

MICROESTRUCTURA DE RECUBRIMIENTOS ZrO_2 -10% Y_2O_3 -18% TiO_2 TERMORROCIADOS POR PLASMA ATMOSFÉRICO

SUGEHIS LISCANO¹, LINDA E. GIL¹, RAFAEL CABANZO², ENRIQUE MEJÍA O.²

¹ Universidad Nacional Experimental Politécnica “Antonio José de Sucre”, Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Puerto Ordaz, Venezuela. Tel.: +58-286-9617850

² Universidad Industrial de Santander, Escuela de Física, Ciudad Universitaria, Bucaramanga, Colombia.
e-mails: sliscano@unexpo.edu.ve, lindaegil@gmail.com, rcabanzo@uis.edu.co, emejia@uis.edu.co

Recibido: enero 2018

Aprobado para publicación: abril 2019

RESUMEN

En este trabajo se depositaron recubrimientos de ZrO_2 estabilizada con 10% Y_2O_3 y 18% TiO_2 por termorrociado por plasma atmosférico (APS), a escala industrial, con el objeto de evaluar la influencia de los parámetros de proceso: potencia de la pistola y distancia de rociado, sobre sus características microestructurales: porosidad, fases y microdureza. Se emplearon las técnicas de Microscopía Óptica con Análisis de Imagen (MO), Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) acoplada a Microanálisis por Energía Dispersiva de Rayos X (EDXS), Difracción de Rayos X, y Microindentación Vickers. Los resultados indican que la potencia de la pistola y la distancia de rociado son variables determinantes en las características microestructurales de los recubrimientos, en los rangos de trabajo de la presente investigación. Así mismo, se demostró que es posible obtener un alto porcentaje de la fase t' (96,6%), con valores de porosidad menores al 10% y microdureza de 942 HV_{0,3}. Estas propiedades son obtenidas cuando la potencia de la pistola es de 40 KW y la distancia de rociado de 100 mm.

Palabras clave: Microestructura, Fases, Microdureza, Porosidad, Termorrociado por plasma

MICROSTRUCTURE OF PLASMA SPRAYED ZrO_2 -10% Y_2O_3 -18% TiO_2 COATINGS

ABSTRACT

In the present work, stabilized zirconia coatings with 10% of Y_2O_3 -18% of TiO_2 were deposited by spraying with air plasma (APS), in order to evaluate the influence of the process parameters: gun power and spray distance on the microstructural characteristics: porosity, phases and microhardness. The techniques of Optical Microscope with Image Analysis, Scanning Electron Microscopy (SEM) coupled with X-ray Microanalysis (EDXS), and Diffraction X-ray were used. The results showed that gun power and spray distance have a significant effect on the microstructural characteristics of the coatings, in the range of this investigation. Also, a high percentage of phase t' (96.6%) could be obtained, with porosity inferior to 10% and microhardness in 942 HV_{0,3}. These properties were obtained when the plasma power adjustment was 40 KW and the spraying distance was 100 mm, being consistent with that reported in the literature for similar systems.

Keywords: Microstructure, Phases, Microhardness, Porosity, Plasma Spray

INTRODUCCIÓN

Los sistemas de barreras térmicas son recubrimientos multicapas empleados para proteger componentes expuestos a altas temperaturas. Están formados en su capa superior por materiales de baja conductividad térmica y alta resistencia a los choques térmicos, caracterizada por una gran porosidad que le otorga conductividades térmicas aún menores que las del material denso (González et al., 2010, Di Girolamo et al., 2015). La mayoría de los sistemas

de barreras térmicas hoy en día utilizan un recubrimiento de zirconia (ZrO_2) estabilizada con ytria (Y_2O_3 , YSZ), de unos 200 a 300 μm de espesor, con una capa de anclaje metálica del tipo MCrAlY (M= Ni y/o Co) que favorece la adherencia al sustrato y lo protege de la corrosión al oxidarse en servicio a altas temperaturas (Liscano, 2016).

Los materiales a base de ZrO_2 estabilizada con Y_2O_3 pueden existir en una variedad de fases cristalinas dependiendo de la concentración de la Y_2O_3 y del proceso de fabricación.

Mercer et al. (2007) refieren que las estructuras con presencia de 100 % de la fase metaestable tetragonal (t') son las preferidas para aplicaciones de turbinas de gas, ya que los recubrimientos con esta fase exhiben la mayor durabilidad a los ciclos térmicos. La falla prematura de estos sistemas de barreras térmicas está determinada por el desprendimiento de la capa cerámica (Di Girolamo et al., 2016) lo cual está directamente relacionado con la estabilidad de la fase t' de la ZrO_2 , por lo que se debe controlar para evitar que sufra la transformación (perjudicial) a la fase monoclinica (m) durante las temperaturas de servicio (Di Girolamo et al., 2016, Schaedler et al., 2007). Los principales óxidos estabilizadores utilizados para tal fin son Y_2O_3 , CeO_2 , y MgO , siendo el primero de ellos, empleado en el rango de concentración entre 4 y 7 %, el de mayor aceptación industrial (Schaedler et al., 2007).

