

FISURACION EN RECUBRIMIENTOS MULTICAPA SOBRE ACEROS ESTRUCTURALES REALIZADOS POR TECNICAS DE PLASMA**Sánchez, L.; Gutiérrez-Solana, F.; González, J.J. y Alvarez, J.A.**

Departamento de Ciencia e Ingeniería de la Tierra, el Terreno y los Materiales. E.T.S. Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. UNIVERSIDAD DE CANTABRIA. Avda. de los Castros s/n 39005, Santander. España.

Resumen.- En este trabajo se hace un estudio del efecto del número de capas sobre la adherencia y sobre la fisuración por deformación en un recubrimiento metálico multicapa, realizado mediante proyección térmica por plasma, en un acero estructural. El trabajo establece conclusiones sobre la influencia de la composición del recubrimiento en la susceptibilidad a la fisuración por deformación y su relación con la pérdida de adherencia entre las capas y el material base. El análisis realizado señala alguna de las variables con un alto efecto sobre dicha pérdida de adherencia, tales como el tratamiento superficial del material base y las altas temperaturas alcanzadas en la deposición por plasma.

Abstract.- This work covers the effect of number of layers, in a multilayer metallic coating by plasma deposition in a plain carbon steel, on the adherence and cracking by deformation. The work established conclusions on the influence of coating composition on cracking susceptibility by deformation, and its relationship with lost of bonding among layers and steel. The analysis done pointed out some of the variables with a higher effect on this relationship as surface treatment on base material and high temperatures obtained at plasma deposition.

1. INTRODUCCION Y OBJETIVOS

Para evitar la erosión-corrosión en tuberías de acero al carbono, se ha recurrido a un método de metalizado interno por plasma [1] de las mismas mediante tres capas de diferente naturaleza; en concreto, la primera se trata de una aleación 95%Ni-Al-Mn, de unos 70 μm de espesor, cuya misión es evitar la corrosión dada la capacidad del Ni para formar capas cerradas [2]; la segunda capa es una aleación férrea con 11%Cr-6%Ni y un espesor del orden de 120 μm y por último una capa de una aleación también base Fe con 16%Cr-5%Ni-6%Mn de unos 120 μm de espesor; estas dos últimas capas serán las que den mejores propiedades mecánicas al sistema.

Previamente a la deposición de las capas la superficie se prepara con un chorreado de granalla de acero de 0.7 mm de diámetro que aporte un acabado adecuado, cuyo objetivo es la obtención de una buena adherencia.

En el marco de un estudio sobre este material, que pretende analizar la adherencia de las capas, y estudiar el efecto del proceso de proyección térmica por plasma sobre el material base, se han realizado ensayos de doblado [3] y observación y análisis de las superficies laterales y frontales mediante técnicas de microscopía electrónica de barrido y sonda de microanálisis [4] tanto antes como después de los ensayos mecánicos.

También se han realizado ensayos de microdureza para estudiar la evolución de la misma a lo largo del espesor de la muestra y una serie de microanálisis con el objeto de determinar la interdifusión.

El resultado de estos ensayos pone en evidencia la susceptibilidad del material recubierto a procesos de fisuración asociados a estados de deformación, cuyo alcance e incidencia sobre el comportamiento global del mismo es analizado en este trabajo.

2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

2.1. Material

El material recibido se concreta en tres muestras P1, P2 y P3 las cuales representan la primera, segunda y tercera fase del proceso de recubrimiento respectivamente. Así la muestra P1 sólo contiene la primera capa, la P2 la primera y segunda capa y la P3 el recubrimiento completo con las tres capas.

2.2. Corte

Se ha realizado un despiece de las muestras extrayendo de cada una de ellas una probeta de 100x20 y espesor 5 mm para realizar ensayos de doblado, y observar la adherencia de las capas, y una probeta para hacer microanálisis, metalografía, ver el espesor de las diferentes capas y estudiar la microdureza.

