

00378



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

MONTAJE Y CARACTERIZACIÓN DEL PROCESO  
DE ROCIADO DE FLAMA CON DEPÓSITO DE ZINC  
SOBRE SUBSTRATOS DE ACERO GRADO API.

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:  
MAESTRO EN CIENCIA E  
INGENIERÍA DE MATERIALES  
P R E S E N T A :  
MIGUEL ÁNGEL SUÁREZ ROSALES

TUTOR:

DR. JULIO ALBERTO JÚAREZ ISLAS





Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

---

## RECONOCIMIENTOS

Para el Dr. Julio Alberto Juárez Islas, director de tesis. Por la confianza que tuvo en mi para desarrollar la maestría y el desarrollo del presente trabajo de investigación.

Para el Dr. Octavio Álvarez Fragoso y el Dr. José Gonzalo González Reyes, Co – tutores. Por su ayuda durante toda la maestría y por compartir sus conocimientos.

Para el Dr. José Roberto Zenit Camacho. Por su colaboración del presente trabajo experimental.

Para el M en I. Gabriel Ángel Lara Rodríguez. Por la gran ayuda durante el desarrollo experimental y teórico del presente trabajo.

A todos los sinodales: Dr. Julio Alberto Juárez Islas, Dr. Luis D. Francisco Romeau Casajuana, Dr. Bernardo Campillo Illanes, Dr. Bernardo Hernández Morales, Dr. Octavio Álvarez Fragoso.

---

## AGRADECIMIENTOS

Para el Dr. Ricardo Vera Graziano Coordinador del Posgrado, para Lilia y Griselda, por todas sus atenciones.

Para el Instituto de Investigaciones en Materiales por la oportunidad de realizar mis estudios en sus instalaciones y equipos.

Para los profesores que me ayudaron a acreditar las materias, A la Dra. Mirna Estrada, Dr. Juan Hernández, Dr. José Gonzalo González, Dr. Gabriel Torres, Dr. Montemayor, Dr. Rafael Shouwenaars.

Para CONACyT por la gran ayuda proporcionada durante todo el periodo de los estudios de la Maestría.

Para Roberto Alcaraz por su ayuda en la parte experimental del trabajo de investigación.

Para todo el personal que labora en el Instituto de Investigaciones en Materiales:

A Rosario Santibáñez H. Secretaria del Departamento Metálicos y Cerámicos.

Al Sr. Martín Serrano del taller de maquinas y herramientas.

Al Sr. Rafael García, del departamento de compras.

Al Sr. Eduardo Caballero del departamento de fotografía.

Al Dr. Alfredo Maciel por su ayuda en las pruebas de adhesión.

A Leticia Baños por su ayuda en las pruebas de difracción de rayos X.

A Teresa Vázquez encargada de la biblioteca del IIM y a todo el personal de la que labora en la biblioteca.

A mis compañeros y amigos del IIM. Fidencio, Uriel Omán, Wilbert, Verónica, Guillermo, Gustavo, Rodrigo, Efrén, Feliz, Ivonne, Wendy, Raúl, Ángel, Rosa, Gabriel, Omar, Francisco, Luis, Fernando, Samuel, Rafael y a todos los compañeros de Reología.

Gracias a todos ellos, Gracias a Dios.

---

## DEDICADA

A toda la Familia Suárez Rosales.

### **A mis padres:**

Antonio Suárez Sepúlveda y Sofia Rosales Gandara.

### **A mis Hermanos:**

Irma, Antonio, Rocio, Fernando, Sofia.

### **A mis sobrinos:**

Luz Maria, Giovanni, Christopher, Karen, Gabriel, y Eduardo D.

A toda la gente que nos hace el favor de ayudarnos, especialmente a la señora Marta y Martín.

---

**INDICE**

	<b>Páginas.</b>
<b>INTRODUCCION Y OBJETIVOS</b>	1
<b>CAPITULO 1</b>	
<b>REVISION BIBLIOGRAFICA.</b>	
1.1 Rociado térmico	3
1.2 Etapas de rociado térmico	7
1.3 Capas rociadas	17
1.4 Diagnóstico de las capas	23
<b>CAPITULO 2</b>	
<b>DESARROLLO EXPERIMENTAL</b>	
2.1 Equipo de rociado de flama	33
2.2 Filmación del proceso de rociado de flama	36
2.3 Tamaño y morfología de las gotas	38
2.4 Caracterización de la preforma de campana	38
2.5 Adherencia	40
2.6 Porosidad y Microestructura de las capas	44
2.7 Difracción de rayos X	45
<b>CAPITULO 3</b>	
<b>RESULTADOS</b>	
3.1 Filmación del proceso de rociado de flama	46
3.2 Tamaño de las gotas	60
3.3 Caracterización de la preforma de campana	64
3.4 Adherencia	68
3.5 Porosidad	73
3.6 Microestructura	80
3.7 Difracción de rayos X	86
<b>ANALISIS DE RESULTADOS</b>	88
<b>CONCLUSIONES</b>	94
<b>REFERENCIAS</b>	96

---

## INTRODUCCION.

El rociado térmico ha emergido como una herramienta importante de la tecnología e ingeniería de superficies. La investigación y el desarrollo han crecido rápidamente, y muchas aplicaciones se han comercializado. Un indicio de este rápido desarrollo es el hecho de que cerca del 80% de los avances se han realizado en las últimas dos décadas. En la práctica, los procesos de rociado térmico son capaces de competir con los enchapados y pinturas contra la corrosión atmosférica en puentes, y otras estructuras grandes de acero. Muchos desarrollos importantes de recubrimientos metálicos y cerámicos se han conseguido para el mercado aeroespacial e industrias consumidoras; actualmente se impulsa el desarrollo en el mercado automotriz, de la computación y telecomunicaciones.

El rociado térmico es un grupo de procesos utilizados para recubrir superficies, generalmente con capas metálicas y cerámicas. Los más comunes son: rociado de flama, rociado de arco eléctrico, rociado de plasma entre otros. El principio general de estos procesos es depositar una distribución de gotas líquidas o semilíquidas (parcialmente sólidas), en un colector (molde o sustrato). Las gotas inicialmente se impactan sobre la superficie del colector y eventualmente sobre las gotas deformadas y solidificadas, hasta formar una capa continua.

Las capas generadas por estos procesos tienen el inconveniente de presentar irregularidades como: inclusiones de óxido y en mayor proporción porosidades, que afectan las propiedades físicas, químicas y mecánicas entre otras.

El proceso de rociado utilizado en este trabajo fue rociado de flama (para alambre y pistola con boquilla circular o atomizador circular); utiliza una combinación de oxígeno y acetileno como fuente de calor para fundir el material de rociado en forma de alambre y aire a gran presión como medio de atomización.

Además de la porosidad presente en las capas rociadas, para el proceso de rociado de flama en particular, existe la dificultad de adhesión de las capas al sustrato.

El objetivo de este trabajo es recubrir aceros (grado API) de tuberías para petróleo con zinc y obtener las mejores condiciones de las capas en base a un diagnóstico de adherencia, porosidad y microestructura, y con ello obtener la menor porosidad en las capas y lograr la mayor adherencia. La adherencia depende de varios parámetros, en este trabajo se analiza la relación que existe entre la distancia de rociado y el espesor de las capas. La porosidad característica de las capas rociadas tiene una relación muy grande con el grado de solidificación de las gotas antes del impacto con el sustrato. El presente trabajo se enfoca en obtener la menor cantidad de poros en las capas de zinc, al variar la distancia de rociado, manteniendo constante el tamaño de las gotas.

La microestructura producida por los procesos de rociado se considera de no equilibrio se analiza en este trabajo, poniendo particular atención en la sección transversal de la capa, en la parte cercana al sustrato, central y superior.

Para cumplir los objetivos fue necesario obtener algunos parámetros del proceso como son: tamaño y velocidad de las gotas, variación de las presiones de los gases, velocidad de alimentación del alambre de zinc, densidades y espesores de las capas generadas por el atomizador circular, rugosidad de la superficie del sustrato, entre otros.

La meta principal de este trabajo consistió en ensamblar el equipo de rociado de flama e introducir la técnica al Instituto de Investigaciones en Materiales.

Las técnicas empleadas para obtener los parámetros de rociado fueron: Filmación del proceso con una cámara súper rápida, microscopía óptica, medición de densidades (método de Arquímedes) y análisis de superficies rugosas.

Las técnicas empleadas para el diagnóstico de la capa (adhesión, porosidad y microestructura) fueron: Ensayos de tensión, microscopía electrónica de barrido (SEM), difracción de rayos X.

El trabajo se divide en tres capítulos:

Capítulo 1: Revisión bibliográfica.; en este capítulo se hace una descripción de los procesos de rociado térmico, haciendo una detallada descripción del proceso de rociado de flama, utilizado en este trabajo. Se hace una descripción de las dos etapas del proceso de rociado térmico (atomización y depositación), y se describen las características y propiedades de las capas obtenidas. Esta parte de la revisión bibliográfica, fundamenta la teoría de los parámetros del proceso obtenidos experimentalmente.

Al final del capítulo, se hace una revisión de los trabajos realizados en el diagnóstico de las capas en base a la adhesión porosidad y microestructura, las técnicas empleadas, algunos resultados importantes que se relacionan y difieren de este trabajo.

Capítulo 2: Procedimiento experimental; En este capítulo se describen los principios de las técnicas utilizadas en la obtención de los parámetros de rociado y el diagnóstico de las capas, destacando los procedimientos y preparación de las muestras para cada técnica en particular.

Capítulo 3: Resultados; En este capítulo se presentan fotografías y gráficas de los resultados experimentales obtenidos en la obtención de los parámetros y el diagnóstico de las capas.

Discusión de resultados; En esta sección se hace el análisis de los resultados obtenidos, y se comparan con los resultados obtenidos en otros trabajos, al final se hacen las conclusiones y sugerencias.

## **OBJETIVOS**

### **General.**

Recubrir sustratos de acero (grado API) con depósitos de zinc utilizando el proceso de rociado de flama, para obtener capas con la menor cantidad de porosidad y la mayor adherencia a la superficie del sustrato.

### **Particulares.**

- Determinar los parámetros generados por el proceso de rociado de flama, a partir de la atomización y depositación.
- Determinar los parámetros óptimos de rociado como: la distancia de rociado, velocidades de alimentación del alambre de zinc, espesores de las capas generados al variar la distancia, tiempos de rociado y tamaño de las gotas.
- En base a un diagnóstico de adhesión, porosidad y microestructura, obtener las condiciones óptimas que produzcan una capa con la menor porosidad y la mayor adherencia al sustrato.

## CAPITULO 1 REVISION BIBLIOGRAFICA

### 1.1 Rociado térmico.

El desarrollo comercial del proceso de rociado térmico fue desarrollado por el ingeniero suizo M. U Schoop. En 1902 un proceso para producir capas metálicas por el impacto de metal en polvo sobre una base, mediante la explosión de un gas, ya estaba patentado, pero nunca usado comercialmente [1].

El uso de metal en forma de alambre para el rociado fue propuesto en el año 1905, después de algunos años se diseñó una pistola para esta aplicación. En los desarrollos subsecuentes del equipo de rociado térmico, todos los procesos han utilizado alguna forma de pistola portátil ya sea para polvo, alambre, o metal líquido [2].

El rociado térmico es un término genérico de un grupo de procesos normalmente usados para depositar capas (depósitos) metálicas y no metálicas, sobre superficies (substratos), se divide en cinco categorías principales [3]:

- Rociado (HVOF).
- Rociado de plasma.
- Rociado de arco eléctrico.
- Rociado de flama.
- Rociado de pistola detonante.

Los diferentes procesos de rociado térmico, consisten en una fuente de calor y un material de alimentación en forma de polvo o alambre, de materiales metálicos o no-metálicos [4]. El elemento principal que estos procesos tienen en común es que todos usan una fuente de calor para convertir los materiales de alimentación, en un rocío de material fundido (a veces semi-fundido). La fuente de calor es eléctrica o química, ver figura 1.1. En todos los procesos, el sustrato no se sobrecalienta a 121°C, por consiguiente ninguna distorsión tiene lugar [5].

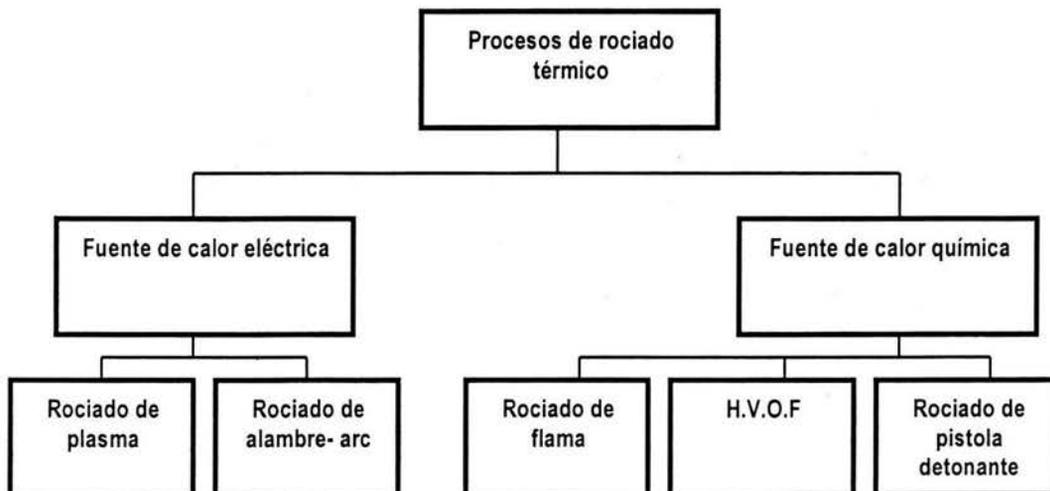


Figura 1.1 Procesos de rociado térmico y sus fuentes de calor; eléctrica y química [6].

### 1.1.1 Tipos de rociado térmico.

#### 1) Rociado HVOF.

La combustión se sostiene a través de grandes cantidades de gas en la flama; utiliza gases como propano o hidrógeno junto con oxígeno. La flama resultante sale de la boquilla a una velocidad supersónica debido a una expansión muy fuerte. El polvo se inyecta axialmente dentro de la flama maximizando así el tiempo en el motor de reacción [3].

Las capas producidas por este proceso tienen excelentes propiedades; gran unión de enlace, alta densidad y aspereza de la superficie, es principalmente conveniente para la producción de capas de carburo [3,5].

#### 2) Rociado de Arco Eléctrico.

Rociado de Arco eléctrico (EASP): usa un arco eléctrico para fundir el material de alimentación en forma de alambres. El principio de funcionamiento es bastante simple; en la pistola se introducen dos alambres, las puntas situadas en la boquilla de la pistola de rociado se mantienen en contacto continuamente, se crea un corto circuito y el material se funde. Para atomizar el material fundido se usa aire comprimido. Este proceso produce una alta eficacia de depositación, alta fuerza de enlace, capas espesas, es simple y tiene bajo costo de operación [5].

#### 3) Rociado de Plasma.

Rociado de plasma (PSP): produce 16,650 °C, la superficie del sustrato raramente excede 150 °C, es conveniente para rociar cerámicas en metales y plásticos. Las capas son normalmente densas, contienen bajo porcentaje de porosidad, y tienen buena adherencia.

El plasma usado en la tecnología de las superficies es producido en una pistola de plasma. Entre el cátodo y la boquilla (ánodo), se forma un arco eléctrico y la energía producida se utiliza para la disociación e ionización del plasma que forman los gases.

La constricción del arco del plasma debido a la fuerte expansión de los gases genera un aumento en la densidad y por consiguiente la temperatura. El plasma sale de la boquilla a una alta velocidad y se puede ver como un flujo muy brillante [5,7].

#### 4) Rociado de flama.

El rociado de flama es de los procesos de recubrimientos más viejos; hay dos tipos principales:

- Rociado de flama para alambre y/o varilla
- Rociado de flama para polvo

Se denominan así por la forma física del material que ocupan para rociar, cualquier material que se pueda obtener en estas dos formas puede ser utilizado. Estos incluyen todos los materiales metálicos y refractarios que tengan punto de fusión menores a 3337.7 °C [8].

El rociado de flama utiliza gas combustible como fuente de calor para fundir el material de alimentación, se usan comúnmente: acetileno, propano, gas Mapp, y oxígeno-hidrógeno. El mecanismo de rociado es una pistola, muchas pistolas de rociado de flama pueden adaptarse, cambiando la boquilla para usar varias combinaciones de gases [3].

#### Rociado de flama para polvo.

Es un proceso difícil de controlar, usa acetileno y oxígeno como fuente de calor y polvo de metal de alimentación. Debido a la temperatura relativamente baja y la baja velocidad de la flama, la capa resultante es bastante porosa y exhibe un alto volumen del óxido [4,8].

El polvo es suministrado por un alimentador o depósito, en aire comprimido o un flujo de gas, en los cuales se suspende el material y se lleva a la flama dónde se calienta, se funde o semi-funde y se rocía hacia una superficie dónde se produce un enlace por impacto [4], ver figura 1.2.

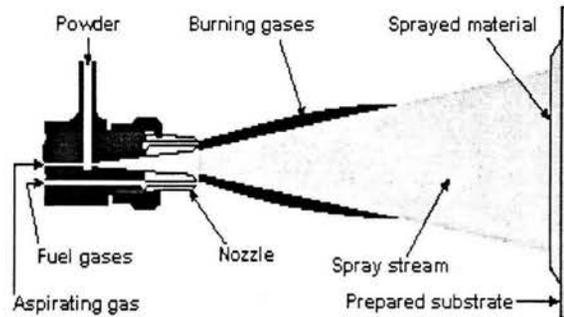


Figura 1.2. Funcionamiento de la pistola de rociado de flama para polvo [9].

### Rociado de flama para alambre.

Utiliza una pistola especialmente diseñada, la cual tiene una boquilla circular (similar a una antorcha de soldadura) que quema oxígeno y acetileno, generando temperaturas de  $3337.7\text{ }^{\circ}\text{C}$  aproximadamente. Una pistola actual para alambre se muestra en la figura 1.3, el alambre es desplazado a través de la pistola hasta la boquilla por un mecanismo que consiste de un par de rodillos (figura 1.4a). El alambre es continuamente fundido en la flama de gas de oxiacetileno y atomizado por una corriente de aire comprimido, llevando el material en forma de pequeñas gotas hasta un sustrato previamente preparado donde chocan y se aglomeran formando una capa (figura 1.4b) [3,5,8].

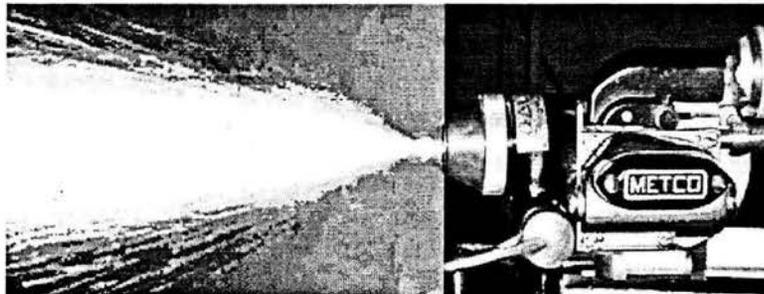


Figura 1.3 Pistola actual de rociado de flama para alambre [10].

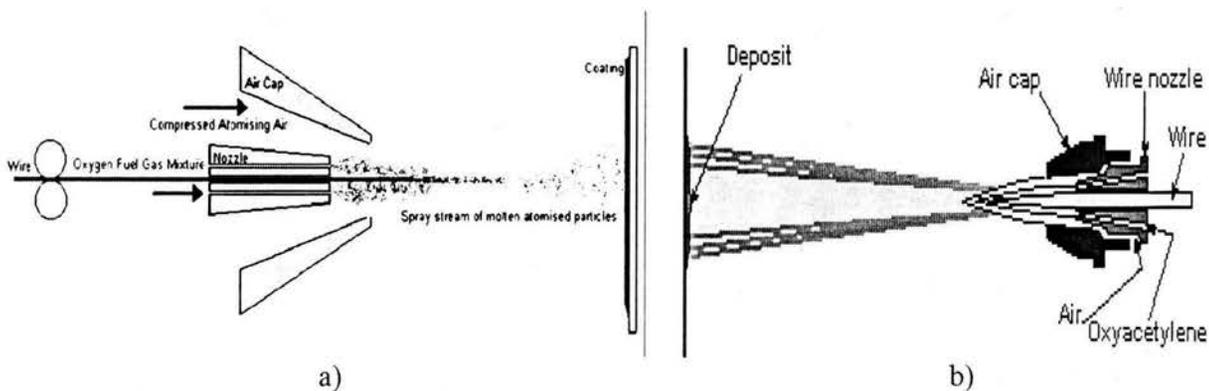


Figura 1.4 Funcionamiento de la pistola de rociado para alambre: a) introducción del alambre a la flama por medio de rodillos, b) fusión del alambre y rociado de metal líquido en forma de gotas por aire comprimido [9].

**Características de la flama.**

Muchos gases de combustible usados para rociar son hidrocarburos, constituidos de átomos de hidrógeno (H) y carbono (C) estrechamente unidos formando moléculas [11]. El acetileno es el gas de combustible más usado para el rociado de flama, la mezcla de oxígeno y acetileno produce calor y una alta temperatura de la flama que se usa para fundir, cortar y soldar.

**Rapidez de combustión de la flama.**

La rapidez de combustión o rapidez de propagación de la flama es la velocidad con la que la flama se quema, una mezcla homogénea de 50% acetileno y 50% oxígeno tiene una rapidez de combustión de 6.9 m/s. Cuando el porcentaje de oxígeno en la mezcla aumenta, la rapidez de combustión aumenta; cuando el porcentaje de oxígeno decrece, la rapidez de combustión disminuye [12].

Las temperaturas de la flama y sus condiciones, dependen de las cantidades de oxígeno y del gas combustible como se muestra en tabla 1.1. Las condiciones de la flama son: neutral, oxidante y carburizante. La flama oxidante tiene una excesiva cantidad de oxígeno, se observa un color azul en el interior de la flama; en la flama neutra se tienen iguales cantidades de oxígeno y acetileno, aquí el color azul en el interior del cono de la flama es diferente a la condición oxidante; en la flama carburizante se tiene una excesiva cantidad de acetileno, en esta flama el interior del cono tiene una apariencia larga [3].

Tabla 1.1 Condición de la flama a diferentes proporciones de oxígeno y gas combustible [3]

Relación (oxígeno :gas combustible)	Temperatura		Condición de la flama	Resultado
	°C	°F		
1:1	3000	5400	Carburizante	Insuficiente calor
1:1	3000	5400	Reductora	Buena para algunos metales
1.1:1	3050	5500	Neutral	Recomendado para uso general
1.1:1	3350	6000	Oxidante	Buena para cerámicos

**Aplicaciones**

El proceso de rociado de flama se usa ampliamente para hacer capas de buena calidad con bajas tolerancias. Algunas aplicaciones incluyen:

Protección contra corrosión de estructuras y componentes metálicos (puentes y plataformas) con aluminio o capas de zinc. El aluminio es más caro, pero tiene una gran resistencia a las atmósferas gaseosas agrias (como aquéllos asociados con los productos de combustión de combustible fósil), así como soluciones neutras, como el agua de sal. El zinc presenta alta resistencia a la corrosión alcalina [5,8].

El proceso de rociado de flama se caracteriza por la baja inversión, alta tasa de depositación, grandes eficiencias, facilidad de operación y bajo costo de mantenimiento. En general las capas de rociado de flama exhiben bajas fuerzas de enlace y alta porosidad, no obstante se utiliza ampliamente en la industria donde se requieren recubrir grandes partes con bajas tolerancias [8].

**Ventajas y desventajas del proceso de rociado de flama.**

**Ventajas del proceso:**

- Baja inversión
- Simple de operar, es manual con posibilidades de automatización.
- El alambre es más barato que el polvo.
- La eficacia del depósito es muy alta.
- Posiblemente el mejor para aplicar las capas de molibdeno puro.
- El sistema portátil.
- Fácil de usar en las áreas sin el suministro de electricidad.

**Desventajas del proceso:**

- Limitado a rociar materiales en forma de alambre o varilla.
- Se tiene una gran oxidación de las capas.
- Genera un excesivo calentamiento en el sustrato.
- Las capas presentan porosidades entre 10 -15%.
- Se tiene una fuerza de unión menor a 8MPa.

En la tabla 1.2 se resumen las formas de los materiales de los diferentes procesos de rociado y las fuentes de energía de cada proceso [13].

Tabla 1.2 Formas físicas de los materiales de alimentación para los procesos de rociado térmico [13].

Proceso	Forma del material de alimentación	Fuente de energía
Rociado de flama (FLSP)	Polvo, varilla o alambre	Flama de oxiacetileno
Rociado de Plasma (PSP)	polvo	Pistola de plasma
Rociado de Arco Eléctrico (EASP)	alambre	Arco eléctrico
Rociado de Detonación (d-Gun)	polvo	Pistola de chispa de gas
Rociado de Alta velocidad oxy/fuel (HVOF)	polvo	oxígeno, hidrógeno, combustible: metano

**1.2 Etapas de rociado térmico.**

En los procesos de rociado térmico hay dos etapas distintas: I) atomización y II) depositación, la atomización, consiste de mecanismos que gobiernan el rompimiento del material líquido fundido en gotas, y la depositación, consiste en dos estados distintos; 1) donde la gota esta en vuelo e interactúa con el gas de atomización y 2) donde las gotas impactan e interactúan con el sustrato [5,13].

**I) Atomización.**

La atomización es la transformación de un volumen líquido en un roció de gotas liquidas en un gas circundante.

La revisión de varios mecanismos que han sido propuestos para explicar la desintegración del líquido en gotas, muestra que muchos de los mecanismos involucran dos procesos fundamentales:

- La formación de una onda (ola) agitada en el líquido con incremento en la amplitud y
- El desglosamiento de ligamentos del líquido disturbado cuando la amplitud de la onda (ola) alcanza un valor critico.

El termino formación de la gota es usado para describir el proceso donde las gotas se forman a partir de un volumen líquido disturbio el cual podría tener la forma de una película líquida, un chorro, un flujo, o una gota grande.

La desintegración del líquido está ligada a las interacciones que ocurren entre el líquido y el gas de rociado circundante. Los mecanismos responsables de la atomización del chorro líquido fueron recientemente revisados por Chigier [15]. La velocidad relativa entre el líquido y el gas es considerado el factor mas importante que afecta la desintegración del líquido.

**a) Energía superficial.**

Un requisito teórico es la energía necesaria para crear una gran área de superficie de las gotas en un rocío. En la figura 1.5 se supone que el área de la superficie  $S$  de masa  $M$  del material rociado, es mucho mas grande que el área de la superficie del volumen líquido no rociado.

La energía requerida para crear esta área de superficie, es el producto del área de la superficie y la tensión superficial [5].

$$E_{\sigma} = \sigma S = \sum_{i=1}^{i=N} \pi D_i^2 \dots\dots\dots 1.1$$

donde  $N$  es el numero total de gotas producidas de masa  $M$  durante un intervalo de tiempo.

$\sigma$  = tensión superficial [N/m].

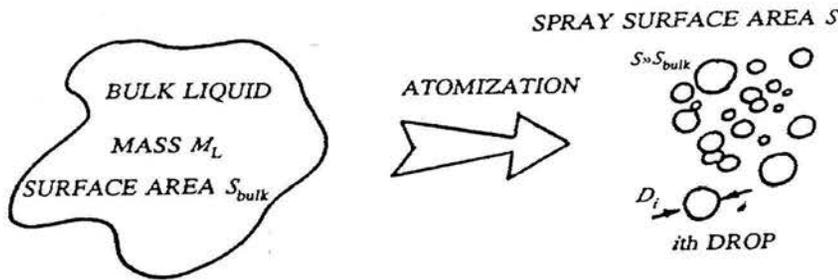


Figura 1.5 Transformación de un volumen líquido en gotas; el área de la superficie del volumen líquido aumenta al romperse en gotas [5].

En la interfase líquido- gas se forma una película o capa especial, debido a la atracción de moléculas del líquido bajo la superficie. La formación de la película se puede visualizar en base a la energía superficial, o el trabajo por unidad de área, requerido para atraer las moléculas a la superficie. La tensión superficial es la fuerza de estiramiento requerida para formar la película, y se obtiene al dividir el termino de energía superficial entre la unidad de longitud de la película en equilibrio. La acción de la tensión superficial es aumentar la presión dentro de un pequeño chorro líquido o dentro de una gota. Para una pequeña gota esférica de radio  $r$ , la presión interna  $p$  es necesaria para balancear la fuerza de tensión debida a la tensión superficial  $\sigma$  [16].

$$P = \frac{2\sigma}{r} \dots\dots\dots 1.2$$

**b) Mecanismos de rompimiento y la energía cinética del rocío.**

**Energía cinética del rocío.**

El rompimiento del volumen líquido es producto de la gran diferencia de velocidad entre el líquido y el gas circundante que producen fuertes fuerzas aerodinámicas. Un porcentaje muy pequeño de energía cinética, proporcionada al líquido, se convierte en la energía superficial de las gotas. La energía cinética restante se concentra en el movimiento de las gotas, inicialmente, a velocidades de  $50 \text{ ms}^{-1}$  o más.

En la figura 1.6, se observan ligamentos y películas de líquido generadas del primer volumen líquido [5]. A velocidades altas, esta acción se debe a fuerzas aerodinámicas causadas por la variación de la presión en el flujo de gas alrededor pequeñas ondas y protuberancias en la superficie del líquido, las fuerzas aerodinámicas pueden ser proporcionales a:

$$\text{Fuerzas aerodinámicas} = \frac{1}{2} \rho_g \Delta U^2 \dots\dots\dots 1.3$$

donde  $\rho_g$  es la densidad del gas [Kg./m<sup>3</sup>] y  $\Delta U^2$  [m/s]<sup>2</sup> es la velocidad relativa entre el gas y el líquido [3].

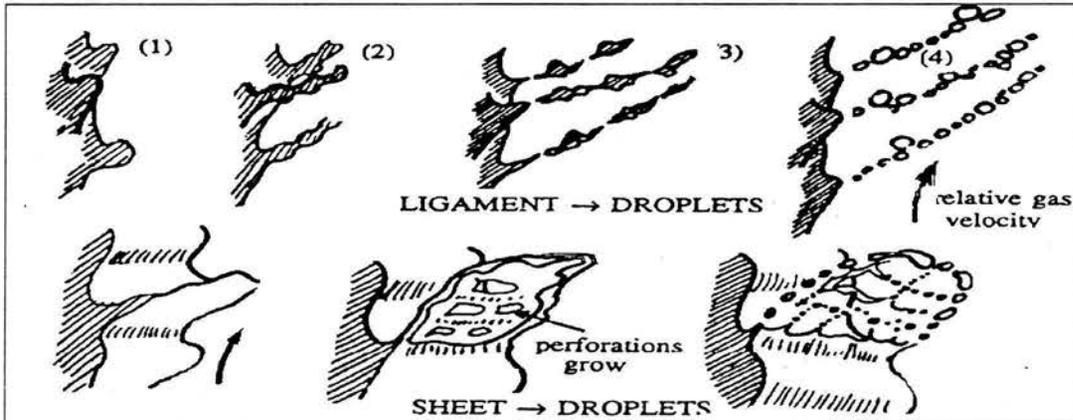


Figura 1.6 Rompimiento del líquido en gotas, a partir de dos diferentes mecanismos; formación de ligamentos y formación de laminas o películas líquidas [5].

**Rompimiento de una película líquida.**

En la literatura, una simple pero clásica fotografía de la formación de gotas de un volumen líquido fue propuesta por Dombrowski y Johns [17]. Ellos consideraron el crecimiento de la inestabilidad en una película líquida moviéndose a una velocidad relativa con el gas circundante, la figura 1.7 muestra los mecanismos propuestos en la formación de gotas en una película líquida [17]. De acuerdo con el esquema, tres importantes estados son los responsables de la desintegración de la película líquida en gotas, estos estados son:

- a) Formación y crecimiento de ondas en el volumen líquido.
- b) Rompimiento de la película líquida en fragmentos, y
- c) Formación de gotas por el rompimiento de fragmentos.

Primero, se inician ondas en la película líquida como resultado de la fuerza conductiva de gases, la velocidad relativa en la interfase gas – líquido causa algunas de estas ondas.

Segundo, cuando el crecimiento de las ondas alcanza una amplitud crítica, la película de líquido con ondas, pliegues y protuberancias llega a ser inestable.

Tercero, fragmentos grandes de líquido llegan a ser inestables bajo las fuerzas aerodinámicas y de tensión superficial y se rompen en ligamentos, finalmente las gotas son formadas por la esferoidización de los ligamentos bajo la acción de fuerzas de tensión superficial.

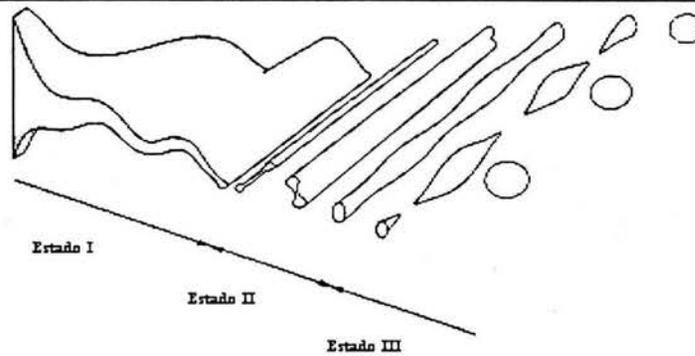


Figura 1.7 Mecanismos de desintegración de un volumen líquido en gotas, a partir de tres estados diferentes; formación de ondas en el líquido, rompimiento del líquido en ligamentos y formación de las gotas [17].

Aunque la simple revisión mostrada en la figura 1.7 fue propuesta para racionalizar la formación de las gotas de una película líquida, esto puede ser aplicable en el caso de otras formas de líquido, tales como un líquido cilíndrico o gotas de gran tamaño que alcanzan valores críticos. Un tamaño crítico de gota puede ser definido como el tamaño más pequeño de gota en el cual es inestable bajo la presión y fuerzas de corte, impuestas por el medioambiente de atomización.

**Cinco estados de la atomización (rociado) convencional.**

Klar y Fesko [18], sugieren que la atomización (rociado) convencional de un metal fundido puede consistir de cinco estados distintos:

- I) Formación de ondas iniciales en el líquido.
- II) Formación de fragmentos líquidos.
- III) Formación de gotas por la desintegración de fragmentos.
- IV) Rompimiento de gotas grandes, y
- V) Coalescencia de gotas durante colisión.

En el estado I se forman ondas en el metal líquido como un resultado de la diferencia de velocidades del líquido y los gases de rociado que se presentan sobre la superficie del líquido.

En el estado II el crecimiento en amplitud de las ondas alcanza un valor crítico, fragmentos largos se encuentran en el líquido disturbado.

En el estado III los fragmentos generados en el líquido durante el estado II llegan a ser inestables y las gotas son formadas por la subsiguiente desintegración y esferoidización de los fragmentos del líquido.

Los tres primeros estados son similares al esquema clásico del proceso de desintegración descrito en la figura 1.7. Sin embargo se propuso que las gotas grandes durante el estado III pueden ser sometidas a desintegraciones cuando tienen un tamaño crítico [18]. En las gotas mayores al tamaño crítico, las fuerzas aerodinámicas generadas por la velocidad relativa entre el gas y las gotas, pueden exceder las fuerzas de restauración generadas de la tensión superficial [19-21].

En el estado IV las gotas más grandes al tamaño crítico experimentan una gran deformación, llegando primero planas y después en forma ovalada. El líquido resultante con forma ovalada, estalla en gotas pequeñas [20-22], este estado particular es llamado atomización secundaria.

En el estado V ocurren colisiones entre gotas, llevando bajo ciertas condiciones la coalescencia de las gotas.

**c) Viscosidad, densidad, y parámetros dimensionales.**

**Efectos de la viscosidad.**

Además de la tensión superficial, la viscosidad del fluido es otra propiedad que resiste el rompimiento del líquido en gotas. Muchos materiales fundidos, particularmente metales sobrecalentados y sus aleaciones, pueden ser considerados fluidos newtonianos, por lo que no hay variación de la viscosidad con la velocidad de corte. Existe una proporcionalidad directa entre el esfuerzo de corte en el material fundido y el gradiente de velocidad a través del flujo del material fundido, la constante de proporcionalidad es la viscosidad dinámica  $\mu_L$ . Esta viscosidad podría, sin embargo, variar con la temperatura del material fundido y aumentar significativamente a bajas temperaturas de sobrecalentamiento [5,8].

**d) Disipación de la energía debido a la viscosidad.**

Para el efecto de la tensión superficial, no se puede formular una simple relación para la energía requerida para actuar contra las fuerzas viscosas durante el rompimiento. Esto es porque la energía depende de la distribución de los esfuerzos de corte en el material fundido durante el rociado y como esta distribución de esfuerzos varía con el tiempo [5].

La ruta de rociado determina la distribución de los esfuerzos de corte dentro de un cuerpo líquido, el cual eventualmente forma una gota. La figura 1.6, muestra dos posibles rutas de rociado:

- 1) Formación de ligamentos del líquido, debido a la velocidad alta relativa líquido – gas y subsiguiente rompimiento de los ligamentos.
- 2) Rompimiento de una hoja líquida, la cual es estirada y formada de un cuerpo largo de material fundido.

Como una aproximación, el trabajo realizado contra las fuerzas de la viscosidad que producen una gota de diámetro  $D$ , usando una de estas rutas de rociado podrían ser dependientes de  $D$ ,  $\mu_L$  y  $\Delta U$ , donde  $\Delta U$  es la diferencia de velocidades a través de la zona líquida durante el rompimiento del líquido [23].

La energía requerida para superar la viscosidad y formar una gota es:

$$E_\mu = \mu_L \Delta U D^2 \dots\dots\dots 1.4$$

donde  $E_\mu$  es la energía de formación de la gota

**e) Números de Reynolds y Weber.**

La importancia relativa de la viscosidad y las fuerzas de tensión superficial en oponerse al rociado se determina por la relación:  $E_\mu / E_\sigma$  y con esto también los números de Weber y Reynolds de la fase líquida:

$$\frac{\text{Disipación de la energía viscosa}}{\text{Energía superficial}} \approx \frac{E_\mu}{E_\sigma} = \mu_L \frac{\Delta U}{\sigma} = \frac{We_L}{Re_L} \dots\dots\dots 1.5$$

Donde:  $We_L = \rho_L \Delta U^2 \left( \frac{D}{\sigma} \right) \dots\dots\dots 1.6$

$$Re_L = \rho_L \Delta U^2 \left( \frac{D}{\mu_L} \right) \dots\dots\dots 1.7$$

$We_L$  no se debe confundir con  $We_g$ , el cual es el número de Weber de la fase gaseosa  $We_g$

$$We_g = \rho_g \Delta U^2 \left( \frac{D}{\sigma} \right) \dots\dots\dots 1.8$$

Las fuerzas aerodinámicas, ayudan al rompimiento del líquido y las fuerzas de tensión superficial resisten el rompimiento. La velocidad relativa  $\Delta U$  de la expresión de  $We_g$  es la diferencia entre la velocidad del líquido (de una gota, hoja, columna, etc.) y la velocidad de gas circundante. La diferencia de velocidad que ocurre en  $We_L$  es una variación en la velocidad a través de la fase líquida, esta última no es usualmente predecible ni medible [24].

La tabla 1.3 enlista algunas sustancias que han sido rociadas como materiales fundidos, el número de Reynolds de fase líquida  $Re_L$  y los números de Weber de las fases líquida y gaseosa,  $We_L$  y  $We_g$ , respectivamente, para condiciones de gotas con diámetro de  $50 \mu m$  y velocidad relativa líquido – gas de  $50 \text{ ms}^{-1}$ . La última columna de la tabla 1.3 muestra la importancia relativa de las fuerzas de viscosidad y tensión superficial a la oposición del rociado y de esta se puede ver que para todo metal fundido  $We_L/Re_L \ll 1$ . Para metales a estas condiciones, la viscosidad podría tener un significativo efecto en el proceso de rociado comparado con la tensión superficial. Sin embargo, hay una evidencia empírica del efecto de la viscosidad en el tamaño de la partícula [23].

