación," *Univ. del Val.*, 2018.
- [6] A. S. M. Ang and C. C. Berndt, "A review of testing methods for thermal spray coatings," *Int. Mater. Rev.*, vol. 59, no. 4, pp. 179–223, 2014.
- [7] R. E. Kumar, M. Kamaraj, S. Seetharamu, and A. K. S., "A pragmatic approach and quantitative assessment of silt erosion characteristics of HVOF and HVOF processed WC-CoCr coatings and 16Cr5Ni steel for hydro turbine applications," *Mater. Des.*, vol. 132, pp. 79–95, 2017.
- [8] D. Sen, N. M. Chavan, D. S. Rao, and G. Sundararajan, "Influence of grit blasting on the roughness and the bond strength of detonation sprayed coating," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 19, no. 4, pp. 805–815, 2010.
- [9] Q. Yang, T. Senda, and A. Ohmori, "Effect of carbide grain size on microstructure and sliding wear behavior of HVOF-sprayed WC-12% Co coatings," *Wear*, vol. 254, no. 1–2, pp. 23–34, 2003.
- [10] H. Kumar, C. Chittosiy, and V. N. Shukla, "HVOF Sprayed WC Based Cermet Coating for Mitigation of Cavitation, Erosion & Abrasion in Hydro Turbine Blade," *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 2, pp. 6413–6420, 2018.
- [11] L. Pawlowski, "The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings." 2008.
- [12] R. J. K. Wood, "Tribology of thermal sprayed WC-Co coatings," *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 28, no. 1, pp. 82–94, 2010.
- [13] D. W. Wheeler and R. J. K. Wood, "Erosion of hard surface coatings for use in offshore gate valves," *Wear*, vol. 258, no. 1-4 SPEC. ISS., pp. 526–536, 2005.
- [14] K. Budinski, *Solid Particle Erosion*. 2013.
- [15] R. Schwetzke and H. Kreye, "Microstructure and properties of tungsten carbide coatings sprayed with various HVOF spray systems," *Therm. Spray Conf.*, vol. 8, no. September, pp. 187–192, 1998.
- [16] K. Murugan, A. Ragupathy, V. Balasubramanian, and K. Sridhar, "Developing Empirical Relationship to Predict Hardness in WC- 10Co-4Cr HVOF Sprayed Coatings," *Procedia Mater. Sci.*, vol. 5, pp. 918–927, 2014.
- [17] Q. Wang, Z. Chen, L. Li, and G. Yang, "The parameters optimization and abrasion

