



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA

ESTUDIO DE ESFUERZOS RESIDUALES EN RECUBRIMIENTOS
ALUMINIO-ALÚMINA DEPOSITADOS POR COLD SPRAY

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE
INGENIERA CIVIL MECÁNICA

NOEMIE NATALIA BENEDICTE NOEL HINQUE

PROFESOR GUÍA:
RUBÉN FERNÁNDEZ URRUTIA

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:
RODRIGO PALMA H.
ALI AKBARIFAKHRABADI

SANTIAGO DE CHILE
2019

RESUMEN DE LA MEMORIA PARA OPTAR
AL TÍTULO DE INGENIERA CIVIL MECÁNICA
POR: NOEMIE NATALIA BENEDICTE NOEL HINQUE
FECHA: 2019
PROF. GUÍA: RUBÉN FERNÁNDEZ URRUTIA

ESTUDIO DE ESFUERZOS RESIDUALES EN RECUBRIMIENTOS ALUMINIO-ALÚMINA DEPOSITADOS POR COLD SPRAY

En la industria de la manufactura, para obtener una superficie con ciertas características mecánicas, o para proteger el material de los elementos del ambiente, se aplica el proceso de recubrimiento. Esto permite obtener las características deseadas en la superficie sin tener que cambiar la pieza completamente. Existen varias técnicas de recubrimiento, en el cual se encuentra el Cold Spray, que permite recubrir superficies y además generar efectos similares al proceso de Shot Peening.

El método de recubrimiento por Cold Spray consiste en impactar el material en forma de polvo en la superficie del sustrato, provocando su adhesión. Este proceso se caracteriza por generar esfuerzos residuales de compresión principalmente dentro del mismo recubrimiento. Estos esfuerzos permiten que la pieza aumente su resistencia a la fatiga. La magnitud cambia según los parámetros definidos y los materiales de los que están compuestas ambas partes de la muestra.

En este trabajo se estudian los esfuerzos residuales de cuatro muestras de aluminio Al6061 recubiertas con una mezcla de aluminio y alúmina. Se investiga el efecto que tiene en estos resultados el aumentar el porcentaje de alúmina. Las cuatro muestras son recubiertas por los mismos materiales, cambiando solamente el porcentaje de alúmina. Los porcentajes asignados para cada muestra son 0, 20, 40 y 60 %. Para esto, se miden esfuerzos residuales en tres puntos diferentes dentro del espesor de cada muestra. Se utiliza un equipo de difracción de rayos X, y mediante el método de $\sin^2(\psi)$ se estiman los esfuerzos residuales a partir de las tensiones medidas en cada muestra. Además, para poder medir estos esfuerzos a diferentes espesores se hace uso de un equipo de electropulido, el cual permite retirar material sin alterar la superficie.

Los resultados entregan esfuerzos residuales de compresión en el recubrimiento de las cuatro muestras, concentrándose principalmente en la superficie. Además, dentro del sustrato se manifiesta una relación lineal entre la magnitud de esfuerzos residuales y el aumento del porcentaje de alúmina presente, sin embargo, la muestra con 60 % de alúmina presenta resultados lejos de esta tendencia. Dentro de la superficie del recubrimiento se encuentran los valores mayores de esfuerzos residuales de compresión, y corresponden a la muestra con 40 % de alúmina. La razón por la cual la muestra con mayor porcentaje de alúmina presenta menores esfuerzos residuales. A pesar de la inconsistencia que generan esta muestra, sí se encuentra una relación lineal entre los esfuerzos residuales y el porcentaje de alúmina aplicada en el recubrimiento.

Por último, se define el mejor electrolito para pulir las muestras, el cual corresponde a una mezcla de etanol y ácido perclórico en relación 8:1. Además, el mejor método encontrado para determinar los esfuerzos residuales es el método de $\sin^2(\psi)$.

Agradecimientos

Quiero agradecer a mi familia especialmente a mis padres, Bernard y Sylviane, que fueron el mayor apoyo durante todo mi proceso educacional. Me enseñaron de lo más básico a lo más importante en la vida, y siempre hicieron lo imposible y más para asegurarse de que sus hijos siempre tengan todo lo necesario. A mis hermanos, Luna y Victor, por todas las tardes de distracción que fueron tan necesarias y porque viéndolos me acuerdo siempre de lo esencial que es elegir aquello que me apasiona.

Al cuerpo docente, en específico, al profesor Rubén Fernández, por su constante preocupación por el trabajo y apoyo constante en el proceso, guiándome en cada etapa, mandando papers para complementar el trabajo y respondiendo a cada una de mis dudas.

A todos los chiquillos de la sala de memoristas por las risas y buenos momentos. A mi familia mecánica, Vale, Nati, Nacha, Yanni, Cami, Italo, Tente, Coto, Papo, Juampa, Rafa, Matheus, Carlos, Iván y José. Sin ustedes la universidad habría sido más dura, mucho más aburrida y definitivamente más sobria.

A mis amigas eternas de La Girouette, a Java, Ceci, Matta, Coni, Consu y Javi. También, quiero darle las gracias la Cane. Mil gracias por todo el apoyo y cariño constante. Ni el colegio, ni la u, ni la vida sería igual sin tí. A Anto, gracias por ser una amiga constante, que escucha y siempre se motiva.

Por último, a los condorillos. Por ser mi ancla en la vida, forzándome a reflexionar en aquello que es más importante y ayudándome a formarme como persona integral. Han sido mis mayores maestros durante años. En especial, gracias a Diego, por ser un compañero increíble durante este tiempo, por tu apoyo y amor constante.

Tabla de Contenido

Índice de Tablas	vii
Índice de Ilustraciones	ix
1. Introducción	1
2. Objetivos	3
3. Alcances	4
4. Antecedentes	5
4.1. Esfuerzos Residuales	5
4.1.1. Definición de Esfuerzos Residuales	5
4.1.2. Temperatura de recristalización	6
4.1.3. Medición de Esfuerzos Residuales	7
4.1.4. Electropulido	13
4.2. Cold Spray	16
4.2.1. Proceso del recubrimiento	17
4.2.2. Ventajas y desventajas	18
4.2.3. Esfuerzos residuales	19
4.2.4. Aplicaciones	20
4.2.5. Medición de Esfuerzos Residuales en Cold Spray	22
4.2.6. Análisis de curvas DRX	24
4.2.7. Localización de peaks	24
5. Ensayo Experimental	33
5.1. Descripción general del proceso experimental	33
5.2. Metodología	34
5.3. Electropulido	35
5.3.1. Preparación del equipo y eletrolito	36
5.3.2. Proceso del electropulido	36
5.4. Medición de esfuerzos residuales	38
5.4.1. Identificación del peak a estudiar	38
5.4.2. Proceso de medición del peak a diferentes ángulos	39
5.5. Cálculo de esfuerzos residuales	40
5.6. Descripción de las muestras	41
5.6.1. Deposición de alúmina	43

5.7.	Descripción de los equipos utilizados	44
5.7.1.	Equipo de difracción de rayos X	45
5.7.2.	Equipo de electropulido	46
6.	Resultados	48
6.1.	Electropulido	48
6.1.1.	Proceso de pulido	49
6.1.2.	Superficie resultante	51
6.2.	Difracción de rayos X	56
6.3.	Cálculo de esfuerzos residuales	57
6.3.1.	Método $\text{sen}^2(\psi)$	57
6.3.2.	Ajuste de Esfuerzos Residuales	69
6.3.3.	Comparación de resultados	72
7.	Análisis	75
7.1.	Análisis de resultados finales	75
7.2.	Análisis del proceso y posibles errores	77
7.2.1.	Proceso de pulido y resultados	77
7.2.2.	Proceso de difracción de rayos X y resultados	78
7.2.3.	Cálculos y resultados	79
7.3.	Investigaciones futuras	79
	Conclusión	81
8.	Bibliografía	83
A.	Anexos	86
A.1.	Parámetros utilizados par pulir las cuatro muestras complementarias	86
A.2.	Difracción de Rayos X	88
A.2.1.	En la superficie	88
A.2.2.	Dentro del recubrimiento	90
A.2.3.	Dentro del sustrato	92
A.3.	Curvas de esfuerzos residuales	94

Índice de Tablas

5.1. Parámetros utilizados en el proceso de electropulido	37
5.2. Parámetros utilizados para las mediciones realizadas con difracción de rayos X	40
5.3. Parámetros utilizados para el cálculo de esfuerzos residuales	41
5.4. Composición del recubrimiento de cada muestra estudiada.	43
5.5. Espesores de los sustratos y recubrimientos estudiados.	43
6.1. Mediciones iniciales de la muestra Al-00 y cálculo del espesor objetivo. . . .	49
6.2. Mediciones iniciales de la muestra Al-02 y cálculo del espesor objetivo. . . .	49
6.3. Mediciones iniciales de la muestra Al-04 y cálculo del espesor objetivo. . . .	49
6.4. Mediciones iniciales de la muestra Al-06 y cálculo del espesor objetivo. . . .	50
6.5. Parámetros que se aplicaron para el primer pulido de las cuatro muestras, tiempos aplicados y mediciones resultantes.	50
6.6. Parámetros utilizados para los cálculos de esfuerzos residuales.	57
6.7. Ángulos obtenidos a distintos ψ para las cuatro muestras en la superficie. . .	57
6.8. Esfuerzos residuales en la superficie del aluminio Al-00 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$	60
6.9. Esfuerzos residuales en la superficie del aluminio Al-02 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$	61
6.10. Esfuerzos residuales en la superficie del aluminio Al-04 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$	61
6.11. Esfuerzos residuales en la superficie del aluminio Al-06 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$	61
6.12. Ángulos obtenidos a distintos ψ para las cuatro muestras en la mitad del espesor del recubrimiento.	61
6.13. Esfuerzos residuales en la mitad del espesor del recubrimiento de la muestra Al-00 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$	64
6.14. Esfuerzos residuales en la mitad del espesor del recubrimiento de la muestra Al-02 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$	64
6.15. Esfuerzos residuales en la mitad del espesor del recubrimiento de la muestra Al-04 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$	64
6.16. Esfuerzos residuales en la mitad del espesor del recubrimiento de la muestra Al-06 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$	64
6.17. Ángulos obtenidos a distintos ángulos ψ para las cuatro muestras complemen- tarias pulidas hasta llegar al sustrato.	65
6.18. Esfuerzos residuales en la superficie del sustrato de la muestra Al-00 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$	68

6.19. Esfuerzos residuales en la superficie del sustrato de la muestra Al-02 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$	68
6.20. Esfuerzos residuales en la superficie del sustrato de la muestra Al-04 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$	68
6.21. Esfuerzos residuales en la superficie del sustrato de la muestra Al-06 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$	68
6.22. Resumen de esfuerzos residuales calculados por el método $\text{sen}(\psi)$ con los espesores de la muestra correspondiente a cada valor.	69
6.23. Espesores iniciales de cada muestra.	69
6.24. Tabla Resumen de los esfuerzos residuales ajustados obtenidos con el espesor medido correspondiente.	69
A.1. Parámetros que se aplicaron para el pulido de las cuatro muestras que complementan el trabajo, tiempos aplicados y mediciones resultantes.	87

Índice de Ilustraciones

4.1. Esfuerzos residuales que deforman la muestra después de que la superficie se encuentre expuesta a cambios grandes de temperatura. [1]	6
4.2. Temperatura de cristalización en función del porcentaje de maquinado en frío aplicado a la muestra. [2]	7
4.3. Tres ejemplos de tipos de rosetas comúnmente utilizadas. [3]	8
4.4. Equipo drilling hole modelo RS-200 [4].	8
4.5. Curva de difracción de rayos X del aluminio.	9
4.6. Los ejes de medición son ψ y ϕ (también conocido como ω) [5].	10
4.7. Curvas a diferentes ángulos ψ . [5]	10
4.8. Curva distancia vs. $\sin^2(\psi)$ [5].	11
4.9. Representación del equipo de electropulido con la pieza a pulir.citeNunez2013	13
4.10. Corriente vs Voltaje del proceso de electropulido con diferentes proporciones de etanol y ácido perclórico, quienes conforman el electrolito. [6]	14
4.11. Curva voltaje vs corriente resultante en electropulido. (Imagen extraída de [7]).	15
4.12. Estudio de la incidencia que tiene la temperatura del electrolito en la curva de corriente resultante vs el voltaje aplicado.	16
4.13. Comparación de resultados de esfuerzos residuales con la técnica de medición usando difracción de neutrones y difracción de electrones con corrección utilizando la ecuación 4.15	17
4.14. Esquema del proceso de Cold Spray [8].	18
4.15. Nombres asignados al material depositado y a la pieza recubierta.	18
4.16. Resultados de estudios de los efectos que tienen los esfuerzos residuales en la resistencia a la fatiga [9].	20
4.17. Imagen microscópica de un acero recubierto con níquel. a) A una velocidad dos veces más grandes que el óptimo, b) utilizando los parámetros óptimos.[10]	21
4.18. Curva de intensidad vs longitud de onda del cobre. [11]	23
4.19. Ejemplo de dos rayos chocando con dos átomos pertenecientes a planos con la misma dirección [11].	24
4.20. Diferentes técnicas para obtener el peak de la curva. a) Se obtiene el peak eligiendo el punto máximo de la curva. b) Se realiza una parábola con tres puntos dentro del 15 % más intenso de la curva. c) Se obtiene el peak tomando el punto medio según el área bajo la curva. d) Se eligen dos puntos a la misma intensidad y se elige el punto medio.	25
4.21. Alteración del ángulo ψ y del rayo saliente al mal posicionar la muestra. . . .	27