Tabla 1.3 Comparación de los números de Reynolds y Weber en la fase líquida [24].

material	Temp. (K)	$\sigma \times 10^3$ (Nm <sup>-3</sup> )	$\mu_L \times 10^3$ (Kg m <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup> )	$\rho_L \times 10^{-3}$ (kgm <sup>-3</sup> )	Para $50 \mu m$ $\Delta U = 50 \text{ m/s}$				
					$Re_L$	$We_L$	$We_g$	$We_L/Re_L$	$Z \times 10^3$
Acero	1730	1500	5	7.5	3750	625	0.10	0.167	6.7
Zinc	690	785	2	6.6	8250	1050	0.19	0.127	3.8
Magnesio	923	570	1.2	1.54	3208	338	0.26	0.105	5.7
Vidrio	1670	160	10000	2.7	6.8	2110	0.94	310	6800
Polímero	400	35	1000	0.8	2	2857	4.29	1428	26725
Agua	293	74	1	1	2500	1690	2.03	0.679	16.4
Keroseno	293	24	1.3	0.78	1500	4026	6.25	2.71	42.5

$$We_L = \rho_L \Delta U^2 D / \sigma$$

$$We_g = \rho_g \Delta U^2 D / \sigma$$

$$Re_L = \rho_L \Delta U D / \mu_L$$

$$Z = We_L^{1/2} / Re_L$$

En aire a 20 °C y 0.1 MPa.

**f) Materiales de alta viscosidad.**

La variación de la viscosidad es más pronunciada para aleaciones con un amplio rango de solidificación, la viscosidad del material fundido puede ser importante en la forma de la partícula. Para polímeros, vidrios y cerámicos, se puede observar de la tabla 1.3 que  $We_L/Re_L \gg 1$ , donde la viscosidad es la causa principal de resistencia al rociado. Para estos materiales la tensión superficial puede tener una pequeña o ninguna influencia en el tamaño final de las gotas. Sin embargo después del rompimiento del líquido en trozos o ligamentos de líquido, la tensión superficial es la única fuerza que actúa para formar las gotas esféricas. Así el proceso de rociado se hace lento, disminuye la velocidad por la alta viscosidad y es más fácil producir partículas no-esféricas. Esto se utiliza en la producción de vidrios y fibras cerámicas [23].

## II) Depositación.

### Presión de atomización.

La presión de atomización es el parámetro mas critico que afecta la distribución del tamaño de las gotas que se producen por atomización. Se ha documentado que cuando la presión de atomización aumenta, manteniendo constantes algunas variables, el tamaño de las gotas disminuye.

La figura 1.8 ilustra la influencia de la presión de atomización en la distribución del tamaño de las gotas obtenidas usando aire comprimido [25].

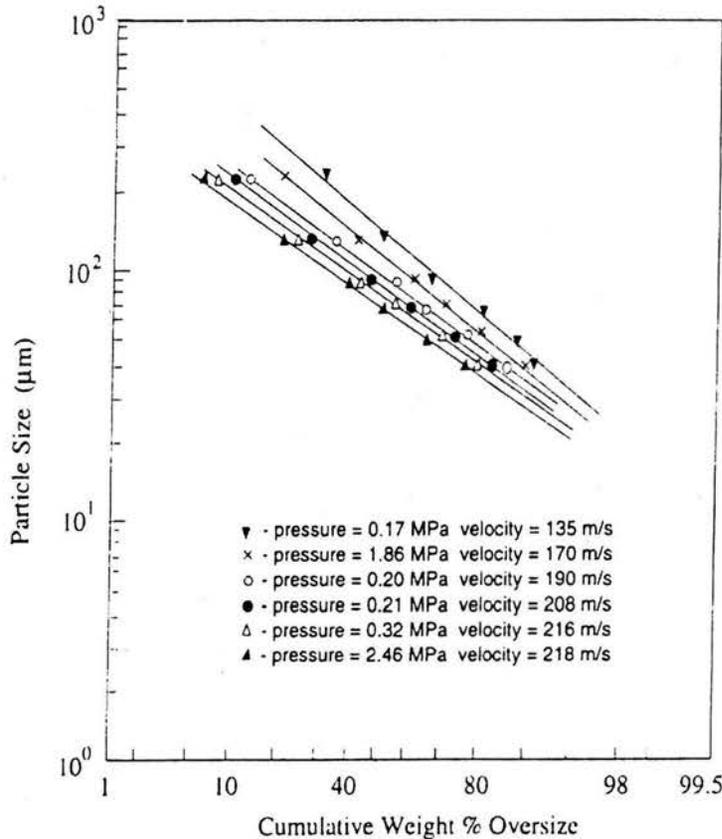


Figura 1.8 Disminución del tamaño de las gotas al aumentar la presión y la velocidad del aire comprimido [25].

Aunque la presión de atomización es una variable importante, su efecto en el tamaño promedio de la gota es indirecto. La presión de gas influencia el tamaño de las gotas a través de los cambios de las siguiente tres variables; proporción del flujo de masa del metal, proporción del flujo de gas y la velocidad del gas.

La influencia precisa de la presión de atomización en el tamaño de las gotas es un fenómeno complejo porque el tamaño promedio de las gotas disminuye con el aumento de la proporción del flujo de gas y la velocidad del gas, pero aumenta con el aumento de de la proporción del flujo de metal [26]. Un aumento en la presión de atomización en el rango entre 10 – 12.5Mpa, produce refinamiento en el tamaño de la gota. Sin embargo, aumentado la presión de atomización de 12.5 a 17.3 Mpa lleva a un aumento en el tamaño de la gota [27].

---

### **Proporción de flujo líquido.**

La presión del gas influye en la proporción del flujo del metal promoviendo un efecto de aspiración o presurización a la salida del metal. En estudios relacionados, Couper y Singer [28], documentaron una serie de mapas de flujo para demostrar como el flujo de metal podría aumentar por aspiración de la presión (presión negativa) o retardarlo por burbujeo (presión positiva). Thompson [29], reporto un aumento en el tamaño promedio de la gota con el aumento de la presión del gas de atomización y racionalizo este comportamiento en base al aumento en la proporción del flujo de metal como resultado de la aspiración.

### **Velocidad del gas.**

Al aumentar la velocidad del gas, disminuye el tamaño promedio de las gotas, este refinamiento de las gotas, ha sido racionalizado en términos de mecanismos de la desintegración secundaria de las gotas. En principio, una gota que se formo durante la desintegración primaria de un flujo líquido puede ser sometida a una fuerza de presión adicional cuando viaja a una velocidad relativa con el fluido circundante de atomización. La gota se desintegrara si las fuerzas aerodinámicas que se generan en el fluido circundante exceden las fuerzas de restauración debido a la tensión superficial [30].

### **Tamaño de las gotas.**

Las gotas producidas por técnicas de atomización, generalmente exhiben una amplia distribución de tamaño y morfología. La caracterización de una colección de gotas normalmente requiere parámetros tales como el tamaño promedio, la distribución del tamaño y la forma.

Una aproximación para representar la distribución de una población de gotas es graficar la frecuencia de categorías de tamaño igualmente espaciadas como una función del tamaño de gota en un histograma.

Los tres parámetros mas usados para caracterizar una distribución de tamaño de gota son; la moda, el promedio y la mediana; la moda es el tamaño de gota que corresponde a la máxima frecuencia, la mediana es el tamaño de gota que corresponde al 50% de la frecuencia acumulativa, la media es el tamaño promedio de las gotas [14].

### **Interacción del gas con las gotas (Velocidad de las gotas en vuelo).**

La velocidad de una gota durante el rociado es inicialmente un valor mínimo, la fuerza de arrastre ejercida por el gas de atomización sobre la gota, la acelera y desacelera cuando viaja hacia la superficie de depositación.

Cada gota se acelera a un punto en vuelo, donde esta velocidad se iguala a la velocidad instantánea del gas de rociado, la velocidad relativa es cero. Mas haya de esta distancia de vuelo, la gota viajara mas rápidamente que el gas y consecutivamente esta se desacelerara.

En la literatura se han empleado aproximaciones experimentales y teóricas para determinar la velocidad de las gotas en un campo de gas. La técnica experimental LDA (laser doppler anemometry) es generalmente preferible por su resolución espacial y la capacidad para medir velocidades de gotas y gas simultáneamente.

Teóricamente la velocidad de las gotas puede determinarse a partir de consideraciones de momentum en un flujo de gas. Las velocidades del gas de rociado y las gotas, se calculan en base a principios de mecánica de fluidos. Inspección de la literatura de la atomización y depositación revelan que esta aproximación ha sido extensamente usada en determinación la velocidad de las gotas atomizadas. En el presente trabajo, la formulación teórica que se describe a continuación, solo se utilizará para describir y entender la etapa de las gotas en vuelo [31-48].

La formulación fundamental generalmente usada se discute en detalle como sigue:

La velocidad de una gota en un flujo de gas puede ser calculada a partir de la segunda ley de Newton, fuerza = masa x aceleración. Existen tres fuerzas separadas que se consideran en el cálculo de la velocidad de una gota: la fuerza de gravedad,  $F_g$ , la fuerza de arrastre,  $F_d$  y la fuerza de flotación,  $F_b$ . Estas fuerzas se combinan en la segunda ley de Newton de la forma siguiente:

$$m_d \frac{dV_d}{dt} = F_g + F_d - F_b \dots\dots\dots 1.9$$

donde  $m_d$  es la masa de la gota,  $t$  el tiempo y  $V_d$  la velocidad de la gota. Subsecuentemente bajo las condiciones de depositación de rociado usadas normalmente, una gota es dirigida desde un atomizador hacia una superficie de depositación, la fuerza de gravedad generalmente causa aceleración de la gota a lo largo de la dirección de movimiento y se expresa como:

$$F_g = m_d g \dots\dots\dots 1.10$$

donde  $g$  es la aceleración de la gravedad.

De acuerdo a Szekely [47], el efecto de la fuerza de arrastre depende de la velocidad relativa entre el gas y la gota. Inicialmente, cuando la velocidad de la gota es menor que la velocidad del gas de rociado, la fuerza de arrastre esta en la misma dirección que la fuerza gravitacional. Esta fuerza cambia en signo cuando la velocidad de la gota excede la velocidad del gas, condición que ocurre en el último estado de la gota en vuelo. Por lo tanto para Szekely la fuerza de arrastre puede ser calculada de la forma:

$$F_d = \frac{A_d}{8} C_{\text{arrastre}} \rho_g (V_g - V_d) |V_g - V_d| \dots\dots\dots 1.11$$

Donde  $A_d$  es el área de superficie de la gota,  $C_{\text{arrastre}}$  es el coeficiente de arrastre,  $\rho_g$  es la densidad del gas de atomización y  $V_g$  es la velocidad del gas de atomización. La fuerza de flotación actúa en dirección opuesta al movimiento de la gota, puede ser expresada como:

$$F_b = \frac{\rho_g}{\rho_d} m_d g \dots\dots\dots 1.12$$

Donde  $\rho_d$  es la densidad de la gota.

Combinando las ecuaciones 1.9 -1.12, se puede derivar una ecuación diferencial para la velocidad de la gota, esto resulta en:

$$\frac{dV_d}{dt} = \left( 1 - \frac{\rho_g}{\rho_d} \right) g + C_{\text{arrastre}} \frac{3\rho_g}{4d\rho_d} (V_g - V_d) |V_g - V_d| \dots\dots\dots 1.13$$

La forma no vectorial de la ecuación 1.13, implica que solo se considera el movimiento a lo largo de un eje. El eje seleccionado normalmente es a lo largo del eje del cono de atomización.

El coeficiente de arrastre,  $C_{arrastre}$ , en la ecuación 1.13, es una función del número de Reynolds,  $Re$ , y esta dado por:

$$C_{arrastre} = 0.28 + \frac{6}{Re^{0.5}} + \frac{21}{Re} \dots\dots\dots 1.14$$

En principio, la velocidad del gas en cualquier tiempo o lugar con la línea central del cono de rociado puede ser calculada con la ecuación 1.15. Para simplificar la experimentación y el análisis teórico, en muchos estudios se ha empleado la velocidad a lo largo de la línea central del eje de rociado. Los resultados de varias medidas experimentales, sugieren que la velocidad del gas decaea rápidamente con el aumento de la distancia de rociado. Por lo tanto, varias relaciones empíricas han sido desarrolladas para describir el decaimiento.

El decrecimiento de la velocidad del gas con la distancia de vuelo puede ser aproximado usando un decrecimiento exponencial de la siguiente forma:

$$V_g = V_{gi} \exp\left(-\frac{Z}{\lambda_v}\right) \dots\dots\dots 1.15$$

donde  $V_{gi}$  es la velocidad inicial del gas,  $Z$  es la distancia axial desde el atomizador y  $\lambda_v$ , es un coeficiente exponencial de decaimiento.

La relación entre el coeficiente de decaimiento y la velocidad del gas inicial se puede estimar de la siguiente forma:

$$\lambda_v = a1 V_{gi}^n \dots\dots\dots 1.16$$

donde  $a1$  y  $n$  son constante empíricas. La representación mas exacta de los datos fue obtenido con  $a1 = 3.04 \times 10^{-4} (s^{1.24}m^{-0.24})$  y  $n = 1.24$

La formulación anterior se ha usado teóricamente para calcular la velocidad de las gotas. Sin embargo, hay una aproximación alternativa, para condiciones cuando la velocidad inicial del gas de atomización es relativamente alta, las fuerzas de gravedad y de flotación en la ecuación 1.9 pueden ser despreciadas con un mínimo error. La fuerza de arrastre que imparte el gas de atomización en la gota, puede ser estimada por las leyes de Stoke [48]. Bajo esta condición la fuerza de arrastre se simplifica de la siguiente manera:

$$F_d = 3 \pi d \eta_g (V_g - V_d) \dots\dots\dots 1.17$$

donde  $\eta_g$  es la viscosidad del gas de atomización.

### 1.3 Capas rociadas.

Capa de rociado, es una capa producida por un proceso en que las gotas fundidas o semi-fundidas son aplicadas por el impacto sobre la superficie de un sustrato, hasta formar una capa continua.

Las etapas del rociado térmico son: atomización y depositación. En la primera etapa el material líquido es propeldido en forma de gotas, y en la segunda etapa las gotas se impactan en la superficie rugosa de un sustrato previamente preparado. La figura 1.9 muestra las etapas del rociado térmico; gotas líquidas en vuelo se impactan sobre la superficie rugosa de un sustrato, se extienden al deformarse, solidifican y se aglomeran para formar una capa (deposito) [49].

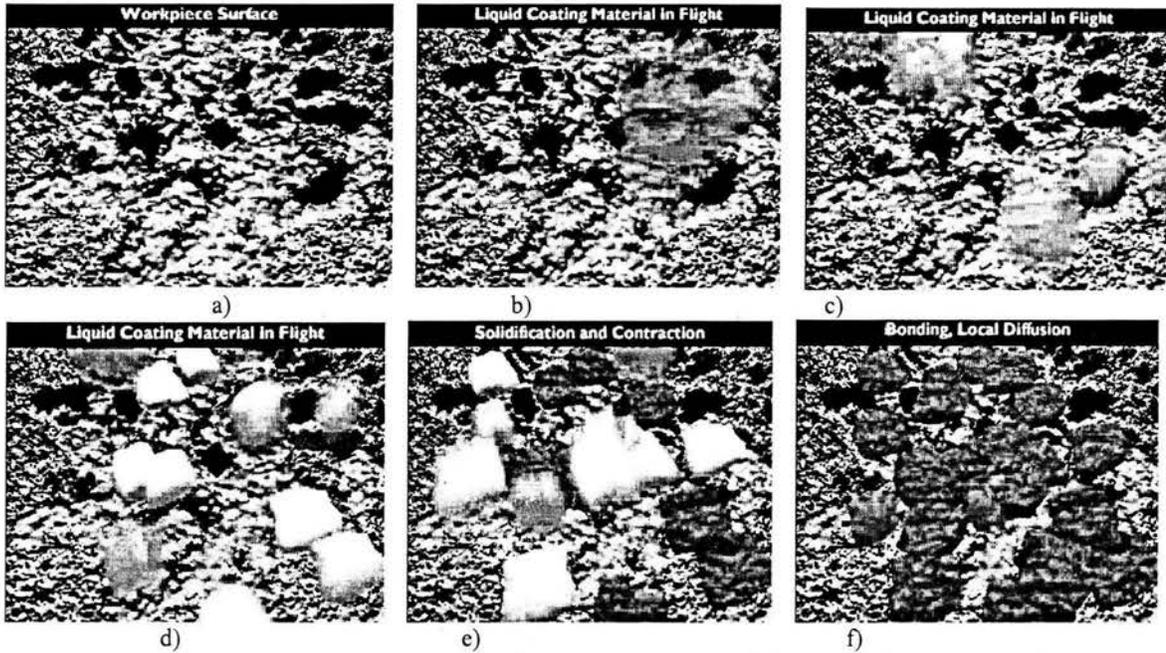


Figura 1.9 Animación de imágenes en la formación de las capas : a) superficie rugosa del sustrato, b), c) y d) gotas líquidas en vuelo, e) choque continuo de las gotas sobre la superficie, f) solidificación y contracción de las gotas [10].

#### Características de las capas de rociado térmico.

Durante el vuelo, las gotas chocan sucesivamente en principio sobre el sustrato y posteriormente sobre gotas que ya se han impactado y deformado, formándose así las capas. En figura 1.10, se observan irregularidades, principalmente porosidades e inclusiones de oxido que se generan en toda la capa. Un rasgo común de las capas de rocío térmico es que se constituyen por gotas deformadas con forma lenticular o lamellar (figura 1.11), forman estructuras granulares, resultado de la solidificación rápida de glóbulos pequeños, chatos al golpear la superficie fría a velocidades altas [49].

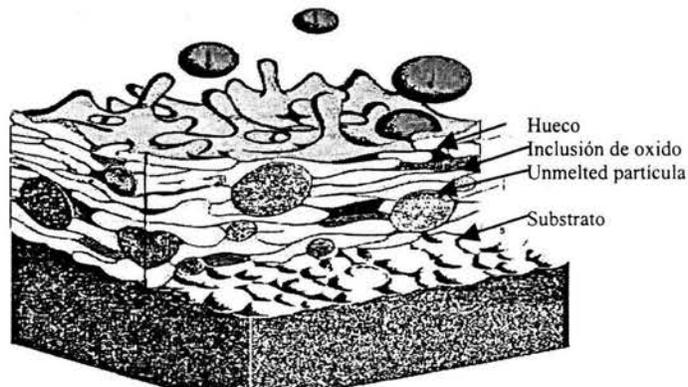


Figura 1.10 Esquema de una capa de metal rociada; las estructuras de las capas rociadas está constituidas por gotas deformadas y de irregularidades como porosidades o huecos e inclusiones de oxido [49].

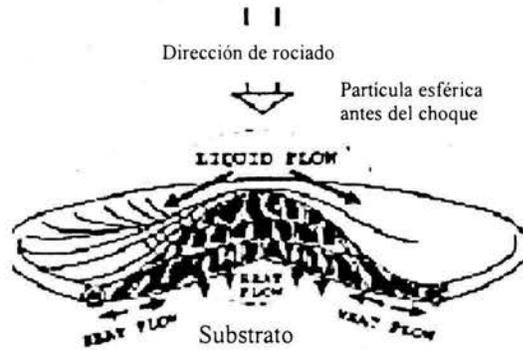


Figura 1.11 Deformación de una gota esférica al impacto, generando una gota con forma lenticular [13].

### Porosidad.

La porosidad está presente en todas las capas generadas por los procesos de rociado térmicos, el intervalo del 1 a 25% de porosidad es normal pero puede manipularse por optimización de los parámetros en el proceso y tratamientos termomecánicos posteriores [14].

### Clasificación de la porosidad.

-Porosidad intersticial o de sombra; son huecos que se presentan en los límites de las gotas, generados normalmente por gotas con un alto grado de solidificación, al chocar presentan una baja deformación y baja distribución del material.

-Porosidad de gas; son agujeros estrechos que se encuentran dentro de las gotas, se generan por una excesiva cantidad de gas absorbido por el material líquido.

-Otro tipo de porosidad; generada por la inclusión de partículas más grandes, partículas fragmentadas debido al sobrecalentamiento y velocidades excesivas de las gotas, entre otras.

La porosidad puede ser perjudicial en las capas con respecto a:

- La corrosión.
- El acabado.
- La fuerza, macrodureza y características de uso.

La porosidad puede ser importante con respecto a:

- La lubricación. - la porosidad actúa como depósito para los lubricantes.
- Aumenta las propiedades de las barreras térmicas.

### El óxido

La mayoría de las capas metálicas se oxidan durante el rociado térmico en el aire, los productos de oxidación son incluidos en la capa. Los óxidos generalmente son más duros que el metal de alimentación, las capas de óxido son normalmente más duras. Los óxidos en las capas pueden ser perjudiciales con respecto a la corrosión, fuerza y maquinabilidad [49].

### **Textura de la superficie.**

La textura se forma en cada material dependiendo de las simetrías que presente la red cristalina y de los procesos que se hayan llevado a cabo en la muestra. Las texturas se pueden clasificar como de solidificación, de deformación y de recuperación [50].

En un material solidificado a partir de un líquido se encuentran tres zonas: considerando una muestra cilíndrica: la zona fría, cercana a la superficie del cilindro, la zona columnar y equiaxial en el centro. Las orientaciones de la zona central son aleatorias; la zona fría puede exhibir textura o ser aleatoria y la zona columnar siempre muestra una fuerte textura. La distribución de estas zonas puede variar grandemente dependiendo de las particularidades del proceso de solidificación.

Generalmente las capas rociadas son ásperas y texturizadas por las condiciones particulares de solidificación que inician desde el vuelo de las gotas [49]. Muchas capas tienen superficies de alta fricción y esta propiedad tiene muchas aplicaciones por la naturaleza abrasiva de la superficie de la capa (ver figura 1.12).



Figura 1.12 Estructura de una capa rociada.; la estructura lenticular esta acompañada de inclusiones de óxido y porosidad [49].

### **Los esfuerzos**

El enfriamiento y la solidificación de la mayoría de los materiales se acompañan por reducción o encogimiento. Cuando las gotas golpean el sustrato, se enfrían rápidamente y solidifican, se generan esfuerzos de tensión dentro de la gota y esfuerzos de compresión en la superficie del sustrato. El espesor de las capas puede ser de  $25 \mu\text{m}$  a  $2.5 \text{ mm}$ , con muchas capas se pueden obtener espesores de  $10 \text{ mm}$ . Sin embargo a espesores muy grandes, los esfuerzos de tensión excederán la fuerza de enlace o fuerza cohesiva y la capa se desprenderá del sustrato o se fracturará [49].

### **Unión**

La limpieza es importante en la preparación de la superficie del sustrato, para proporcionar una buena vinculación química y física. Una gran área de la superficie aumentará la fuerza de enlace de la capa, el perfil de la superficie áspera (rugosidad) promoverá la vinculación mecánica.

En la partícula individual las proporciones de enfriamiento en el impacto pueden ser del orden de 1 millón de  $^{\circ}\text{C}$  por segundo ( $10^6 \text{ Ks}^{-1}$ ) la interacción térmica es limitada, limitando la unión por difusión [5,7].

### **Tratamiento previo al rociado térmico.**

Las superficies que serán rociadas, deberán ser preparadas adecuadamente, efectuando las siguientes operaciones:

- Desengrasado de la superficie, usando solventes orgánicos comunes, como alcohol, acetona o algunas veces vapor especialmente para piezas grandes.

- Rugosidad de la superficie por arenado mecánico (sandblasting) y maquinado superficial si es necesario.
- Limpieza de la superficie rugosa con algún solvente orgánico, para eliminar los residuos de arena.
- Precalentamiento, para mejorar la adhesión de la capa.

**Rugosidad de la superficie.**

La rugosidad de la superficie es usualmente descrita por el parámetro Ra (algunas veces llamado AA o CLA), representa el promedio de la rugosidad y se define como:

$$Ra = \frac{\int_0^l |y| dx}{l} \dots\dots\dots 1.18$$

Una grafica representativa del perfil de la superficie se muestra en la figura 1.13. En algunas aplicaciones (especialmente si es importante conocer los valores de irregularidades grandes sobre la superficie) el parámetro Rmax es comúnmente el más usado [5].

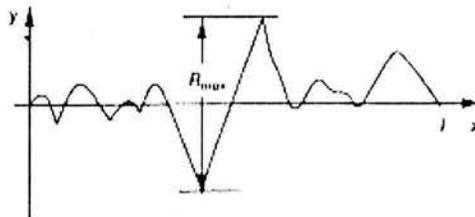


Figura 1.13 Perfil de la superficie rugosa [5].

La técnica de rugosidad de la superficie incluye:

Macro – rugosidad, consiste en hacer ranuras de corte mediante maquinado de la superficie. Esta técnica podría ser aplicada si el arenado mecánico no es suficiente para promover la adhesión de la capa.

El arenado mecánico es una técnica estándar para generar rugosidad en la superficie, las partículas abrasivas mas usadas son:

- Arena de metal de forma irregular, de acero o hierro.
- Arena esférica metálica, de acero y hierro.
- Arena de cerámico, sílice, alumina o carburo de silicón.

El tamaño de la arena depende del espesor del recubrimiento requerido (arena fina es requerida si la capa es delgada) y también del la rugosidad de la capa rociada (arena fina generara una superficie fina del recubrimiento).

La arena de sílice es usualmente usada como arena fina para superficies lisas o arena de alúmina es aplicada como arena gruesa para superficies rugosas.

Como las partículas plásticas fundidas o semi-fundidas chocan contra el sustrato, uno o más de tres posibles mecanismos de vinculación (unión), se pueden generar en la construcción de las capas:

- 1) Vinculación mecánica, ocurre cuando las partículas chocan en el sustrato, se vinculan con la superficie áspera y/o otras partículas depositadas, formando una capa.
- 2) Con algunas combinaciones de sustratos y materiales de depósito, puede ocurrir difusión localizada o aleación.
- 3) Alguna vinculación puede ocurrir por medio de fuerzas de Van der Waals. Esto es similar a la atracción mutua y cohesión que ocurren entre una y dos superficies limpias en contacto [5]

Dependiendo del proceso, la composición del material de depósito, cualquiera o todos estos mecanismos de unión pueden ocurrir.

Factores que influyen en la vinculación de la capa:

- La limpieza de la superficie.
- El área de la superficie.
- Topografía o perfil de la superficie.
- La temperatura (la energía térmica).
- Tiempo (rapidez de enfriamiento).
- La velocidad de las gotas (energía cinética).
- Propiedades físicas y químicas del depósito y sustrato.

**Propiedades de las capas rociadas:**

Las propiedades de uso más significativas de las capas rociadas son:

- Resistencia a la corrosión.
- Resistencia de temperatura.
- Barrera térmica.
- Conductibilidad eléctrica o resistividad.
- Superficie abrasiva.
- Superficies texturizadas.
- Otras.

Tabla 1.4 Comparación de las capas con sus equivalentes forjadas o hechas por fundición [49].

<b>Propiedad</b>	<b>Capa</b>	<b>Forma ordinaria</b>
Fuerza o resistencia	Baja (5 – 30%)	100%
Ductilidad	Muy baja (1-10%)	100%
Impacto	Baja	Alto
Porosidad	Si (si no se fundió)	En algunas fundiciones
Dureza	Ligeramente superior (microdureza)	
Resistencia al desgaste	alta	Baja
Corrosión	Buena resistencia	Media resistencia
Maquinabilidad	pobre	Buena

La comparación mostrada en la tabla 1.4, generalmente muestra las propiedades de las capas ligeramente malas, no se tiene en cuenta que las capas normalmente son apoyadas por un sustrato. Las capas sólo se usan para dar propiedades de resistencia de uso a las superficies y no para adicionar alguna fuerza al sustrato.

Un gran número de parámetros pueden influir potencialmente en las propiedades de las capas [8], por razones económicas (requisitos de tiempo) y razones teóricas (interdependencia de parámetros) no es posible controlar todas las posibles variaciones de los parámetros, los parámetros más comunes son:

- La entrada de poder
- La presión de gas auxiliar (helio, hidrógeno, nitrógeno),
- La presión de gas de polvo,
- La proporción de alimentación del polvo.
- El tamaño de grano / la forma,
- El ángulo de inyección (el ortogonal, hacia abajo, hacia arriba),
- La rugosidad de la superficie,
- El calentamiento del sustrato,
- La distancia de rocío,
- La atmósfera de rocío.

**Beneficios del rociado térmico.**

- La opción de cubrir diferentes materiales: metales, aleaciones, cerámicas, cermets, carburos entre otros.
- Pueden aplicarse capas espesas con proporciones de depositación altas.
- Unión de las capas al sustrato mecánicamente - se pueden rociar materiales metalúrgicamente incompatibles con el sustrato, por ejemplo, materiales con puntos fusión más altos que el sustrato.
- Los componentes pueden rociarse con algún o ningún tratamiento posterior, con una mínima distorsión del componente.
- Pueden repararse las partes de los equipos rápidamente a bajo costo, normalmente a una pequeña parte del precio de un reemplazo.
- Pueden aplicarse las capas de manera manual o automáticamente.

En la tabla 1.5 se hace una comparación de las propiedades generadas por los diferentes procesos de rociado térmico [9].

Tabla 1.5 Comparación de las propiedades de los diferentes procesos [9]

Proceso	Velocidad de la partícula m.s <sup>-1</sup>	Adhesión MPa	%de Oxido	%Porosidad	Razón de depositación kg.hr <sup>-1</sup>	Espesores mm
Flama	40	<8	10-15	10-15	1-10	0.2-10
Arc	100	10-30	10-20	5-10	6-60	0.2-10
Plasma	200-300	20-70	1-3	5-10	1-5	0.2-2
HVOF	500-1000	>70	1-2	1-2	1-5	0.2-2

## 1.4 Diagnóstico de las capas; adhesión, porosidad y microestructura.

### 1.4.1 Adhesión de las capas.

La adhesión de las capas es controlada por tres principales mecanismos:

1. Anclaje mecánico. La rugosidad de la superficie juega un papel determinante. Las partículas deben tener suficiente plasticidad, alta velocidad de impacto, baja viscosidad y buena capacidad de mojado.
2. Adhesión física. Este mecanismo de enlace es controlado por difusión, donde la difusión aumenta con el incremento de la temperatura y el tiempo de acuerdo a las leyes de Fick. Esta puede ser maximizada por un precalentamiento del sustrato, porque se tiene un tiempo muy corto para la difusión de manera óptima (producida por una rápida solidificación), la adhesión por difusión generalmente sólo juega un papel menor como mecanismo de adhesión.
3. Adhesión química. La adhesión química puede efectuarse por el contacto difusivo. Se pueden formar capas delgadas para mejorar la adhesión en una escala molecular por la formación de enlaces metalúrgicos verdaderos [51].

En mayor detalle los mecanismos de adhesión pueden ser clasificados como microenlaces y macroenlaces [52]. El microenlace se refiere al enlace que toma lugar en una pequeña área, del tamaño de una gota. El macroenlace se refiere al enlace que toma lugar en un área mucho más grande, de 10 a 100 veces mayor. El macro enlace se relaciona con la macro rugosidad producida por el golpe de arena gruesa.

#### **Fuerza de Enlace.**

La determinación de calidad de una capa rociada consiste en gran parte en la adherencia al sustrato. La adherencia es una vinculación mecánica de la gota rociada con las asperezas (rugosidad) del sustrato [53].

Durante los últimos años, una gran variedad de diferentes pruebas se han diseñado para medir las fuerzas de enlace de una manera exacta y reproducible. A pesar de esos esfuerzos, no hay algún método fiable disponible que pueda ser aplicado a cualquier tipo de capas o a cualquier tipo de sustrato. Davies y Whittaker [39], propusieron varias técnicas ultrasónicas que probablemente podrían reunir con éxito los requisitos de control de calidad. Sin embargo, la prueba de tensión es la más utilizada para determinar la fuerza de enlace [40,5].

#### **1) Prueba de tensión con adhesivo.**

La fuerza de enlace entre la capa de recubrimiento y el sustrato es extremadamente importante para muchas aplicaciones. Por esta razón, la prueba de tensión es comúnmente aplicada para evaluar la fuerza cohesiva y/o adhesiva como describen las especificaciones ASTM (C633 – 79 [55] o DIN 50 160. La mayor diferencia entre estas pruebas consiste en las diferentes dimensiones de las muestras. El método es limitado para espesores espesos que excedan 380  $\mu\text{m}$  (ASTM C633 -79) y 150 $\mu\text{m}$  (DIN 50 160), respectivamente.

De acuerdo con Milewky [56], hay dos métodos en las pruebas de tensión: 1) prueba donde las capas se jalan fuera del sustrato con la ayuda de un mecanismo de tensión utilizando un pegamento y 2) prueba donde las capas se jalan hacia fuera por medio de un mecanismo de tensión apropiadamente diseñado sin adhesivo.

Debido a las propiedades de los adhesivos orgánicos usados solo pueden ser usados en las pruebas con rangos de temperaturas específicos. El método se recomienda para la calificación, control de calidad, comprobación y aceptación del proceso. También es frecuentemente aplicado para comparar las fuerzas adhesivas y/o cohesivas de diferentes capas.

La figura 1.14 muestra los mecanismos y el conjunto de un par de probetas de tensión [55]. Ambas probetas son cilindros sólidos circulares con diámetros entre 23 y 25 mm. Las probetas deben hacerse preferentemente del mismo material que se usará para el substrato. En una probeta se aplica el material rociado y se une a la otra mediante un adhesivo. El adhesivo debe tener una resistencia mayor que la fuerza adhesiva y cohesiva de la capa, suficiente viscosidad para no penetrar a través de la capa.

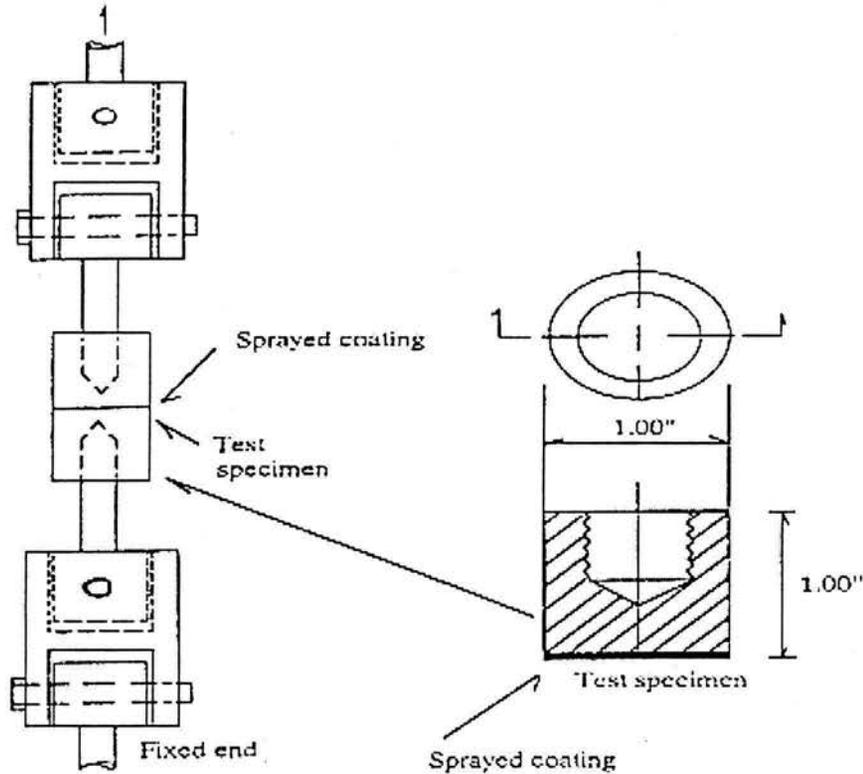


Figura 1.14 Probetas de adhesión de acuerdo a el diseño ASTM C 633[55].

Las fuerzas de vinculación o las fuerzas cohesivas de la capa se determinan por el cociente de la carga máxima  $F$  en [N] requeridos para separar las dos partes de la probeta sujetadas a la maquina de tensión, y el área  $A$  de la sección transversal o área de contacto en [ $\text{mm}^2$ ]: Fuerza de unión =  $F/A$  [ $\text{N mm}^{-2}$ ]. Si la falla ocurre completamente en el substrato, la capa se desprende del substrato, el valor se informa como la fuerza de adherencia; si la falla ocurre completamente en la capa, la fuerza es considerada cohesiva, ver figura 1.15.

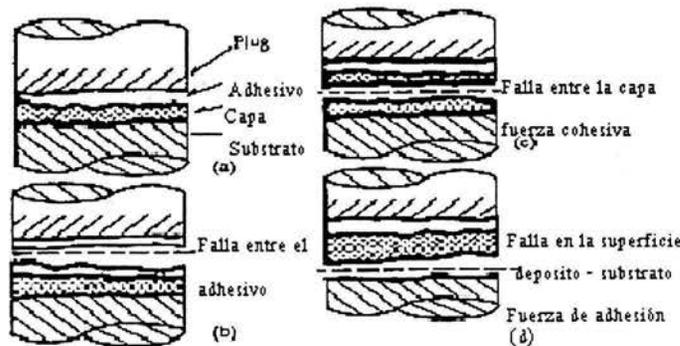


Figura 1.15 Fuerzas de vinculación; a) unión de las probetas b) falla a través del adhesivo (prueba mala), c) falla entre la capa (fuerza cohesiva) y d) falla entre el depósito – substrato (fuerza adhesiva) [13].

Esta distinción cualitativa entre las fallas adhesivas y cohesivas de una capa puede cuantificarse por una modificada prueba de tensión ASTM C633 - 79 desarrollada por Berndt [57], que es capaz de medir la extensión del espécimen durante la carga.

### Prueba de tensión sin adhesivo.

La prueba de tensión sin adhesivo evita el problema del adhesivo que penetra en la porosidad abierta de las capas, limitando la exactitud de la medida. También, podría disminuir los problemas interpretativos relacionados a la influencia del espesor de la capa en los valores de fuerza medidos. Una prueba de este tipo es la técnica Ollard Sharivker [58,59], usa un mecanismo especial, que consiste de una base y un montaje (arandela) soportada en los hombros de la base. La superficie de la arandela es rociada, y la fuerza de adherencia se determina rasgando la capa.

En resultados obtenidos [58,59], la fuerza de adherencia parece ser función del espesor de la capa, parece ser factible obtener la fuerza de adhesión afectada por tensiones internas, extrapolando la fuerza de adherencia vs. espesor de la capa. Cuando se alcanza un espesor crítico, se observa el desprendimiento de una cáscara de la capa del sustrato. Con el decrecimiento del espesor, la fuerza de adhesión aumenta linealmente.

### 1.4.2 Flujo de masa generado por un atomizador circular.

La figura 1.16 ilustra los flujos de masa y energía térmica que se generan por un atomizador circular. Hay dos factores diferentes que gobiernan los flujos de masa y energía térmica durante la deposición: el flujo de masa de las gotas y las condiciones de solidificación de las gotas [14].

El flujo de masa de las gotas se define como la masa de las gotas que arriban a la superficie de deposición por unidad de área por unidad de tiempo. Para condiciones idénticas de solidificación un aumento en el flujo de masa produce un aumento en la energía térmica. Cuando las gotas están en estado semilíquido el flujo de energía térmica disminuye con el aumento en la proporción de fases sólidas en las gotas.

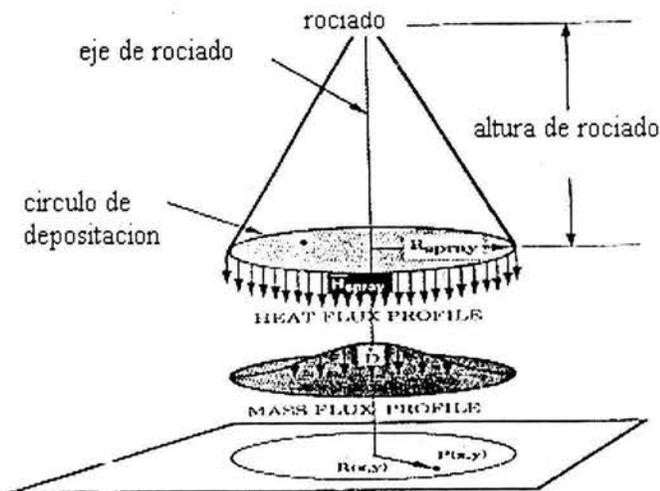


Figura 1.16 Flujo de energía térmica y de masa producido por un atomizador circular [14].

### Flujo de masa

En la figura 1.16 se muestra que el flujo de masa generado por un atomizador circular y un sustrato estacionario, sin movimiento, es dependiente de varios parámetros de rociado: ángulo de ataque, velocidad del flujo de masa y distancia de deposición (distancia de vuelo). La preforma generada con las condiciones anteriores tiene forma de campana.

Si se supone que el flujo de masa del metal fundido es constante en todo el experimento, el flujo de masa generado es solamente una función de la situación espacial (independiente del tiempo). Bajo esta consideración, el flujo de masa puede ser determinado experimentalmente usando una variedad de técnicas tales como: la determinación de la morfología del la preforma depositada, por la recolección de gotas de manera individual usando tubos de ensaye, o por medidas directas del flujo de masa usando métodos sin contacto, tal como la técnica doppler de fase láser.