- wear mechanism of liquid fuel HVOF sprayed bimodal WC-12Co coating,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 206, no. 8–9, pp. 2233–2241, 2012.
- [18] Y. Wang, S. L. Jiang, Y. G. Zheng, W. Ke, W. H. Sun, X. C. Chang, W. L. Hou and J. Q. Wang, “Effect of processing parameters on the microstructures and corrosion behaviour of high-velocity oxy-fuel (HVOF) sprayed Fe-based amorphous metallic coatings,” *Mater. Corros.*, vol. 64, no. 9, pp. 801–810, 2013.
 - [19] C. J. Li and G. J. Yang, “Relationships between feedstock structure, particle parameter, coating deposition, microstructure and properties for thermally sprayed conventional and nanostructured WC-Co,” *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 39, pp. 2–17, 2013.
 - [20] A. Karimi, C. Verdon, J. L. Martin, and R. K. Schmid, “Slurry erosion behaviour of thermally sprayed WC-M coatings,” *Wear*, vol. 186–187, no. PART 2, pp. 480–486, 1995.
 - [21] Y. Y. Santana, L. J. G. Barbera-Sosa, J. Caro, E. S. Puchi-Cabrera, and M. H. Staia, “Mechanical properties and microstructure of WC–10Co–4Cr and WC–12Co thermal spray coatings deposited by HVOF,” *Surf. Eng.*, vol. 24, no. 5, pp. 374–382, 2008.
 - [22] Y. Y. Özbek, N. Canikoğlu, and M. Ipek, “The mechanical properties and wear resistance of HVOF sprayed WC-Co coatings,” *Acta Phys. Pol. A*, vol. 129, no. 4, pp. 600–603, 2016.
 - [23] G. Bolelli, L. Lusvarghi, and M. Barletta, “HVOF-sprayed WC-CoCr coatings on Al alloy: Effect of the coating thickness on the tribological properties,” *Wear*, vol. 267, no. 5–8, pp. 944–953, 2009.
 - [24] D. Kumar Goyal, H. Singh, H. Kumar, and V. Sahni, “Slurry erosion behaviour of HVOF sprayed WC-10Co-4Cr and Al₂O₃+13TiO₂ coatings on a turbine steel,” *Wear*, vol. 289, pp. 46–57, 2012.
 - [25] D. Wang, B. Zhang, C. Jia, F. Gao, Y. Yu, K. Chu, M. Zhang and X. Zhao, “Influence of carbide grain size and crystal characteristics on the microstructure and mechanical properties of HVOF-sprayed WC-CoCr coatings,” *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 69, no. August, pp. 138–152, 2017.
 - [26] L. Thakur, N. Arora, R. Jayaganthan, and R. Sood, “An investigation on erosion behavior of HVOF sprayed WC-CoCr coatings,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 258, no. 3, pp. 1225–1234, 2011.
 - [27] V. A. Pugsley and C. Allen, “Microstructure and property relationships in the slurry erosion of tungsten carbide – cobalt,” 1999.
 - [28] A. G. M. Pukasiewicz, H. E. de Boer, G. B. Sucharski, R. F. Vaz, and L. A. J. Procopiak, “The influence of HVOF spraying parameters on the microstructure, residual stress and cavitation resistance of FeMnCrSi coatings,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 327, pp. 158–166, 2017.
 - [29] T. Varis, T. Suhonen, A. Ghabchi, A. Valarezo, S. Sampath, X. Liu and S. P. Hannula, “Formation mechanisms, structure, and properties of HVOF-sprayed WC-CoCr coatings: An approach toward process maps,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 23, no. 6, pp. 1009–1018, 2014.
 - [30] G. W. Stachowiak and A. W. Batchelor, “Abrasive, Erosive and Cavitation Wear,” *Eng. Tribol.*, pp. 501–551, 2007.