4.22. Ejemplos de error debido a problemas en la superficie. a) Corresponde al casi de una superficie con mala terminación o pitting. b) Corresponde a una muestra con superficie curva.	28
4.23. Curva de esfuerzo aplicado vs cambio en la distancia entre planos utilizada para calcular el módulo de young de la muestra.	29
4.24. Esfuerzos residuales del sustrato de Al5057 y los recubrimientos de Al7075 y aluminio puro.[12]	30
4.25. Esfuerzos residuales del sustrato de Al6061 y los recubrimientos de Al7075 y aluminio puro. [12]	30
4.26. Esfuerzo residual del recubrimiento de aluminio. [13]	31
4.27. Esfuerzos Residuales del sustrato Al6061 recubierto por aluminio puro. [14] .	31
4.28. Esfuerzos residuales medidos mediante Hole Drilling. a) Aplicación de Cold Spray sin polvo de aluminio, expuesto a gas a 400 grados celcius. b) Cold Spray a temperatura ambiente (efecto peening). c) Cold Spray aplicado con desplazamiento de la boquilla a una velocidad de 2 mm/s. d) Cold Spray aplicado con desplazamiento de la boquilla a una velocidad de 10 mm/s. . .	32
5.1. Diagrama de flujo del proceso experimental.	34
5.2. Tres puntos e medición de esfuerzos residuales. El primero se realiza en la superficie, luego en medio del recubrimiento, y por último en el límite entre éste y el sustrato.	35
5.3. Esquema del proceso de pulido, el movimiento de los imanes y el flujo del electrolito.	36
5.4. Fuente de poder conectada al equipo de electropulido.	37
5.5. Ángulos recomendados por Fitzpatrick para medir esfuerzos residuales con diferentes parámetros.[15].	38
5.6. Esquema de los ángulos utilizados para las mediciones.	39
5.7. Ejemplo de un gráfico de distancia entre planos vs. $\text{sen}^2(\psi)$ de un aluminio 5056 granallado. [5]	40
5.8. fotografía de la alúmina utilizada para recubrir los sustratos.[16]	42
5.9. fotografía del aluminio utilizado para recubrir los sustratos.[16]	42
5.10. Eficiencia de deposición de alúmina en función del porcentaje aplicado y de la forma del polvo.[16]	44
5.11. Comparación entre la cantidad de alúmina aplicada y la remanente en la superficie en función del porcentaje aplicado y de la forma del polvo.[16]	44
5.12. Esquema de difracción de rayos X con geometría Bragg-Brentano.[17]	45
5.13. Difractor de rayos X, Bruker, D8 Advance.	45
5.14. Equipo de electropulido Buehler AB Electro-Polishing Cell 1721-2.	46
5.15. Equipo Buehler que controla el movimiento de los imanes dentro de la fuente con el electrolito.	47
6.1. CPuntos de medición de los esfuerzos residuales.	48
6.2. Imágenes de las superficies antes de ser pulidas. a) Al-00, b) Al-02, c) Al-04 d) Al-06.	52
6.3. Imágenes de las superficies después del pulido. a) Al-00, b) Al-02, c) Al-04 d) Al-06.	54

6.4.	Imágenes de las superficies de las muestras pulidas hasta el sustrato. a) Al-00, b) Al-02, c) Al-04 d) Al-06.	55
6.5.	Resultados de la difracción de rayos X de la muestra Al-00 en la superficie original.	56
6.6.	Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-00 en la superficie.	58
6.7.	Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-02 en la superficie.	59
6.8.	Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-04 en la superficie.	59
6.9.	Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-06 en la superficie.	60
6.10.	Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-00 en la mitad del espesor del recubrimiento.	62
6.11.	Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-02 en la mitad del espesor del recubrimiento.	62
6.12.	Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-04 en la mitad del espesor del recubrimiento.	63
6.13.	Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-06 en la mitad del espesor del recubrimiento.	63
6.14.	Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-00 pulida hasta el sustrato.	66
6.15.	Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-02 pulida hasta el sustrato.	66
6.16.	Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-04 pulida hasta el sustrato.	67
6.17.	Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-06 pulida hasta el sustrato.	67
6.18.	Esfuerzos residuales calculados y ajustados a través de la muestra Al-00	70
6.19.	Esfuerzos residuales calculados y ajustados a través de la muestra Al-02	70
6.20.	Esfuerzos residuales calculados y ajustados a través de la muestra Al-04	71
6.21.	Esfuerzos residuales calculados y ajustados a través de la muestra Al-06	71
6.22.	Comparación entre porcentaje de alúmina presente en cada recubrimiento y magnitud de esfuerzos residuales en la superficie de cada muestra.	73
6.23.	Comparación entre porcentaje de alúmina presente en cada recubrimiento y magnitud de esfuerzos residuales en medio del recubrimiento de cada muestra.	73
6.24.	Comparación entre porcentaje de alúmina presente en cada recubrimiento y magnitud de esfuerzos residuales en el sustrato de cada muestra.	74
6.25.	Comparación de curvas de esfuerzos residuales entre las cuatro muestras.	74
A.1.	Difracción de rayos X de la muestra Al-00 en la superficie.	88
A.2.	Difracción de rayos X de la muestra Al-02 en la superficie.	88
A.3.	Difracción de rayos X de la muestra Al-04 en la superficie.	89
A.4.	Difracción de rayos X de la muestra Al-06 en la superficie.	89
A.5.	Difracción de rayos X de la muestra Al-00 en medio del recubrimiento.	90
A.6.	Difracción de rayos X de la muestra Al-02 en medio del recubrimiento.	90
A.7.	Difracción de rayos X de la muestra Al-04 en medio del recubrimiento.	91
A.8.	Difracción de rayos X de la muestra Al-06 en medio del recubrimiento.	91
A.9.	Difracción de rayos X de la muestra Al-00 en el sustrato.	92
A.10.	Difracción de rayos X de la muestra Al-02 en el sustrato.	92
A.11.	Difracción de rayos X de la muestra Al-04 en el sustrato.	93
A.12.	Difracción de rayos X de la muestra Al-06 en el sustrato.	93
A.13.	Representación de la forma que adoptan las curvas de esfuerzos residuales debido a a) Shot Peening b) Cold Spray. Teoría de movimiento de la curva en función del espesor de la muestra. c) corresponde a la curva de la muestra Al-06, la muestra con menor espesor de recubrimiento, d) corresponde a la curva de la muestra Al-00, la muestra con mayor espesor de recubrimiento	94

Capítulo 1

Introducción

En la industria de manufactura se utilizan con frecuencia técnicas de recubrimiento sobre diferentes piezas para mejorar ciertas características en su rendimiento, como por ejemplo, aumentar la resistencia a la corrosión, aumentar la conductividad eléctrica, aumentar la dureza, etc. Estas técnicas, son una solución económica para obtener las características mecánicas que se requieren en la superficie de la pieza, pues, no es necesario trabajar el material del sustrato. Algunos tipos de recubrimiento típicos son el niquelado, el cromado y el galvanizado.

Un problema común de los recubrimientos que funcionan con grandes cambios de temperatura es que, una vez realizada la técnica, la pieza recubierta disminuye su resistencia a fuerzas de tensión, lo que puede producir una fractura. Esto se debe a que durante el enfriamiento se generan esfuerzos residuales de tensión en su superficie. Nuevas técnicas, como el método de recubrimiento por Cold Spray, entregan una solución a este problema.

El método de recubrimiento por Cold Spray consiste en impactar un material en forma de polvo a gran velocidad en la superficie que se desea recubrir, provocando la adhesión de éste sin aplicar grandes temperaturas. Este método genera esfuerzos residuales de compresión en la nueva superficie, a diferencia de los métodos tradicionales que generan esfuerzos residuales de tracción. Los esfuerzos de compresión permiten que la pieza sea más resistente a fuerzas externas, por lo tanto es un beneficio considerable para piezas que están expuestas a este tipo de esfuerzos. Sin embargo, para que este método experimental se pueda llevar a la industria, la magnitud y variación de estos esfuerzos deben ser propiamente estudiados, para evitar una delaminación del recubrimiento debido a un exceso de esfuerzos residuales.

En este informe se estudian los esfuerzos residuales de cuatro muestras de aluminio 6061 recubiertos por una mezcla de aluminio con alúmina. Cada recubrimiento tiene un porcentaje diferente de alúmina que va de cero a sesenta por ciento. El objetivo principal de este trabajo es estudiar el efecto que tiene el porcentaje de alúmina en la magnitud de los esfuerzos residuales.

Para lograr este objetivo, se calculan las variaciones de distancias entre planos, para luego estimar los esfuerzos residuales utilizando el método $\sin^2(\psi)$. Las distancias entre planos se

pueden obtener pasando las muestras por una difracción de rayos X y aplicando la ley de Bragg. Además, se estudia la variación de estos esfuerzos a través del espesor de éste. Por lo tanto, se retiran capas a medida que se realizan las difracciones utilizando un equipo de electropulido. Se debe utilizar este proceso, ya que es el único que permite retirar capas de material sin agregar esfuerzos residuales en la superficie.

Los recubrimientos estudiados consisten en polvo de aluminio y alúmina en polvo. Este polvo tiene forma esférica, por lo tanto, los resultados del trabajo son sólo aplicables para piezas de aluminios recubiertos con polvo de aluminio y alúmina esféricas y con un porcentaje en peso de alúmina que no supere el 60 por ciento. Estudios como durezas y microestructuras resultantes quedan fuera de los alcances de este trabajo.

Capítulo 2

Objetivos

A continuación, se describe el objetivo general del trabajo y los objetivos específicos. Estos últimos son pasos que deben cumplirse para llegar al objetivo general.

Objetivo general

El objetivo general del trabajo es estudiar la relación entre el porcentaje de alúmina en el recubrimiento y la magnitud de los esfuerzos residuales a través del espesor de éste.

Objetivos específicos

Los objetivos específicos para poder llevar a cabo el objetivo general del trabajo son los siguientes.

- Identificar el electrolito que se debe utilizar para pulir correctamente las muestras de aluminio con alúmina y los parámetros que se deben aplicar.
- Determinar los parámetros indicados para medir las distancias entre planos cristalinos utilizando el equipo de difracción de rayos X y el equipo de electropulido.
- Identificar el mejor método para calcular los esfuerzos residuales.
- Encontrar una relación entre los resultados obtenidos en cada muestra.

Capítulo 3

Alcances

El trabajo consiste en medir tensiones dentro de muestras de aluminio 6061 recubiertas con una mezcla de aluminio con alúmina por método de Cold Spray. Estas tensiones están determinadas por la diferencia de distancia entre planos cristalinos. Una vez obtenidas las tensiones, se estiman los esfuerzos residuales, mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$. Se realizan tres mediciones, una en la superficie del recubrimiento, una segunda en medio de éste y la última bajo la superficie del sustrato.

Se medirán únicamente los esfuerzos residuales mediante difracción de rayos X. Existen varias técnicas para realizar estas mediciones, en este caso se sigue el método de $\text{sen}^2(\psi)$ y se utiliza el equipo disponible en la facultad, esto es el equipo de difracción perteneciente al departamento de Física de la Universidad de Chile.

El trabajo no incluye la deposición del recubrimiento en el sustrato. Las muestras estudiadas han sido previamente recubiertas y entregadas para realizar la experiencia. Además, se medirán únicamente cuatro muestras, donde tanto los sustratos y los recubrimientos son del mismo material, cambiando solamente el porcentaje de alúmina en este último. Las características del polvo de alúmina que recubre el sustrato también es la misma, teniendo forma esférica. De esta forma se asegura que la variación de resultados entre una muestra y otra se debe necesariamente al porcentaje del cerámico presente. El porcentaje va desde cero a sesenta por ciento en peso, por lo tanto, los resultados obtenidos son sólo aplicables para muestras que tengan los mismos materiales en este rango de porcentajes.