El método simple de caracterización del flujo de masa es la medida del espesor de la preforma (con forma de campana) obtenida como una función de la distancia radial de la línea central simétrica. Lavernia [14], midió el espesor de una preforma de una aleación de aluminio, que se obtuvo por un atomizador circular y un substrato estacionario. El resultado de su estudio se muestra en la figura 1.17, demuestra que el espesor de la preforma exhibe una distribución axisimetrica con un valor máximo en el centro.

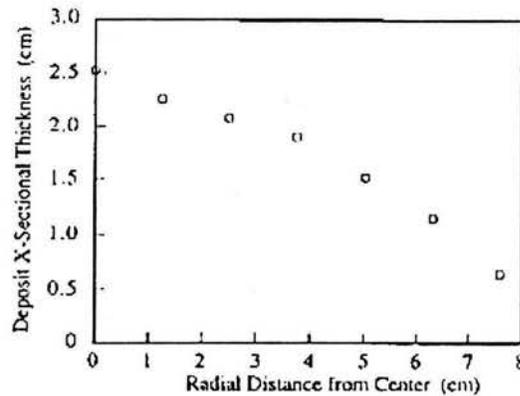


Figura 1.17 Espesor de una preforma (forma de campana) producida por un atomizador circular como función de la distancia radial del eje simétrico [14].

Como una aproximación, si se supone que la eficiencia de unión de las gotas en la superficie es del 100%, el flujo de masa es entonces proporcional a la medida del espesor. Considerando el hecho de que el tamaño promedio de las gotas generadas en el centro son más grandes que en la periferia, un elevado flujo de masa en el centro del rociado, implica un alto flujo de energía térmica.

### 1.4.3 Porosidad

La porosidad está presente en los materiales depositados por rociado térmico, si tener en cuenta las condiciones experimentales seleccionadas o los materiales utilizados.

La cantidad, tamaño y distribución de la porosidad dependen de una gran cantidad de condiciones de proceso. En los primeros experimentos, la porosidad reportada vario entre el 15% y 20% [48]. Cuando las condiciones de rociado son cuidadosamente controladas, la densidad de las capas puede aumentar a casi 98% de la densidad teórica [60,61].

Es improbable que la porosidad pueda ser completamente eliminada simplemente ajustando las condiciones de proceso, porque el rociado térmico esencialmente involucra la depositación de una pequeña cantidad de liquido, semilíquido y gotas solidificadas en una superficie.

Sin embargo la cantidad, tamaño y distribución de la porosidad puede ser controlada más eficientemente si se tiene un entendimiento de los mecanismos fundamentales que la generan.

#### Las causas comunes de porosidad son:

- Los efectos de sombra, cuando una segunda partícula de rociado cae sobre una que llego anteriormente en lugar de caer junto a ella generando un hueco dentro de la capa.
- Los agujeros estrechos y / o inclusiones de gas entre la primera y segunda gota.
- La inclusión de partículas más grandes, y

-Las partículas fragmentadas debido al sobrecalentamiento, las velocidades de la partícula excesivas y así como la ocurrencia de disociación de ondas (choque de las ondas).

**La reducción de porosidad incluye las siguientes medidas:**

- Precalentando del sustrato para aumentar la temperatura de contacto y reducir la viscosidad de las gotas fundidas que chocan.

Tratamientos posteriores al rociado como:

- Recocido de la capa para reducir la microporosidad por difusión de estado sólido.
- Presión isostática caliente (HIP) de las capas.
- Densificación láser de la superficie y,
- Infiltración de las capas con polímeros para bajas temperaturas de aplicación, Ni aluminides u otras aleaciones para altas temperatura de uso, o por procesos de sol – gel.

Las medidas de porosidad de las capas pueden lograrse por una gran variedad de métodos [5]:

- Medición de densidades (método de Arquímedes).
- Contador de puntos usando microscopio óptico.
- Microscopio óptico electrónico en conjunción con el análisis discriminante de densidad óptica que usa el análisis de imagen automatizado.
- Porosimetría de presión de mercurio, clasifica el tamaño de poro con la presión creciente.
- Método de presión Bubble.
- Penetración dinámica medida por la conductibilidad eléctrica de la capa porosa.
- Determinación de la función de distribución de poros por rayos de X de ángulo pequeño.

**Características de la Porosidad.**

**Distribución de la porosidad.**

La presencia de porosidad en las capas depositadas es influenciada por tres factores: Las propiedades termodinámicas del material, las propiedades del gas de atomización y las condiciones de solidificación durante la solidificación. Algunos resultados recientes, sugieren que las condiciones de superficie del sustrato y la recirculación del gas en la cámara pueden también afectar la porosidad [62,63]. Una simple aproximación para examinar los efectos de las condiciones de solidificación en la formación de la porosidad es caracterizar la distribución de los poros como una función de localización de los poros en la capa.

Un método común para caracterizar la distribución macroscópica de la porosidad es la medida de la densidad. El porcentaje total de porosidad puede ser definido en la base de medida de la densidad como:

$$P = \left(1 - \frac{\rho_e}{\rho_t}\right) \times 100\% \dots\dots\dots 1.19$$

donde P es la porosidad;  $\rho_e$  y  $\rho_t$  son las densidades experimental y teórica respectivamente.

Para una capa con forma de campana, la distribución de porosidad puede ser caracterizada por la medida de la densidad a lo largo del diámetro de la capa y a lo largo de la línea central de la capa. Lavernia [64], midió la distribución de porosidad en una capa de una aleación de aluminio por la medida de la densidad a través del diámetro de la capa con espesor de 0.5cm, como se ilustra en la figura 1.18. La figura 1.19 muestra la medida de la densidad como una función de la distancia radial del eje de simetría de la capa. El resultado revela que la densidad de la capa depositada varía en el rango del 90% al 95%.

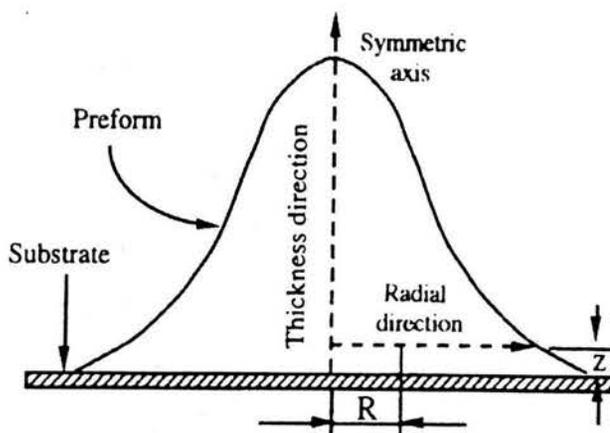


Figura 1.18 Densidad del espesor de una capa rociada, medida en la dirección radial, donde  $z$  es la distancia desde el sustrato y  $R$  es la distancia desde el eje simétrico de la preforma [64].

La densidad es un máximo a lo largo de la línea central de la capa y decrece hacia la periferia. Esta observación de alta porosidad en la región periférica es consistente con los resultados teóricos y experimentales. Algunas gotas con una elevada fracción sólida y alta rapidez de enfriamiento se concentran en esta región.

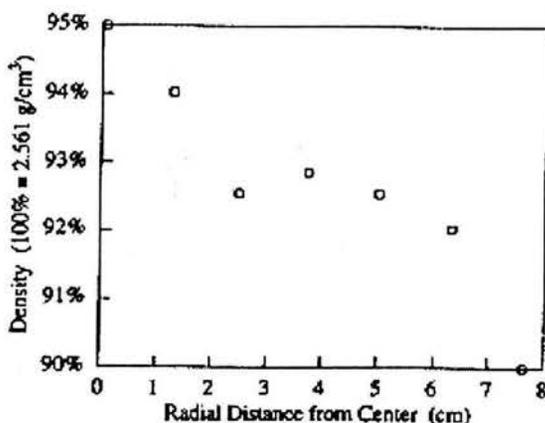


Figura 1.19 Densidad de una capa de aluminio como función de la distancia radial  $R$  desde el eje simétrico de una preforma, medida a lo largo de la línea horizontal de 5mm desde el sustrato (densidad al 100% =  $2.561 \text{ g cm}^{-3}$ ) [64].

### Mecanismos de formación de la porosidad.

De la distribución del tamaño de los poros y la localización mencionados anteriormente, se han sugerido tres mecanismos responsables en la formación de la porosidad, incluyendo; a) gas atrapado, b) reducción de solidificación (encogimiento) y c) porosidad intersticial. Los poros esféricos grandes presentes en los materiales depositados son probablemente originados de gas atrapado y su localización no está restringida a los límites de grano.

Se ha sugerido que la formación de poros de gas se facilita por una excesiva cantidad de fase líquida durante la deposición de las gotas. La figura 1.20 muestra una cantidad elevada de poros de gas cuando hay una excesiva cantidad de líquido presente durante la deposición.

El mecanismo se entiende por la baja solubilidad y la baja reactividad los gases inertes con muchos metales líquidos [60,65].

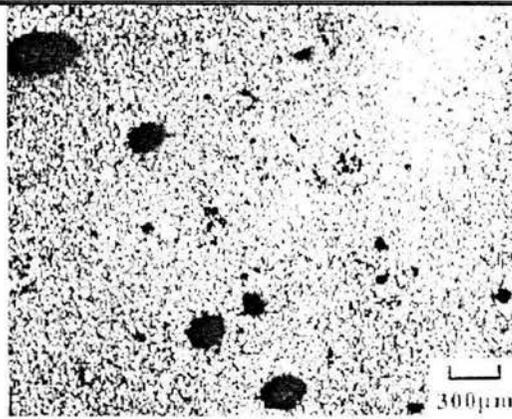


Figura 1.20 Poros esféricos de gas presentes en la microestructura de una capa de Cu-6 wt%Ti, [60].

### 1) Poros de gas.

La porosidad relacionada con el gas puede ser reducida por la selección de un gas de atomización que reaccione con uno de los elementos de aleación. Los elementos de aleación se comportan como agentes recolectores del gas atrapado y por lo tanto previenen la formación de poros de gas [60].

### 2) Poros Intersticiales.

La mayor cantidad de poros que se observan en los materiales depositados son probablemente poros intersticiales, generados como resultado de un incompleto llenado de los intersticios entre el sólido y/o solidificación parcial de las gotas. Este tipo de poros están presentes en los límites de las gotas y límites de grano y exhiben gran morfología irregular.

Annavarapu y Doherty [66], reportaron que cuando la fracción de fase líquida contenida en la gota es baja, no hay suficiente fase líquida en la vecindad del sustrato para llenar todos los intersticios, consecuentemente, los poros intersticiales llegan a ser interconectados. En estudios relacionados, Annavarapu [67], midió el porcentaje de porosidad como función de la distancia de vuelo, observó que la cantidad de porosidad más baja se obtuvo a una distancia intermedia de vuelo de 375 mm. Por lo tanto el aumento y decrecimiento de la distancia relativa de estos valores llevan a un aumento en la porosidad.

La cantidad de líquido presente en las gotas durante la solidificación aumenta con la disminución de la distancia de vuelo, este fenómeno puede ser racionalizado por la competición entre los mecanismos de formación de poros de gas y los poros intersticiales.

Cuando la distancia de vuelo es pequeña hay una excesiva cantidad de líquido y se facilita la formación de poros de gas, mientras que cuando la distancia de vuelo es grande, hay una inadecuada cantidad de líquido y se facilita la formación de poros intersticiales. Por lo tanto, la porosidad puede ser reducida controlando la cantidad de líquido durante la depositación.

### 3) Encogimiento de solidificación (reducción)

Los poros pequeños que están presentes en los materiales depositados pueden ser atribuidos, en algunos casos, por contracción o reducción de los materiales al solidificar. Tales poros se producen como resultado de una gran diferencia en densidad entre las fases líquidas y sólidas. Por ejemplo para aluminio puro, la densidad en el estado líquido es de  $2.3 \text{ g/cm}^3$ , mientras que en el estado sólido la densidad es de  $2.7 \text{ g/cm}^3$  [66].

#### 1.4.4 Microestructura de los materiales depositados.

Las microestructuras de los materiales depositados están formadas bajo altas condiciones de no equilibrio térmicas y de solidificación. Se ha reportado que al momento del impacto con la superficie, las gotas rociadas contienen una cantidad significativa de fases sólidas en el rango de 40 – 90% de volumen [68-71]. Como un resultado de esta solidificación inusual, un entendimiento de la evolución de la microestructura durante la deposición necesita considerar dos estados por separado pero estrechamente relacionados: atomización y deposición.

La microestructura de los materiales depositados no podría ser descrita como una simple mezcla mecánica de microestructuras que se forman durante la atomización y deposición [70-72].

#### Microestructura en preforma de campana.

Considerando el caso simple de la forma de campana, formada por un atomizador circular y un substrato estacionario, las características microestructurales son críticamente dependientes del lugar en la preforma (capa), de las variaciones en el medioambiente térmico y de solidificación en todo el material.

Las variaciones en microestructura dependientes del lugar en los materiales depositados han sido documentadas por numerosos investigadores [62, 69, 72, 74].

Liang [73], condujo una sistemática investigación de microestructura en varios lugares en una preforma de  $Ni_3Al$ . Se dividió la preforma de campana en tres regiones A, B y C como se ilustra en la figura 1.21.

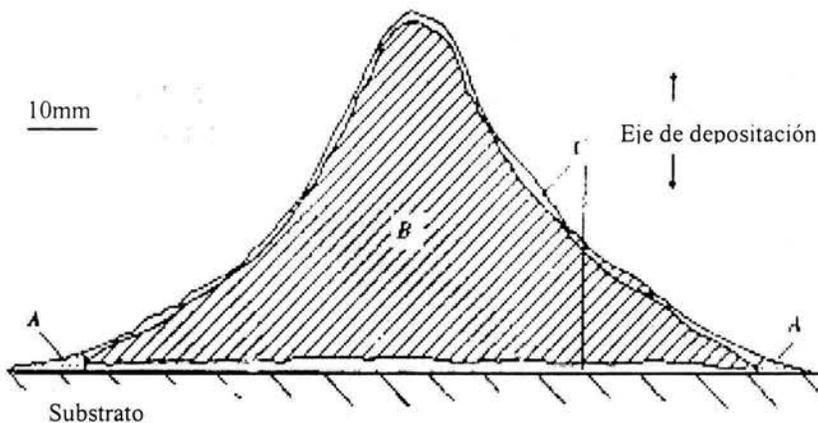


Figura 1.21 Sección transversal de una preforma (forma de campana); muestra tres regiones con diferente morfología microestructural: la región A se localiza en la circunferencia de la preforma, la región B se localiza en el cuerpo principal de la preforma y la región C ubicada en la superficie de la capa [73].

Las características de la microestructura correspondientes a cada región se muestran en la figura 1.22. La región A se localiza en la circunferencia de la preforma en la vecindad del substrato colector, esta región consiste en mayor proporción de gotas sólidas deformadas como pancakes y otras geometrías irregulares, los límites de las gotas están bien definidos. Sin embargo, una concentración alta de poros grandes se observan en los límites de las gotas, consecuentemente, la densidad asociada con esta región A es relativamente baja.

La microestructura en la región A consta de una gran proporción de brazos dendríticos deformados, brazos dendríticos fracturados y dendritas que se alinean a lo largo de la orientación primaria de la transferencia de calor (a lo largo del eje de rociado).

Los límites bien definidos entre las gotas solidificadas deformadas en la región A sugieren que muchas de las gotas impactaron contra el substrato en estado semi sólido o sólido.

Sin embargo la presencia de dendritas con una orientación de crecimiento perpendicular a la superficie de depositación sugiere que hubo una cantidad finita de fase líquida presente en la preforma o capa durante la depositación. El crecimiento dendrítico en el líquido, ocurre en dirección opuesta al flujo de calor.

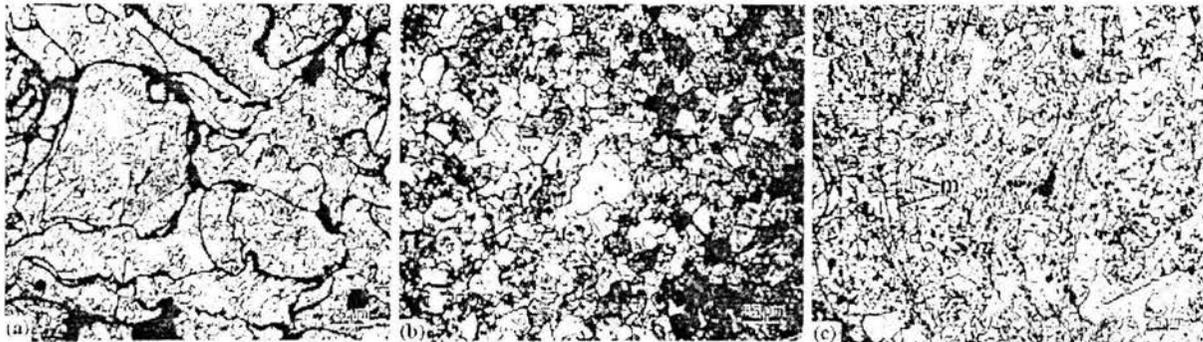


Figura 1.22 Microestructura de un recubrimiento de  $Ni_3Al$ : a) dendritas deformadas/ fractura y límites de grano; b) estructura de granos equiaxiales y c) distribución de tamaño de grano heterogéneo y límites de grano poco visibles [73].

La región B corresponde al cuerpo principal de la preforma o capa [73], los límites de las gotas que están bien definidos en la región A no son bien discernibles en esta región.

La microestructura está totalmente recristalizada, con una morfología de grano esferoidal (ver figura 1.22 b). El término equiaxial ha sido ampliamente usado en la literatura para describir esta particular morfología de los granos.

La región B es relativamente densa y solo una pequeña fracción de microporos está presente, la densidad estimada es de 97 – 99% de la densidad teórica.

La región C mostrada en la figura 1.21, la superficie del material depositado consta de una zona fría entre la capa depositada y el sustrato [73]. La microestructura en esta región es una mezcla de las regiones presentes en A y B. Los límites de gotas en la figura 1.22c quedan claramente visibles en la región C, tales límites son más delgados que los observados en la región A.

La estructura equiaxial en esta región no está bien desarrollada, la distribución del tamaño de los granos equiaxiales observados es altamente heterogénea.

La región C es menos densa que la región B pero más densa que la región A. Los poros observados en la región C exhiben una morfología irregular (no esferoidal).

Liang [73], sugiere que el desarrollo experimental durante la depositación está estrechamente relacionada con las condiciones de solidificación de las gotas durante el impacto, así como de la preforma y la superficie de depositación.

La región A se genera de gotas que son relativamente más pequeñas que aquellas que se presentan en la parte central del cono. Estas gotas contienen una gran cantidad de fase sólida, la deformación durante la depositación es relativamente difícil. Además, la completa solidificación de estas gotas requiere de menor tiempo.

#### Variación de la microestructura a través del espesor.

En la microestructura a través del espesor de materiales depositados, generalmente, hay dos regiones diferentes que están presentes: 1) región cercana al sustrato y 2) región lejos del sustrato. En la vecindad del sustrato siempre hay una zona fría (zona de transición), la microestructura varía con la distancia del sustrato. En la región lejos del sustrato, sin embargo, la microestructura permanece sin cambios.

Grant [74], estudio la microestructura de una aleación de Al – 4wt%Cu, los resultados mostrados en la figura 1.23 indican que a través de la mayor parte del espesor del material depositado, la microestructura esta constituida por granos equiaxiales [74]. En el área cercana al sustrato existe una zona fría, en la cual los limites de grano están bien definidos.

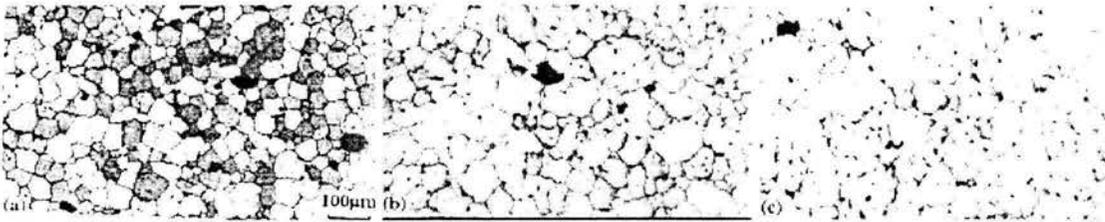


Figura 1.23 Microestructura de recubrimiento de Al-4 wt%Cu, en diferentes lugares del espesor: a) parte adyacente al sustrato; b) parte central y c) cerca de la superficie [74].

En la parte central y la región superior del material depositado, la microestructura exhibe segregación dendrítica o celular. Con la característica segregación, el tamaño de grano parece ser grande en la parte central. Grant midió el tamaño de grano equiaxial como función de la distancia del sustrato, los resultados que se resumen en la figura 1.24, revelan dos regimenes distintos de variación del tamaño de grano como una función de la distancia del sustrato.

En el área cercana al sustrato, el tamaño de grano aumenta con el aumento de la distancia., en el área lejos del sustrato, sin embargo el tamaño de grano llega a ser relativamente constante.

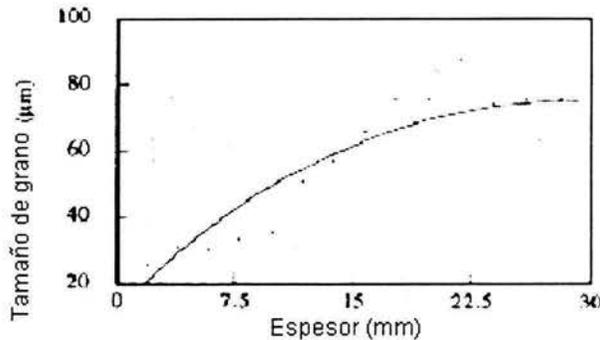


Figura 1.24 Tamaño de grano en un recubrimiento de Al -4 wt%Cu como una función de la distancia desde el sustrato [74]

La transición entre estos dos regimenes ocurre a una distancia de aproximadamente 20 mm. El tamaño promedio de grano cerca del sustrato fue aproximadamente de 30 micras, mientras que en la parte central fue de 75 micras.

### Tamaño y morfología de grano

Una gran cantidad de materiales depositados sin tomar en cuenta la composición y las condiciones de proceso, exhiben una morfología de grano equiaxial [66, 69, 74].

Aunque los experimentos de deposición fueron hechos usando diferentes materiales bajo diferentes condiciones de proceso, el tamaño promedio de los granos equiaxiales caen principalmente dentro del rango de 10 a 50 micras, raramente alcanzan las 100 micras. Estas observaciones sugieren que hay un mecanismo universal que gobierna la evolución microestructural durante la deposición.

## CAPITULO 2 DESARROLLO EXPERIMENTAL

El trabajo experimental se divide en dos partes:

1) Caracterización de los parámetros del proceso de rociado de flama para alambre, en las etapas de rociado (atomización) y depositación, en base a los principios del proceso, tales parámetros son: formación de las gotas a partir del volumen líquido inicial, la cantidad de material líquido al variar la velocidad de alimentación del alambre, estimar las velocidades de las gotas, así como su tamaño y morfología. Caracterizar la preforma característica (capa en forma de campana) de la boquilla circular de la pistola, en base a la medida del espesor variable y la determinación de la porosidad.

2) Obtención de las mejores condiciones de rociado para tener una capa con la mayor fuerza de unión al sustrato (adherencia) y la menor cantidad de porosidad. Además de caracterizar la microestructura generada bajo las condiciones de no- equilibrio del proceso.

### **2.1 Equipo de rociado de flama.**

El equipo de rociado de flama, utilizado en los experimentos de este trabajo, tiene una pistola como componente central de boquilla circular, requiere aire comprimido, gas combustible (acetileno), oxígeno, y alambre metálico. El equipo consta de los siguientes componentes:

- 1 Flujómetro de aire.
- 1 Flujómetro de gas.
- 1 Unidad de mando de alambre.
- 1 Unidad de mando de gas.
- 1 Unidad de mando de aire.
- 1 Unidad de manguera.
- 1 Pistola de rociado (componente central).

### **Descripción de los componentes**

#### ***Flujómetro de aire***

El flujómetro de aire indica el flujo de atomización de aire para mantener las condiciones de rociado exactas, e indica los valores de la línea externa de aire (ver figura 2.1).

#### ***Flujómetro de gas***

El flujómetro de gas indica el flujo de oxígeno y gas de combustible en la pistola, es uno de los sistemas más importantes usados en el proceso, ver figura 2.1. En una pistola de rociado de flama, se obtiene una eficacia más alta cuando se ajusta el flujo de gases, los cambios muy ligeros en las proporciones de oxígeno y gas combustible alteran grandemente la eficacia de la flama.

Dos unidades de mangueras optativas están disponibles para conectar el flujómetro de gas, la unidad incluye una manguera de oxígeno y una de gas de combustible con cuatro pies de longitud y otra unidad que tiene una longitud de 4.6m.

#### ***Unidad de mando de alambre.***

El alambre metálico normalmente está disponible en rollos, la unidad de mando de alambre está diseñada para sostener el rollo y enderezarlo antes de ingresar en la entrada trasera de alambre de la pistola. El calibre de los alambres es de 3/16" (0.47 cm) y 1/8" (0.31 cm), la pistola de rociado de flama tiene el poder suficiente para tirar el alambre encorvado en la unidad de alambre y asegurar la alimentación continua del material.

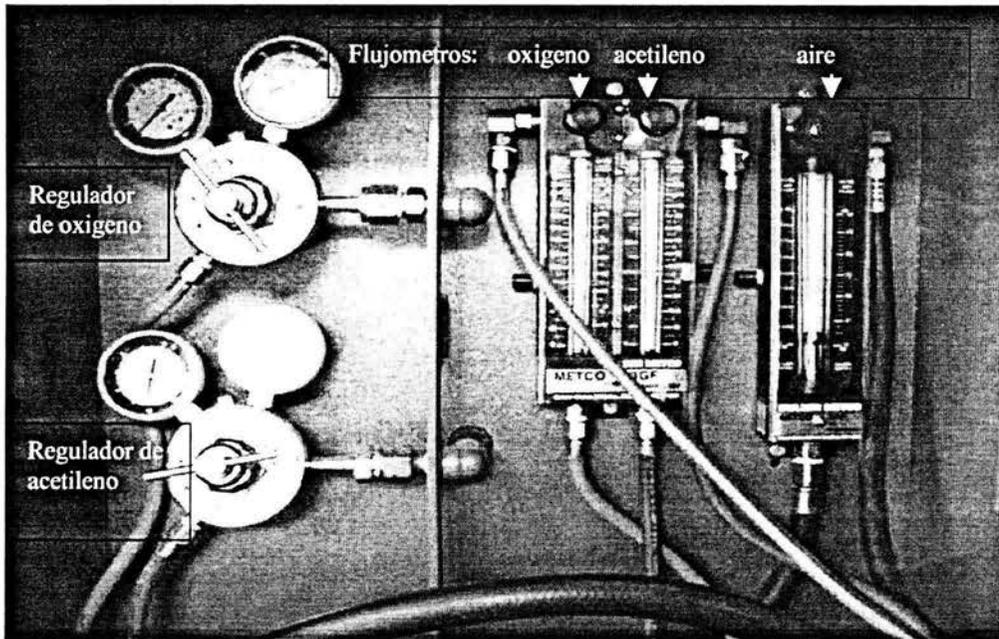


Figura 2.1 Reguladores y flujómetros de oxígeno, acetileno y aire comprimido, mantienen las condiciones de rociado exactas y constantes.

#### *Unidad de mando de gas.*

La unidad de mando de gas consiste de dos reguladores, uno para el gas combustible y otro para oxígeno, ver figura 2.1. Los reguladores se conectan directamente en los cilindros de gas, pueden instalarse en unidades de gas de acetileno, propano, MPS y otros gases de combustible.

#### *Unidad de mando de Aire.*

La unidad de mando de aire diseñada especialmente para el rociado de flama, consiste de un regulador de presión y dos filtros, ver figura 2.2. El regulador ajusta la presión y flujo de aire en la pistola, sostiene la presión requerida constante, sin tener en cuenta la fluctuación en la presión de la línea. Se coloca un filtro antes del regulador para eliminar agua y aceite, un segundo filtro se pone para entrapar el aceite adicional y agua que se condensan.

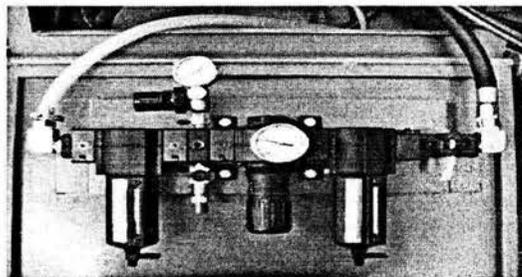


Figura 2.2 Regulador de presión, ajusta las presiones en la pistola y filtros que eliminan agua y aceite.

#### *Unidad de la manguera.*

La unidad de manguera tiene 4.6 m de largo, consiste de una manguera de aire y una manguera dual para oxígeno y gas de combustible. Estas mangueras se conectan entre la pistola y los flujómetros de gas combustible y aire comprimido.

### ***Pistola de rociado de flama.***

La pistola tiene tres dispositivos de mando con los que opera:

- 1) Válvula de gases. – abre y cierra los flujos de gases y controla el flujo del aire comprimido.
- 2) Rueda de velocidad de alimentación. - ajusta la velocidad del alambre en la pistola.
- 3) Seguro de alimentación del alambre.- botón que activa el paso del alambre a través de la pistola, sostiene y libera el alambre, ver figura 2.3.

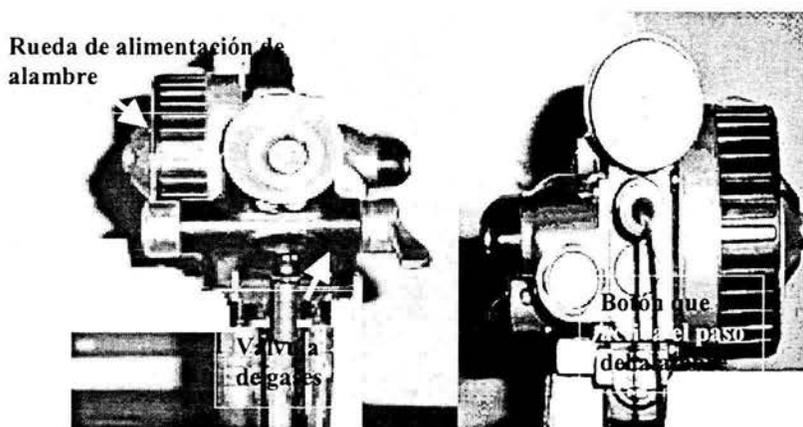


Figura 2.3 Dispositivos de operación de la pistola de rociado, observados en la parte frontal y trasera.

### **Instalación.**

La instalación de la pistola, consistió en conectar los cilindros de oxígeno, acetileno y el suministro de aire comprimido en sus correspondientes reguladores, y estos a sus respectivos flujómetros. La pistola se conectó a la salida de los flujómetros con la unidad de manguera estándar de 4.6 m de longitud. La figura 2.4 muestra el equipo ensamblado con todos sus componentes.

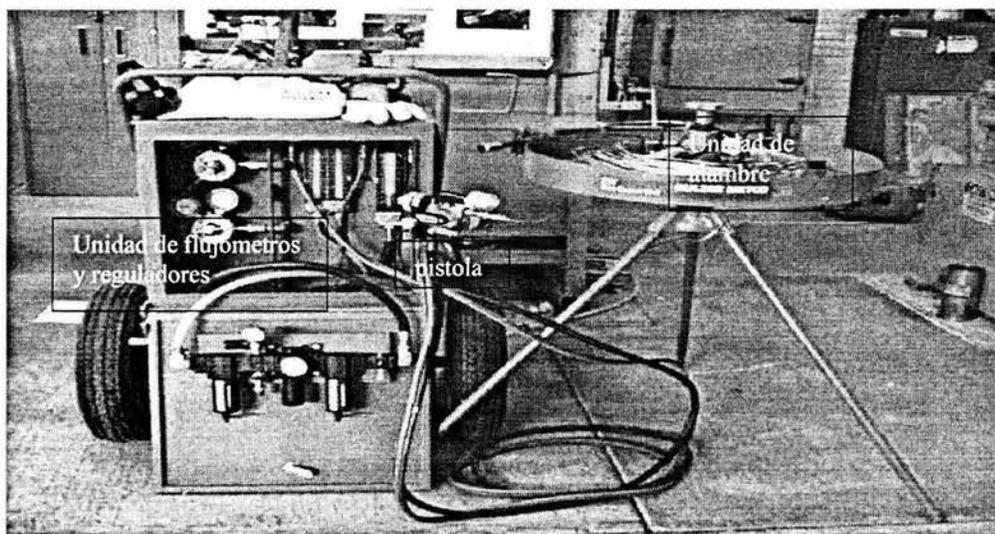


Figura 2.4 Equipo completo de rociado de flama para alambre, lo constituyen dos unidades de flujo de gas y aire, una unidad de alambre, y una pistola como elemento central.

### **Requisitos del sistema de descarga.**

El equipo de rociado produce polvo de metal, humos, y productos de combustión de combustible, por lo que se instaló en un lugar donde existe un extractor de humos y polvos.

### **Requisitos del aire comprimido.**

La pistola de rociado de flama requiere aproximadamente  $0.85\text{m}^3$  de aire libre por minuto a  $4.5 \times 10^5$  Pa. Por lo que debe tener un regulador de presión para conseguir una buena regulación, además, debe tomarse en cuenta las pérdidas de presión en tuberías, conexiones y válvulas. Por consiguiente, la presión de la línea al regulador debe ser de por lo menos  $4.8 \times 10^5$  Pa. El aire comprimido normalmente contiene bastante aceite y humedad, que afectan la vinculación y fuerza de las capas rociadas. Para prevenir esto, se debe usar un depurador de aire que pueda condensar el vapor de agua fuera del aire y coleccionarlo en una trampa de desagüe automática y que elimine la mayor cantidad de aceite y suciedad del aire, incluso bajo las condiciones más adversas.

### **Cilindros de gas**

Los cilindros de gas de acetileno y oxígeno, se colocaron en la parte trasera del carro, cerca de los reguladores, se aseguraron para prevenir que se muevan o golpeen.

La pistola de rociado de flama está provista de una cabeza de gas universal, puede usarse con oxígeno y cualquier gas combustible como el acetileno, propano, MPS, gas natural, gas manufacturado, o hidrógeno, siempre y cuando, se utilice la boquilla apropiada,

### **Unidad de mando de alambre.**

Se ensambló la unidad del alambre y se colocó a 4 m de distancia de la parte trasera de la pistola para asegurar que el alambre entre en la pistola en línea recta y reducir la curvatura en el alambre.

Antes de poner en funcionamiento el equipo se debe revisar las conexiones de gas de combustible, oxígeno, y las conexiones de aire externas que no estén goteando, encender el sistema de la descarga de humo y polvo antes de operar el equipo.

## **1) CARACTERIZACION DE LOS PARAMETROS DEL PROCESO.**

### **2.2 Filmación del proceso de rociado de flama.**

Las etapas del proceso de rociado térmico de flama, desde la fusión del material hasta el impacto de las gotas ocurre en fracciones de segundo. Para hacer un análisis del proceso es indispensable un instrumento de alta velocidad capaz de detectar el movimiento del flujo de material líquido que se desplaza a grandes velocidades.

### **Descripción del equipo.**

Se hizo un seguimiento del proceso de rociado de flama, con una cámara de alta velocidad, marca Motion Scope. El lente utilizado en la cámara es de marca Nikon de 105 mm, 1:2.8D.

La cámara viene equipada con un tripie marca Manfrotto y una lámpara de 250 w marca lowel.

Las funciones de la camera se controlan con un programa llamado Camera, el programa selecciona la cámara que se utilizara, el numero de cuadros por segundo de grabación, tiene capacidad de grabar 8000 cuadros por segundo. Con un control o triguero se dispara para grabar (la cámara graba 2 segundos, 50% del tiempo antes y después). Se verifica la grabación con play y se graba en forma de video o secuencia de miles de fotografías.

### Procedimiento experimental.

#### Montaje del equipo.

Se monto la cámara y sus accesorios, como se muestra en la figura 2.5, la cámara se protegió por un acrílico transparente. La cámara se colocó a una altura de 80 cm desde el piso, la lámpara a 70 cm. y la pistola de rociado a 75 cm. El enfoque de la cámara se hizo a 70 cm de la pistola y a 1.30 m, de la lámpara.

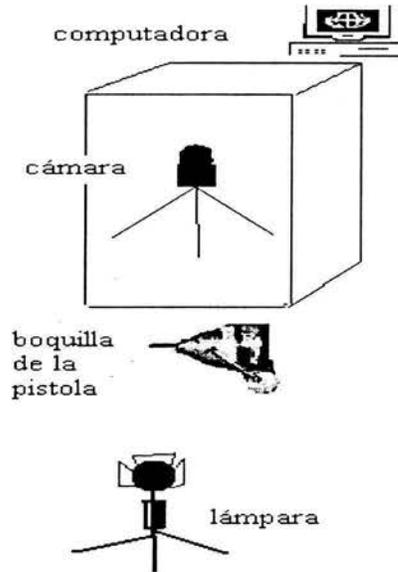


Figura 2.5 Sistema de filmación del proceso de rociado de flama, constituido por una cámara súper rápida, una lámpara y una computadora para control de la filmación.

#### Seguimiento del proceso.

Se filmó el proceso dando un seguimiento desde el inicio del rociado en la boquilla, a una distancia de 1.7 cm de la boquilla y en la superficie del sustrato a diferentes distancias de rociado. Se utilizaron dos alambres de alimentación, zinc puro y una aleación de aluminio (4043), con diámetro de 0.31 cm (1/8"). La presión de los gases para los dos materiales fueron de: oxígeno  $5.3 \times 10^5$  Pa, acetileno  $3.1 \times 10^5$  Pa y aire comprimido  $4.8 \times 10^5$  Pa. Las fotografías fueron tomadas a una velocidad de 8000 cuadros por segundo. El análisis de las fotografías obtenidas tiene el propósito de caracterizar el flujo de metal líquido generado y las etapas del proceso, determinar la velocidad y el tamaño de las gotas.

Se variaron las velocidades de alimentación del material de rociado, de 4.25 cm/s, 8.4 cm/s, 1.9 cm/s, y 0.074 cm/s, para los dos materiales. El propósito es determinar la velocidad de alimentación del alambre que genere el flujo de material fundido más continuo, con ello optimizar el proceso y obtener capas más densas y compactas.

### 2.3 Tamaño y morfología de las gotas.

Estudios anteriores han demostrado que al variar las presiones de los gases se varia el tamaño de las gotas, la determinación del tamaño de las gotas se hizo variando las presiones de oxígeno y acetileno, manteniendo constante la presión de aire comprimido y la velocidad de alimentación de alambre, se utilizo solo alambre de zinc.

#### Procedimiento experimental.

Se recolectaron las gotas de zinc en un vaso de precipitado lleno de agua, como se muestra en la figura 2.6, la distancia de rociado fue de 45 cm. Se variaron las presiones de gases; en primer lugar se vario la presión de oxígeno en:  $3.4 \times 10^5$  Pa,  $4.6 \times 10^5$  Pa,  $5.3 \times 10^5$  Pa,  $6.06 \times 10^5$  Pa y  $7.4 \times 10^5$  Pa, la presión de acetileno ( $3.1 \times 10^5$  Pa) y aire comprimido ( $4.8 \times 10^5$  Pa), se mantuvieron constantes. En segundo lugar se vario la presión de acetileno en:  $1.7 \times 10^5$  Pa,  $2.4 \times 10^5$  Pa,  $3.1 \times 10^5$  Pa,  $3.8 \times 10^5$  Pa y  $4.5 \times 10^5$  Pa, manteniendo constante las presiones de oxígeno y aire comprimido en  $5.3 \times 10^5$  Pa y  $4.8 \times 10^5$  Pa, respectivamente.

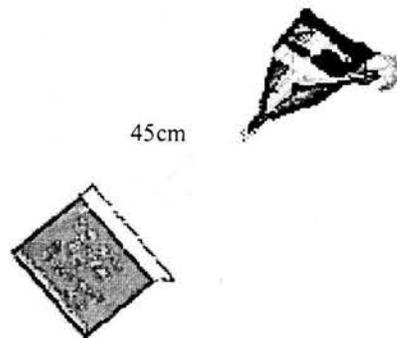


Figura 2.6 Recolección de las gotas de zinc en agua, variando las presiones de los gases de combustión.

Se filtraron las gotas en papel filtro y se secaron durante 24 horas a temperatura ambiente, se recolectaron muestras representativas de cada lote de gotas en un porta muestras de vidrio y se analizaron en el microscopio óptico. Se tomaron fotografías, para determinar la morfología y tamaño. Con un software (carnoy win) se midieron los tamaños (áreas y diámetros) y se analizaron estadísticamente, usando una distribución gaussiana, para estimar el tamaño promedio de las gotas.