2.3. Microscopía electrónica y microanálisis sobre material según recepción

Inicialmente se ha realizado un estudio del acabado superficial que proporciona el metalizado, mostrándose como ejemplo significativo la superficie frontal de la muestra P1 (FOTO 1).

Posteriormente se ha estudiado la superficie, una vez pulida y atacada con Nital, de un corte realizado sobre las muestras para observar y analizar las diferentes capas de metalizado (FOTOS 2 a 4).

Paralelamente a ello se han realizado microanálisis globales del material de cada capa de metalizado, así como del material base, los cuales se recogen en la TABLA 1.

2.4. Ensayos de Doblado

Sobre las probetas preparadas para este ensayo se realizaron plegados hasta que se observó la aparición de grietas

superficiales. En el caso de la muestra P1 el ángulo final fue de casi 180° no apareciendo grietas observables a simple vista. En cambio en los casos de las muestras P2 y P3 las grietas aparecen a simple vista al realizar doblados de ángulo muy pequeño, menores en el caso de P3. Las macrografías de las FOTOS 5 y 6 muestran la posición final de doblado en las tres muestras ensayadas y las grietas superficiales aparecidas en la muestra P3, a modo de ejemplo.

2.5. Microscopía electrónica y microanálisis sobre el material tras los ensayos de doblado

Inicialmente se analizó el estado superficial de la muestra P1 que aparentemente no presentaba fisuración. Sin embargo la microscopía electrónica puso en evidencia la existencia de fisuras transversales separadas 0,5 mm entre sí. La FOTO 7 presenta una de estas grietas. En la zona interior de ellas se hizo un microanálisis cuyo resultado, alto contenido en Fe, justifica que la penetración de la grieta alcanza el material base.

La FOTO 8 corresponde a una micrografía obtenida de la superficie lateral de la pieza doblada observándose la profundidad de penetración de las grietas.

En las muestras P2 y P3 se observó la superficie lateral, apreciándose que la deformación debida al doblado en ocasiones hacía saltar las capas exteriores (FOTO 9 muestra P2) o presentaba separación de capas (FOTO 10 muestra P3). En todos los casos se aprecian fisuras que penetran perpendicularmente en el material base.

2.6. Ensayos de Microdureza

Para tratar de determinar el origen de las fisuras observadas en el material base se ha procedido a realizar de forma sistemática medidas de microdureza sobre las muestras P1 y P2, tanto en las capas metalizadas como en el material base, en función de la distancia a la superficie de separación. La TABLA 2 aporta los resultados obtenidos, apreciándose que la segunda capa no altera la situación establecida previamente en la intercara entre la primera y el material base.

Paralelamente se hizo un exhaustivo proceso de microanálisis para establecer la interdifusión existente entre capas y material base, y sus efectos sobre procesos de transformaciones térmicas no deseadas. La TABLA 3 recoge los resultados correspondientes.

3. ANALISIS DE RESULTADOS

El análisis de los datos de microdureza pone de manifiesto que las fisuraciones observadas no son debidas a un proceso de formación de zonas duras, afectadas térmicamente por el metalizado, en la superficie de contacto material base-capas 1, lo que es consistente con la escasa interdifusión observada en la zona por técnicas de microanálisis (TABLA 3). Los resultados de estos análisis muestran que la concentración de Níquel sólo alcanza el 0,8% a 5 μm de distancia de la intercara con la capa 1 en el material-base lo que no justifica una alteración sustancial en el comportamiento térmico y consecuentemente microestructural y mecánico de este acero al carbono.

Sin embargo los resultados de dureza ponen de manifiesto la existencia de un descenso importante en el comportamiento mecánico local del material base, en una banda próxima ($\approx 30 \mu\text{m}$) al borde, observándose una dureza de 80 Unidades Vickers en ella. Esto se puede asociar fundamentalmente a una falta de continuidad en el material, es decir, a presencia de macrodefectos originados en el tratamiento de acabado superficial del material base, por granallado, tal vez acentuado por el efecto de las altas temperaturas alcanzadas en el proceso de metalizado de la capa 1, lo cual concuerda con lo observado sistemáticamente en la microscopía realizada; la FOTO 11 es un ejemplo de ello.