Por último, queda fuera de los alcances del trabajo cualquier análisis de dureza, microestructura, u otras características del material que puedan tener relación con la variación de esfuerzos residuales.

Capítulo 4

Antecedentes

En el presente capítulo se introduce el concepto de esfuerzos residuales y fenómenos relacionados con este, relevantes para el desarrollo de este trabajo. Además, se explica el proceso de recubrimiento por Cold Spray, sus mayores ventajas y desventajas, sus aplicaciones principales, los esfuerzos residuales que genera en la superficie, y los métodos de medición de éstos.

4.1. Esfuerzos Residuales

Para el desarrollo del trabajo se define el concepto de esfuerzo residual. También, se introduce el concepto de cristalización y dos métodos comunmente utilizados para medir estos esfuerzos, el Hole Drilling Method, y el método de $\sin^2(\psi)$. Por último, se explica el proceso de electropulido.

4.1.1. Definición de Esfuerzos Residuales

Los esfuerzos residuales son aquellos esfuerzos que se encuentran dentro de un material sin que se esté aplicando un trabajo externo sobre el material, el cual puede ser una fuerza física o gradiente de temperatura [18].

Estos esfuerzos se forman de distintas maneras, siendo el proceso de manufactura la causa más común. Procesos como fundido, maquinado o soldadura generan esfuerzos residuales en la pieza trabajada [18]. Un proceso que comunmente genera esfuerzos residuales es el tratamiento de superficie, como el granallado. También, se pueden producir debido a la aplicación de un gradiente de temperatura importante.

Los esfuerzos residuales suelen manifestarse como una alteración en la microestructura del material, por ejemplo, cambiando la distancia entre planos. Si la distancia entre planos paralelos a la fuerza aplicada es menor a la original, se habla de esfuerzo de compresión; por el contrario, si es mayor, se habla de esfuerzo de tracción. También, se pueden formar debido a irregularidades dentro de la microestructura que genera que ciertos sectores experimenten esfuerzos de compresión, mientras que otros sientan esfuerzos de tracción.

Estos esfuerzos pueden tener diferentes efectos dependiendo del material y de la magnitud de éstos. A baja intensidad, puede volver el material más resistente a la fatiga. A mayor presencia puede provocar deformaciones visibles, e incluso fracturas. En la figura 4.1 [1] se muestra un ejemplo de esfuerzos residuales que se forman después de que una chapa haya sido expuesta a un cambio importante de temperatura en una de sus superficies, provocando un cambio en su geometría final.

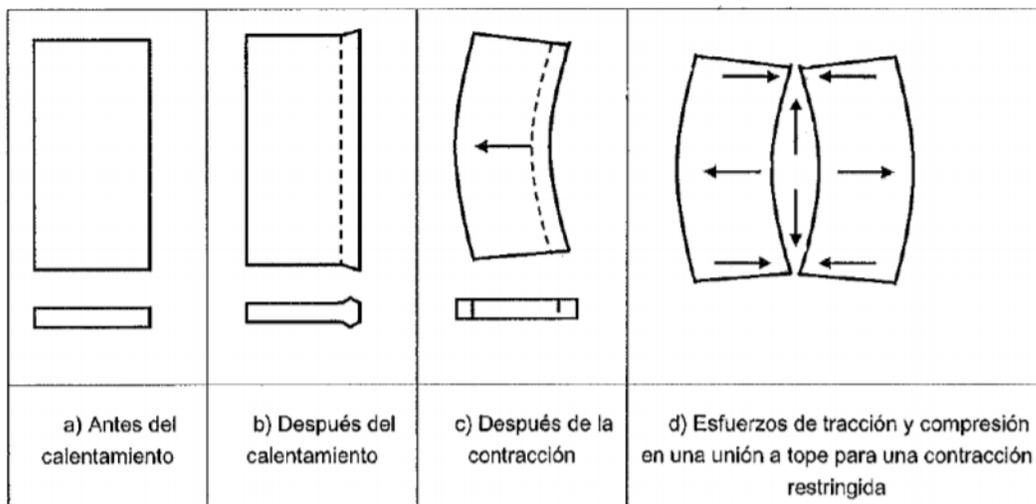


Figura 4.1: Esfuerzos residuales que deforman la muestra después de que la superficie se encuentre expuesta a cambios grandes de temperatura. [1]

Los esfuerzos residuales pueden ser deseables o indeseables, dependiendo, nuevamente, de la magnitud de éstos y de la aplicación que se le quiera asignar a la pieza manufacturada. Debido a que varios materiales, como los aceros, tienden a resistir con mayor facilidad las fuerzas de compresión que las de tracción, suele ser útil generar esfuerzos residuales de compresión para contrarrestar fuerzas de tracción que puedan ser aplicadas, aumentando la dureza y la resistencia a la fatiga de la pieza.

4.1.2. Temperatura de recristalización

El proceso de recristalización por aumento de temperatura consiste en una reorganización de los átomos hacia una estructura con menor cantidad de dislocaciones y defectos puntuales, que se produce a una temperatura menor a la temperatura de fusión.

Típicamente, este proceso se produce cuando la temperatura se encuentra entre $0,3T_f$ y $0,5T_f$, siendo T_f la temperatura de fusión del metal. Esta condición depende de otros factores, como los esfuerzos residuales presentes en la pieza, debido a trabajos en frío. Como se muestra en la figura 4.2, mientras mayor sea el trabajo en frío, el material tendrá menor temperatura de recristalización.

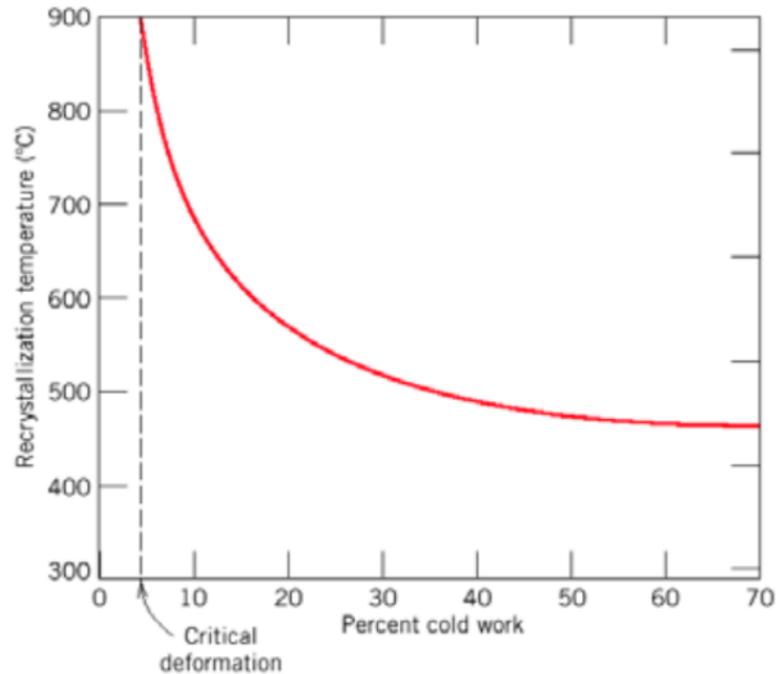


Figura 4.2: Temperatura de cristalización en función del porcentaje de maquinado en frío aplicado a la muestra. [2]

4.1.3. Medición de Esfuerzos Residuales

Existen varios métodos para medir los esfuerzos residuales superficiales, dentro de los cuales se encuentra el hole drilling method y el método de $\text{sen}^2(\psi)$, los cuales se describen a continuación.

Hole Drilling method

Este método consiste en realizar un agujero en la superficie de la pieza estudiada y determinar los esfuerzos residuales a partir de las deformaciones que se producen alrededor de éste. Estas mediciones se realizan típicamente utilizando una roseta extensométrica, que consiste en un conjunto de rejillas de medición que miden tensiones en diferentes direcciones. Esto permite medir la variación de estos esfuerzos residuales en las diferentes direcciones. Existen diferentes modelos de rosetas, como se puede ver en la Figura 4.3.[3].

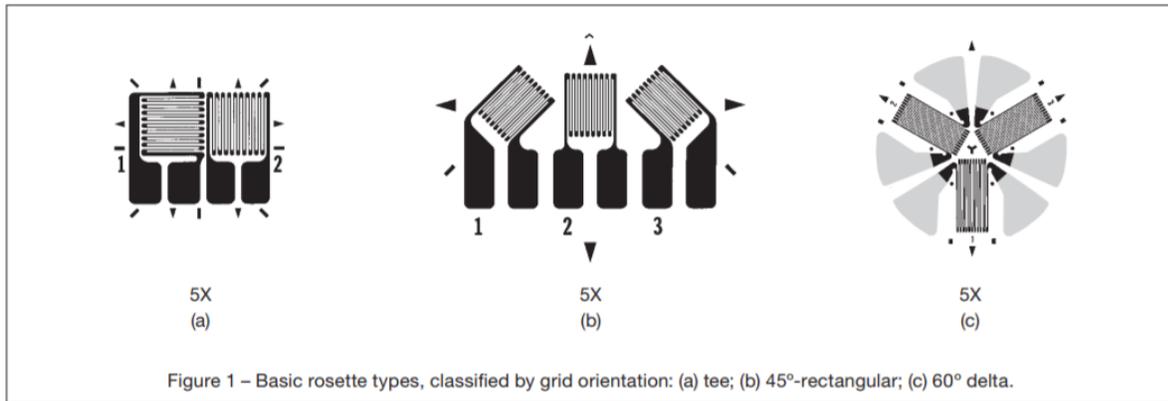


Figura 4.3: Tres ejemplos de tipos de rosetas comúnmente utilizadas. [3]

La roseta se instala sobre la superficie y se realiza el agujero sobre ella. El modelo de drilling hole más utilizado es el RS-200 (Figura 4.4), un equipo fácilmente transportable y que es capaz de medir esfuerzos residuales hasta 2 milímetros de profundidad. Debido a que es un modelo pequeño, se puede medir el esfuerzo en superficies de grandes piezas, sin tener que transportarlas. Sin embargo, si los esfuerzos superan el 50 % del valor del límite de fluencia de material, los resultados pierden exactitud [18].



Figura 4.4: Equipo drilling hole modelo RS-200 [4].

La ecuación utilizada para calcular el esfuerzo en la profundidad medida es la siguiente [18]:

$$\sigma = (\sigma_{max} + \sigma_{min})\bar{A} + (\sigma_{max} - \sigma_{min})\bar{B}\cos(2\beta) \quad (4.1)$$

\bar{A} y \bar{B} corresponden a constantes y β corresponde al ángulo asociado a la dirección donde se encuentra el esfuerzo máximo [18].

Método $\text{sen}^2(\psi)$

El método de medición de esfuerzos residuales consiste en evaluar las variaciones de las distancias entre planos de la microestructura del material, para luego estimar los esfuerzos residuales. Los resultados obtenidos corresponden al promedio de esfuerzos residuales en el área medida. Es necesario especificar que los esfuerzos medidos son sólo esfuerzos elásticos [5]; además, este método es aplicable solamente para materiales policristalinos con granos relativamente finos [5] para obtener diferentes resultados de difracción en cualquier orientación de la superficie de la muestra.

Para calcular la distancia se obtiene la curva de difracción de rayos X, como se puede ver en la Figura 4.5, donde los peaks indican los ángulos 2θ en los cuales ocurre difracción de un cierto plano, y luego se aplica la ecuación de Bragg [5].

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \text{sen}(2\theta) \quad (4.2)$$

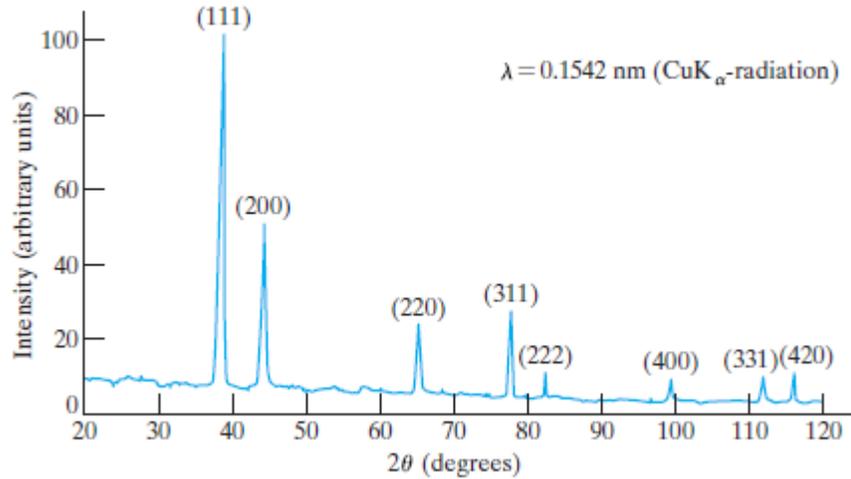


Figura 4.5: Curva de difracción de rayos X del aluminio.