Existen varias investigaciones (Schaedler et al., 2007, Piet et al., 2007, Chen, 2008) que han dirigido esfuerzos para establecer los rangos óptimos de óxido dopante, mientras que otras plantean el uso de combinación de óxidos que mejoren la estabilidad de la fase t' . Entre las combinaciones de óxidos dopantes estudiados se encuentran los sistemas ZrO_2 -7% Y_2O_3 -Ta $_2O_5$ y ZrO_2 -7% Y_2O_3 -TiO $_2$.

Los estudios en muestras sinterizadas indican que la adición de TiO $_2$ al sistema YSZ mejora su tenacidad, a través del efecto favorable en la tetragonalidad de la celda unidad de la ZrO_2 . Asimismo, las adiciones de TiO $_2$ mayores al 15 % también mostraron resistencia a la transformación de la fase t' a la m (Schaedler et al., 2007); sin embargo, se hace necesaria la validación de estos hallazgos en el proceso de fabricación de los recubrimientos. Una de las técnicas seleccionadas para la fabricación de recubrimientos de barreras térmicas es el termorrociado por plasma atmosférico (APS, por sus siglas en inglés).

El APS es una técnica de proyección térmica que permite llevar materiales de alto punto de fusión a estado semifundido, que luego se depositan mediante una rápida solidificación en una superficie preparada. De esta manera se obtienen recubrimientos cerámicos con características microestructurales adecuadas para las condiciones de servicios a altas temperaturas (Liscano, 2016, Mercer et al., 2007, Digirolano et al., 2016).

Otras investigaciones (Marcinauskas, 2010) refieren que las propiedades de un recubrimiento termorrociado no dependen solo de las características del material de alimentación (composición química, granulometría y morfología de los polvos) sino también de los parámetros operativos del proceso de termorrociado. Varias han sido

las investigaciones (Marcinauskas, 2010, González et al., 2013) dedicadas a esta temática, específicamente a optimizar los parámetros de deposición en función de cada material de alimentación.

La mejora de los procesos de fabricación, parte de la identificación de las variables que tienen influencia significativa sobre las características finales del producto y de qué forma lo hacen (González et al., 2013). Nuestros estudios previos para el sistema ZrO_2 -10% Y_2O_3 -18%TiO $_2$ permitieron establecer rangos de referencia para los parámetros corriente del arco, voltaje del arco y velocidad de alimentación de los polvos, empleando un diseño de experimentos factorial 2^3 (Liscano et al., 2013). Investigaciones en recubrimientos termorrociados sin adición de TiO $_2$, para sistemas ZrO_2 -8% Y_2O_3 (Ramachandran, 2011) refieren que otros parámetros como la potencia de la pistola y la distancia de rociado también son relevantes al momento de optimizar las condiciones de fabricación. Basado en lo anterior, esta investigación plantea evaluar para el sistema ZrO_2 -10% Y_2O_3 -18%TiO $_2$, el efecto de los parámetros potencia de la pistola (Potencia) y distancia de rociado (Distancia) con las características microestructurales y microdureza de los recubrimientos fabricados por el proceso APS a escala industrial.

TÉCNICAS EXPERIMENTALES

El sistema barrera térmica ZrO_2 -10% Y_2O_3 -18%TiO $_2$, fue obtenido mediante la técnica de termorrociado APS, en las condiciones indicadas en la Tabla 1.

El recubrimiento cerámico se obtuvo a partir de polvos aglomerados (Metco 143, Sulzer Metco, Westbury, NY) (Sulzer Metco, 2011) base Zirconia (65 % mínimo) estabilizada con Ytria (8-12 %) y Titania (15-20 %) cuya composición química y distribución granulométrica fue caracterizada en un trabajo previo de los autores (Echezurria et al., 2011).

Tabla 1. Características del polvo y parámetros del proceso de termorrociado de la capa cerámica

Parámetro	Metco 143
Modelo de Pistola	TAFA modelo G-100
Flujo de Ar (primario)	75 SCFH
Flujo de H2 (secundario)	15 SCFH
Tamaño del Polvo	-75 +5 μ m
Vel. Alim. Polvos	54 g/min

Previo a la deposición, los sustratos fueron preparados mediante desengrase y posterior arenado con alúmina #20 con una distribución de tamaño de partícula entre 425 y 850 μm . La presión de arenado fue de 0.5 MPa y la rugosidad promedio obtenida de 11 μm . La capa de anclaje fue depositada empleando polvos de una aleación base Níquel con 17.55 % Cromo, 5.5 % Aluminio, 2.5 % Cobalto y 0.5 % de Óxido de Ytrio, (Metco, 461NS, Sulzer Metco, Westbury, NY), mediante termorrociado APS, con los parámetros de proceso optimizados en un trabajo previo (Liscano et al., 2016) sobre sustratos de acero inoxidable AISI 310 (50 mm x 1.125 mm de diámetro).