Esta profundidad afectada de modo notorio por el proceso de granallado puede ser cuantificada en unas 30 μm en la observación SEM, y se caracteriza por presentar un aspecto de material totalmente fisurado y sin continuidad, de bajas propiedades mecánicas y descrita en la literatura previa como capa de Beilby [5].

Por debajo de esta banda se encuentra otra, cuya penetración alcanza al menos de 100 a 200 μm , en la que el comportamiento mecánico es inferior al del material base en su origen (160-170 frente a 230 Vickers), lo que puede ser debido a un recocado no deseado o a una descarburación local, o ambos procesos conjuntamente, como consecuencia del calentamiento producido sobre la superficie en el metalizado.

Las pequeñas grietas superficiales producidas en el doblado de casi 180° de la pieza P1 tienen una penetración media en el material base de unas 200 μm , lo cual las sitúa totalmente en las bandas descritas, afectadas por el granallado y por el proceso térmico. La detención de estas grietas en el material base sano, revela un excelente comportamiento del

mismo frente al doblado con entalladuras, desarrollando una plasticidad en el fondo de las mismas que se aprecia en la FOTO 8. Por otro lado se confirman las deficientes propiedades mecánicas de las zonas superficiales del mismo en cuanto a su poca ductilidad, además de la ya mencionada baja dureza. La excelente ductilidad y deformabilidad de la capa de níquel depositada en primer lugar hace que no haya despegue de ella sobre el material base a pesar de las deficientes condiciones superficiales del mismo tras el granallado.

Los fuertes agrietamientos observados tras ligeros doblados en las piezas P2 y P3 en que ya han sido depositadas las últimas capas del recubrimiento, pueden ser atribuidos en primera instancia a la baja deformabilidad de las citadas capas, formadas por aleaciones duras de cromo y hierro, cuya homogeneidad no es muy buena, tal como se observa en la FOTO 4, con una porosidad notoria pero con buena adherencia entre sí y con la capa 1 de níquel. El fenómeno de separación de capas observado en la FOTO 10 puede así explicarse por un problema de compatibilidad de deformaciones entre material base y recubrimiento, el cual al tener sus capas muy bien adheridas entre sí forman un solo cuerpo. Por el contrario, se observa una adherencia deficiente con el material base cuya preparación superficial perjudica notoriamente aquella. En los niveles de doblado poco severo, aparecen así grandes grietas en el recubrimiento, que inician su penetración en el material base y que provocan la rotura en forma de lascas o escamas del recubrimiento sobre la superficie de la pieza base. Esta tipología de rotura justifica la separación observada, fundamentalmente en el comportamiento general frente a problemas de adherencia de estos componentes.

4. CONCLUSIONES

El estudio efectuado permite establecer las siguientes conclusiones:

- La observación y experimentación a escala microscópica evidencian una falta de homogeneidad en una banda superficial del material base tras la realización de la primera metalización. Ello establece una zona local de discontinuidades, origen de las fisuras más acusadas tras la sollicitación mecánica, y de la separación final del recubrimiento.

- El tipo de tratamiento superficial rugoso y las altas temperaturas asociadas al proceso, son el origen de la situación local creada sobre la superficie del material base y las alteraciones más suaves encontradas en

zonas más profundas del mismo. El tratamiento superficial previo al proceso de recubrimiento cobra por tanto una importancia decisiva en el aprovechamiento adecuado del elemento.

- El recubrimiento establecido presenta una falta de ductilidad, observada a escala macroscópica para los recubrimientos de dos y tres capas y sólo a escala microscópica para el recubrimiento de una capa.

- Esta falta de ductilidad provoca pérdidas de recubrimiento y está asociada a fisuraciones tanto perpendiculares a las capas con penetración en el material base, como paralelas en las zonas de interfase o unión entre capas que evidencian falta de adherencia. Este último proceso cobra una gran importancia en los recubrimientos multicapa.