Se elige un plano a estudiar, o sea se elige un ángulo de la difracción, por ejemplo, el ángulo $2\theta = 139$ grados, lo que corresponde al plano (331). Es fundamental que se elija un peak correspondiente a un ángulo mayor o igual a 120 grados [5]. Ángulos menores entregarán

resultados menos precisos. El área difractada debe ser la mayor posible. Los valores deben estar entre los 0.5 y 1.3 milímetros de lado, en una medición de área rectangular.

Luego, se vuelve a medir la curva elegida a diferentes ángulos del eje ψ . Los ejes de la medición se especifican en la figura 4.6. Además, en la figura 4.7 se puede ver un ejemplo de curvas a diferentes ángulos ψ . Esta imagen se obtiene del instructivo escrito por A. Tircuit en 2007 [5]. La muestra debe posicionarse en el centro de la rotación en el eje ψ y el valor de este ángulo debe ser constante durante cada medición. La posición debe tener una precisión de 0,025 milímetros. Si la superficie tiene una curvatura, el ángulo en le eje ψ puede cambiar durante las mediciones.

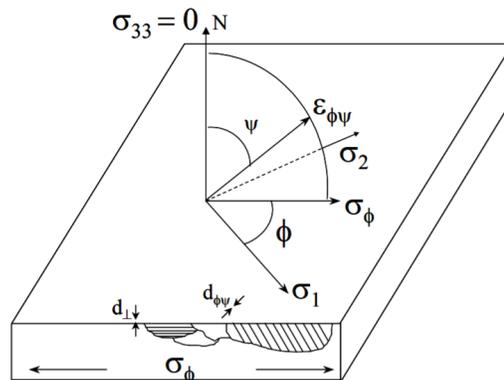


Figura 4.6: Los ejes de medición son ψ y ϕ (también conocido como ω) [5].

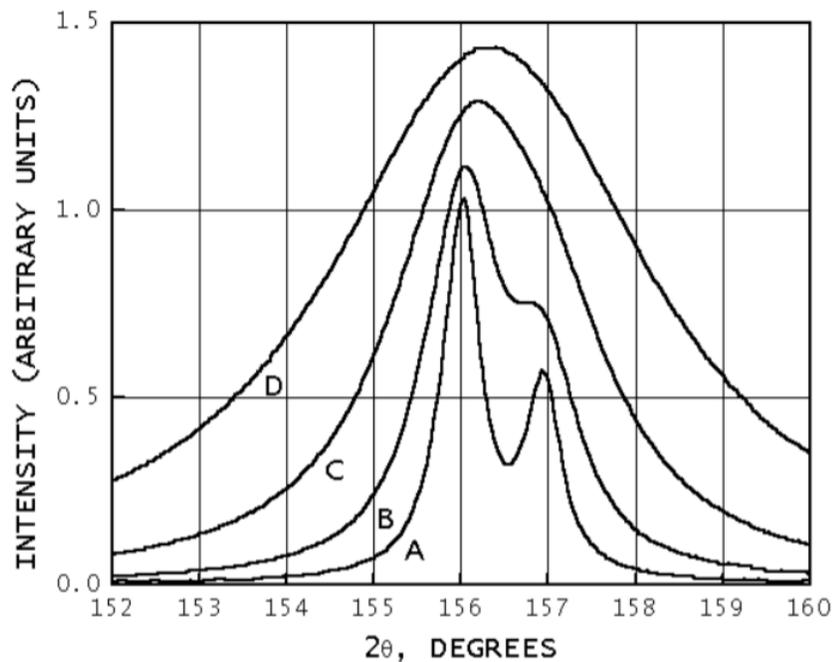


Figura 4.7: Curvas a diferentes ángulos ψ . [5]

Por último, se realiza una curva entre las distancias obtenidas mediante la ley de Bragg 4.2 y el $\text{sen}^2(\psi)$, del ángulo ψ respectivo a cada distancia (Figura 4.8).

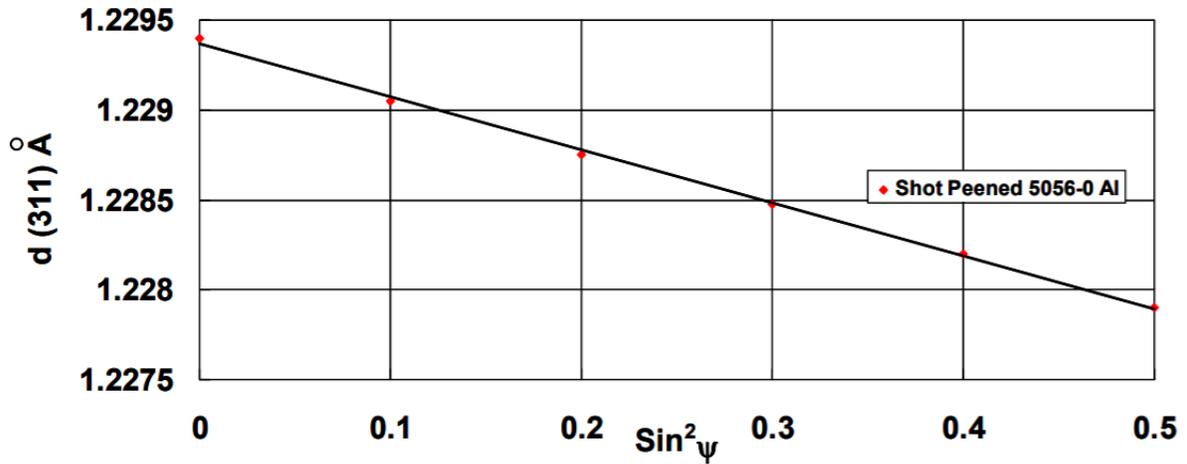


Figura 4.8: Curva distancia vs. $\sin^2(\psi)$ [5].

Se encuentra la recta a la que se asemeja y se obtiene su pendiente para calcular el esfuerzo residual.

$$\sigma = \frac{E}{1 + \nu} \cdot \frac{m}{d_0} \quad (4.3)$$

Donde σ es el esfuerzo residual, ν es la constante de Poisson, E es el módulo de Young correspondiente al material estudiado, m es la pendiente de la recta obtenida y d_0 es la distancia en $\psi = 0$. [5]

Al retirar capas se liberan esfuerzos residuales que se encuentran en la muestra remanente. Es por ésto que se debe ajustar los esfuerzos mediante una ecuación 4.15, que cambia según las propiedades del material. Este fenómeno se explica con mayor profundidad en la sección de electropulido.

La ecuación 4.3 se deriva de la siguiente ecuación de deformación.

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1 + \nu}{E} (\sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (4.4)$$

Esta ecuación define la deformación según los ángulos ϕ y ψ . Además, los ángulos

α

se definen así:

$$\alpha_1 = \cos\phi \sin\psi \quad \alpha_2 = \sin\phi \sin\psi \quad (4.5)$$

Reemplazando, la ecuación queda:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1 + \nu}{E} (\sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2) \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (4.6)$$

Al conciderar $\psi = 90$, el esfuerzo residual se define como:

$$\sigma_\phi = (\sigma_1 \cos^2 \phi)(\sigma_2 \sen^2 \phi) \quad (4.7)$$

Reemplazando la ecuación 4.7 en 4.1.3, se obtiene la siguiente ecuación.

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1 + \nu}{E} \sigma_\phi \sen^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (4.8)$$

Por otro lado, la deformación también puede definirse como diferencias entre los planos:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{\Delta d}{d_0} = \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} \quad (4.9)$$

Donde d_0 es la distancia entre planos sin presencia de esfuerzos residuales. Luego, se igualan las ecuaciones 4.8 y 4.9.

$$\frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} = \frac{1 + \nu}{E} \sigma_\phi \sen^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (4.10)$$

Se despeja $d_{\phi\psi}$:

$$d_{\phi\psi} = \frac{1 + \nu}{E} \sigma_\phi d_0 \sen^2 \psi - \frac{\nu}{E} d_0 (\sigma_1 + \sigma_2) + d_0 \quad (4.11)$$

Al imponer $\sen^2 \psi = 0$ se obtiene:

$$d_{\phi 0} = d_0 - \frac{\nu}{E} d_0 (\sigma_1 + \sigma_2) = d_0 [1 - (\frac{\nu}{E})(\sigma_1 + \sigma_2)] \quad (4.12)$$

Al derivar con respecto a ψ :

$$\frac{\delta d_{\phi\psi}}{\delta \sen^2 \psi} = \frac{1 + \nu}{E} \sigma_\phi d_{\phi 0} \quad (4.13)$$

$$\sigma_\phi = \frac{E}{1 + \nu} \frac{1}{d_{\phi 0}} \left(\frac{\delta d_{\phi\psi}}{\delta \sen^2 \psi} \right) \quad (4.14)$$

Con $\frac{\delta d_{\phi\psi}}{\delta \sen^2 \psi} = m$.

4.1.4. Electropulido

El electropulido es un proceso de pulido que se realiza a materiales conductores de electricidad, como por ejemplo el aluminio. Permite obtener una superficie lisa y con baja rugosidad. El material actúa como ánodo en una celda electrolítica. Al reaccionar el electrón con la superficie de la pieza, se produce un film polarizado, el cual permite que se produzca un proceso de oxidación. Por último, las partes oxidadas se desprenden de la superficie.

A continuación, se muestra una representación del proceso. Tanto el cátodo como el ánodo (osea, la pieza), están conectadas a una fuente de poder. Véase figura 4.9.

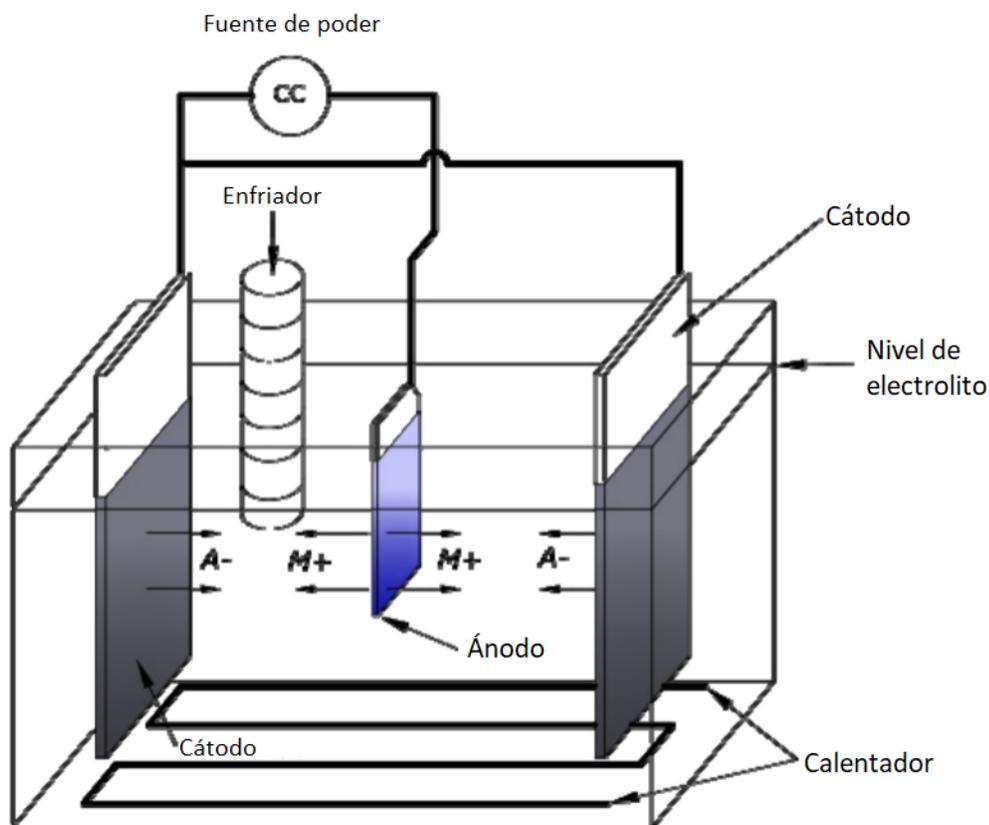


Figura 4.9: Representación del equipo de electropulido con la pieza a pulir.citeNunez2013

Electropulido para el Aluminio

Se pueden utilizar varios tipos de electrolitos, dependiendo del material que se requiere pulir y del equipo de electropulido. Para pulir acero AISI 316L, se utiliza ácido fosfórico y ácido sulfúrico, con la posibilidad de agregar aditivos como el ácido crómico [19]. Para aluminio, se usa un electrolito hecho con ácido perclórico y etanol [6].