### 2.4 Caracterización de la preforma de campana

#### Variación del espesor a través de la distancia radial.

Se fabrico una preforma de zinc de forma semi - circular, manteniendo la pistola fija a  $90^\circ$  con respecto a la superficie del substrato estacionario, durante 30 s, a una distancia de 45 cm. Las presiones de gas fueron de: oxígeno  $5.3 \times 10^5$  Pa, acetileno  $3.1 \times 10^5$  Pa y aire comprimido  $4.8 \times 10^5$  Pa, a velocidad de alimentación del alambre (0.31cm) de zinc de 4.25 cm/s.

La preforma fue fabricada sobre una placa de acero con superficie lisa, se desprendió la preforma del substrato y se corto transversalmente a lo largo del diámetro. La muestra representativa del espesor se monto en resina, se tomaron fotografías en un microscopio óptico, y con un software (carnoy) se midió el espesor variable desde el centro a la periferia.

#### Porosidad de la preforma de campana.

Los valores de porosidad se obtuvieron de dos formas: 1) inspección visual de la porosidad a través del espesor de la preforma del centro al a periferia, con fotografías obtenidas en el microscopio óptico y 2) midiendo la densidad de la preforma, desde el centro hasta la periferia.

El propósito de medir la variación del espesor y la porosidad de la preforma, es para conocer las características de porosidad generadas por el proceso, específicamente por la pistola.

**Nota:** Las preformas con forma de campana se fabrican manteniendo la pistola de rociado fija, mientras que las capas de espesor uniforme se fabrican con movimiento de la pistola. Por lo tanto, la porosidad en los dos casos es diferente.

**Método de medición de la porosidad por medida de las densidades.**

La determinación de la porosidad se realiza mediante la relación:

$$P = \left( 1 - \frac{\rho_e}{\rho_t} \right) \dots\dots\dots 2.1$$

donde:

P = porosidad

$\rho_e, \rho_t$  = densidad experimental y densidad teórica respectivamente.

Para el caso del zinc  $\rho_t$  vale 7.14 g/cm<sup>3</sup>

La determinación de la densidad experimental se efectúa por el principio de la determinación de las densidades que se basa en el principio de Arquímedes, el cual se describe brevemente a continuación.

**Principio de determinación de densidades.**

La densidad  $\rho$  es la relación entre la masa y el volumen;  $\rho = m/\text{volumen}$ , la unidad según el sistema internacional es kg/m<sup>3</sup>. Sin embargo para fines de laboratorio es más adecuado la unidad g/cm<sup>3</sup>. La determinación de la densidad se realiza con el principio de Arquímedes, que también se aplica en el conjunto de determinación de densidades para las balanzas. Según este principio cualquier cuerpo sumergido en un líquido pierde tanto peso como pesa el volumen del líquido por el desplazado. El procedimiento para determinar densidades según el principio de Arquímedes, depende de la densidad de sólidos o líquidos.

Determinación de la densidad de sólidos.

Principios:

La densidad de un sólido se determina con la ayuda de un líquido, cuya densidad  $\rho_0$  es conocida (como líquidos auxiliares se utilizan generalmente agua destilada o etanol). El sólido se pesa una vez en el aire (A) y luego en el líquido auxiliar (B).

Se utiliza la siguiente relación para determinar la densidad experimental.

$$\rho = \frac{A}{A - B} (\rho_0 - \rho_L) + \rho_L \dots\dots\dots 2.2$$

Donde  $\rho$  es la densidad de la muestra

$\rho_0, \rho_L$  Son la densidad del líquido y del aire respectivamente.

A y B es el peso de la muestra en aire y líquido respectivamente.

**Procedimiento experimental.**

Determinación de la porosidad de la preforma originada por el cono de la pistola, con espesor variable.

La preforma se fabrico, manteniendo la pistola fija a distancia de rociado de 45 cm, durante 30 s, lo que genero una preforma semi - circular con diámetro aproximado de 13 cm. Las presiones de gas fueron:  $5.3 \times 10^5$  Pa de oxígeno,  $3.1 \times 10^5$  Pa de acetileno y  $4.8 \times 10^5$  Pa de aire comprimido.



Figura 2.7 Corte de la preforma para evaluar la porosidad del proceso; muestra 1 para determinar la porosidad de forma visual y la muestra 2 para análisis de porosidad por densidad según el principio de Arquímedes.

Se cortaron dos muestras representativas de la preforma (ver figura 2.7), la primer muestra para determinar la porosidad a través del espesor y a lo largo del diámetro de manera visual, mediante fotografías tomadas en un microscopio óptico olimpus. La muestra se preparo metalográficamente desde el montaje hasta el pulido fino.

La muestra dos se seccionó desde el centro a la periferia de la preforma obteniendo una placa rectangular, esta a su vez se subdividió en cinco partes de 1.5 cm de largo por 1cm de ancho. Las placas se emplearon para medir la porosidad por el método de las densidades.

El equipo empleado para medir la densidad experimental se denomina conjunto de determinación de densidades para balanzas, marca Mettler toledo.

El procedimiento es el siguiente:

- 1) Se calibró el conjunto de mediciones, poniendo en ceros la balanza y se midió la temperatura del agua.
- 2) Se pesaron las muestras de manera individual en la balanza superior del conjunto de mediciones expuesta al aire, se registraron los valores y se identificaron con la letra A.
- 3) Se colocaron las muestras en un baso de precipitado con agua y este a su vez se introdujo a una cámara de vacío durante 5 minutos, hasta eliminar el aire almacenado en los poros del material.
- 4) Se pesaron todas las muestras individualmente en la balanza sumergida en agua destilada del conjunto de medición, se registraron los valores y se identificaron con la letra B.
- 5) Con los valores obtenidos se determinó la densidad de la muestra de forma experimental con la expresión 2.2 y con ella se calculó el porcentaje de porosidad con la expresión 2.1.

## 2) DIAGNOSTICO DE LAS CAPAS.

### 2.5 Adherencia.

En el presente trabajo, el diagnóstico consiste en determinar la adhesión en función de la distancia de rociado y del tamaño del espesor de las capas, manteniendo constante la rugosidad del sustrato. Resulta práctico determinar antes de las pruebas, el espesor de las capas rociadas en función de la distancia y tiempo de rociado, y la rugosidad de la superficie del sustrato.

#### 2.5.1 Espesores de las capas.

Las capas se rociaron sobre una superficie lisa de acero X 56, las distancias de rociado fueron de 15, 25, 35, 45, 65 y 85 cm, el tiempo se mantuvo constante en 10 s, en cada una de las distancias. Las capas obtenidas se desprendieron de la superficie lisa, se cortaron y se montaron en probetas de resina.

Las probetas se desbastaron y pulieron, en el microscopio óptico se tomaron fotografías, donde se midieron los espesores. A partir de los valores medidos se obtuvieron los espesores a tiempos menores de 10 segundos, como se observa en la tabla 3.3.

### 2.5.2 Rugosidad del sustrato.

La caracterización de rugosidad de la superficie se llevo a cabo en placas rectangulares de acero X56, de tamaño 5 cm de ancho x 6 cm de largo y 1 cm de espesor, mediante arenado mecánico, se utilizo arena de sílice de forma irregular de tamaño promedio 0.2289 mm (malla 73). Se coloco la pistola de arenado a 90° de la superficie a una distancia de 5 cm, a un tiempo de exposición de 10 minutos.

Se tomaron medidas con un analizador portátil de superficie, del tipo surfest 402, marca Mitutoyo, es capaz de medir valores como:  $R_z$  (los 5 valores mas altos),  $R_{\text{máx}}$  (valor más alto),  $R_a$  (valor promedio) y  $\lambda$  (distancia recorrida).

Se midieron los valores en tres zonas de las placas, para tener un valor promedio representativo de la rugosidad, como se muestra en la figura.2.8

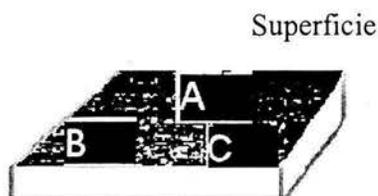


Figura 2.8 Zonas de las placas de acero X 56, donde se tomaron medidas de rugosidad

### 2.5.3 Prueba de adherencia

La adherencia se determinó de acuerdo a la norma C 633 – 79 (Fuerza de adhesión o cohesión en capas rociadas por el proceso de flama) [55].

La prueba determina el grado de adhesión (fuerza de unión) de una capa en un sustrato, o la fuerza cohesiva de una capa en tensión normal a la superficie. La prueba consiste de una prueba de tensión, la capa unida a un sustrato, se somete a una carga de tensión normal al plano de la capa.

Usualmente esta prueba es realizada a temperatura ambiente, las pruebas a altas temperaturas se restringen por la necesidad de un agente adhesivo apropiado.

Esta técnica es recomendada para aseguramiento del control de calidad, es útil para comparar fuerzas de adhesión o cohesión. La técnica no se considerada para obtener valores de esfuerzos residuales.

Cada espécimen de prueba es un juego de dos probetas, en una de ellas se aplica el recubrimiento y la otra se le une con un adhesivo, para conformar el espécimen. Las probetas deben ser circulares, los diámetros no deben ser menores de 2.28 cm, ni mayores que 2.54 cm, no deben exceder 5% de diferencia.

El agente de unión deberá ser capaz de unir las probetas con una resistencia a la tensión mayor a la mínima requerida por el recubrimiento. Deberá ser suficientemente viscoso para no penetrar 0.38 mm a través del espesor de la capa. Resinas comerciales que curan o endurecen a temperatura ambiente por medio de un catalizador, han sido satisfactoriamente utilizadas.

La superficie circular de la probeta se prepara de acuerdo con las especificaciones del recubrimiento (rugosidad por arenado mecánico o maquinado de la superficie). El espesor del recubrimiento se mide con un micrómetro, por medidas de la longitud total de la probeta antes y después de la aplicación del recubrimiento.

Se utiliza una maquina de tensión que cumpla con los requisitos de la prueba, con la adaptación de mordazas que sujeten los extremos de las probetas. Cada juego de probetas se somete a una carga de tensión, a velocidad de cabezal constante, entre 0.013 mm/s y 0.021 mm/s, hasta que ocurra la ruptura.

El número de pruebas depende del propósito particular, sin embargo para ser aceptada la prueba, no menos de cinco ensayos deberán hacerse, para obtener un valor significativo en base a un promedio.

El calculo del grado de adhesión o fuerza cohesiva es como sigue:

Adhesión o fuerza de cohesión = carga máxima/ área de la sección transversal.

### Procedimiento experimental.

1) Se fabricaron cinco juegos de probetas de acero X 56, siguiendo las especificaciones y tolerancias marcadas por la norma. El diámetro de la superficie es 2.54 cm, las pestañas de las probetas se diseñaron en base a las mordazas de la maquina de tensión, ver figura 2.9.

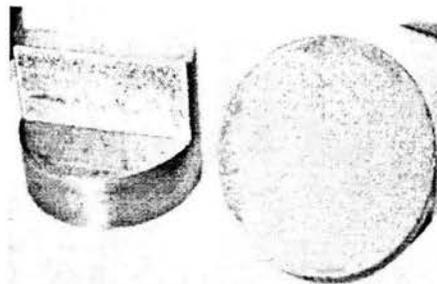


Figura 2.9 Probetas de adhesión circulares de 2.54 cm de diámetro, hechas de acero X 56., estandarizadas de acuerdo a la norma C 633 -79[55] (fuerza de adhesión o cohesión en capas rociadas por rociado de flama).

2) Las probetas se prepararon antes de ser rociadas, se generó la rugosidad de la superficie, con un desbaste inicial hecho con papel abrasivo número 80. Se arenaron, generando en la superficie una rugosidad uniforme.

3) Después del arenado, se limpiaron las superficies de las probetas, con alcohol, hasta obtener las superficies totalmente libres de residuos de arena y grasa.

4) Las probetas se colocaron en un dispositivo de sujeción y se rociaron modificando: a) la distancia de rociado y b) el espesor de las capas.

a) Las distancias de rociado fueron: 15, 25, 35, 45, 65 y 85 cm., manteniendo el espesor constante en 0.35mm y

b) Los espesores de las capas fueron: 0.04, 0.15, 0.3, 0.46 y 0.62 mm, la distancia de rociado se mantuvo constante a 25 cm. En cada uno de los ensayos se prepararon 5 juegos de probetas.

El tamaño del espesor se controló midiendo el tiempo de rociado en función de la distancia y por medida de la probeta antes y después de ser rociadas.

5) Las probetas se unieron (figura 2.10), utilizando una resina comercial, la cual consiste de resina en forma de polvo y catalizador líquido, la proporción de mezclado es 2 partes de polvo por una de catalizador, el tiempo de endurecimiento es de 5 minutos aproximadamente. Es necesario preparar la resina para cada par de probetas que se unen, para mantener constante la viscosidad de la resina en cada ensayo.

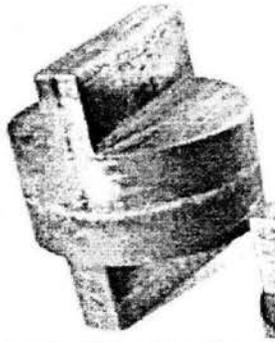


Figura 2.10. Probetas de adhesión preparadas, unidas por un adhesivo

- 6) Las probetas se sometieron a una carga de 1.5 kg inmediatamente después de ser unidas, controlando con ello la cantidad de resina en cada uno de los ensayos, manteniéndose así 24 horas.
- 7) Se ensayaron las probetas en una maquina de tensión universal marca Instron, modelo 1125, se colocaron las probetas entre las mordazas y se fijaron como se muestra en la figura 2.11. La velocidad de cabezal se mantuvo constante en 0.013 mm/s, hasta la ruptura. Se registraron los valores de carga máxima.
- 8) Se utilizó la relación entre la carga máxima que soporto la capa adherida al sustrato y el área circular de la probeta para obtener los valores de adhesión.

Fuerza de adhesión = carga máxima/ área de la superficie de la probeta.

**Nota:** Es importante señalar que las pruebas que se hicieron en este trabajo, se efectuaron sin precalentamiento del sustrato.

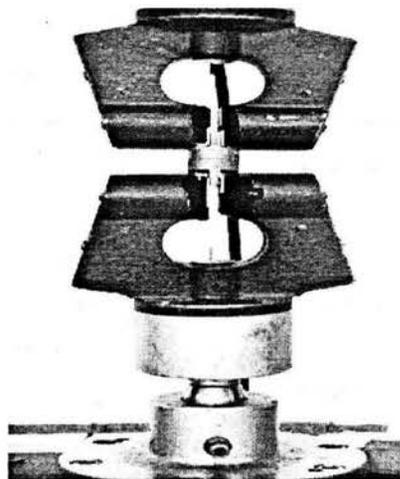


Figura 2.11 Probeta de adhesión sometida a tensión.

## 2.6 Porosidad y microestructura de las capas.

El estudio de la porosidad y la microestructura de las capa, se llevo a cabo mediante foto microfografías obtenidas por el SEM (microscopio electrónico de barrido).

El microscopio electrónico de barrido (SEM, por sus siglas en ingles “scanning electrón microscopy”) es uno de los instrumentos mas versátiles con que se cuenta actualmente para el análisis y caracterización de las propiedades microestructurales de objetos sólidos. Este instrumento esta diseñado para estudiar la morfología superficial de los sólidos, permitiéndonos obtener imágenes relacionadas con la topografía y la composición de la superficie analizada.

Una de las principales ventajas de este instrumento es que nos ofrece la posibilidad de obtener imágenes de alta resolución de la superficie de objetos sólidos. Sin embargo, también nos permite realizar análisis de estructuras relativamente grandes, del orden de micras, cuando el microscopio se trabaja a bajas ampliaciones. Una ventaja adicional que nos brinda el microscopio electrónico de barrido es su gran profundidad de enfoque, lo que permite enfocar superficies en relieve obteniendo imágenes de aspecto tridimensional.

Una ventaja mas que ofrece esta técnica de caracterización es la posibilidad de obtener imágenes a partir de electrones secundarios y de electrones electrodispersados. Esto da la posibilidad de información de topografía y de la composición química de la muestra con solo cambiar de detector.

Los componentes básicos del SEM son: un cañón, el cual genera el haz de electrones que constituye la fuente de iluminación del sistema; un sistema de lentes para reducir la sección transversal del haz electrónico y que además lo enfoca sobre la muestra; las bobinas de barrido, que se encargan de realizar el barrido sobre la superficie de la muestra; un sistema de detección de electrones, formado por un centellador mas un tubo foto multiplicador y un monitor o tubos de rayos catódicos (TRC) en donde se despliega la imagen.

### 2.6.1 Medición de la porosidad al variar la distancia de rociado.

Los estudios realizados por Annavarapu [67], muestran que el aumento y decrecimiento de la distancia de rociado, lleva a un aumento en la porosidad. Por lo tanto el propósito de estos experimentos es obtener la menor cantidad de poros en las capas rociadas de zinc, al variar la distancia de rociado.

#### Procedimiento experimental.

Cuatro probetas de acero X56 se prepararon para ser rociadas (arenado y limpieza), las presiones de gas fueron de:  $5.3 \times 10^5$  Pa de oxígeno,  $3.1 \times 10^5$  Pa de acetileno y  $4.8 \times 10^5$  Pa de aire comprimido. Las distancias de rociado fueron a 20, 30, 40 y 50 cm, desde la pistola, las probetas se prepararon metalográficamente; se montaron en resina, se desbastaron, pulieron y se atacaron con un reactivo constituido por: 50gr  $\text{CrO}_3$ , 3.8gr  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  250 ml., durante un tiempo de 3 s, se tomaron fotografías en el SEM, y se analizó la morfología y tamaño de los poros.

Para complementar el estudio de la porosidad en este trabajo, se precalentó el substrato (placa lisa de acero X 56) entre 100- 115 °C, aproximadamente. La distancia de rociado fue de 25 cm., la capa se desprendió del substrato y se preparó metalográficamente. Se tomaron fotomicrografías (en el SEM) de la superficie de la capa que está en contacto con el substrato. El estudio relaciona la porosidad con la adhesión.

### 2.6.2 Microestructura

La caracterización de la microestructura se hizo poniendo particular atención en lugares de interés en la sección transversal (espesor), en tres zonas diferentes; parte superior, central e inferior (cercana al sustrato) de la capa y en la sección longitudinal como complemento. El propósito del estudio es conocer la variación de la microestructura de las capas de zinc a través del espesor.

#### Procedimiento experimental.

La caracterización de la microestructura en el proceso de rociado de flama se hizo en una capa de zinc generada con los siguientes parámetros: presiones de gas;  $5.3 \times 10^5$  Pa de oxígeno,  $3.1 \times 10^5$  Pa de acetileno y  $4.8 \times 10^5$  Pa de aire comprimido, distancia y tiempo de rociado 30 cm, 18 s, respectivamente, espesor 0.9 mm, precalentamiento entre 100 – 120 °C del sustrato de acero X56. Se obtuvo una probeta y se preparó metalográficamente, desde el desbaste hasta el ataque químico, el reactivo utilizado contiene: 50 g  $\text{CrO}_3$ , 3.8 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  250 ml., el tiempo de ataque fue de 3 s. Se tomaron fotomicrografías en el SEM en las regiones antes mencionadas.

### 2.7 Difracción de RX.

Se hicieron estudios por difracción de rayos X, para determinar las fases y la orientación de los planos cristalográficos (textura) en una capa de zinc. Los rayos X utilizados para la difracción son ondas electromagnéticas con longitudes de onda que oscilan entre 0.05 y 0.25 nm. Para producir rayos X para propósitos de difracción es necesario un voltaje de 35 kv y se suministra entre un cátodo y un metal anódico, ambos mantenidos en vacío, cuando el filamento de wolframio (cátodo), se calienta se liberan electrones por emisión termoiónica y se aceleran por medio del vacío por la gran diferencia de voltaje entre el cátodo y el ánodo, por consiguiente ganando energía cinética. Cuando los electrones golpean la lámina de metal (cobre) se emiten rayos X.

Puesto que las longitudes de onda de algunos rayos X son más o menos iguales a la distancia entre planos de átomos en sólidos cristalinos, los picos de la difracción debidos a la radiación de intensidades variables se pueden producir cuando un grupo de rayos X golpea un sólido cristalino.

#### Procedimiento experimental.

Sobre la superficie lisa de una placa de acero se hizo un recubrimiento de zinc, con los siguientes parámetros de rociado: distancia de rociado 30 cm, tiempo de rociado 10 s, obteniendo una capa de 0.3 mm de espesor. Las presiones de gas fueron de:  $5.3 \times 10^5$  Pa de oxígeno,  $3.1 \times 10^5$  Pa de acetileno y  $4.8 \times 10^5$  Pa de aire comprimido.

Se desprendió la capa rociada de zinc y se cortaron tres rectángulos de 2 cm de largo por 1 cm de ancho. Las muestras se sometieron a difracción de Rx, se empleo un difractometro de Rx marca Broker – AXS modelo D8 Advance. Los patrones de difracción de Rx (Intensidad vs., ángulo  $2\theta$ ) se indexaron, se obtuvieron las fases presentes en la capa y se estimó una posible textura.

---

**CAPITULO 3**  
**RESULTADOS****1) PARAMETROS DEL PROCESO DE ROCIADO A PARTIR DE LOS PRINCIPIOS DE ROCIADO DE FLAMA.****3.1 Filmación del proceso de rociado de flama**

Se tomó un gran número de fotografías para analizar el proceso de rociado térmico de flama, haciendo uso de una cámara rápida. Las fotografías muestran el seguimiento del proceso desde el inicio del rociado a partir de la boquilla, a una distancia de 1.7 cm desde la boquilla y en la superficie del sustrato a diferentes distancias de rociado.

Se utilizaron dos materiales diferentes de rociado, zinc puro y una aleación de aluminio (4043), con diámetro de alambre 1/8", las presiones de los gases se mantuvieron constantes para los dos materiales. Las fotografías fueron tomadas a una velocidad de 8000 cuadros por segundo.

Se variaron las velocidades de alimentación del material de rociado en: 4.25 cm/s, 8.4 cm/s, 1.9 cm/s y 0.074 cm/s.

**3.1.1 Seguimiento del proceso de rociado térmico de zinc.****1) Velocidad de alimentación del alambre de 4.25 cm/s.**

En la secuencia de fotografías continuas de la figura 3.1, tomadas a la salida de la pistola se muestra la formación y crecimiento de ondas de zinc líquido, el rompimiento del líquido en fragmentos ocurre a una distancia aproximada de 1.5 cm. El comportamiento es cíclico, el líquido forma ondas, se rompe y se repite continuamente. Este comportamiento es similar al descrito en los 5 estados de atomización sugeridos por Flar y Fesko [18].

Se observa como la flama funde la punta del alambre y genera un cono debido al atomizador circular y a la velocidad de alimentación (4.25 cm/s), a esta velocidad la punta del alambre alcanza a salir una pequeña fracción, 0.3 cm aproximadamente.

El flujo de metal líquido se mantiene constante con intervalos de interrupción mínimos de 0.0005s. La longitud del volumen líquido generado en la punta del alambre varía, por lo tanto, se midieron las longitudes promedio mínima y máxima del volumen de metal líquido ( $lv$ ) a la salida de la pistola y del cono ( $lc$ ) que se genera en la punta del alambre, en 30 fotografías como la que se muestra en la figura 3.2.

La figura 3.3 muestra la secuencia de fotografías tomadas a una distancia de 1.7 cm desde la boquilla, en estas se observa el rompimiento de los fragmentos de zinc líquido en gotas de diferente tamaño, impulsadas por aire comprimido.

Las fotografías 1 y 2 muestran un fragmento de 2.65 mm de diámetro y 2.73 mm<sup>2</sup> de área, que se desplaza a una velocidad de 11520 mm/s. (11.52 m/s).

Las fotografías 5,6 y 7 muestran un fragmento en vuelo de tamaño aproximado 0.39 mm y 0.63 mm<sup>2</sup> que se desplaza a una velocidad de 20800 mm/s (20.8 m/s).

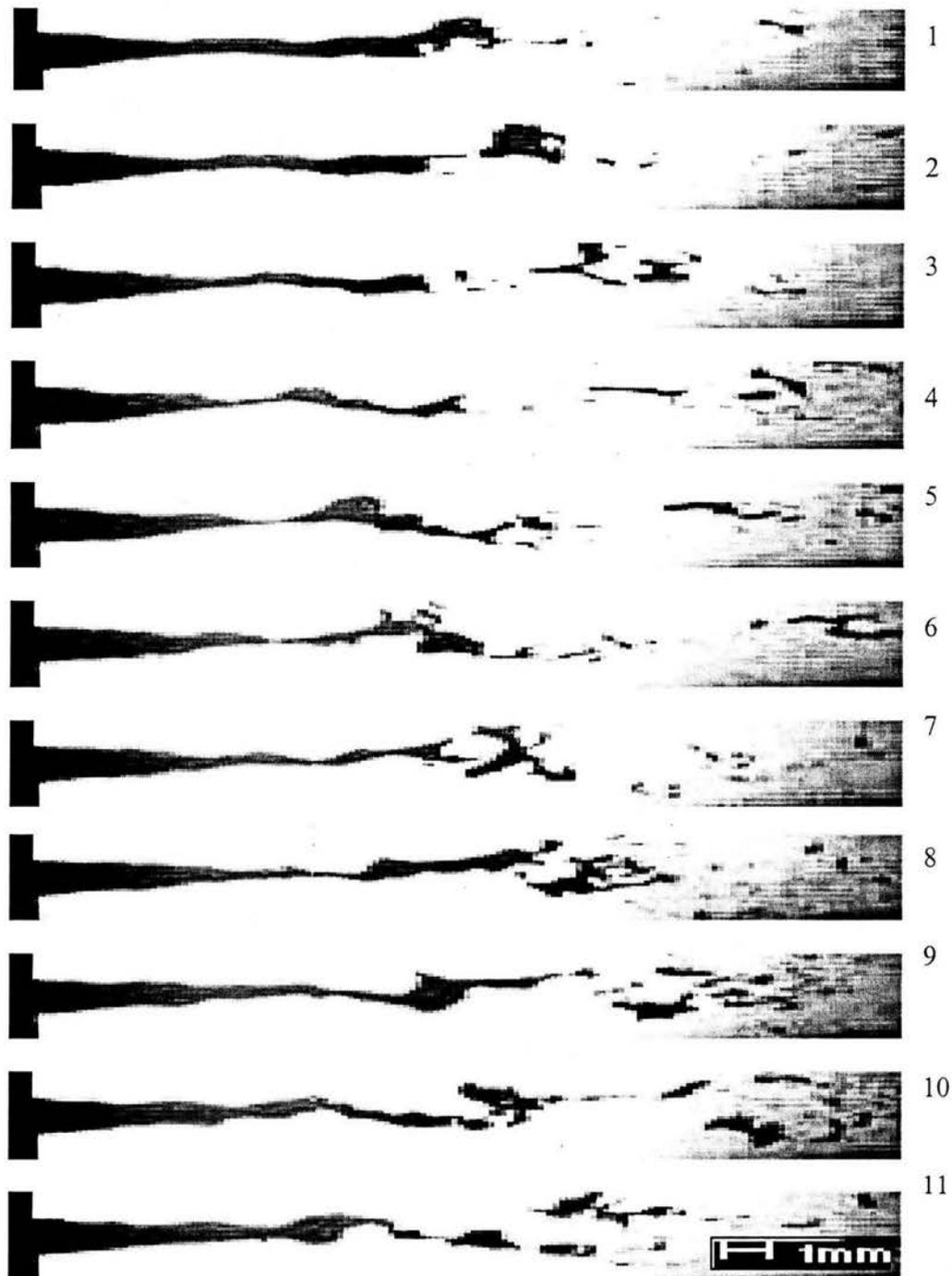


Figura 3.1. Secuencia de fotografías de metal líquido (zinc) a la salida de la boquilla, la velocidad de alimentación del alambre es 4.25 cm/s, el volumen líquido formado en la punta del alambre se rompe en fragmentos y gotas a 1.5 cm de distancia. La longitud del volumen líquido promedio máximo es de 8.24 mm.

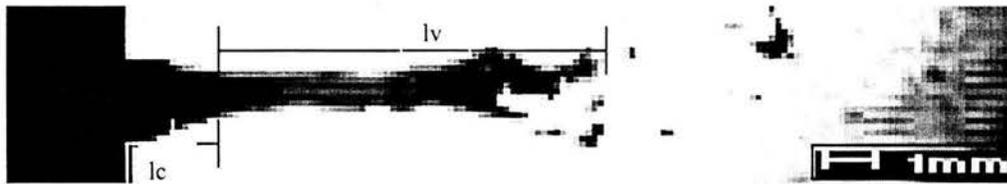


Figura 3.2 Longitud promedio del volumen líquido y del cono generado en la punta del alambre.

Los tamaños promedio son:

lv1= 6.2 mm longitud mínima promedio del volumen líquido.

lv2= 8.4 mm longitud máxima promedio del volumen líquido.

lc1 = 2.4 mm longitud mínima promedio del cono.

lc2= 2.9 mm longitud máxima promedio del cono.

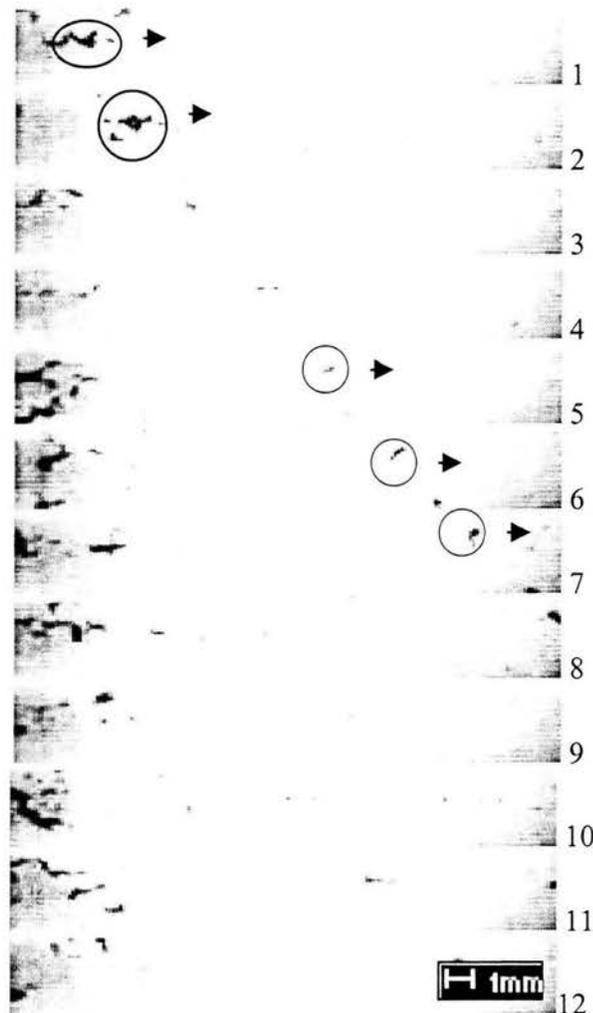


Figura 3.3 Secuencia de fotografías de fragmentos y gotas de metal líquido (zinc) en vuelo, tomadas a una distancia de 1.7 cm de la boquilla. Los fragmentos grandes (2.65 mm) sometidos a la presión del aire comprimido se fragmentan en gotas y fragmentos de menor tamaño.

La figura 3.4 muestra la trayectoria de una gota que se aproxima a la superficie del sustrato. El sustrato se colocó a 60 cm de distancia desde la boquilla de la pistola. Se observa que la trayectoria descrita por la gota es curva.

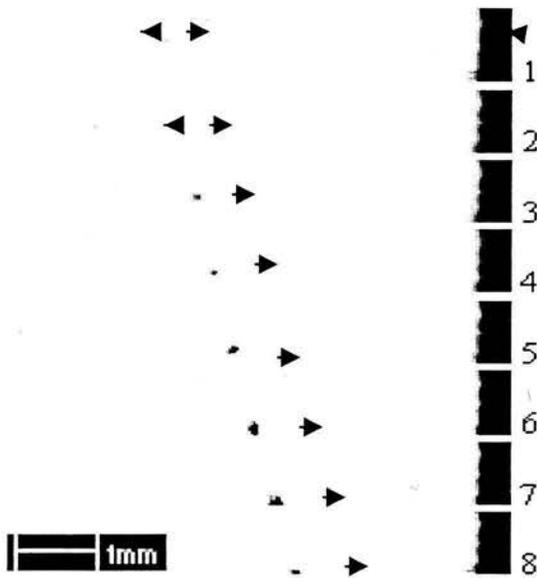


Figura 3.4 Trayectoria curva de una gota en vuelo

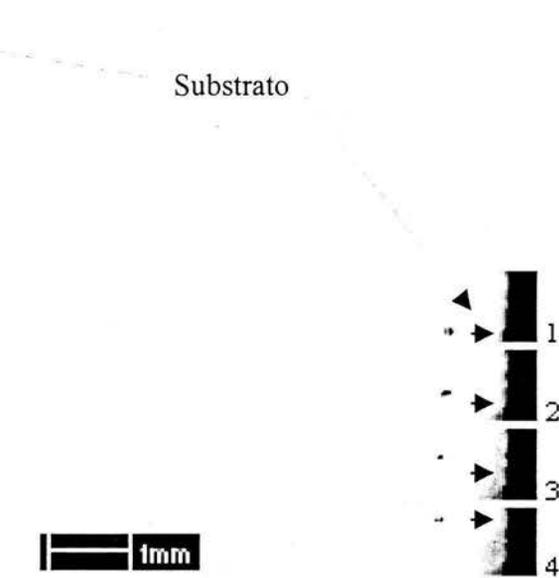


Figura 3.5 Momento previo al impacto de las gotas

El tamaño de la gota es de 0.15 mm de diámetro y  $0.073 \text{ mm}^2$  de área, se desplaza a una velocidad promedio de 2000 mm/s. A la misma distancia del sustrato (60 cm), la figura 3.5 muestra la llegada de las gotas al sustrato, las cuales se impactarán y contribuirán en la formación de la capa del recubrimiento. La mayor cantidad de gotas se impactan sobre el sustrato y sobre las gotas que se consolidaron previamente, sin embargo, existen algunas gotas que rebotan al llegar a la superficie como se muestra las fotografías 3 – 8 en la figura 3.6, donde una gota choca, parte de ella queda en el sustrato y la otra rebota. Las fotografías 1 y 2 muestran una gota de tamaño 0.83 mm que se desplaza a una velocidad de 6043 mm/s (6.04 m/s).

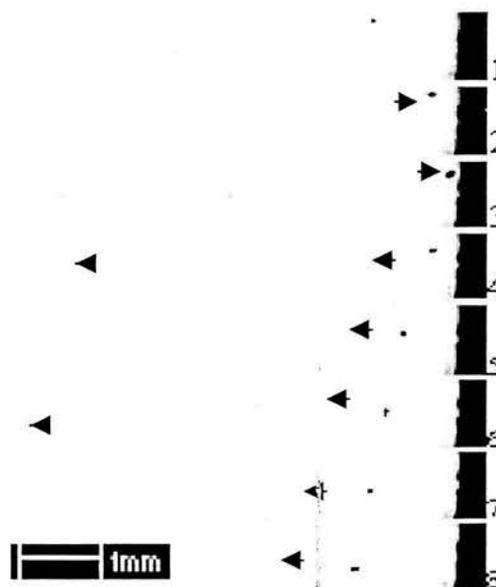


Figura 3.6 Impacto y rebote de una gota sobre la superficie del sustrato.

**2) Velocidad de alimentación del alambre de 2.4cm/s.**

Al disminuir la velocidad de alimentación a 2.4 cm/s, el alambre se funde dentro de la boquilla a diferencia del caso anterior, y contrariamente al aumentar a la velocidad máxima de alimentación (8.4 cm/s.) para alambre de zinc de 1/8", la punta del alambre sale por lo menos 5 cm fuera de la pistola y se dobla impidiéndole permanecer en la flama. En la figura 3.7 se observa como al disminuir la velocidad de alimentación a 2.4 cm/s, la fusión del alambre se efectúa dentro de la boquilla de la pistola, también se aprecia el inicio de la alimentación del alambre, generando solo al principio un flujo grande de metal líquido por la gran presión de los gases que existe antes de la alimentación.

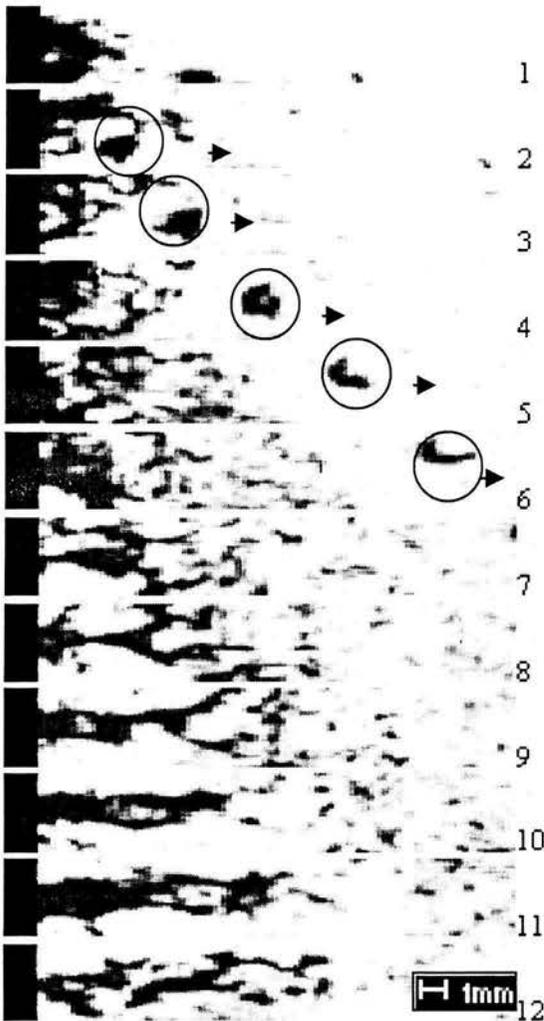


Figura.3.7 Flujo de zinc líquido a la salida de la boquilla, al inicio de la alimentación del alambre.

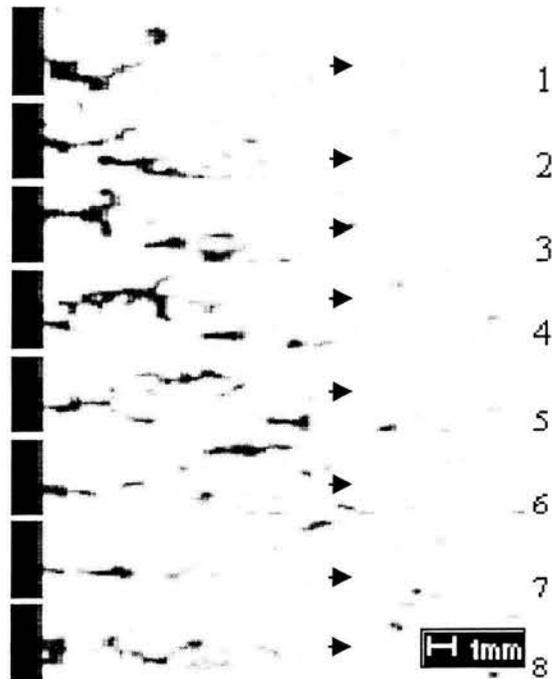


Figura 3.8 Flujo de metal líquido al estabilizarse las presiones de los gases.

En las fotografías 2 – 6 de la figura 3.7, se observa la formación de un fragmento al desprenderse del volumen líquido, el tamaño es de 1.5 mm y  $3.37 \text{ mm}^2$  y sale a una velocidad de 19660 mm/s (19.66 m/s). Cuando las presiones de los gases se estabilizan, el flujo de metal sale en menor cantidad, como se aprecia en la figura 3.8, aquí solo se observa la salida de fragmentos líquidos y el rompimiento en gotas. A esta velocidad de alimentación (2.4 cm/s) existen fluctuaciones en la cantidad de metal líquido que sale de la boquilla, hay periodos donde se interrumpe el flujo de 0.0025 s. La figura 3.9 muestra la salida de una pequeña cantidad de material, el flujo presenta interrupciones y no es tan constante como en el caso anterior donde la velocidad de alimentación del alambre es mayor.

El fragmento que se observa en esta figura es de tamaño aproximado  $0.48 \text{ mm}$  y  $0.59 \text{ mm}^2$  y sale de la boquilla a una velocidad de  $20360 \text{ mm/s}$ , ( $20.3 \text{ m/s}$ ).

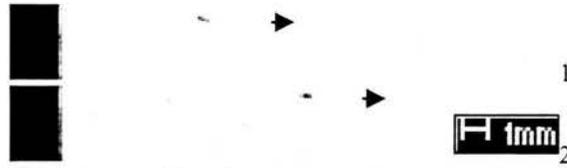


Figura 3.9 Interrupción del flujo de metal líquido con cantidades escasas de material a la salida de la boquilla.  
(Velocidad de alimentación  $2.4 \text{ cm/s}$ .)