La morfología del polvo cerámico fue caracterizada empleando la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) en un equipo Marca FEI, Modelo Quanta 200.

El plan de pruebas empleado en esta investigación es presentado en la Tabla 2, el cual consta de cinco corridas experimentales, que incluyen las cuatro condiciones axiales y una condición central pertenecientes a un Diseño Compuesto Central Factorial de la potencia de la pistola y distancia de rociado. Los niveles de los factores se establecieron en función de la capacidad de control de los mismos y su manipulación durante la práctica industrial del termorrociado APS. La Potencia se varió entre 30 y 40 kW; y la Distancia entre 70 y 130 mm.

El procedimiento para seccionamiento, montaje y preparación metalográfica se realizó de acuerdo a lo establecido en la norma ASTM E1920 (2003). Asimismo, para la determinación del porcentaje de porosidad (%P) de los recubrimientos se siguió la metodología reseñada en la norma ASTM E2109 (2001) empleando un Microscopio óptico, marca Nikon modelo Eclipse TS-100, acoplado a un sistema de análisis de imágenes marca Leco, modelo IA 32. La medición de la microdureza se llevó a cabo de acuerdo a la norma ASTM E-384 (2017) con un equipo Marca Buehler modelo AMH300. La microestructura y morfología superficial de los recubrimientos fue examinada por MEB empleando el equipo reseñado previamente, el cual tiene integrado un sistema de microanálisis (modelo INCA Energy 250, Marca Oxford Instruments) por dispersión de energías de rayos X (EDXS). La determinación del porcentaje de partículas no fundidas fue realizada empleando la técnica de imagen segmentada con el software Image J (Lima et al., 2002).

Tabla 2. Matriz de pruebas de las variables del proceso de termorrociado por plasma atmosférico.

Cond.	Plan de Pruebas	
	Potencia (kW)	Distancia (mm)
1	35	70
2	30	100
3	35	100
4	40	100
5	35	130

El estudio de fases presentes en los recubrimientos fue realizado mediante el microanálisis EDXS, en la sección transversal de los recubrimientos, y por medio de Difracción de Rayos X (XRD) con un difractómetro de polvo marca BRUKER; modelo D8 ADVANCE en el rango de medición de 2θ entre 10° y 70° , usando una radiación de $\text{CuK}\alpha$. La cuantificación del porcentaje de fases m y t' fue estimada usando la integral de las intensidades de las reflexiones en el difractograma, utilizando el software DIFFRAC.EVA V3.0.

RESULTADOS

Partículas no fundidas, porosidad y microdureza

La Figura 1 presenta la morfología del polvo observada por MEB, allí se puede evidenciar una morfología esférica y compuesta de nanopartículas aglomeradas con un tamaño de aglomerado entre 4 μm y 41 μm , lo cual se corresponde con un tamaño promedio de aglomerado de 32 μm , reportado por la técnica de tamizado sónico en un trabajo previo de los autores (Echezuría et al., 2011).

Las micrografías por MEB de la Figura 2, en modo de electrones retrodispersados, presentan la morfología de la superficie de los recubrimientos en las cinco condiciones de deposición. Se observan microestructuras típicas de los recubrimientos termorrociados, constituidas por partículas no fundidas, microgrietas, y lamelas, las cuales son indicadores de la calidad del recubrimiento (Mercer et al., 2007, Lima et al., 2002). Las lamelas pueden distinguirse como partículas aplastadas que se forman por el impacto de las partículas fundidas sobre el sustrato rugoso o sobre las capas previamente depositadas, por su parte las partículas no fundidas conservan un aspecto muy similar al de la Figura 1 (forma semiesférica).

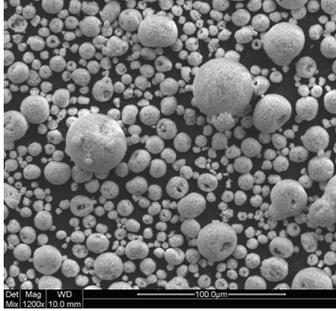


Figura 1. Detalles del área de la sección transversal de filamentos en esquinas reales

Examinando las imágenes de la Figura 2 y la cuantificación de las partículas no fundidas (Tabla 3), se puede notar que la condición 1 (Fig. 2A) y condición 5 (Fig. 2E) son las que muestran mayor presencia de partículas no fundidas, por otro lado, en la condición 3 (Fig. 2C) y condición 4 (Fig. 2D) son las que presentan menor porcentaje de partículas no fundidas. De la comparación de estos resultados con los parámetros de proceso (Tabla 2), se puede inferir que ambos parámetros Potencia y Distancia tienen un efecto significativo sobre las características microestructurales de los recubrimientos. Cuando la Distancia se fija en 100 mm, en la Figura 3A (Condiciones 2, 3 y 4), el incremento en la Potencia genera menor % de Partículas no fundidas, debido a que existe un mayor aporte de energía disponible para la fusión y aceleración de las partículas a través del plasma, mejorando con ello su condición para la formación de lamelas durante el impacto sobre el sustrato, generando así recubrimientos más densos (Marcinauskas et al., 2010, Lima et al., 2002).