La proporción de cada uno de los productos químicos es crucial al momento de generar el electrolito. En el trabajo realizado por Ma Di, Li Shuying y Liang Chenghao sobre electropulido de aluminio con ácido perclórico y etanol [6], se realizan pulidos con diferentes porcentajes entre el etanol y el ácido. La proporción volumétrica que genera un mejor pulido es el 8:1. Además, se indica que la pieza debe ser enjugada en etanol después del electropulido, para retirar el óxido remanente. En la figura 4.10 se puede observar que la relación volumétrica 8:1 entre el etanol y el ácido produce un área de pulido más amplia que el resto.

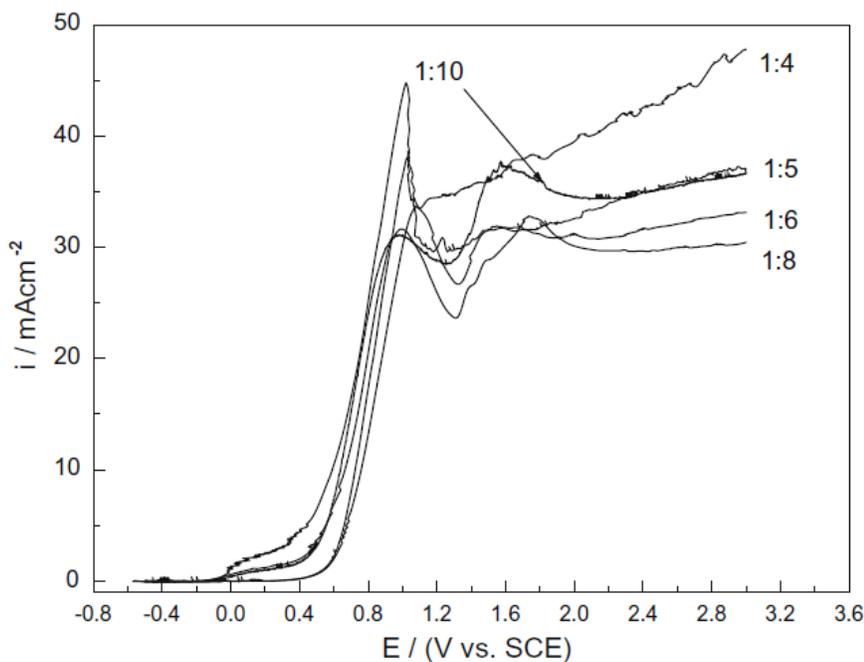


Figura 4.10: Corriente vs Voltaje del proceso de electropulido con diferentes proporciones de etanol y ácido perclórico, quienes conforman el electrolito. [6]

Rango de voltaje y temperatura para generar electropulido

Otro elemento importante a considerar es el voltaje que se aplica. Como se puede ver en la figura 4.11, existe un rango definido en el cual la corriente provoca un buen electropulido. Bajo voltaje produce "pitting", poros; y alto voltaje provoca "gas evolution", aumentando drásticamente la corriente y dejando de pulir.

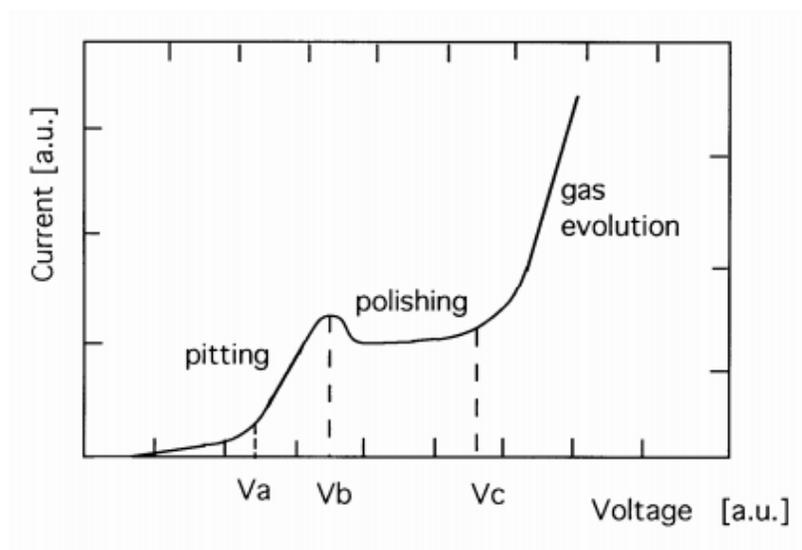


Figura 4.11: Curva voltaje vs corriente resultante en electropulido. (Imagen extraída de [7]).

Por último, se debe configurar el equipo para mantener el electrolito a una cierta temperatura. Otro parámetro que se estudia en el trabajo realizado por Ma Di [6] es la influencia que tiene la temperatura del electrolito en la curva de corriente vs. el voltaje. En la figura 4.12 se muestran los resultados de este estudio. Se puede ver que a menor temperatura el rango de pulido es mayor, cambiando ligeramente hasta los 40 grados, donde la curva cambia drásticamente.

Liberación de esfuerzos residuales producto del pulido

Al retirar capas de material para medir esfuerzos residuales a diferentes espesores el recubrimiento mediante difracción de rayos X, se va eliminando parte de estos esfuerzos que anulaban aquellas fuerzas formadas en la capa removida. En el libro escrito por Fitzpatrick en 2005 [15], se entrega una ecuación para calcular el valor de los esfuerzos residuales si no se hubiera retirado la capa de recubrimiento.

$$\sigma(z_1) = \sigma_m(z_1) + (-4\sigma_m(H)\left(\frac{\Delta Z_1}{H}\right)) \quad (4.15)$$

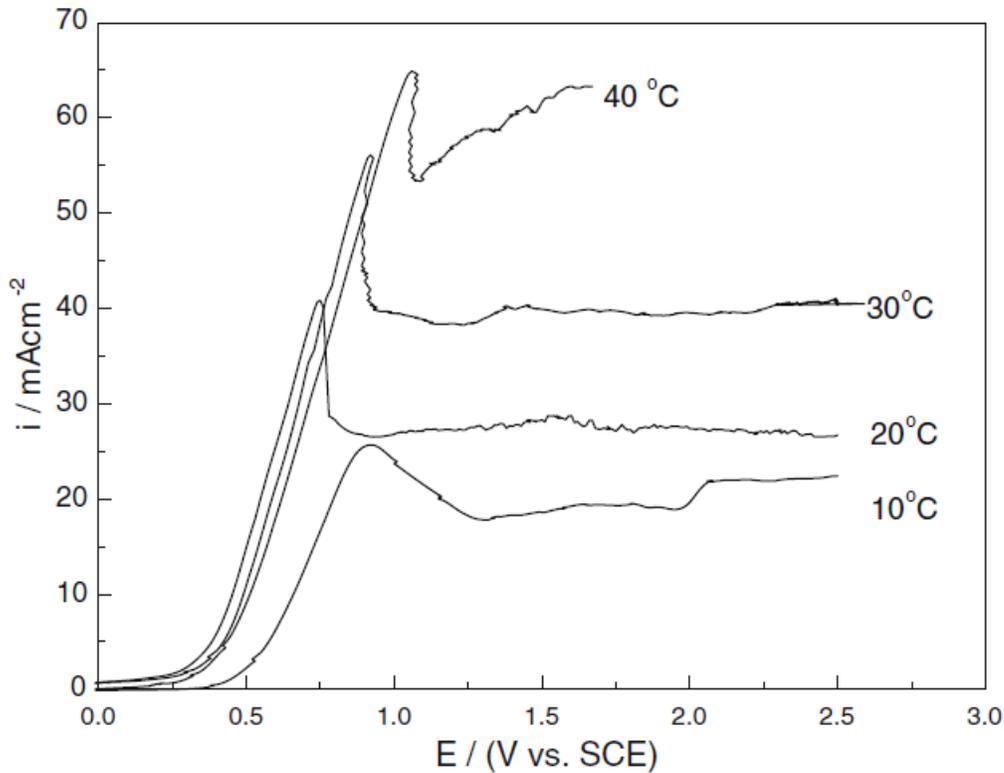


Figura 4.12: Estudio de la incidencia que tiene la temperatura del electrolito en la curva de corriente resultante vs el voltaje aplicado.

Donde z_1 es la altura donde se realiza la medición, H es la altura total de la muestra antes de ser pulida, $\sigma_m(z_1)$ es el esfuerzo medido a esta altura, $\sigma_m(H)$ es el esfuerzo medido en la superficie original de la muestra, y ΔZ_1 es el espesor removido mediante electropulido.

Esta ecuación a demostrado funcionar bien. En la Figura 4.13 extraído del libro escrito por Fitzpatrick [15] se comparan los resultados de esfuerzos residuales medidos por difracción de rayos X corregido con la ecuación 4.15 y los resultados obtenidos midiendo estos esfuerzos con difracción de neutrones, que no requieren retirar capas de material, como es el caso de difracción con electrones.

4.2. Cold Spray

En esta sección se explica en qué consiste el proceso de recubrimiento por Cold Spray, una técnica utilizada principalmente de forma experimental. A pesar de tener varias ventajas, debe ser bien estudiado para poder ser llevado a la industria. Luego, se introducen diferentes técnicas de análisis de curvas resultantes de la difracción de rayos X.

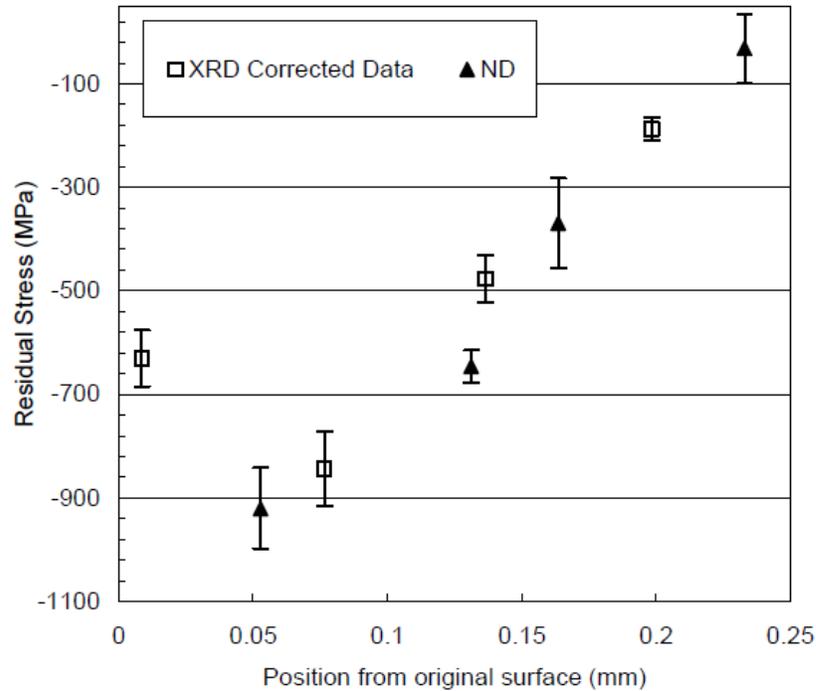


Figura 4.13: Comparación de resultados de esfuerzos residuales con la técnica de medición usando difracción de neutrones y difracción de electrones con corrección utilizando la ecuación 4.15

4.2.1. Proceso del recubrimiento

Cold Spray es un proceso donde partículas de polvo de metal o cerámicas son utilizadas para formar una capa densa en un determinado sustrato. Estas partículas son proyectadas a gran velocidad de modo que el choque provoque su adhesión al material [8].

Las partículas que contiene el polvo tienen un tamaño entre 5 y 100 micrones. Éstas son proyectadas mediante un flujo de gas a gran velocidad, generado por la expansión por una boquilla convergente-divergente del gas, el cual se encuentra presurizado y precalentado [8].

El gas, después de pasar por la boquilla alcanza velocidades supersónicas, mientras que su presión y temperatura disminuyen. El polvo de metal puede ser introducido al flujo de gas antes o después de que este pase por la boquilla. Éstas son arrastradas e impactan contra la superficie del material a cubrir. Ahí sufren deformación y crean un enlace con el sustrato. En la figura 4.14 se muestra un esquema del proceso [8].

Se entiende por recubrimiento el material que se deposita sobre el la pieza a recubrir. Sustrato es el nombre que se le da a esta pieza recubierta, como se puede ver en la Figura 4.15.