### 3) Velocidad de alimentación del alambre de $0.074 \text{ cm/s}$ .

Al disminuir aun más la velocidad de alimentación ( $0,074 \text{ cm/s}$ ), se tiene una menor cantidad de material líquido y también una mayor interrupción en el flujo ( $0.0125 \text{ s}$ ), esto se puede observar en la figura 3.10, donde la velocidad de alimentación del alambre de zinc es baja, solo una mínima cantidad de alambre entra en contacto con la flama. La serie de fotografías en la figura 3.10 muestran un evento donde se presenta una de las mayores cantidades de material a la salida de la pistola. En las fotografías 9-12 se observa una partícula de  $0.64 \text{ mm}$  que se desplaza a una velocidad de  $19260 \text{ mm/s}$  ( $19.2 \text{ m/s}$ ).

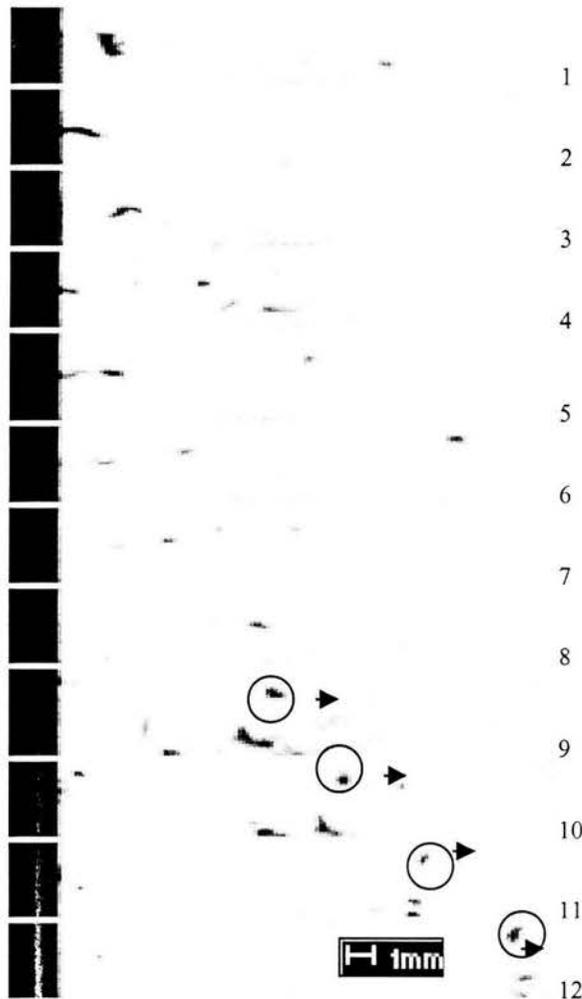
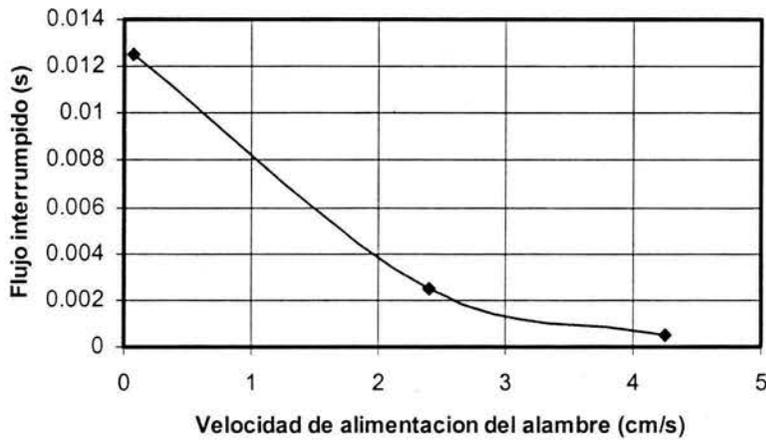


Figura 3.10 Disminución e interrupción del flujo de material a la salida de la boquilla, a causa de velocidades bajas de alimentación del alambre ( $0.074 \text{ cm/s}$ ).

Controlando la velocidad de alimentación, se puede conseguir que el flujo de metal rociado sea lo mas continuo posible. Al variar las velocidades de alimentación del alambre, se modifica el flujo, aumentándolo o disminuyéndolo, la figura 3.11 resume la relación que existe en la continuidad del flujo de rociado al variar la velocidad de alimentación del alambre de zinc.



Gráfica 3.11 La velocidad de alimentación para el alambre (1/8") de zinc de 0.074 cm/s, genera una gran interrupción en el flujo de 0.0125 s. Al aumentar la velocidad de alimentación se obtiene mayor continuidad, la mejor velocidad de alimentación para el zinc corresponde a 4.25 cm/s.

La figura 3.12 resume la tendencia de las velocidades de fragmentos de zinc al variar el tamaño de la partícula, los valores registrados corresponden a un intervalo de distancia 1.7 cm – 4 cm a partir de la boquilla. Los fragmentos más grandes se desplazan más lentamente.

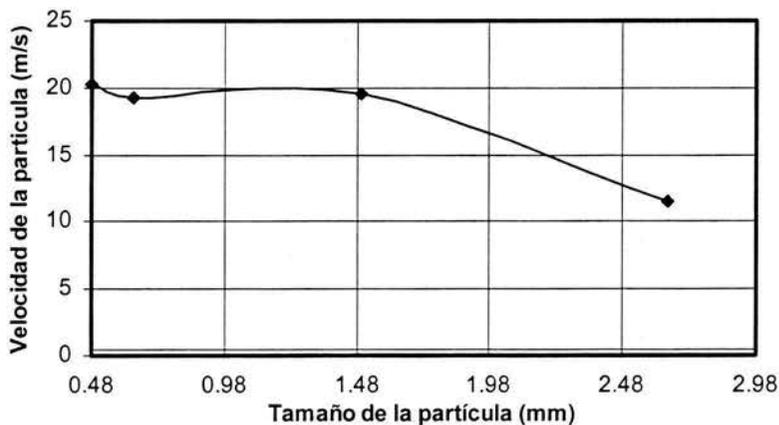


Figura 3.12 Velocidad de las partículas de Zn, a 1.7 cm de distancia a partir de la boquilla. Los fragmentos grandes (2.65 mm) se desplazan a velocidades de 11.52 m/s, los fragmentos pequeños (0.48 mm) se desplazan a 20 m/s.

3.1.2 Seguimiento del proceso de rociado térmico de aluminio

1) Velocidad de alimentación del alambre de 4.25 cm/s.

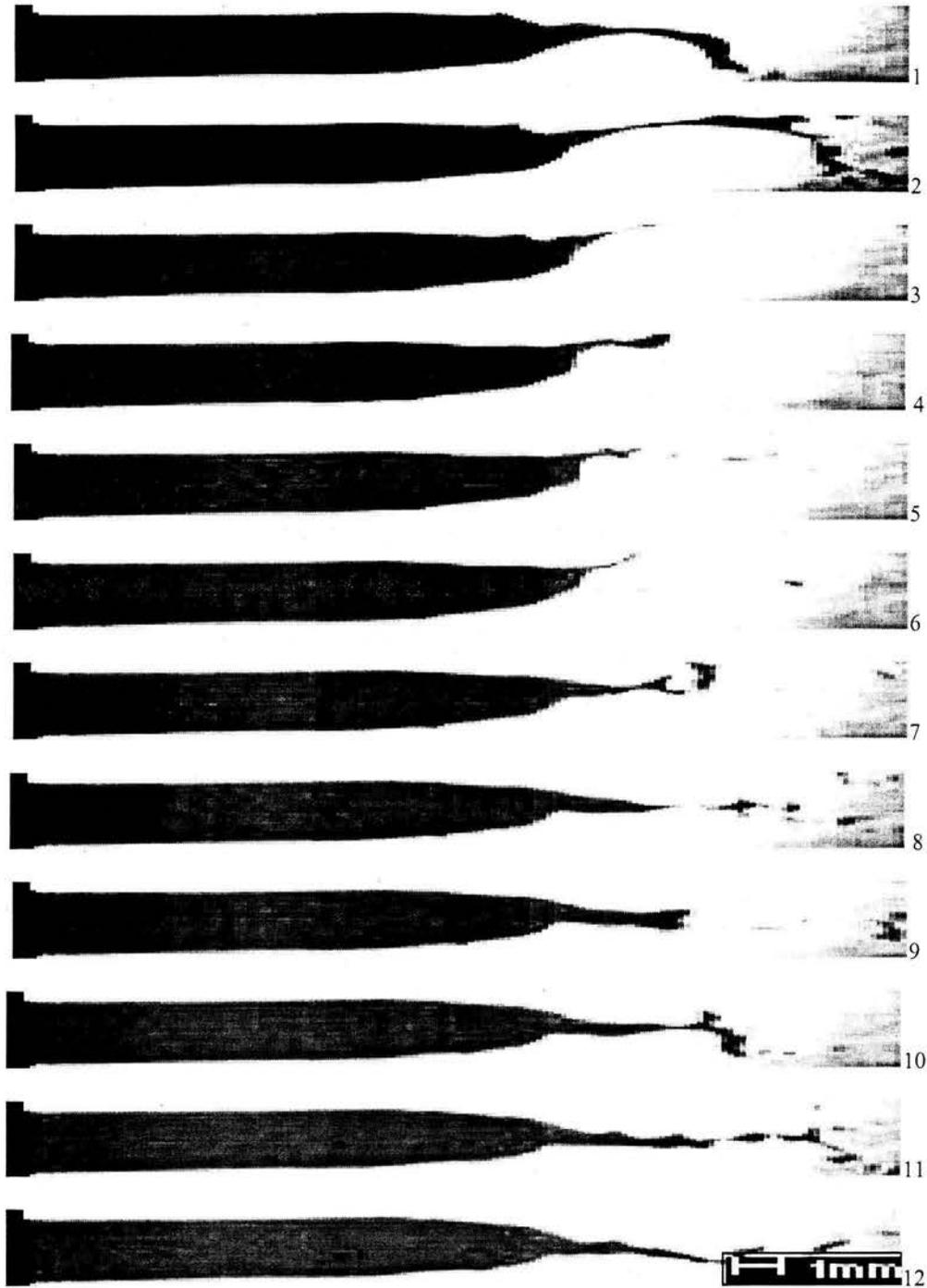


Figura 3.13 Secuencia de fotografías de metal líquido (aleación de aluminio 4043) a la salida de la boquilla, la velocidad de alimentación del alambre es 4.25 cm/s. El volumen líquido formado en la punta del alambre rompe en fragmentos y gotas a 2.14 cm de distancia, la longitud máxima promedio del volumen líquido es de 6.35 mm.

Manteniendo las mismas presiones de gases para el zinc, se hizo el seguimiento para una aleación de aluminio 4043.

La figura 3.13 es una serie de fotografías tomadas a la salida de la boquilla, la velocidad de alimentación es de 4.25 cm/s. El alambre de aluminio sale en mayor cantidad de la boquilla comparada con el zinc (1cm, aprox.) bajo las mismas condiciones. El mayor punto de fusión de la aleación 4043, hace que la velocidad de la flama sea menor a la velocidad de alimentación del alambre.

La flama funde la punta del alambre y genera en ella un volumen líquido más corto (menor cantidad de material fundido) que el generado por el zinc, se generan ondas de mayor tamaño y el rompimiento del líquido en fragmentos es más rápido.

El flujo de metal líquido es casi constante, se presentan intervalos de flujo continuo de 0.00375 s, con intervalos discontinuos de 0.00312 s, antes de que se regenere nuevamente el flujo líquido.

Se midieron las longitudes del volumen de metal líquido ( $lv$ ) a la salida de la pistola, del cono generado en la punta del alambre ( $lc$ ) y la fracción de alambre que sale de la boquilla ( $ls$ ), en 30 fotografías como la que se muestra en la figura 3.14.

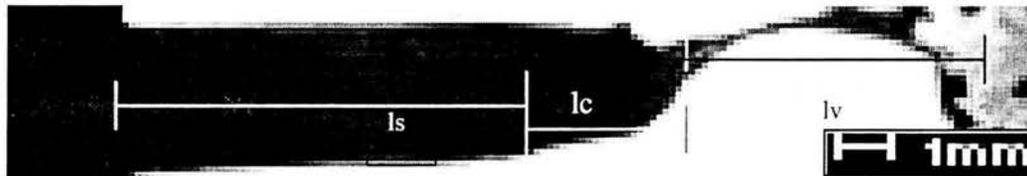


Figura 3.14 Longitud del volumen líquido [ $lv$ ] (aleación de aluminio 4043), del cono [ $lc$ ], generado en la punta de alambre y del alambre saliente en la boquilla [ $ls$ ].

Los tamaños promedio son:

$lv1 = 2.85$  mm longitud mínima promedio del volumen líquido (cuando se inicia el crecimiento del volumen líquido)

$lv2 = 6.35$  mm longitud máxima promedio del volumen líquido (cuando el volumen líquido esta próximo a romper)

$lc1 = 2.18$  mm longitud mínima promedio del cono generado en la punta del alambre.

$lc2 = 3.5$  mm longitud máxima promedio del cono generado en la punta del alambre.

$ls1 = 7.13$  mm longitud mínima promedio de alambre que sobresale de la boquilla.

$ls2 = 11.50$  mm longitud máxima promedio de alambre que sobresale de la boquilla.



Figura 3.15 Fragmentos y gotas de metal líquido en vuelo, de una aleación 4043 (de aluminio), tomados a 1.7 cm de la boquilla, son impulsados por aire comprimido a grandes velocidades. ( Velocidad de alimentación de alambre 4.25 cm/s)

Los fragmentos de metal líquido que se observan a 1.7 cm desde la boquilla (figura 3.15), comienzan a romper en gotas y en fragmentos de menor tamaño, son impulsados por aire comprimido hacia la superficie de depositación, durante el vuelo algunos fragmentos giran.

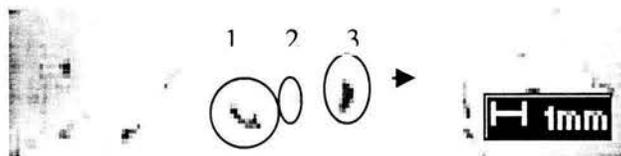


Figura 3.16 Fotografía (8) ampliada de la figura 3.13, tres fragmentos de diferente tamaño, tomados a 1.7 cm de la boquilla, viajan a velocidades mayores de 17 m/s.

En las figuras 3.15 - 3.16 se muestran tres fragmentos de diferente tamaño a la salida de la boquilla, el fragmento 1 tiene un tamaño aproximado de 1.07 mm,  $1.11 \text{ mm}^2$ , la velocidad calculada es de 17680 mm/s (17.6 m/s), el fragmento 2 tiene un tamaño aproximado de 0.184 mm, se desplaza a una velocidad de 28800 mm/s (28.8 m/s). El fragmento 3 de tamaño aproximado 0.73 mm,  $0.56 \text{ mm}^2$  se desplaza a una velocidad de 24320 mm/s (24.3 m/s).

2) Velocidad de alimentación del alambre de 2.4cm/s.

Al disminuir la velocidad de alimentación a 2.4 cm/s, la fusión en la punta del alambre se efectúa justamente a la salida de la pistola, no sale el alambre como en el caso anterior.

La figura 3.17 muestra la formación de metal líquido en punta del alambre, el crecimiento del volumen líquido y el rompimiento en fragmentos y gotas. La fotografía 1 de esta figura, la longitud del volumen líquido tiene un tamaño de 1.4 mm, crece hasta 5.61 mm (foto 4) antes de romper en fragmentos.

El flujo de material líquido a esta velocidad es constante, es más continuo, solo ocurre intermitencia (0.0005 s) cuando el flujo se regenera, teniendo periodos continuos de flujo (0.002 s). Se tiene mayor continuidad de flujo, con respecto a la velocidad de 4.25cm/s.

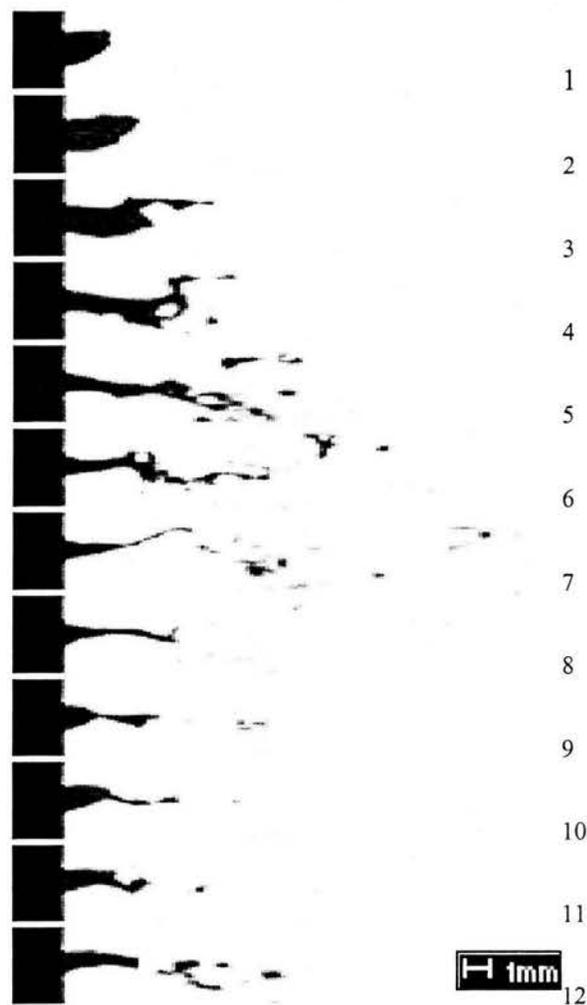


Figura 3.17 Formación de flujo continuo de aluminio líquido (4043) a la salida de la boquilla, con mínimas interrupciones (0.0005 s), generado a una velocidad de alimentación de 2.4 cm/s.

3) Velocidad de alimentación del alambre de 1.9cm/s.

La figura 3.18 muestra el flujo de metal líquido, permanece continuo por intervalos de 0.0025 s, con periodos interrumpidos de 0.001 s, hasta que se vuelve a generar. El volumen líquido crece hasta un tamaño de 5.23 mm antes de romper. Al disminuir la velocidad de alimentación del alambre, también se disminuye la cantidad de alambre expuesto a la flama, por lo tanto, el flujo de metal líquido presenta mayores intervalos de interrupción.

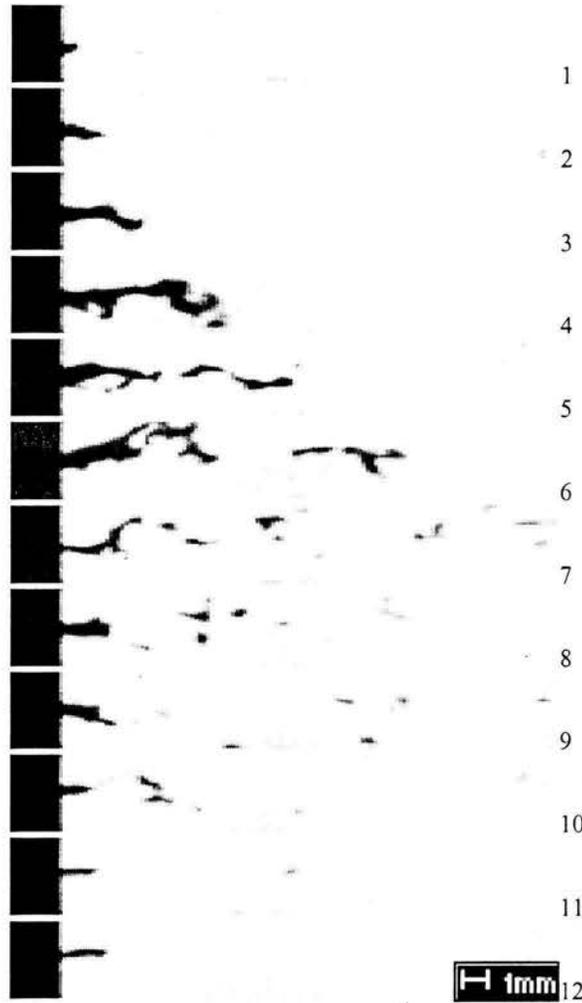


Figura 3.18 Disminución del flujo de metal líquido (aleación de aluminio 4043) a velocidad de alimentación de 1.9 cm/s, y aumento en los intervalos de interrupción.

4) Velocidad de alimentación del alambre de 0.074 cm/s.

Cada vez que se disminuye la velocidad de alimentación se tiene una menor cantidad de material líquido y una mayor intermitencia en la generación del flujo. En la figura 3.19 se observan pequeñas cantidades de fragmentos a la salida de la boquilla con tamaños promedio de 1.67 mm aproximadamente.

En las fotografías no se observa la formación del volumen de metal líquido en la punta del alambre, el flujo que sale es menor que en los casos anteriores, con intervalos de salida de 0.0011 s, e intervalos sin flujo muy grandes de 0.053 s.

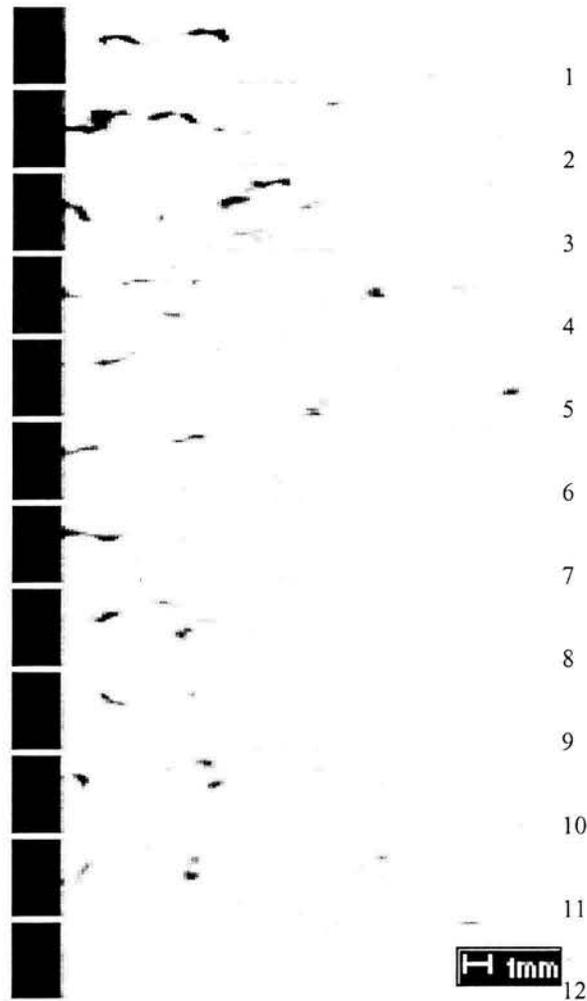


Figura 3.19 Flujo de metal líquido (aleación de aluminio 4043) a velocidad de alimentación de 0.074 cm/s. Es notable la disminución en el flujo de metal líquido y el aumento en los intervalos de ininterrupción.

A velocidades de alimentación del alambre (aleación de aluminio 4043) mayores a 4.25 cm/s, la punta del alambre sale por lo menos 5 cm, se dobla y la punta pierde contacto con la flama. La velocidad de alimentación del alambre (1/8") de 2.4 cm/s, genera una ligera variación en el flujo. La figura 3.19 muestra la relación que existe entre la velocidad de alimentación del alambre con la continuidad del flujo de material rociado.

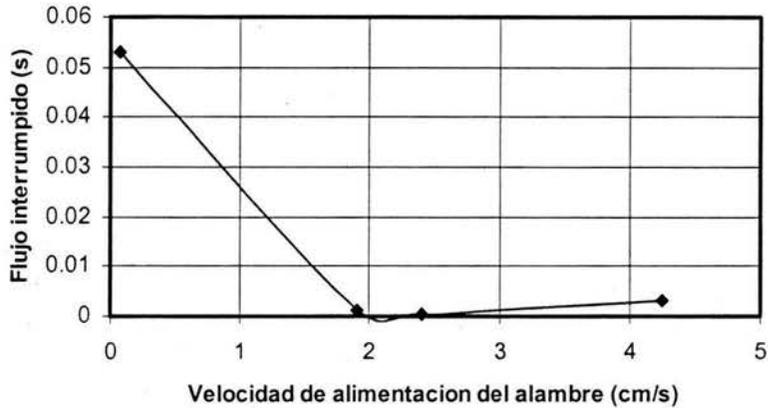


Figura 3.19 Velocidades de alimentación del alambre mayores y menores a 2.4 cm/s aumentan los intervalos de interrupción del flujo de metal líquido (aleación de aluminio).

La figura 3.20 resume la tendencia de las velocidades de fragmentos al variar el tamaño, los valores registrados corresponden a un intervalo de distancia 1.7cm – 4cm a partir de la boquilla, donde un fragmento con tamaño de 0.18mm se desplaza a una velocidad de 28.8m/s.

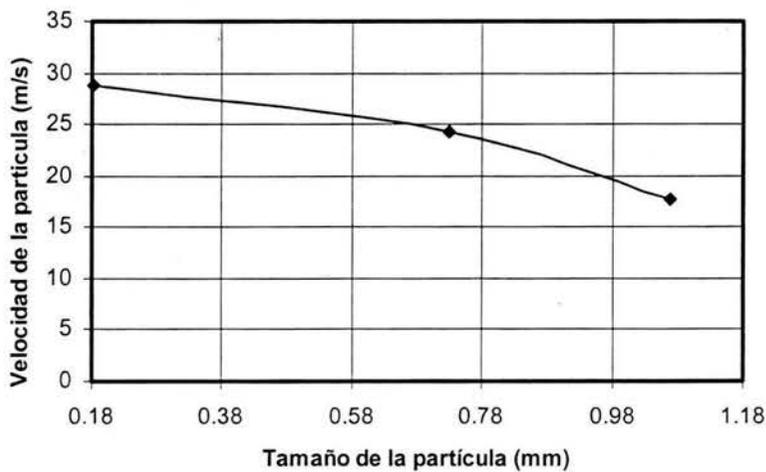


Figura 3.20 Velocidad de las partículas (aleación de aluminio 4043), a 1.7 cm de distancia a partir de la boquilla. Los fragmentos pequeños (0.18mm) se desplazan a 28 m/s y los fragmentos grandes (1.07 mm) se desplazan a 17.6 m/s.

### 3.2 Tamaño de las gotas.

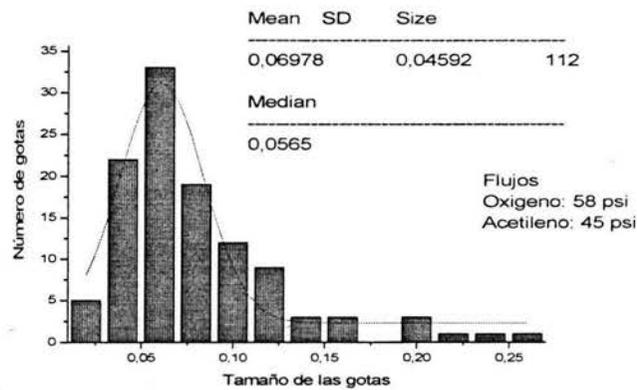
Se determino el tamaño de las gotas de zinc, al variar las presiones de oxígeno y acetileno, mediante la recolección de gotas en un vaso de precipitados lleno de agua, las gotas presentan formas irregulares y tamaños diferentes. Al aumentar las presiones de los gases, oxígeno y acetileno, disminuye el tamaño de las gotas y de manera inversa al disminuir las presiones el tamaño de las gotas aumenta. Esto se puede observar en las siguientes fotografías y graficas de distribución de tamaños de las gotas.

#### 1) Variación de la presión de oxígeno.

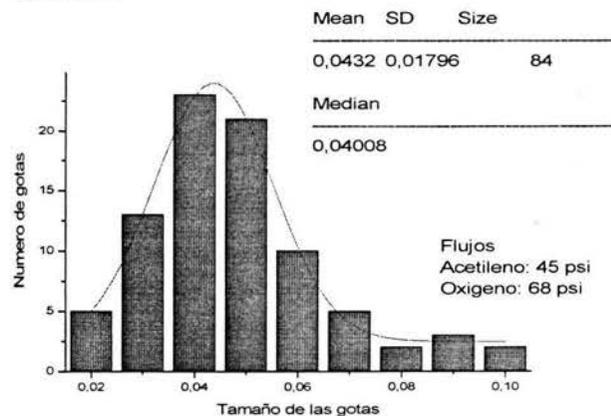
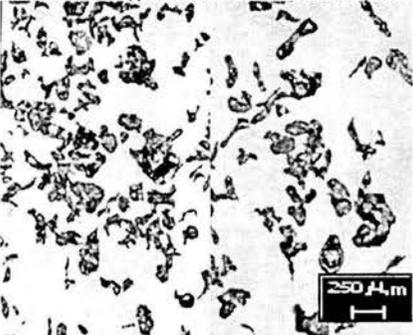
Todas las fotografías se tomaron en el microscopio óptico olimpus, a un aumento de 50X, en ellas se observan las variaciones en el tamaño de las gotas al variar la presión de oxígeno.

Las figuras 3.21 y 3.22 muestran la morfología y tamaño de las gotas al variar las presiones de oxígeno y acetileno.

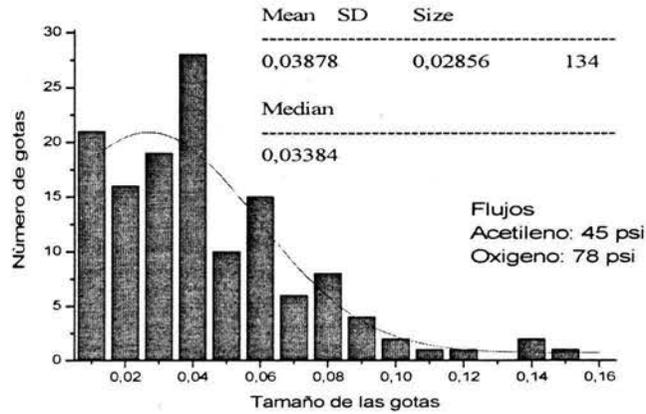
Presiones: acetileno  $3.1 \times 10^5$  Pa, oxígeno  $3.4 \times 10^5$  Pa.  
Tamaño de gota: área  $0.06978 \text{ mm}^2$ , diámetro  $0,370 \text{ mm}$ .



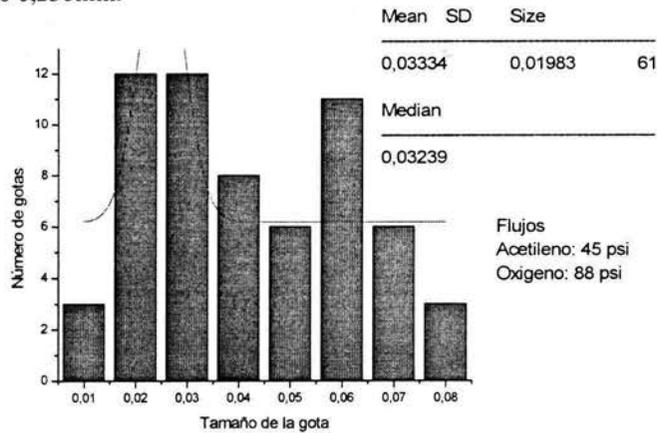
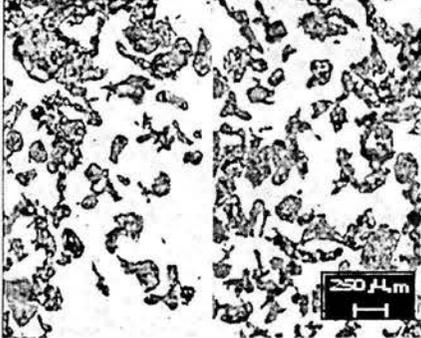
Presiones: acetileno  $3.1 \times 10^5$  Pa, oxígeno  $4.6 \times 10^5$  Pa.  
Tamaño de gota: área  $0.0432 \text{ mm}^2$ , diámetro  $0,282 \text{ mm}$ .



Presiones: acetileno  $3.1 \times 10^5$  Pa, oxígeno  $5.3 \times 10^5$  Pa.  
Tamaño de gota: área  $0.03878 \text{ mm}^2$ , diámetro  $0.239 \text{ mm}$



Presiones: acetileno:  $3.1 \times 10^5$  Pa, oxígeno:  $6.06 \times 10^5$  Pa.  
Tamaño de gota: área  $0.03334 \text{ mm}^2$ , diámetro  $0.230 \text{ mm}$ .



Presiones: acetileno  $3.1 \times 10^5$  Pa, oxígeno  $7.4 \times 10^5$  Pa.  
Tamaño: área  $0.02816 \text{ mm}^2$ , diámetro  $0.201 \text{ mm}$ .

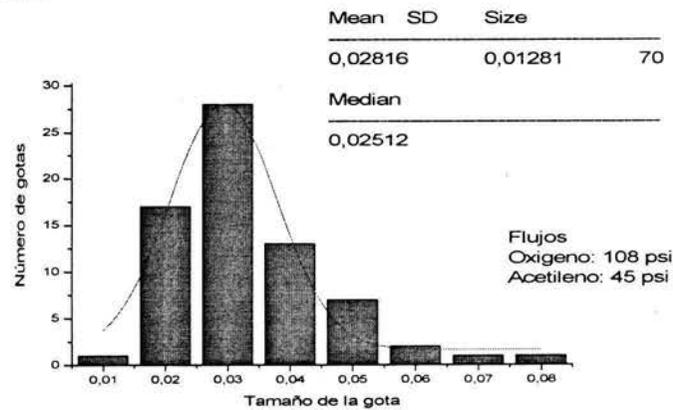
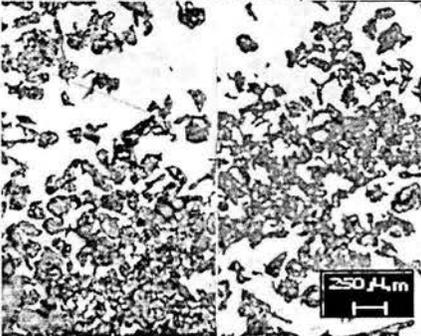
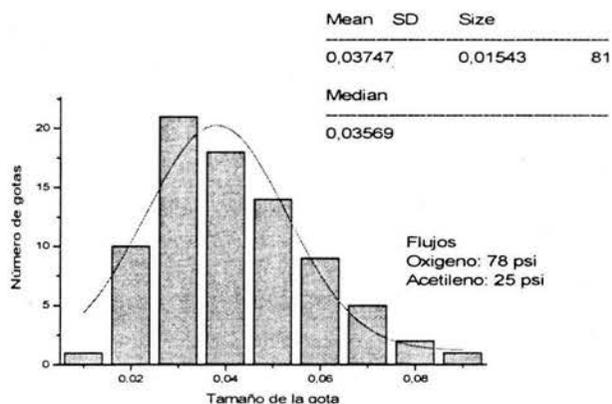


Figura 3.21 Fotografías tomadas a 50X, gotas con morfología irregular en forma de hojuelas y ligamentos, disminuyen su tamaño al aumentar la presión de oxígeno. El tamaño promedio de las gotas se muestra en la distribución gaussiana.

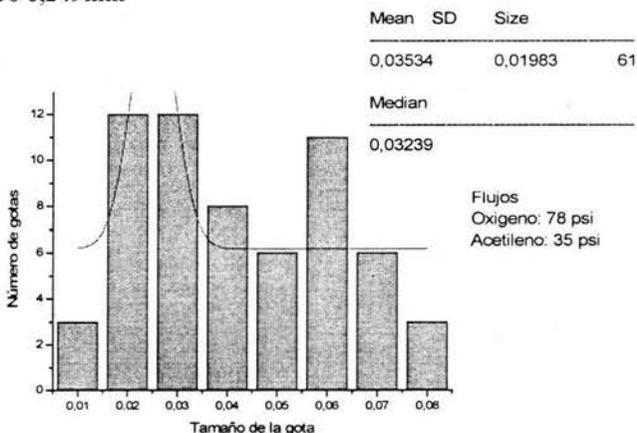
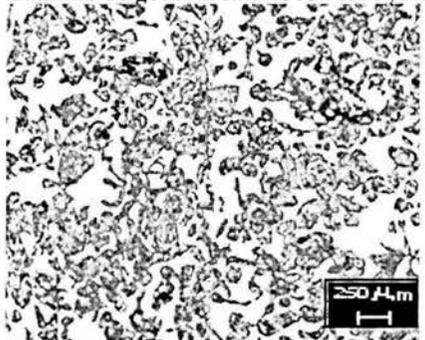
## 2) Variación de la presión de acetileno

Todas las fotografías se tomaron en el microscopio óptico olimpus, a un aumento de 50X, en ellas se observan las variaciones en el tamaño de las gotas al variar la presión del acetileno.

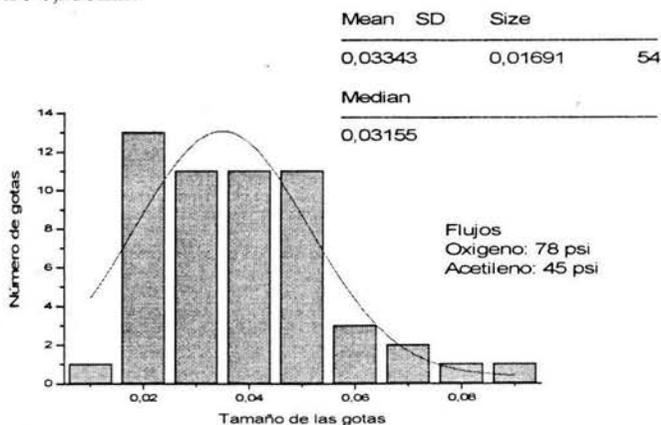
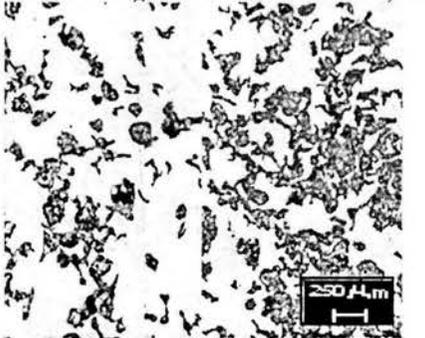
Presiones: oxígeno  $5.3 \times 10^5$  Pa, acetileno  $1.7 \times 10^5$  Pa.  
Tamaño de gota: área  $0.03747 \text{ mm}^2$ , diámetro  $0,280\text{mm}$



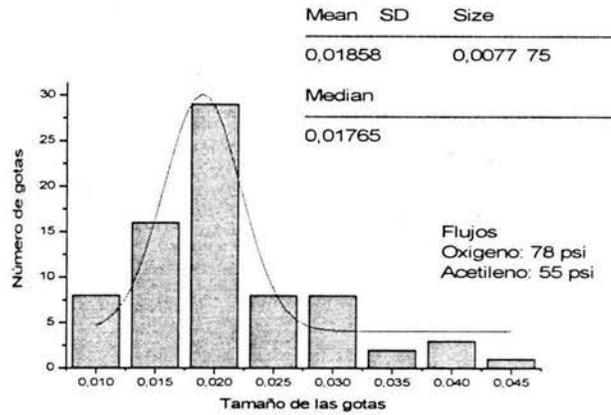
Presiones: oxígeno  $5.3 \times 10^5$  Pa, acetileno  $2.4 \times 10^5$  Pa.  
Tamaño de gota: área  $0.03534 \text{ mm}^2$ , diámetro  $0,249\text{mm}$



Presiones: oxígeno  $5.3 \times 10^5$  Pa, acetileno  $3.1 \times 10^5$  Pa.  
Tamaño de gota: área  $0.03343 \text{ mm}^2$ , diámetro  $0,218\text{mm}$



Presiones: oxígeno  $5.3 \times 10^5$  Pa, acetileno  $3.8 \times 10^5$  Pa.  
Tamaño de gota: área  $0.01858 \text{ mm}^2$ , diámetro  $0,154 \text{ mm}$



Presiones: oxígeno  $5.3 \times 10^5$  Pa, acetileno  $4.48 \times 10^5$  Pa.  
Tamaño de gota: área  $0.01725 \text{ mm}^2$ , diámetro  $0,138 \text{ mm}$

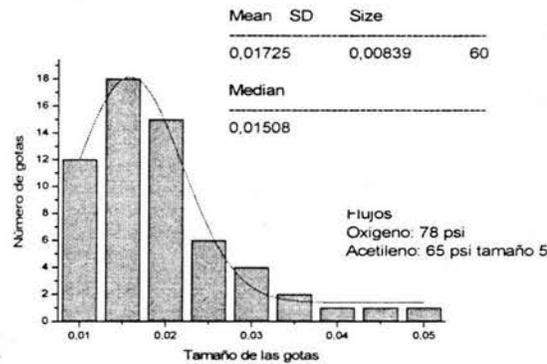
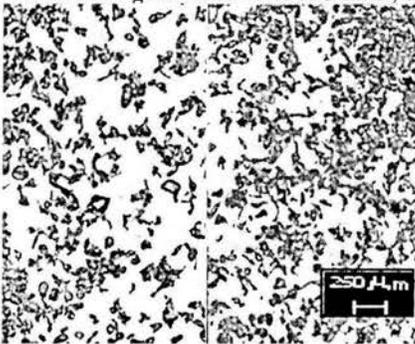


Figura 3.22 Fotografías tomadas a 50X, gotas con morfología irregular en forma de hojuelas y ligamentos, disminuyen su tamaño al aumentar la presión de acetileno. El tamaño promedio de las gotas se muestra en la distribución gaussiana.