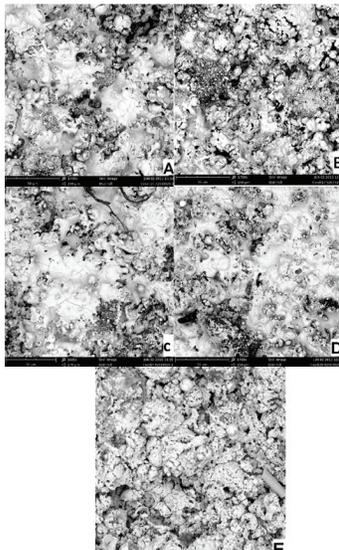


Figura 2. Micrografías por MEB, en modo electrones retrodispersados, de la sección transversal de los recubrimientos. A) Condición 1, B) Condición 2, C) Condición 3, D) Condición 4, E) Condición 5

Varias investigaciones han referido la influencia de las partículas no fundidas sobre las propiedades de los recubrimientos, específicamente sobre la porosidad y microdureza, indicando que en las regiones con mayor concentración de partículas no fundidas existirá una menor cohesión entre partículas que originan mayores valores de porosidad y disminuyen la microdureza, en comparación con aquellas regiones donde hay menor presencia de partículas no fundidas (Ramachandran et al., 2011, Lima et al., 2002).

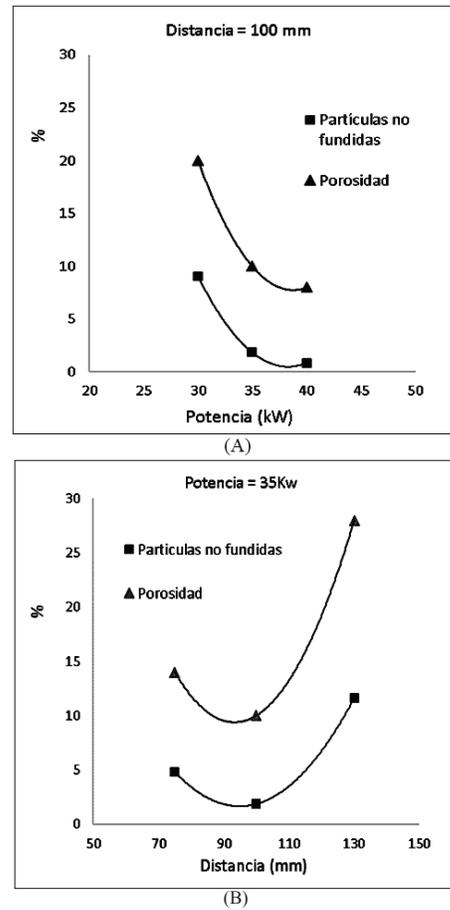


Figura 3. Efecto de los parámetros Potencia (A) y Distancia (B) sobre las características microestructurales de los recubrimientos

Tabla 3. Características microestructurales de los recubrimientos

Condición	Porosidad (%P)	% Partículas No Fundidas	% Fase m	% Fase t'	Microdureza HV _{0,3} (GPa)
1	14	4,83	12,63	87,37	585 (6)
2	20	9,06	13,81	86,19	463 (5)
3	10	1,85	6,37	93,63	738 (7)
4	8	0,87	3,40	96,60	942 (9)
5	28	11,61	12,43	87,57	252 (3)

Cuando se mantiene constante la Potencia, en un valor de 35 kW (condiciones 1, 3 y 5), el incremento en la Distancia, genera un comportamiento no lineal en el % de Partículas no fundidas y % de Porosidad (ver Figura 3B), encontrándose el valor mínimo de ambas para una Distancia de 100 mm (condición 3). Este comportamiento es cónsono con hallazgos previos (Ramachandran et al., 2011), en los que las distancias de rociado muy pequeñas pueden originar fragmentación y grietas por enfriamiento brusco de las partículas al impactar el sustrato, promovándose un incremento en la porosidad. Por otro lado, distancias de rociado muy grandes, favorecen la disminución de la entalpía de las partículas fundidas, las cuales se desaceleran en el trayecto de vuelo, perdiéndose así las condiciones adecuadas para la formación de las capas sobrepuestas de lamelas, incrementándose con ello la porosidad (Ramachandran et al., 2011).

Las microestructuras en sección transversal de los recubrimientos, que permitieron medir la porosidad (%P) y microdureza (ver Tabla 3), son presentadas en las micrografías de la Figura 4. De su análisis se desprende que hay diferencias sustanciales en las características microestructurales entre las cinco condiciones, lo cual es consistente con lo encontrado en la morfología superficial. El mayor %P corresponde a la condición 5 (Fig.4E) con un 28 %, valor que supera los máximos aceptables reportados en la literatura para sistemas similares fabricados por APS (25 %), mientras que la condición que presenta una menor porosidad es la condición 4, con 8 %, valor muy cercano a los obtenidos para sistemas similares bajo condiciones de proceso APS optimizadas (Ramachandran et al., 2011).