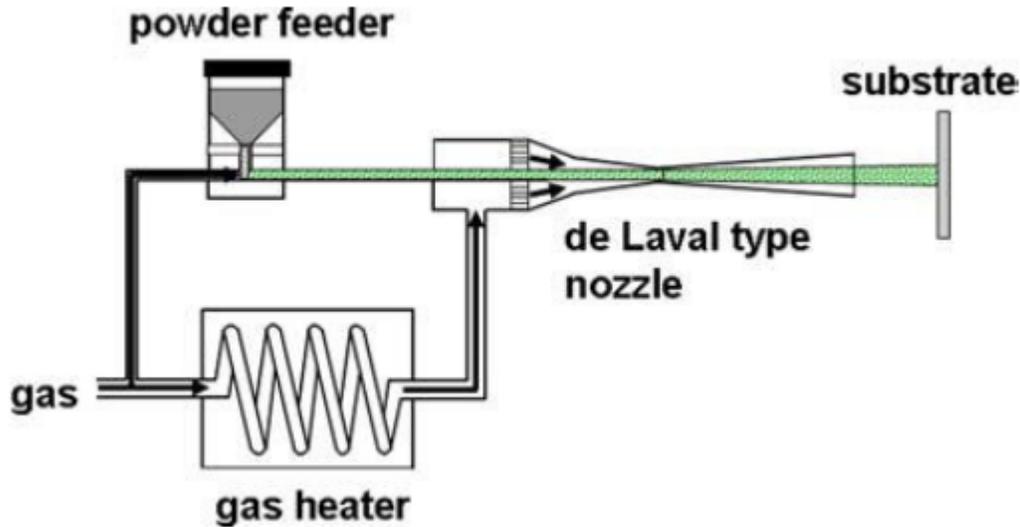


Figura 4.14: Esquema del proceso de Cold Spray [8].



Figura 4.15: Nombres asignados al material depositado y a la pieza recubierta.

4.2.2. Ventajas y desventajas

Al igual que otros procesos de recubrimiento, el Cold Spray tiene ventajas y desventajas. Su ventaja principal es que es un proceso de recubrimiento que se realiza en estado sólido, lo cual permite un mayor manejo de la microestructura del recubrimiento y del sustrato. Otra gran ventaja tiene que ver con la deformación plástica. Esta deformación provoca un aumento de esfuerzos residuales internos, y por ende cambia su dureza y otras características de los materiales. Sin embargo, estos cambios pueden ser muy distintos dependiendo de los materiales involucrados en el proceso y de los parámetros utilizados. A continuación se listan las ventajas y desventajas principales del proceso de Cold Spray.[20]

Ventajas:

- El depósito de material es altamente eficiente, con un porcentaje de adherencia alto.
- Alta densidad del recubrimiento, conductividad y resistencia a la corrosión.

- Dependiendo del material, no existen cambios de fases en el proceso, tampoco oxidación.
- El aumento de temperatura del gas, y luego del polvo es pequeño en comparación a otros procesos.
- El proceso permite generar un recubrimiento con un espesores variados.
- Se puede hacer recubrimiento de superficies no metálicas, como cerámicas, vidrio, plásticos, lo cual tiene aplicaciones en electrónica. [10]
- Los esfuerzo residuales son principalmente de compresión, lo cual aumenta la resistencia a fuerzas de tracción.

Desventajas:

- La cantidad de materiales que pueden ser utilizados son restringidos comparados con otras técnicas de recubrimiento.
- El gas utilizado para obtener un recubrimiento de alta calidad es el Helio, el cual tiene un alto costo.
- Tiene limitaciones en la forma que debe tener el sustrato. Si tiene una forma muy compleja, no se logrará un recubrimiento uniforme.

4.2.3. Esfuerzos residuales

A continuación, se explican los efectos que tiene el proceso de Cold Spray en los esfuerzos residuales tanto en el recubrimiento como en el sustrato.

El esfuerzo residual se compone de dos partes. Por un lado, el impacto del polvo a gran velocidad impone una gran fuerza de compresión que genera esfuerzos residuales cerca de la superficie del sustrato y dentro del recubrimiento, mientras que la temperatura puede tener un efecto de recocido, eliminando estos esfuerzos. Estas dos variables, velocidad y temperatura, determinan la presencia de esfuerzos residuales que se encontrarán en la probeta, y los efectos que tienen éstos se verán aumentados o disminuidos.

En el documento "Simulation of cold spray particle deposition process"[20], realizado por Jing Xie en 2015, se menciona que los esfuerzos residuales de compresión aumenta la resistencia a la fatiga del material. Además, en el texto "Microstructure and fatigue behavior of cold spray coated Al5052" escrito por Ghelichi en 2012 [9], se estudia el efecto que tienen los esfuerzos residuales generados por Cold Spray de aluminio. Los resultados indican un aumento en la resistencia a la fatiga del 30 por ciento al ser recubierto con Al7075. Los resultados dependen fuertemente del tipo de material utilizado para recubrir y de los parámetros del proceso, como se menciona anteriormente.

En la figura 4.16 se observa un aumento en el límite de fatiga al aplicar Cold Spray a diferentes aleaciones de aluminio.

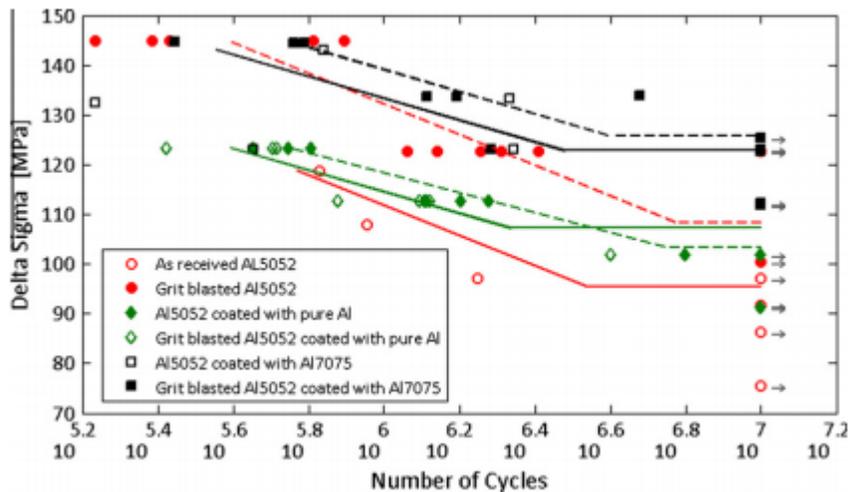


Figura 4.16: Resultados de estudios de los efectos que tienen los esfuerzos residuales en la resistencia a la fatiga [9].

Por otro lado, en el trabajo realizado por Hassan Mahmoudi-Asl, "The Effect of Residual Stress Induced by Cold Spray Coating on Fatigue Life of Magnesium Alloy, AZ31B"[21] se menciona el efecto que tienen los esfuerzos residuales en la resistencia a la corrosión. Nuevamente, el efecto de éstos depende de los materiales de sustrato, recubrimiento y los parámetros del proceso, como velocidad y temperatura.

4.2.4. Aplicaciones

La técnica de recubrimiento por Cold Spray se puede utilizar para una gran variedad de aplicaciones, algunas de las cuales son listadas a continuación. Las aplicaciones se obtienen del estudio "Cold Spraying: Innovative Layers for New Applications"[10].

- Mejorar la resistencia de superficies en relación al entorno.
 - Como se menciona en la sección anterior, el proceso de Cold Spray aumenta la resistencia a la corrosión, oxidación o desgaste. Tiene la ventaja de poder pintar superficies que no soportan altas temperaturas. El Nickel es muy usado como anti-corrosión, tiene ventaja de conseguir baja porosidad, como se puede ver en la Figura 4.17 y por lo tanto un bajo contenido en óxidos. Además, debido a que la técnica de recubrimiento permite cubrir en forma selectiva y enfocada, este recubrimiento es perfecto para procesos como la galvanoplastia. Puede llegar a gran densidad usando nitrógeno como gas, es menos costoso que el galvanizado y es más denso que el spray convencional [10].
 - También, aumenta la resistencia a ataques químicos. Utilizando esta técnica de deposición se puede recubrir piezas con Tantalio, un metal usado en industria química por su resistencia química. Es un material caro, por lo tanto, se debe

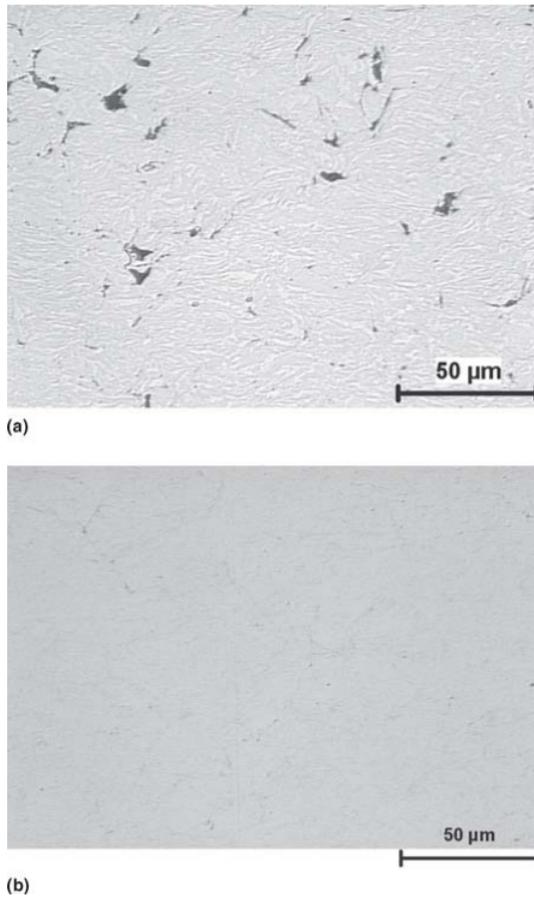


Figura 4.17: Imagen microscópica de un acero recubierto con níquel. a) A una velocidad dos veces más grandes que el óptimo, b) utilizando los parámetros óptimos.[10]

asegurar que su deposición sea lo más eficiente posible. Es una buena alternativa a la técnica de spray plasma al vacío actualmente usada. El gas que se debe utilizar en este caso es el nitrógeno, sin embargo la calidad lograda es variable, las causas pudiendo ser la distribución de tamaño de las partículas usadas, presencia de hidrógeno u otros contaminantes entre otros [10].

- Protección del medio ambiente. Permitir eliminación de ciertos agentes contaminantes otorgando una superficie más lisa y menos propensa a acoger contaminantes orgánicos, actuando por ejemplo como anti bacterias [10].
- Protección altas temperaturas. Conformar una capa que permita a las turbinas funcionar de manera mas eficiente, a mas altas temperaturas [10].

- Modificar las propiedades físicas de un elemento.
 - Consolidar un elemento. Permite al sustrato aumentar su resistencia a la fatiga, pudiendo ser la capa proyectada la que hace el mayor esfuerzo, el sustrato actuando solo como soporte [10].
 - En electrónica: mejora soldadura, conducción térmica y control conducción eléctrica. Debido a la posibilidad de enfocar el trabajo, la alta densidad, pureza y bajo contenido en oxígeno de la capa obtenida, el cold spray es una alternativa interesante en electrónica. Sus aplicaciones son varias: generación de superficies con mayor disposición a ser soldadas para los materiales con baja humectabilidad, pantalla eléctrica sobre plástico, estructuras conductoras sobre soportes no metálicos, soldadura aleaciones [10].
 - Materiales compuestos. El cold spray de simples mezclas de polvo, permite producir compuestos de diversos metales y dispersantes. La matriz de metal compuesto es generalmente densa y la unión entre la matriz metálica y el dispersante es muy fuerte. La microestructura es diferente a la obtenida por spray térmico (pulverización plasma): se observa una interfaz de menor superficie que con el spray térmico. El cold spray de materiales compuestos se usa, por ejemplo, como capas de regulación térmica, de protección de desgaste o capas soportantes y capas de soldadura [10].

Una combinación utilizada al momento de realizar un recubrimiento por Cold Spray es un recubrimiento de metal y cerámico. El metal se adhiere a la superficie, formando así el recubrimiento, y el cerámico, debido a sus propiedades físicas, genera un efecto similar al Shot Peening. La mayoría del polvo cerámico proyectado no será parte del recubrimiento final.

4.2.5. Medición de Esfuerzos Residuales en Cold Spray

La medición de esfuerzos residuales se realiza de diferentes maneras, dependiendo del tipo de muestra estudiada. Los dos procedimientos más utilizados son aquellos explicados anteriormente. A continuación, se presentan los resultados de esfuerzos residuales en recubrimientos depositados mediante Cold Spray obtenidos en ensayos anteriores.

Difracción de rayos X

Los rayos X son una radiación electromagnética con longitudes de onda que varían entre los 0.5 y 2.5 armstrong. Éstos son creados aplicando energía cinética a una partícula cargada eléctricamente y luego frenándola de forma rápida. Las partículas más utilizadas suelen ser electrones, aunque también existen difractores que funcionan a base de neutrones[11].