- [31] C. Zheng, Y. Liu, J. Qin, W. Ji, S. Zhang, R. Ji and B. Cai, "Experimental study on the erosion behavior of WC-based high-velocity oxygen-fuel spray coating," *Powder Technol.*, vol. 318, pp. 383–389, 2017.
- [32] Oerlikon metco, "Material Product Data Sheet Tungsten Carbide – 10 % Cobalt 4 % Chromium Powders." [Online]. Available: https://www.oerlikon.com/ecomaXL/files/metco/oerlikon_DSMTS-0025.12_86WC10Co4Cr_AggSint.pdf&download=1.
- [33] Oerlikon Metco, "Material Product Data Sheet Tungsten Carbide – 12 % Cobalt Sintered and Crushed Powders for Thermal Spray." [Online]. Available: http://www.oerlikon.com/ecomaXL/files/metco/oerlikon_DSMTS-0115.2_88WC12Co_SintCrush.pdf&download=1.
- [34] M. Douglas, *Diseño y análisis de experimentos*. 2002.
- [35] C. V. Roa, "Estudio de la aplicación de tratamientos térmicos superficiales y recubrimientos para incrementar la resistencia al desgaste en materiales empleados en turbomaquinaria," *Univ. del Val.*, 2016.
- [36] H. O. Weidow, J., Norgren, S., & Andrén, "Effect of V, Cr and Mn additions on the microstructure of WC–Co," *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, pp. 817–822, 2009.
- [37] Y. Y. Santana, J.G La Barbera-Sosa, A. Bencomo, J. Lesage, D. Chicot, E. Bemporad, E. S. Puchi-Cabrera and M. H. Staia, "Influence of mechanical properties of tungsten carbide–cobalt thermal spray coatings on their solid particle erosion behaviour," *Surf. Eng.*, vol. 28, no. 4, pp. 237–243, 2012.
- [38] L. J. Wang, H. Chen, Y. Liu, G. Q. Gou, and D. Li, "Effects of Cr on Microstructure and Hardness of HVOF-Sprayed WC-Co Coating," *Adv. Mater. Res.*, vol. 317–319, pp. 301–306, 2011.
- [39] L. Thakur and N. Arora, "A study of processing and slurry erosion behaviour of multi-walled carbon nanotubes modified HVOF sprayed nano-WC-10Co-4Cr coating," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 309, pp. 860–871, 2017.
- [40] H. M. Hawthorne, B. Arsenault, J. P. Immarigeon, J. G. Legoux, and V. R. Parameswaran, "Comparison of slurry and dry erosion behaviour of some HVOF thermal sprayed coatings," *Wear*, vol. 225–229, no. PART II, pp. 825–834, 1999.
- [41] Y. Y. Wang, C. J. Li, and A. Ohmori, "Influence of substrate roughness on the bonding mechanisms of high velocity oxy-fuel sprayed coatings," *Thin Solid Films*, vol. 485, no. 1–2, pp. 141–147, 2005.
- [42] M. H. Staia, E. Ramos, A. Carrasquero, A. Roman, J. Lesage, D. Chicot and G. Mesmacque, "Effect of substrate roughness induced by grit blasting upon adhesion of WC-17% Co thermal sprayed coatings," *Thin Solid Films*, vol. 377–378, pp. 657–664, 2000.
- [43] W. A. González-Hermosilla, D. Chicot, J. Lesage, J. G. La Barbera-Sosa, I. C. Gruescu, M. H. Staia and E. S. Puchi-Cabrera, "Effect of substrate roughness on the fatigue behavior of a SAE 1045 steel coated with a WC-10Co-4Cr cermet, deposited by HVOF thermal spray," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 24–25, pp. 6551–6561, 2010.
- [44] B. Rajasekaran, G. Mauer, R. Vaßen, A. Röttger, S. Weber, and W. Theisen, "Thick tool steel coatings using HVOF spraying for wear resistance applications," *Surf.*

Coatings Technol., vol. 205, no. 7, pp. 2449–2454, 2010.

- [45] M. Magnani, P. H. Suegama, N. Espallargas, S. Dosta, C. S. Fugivara, J. M. Guilemany and A. V. Benedetti, "Influence of HVOF parameters on the corrosion and wear resistance of WC-Co coatings sprayed on AA7050 T7," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 202, no. 19, pp. 4746–4757, 2008.
- [46] J. Stokes and L. Looney, "Residual stress in HVOF thermally sprayed thick deposits," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 177–178, pp. 18–23, 2004.
- [47] J. A. Picas, M. Punset, M. T. Baile, E. Martín, and A. Forn, "Effect of oxygen/fuel ratio on the in-flight particle parameters and properties of HVOF WC-CoCr coatings," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. SUPPL. 2, pp. S364–S368, 2011.
- [48] L. Zhao, M. Maurer, F. Fischer, R. Dicks, and E. Lugscheider, "Influence of spray parameters on the particle in-flight properties and the properties of HVOF coating of WC-CoCr," *Wear*, vol. 257, no. 1–2, pp. 41–46, 2004.
- [49] X. Guo, M. P. Planche, J. Chen, and H. Liao, "Relationships between in-flight particle characteristics and properties of HVOF sprayed WC-CoCr coatings," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 214, no. 2, pp. 456–461, 2014.
- [50] K. Murugan, A. Ragupathy, V. Balasubramanian, and K. Sridhar, "Optimizing HVOF spray process parameters to attain minimum porosity and maximum hardness in WC-10Co-4Cr coatings," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 247, pp. 90–102, 2014.
- [51] S. Y. Cui, Q. Miao, W. P. Liang, B. Z. Huang, Z. Ding, and B. W. Chen, "Slurry Erosion Behavior of F6NM Stainless Steel and High-Velocity Oxygen Fuel-Sprayed WC-10Co-4Cr Coating," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 26, no. 3, pp. 473–482, 2017.
- [52] J. A. Picas, E. Rupérez, M. Punset, and A. Forn, "Influence of HVOF spraying parameters on the corrosion resistance of WC-CoCr coatings in strong acidic environment," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 225, pp. 47–57, 2013.
- [53] A. kumar, A. Sharma, and S. K. Goel, "Erosion behaviour of WC–10Co–4Cr coating on 23-8-N nitronic steel by HVOF thermal spraying," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 370, pp. 418–426, 2016.
- [54] T. Peat, A. Galloway, A. Toumpis, D. Harvey, and W. H. Yang, "Performance evaluation of HVOF deposited cermet coatings under dry and slurry erosion," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 300, pp. 118–127, 2016.
- [55] S. Hong, Y. Wu, B. Wang, Y. Zheng, W. Gao, and G. Li, "High-velocity oxygen-fuel spray parameter optimization of nanostructured WC-10Co-4Cr coatings and sliding wear behavior of the optimized coating," *Mater. Des.*, vol. 55, pp. 286–291, 2014.