A partir de los resultados de la Tabla 3, es posible establecer que existe una correlación inversa entre la microdureza y la porosidad, la cual es posible visualizar en la Figura 5, corroborando que la microdureza incrementa con el incremento en la densidad del recubrimiento, y la cual se obtiene con la disminución de poros y microgrietas (Karthikeyan et al., 2014).

La Figura 4F muestra, a menor magnificación, la sección transversal del recubrimiento depositado bajo la condición 4, pudiéndose observar la porosidad a través de todo su espesor y distinguiéndose tanto la capa de anclaje como el sustrato metálico, que forman parte del sistema de barrera térmica.

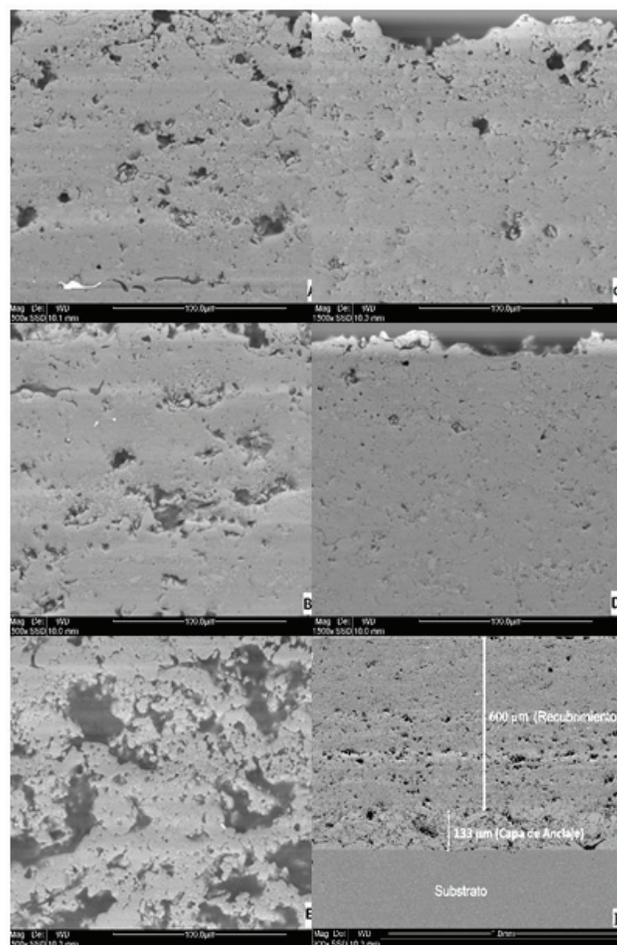


Figura 4. Micrografías por MEB, de la sección transversal de los recubrimientos. A) Condición 1, B) Condición 2, C) Condición 3, D) Condición 4, E) Condición 5, F) Condición 4 a menor magnificación

Basado en lo anterior, en la microestructura del recubrimiento cerámico se presentan dos tipos de porosidad de diferente naturaleza: poros intralamelares generados por distancias de rociado muy pequeñas, y que son los responsables de las propiedades de cohesión del recubrimiento y, en segundo lugar, los poros interlamelares generados por distancia de rociado muy grandes, y los cuales son responsables de la conductividad térmica del recubrimiento (Ramachandran et al., 2011). Estudios de optimización de los parámetros de proceso en función de los valores de porosidad pueden ser de gran ayuda para diseñar sistemas que mejoren la vida útil de los recubrimientos, en función de las condiciones de servicio que prestaran, siendo que porosidades muy altas disminuyen la conductividad térmica y porosidades muy bajas favorecen la cohesión del recubrimiento.

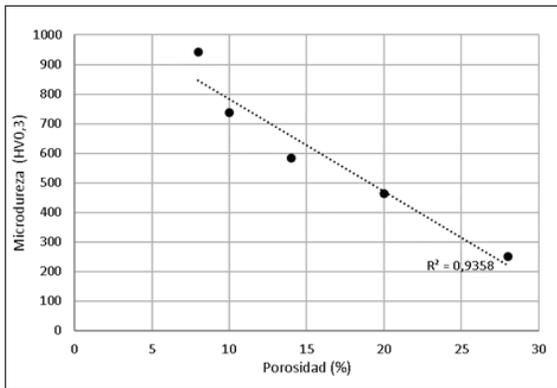


Figura 5. Gráfico de correlación entre la microdureza y la porosidad

Fases Presentes

La Figura 6 presenta imagen por MEB, a mayor aumento, del recubrimiento en la condición 4, así como el resultado del microanálisis por EDX de las fases distintivas en la sección transversal, siendo esta condición la que presentó los menores porcentajes de porosidad y partículas no fundidas.