- La presencia de estas fisuras predice un comportamiento frágil del sistema y una pérdida de su capacidad protectora, lo que va a hacerlo susceptible a problemas de fisuración subcrítica.

5. REFERENCIAS

[1]. J.H.Clare and D.E.Crawmer, "Thermal Spray Coatings", ASM Metals Handbook, Ninth Edition, American Society for Metals, Metals Park (Ohio), 1982, Vol 5 pp. 361-374.

[2]. E.J. Kubel Jr., Advanced Materials & Processes, Vol 138, 6, 1990, pp. 24-32.

[3]. F.N.Mandigo, "Bending Ductility Test", ASM Metals Handbook, Ninth Edition, American Society for Metals, Metals Park (Ohio), 1985, Vol 8 pp. 125-131.

[4]. G.A.Blann, D.J.Diaz and J.A.Nelson, Advanced Materials & Processes, Vol 136, 6, 1989, pp. 31-36.

[5]. E.Julvé, "Control de Calidad en la Electrodeposición de Metales", Ed. Cedel, Barcelona, 1982.

TABLA 1: Microanálisis general del material base y de las capas 1, 2, 3 (% en peso)

	Fe	Cr	Ni	Al	Mn	Si
MATERIAL BASE	98.86	-	-	0.04	1.06	0.04
CAPA 1	1.37	-	96.21	0.52	1.73	0.17
CAPA 2	80.76	10.86	6.38	-	1.98	0.02
CAPA 3	74.15	15.87	4.54	0.02	5.41	0.01

TABLA 2: Resultados de microdurezas

	MUESTRA P1		MUESTRA P2	
	d (µm)*	Dureza Vickers	d (µm)*	Dureza Vickers
CAPA 1	-30	126	-40	130
BORDE	0	111	-	-
M. BASE	+30	81	-	-
M. BASE	+100	171	+100	185
M. BASE	-	-	+210	161
M. BASE	+270	231	+250	196
M. BASE	-	-	+460	233
M. BASE	+670	231	-	-

* d es la distancia medida desde la superficie de separación entre la capa 1 y el material base

TABLA 3: Resultados de los microanálisis realizados de forma sistemática sobre la muestra P2, para determinar la interdifusión de elementos entre capas y material base

DISTANCIA BORDE (µm)	MATERIAL	Fe	Ni	Cr	Al	Mn	Si
0	CAPA 2	87.67	0.42	11.81	0.02	0.08	0.01
10	CAPA 2	86.85	0.46	12.62	0.00	0.06	0.00
30	CAPA 2	86.86	0.31	12.70	0.05	0.03	0.05
50	CAPA 2	87.01	0.63	12.06	0.02	0.14	0.13
70	CAPA 2	88.20	0.34	11.37	0.03	0.00	0.05
90	CAPA 2	91.79	1.19	6.92	0.04	0.00	0.06
100	CAPA 1	2.10	95.72	0.11	0.11	1.59	0.37
120	CAPA 1	1.31	96.94	0.07	0.10	1.30	0.29
140	CAPA 1	1.27	96.21	0.08	0.23	1.73	0.48
160	CAPA 1	1.76	96.79	0.00	0.04	1.16	0.25
180	CAPA 1	6.63	91.68	0.09	0.02	1.27	0.30
190	CAPA 1	23.01	75.20	0.00	0.49	1.05	0.25
200	CAPA 1	46.64	37.02	0.17	9.38	1.37	5.43
205	CAPA 1	14.75	77.58	0.06	6.19	1.14	0.29
210	BASE	97.92	0.85	0.02	0.20	1.02	0.06
215	BASE	98.41	0.34	0.06	0.05	1.10	0.06
220	BASE	97.56	0.38	0.14	0.67	1.11	0.14
250	BASE	98.59	0.25	0.00	0.06	1.07	0.05
300	BASE	98.75	0.25	0.04	0.00	0.99	0.00
350	BASE	98.62	0.17	0.09	0.03	1.06	0.04
500	BASE	98.79	0.08	0.03	0.01	1.09	0.02
650	BASE	98.84	0.14	0.02	0.00	0.99	0.03
1000	BASE	98.55	0.18	0.00	0.38	1.21	0.05
1500	BASE	98.77	0.14	0.05	0.06	0.95	0.04