### Morfología

Las fotografías muestran el tamaño y la morfología irregular de las gotas. De acuerdo al estado V de atomización [20-22], la clasificación de la morfología de las gotas recolectadas corresponde a una combinación de membranas primarias (que se observan en forma de hojuelas) y de gotas en forma de ligamentos. En todas las muestras se presentan similares morfologías, solo se modifica el tamaño de las gotas.

Las figuras 3.23 y 3.24 muestran las tendencias que existen al variar los flujos de oxígeno y acetileno con el tamaño de las gotas de zinc líquido.

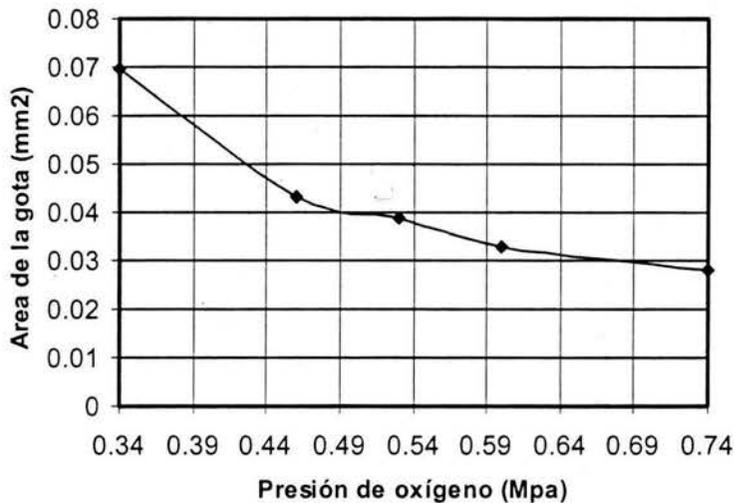


Figura 3.23 Disminución del tamaño de gota de zinc al aumentar la presión de oxígeno.

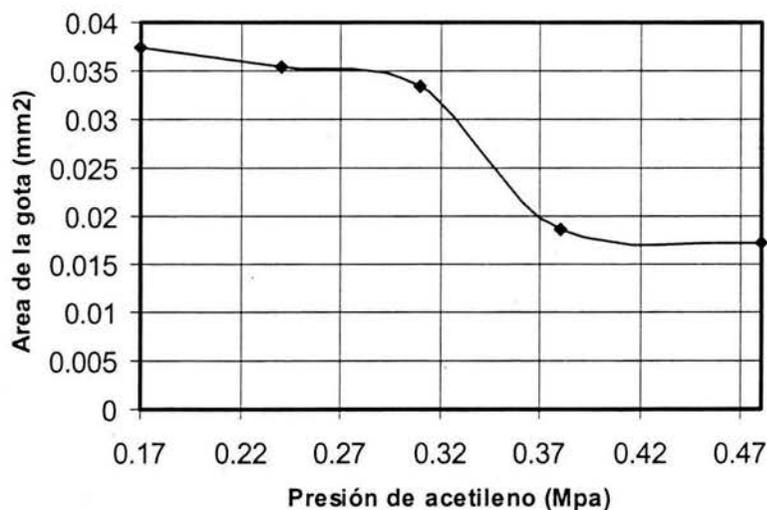


Figura 3.24 Disminución del tamaño de gota de zinc al aumentar la presión de acetileno.

### 3.3 Caracterización de la preforma de campana.

#### 1) Variación del espesor con la distancia de rociado.

Se midieron los valores del espesor a lo largo de la distancia radial de una preforma de zinc de forma semi - circular generada por el cono característico de la pistola de rociado. La pistola se mantuvo fija a  $90^\circ$  respecto a la superficie del sustrato, durante un tiempo de 30 segundos a 45 cm de distancia. La presión de los gases fueron: oxígeno  $5.3 \times 10^5$  Pa, acetileno  $3.1 \times 10^5$  Pa y aire comprimido  $4.8 \times 10^5$  Pa, a una velocidad de alimentación del alambre (1/8") de zinc fue de 4.25 cm/s. El espesor de esta preforma es variable con una máximo en el centro y una disminución gradual a lo largo de la distancia radial hasta un mínimo en la periferia, esto se puede observar en la figura 3.25.

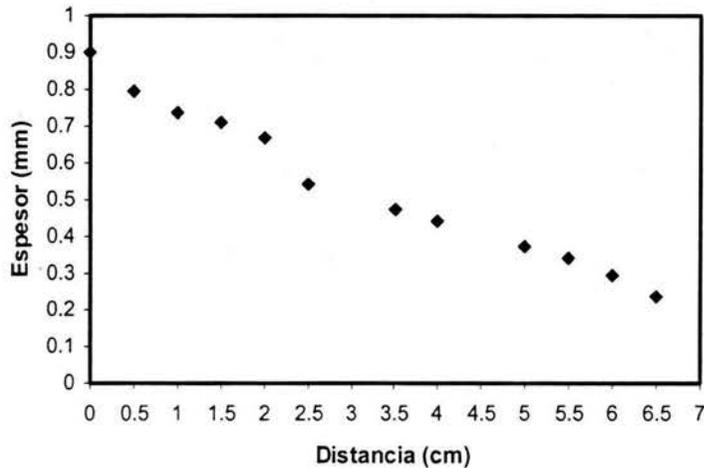


Figura 3.25 Variación del espesor de una preforma circular a través de la distancia radial.

## 2) Porosidad en la preforma de campana

La distribución de la porosidad en la preforma se determinó de forma visual en: a) una serie de fotografías y b) medidas de densidad, utilizando una relación de densidades a través de la línea radial de la preforma.

### a) Serie de fotografías.

La figura 3.26 muestra la porosidad a través del espesor variable de la preforma circular de zinc (preforma utilizada para medir la variación del espesor), a lo largo de la distancia radial. Se observa la mayor cantidad de poros de gran tamaño en la parte central de la preforma, a 1 cm de distancia del centro, la cantidad y tamaño de los poros disminuye, hasta llegar a la periferia donde vuelven a incrementarse.

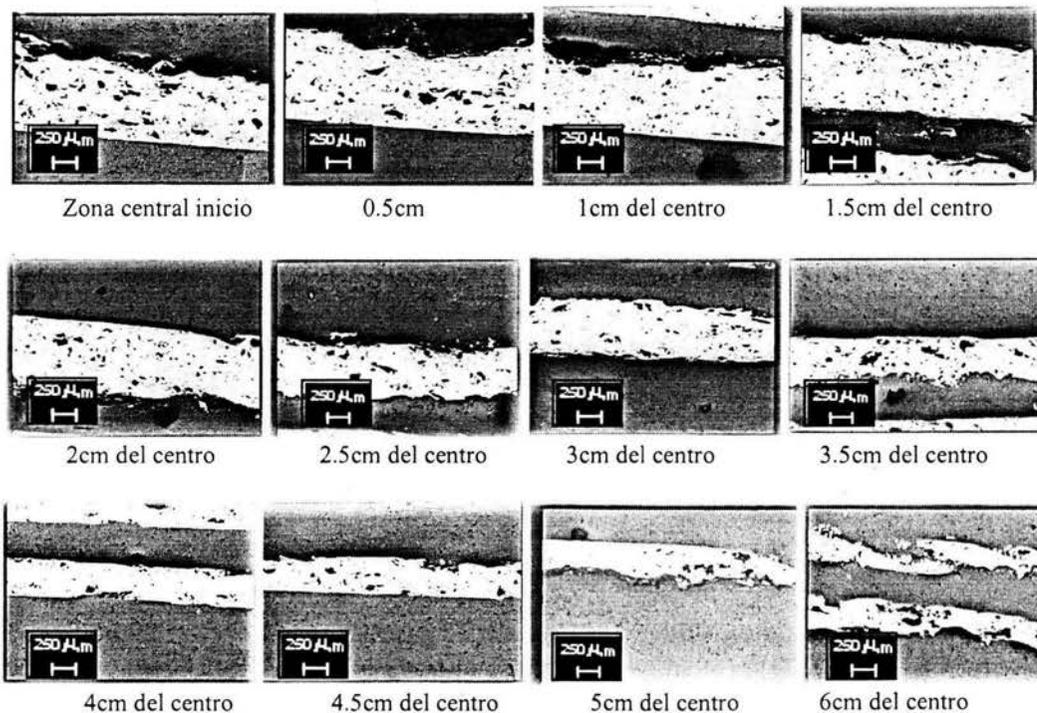


Figura 3.26 Serie de fotografías representativas de los lugares de la preforma circular desde el centro hasta la periferia, a intervalos de 0.5 cm de distancia. El atomizador circular genera alta porosidad en el centro y periferia de la preforma.

La tabla 3.1 muestra el tamaño promedio de los poros y en las figuras 3.27 y 3.28 se observan la tendencia del tamaño de los poros, teniendo un tamaño máximo de poros en la periferia y un mínimo a una distancia de 1.5 y 4 cm.

Tabla 3.1 Dimensiones de los poros a través del espesor desde el centro a la periferia.

Distancia cm	Area mm <sup>2</sup>	Distancia cm	Diámetro mm
0	0,00863086	0	0,10619289
0,5	0,00890423	0,5	0,13394459
1	0,00548049	1	0,07452251
1,5	0,0047133	1,5	0,06681288
2	0,00575818	2	0,07436397
2,5	0,00811394	2,5	0,08831667
3	0,00672635	3	0,08797811
3,5	0,00911654	3,5	0,09717447
4	0,0092087	4	0,06196146
5	0,00962041	5	0,11443036
6	0,01542223	6	0,15999181

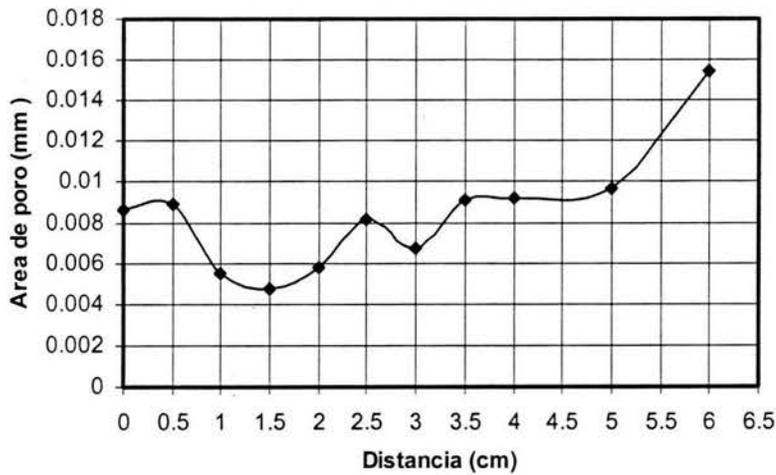


Figura 3.27 Tamaño (área) de los poros en diferentes lugares de la preforma a través de la distancia radial.

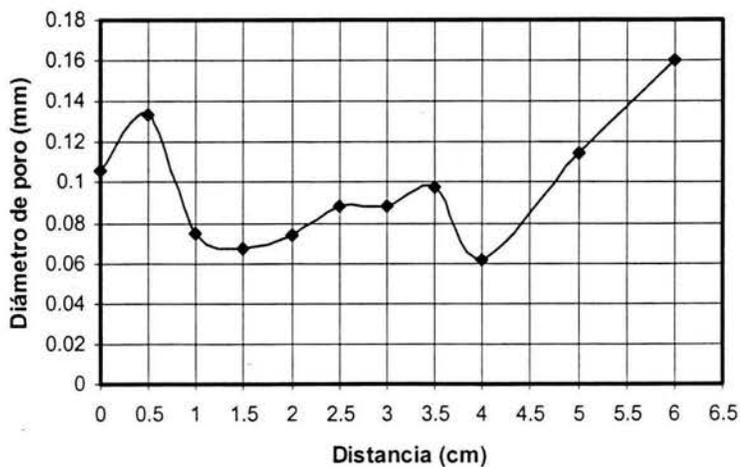


Figura 3.28 Tamaño (diámetro mayor) de los poros en diferentes lugares de la preforma a través de la distancia radial.

**b) Determinación de la porosidad por el método de la determinación de las densidades.**

La porosidad se midió por medio de la relación entre densidades, haciendo uso del método de Arquímedes, y se obtuvieron los valores mostrados en la tabla 3.2 Como se había observado en la serie de fotografías, existe una mayor porosidad en la parte central y una menor porosidad a 1.5 y 4 cm de distancia a partir del centro, ver figura 3.29. La porosidad promedio presente en la preforma de zinc es de 5.76%.

Tabla 3.2 Valores para la determinación de la porosidad de una capa de zinc

Muestra Intervalo (cm)	Peso (g)		$\rho_{exp}$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho_{teo}$ (g/cm <sup>3</sup> )	% Porosidad
	En aire	En agua			
0 -1.5	0.5129	0.4350	6.5657	7.14	8
1.5 -3	0.4381	0.3739	6.8049	7.14	4.6
3 - 4.5	0.3614	0.3084	6.7911	7.14	4.9
4.5 -6	0.2381	0.2033	6.8228	7.14	4.5
6 - 7.5	0.1501	0.1276	6.6524	7.14	6.8

Donde:  $\rho_{exp}$  = es la densidad experimental obtenida por el método de Arquímedes.

La temperatura del agua fue de 20 °c, lo que corresponde a una densidad de 0.99823 g/cm<sup>3</sup>

La densidad del aire es de 0.0012 g/cm<sup>3</sup>

$\rho_{teo}$  = es la densidad teórica.

Los intervalos corresponden a las distancias desde el centro a la periferia de la preforma.

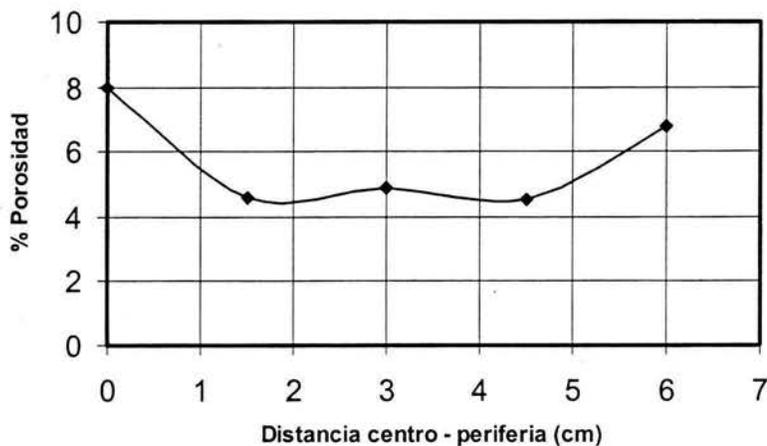


Figura 3.29 % Porosidad a lo largo de la distancia radial de la preforma, medida por densidad de la preforma.

2) DIAGNOSTICO DE LAS CAPAS DE ZINC ROCIADAS SOBRE UN ACERO X56

3.4 Adherencia.

1) Rugosidad.

La rugosidad de la superficie del sustrato (acero X56) se genero por arenado mecánico, utilizando arena de sílice de forma irregular de tamaño promedio 0.2289 mm (malla 73) y 0.048 mm<sup>2</sup>.

Los valores de la rugosidad de la superficie del sustrato y depósito han sido obtenidos, usando un analizador de superficie del tipo, surfest 402, marca Mitutoyo. Se obtuvieron los valores de rugosidad en diferentes lugares de la superficie de una probeta rectangular de tamaño 5cm de ancho x 6 cm de largo y 1 cm. de espesor.

Algunos valores y graficas se dan en las figuras 3.30- 3.31. El analizador de rugosidad es capaz de medir algunos valores tales como: R z (los 5 valores mas altos), R máx. (el valor mas alto), Ra (el valor promedio) y  $\lambda$  (distancia que recorrió).

Rugosidad en la superficie del sustrato.

1) Rugosidad en la superficie del sustrato.

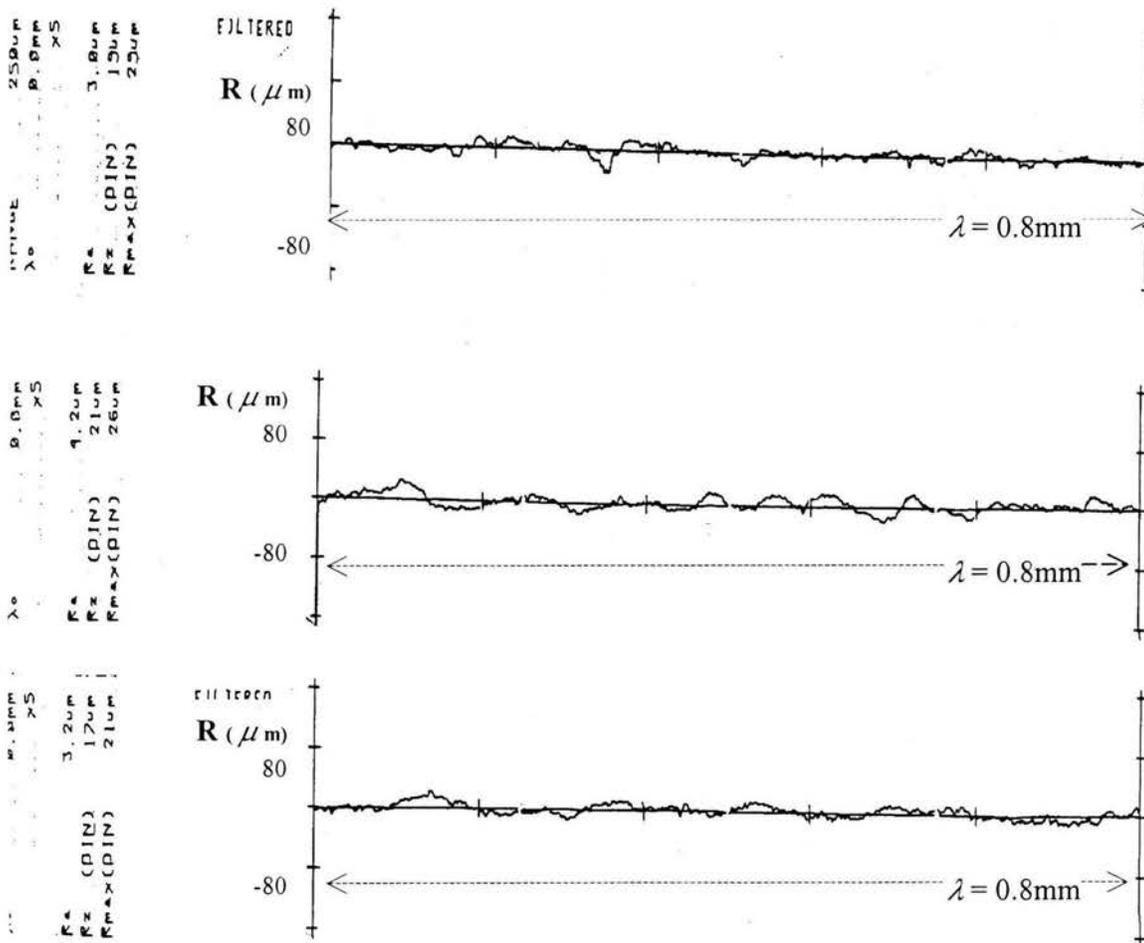


Figura 3.30 Graficas representativas del perfil de rugosidad, R (rugosidad vs. distancia  $\lambda = 0.8\text{mm}$ ), en tres diferentes partes de la superficie, del sustrato. Las graficas presentan un comportamiento similar, o una rugosidad uniforme.

Rugosidad en la superficie del depósito.

La superficie del depósito (zinc) medido corresponde a un espesor de aproximadamente  $200 \mu\text{m}$ , realizado a una distancia de rociado de  $25 \text{ cm.}$ , durante  $4 \text{ segundos}$  de exposición, la presión de los gases fueron: oxígeno  $5.3 \times 10^5 \text{ Pa}$  y acetileno  $3.1 \times 10^5 \text{ Pa}$ .

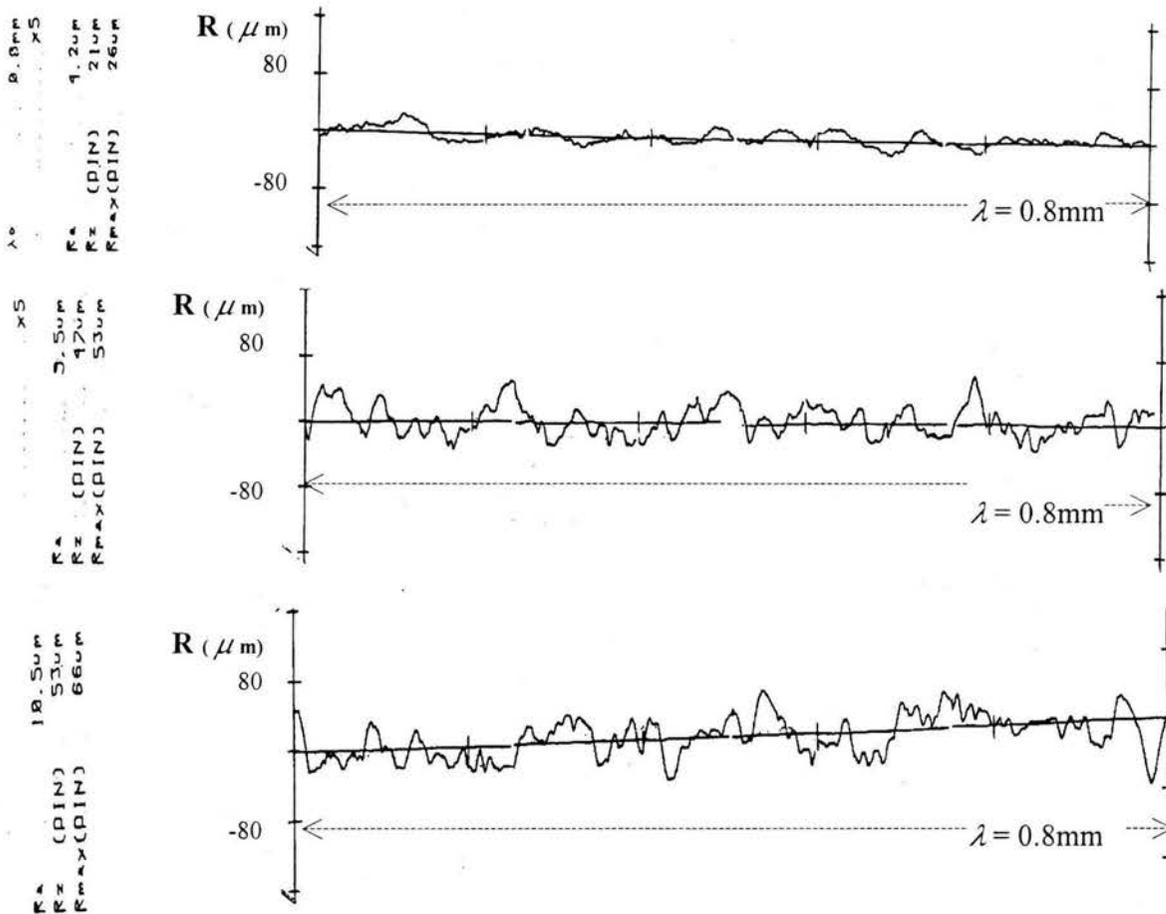


Figura 3.31 Graficas representativas de rugosidad, R (rugosidad vs. distancia  $\lambda = 0.8\text{mm}$ ), en tres diferentes partes de la superficie del recubrimiento de zinc.

Los valores promedio de las rugosidades obtenidos en tres diferentes zonas de las muestras de acero X56 son:

Substrato:

- Zona A =  $5.13 \mu\text{m}$
- B =  $4 \mu\text{m}$
- C =  $3.86 \mu\text{m}$

Rugosidad promedio de toda la muestra:  $4.33 \mu\text{m}$

Depósito:

- Zona A =  $9.56 \mu\text{m}$
- B =  $8.56 \mu\text{m}$
- C =  $8.63 \mu\text{m}$

Rugosidad promedio de toda la muestra:  $8.92 \mu\text{m}$

## 2) Espesores del recubrimiento de zinc.

Se midieron los espesores de las capas de zinc al variar la distancia y los tiempos de rociado. Se manipulo la pistola de rociado de forma que las capas a lo largo y ancho tuvieran un espesor uniforme. La presión de los gases utilizados fueron de: oxígeno  $5.3 \times 10^5$  Pa, acetileno  $3.1 \times 10^5$  Pa y aire comprimido  $4.8 \times 10^5$  Pa, a una velocidad de alimentación del alambre (1/8") de zinc de 4.25 cm/s, los valores se muestran en la tabla 3.3.

Tabla 3.3 Valores de los espesores del recubrimiento de zinc en función del tiempo y la distancia de rociado

DISTANCIA 15 cm.		DISTANCIA 25 cm.		DISTANCIA 35 cm.	
Tiempo segundos	Espesor mm	Tiempo segundos	Espesor mm	Tiempo segundos	Espesor mm
10	1,6	10	0,5	10	0,35
9	1,44	9	0,45	9	0,315
8	1,28	8	0,4	8	0,28
7	1,12	7	0,35	7	0,245
6	0,96	6	0,3	6	0,21
5	0,8	5	0,25	5	0,175
4	0,64	4	0,2	4	0,14
3	0,48	3	0,15	3	0,105
2	0,32	2	0,1	2	0,07
1	0,16	1	0,05	1	0,035

Continuación de la tabla 3.3.

DISTANCIA 45 cm.		DISTANCIA 65 cm.		DISTANCIA 85 cm.	
Tiempo segundos	Espesor mm	Tiempo segundos	Espesor mm	Tiempo segundos	Espesor mm
10	0,31	10	0,28	10	0,25
9	0,279	9	0,252	9	0,225
8	0,248	8	0,224	8	0,2
7	0,217	7	0,196	7	0,175
6	0,186	6	0,168	6	0,15
5	0,155	5	0,14	5	0,125
4	0,124	4	0,112	4	0,1
3	0,093	3	0,084	3	0,075
2	0,062	2	0,056	2	0,05
1	0,031	1	0,028	1	0,025

### 3) Prueba de adhesión

Las pruebas de adhesión se efectuaron en probetas de acero X56, con una rugosidad de superficie promedio de 4.33 micras.

Las pruebas se efectuaron bajo la Norma ASTM (C633 -79) Standard Test method for adhesion or cohesive strength of flame – sprayed coatings. El método consiste en un ensayo de tensión, para determinar la carga máxima que resiste el recubrimiento al desprenderse del sustrato. La figura 3.32 muestra la interacción entre el sustrato de acero X 56 y una capa de zinc.

La obtención de los valores de adhesión, consiste de dividir la carga máxima entre el área de la superficie de la probeta (2.54 cm, de diámetro), los valores se dan en MPa.

Se hicieron dos tipos de ensayos para determinar la adhesión en las capas: a) variando la distancia de rociado y b) variando el espesor del recubrimiento.

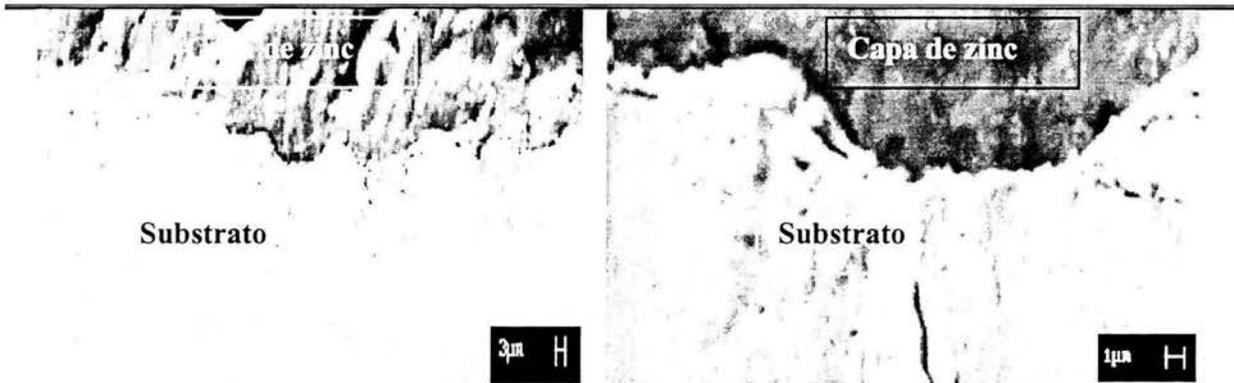
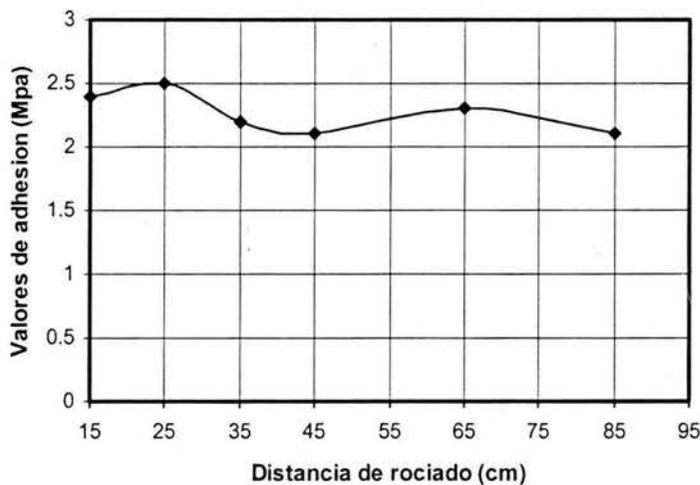


Figura 3.32 Interacción entre la superficie rugosa del sustrato (acero X56) y una capa de zinc fabricada por rociado de flama. (Fotografías tomadas en SEM)

**a) Variación de la distancia de rociado a espesor constante**

Se mantuvieron constantes los siguientes parámetros; la rugosidad de la superficie ( $4.33 \mu\text{m}$ ) en todos los ensayos, la cantidad de adhesivo (resina) empleado en cada par de probetas y la velocidad del cabezal ( $0.78 \text{ mm/min.}$ ) de la maquina de tensión.

Los resultado en la figura 3.33 muestran que al variar la distancia de rociado, con espesor constante ( $0.3 \text{ mm}$ ), los valores se encuentran en un intervalo de  $2 - 2.5 \text{ MPa}$ , no hay un cambio significativo.



Grafica 3.33 Valores de adhesión al variar la distancia de rociado, manteniendo el espesor constante ( $0.3 \text{ mm}$ )

**b) Variación del espesor del recubrimiento a distancia constante.**

Las figuras 3.34 y 3.35 indican que al variar el espesor de las capas, manteniendo constante la distancia de rociado ( $25 \text{ cm}$ ), existe un cambio significativo en la adhesión entre el espesor mas delgado y el mas grueso, de tal forma que la mayor adhesión se obtuvo con un espesor de  $0.05 \text{ mm.}$ , mientras que la menor adhesión fue para  $0.6 \text{ mm}$ , obteniendo  $4.2 \text{ MPa}$  y  $2 \text{ MPa}$  respectivamente.

Las pruebas de adhesión, se hicieron sin un previo calentamiento de las probetas. En las pruebas de adhesión se generan dispersiones muy grandes en los valores obtenidos si no se controlan todos los parámetros. Por lo tanto al efectuar un precalentamiento será necesario tener un gran control de temperatura.

Manteniendo la distancia constante (25 cm) y variando los espesores y con ello el tiempo de rociado, como se observa en las figuras 3.34 y 3.35, los valores de adherencia disminuyen al aumentar el espesor de la capa. En estudios anteriores [58,59], se especula que la fuerza de adherencia es función del espesor de la capa, donde la fuerza de adhesión es afectada por tensiones internas.

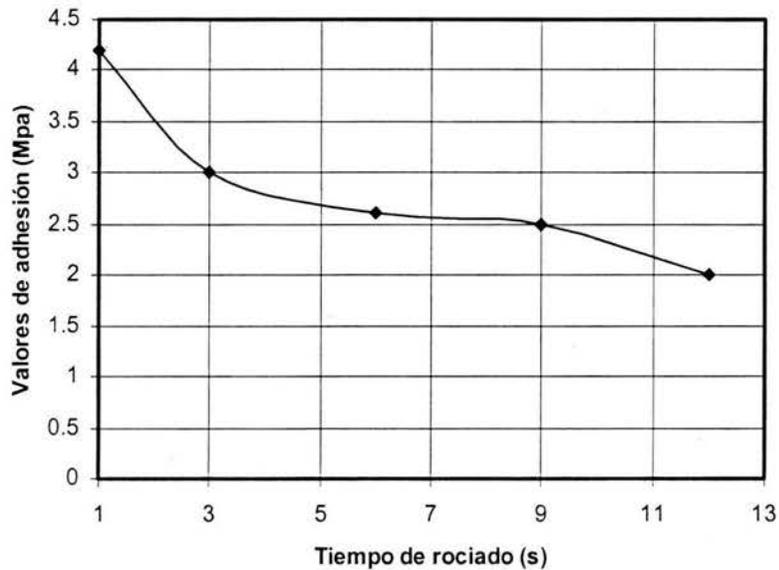


Figura 3.34 Valores de adhesión al variar el tiempo de rociado manteniendo la distancia (25 cm) constante.

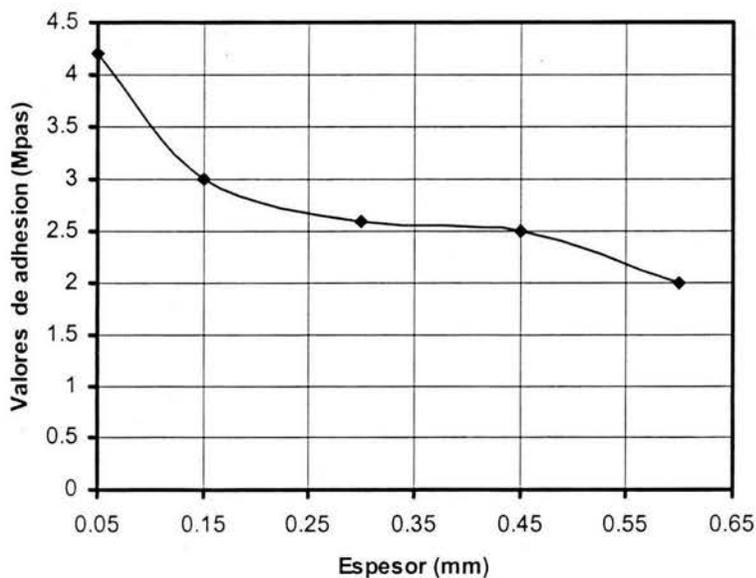


Figura 3.35 Valores de adhesión al variar los espesores de la capa, manteniendo la distancia (25 cm) constante. La disminución del espesor de las capas de zinc sobre un sustrato de acero X56 produce una mayor adherencia.

### 3.5 Porosidad

#### **Determinación de la porosidad con respecto a la distancia de rociado.**

Se obtuvieron resultados de porosidad al variar la distancia de rociado, las distancias fueron de 20, 30, 40 y 50 cm, El substrato es un acero X 56 y el deposito zinc.

Las figuras 3.36 – 3.39 obtenidas en el SEM, muestran la distribución de la porosidad, a través del espesor (dirección transversal), en ellas se pueden observar los límites de las gotas, poros de gas que se encuentran entre las gotas y en mayor proporción poros intersticiales situados entre los límites de las gotas.

En cada una de las distancias de rociado se tomaron un par de fotomicrografías, a magnificaciones de 100X se muestra el ancho del espesor, y a magnificaciones de 500X se hace un acercamiento de una zona representativa del espesor.

Se hicieron señalamientos con círculos y flechas para indicar ejemplos representativos del tipo de porosidad que se presenta en este tipo de recubrimientos de zinc.

Con el aumento de la distancia de rociado se notan cambios significativos en la capa de zinc, a distancias cortas se observan recubrimientos con una mayor deformación de las gotas y una mejor distribución del material a lo largo y ancho del recubrimiento, lo que promueve obtener un recubrimiento mas compacto y uniforme. A medida que aumenta la distancia de rociado se obtienen recubrimientos menos compactos y menos uniformes. Las características de porosidad, como la morfología (tipo y tamaño), la distribución y la cantidad, permite determinar la distancia optima de rociado para las los recubrimientos de zinc.

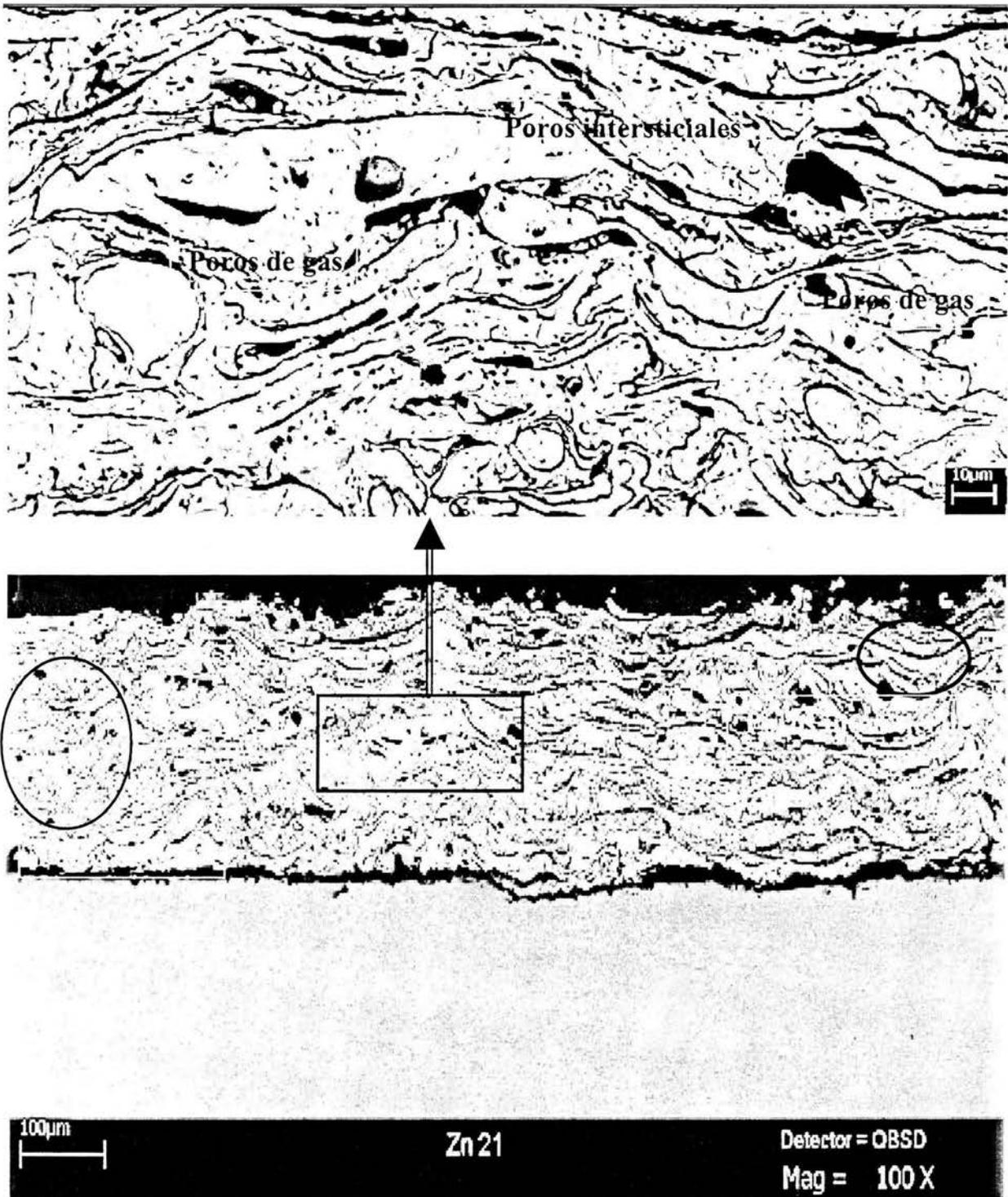


Figura 3.36 Capa de zinc depositada sobre un substrato de acero X56, rociada a una distancia de 20 cm desde la pistola. Se observa una gran cantidad de poros grandes de gas a través de todo el espesor, estos se localizan principalmente en el interior de las gotas, y porosidad intersticial entre los límites de las gotas, en mayor cantidad en la parte superior del recubrimiento.