A partir de las Figuras 6A y 6B es posible distinguir una matriz base zirconia con lamelas de diferentes tonalidades, asociadas a las diferentes pesos atómicos de los elementos constituyentes de las fases: En el punto 1 se identifica una lamela con un contenido de 17 % de Ti, de tono más oscuro al de la matriz (punto 2), la cual está constituida mayoritariamente de Zr, esto se corresponde con los principios de la técnica de MEB en modo de electrones retrodispersados, en la cual los elementos más pesados generan zonas más brillantes en la imagen, y en este caso, el zirconio es de mayor peso atómico que el titanio. Así mismo, es posible observar en las micrografías de la Figura

6, fases en forma de micro y nano partículas poligonales (punto 3), en las cuales no hay presencia de Ti, y son principalmente partículas de óxidos de zirconio. El análisis EDX permite establecer que existe solubilidad entre los óxidos que constituyen el recubrimiento: ZrO_2 , Y_2O_3 y TiO_2 ; sin embargo, no permite distinguir en específico las fases presentes, por ello se recurre al análisis por DRX (Miao et al., 2004).

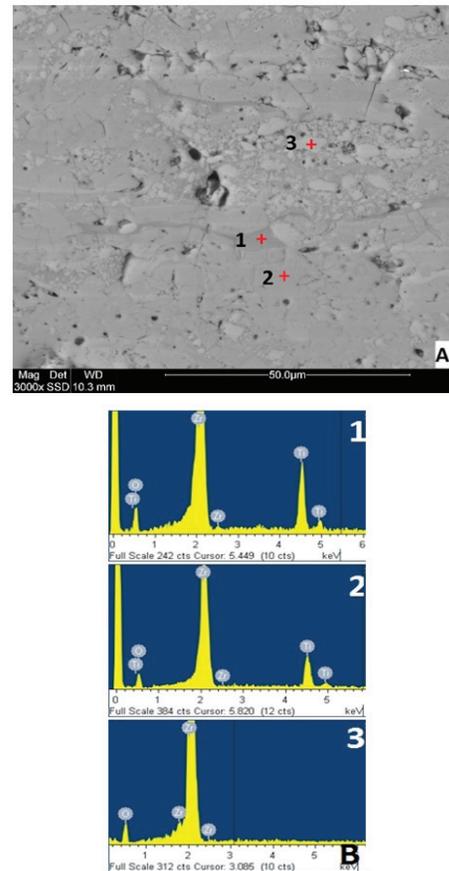


Figura 6. A) Fotomicrografías por MEB a mayor aumento de la condición 3 y B) Espectros de microanálisis EDXS

En la Figura 7 se presentan los difractogramas de los recubrimientos en las cinco (5) condiciones de fabricación. Allí se pueden observar, para todas las condiciones, cuatro (4) picos claramente diferenciados en los valores de ángulo 2θ de 30.2° , 35.3° , 50.6° y 60.3° y uno de menor intensidad en 63.0° , todos correspondientes a la fase t' de la ZrO_2 (Schaedler et al., 2007). Así mismo, se pueden distinguir claramente en todas las condiciones dos (2) picos de menor intensidad en 28.27° y 31.57° , los cuales están asociados a la presencia de la fase m (Keramidas et al., 1974). Por otro lado, están presentes otras ocho (8) reflexiones de muy baja intensidad de la fase m para los ángulos 2θ de 24.1° , 27.43° , 34.16° , 40.9° , 49.4° , 54.0° , 55.5° , y 65.8° , las cuales sólo son apreciables principalmente en las condiciones 1, 2 y 5.

Estos hallazgos están en consonancia con lo reportado en la literatura (Keramidas et al., 1974, Barshilia et al., 2008)

Los difractogramas de la Figura 7 solo muestran las reflexiones de las fases m y t' de la zirconia, y en consonancia con lo observado por Colomer y Maczka (2011), se puede establecer que el recubrimiento cerámico está constituido por dos soluciones solidas de YSZ dopadas con titanio en las estructuras monoclinicas y tetragonal de la zirconia. En la Tabla 3 también se presentan los porcentajes de las dos fases de la zirconia presentes m y t'.