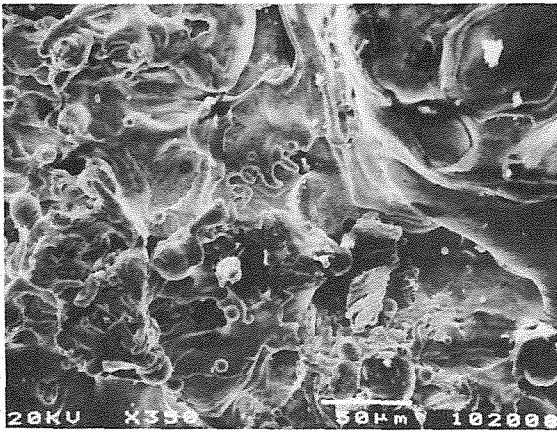


FOTO 1: Detalle de la superficie frontal de P1. (x350)

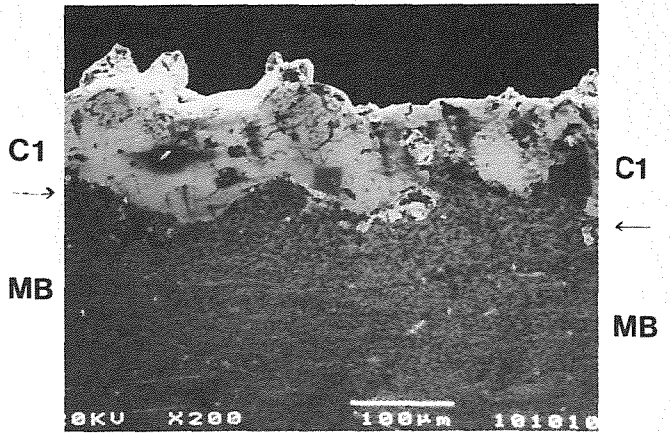


FOTO 2: Vista general de la superficie lateral de P1 donde se observa claramente la línea de separación entre la capa 1 y el material base. (x200)

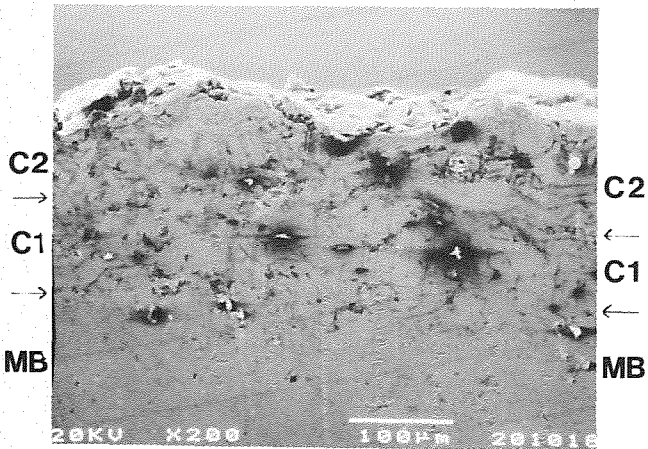


FOTO 3: Vista general de la superficie lateral de P2 donde se han señalado las superficies de separación de capas. (x200)

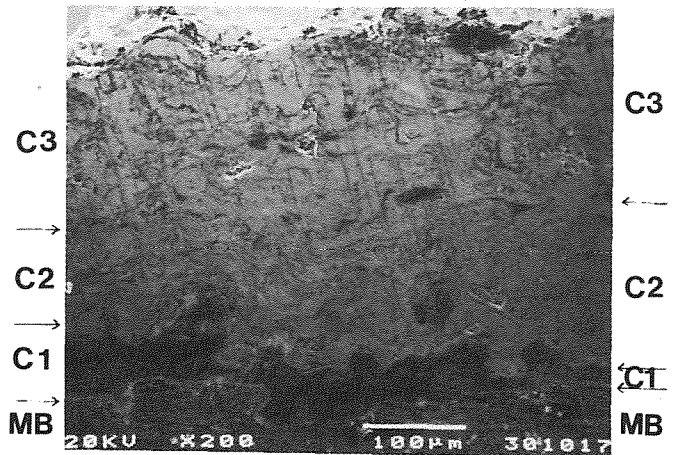


FOTO 4: Vista general de la superficie lateral de P3. Las líneas de separación entre capas aparecen señaladas en la foto. (x200)