8 ANEXOS

Tabla 9 Comprobación de la tasa de erosión del acero CA6NM, en la prueba de erosión por Slurry a 90°

Repetición	Tasa de erosión (mm/min)
1	0,077
2	0,079
3	0,075
Media	0,077
Intervalo de confianza 95%	0,004

Prueba Genuina	0,075 ± 0,002
Prueba repetida	0,077 ± 0,004

Tabla 10 Propiedades tribológicas y mecánicas para los tratamientos de estudio

TRATAMIENTO	TASA DE EROSION (mg/min)	Microdureza (HV _{0,3})	Porosidad (%)	Rugosidad (μm)
1	0,794 ± 0,369	1402,7 ± 39,5	0,1418 ± 0,059	6,52 ± 0,21
2	0,763 ± 0,834	1250,7 ± 121,1	0,1660 ± 0,044	5,86 ± 0,25
3	0,472 ± 0,084	1336,8 ± 47,7	0,1456 ± 0,068	6,11 ± 0,30
4	0,407 ± 0,080	1498,9 ± 79,9	0,1059 ± 0,089	4,63 ± 0,32
5	0,643 ± 0,287	1379,5 ± 178,6	0,0621 ± 0,083	4,35 ± 0,33
6	0,868 ± 0,493	1039,0 ± 87,2	0,0588 ± 0,090	4,69 ± 0,41
7	0,498 ± 0,127	1095 ± 48,9	0,1213 ± 0,097	7,50 ± 0,40
8	0,312 ± 0,016	1261,6 ± 80,5	0,1414 ± 0,072	5,36 ± 0,25
9	1,091 ± 0,657	1461,4 ± 123,6	0,0545 ± 0,097	4,63 ± 0,28
10	0,648 ± 0,205	1442,6 ± 105,7	0,0625 ± 0,084	4,49 ± 0,36
11	0,376 ± 0,084	1046,7 ± 77,4	0,0551 ± 0,053	6,80 ± 0,29
12	0,968 ± 0,200	1294,2 ± 117,9	0,1609 ± 0,034	5,25 ± 0,30
13	0,350 ± 0,152	1321,4 ± 74,8	0,2542 ± 0,042	4,25 ± 0,20
14	1,657 ± 0,625	1091,7 ± 99	0,1005 ± 0,337	5,09 ± 0,29
15	0,954 ± 0,152	1290,3 ± 104	0,1203 ± 0,260	4,79 ± 0,17
16	1,048 ± 0,305	1383,6 ± 101,5	0,1638 ± 0,160	4,2 ± 0,22