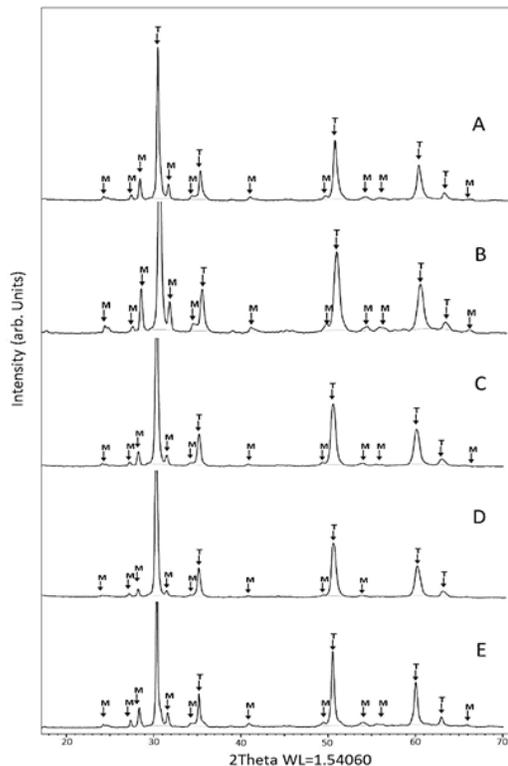


Figura 7. Difractogramas de las diferentes condiciones de deposición. M= Fase m, T= Fase t' A) Condición 1, B) Condición 2, C) Condición 3, D) Condición 4, E) Condición 5

Mercer et al. (2007) y Schaedler et al. (2007), encontraron que al maximizar la presencia de la fase metaestable t' mayor es la durabilidad de los sistemas barreras térmicas. A partir de los resultados de la Tabla 3 se puede observar que las condiciones de deposición 3 y 4 arrojaron el mayor porcentaje de fases t' y con valores superiores al 90%, por lo que se puede establecer que, éstas constituyen las mejores condiciones obtenidas bajo este proceso industrial. En las condiciones 3 y 4 el valor de la Distancia se mantuvo en 100 mm, observándose que el incremento en la Potencia de 35 a 40kW favorece el incremento del % de la fase t' de 93,63 a 96,60 %.

De la correlación de los resultados de la tabla 3, se corrobora que para un mismo porcentaje de fases presentes, condición 1 y condición 5, la microdureza disminuye notablemente (de 585 HV hasta 250 HV) y esto puede ser asociado directamente al incremento de la porosidad de 14% a 28%, respectivamente (Miao et al., 2004). El mayor valor de microdureza, obtenido para la condición 4 (9 GPa), se corresponde con el reportado por Schaedler et al. (2007) para sistemas 8%YSZ dopados con 15.2% de TiO₂. Los resultados de Schaedler et al. (2007) también permitieron establecer que la microdureza de los sistemas YSZ dopados con TiO₂ son inferiores a los de sistemas YSZ sin dopar, al respecto reportó valores de 14.8 GPa para el mismo sistema 8%YSZ sin adición de TiO₂. Esta diferencia en la dureza fue asociada a un efecto de orden de menor alcance de los iones Ti⁴⁺ en la estructura de la zirconia.

Son escasos los reportes sobre las características microestructurales y propiedades de sistemas YSZ dopados con titanio en la composición específica de esta investigación, por lo que los resultados obtenidos complementan los hallazgos reportados por Schaedler et al. (2007) en su estudio sobre muestras sinterizadas de 8YSZ, con adiciones de TiO₂ como óxido dopante en dos composiciones 7.6 % y 15.2 %, en las cuales se obtuvo 100 % fase t', con un valor de dureza de 9.5 GPa, para la composición de mayor contenido de TiO₂ (15.2 %).

De igual forma, los resultados obtenidos en esta investigación para las condiciones 3 y 4 pueden ser enmarcados dentro del régimen de alta porosidad (10-20%) y microdureza moderada (700-950 HV), planteado por Karthikeyan et al., (2014) mediante mapas de proceso para el diseño de las características de los recubrimientos en función de los parámetros de termorrociado APS. El régimen seleccionado está basado en las características deseables para aplicaciones como recubrimientos barreras térmicas TBC, tales como baja conductividad térmica y alto cumplimiento termomecánico.

CONCLUSIONES

La cuantificación de las características microestructurales evidenció la correlación proporcional que existe entre la presencia de partículas no fundidas, los niveles de porosidad y microdureza, que presentan los recubrimientos de zirconia estabilizada con 10 % Y₂O₃ y 18 % TiO₂, fabricados por termorrociado APS y su vinculación estrecha con los parámetros de operación del proceso de fabricación a escala industrial.

Para el rango de estudio de esta investigación, se observó, que la influencia de los parámetros de proceso potencia de la pistola y distancia de rociado sobre las características de los recubrimientos presentó un comportamiento no lineal.

Es posible obtener la presencia de la fase t' de la zirconia mediante el proceso de fabricación por termorrociado a escala industrial, la cual se logra en valores mayores al 90% cuando la distancia de rociado es 100 mm y la Potencia se mantiene en rangos de 35 a 40 kW.

AGRADECIMIENTO

Los autores agradecen a la empresa Plasmatec Ingenieros C.A. por su apoyo en el desarrollo de esta investigación.