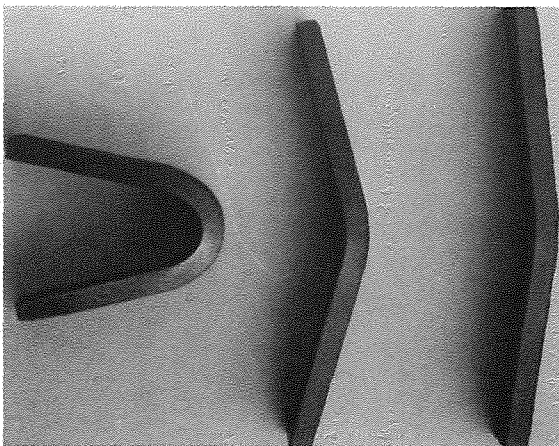


FOTO 5: Angulos de doblado de P1, P2 y P3, respectivamente, para su observación comparativa.

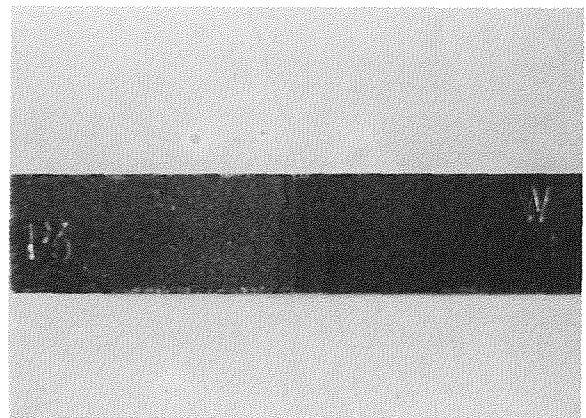


FOTO 6: Vista frontal de P3, tras un doblado de ángulo pequeño aparecen grietas acentuadas.

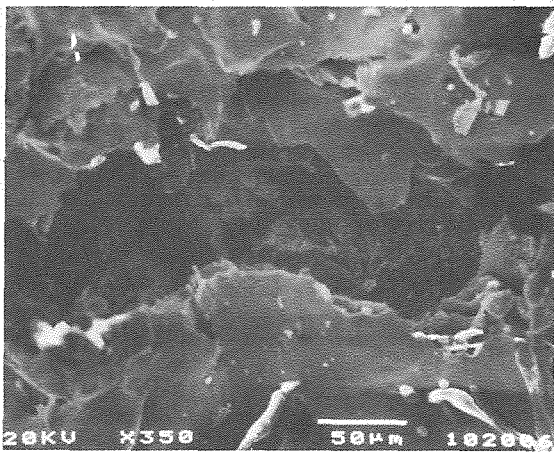


FOTO 7: Detalle de grieta en la superficie frontal de P1. (x50)

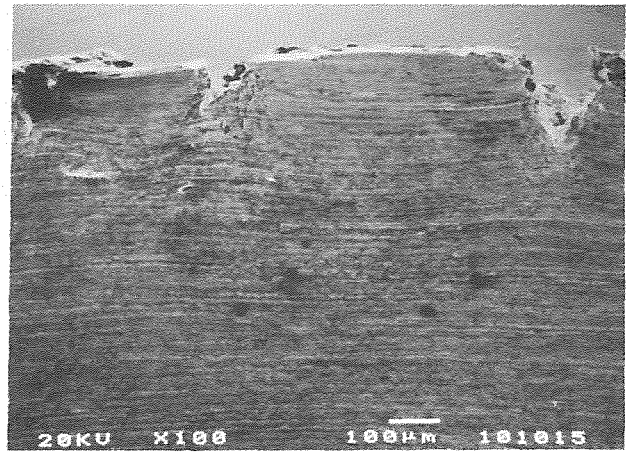


FOTO 8: Vista general de las grietas en la superficie lateral de P1. (x100)