Los rayos emitidos por los difractores de rayos X tienen diferentes longitudes de ondas con diferentes intensidades, dependiendo del voltaje del tubo de rayos X, que es el dispositivo donde se forman estos rayos [11]. Un ejemplo de diferentes intensidades se muestra en la Figura 4.18.

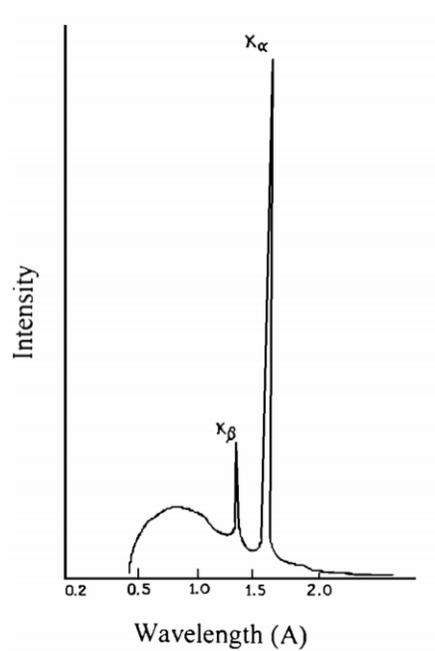


Figura 4.18: Curva de intensidad vs longitud de onda del cobre. [11]

Los peaks que se pueden ver en la figura 4.18 se producen al aplicar un voltaje crítico al tubo de rayos X y sus valores de longitud de onda cambian según la materia prima que se utilice para generar el rayo. Los tres peaks más intensos corresponden a las líneas $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$ y K_{β} . Este último se puede filtrar, sin embargo, el $K_{\alpha 2}$ es tan cercano al $K_{\alpha 1}$ que se realizan las difracciones con ambos peaks [11].

El proceso de difracción consiste en dispersar estos rayos incidentes mediante el choque con los átomos. Si en cierta dirección, los rayos se encuentran en fase, se reforzarán, formando un rayo difractado. Se entiende que dos rayos están en fase cuando la diferencia de fase es igual a un número entero de longitud de onda. Esta longitud, multiplicada por números enteros representa la distancia entre planos, formando así la ecuación de Bragg 4.2. [11]

Cuando una gran cantidad de rayos se encuentran en fase, quiere decir que se ha encontrado un plano dentro de la microestructura del material difractado. En caso de no estar en fase, éstos se anulan. En la Figura 4.19 se ilustran dos rayos que chocan con átomos que se encuentran en a misma dirección de plano y que la diferencia entre sus trayectorias es igual a un número entero de su longitud de onda [11].

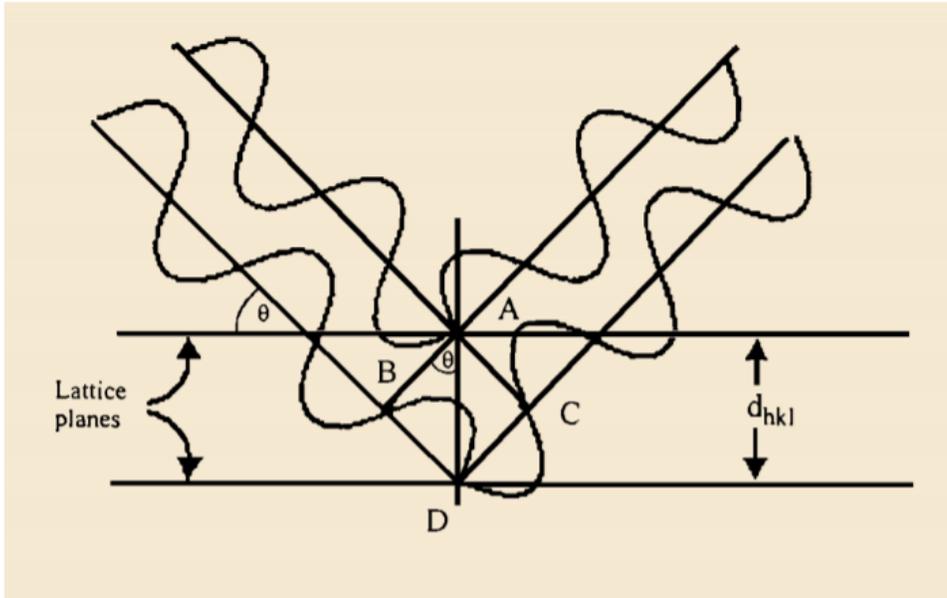


Figura 4.19: Ejemplo de dos rayos chocando con dos átomos pertenecientes a planos con la misma dirección [11].

4.2.6. Análisis de curvas DRX

A continuación, se detallan el procedimiento para obtener los peaks de cada curva y las diferentes técnicas que existen para calcularlos. Además, se explican diferentes fuentes de error que son comunes al realizar mediciones de difracción de rayos X.

4.2.7. Localización de peaks

Una vez medidas las curvas mediante difracción de rayos X, éstas se deben trabajar para asegurarse de obtener el ángulo correcto que corresponde a la distancia entre planos. Para esto existen varias técnicas. Dependiendo de la técnica que se elija seguir, se deben realizar de 3 a 15 mediciones a través de los ángulos ψ .

Antes de determinar el peak, las curvas se deben corregir mediante el "Lorentz polarization"[5] para corregir el factor Lorentz. [22]. Luego, se debe eliminar el "background". Por último se debe elegir una técnica para determinar el peak de la curva.

La primera opción, es elegir el peak absoluto, el punto máximo dentro de la curva original, luego de haber sido corregida por el Lorentz polarization y el background. La segunda opción, es elegir dos puntos de la curva donde la intensidad sea la misma y asumir que el peak se encuentra al medio de la línea que cruza ambos puntos. FWHM (Full width at half maximum) es una técnica usualmente usada, donde se eligen dos puntos a la mitad de la altura máxima. Una técnica más antigua consiste en elegir tres puntos dentro del 15 por ciento más intenso de la curva, calcular la parábola que le corresponde y utilizar el máximo de éste. Se puede mejorar la parábola utilizando entre 5 y 15 puntos dentro del 15 por ciento de puntos con mayor intensidad [5]. Por último, se puede obtener el punto máximo calculando el punto medio a partir del área bajo la curva. En la figura 4.20 se demuestran las diferentes técnicas.

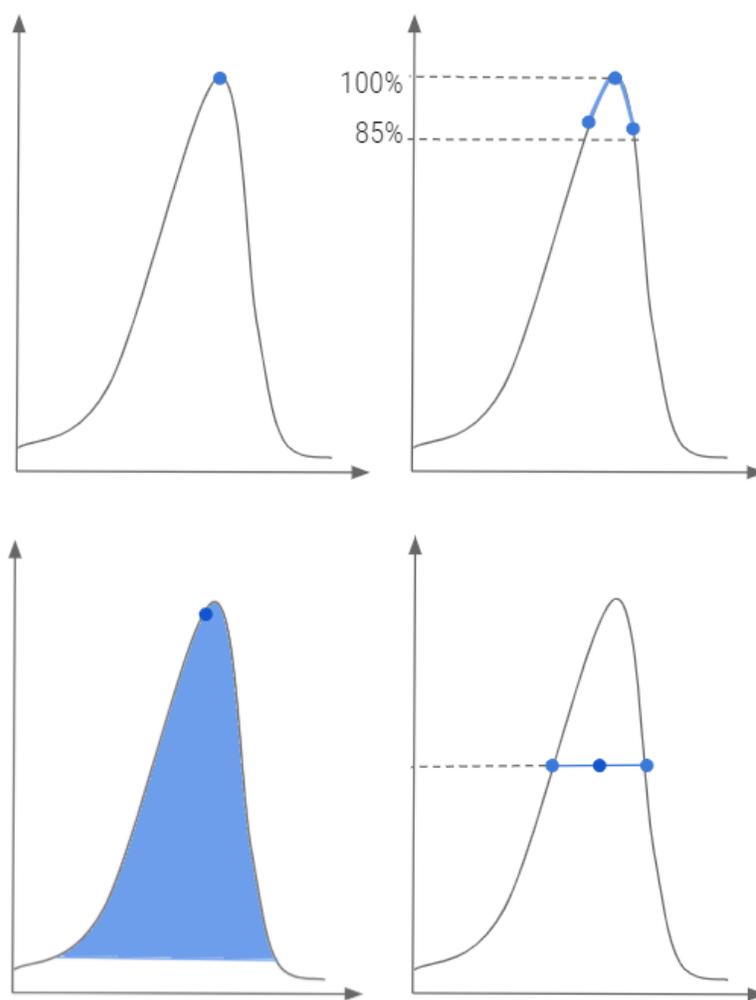


Figura 4.20: Diferentes técnicas para obtener el peak de la curva. a) Se obtiene el peak eligiendo el punto máximo de la curva. b) Se realiza una parábola con tres puntos dentro del 15 % más intenso de la curva. c) Se obtiene el peak tomando el punto medio según el área bajo la curva. d) Se eligen dos puntos a la misma intensidad y se elige el punto medio.

Patrón de difracción

Existen varios patrones dentro de los resultados de difracción de rayos X que pueden entregar información sobre la muestra que se está estudiando [23]. El primero, que es el que se utiliza para medir esfuerzos residuales en el método $\sin^2(\psi)$, es la posición del peak de la curva, la cual se analiza utilizando la ecuación de Bragg 4.2.

El segundo patrón consiste en analizar la intensidad de la curva. Existen seis factores que influyen en la intensidad de la difracción, factor de polarización, factor de estructura, factor de multiplicidad, factor de Lorentz, factor de absorción, y factor de Temperatura. El primero explica la diferencia de intensidad con respecto a la dirección que tienen los rayos. Existen rayos que se difractan en diferentes direcciones, sin embargo, la mayor intensidad se difracta en la dirección del haz incidente. Este es un fenómeno de dispersión forzada; a mayor dispersión, mayor es la intensidad [23].

El segundo factor considera el porcentaje de dispersión atómico definido por el átomo y la cantidad de electrones que tiene cada uno. La multiplicidad explica fenómenos donde al difractar un ángulo en 2θ se miden varios planos de granos a diferentes direcciones, lo cual aumenta la intensidad de la curva [23].

El factor de Lorentz estudia la influencia que tiene los factores trigonométricos en la intensidad de la curva. Si bien el punto máximo se encuentra en el ángulo 2θ calculado con la ecuación de Bragg, también se miden intensidades altas alrededor de este peak. Esto se debe a la cantidad de granos en la misma dirección, al valor de θ y el ángulo en 2θ que se está estudiando. Cerca de los ángulos 0 y 180, la fracción de cono es mayor, disminuyendo la intensidad resultante. Este factor se suele corregir en conjunto con el factor de polarización, formando el factor de polarización-Lorentz. Este factor disminuye la intensidad de las curvas en los sectores medios en 2θ , acercándolas a los valores de los peaks en ángulos cercanos a 0 y 180 [23].

El factor de absorción corresponde a la disminución de la intensidad debido a la radiación que atraviesa la muestra. Por último, el factor de temperatura estudia el efecto que tienen las vibraciones de los átomos debido a la temperatura de la muestra, y el efecto que tienen sobre la intensidad de la curva. A mayor temperatura disminuye la intensidad. El efecto de la temperatura es mayor en ángulos cercanos a 90 grados [23].

El tercer patrón a estudiar es el perfil de la curva. La forma y anchura de la curva pueden indicar características del material medido. En específico, la anchura de la curva aumenta por dos razones; el tamaño de grano y la tensión (*strain*). Si el tamaño de grano es muy pequeño, o si existen esfuerzos de tensión que cambien la distancia entre planos, la curva será más ancha [23].

Fuentes de error

Existen varias fuentes de error al realizar mediciones de difracción de rayos X. En esta sección se hablará de aquellos que son más frecuentes.

El primer error consiste en el posicionamiento de la muestra en el portamuestras del difractor. Cuando se instala la muestra a diferentes ángulos, los resultados de la difracción será distinta, ya que se le está agregando valor al ángulo ψ , y el rayo de vuelta no tendrá el ángulo esperado. Esto se puede observar en la Figura 4.21. La forma más sencilla de evitar esto, es asegurarse que la muestra se encuentre completamente horizontal.