REFERENCIAS

- ASTM E1920, (2003), Standard Guide for Metallographic Preparation of Thermal Sprayed Coatings, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- ASTM E2109, (2001), Standard Test Methods for Determining Area Percentage Porosity in Thermal Sprayed Coatings, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- ASTM E384, (2017), Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- BARSHILIA H. C., DEEPTHI B, & RAJAM K.S, (2008), Stabilization of tetragonal and cubic phases of ZrO₂ in pulsed sputter deposited ZrO₂/Al₂O₃ and ZrO₂/Y₂O₃ nanolayered thin films, *Journal of Applied Physics* 104(11), 113532.
- CHEN T., (2008), Phase stability, microstructural evolution and room temperature mechanical properties of TiO₂ doped 8 mol% Y₂O₃ stabilized ZrO₂ (8Y-CSZ), *Ceramics International* 34.
- COLOMER, M. T., & MACZKA, M., (2011). Mixed conductivity, structural and microstructural characterization of titania-doped yttria tetragonal zirconia polycrystalline/ titania-doped yttria stabilized zirconia composite anode matrices. *Journal of Solid State Chemistry*, 184(2), 365-372.
- DI GIROLAMO, G., BLASI, C., BRENTARI, A., & SCHIOPPA, M. (2015). Microstructural, mechanical and thermal characteristics of zirconia-based thermal barrier coatings deposited by plasma spraying. *Ceramics International*, 41(9), 11776-11785.
- DI GIROLAMO G., BRENTARI A. & SERRA E., (2016) Some recent findings on the use of SEM-EDS in microstructural characterisation of as-sprayed and thermally aged porous coatings: a short review, *Aims Materials Science* 3(2), 404-424.
- ECHENZURIA A., LISCANO S, GIL L, PALOMO A., SUCRE M., MELÉNDEZ. W, (2011), Caracterización morfológica de polvos cerámicos de alimentación para termorrociado, *Memorias de las IX Jornadas de Investigación UNEXPO*, 594-599.
- GONZÁLEZ A., HENAO J., DÍAZ A. F., LÓPEZ E. & VARGAS F., (2013), Influencia de los parámetros de proyección térmica en la microestructura de los recubrimientos de circonia-alúmina y circonia-ceria usados como barreras térmicas, *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, RLMM 33(2).
- GONZÁLEZ A., LÓPEZ E., TAMAYO A., RESTREPO E. & HERNÁNDEZ F., (2010) Análisis de la microestructura y de las fases de recubrimientos de zirconia-alúmina (ZrO₂-Al₂O₃) elaborados por proyección térmica, *DYNA* 77(162), 151-160.
- KARTHIKEYAN, S., BALASUBRAMANIAN, V., & RAJENDRAN, R. (2014). Developing empirical relationships to estimate porosity and microhardness of plasma-sprayed YSZ coatings. *Ceramics International*, 40(2), 3171-3183.
- KERAMIDAS V. G. & WHITE W. B. (1974), Raman scattering study of the crystallization and phase transformations of ZrO₂, *Journal of the American Ceramic Society* 57(1), 22-24.
- LIMA R. S, KUCUK A., & BERNDT C. C, (2002), Bimodal distribution of mechanical properties on plasma sprayed nanostructured partially stabilized zirconia, *Materials Science and Engineering: A* 327 (2), 224-232.
- LISCANO S., GIL L, (2013), Performance of air plasma spraying parameters in the fabrication of ZrO₂-10%Y₂O₃-18%TiO₂ thermal barrier coatings, *J. of Physics: Conference Series* 466: 012008.

- LISCANO S., PADILLA P., ROMERO M., GIL L., (2016), Optimización de los parámetros de deposición por termorrociado por plasma atmosférico de recubrimientos de NiCrAlCoYO usados como capa de anclaje en sistemas barreras térmicas, *Acta Microscópica* 25 (1), 9-15.
- MARCINAUSKAS L., & VALATKEVIČIUS P., (2010), The effect of plasma torch power on the microstructure and phase composition of alumina coatings, *Materials Science-Poland* 28 (2).
- MERCER C, WILLIAMS J.R, CLARKE D. R, EVANS A. G, (2007), On a Ferroelastic mechanism governing the toughness of metaestable tetragonal - prime (t') yttria - stabilized Zirconia, *Proc. R. Soc.* 4631393 - 1408.
- MIAO, X., SUN, D., HOO, P. W., LIU, J., HU, Y., & CHEN, Y. (2004). Effect of titania addition on yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics sintered at high temperatures. *Ceramics international*, 30(6), 1041-1047.
- RAMACHANDRAN C. S, BALASUBRAMANIAN, V. & ANANTHAPADMANABHAN P.V, (2011), Multiobjective optimization of atmospheric plasma spray process parameters to deposit yttria-stabilized zirconia coatings using response surface methodology. *Journal of thermal spray technology* 20 (3), 590-607.
- SCHAEDLER A., LECKIE R. M, KRAMER S., EVANS A.G, AND LEVI C. G, (2007), Toughening of Nontransformable t'-YSZ by Addition of Titania, *Journal of the American Ceramic Society* 90 (12), 3896-3901.
- SULZER METCO, (2011). Agglomerated Zirconia Titania Yttria Composite, *Thermal Spray Powder Products: Metco 143 Material Product Data Sheet.*