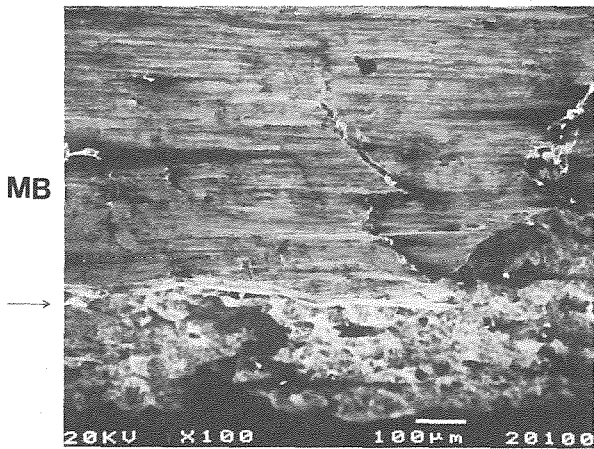


FOTO 9: Zona con grietas perpendiculares entrando en el material base en la superficie lateral de P2. (x100)

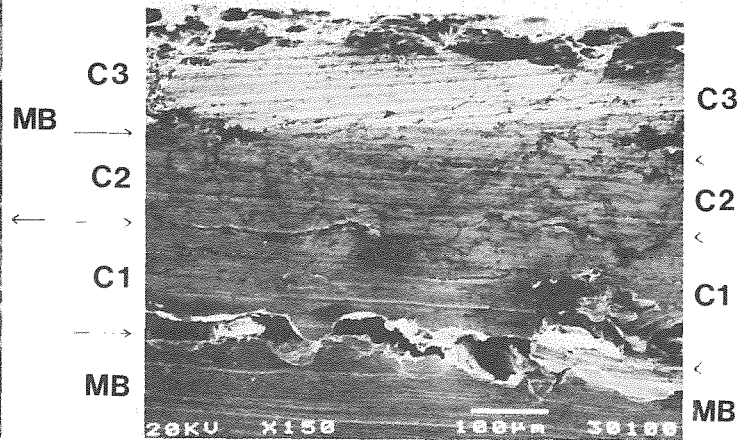


FOTO 10: Zona de grietas con las tres capas separadas en la superficie lateral de P3. (x150)

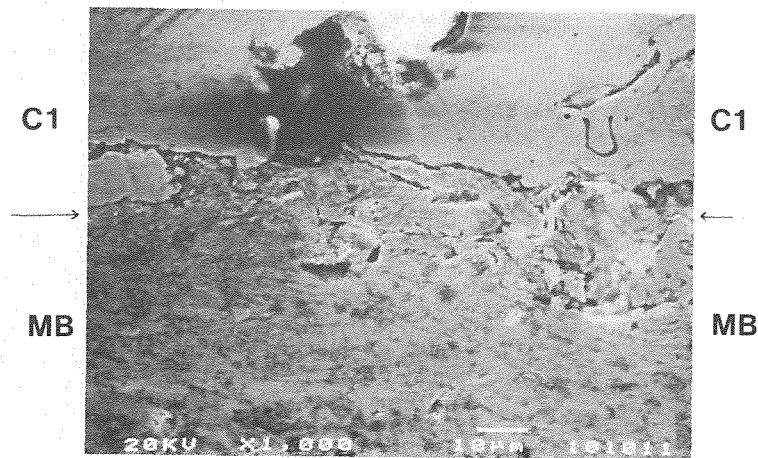


FOTO 11: Zona de discontinuidades en el límite de la primera capa y el material base en la superficie lateral de P1. (x1000)