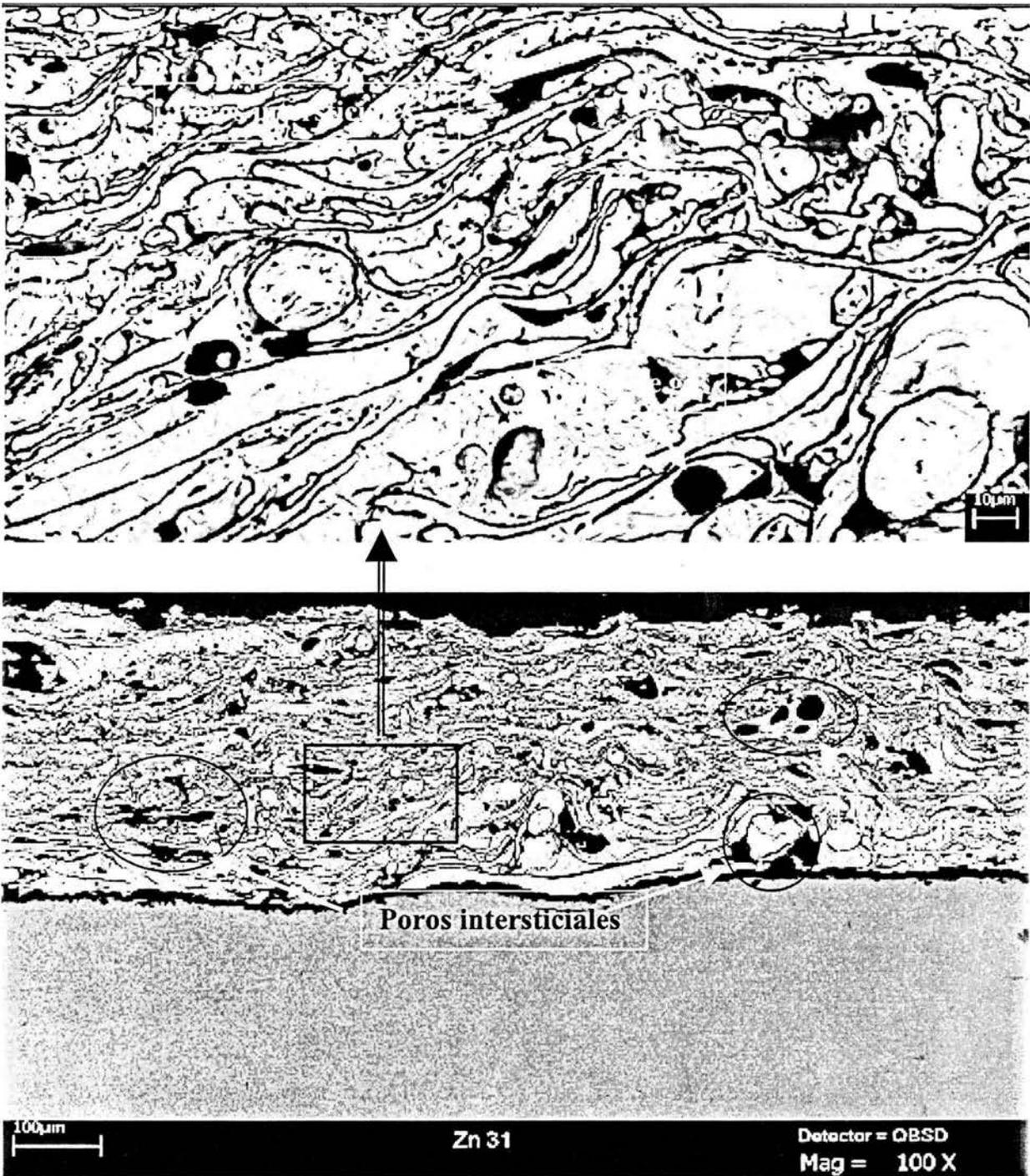
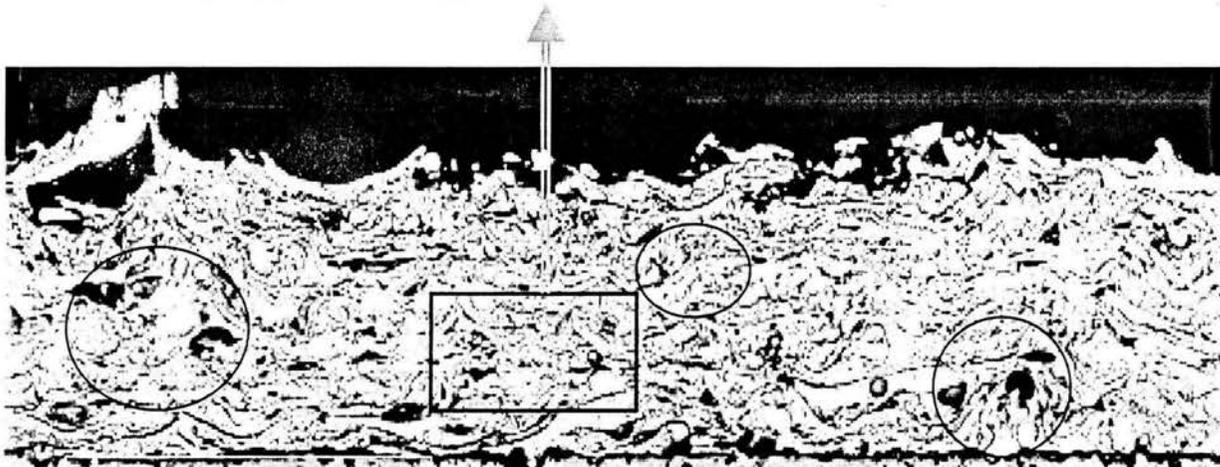
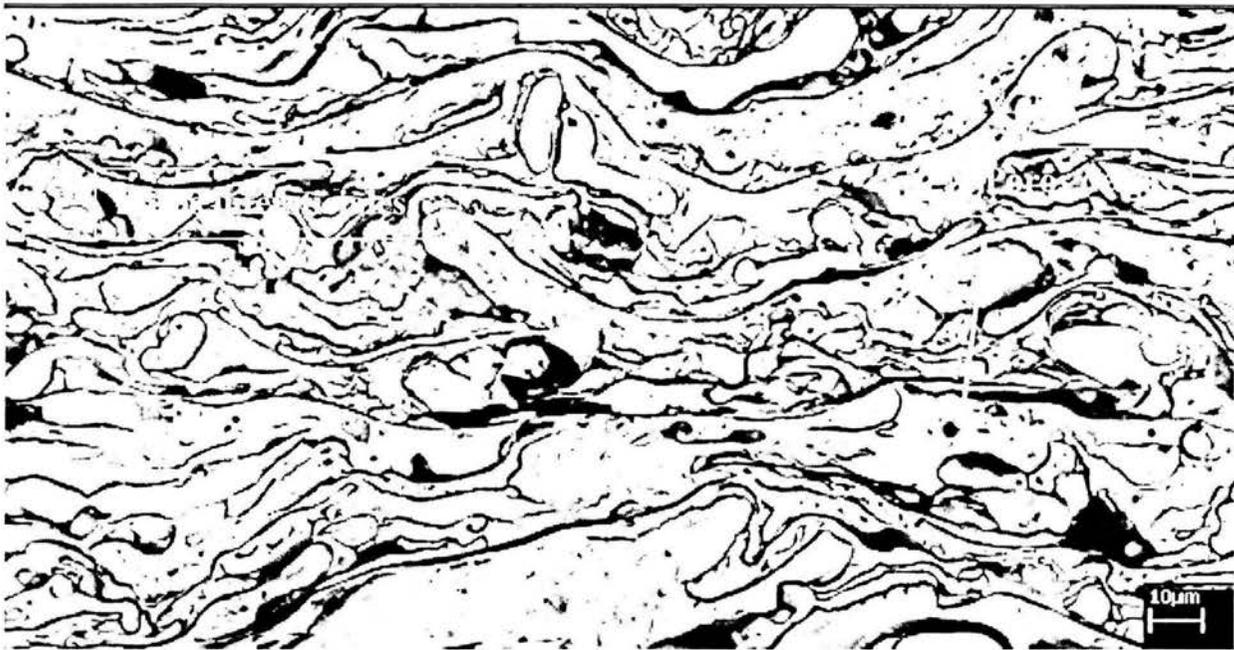


Figura 3.37 Capa de zinc depositada sobre un substrato de acero X56, rociada a una distancia de 30 cm desde la pistola. Se observan una gran cantidad de poros grandes de gas dentro de las gotas y el aumento de la porosidad intersticial entre los limites de las gotas.



Poros intersticiales

Poros intersticiales



Zn41

Detector = QBSD  
Mag = 100 X

Figura 3.38 Capa de zinc depositada sobre un deposito de acero X56, rociada a una distancia de 40 cm desde la pistola. Se observan poros de gas entre las gotas, la cantidad y el tamaño de estos ha disminuido en comparación con las distancias de 20 y 30 cm, mientras que la porosidad intersticial aumento en tamaño y cantidad.

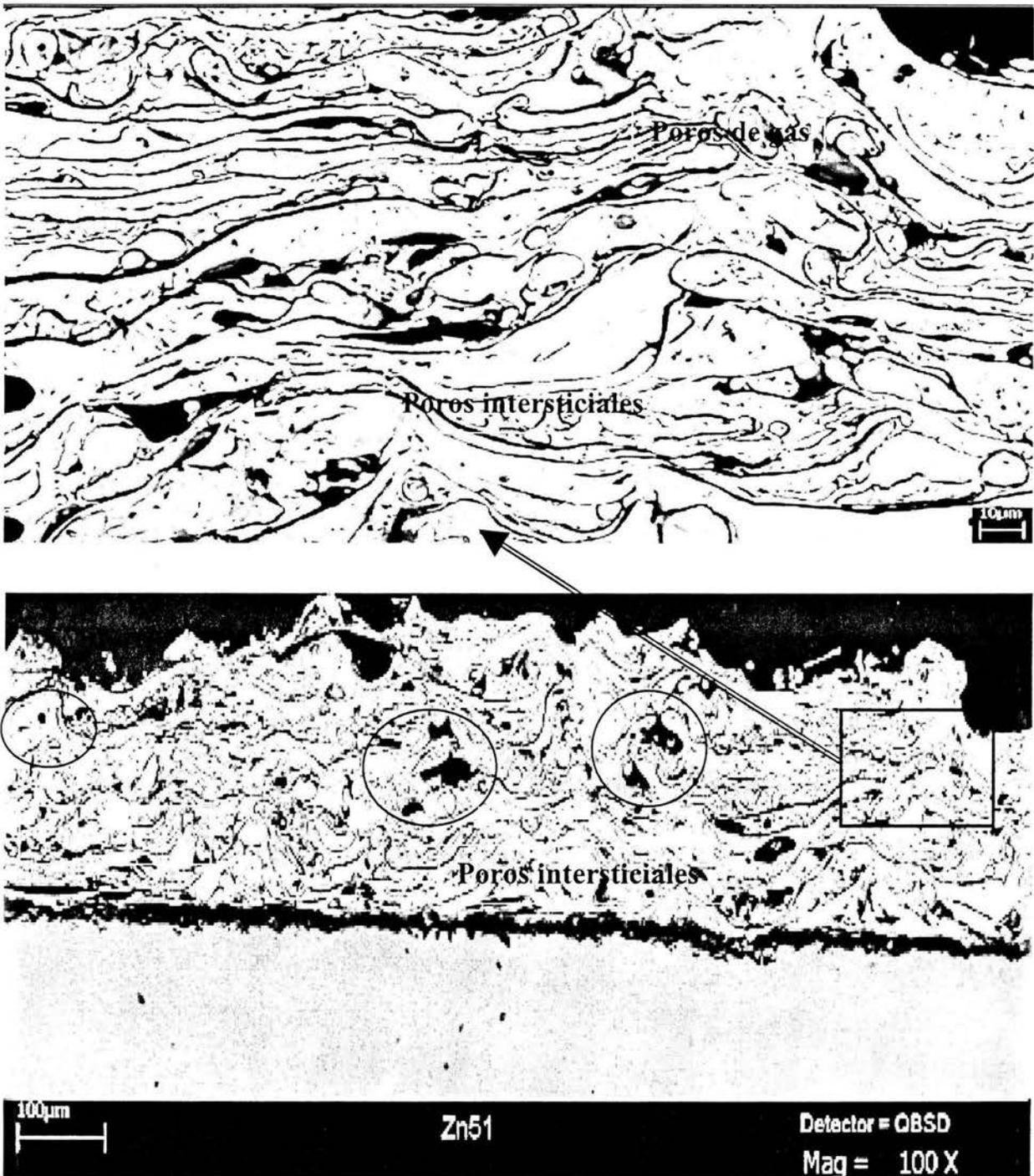


Figura 3.39 Capa de zinc depositada sobre un deposito de acero X56, rociada a una distancia de 50 cm desde la pistola. Se observa una significativa disminucion en la cantidad y tamaño de poros de gas dentro de las gotas, y un aumento en tamaño y cantidad de la porosidad intersticial.

El recubrimiento es menos compacto y uniforme en comparación con el obtenido a una distancia de 20 cm de rociado, se observan gotas con mayor grado de solidificación y una menor deformación.

### 1) Poros de gas.

Los poros de gas generados por la absorción de los gases que se encuentran en el medio ambiente de la atomización por el metal líquido se presentan en este tipo de recubrimientos. Las capas que tienen mayor cantidad de poros de gas son la que corresponde a 20 y 30 cm, la primera presenta una distribución uniforme de poros pequeños de tamaño promedio de  $12 \mu\text{m}$ , la segunda presenta zonas con poros grandes de tamaño promedio de  $27 \mu\text{m}$ . Este tipo de porosidad también se presenta en las otras capas, aunque en menor cantidad.

### 2) Poros intersticiales.

La porosidad que se tiene en mayor cantidad es la intersticial, este tipo de porosidad también denominada como porosidad de sombra, se genera cuando las gotas con un alto grado de solidificación chocan sobre el sustrato y sobre las gotas que previamente se han consolidado, generando huecos por la poca deformación que sufren al chocar. En las capas que corresponden a 30 y 50 cm de distancia de rociado presentan una mayor cantidad de este tipo de porosidad así como el mayor tamaño de poros, la capa con menor cantidad de poros corresponde a la de 20 cm de distancia de rociado.

En la figura 3.40 se muestran los tamaños promedio de porosidad intersticial (diámetro) oscilan entre los valores 25, 38, 32,  $34 \mu\text{m}$  para las distancias de rociado, 20, 30, 40 y 50 cm, respectivamente.

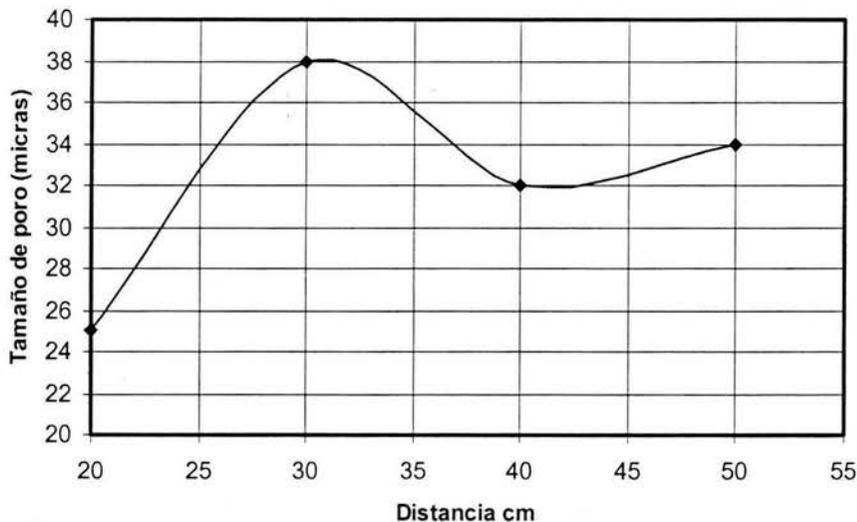


Figura 3.40 Tamaño de poro intersticial promedio al variar la distancia de rociado.

**Porosidad en la interfase sustrato – recubrimiento.**

Se analizó la sección longitudinal (interacción sustrato- recubrimiento) de capas de zinc. La figura 3.41 muestra la porosidad de la capa, constituida principalmente de poros intersticiales generados por el sustrato frío. Por otra parte la figura 3.42 muestra la disminución de la porosidad intersticial en la interfase sustrato – depósito, como resultado del precalentamiento del sustrato.

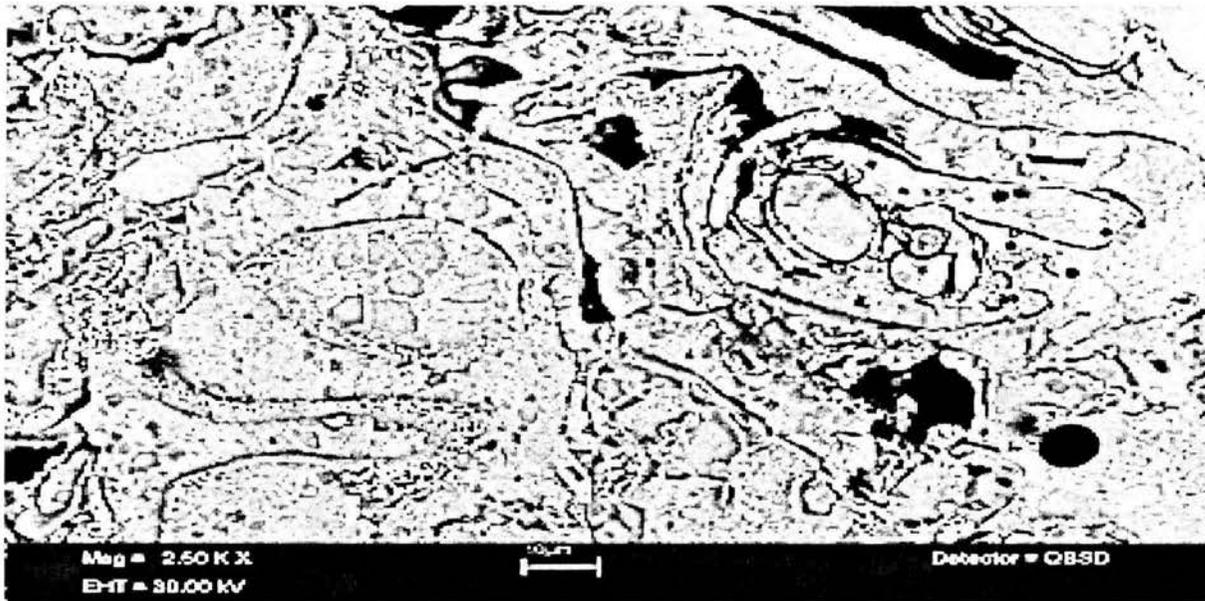


Figura 3.41. Porosidad en la interfase sustrato (acero X56)- deposito (zinc), sin precalentamiento del sustrato.

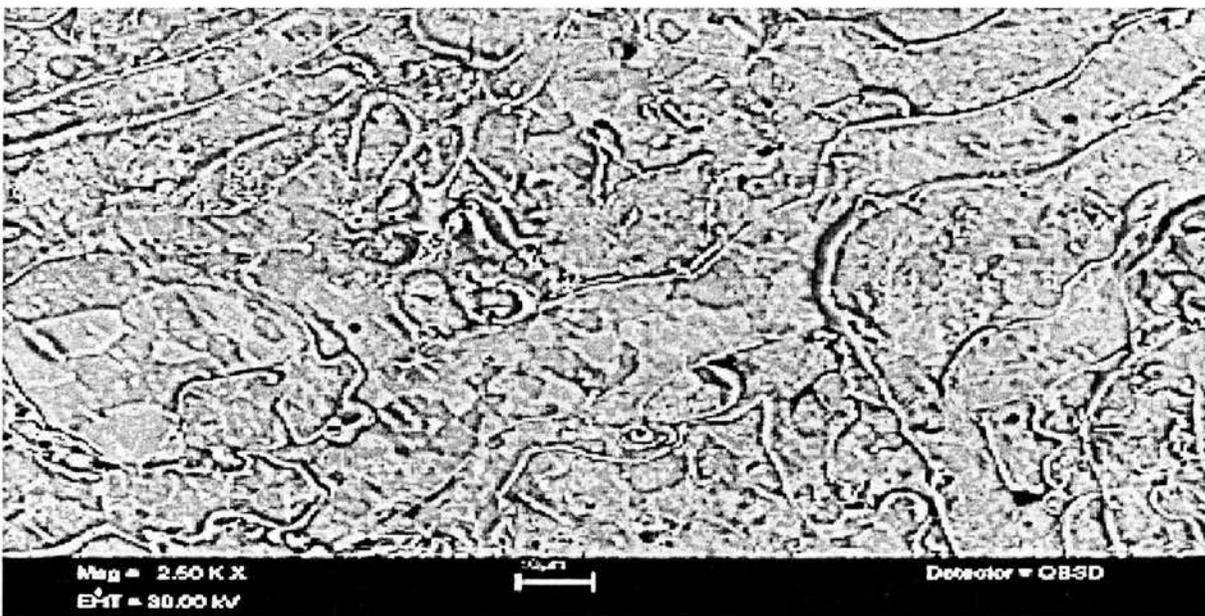


Figura 3.42 Porosidad en la interfase sustrato (acero X56) – deposito (zinc), con precalentamiento del sustrato.

ESTA TESIS NO SALE  
DE LA BIBLIOTECA

### 3.6 Microestructura.

La caracterización de la microestructura en el proceso de rociado de flama se hizo poniendo particular atención en lugares de interés a través de la sección transversal (espesor), en tres zonas; parte superior, central e inferior, y en la sección longitudinal de una capa de zinc, en fotografías obtenidas por SEM.

Los parámetros del proceso fueron: presiones de oxígeno  $5.3 \times 10^5$  Pa., acetileno  $3.1 \times 10^5$  Pa, aire comprimido  $4.8 \times 10^5$  Pa, distancia y tiempo de rociado 30 cm, 18 s, respectivamente, espesor generado 0.9 mm, precalentamiento entre los 100 – 120 °C del substrato de acero X56. Las probetas fueron atacadas con un reactivo que contiene: 50gr  $\text{CrO}_3$ , 3.8 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  250 ml., durante un tiempo de 3 s.

#### Microestructura en la dirección transversal (espesor).

La figura 3.43 muestra la parte transversal (espesor) de una capa de zinc depositada sobre un acero X56, el espesor tiene un tamaño de  $890 \mu\text{m}$ . Para el análisis, la capa se dividió en regiones: superior central e inferior, marcadas por letras para separar las regiones; donde A, B y C corresponden a la parte superior, D, E, parte central y F, G, H, la parte inferior.

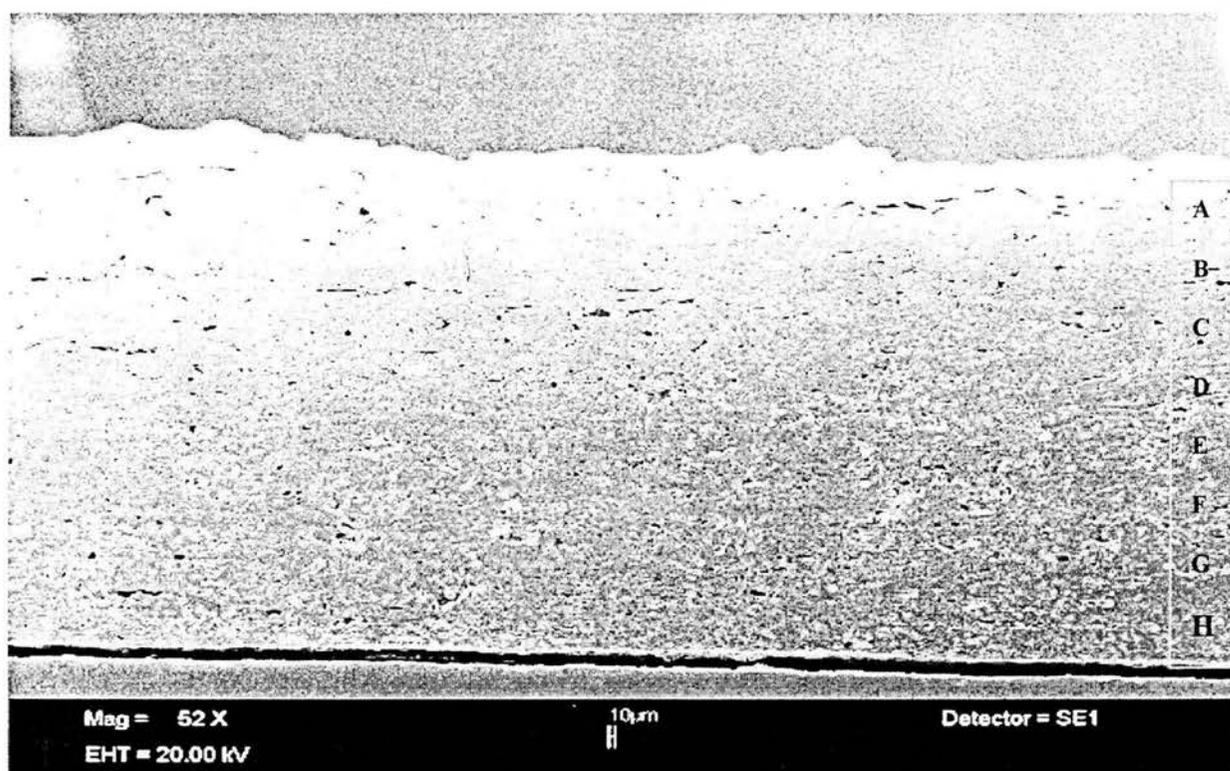
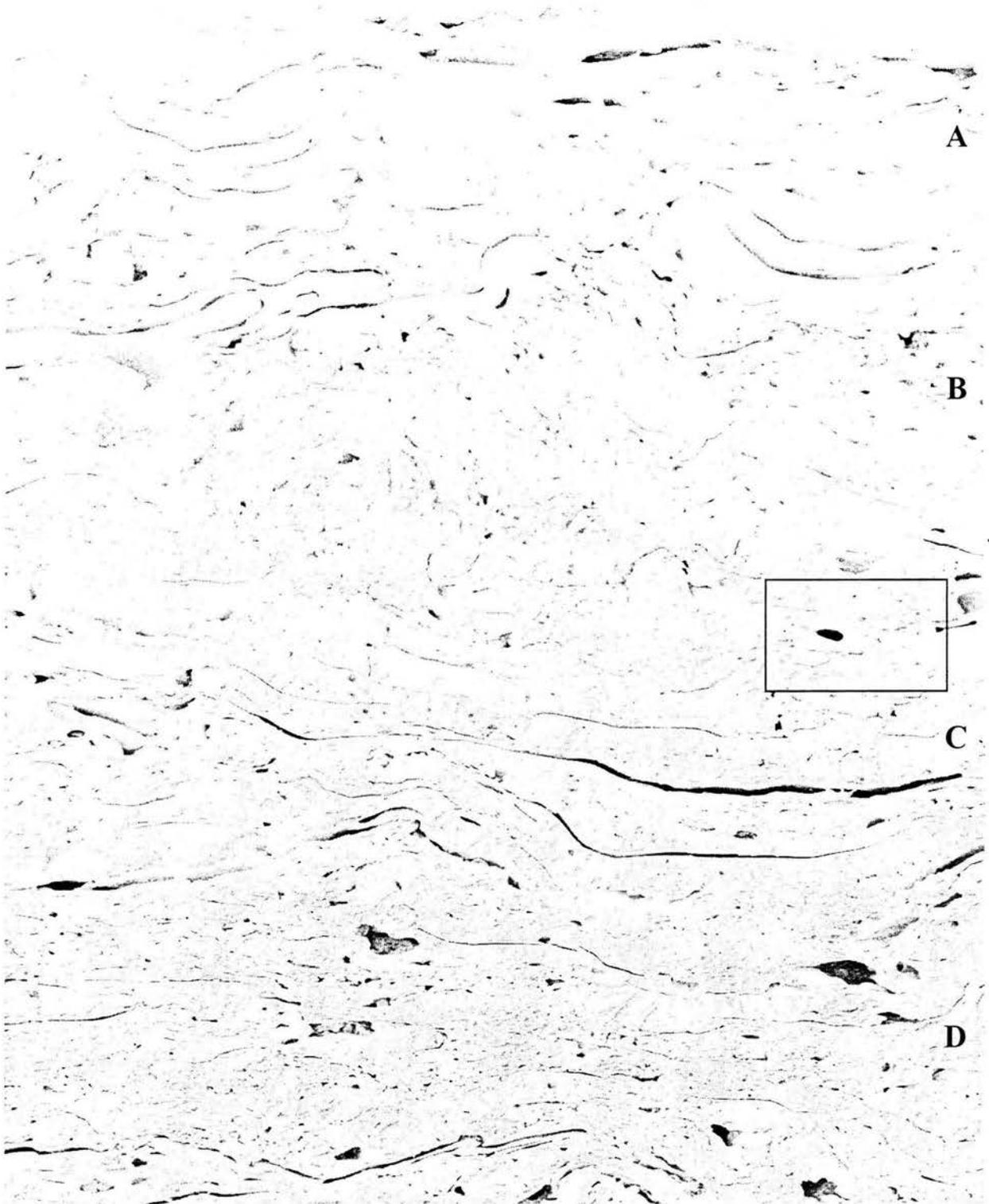


Figura 3.43 Sección transversal (espesor) de una capa de zinc depositada sobre un substrato de acero X56. Dividida en zonas marcadas por letras mayúsculas (A-H), correspondientes a las zonas superior, central e inferior.

La figura 3.44, es una ampliación a 410X, del espesor mostrado en la figura anterior, en ella se observan gotas de zinc puro deformadas, con poros de gas, y poros intersticiales entre las gotas. La microestructura a través de todo el espesor está constituida principalmente por granos columnares y granos equiaxiales, con inclusiones de óxido de zinc ( $\text{ZnO}$ ).



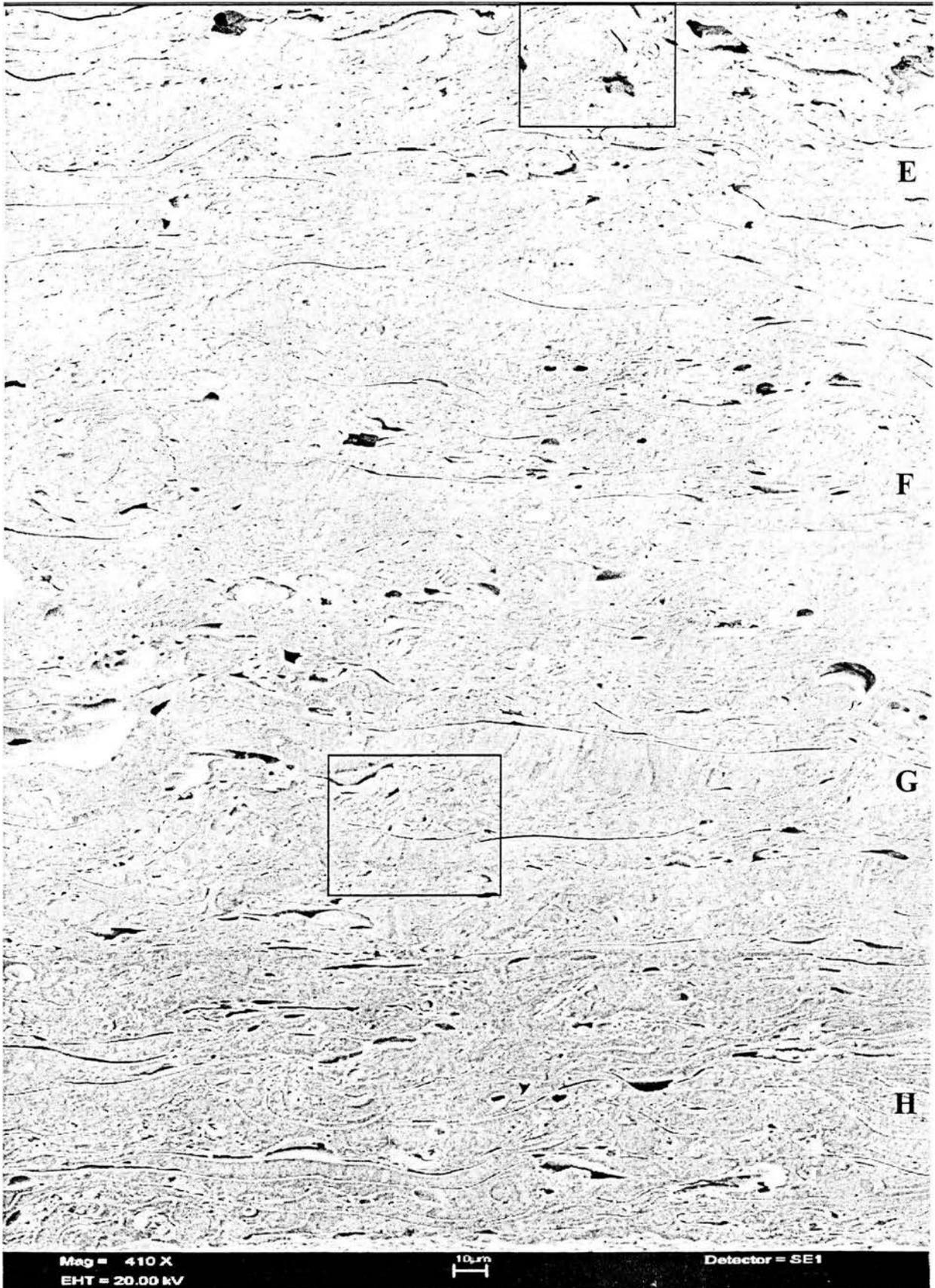


Figura 3.44 Microestructura a través del espesor de una capa de zinc, donde A, B y C corresponden a la región superior, D y E, a la parte central y F, G y H a la parte inferior.



Figura 3.45 Microestructura correspondiente al cuadro de la parte inferior G, constituida por granos columnares y equiaxiales.

La figura 3.45 corresponde al cuadro señalado en la parte inferior G de la figura 3.44. En esta región, la microestructura consiste principalmente de granos columnares y algunos granos equiaxiales, existe porosidad intersticial y de gas. Los granos columnares tienen un tamaño promedio de  $11.37 \mu\text{m}$ , de diámetro mayor,  $96 \mu\text{m}^2$  de área promedio, los granos equiaxiales tienen un tamaño promedio de  $5.18 \mu\text{m}$ , de diámetro y  $31.46 \mu\text{m}^2$  de área. En la parte inferior y a la izquierda de la figura 3.45, se observa una gota que ha dejado una estela de material, por un posible giro de la gota en vuelo, además se observa el flujo de calor que se orienta en dirección de los límites de las gotas y al eje de rociado.

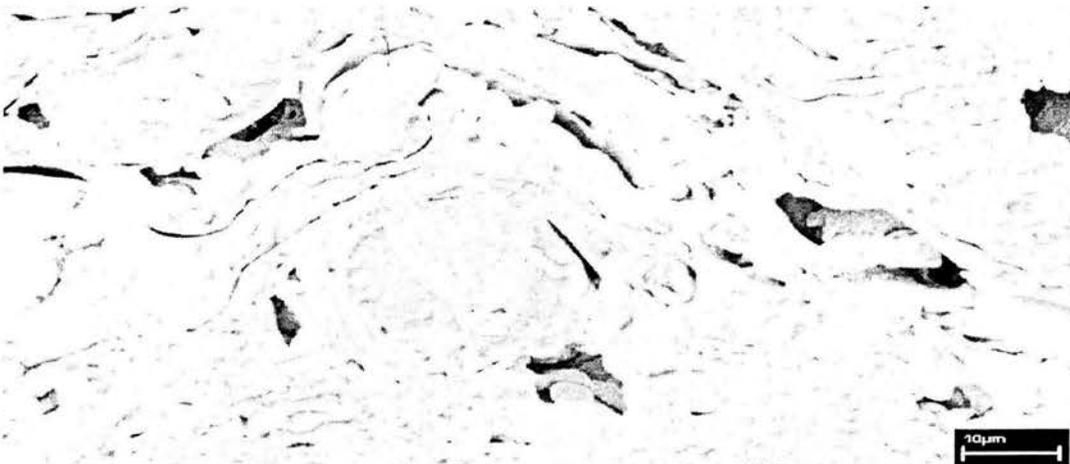


Figura 3.46 Microestructura correspondiente al cuadro de la parte central E, constituida por granos columnares, equiaxiales y porosidad intersticial.

La figura 3.46 corresponde al cuadro señalado en la parte central E, de la figura 3.44. La microestructura consiste de granos columnares y algunos equiaxiales, el tamaño promedio de los granos columnares es de  $10.16 \mu\text{m}$  de diámetro mayor y de  $84.66 \mu\text{m}^2$  de área, el tamaño promedio de los granos equiaxiales es de  $5.20 \mu\text{m}$  de diámetro de y  $34.2 \mu\text{m}^2$  de área. En esta región se encuentran los poros intersticiales en mayor cantidad y tamaño.

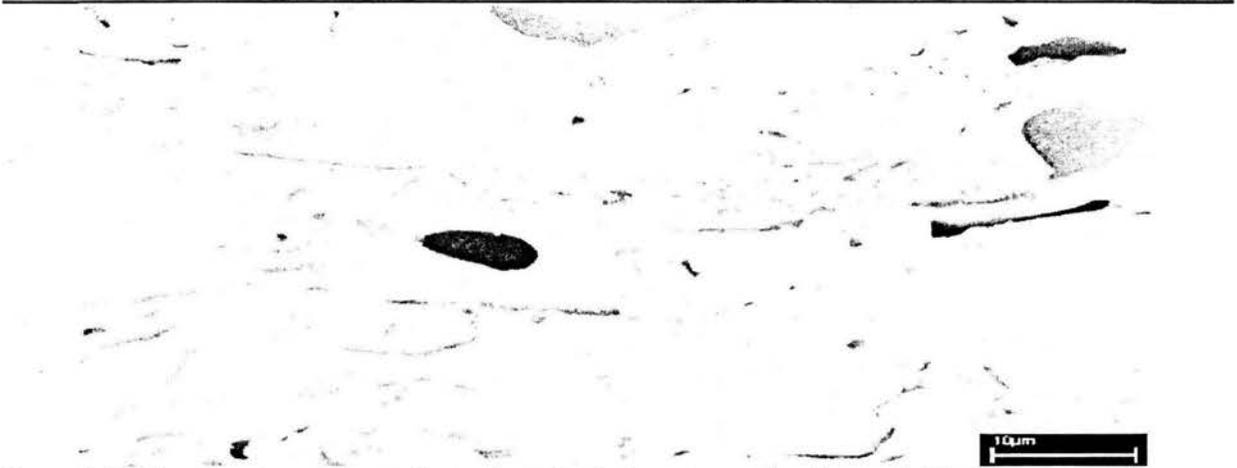


Figura 3.47 Microestructura correspondiente al cuadro de la parte superior C, constituida por granos columnares, equiaxiales y poros de gas e intersticiales.

La figura 3.47, es una ampliación de la parte superior señalado por el cuadro en la figura 3.44, la microestructura consiste principalmente de granos columnares y equiaxiales, de poros intersticiales y de gas. El tamaño promedio de los granos columnares en esta región es de  $11.21 \mu\text{m}$  de diámetro mayor,  $71 \mu\text{m}^2$  de área, los granos equiaxiales tienen un tamaño de  $5.06 \mu\text{m}$  de diámetro,  $30.66 \mu\text{m}^2$  de área. Se observa un hueco negro o poro dentro de la gota, generado por gas, la composición química dentro del hueco es de óxido de zinc  $\text{ZnO}$ , y alguna contaminación de  $\text{Al}$ .

#### Dirección de flujo transversal y longitudinal

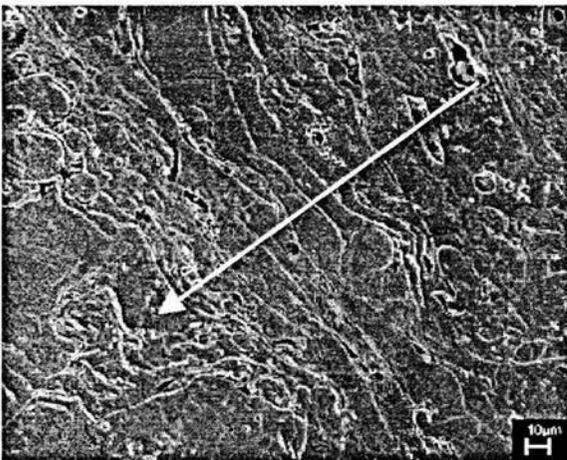


Figura 3.48

Fotomicrografía muestra la parte inferior del espesor (dirección transversal), tomada a 1.04KX.

Se muestra la capa formada por gotas deformadas, distribuidas unas sobre otras, se observan poros de gas dentro de las gotas y poros intersticiales situados en los límites. La flecha indica la dirección del flujo de las gotas deformadas.

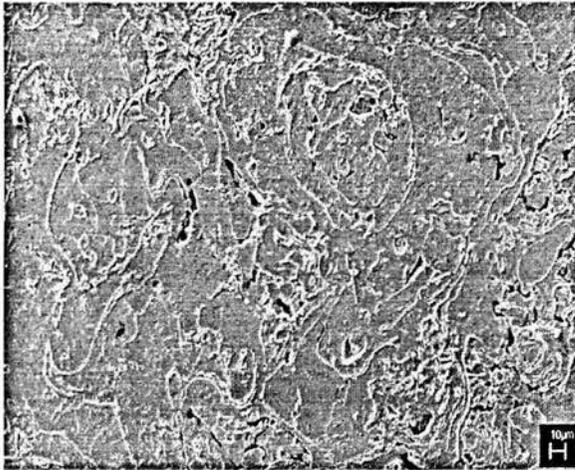


Figura 3.49

Fotomicrografía que muestra la parte inferior de la capa o base, en la dirección longitudinal, tomada a 1.04KX.

Se muestra la capa desde la base, se delinean las áreas longitudinales de las gotas deformadas, con poros de gas dentro de las gotas e intersticiales en los límites

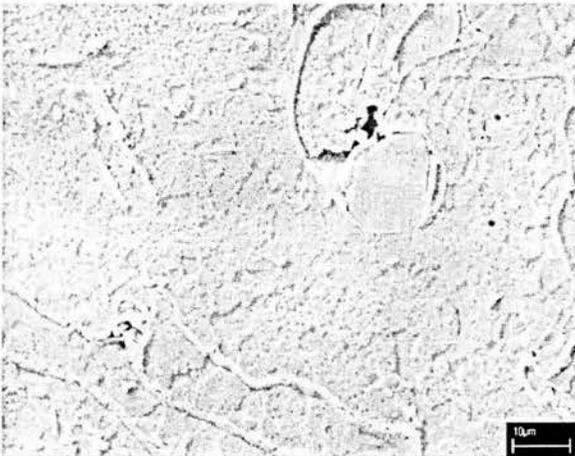


Figura 3.50

Foto micrografía que muestra la parte inferior de la capa o base, en la dirección longitudinal, tomada a 4KX.

La micro estructura, muestran gotas delineadas por los límites y granos relativamente finos, con un tamaño promedio de  $4.53 \mu\text{m}$ .

### 3.7 Difracción de rayos X.

Por medio de la técnica de difracción de rayos X, se determinaron las fases presentes y la textura en las capas de zinc fabricadas por rociado térmico de flama. La figura 3.51 corresponde a los difractogramas de una capa de zinc

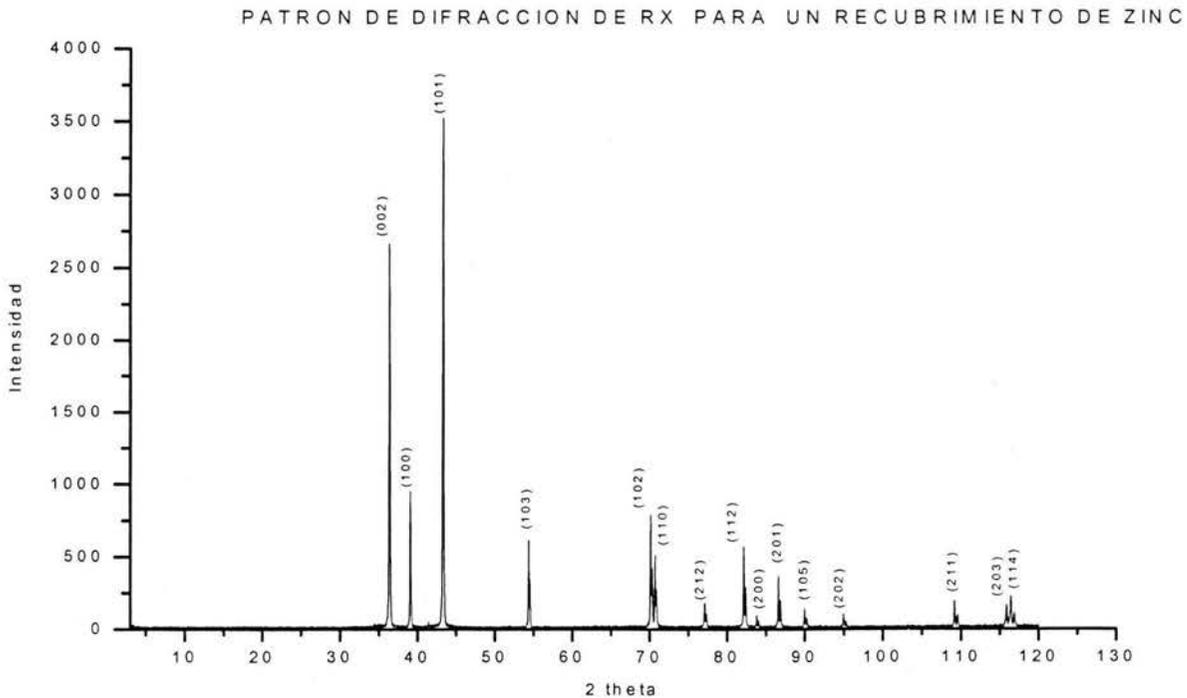
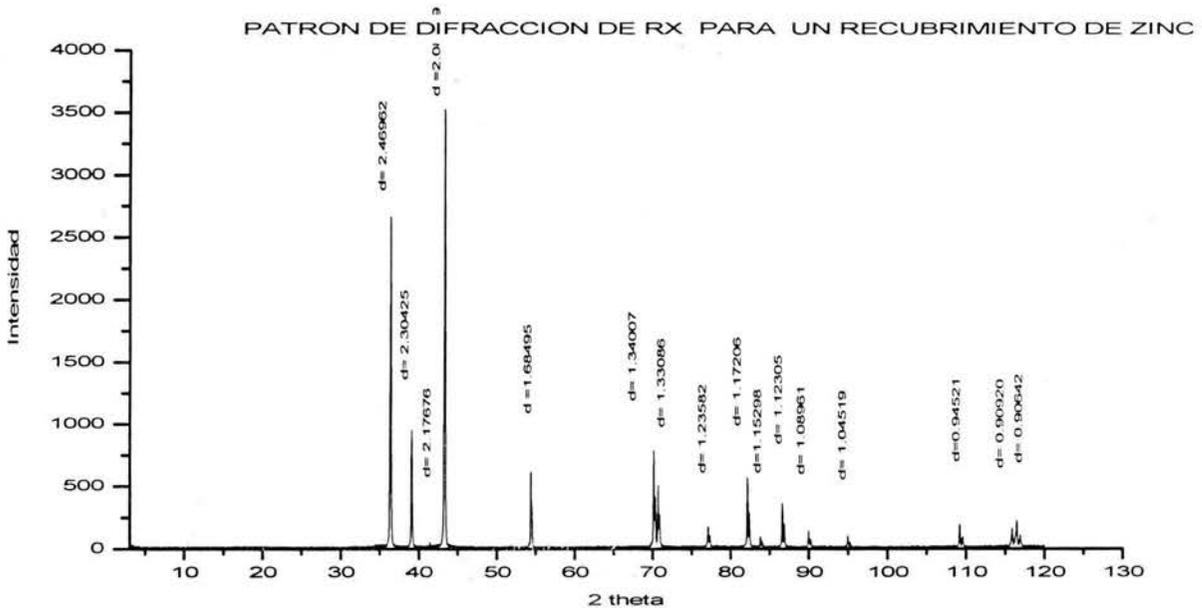


Figura 3.51 Difractogramas de rayos X de una capa de zinc.

Tabla 3.4 Valores experimentales de rayos X, de una capa de zinc fabricada por rociado térmico de flama.

Angulo 2θ	Valor d (angstroms)	Intensidad	% intensidad
36.349	2.46962	2557	78
39.059	2.30425	896	27.5
41.449	2.17676	40.5	1.2
43.300	2.08789	3256	100
54.409	1.68495	532	16.3
70.174	1.34007	540	16.6
70.732	1.33086	374	11.5
77.116	1.23582	168	5.1
82.176	1.17206	485	14.9
83.840	1.15298	83	2.5
86.613	1.12305	324	10
89.975	1.08961	115	3.5
94.952	1.04519	87.5	2.7
109.165	0.94521	170	5.2
115.824	0.90920	154	4.7
<b>116.386</b>	<b>0.90642</b>	<b>216</b>	<b>6.6</b>

Tabla 3.5 de Valores de rayos X, de zinc estándar de acuerdo con la ficha JCPDS 04 -0831.

Valor d (angstroms)	% intensidad	h k l
2.473	53	0 0 2
2.308	40	1 0 0
2.091	100	1 0 1
1.687	28	1 0 2
1.342	25	1 0 3
1.332	21	1 1 0
1.237	2	0 0 4
1.1729	23	1 1 2
1.1538	5	2 0 0
1.1236	17	2 0 1
1.0901	3	1 0 4
1.0456	5	2 0 2
0.9454	8	2 0 3
0.9093	6	1 0 5
0.9064	11	1 1 4
0.8722	5	2 1 0
0.8589	9	2 1 1
0.8437	2	2 0 4
0.8245	1	0 0 6
<b>0.8225</b>	<b>9</b>	<b>2 1 2</b>

De acuerdo con los valores obtenidos de intensidad vs. ángulo 2θ, en el patrón de difracción de Rx mostrados en la figura 3.51, existen dos fases: zinc puro y su óxido ZnO. También se observa un cambio en la intensidad de todos los picos si se compara el patrón experimental con el estándar (tablas 3.4 y 3.5); los picos correspondientes a los planos (101) y (002) aumentaron su intensidad de acuerdo al estándar, lo que significa que estos planos se orientaron y el resto de los planos disminuyeron su intensidad de acuerdo al patrón estándar, lo que significa que se desorientaron.

## ANÁLISIS DE RESULTADOS.

### 1) Parámetros del proceso de rociado a partir del principio rociado de flama.

#### Etapas de rociado.

En estudios relacionados con las etapas de rociado, Flar y Fesko han sugerido que la atomización convencional de un metal fundido consiste de cinco estados [18].

Los resultados obtenidos en el presente trabajo, los estados del proceso de rociado de flama se ilustran en la siguiente figura 4.1.

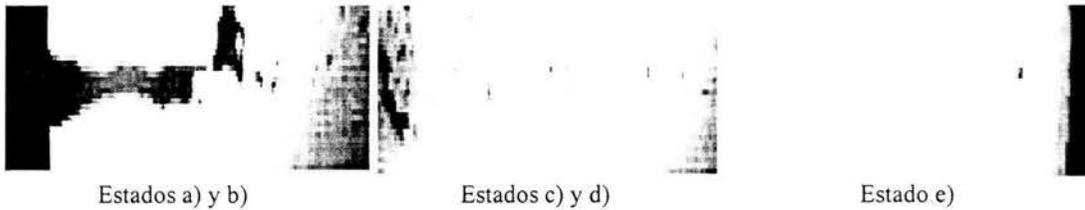


Figura 4.1 Estados generados durante el rociado de flama

En el estado a), se forman olas u ondas como resultado de los disturbios iniciales que están presentes sobre la superficie del líquido, generados por la variación de la presión de aire sobre la interfase gas – líquido.

En el estado b), el crecimiento en amplitud de las olas alcanza un valor crítico. En este estado proporciones de fragmentos grandes se encuentran en el volumen de zinc líquido. El rompimiento del volumen líquido es producto de la diferencia de velocidad entre el líquido y el gas circundante.

En el estado c) los fragmentos generados en el líquido durante el estado b) llegan a ser inestables y las gotas son formadas por la subsiguiente desintegración de los fragmentos. Sin embargo ha sido propuesto que la formación de las gotas durante el estado c) también pueden ser generadas a partir de gotas grandes que alcanzan un valor crítico.

En el estado d) las gotas que son más grandes que el tamaño crítico experimentan una gran deformación y estallan en gotas de tamaño pequeño, formando nuevas gotas. Este particular estado es también llamado atomización secundaria.

El estado e) donde ocurren colisiones entre gotas, según Fescko, no se pudo visualizar.

Las etapas de rociado revisadas en la literatura, se asemejan a las obtenidas en el presente trabajo, no existen estudios previos sobre el rociado de flama.

#### Velocidades de alimentación del alambre.

Con un control en la velocidad de alimentación, se puede conseguir que el flujo de metal rociado sea lo mas continuo posible. Al variar las velocidades de alimentación del alambre, se modifica el flujo, aumentándolo o disminuyéndolo.

La velocidad de alimentación óptima para alambre de zinc (1/8") corresponde a 4.25 cm/s, velocidades de alimentación menores, por ejemplo, 0.074 cm/s, genera una gran interrupción en el flujo de 0.0125 s, por otra parte a velocidades mayores de alimentación, el alambre sale de la boquilla por lo menos 5 cm, se dobla y la punta pierde contacto con la flama.

La velocidad de alimentación de 2.4 cm/s para el alambre de aleación de aluminio (4043), genera una ligera variación en el flujo, esta velocidad mantiene al flujo constante, mientras que la velocidad de 0.074 cm/s, genera la mayor discontinuidad en el flujo. A velocidades de alimentación mayores, el alambre sale de la boquilla impidiendo que la flama funda la punta de manera eficiente.

### Velocidad de las partículas.

De los resultados obtenidos solo se han estimado las velocidades de fragmentos de diversos tamaños a la salida de la pistola, se hicieron seguimientos de las velocidades en distancias cortas de 1cm, registradas por las fotografías tomadas a 8000 cuadros por segundo, 0.000125s entre cada fotografía. No fue posible determinar la velocidad de los fragmentos y gotas a distancias mayores de 4 cm desde la salida de la boquilla, porque se aceleran y la cámara no alcanza a detectarlos, además de la gran dificultad para enfocar. Sin embargo los valores obtenidos permiten conocer la magnitud de los valores de velocidad producidos por la pistola de rociado de flama.

En los valores registrados para el zinc se encontró un fragmento de tamaño 2.65 mm, desplazándose a una velocidad de 11.52 m/s, mientras que en los valores registrados en aluminio encontramos un fragmento con tamaño de 0.18mm, desplazándose a una velocidad de 28.8 m/s.

Por lo tanto cada gota es acelerada desde un punto a una velocidad, la cual disminuye con el aumento del tamaño de la gota.

Para determinar con mayor detalle y exactitud la velocidad de las gotas es conveniente utilizar la técnica experimental LDA (anemometría doppler láser), es generalmente preferida como resultado de una gran resolución y habilidad para medir velocidades de gas y gotas simultáneamente.

### Morfología de las gotas.

Para caracterizar la colección de las gotas, de cada muestra recolectada, se tomaron fotografías a un aumento de 50X, en ellas se observa que las gotas tienen una morfología irregular. De acuerdo a Klar y Fescko [18], la clasificación de la morfología de las gotas recolectadas corresponde a una combinación de membranas primarias (que se observan en forma de hojuelas) y de gotas en forma de ligamentos. En todas las muestras se presentan similares morfologías, solo se modifica el tamaño de las gotas.

### Tamaño de las gotas

Se midió un gran número de gotas en cada uno de los experimentos y se utilizó una distribución gaussiana, para obtener el valor promedio de las gotas (valor más representativo), la mediana y la moda, parámetros que se usan para caracterizar la distribución del tamaño de las gotas.

Los tres gases del proceso de rociado de flama; aire comprimido (principal gas de propulsión), oxígeno y acetileno, estos últimos, aunque son la fuente de calor, también son parte de la presión total de atomización.

Al variar la presión de oxígeno se modificó el tamaño de la gota, de los resultados obtenidos el mayor tamaño de gota (0.370 mm) se obtuvo con una presión de  $3.4 \times 10^5$  Pa y el menor tamaño de la gota (0.21 mm) se obtuvo con una presión de  $7.4 \times 10^5$  Pa. Se pueden variar aun más el tamaño de las gotas si se aumentan o disminuyen los flujos de gas.

La variación del tamaño de las gotas ha sido estudiada por numerosos investigadores, han encontrado que el aumento de la presión de atomización, manteniendo algunas variables constantes, el tamaño de las gotas disminuye. La ecuación 1.2 relaciona la presión (P), la tensión superficial ( $\sigma$ ) y el tamaño de la gota (r).

La tensión superficial aumenta la presión dentro de un pequeño chorro líquido o dentro de una gota. Para una pequeña gota esférica de radio r, la presión interna p es necesaria para balancear la fuerza de tensión debida a la tensión superficial [16].

$$P = \frac{2\sigma}{r} ; r = \frac{2\sigma}{P} \dots 1.2$$

Al aumentar los flujos de oxígeno y acetileno, aumentan las presiones de los gases y la temperatura de la flama, por lo tanto el radio de la gota disminuye a presiones grandes y baja tensión superficial, que es afectada también por la temperatura de la flama.

Los parámetros obtenidos a partir del principio del proceso de rociado de flama tienen una gran importancia desde el punto de vista tecnológico, permiten optimizar el proceso, conocer los alcances y limitaciones.

## 2) Diagnóstico de las capas de zinc rociadas.

### Adherencia

Se fabricaron las probetas de tensión, de acuerdo a la norma ASTM (C633 -79) para medir la adhesión de las capas de zinc. El diagnóstico que se hizo para determinar la adherencia, consistió en determinar la adhesión en función de la distancia de rociado y del espesor de las capas. Los resultados obtenidos muestran que al variar la distancia de rociado, manteniendo constantes el espesor y la rugosidad, los valores se encuentran entre 2 -2.5 MPa, no hay un cambio significativo.

Sin embargo, variando el espesor de las capas, manteniendo la distancia de rociado (25 cm) y la rugosidad constantes, existe un cambio significativo en la adhesión entre el espesor más delgado y el más grueso. La mayor adhesión se obtuvo con un espesor de 0.05 mm y la menor adhesión con espesor de 0.6 mm, obteniéndose 4.2 MPa y 2 Mpa respectivamente.

En estudios anteriores [58,59], se especula que la fuerza de adherencia es función del espesor de la capa. Cuando las gotas golpean el sustrato, se enfrían rápidamente y solidifican, se generan esfuerzos de tensión dentro de la gota y esfuerzos de compresión en la superficie del sustrato. En espesores muy grandes, los esfuerzos de tensión exceden la fuerza de enlace y la capa se desprende del sustrato [49].

La posición 3 en la tabla 4.1, muestra el valor de adhesión de 5Mpa para recubrimientos de zinc fabricados por el proceso de rociado de flama, utilizando una rugosidad promedio, Ra, entre 7 -15  $\mu\text{m}$  del sustrato.

El máximo valor de adherencia que se logró obtener en este trabajo fue de 4.2 MPa, utilizando una rugosidad de 4.3  $\mu\text{m}$ . El valor reportado en la literatura se puede lograr de varias formas: variando la rugosidad, el espesor de las capas, evitando la porosidad en la interfase capa - sustrato con precalentamiento del sustrato.

Tabla 4.1 Valores de adherencia de capas rociadas sobre sustratos de acero.

N. de referencia	Material de alimentación	Características del sustrato			Proceso	Adherencia (Mpa)
		Material	Ra ( $\mu\text{m}$ )	Método de rugosidad		
1 Müller (1973)	Ti	Acero blando			Rociado de Arco E	35 -15
2 Müller	Ti	Acero grado herramienta			Rociado de Arco E	45 -8
3 Bardal	Zn	Acero St 52 - 2	7 -15	Arenado mecánico	Rociado de flama Para alambre	5

## Porosidad

### 1) Porosidad en una preforma de forma de campana.

Para determinar la porosidad que genera este proceso de rociado térmico de flama, se hizo una preforma con una base semicircular y forma de campana, generada por la boquilla redonda de la pistola, manteniendo la pistola fija perpendicular a la superficie de depositación durante la atomización.

Para una forma de campana, la distribución de porosidad puede ser caracterizada por la medida de la densidad a lo largo del diámetro de la capa y a lo largo de la línea central de la capa.

Se supuso que la porosidad tiene el mismo comportamiento a lo largo del diámetro de la preforma, solo se determinó la porosidad en la distancia radial de aproximadamente 6.5 cm. Para lograr esta preforma se utilizaron presiones de gases de  $5.3 \times 10^5$ ,  $3.1 \times 10^5$  y  $4.8 \times 10^5$  Pa, para oxígeno, acetileno y aire comprimido, respectivamente, a una distancia de rociado de 45cm. Modificando alguno de los parámetro anteriores se pueden generar cambios significativos en la porosidad.

Los resultados muestran que a 1.5 cm desde el centro la pistola genera la menor porosidad (4.6%), con tamaño promedio de poros de 0.066 mm,  $0.0047 \text{ mm}^2$ , la mayor porosidad en el centro y la periferia de la preforma, con 8 y 6.8% respectivamente. En promedio se tiene un 5.76% de porosidad, este valor se encuentra por debajo de porosidad que se registra en la literatura con valores de 10 -15%.

### Porosidad como función de la distancia de rociado.

Se han sugerido tres mecanismos distintos responsables de la formación, la distribución, el tamaño y la localización de los poros, dos de los más importantes son: a) gas atrapado, b) porosidad intersticial. Se ha sugerido que la formación de poros de gas se facilita por una excesiva cantidad de fase líquida durante el rociado [60-65].

La mayor cantidad de poros que se observan en los materiales depositados son poros intersticiales. Porosidad generada como resultado de un incompleto llenado de los intersticios entre el sólido y/o solidificación parcial de las gotas, este tipo de poros están presentes en los límites de las gotas y límites de grano y exhiben una morfología irregular.

En fotografías obtenidas por SEM, se muestra la morfología de poros generados al variar la distancia de rociado; poros de gas y en mayor cantidad y tamaño poros intersticiales.

La capa con menor cantidad poros intersticiales corresponde a la rociada a 20 cm, las gotas deformadas se encuentran bien distribuidas, con poros intersticiales en la parte superior de la capa, sin embargo esta capa es la que presenta mayor cantidad de poros de gas, con tamaño promedio de  $12 \mu\text{m}$ .

La capa rociada a 30 cm no solo presenta poros grandes de gas con tamaño promedio de  $27 \mu\text{m}$ , sino también presenta zonas de poros intersticiales grandes con tamaño promedio de  $38 \mu\text{m}$ .

Las capas rociadas a 40 y 50 cm presentan una mínima cantidad de poros de gas con tamaños de  $9 -12 \mu\text{m}$ , estas capas presentan porosidades intersticiales con tamaño promedio entre  $32$  y  $34 \mu\text{m}$ . En las fotomicrografías se observa el cambio en la morfología de las gotas deformadas en las capas al aumentar la distancia de rociado. A distancias cortas (20 cm) se tiene una capa homogénea de gotas deformadas con poros de gas atrapados por la gran cantidad de líquido en las gotas.

Con aumento en la distancia de rociado, se observan gotas con mayor grado de solidificación y menor deformación, generando capas con poros intersticiales entre los límites de las gotas y disminuyendo la porosidad por gas atrapado.

De acuerdo a los resultados, la mejor distancia de rociado para recubrimientos de zinc, se encuentra entre 20 -25cm, a esta distancia se evita una gran cantidad de porosidad intersticial que es de mayor tamaño que los poros de gas y además se tiene una mayor homogeneidad de las capas. Estos resultados pueden variar si se modifica la cantidad de los gases.

En trabajos relacionados con estos resultados, Annavarapu y Doherty [66,67], en un estudio realizado en capas de Cu-6 wt%Ti, notaron que la cantidad de porosidad fue la mas baja a una distancia intermedia de vuelo de 375 mm, un aumento y decrecimiento de la distancia relativa de estos valores llevan a un aumento en la porosidad.

Ellos argumentan que cuando la distancia de vuelo es pequeña hay una excesiva cantidad de líquido y la formación de poros de gas se facilita, mientras que cuando la distancia de vuelo es grande, hay una inadecuada cantidad de líquido y la formación de poros intersticiales se facilita. Por lo tanto, la porosidad puede ser reducida controlando la cantidad de líquido durante la depositación.

### **Microestructura.**

En estudios anteriores se ha establecido que la variación de la microestructura a través del espesor de materiales depositados, generalmente hay dos regiones diferentes: región cercana al sustrato, siempre hay una zona fría (zona de transición) donde la microestructura varia con la distancia del sustrato y la región lejos del sustrato, donde la microestructura permanece relativamente sin cambios.

En el presente trabajo, se analizaron tres zonas diferentes a través del espesor, la parte inferior, central y superior, con el objeto de determinar la posible variación de la microestructura. La microestructura esta constituida principalmente por granos columnares y de una mínima cantidad de granos equiaxiales. El análisis del proceso de solidificación es el siguiente:

Después de la deformación de las gotas líquidas tiene lugar el proceso de solidificación. Bajo estas condiciones el proceso de solidificación comienza en la interfase entre la gota y el sustrato (o sobre la capa previamente depositada), esta interfase actúa como centro de nucleación del líquido. La nucleación es heterogénea y la solidificación se efectúa rápidamente hacia la cima de la gota deformada (la velocidad de solidificación calculada por diferentes autores es de 10 cm/s, a 50 cm/s)

La temperatura del líquido residual aumenta debido la liberación del calor latente de fusión (efecto de recalcencia). En tales condiciones la solidificación produce la estructura columnar.

Los tamaños de grano columnares en las tres zonas son de  $11.37\ \mu\text{m}$ ,  $10.16\ \mu\text{m}$  y  $11.21\ \mu\text{m}$ , zonas inferior, central y superior, respectivamente. Los tamaños de grano equiaxiales en las tres zonas son de  $5.18\ \mu\text{m}$ ,  $5.20\ \mu\text{m}$  y  $5.06\ \mu\text{m}$ , zonas inferior, central y superior, respectivamente. No existe un cambio significativo en el tamaño de grano en la microestructura en todo el espesor.

Se han hecho numerosos experimentos de depositación usando diferentes materiales bajo diferentes condiciones de proceso, el tamaño promedio de los granos equiaxiales caen principalmente dentro del rango de 10 a  $50\ \mu\text{m}$ , raramente alcanzan las  $100\ \mu\text{m}$ . Estas observaciones sugieren que hay un mecanismo universal que gobierna la evolución de la microestructura durante la depositación.

El enfriamiento de líquido es un proceso rápido, los cristales crecen en algunos materiales en una dirección preferencial. Así, teniendo en cuenta la formación de estructura columnar con ejes de las columnas perpendiculares al sustrato, se tiene una orientación cristalográfica preferencial (textura). De acuerdo al patrón de difracción de RX (figura 3.), la estructura columnar que presenta la capa de zinc tiene una orientación preferencial de los planos (101). El patrón de difracción de RX y el análisis químico de la capa confirman la presencia de óxido de zinc (ZnO) y una ligera contaminación de aluminio. La formación del óxido de zinc puede ser por la combinación de los productos de combustión y el oxígeno del aire de rociado con el metal líquido.

---

## CONCLUSIONES.

En este trabajo se encontraron los parámetros más adecuados para los recubrimientos de zinc, depositados en sustratos de acero X56. La obtención de estos parámetros se hizo tomando en cuenta las técnicas, procedimientos, resultados experimentales y teóricos presentados por una gran cantidad de investigadores.

En base a los objetivos planteados y la discusión de resultados se concluye lo siguiente:

-La velocidad de alimentación más apropiada para alambre de zinc es de 4.25 cm/s, mientras que para la aleación de aluminio (4043) es de 2.4 cm/s, a estas velocidades de alimentación se generan los flujos de rociado más continuos.

- Se estimaron las velocidades aproximadas de fragmentos líquidos únicamente a la salida de la boquilla. Los fragmentos más grandes se desplazan más lentamente: un fragmento de tamaño 2.65mm, se desplaza a una velocidad de 11.52 m/s, mientras que un fragmento con tamaño de 0.18mm, lleva una velocidad de 28.8 m/s. Captar partículas más pequeñas y obtener un perfil de velocidades a lo largo de toda la trayectoria de vuelo, requiere de un instrumento de mayor velocidad.

- Al variar la presión de los gases se varía el tamaño de las gotas: con aumento en la presión se disminuye el tamaño de las gotas y con disminución de la presión aumenta el tamaño de las mismas. De los resultados, la menor presión total de gases generó un tamaño de gota de 0.370 mm (con  $3.1 \times 10^5$  Pa de acetileno y  $3.4 \times 10^5$  Pa de oxígeno) y la mayor presión total de gases generó un tamaño de gota de 0.138 mm (con  $5.3 \times 10^5$  Pa de oxígeno y  $4.48 \times 10^5$  Pa de acetileno). La presión de rociado es el parámetro más crítico que afecta la distribución del tamaño de las gotas.

- Al variar la distancia de rociado, manteniendo constantes: el espesor de la capa, la rugosidad del sustrato, el tamaño de las gotas, la presión de los gases; los valores de adhesión se encuentran en un intervalo de 2 -2.5 MPa, no hay un cambio significativo, mientras que al variar el espesor manteniendo constante la distancia de rociado, se tuvo una mayor adhesión a espesores de 0.05 mm., mientras que la menor adhesión fue para 0.6 mm. Por lo tanto, con espesores delgados se obtiene mayor adherencia.

- La mejor distancia de rociado para una capa de zinc sobre acero (X56) fue a 20 cm (con tamaño de gota 0.23 mm), aunque a esta distancia se tiene la mayor cantidad de poros pequeños de gas ( $12 \mu\text{m}$ ), es la que presenta menor porosidad intersticial y mayor compactación. La distancia de rociado puede ser variada al cambiar el tamaño de las gotas, controlando la cantidad de fases sólidas y líquidas.

- La microestructura de la capa de zinc analizada en tres regiones a través del espesor, no se observan cambios significativos, la microestructura está constituida principalmente por granos columnares y de una mínima cantidad de granos equiaxiales. Los tamaños de los granos columnares en las tres zonas son de  $11.37 \mu\text{m}$ ,  $10.16 \mu\text{m}$  y  $11.21 \mu\text{m}$ , inferior, central y superior, respectivamente.

## **Recomendaciones.**

Es indispensable que el equipo de rociado de flama tenga una cabina, en la zona de rociado, con un mecanismo de sujeción de las muestras que se depositaran, tener un mayor control de los gases y polvos producidos por la combustión de los gases y de los materiales fundidos.

Automatizar el movimiento de la pistola, para obtener recubrimientos de mayores tolerancias y más homogéneos.

Fabricar un molde permanente y diseñar un horno vertical para la obtención de varillas de 1/8" y 3/16" (tamaños de la entrada trasera de la pistola) de los materiales que se deseen depositar, que normalmente no se encuentran disponibles comercialmente.

Realizar pruebas de rociado, variando parámetros que generan una mayor adhesión, como la de variar la rugosidad con arenado mecánico con tamaños de arena mayores de malla 73 recalentar las probetas antes de rociar para minimizar la porosidad intersticial entre el substrato- deposito.

Medir la velocidad de las gotas, utilizando técnicas como LDA (laser doppler anemometry), y obtener un perfil de velocidad a lo largo de la trayectoria de vuelo de las gotas.

---

**REFERENCIAS.**

- [1] Schoop, M.U., U.S. Patent 1, 100, 602 (June 16, 1914)
- [2] Morf, E., U.S. Patent 1, 100, 602 (June 16, 1914)
- [3] Thermal Spraying, Welding Handbook, capitulo 29, American Welding Society, Miami 1973.
- [4] Thermal Spray Coatings, Metals Handbook, volumen 5, American Society, for metals, pp.361-371.
- [5] Lech Pawlowski, "The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings", John Wiley and Sons, New York, 1995, pp 1- 159.
- [6] E. Lugscheider, Technica 1992, 9, 19.
- [7] Thermal Plasma Applications in Materials and Metallurgical Processing, 1-5 March 1992, San Diego, California, USA, at the 121 st TMS Annual Meeting.
- [8] Spray Handbook , Vol I – II-III, Metco, Inc., Westbury, Ny.
- [9] Richard Halldearn, TWI World Centre for Metals Joining Technology, January 2001)  
( [www. Twi.co.uk/j32k/protected/band\\_3/ksrdh001.htm](http://www.Twi.co.uk/j32k/protected/band_3/ksrdh001.htm)).
- [10] [www. sulzer metco inc.com](http://www.sulzermetcoinc.com).
- [11] Poorman, R.M., Sargent, H.B. y Lamprey, H. (to Union Carbide Corps) U.S. Patents 2, 714, 563 (Aug, 2, 1955).
- [12] Larry Jeffus, Harol V. Johnson, Welding Principles and Aplications, Edit. Delmar, USA 1988, PP 34 – 40.
- [13] Robert B. Heimann, Plasma – Spray Coating, Editorial VCH, NY, USA.1995
- [14] Enrique J. Lavernia, Spray Atomization and Deposition, John wiley, New York, USA. 1996
- [15] N.A. Chigier (1991) Procceding ICLASS -91, 15 -18 July 1991, National Institute of Standards and Technology, US Dept of Commerce, Gaithersburg, Maryland, p.1.
- [16] Victor L. Streeter, Mecánica de los fluidos (tercera edición), Editorial Mc Graw Hill, México 1987, pp3-18.
- [17] N. Dombrowsky y W.Johns (1963) Chem. Eng.Sci., 18, 203.
- [18] E. Klar y J.W. Fesco, 1984, Powder Metallurgy, Metals Handbook, Vol 7, 9<sup>th</sup> edn, American Society For Metals, Materials Park Ohio, pp 25.
- [19] C. Orr, Jr (1961) Particulate Tech., MacMillan Co., N.Y.

- 
- [20] W.R. Lane (1951) *Ind. Eng. Chem*, 43 (6), 1312.
- [21] R.H. Magarvey y B.W. Taylor (1956) *J. Appl. Phys.*, 27, 1129.
- [22] J.O. Hinze (1948) *Appl. Sci. Res.*, A1, 273
- [23] Burns and Bradley, *Protective Coatings for Metals*, Third edition, Edit. American Chemical Society, Monograph Series, New York, 1998.
- [24] Andrew J. Yule y John J. Dunkley, "Atomization of Melts For Powder Production and Spray Deposition", Series editors, J.R. Crokal, Oxford, 1994, pp 15 – 45.
- [25] S.L. Shinde y G.S. Tenkoldar (1977) *Powder Metall. Int.*, 9(2), 180
- [26] J.B. See, J.C. Rankle and T.B. King (1973) *Metall. Trans. A*, 4A, 2669.
- [27] I.E. Anderson, R.S. Figliola and H. Morton (1991) *Mater. Sci. Eng.*, A148, 101.
- [28] M.J. Couper and F. Singer (1984) *Proceeding of the 5<sup>th</sup> International Conference on Rapidly Quenched Metals*, North Holland.
- [29] J.S. Thompson, 1948, *J. Inst. Metal*, 74, 101
- [30] M.A. Weiss and C.H. Worsham (1959) *ARS Journal*, 30, 252.
- [31] E.J. Lavernia (1989) *Int. J. Rapid Solid.*, 5, 47.
- [32] S. Annavarapu, D. Apelian y A. Lawley (1998) *Metall. Trans. A*, 19<sup>a</sup>, 3077.
- [33] M. Gupta, F. A. Mohamed y E.J. Lavernia (1991) *Mater. Sci. Eng.*, A132, 119.
- [34] E.J. Lavernia, J. Baram y E. Gutierrez (1991) *Mater. Sci. Eng.*, A132, 119.
- [35] X. Liang, H. K. Kim, J.C. Earthman and E.J. Lavernia (1992) *Mater. Sci. Eng.*, A153, 646.
- [36] R.G. Brooks, A. G. Leatham, J.S. Coombs and C. Moore (1977) *Metall. Metal Form.*, 44, 157.
- [37] A. Lawley (1977) *Powder Metall. And Powder Tech.*, 13, 168.
- [38] A.G. Gillen y B. Cantor (1985) *Acta Metall.*, 33, 1813.
- [39] E. Gutierrez – Miravete, E.J. Lavernia, G. M. Trapaga (1989) *Metall. Trans. A*, 20A, 71.
- [40] M. Gupta, F. A. Mohamed and E.J. Lavernia (1992) *Metall. Trans. A*, 23A, 831.
- [41] H. Liu, R. H. Rancel y E.J. Lavernia (1994) *Acta Metall. Mater.*, 42, 3277.
- [42] P.S. Grant, B. Cantor y L. Katgerman (1993) *Acta Metall. Mater.*, 41, 3097.

- 
- [43] P. Mathur, D. Apelian y A. Lawley (1989) *Acta Metall.*, 37, 429.
- [44] P.S. Grant y B. Cantor (1991) *Cast Metals*, 4, 140.
- [45] J. Liu, L. Arnberg y N. Backstrom (1988) *Mater. Sci. Eng.*, 98,43.
- [46] C.P. Chen, H. M. Shang y Y. Jiang (1992) *Int. J. Numer. Meth. Fluids*, 15, 233.
- [47] J. Szekely (1979) *Fluid flow Phenomena in Metals Processing*, Academia Press, New York.
- [48] P.S. Grant, B. Cantor y L. Katgerman (1993) *Acta Metall. Mater.*, 42, 3277.
- [49] [www. Gordonengland.co.uk/xcws.htm](http://www.Gordonengland.co.uk/xcws.htm) (Combustion wire thermal spraying process).
- [50] Barret y Masalsky, *Structure of Metals*, Edit. Mac Graw Hill, New York 1967, pp 193.
- [51] *Science of Advanced Materials*. A collection of papers presented at an ASM Materials Science Seminar held during the word Materials Congress, 26 -29, September 1988, Chicago Illinois, USA, (H . Wiedersich and M Meshii, eds.), ASM International, Materials Park, Ohio.
- [52] *Plasma Jet Technology, Technology Survey*, NASA SP -5033 (Eds.P.R. Dennis, C.R. Smith., NASA, Washington, DC, USA, October 1965, pp42.
- [53] H. D. Steffens y K. N. Muller, *Adhsion* 1972, 2, 34.
- [54] D. Davis y J.A. Whittaker, *Metall. Rev.* 1967, 12, 15.
- [55] *Standard Test Method for Adhesion or Cohesive Strenght of flame Sprayed Coatings*, ASTM, Designation C633 -79. *Annual Book of ASTM Standart*, Part 17, ASTM, Philadelphia, PA, USA, 1982, P. 636.
- [56] W. Milewsky, *Proc. TS 93, Aachen 1993*, DVS 152, 258.
- [57] C.C. Berndt, *Advances in thermal Spraying*, Proc. ITSC 1986, *Welding Inst. Of Canada*, pp. 149.
- [58] E.A. Ollard, *Trans. Faraday Soc.* 1925, 21, 81
- [59] S. Yu. Sharivker, *Porosh. Metall.* 1967, 6(54), 70; *Sov. Powder Met. Metl Ceram.* 1967, 483.
- [60] H.C. Fieder, T.F Sawyer, R.W. Kopp and A.G. Leatham 81987) *JOM*, 39 (8), 28.
- [61] R.H. Bricknell (1986) *Metall. Trans. A*, 17A, 583
- [62] H. Liu, E.J. Lavernia and R.H Rangel (1993) *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 26, 1900.
- [63] H. Liu, E.J. Lavernia and R.H Rangel (1993) *J. Thermal Spray Tech.*, 2, 369.

- 
- [64] E.J.Lavernia, T. Ando and N.J. Grant (1986) *Rapidly Solidified Materials*, (P.lee and R. Carbonara, eds.), Ohio, p.29.
- [65] A.R. E Singer (1970) *Met. And Mater.*, 4, 246.
- [66] S. Annavarapu and R. Doherty (1993) *Int. J. Powder Metall.*, 29, 331.
- [67] S. Annavarapu, D. Applian and A. Lawley (1988) *Metall. Trans. A*, 19A, 3077.
- [68] E.J. Lavernia (1989) *Int. J. Rapid Solid*, 5, 47.
- [69] E.J. Lavernia, J. Baram and E. Gutierrez (1991) *Mater. Sci. Eng.*, 132A, 119.
- [70] E. Gutierrez – Miravete, E.J. Lavernia, G.M Trapaga and J. Szekely (1988) *Int. J Rapid. Solid.*, 4, 125.
- [71] S. Annavarapu, D. Apelian and A. Lawley (1990) *Metall. Trans. A*, 21A, 3237.
- [72] Mathur, S. Annavarapu, D. Apelian and A. Lawley (1991) *Mater. Sci. Eng.*, 142A, 261.
- [73] X. Liang, J.C. Earthman and E.J. Lavernia (1992) *Acta Metall. Mater.*, 40, 3003.
- [74] P.S. Grant, W. T. Kim and B. Cantor (1991) *Mater. Sci. Eng.*, A134, 1111.