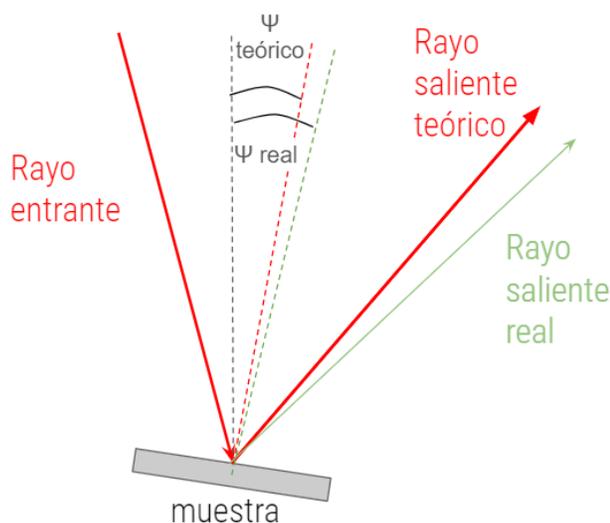


Figura 4.21: Alteración del ángulo ψ y del rayo saliente al mal posicionar la muestra.

Otro error común consiste en elegir un ángulo fuera de los recomendados. En el instructivo "X-Ray diffraction residual stress techniques", escrito por el autor A. Tircuit [5], se entregan diferentes ángulos recomendados para medir esfuerzos residuales en diferentes materiales. También, se indica que lo ideal es elegir un plano con un peak que se encuentre a $2\theta = 125$ grados o mayor. Aquellos peaks que se encuentran más bajos entregan resultados poco precisos [15].

Un error que tiene consecuencias similares al mal posicionamiento de las muestras, es la presencia de "pitting", agujeros de aproximadamente $50 \mu\text{m}$, presencia de curva dentro de la muestra, mala terminación de la superficie, etc. En la Figura 4.22 se muestran dos ejemplos de este error.

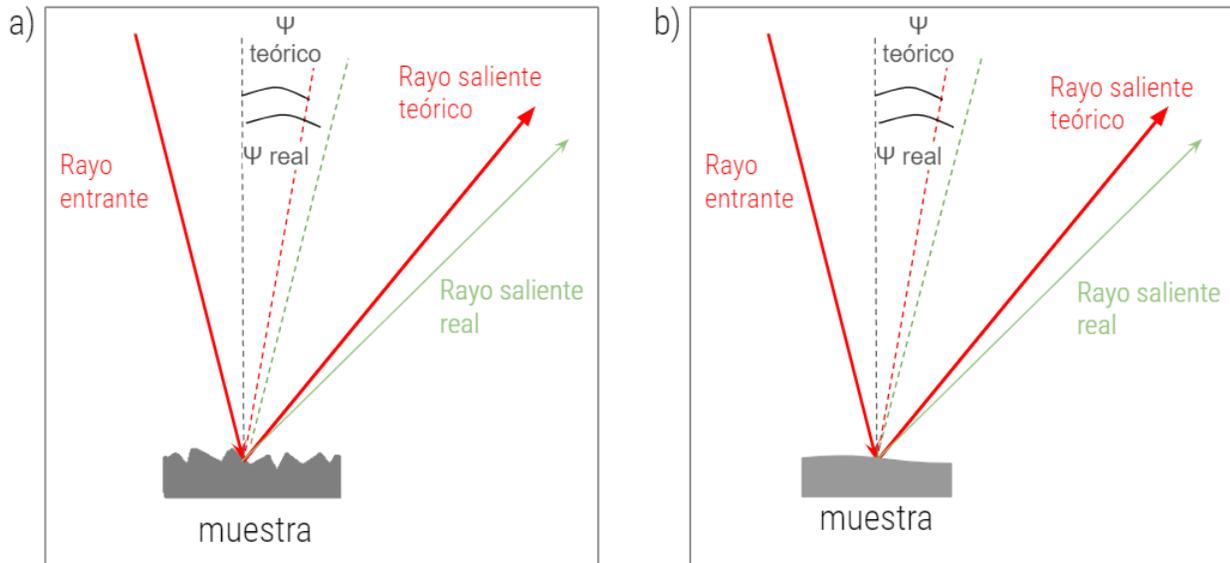


Figura 4.22: Ejemplos de error debido a problemas en la superficie. a) Corresponde al casi de una superficie con mala terminación o pitting. b) Corresponde a una muestra con superficie curva.

En el caso que una muestra contenga granos de gran tamaño, como es el caso en aceros recocidos, por ejemplo, se medirá una menor cantidad de granos, ya que en la superficie medida habrá menos número de granos presente. Esto provoca que se midan menor cantidad de planos en diferentes direcciones. Esto puede provocar que la curva sea asimétrica. Para corregir esto, se configura el difractor para que la superficie medida sea la más grande posible. No se recomienda realizar mediciones de esfuerzos residuales para muestras con tamaños de granos mayores a ASTM No. I [5].

Por último, es recomendado determinar experimentalmente el módulo de young de la muestra, debido a que fácilmente se puede considerar un valor que coincide con la teoría, pero no con la realidad. Estas incoherencias se pueden deber a diferentes procesos de manufactura de los materiales que provocan que el módulo elástico sea diferente al esperado. Para calcularlo, se aplican diferentes esfuerzos en un sector de la muestra a un ángulo ψ determinado, de preferencia 45 grados. Usando la misma ecuación de $\text{sen}^2(\psi)$, 4.3, se obtiene la magnitud de la constante elástica. En la Figura 4.23 se muestra un ejemplo de variación de las distancias entre planos según el esfuerzo que se está aplicando en la muestra.

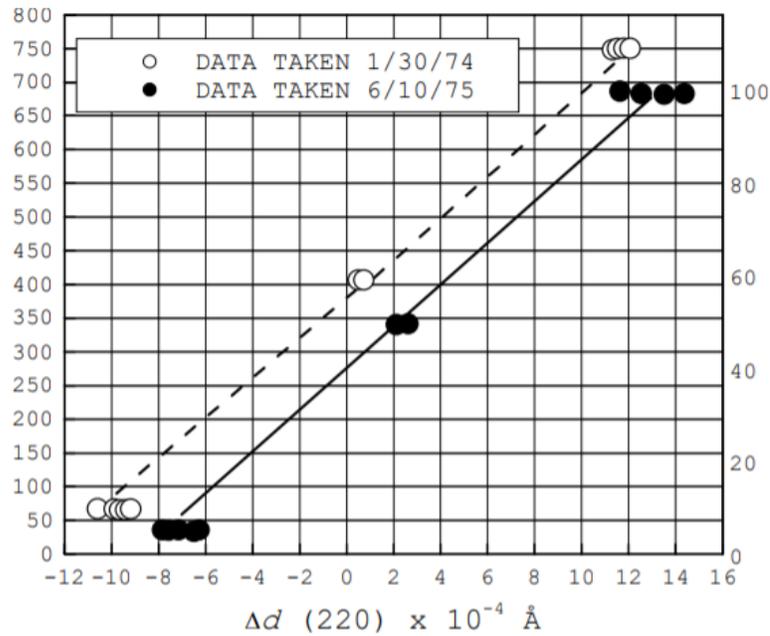


Figura 4.23: Curva de esfuerzo aplicado vs cambio en la distancia entre planos utilizada para calcular el módulo de young de la muestra.

Ensayos anteriores y sus resultados

Un ensayo anterior realizado utilizando el mismo método de cálculo de esfuerzos residuales, $\sin^2(\psi)$, es "*Experimental and numerical study of residual stress evolution in cold spray coating*"[12], realizado en 2014. El ensayo se hizo en sustratos de Al5057 y Al6061 recubiertos por Al7075 y aluminio puro.

En las Figuras 4.24 y 4.25 se muestran los resultados experimentales, al igual que simulaciones numéricas, que para el caso del informe no tienen incidencia. Se puede observar que todos los esfuerzos son de compresión y la magnitud es mayor en el recubrimiento.

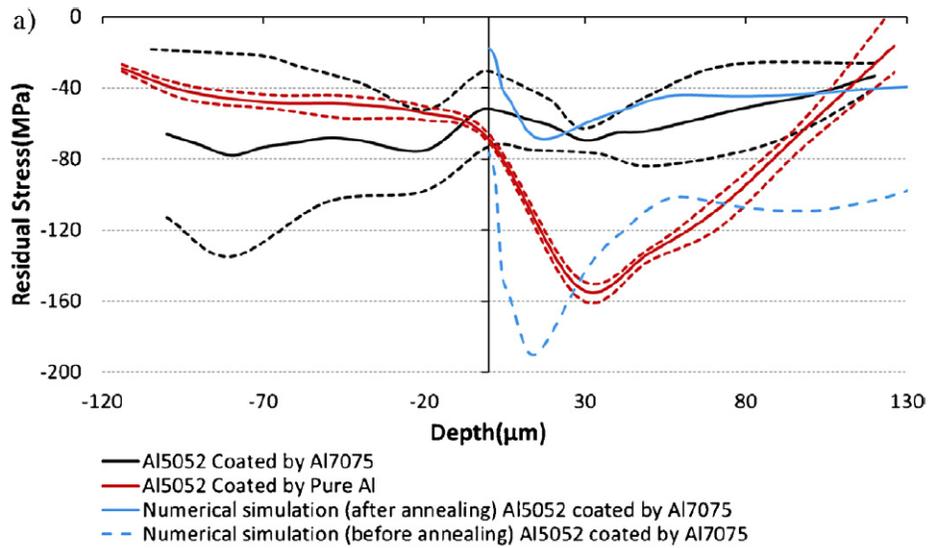


Figura 4.24: Esfuerzos residuales del sustrato de Al5057 y los recubrimientos de Al7075 y aluminio puro.[12]

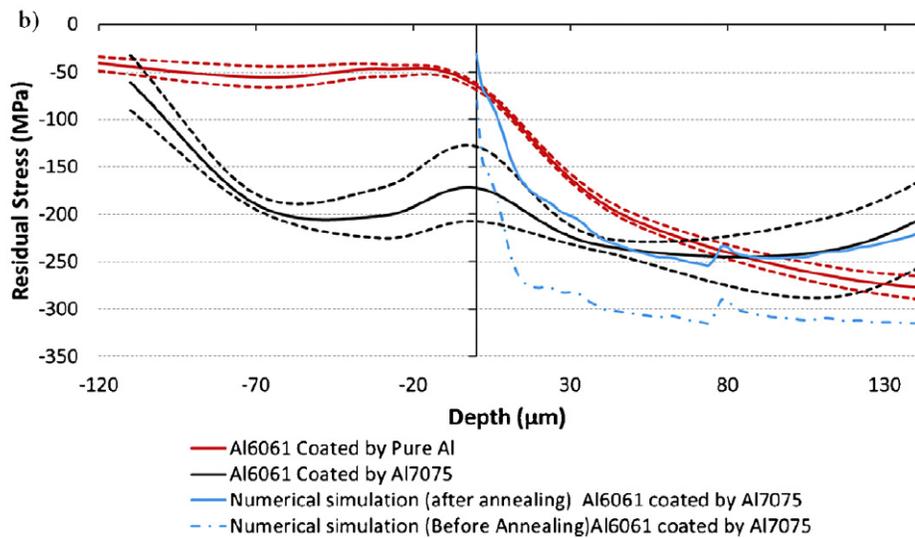


Figura 4.25: Esfuerzos residuales del sustrato de Al6061 y los recubrimientos de Al7075 y aluminio puro. [12]

Utilizando el mismo método, en el estudio titulado "Effect of shot peening on residual stresses and surface work-hardening in cold sprayed coatings" [13] se obtienen resultados de esfuerzos residuales de un sustrato de aluminio recubierto por el mismo material. En la figura 4.26 se muestra la evolución de estos esfuerzos a través del espesor del recubrimiento. Esta forma es característica de los esfuerzos residuales debido a Shot Peening, y tienen una similitud a los resultado de Cold Spray.

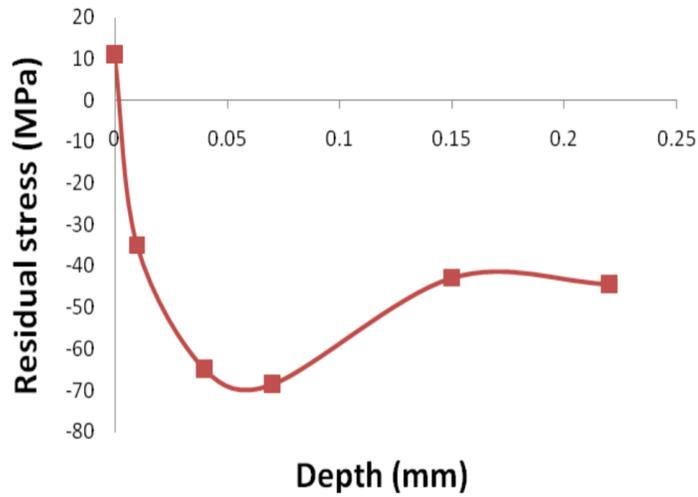


Figura 4.26: Esfuerzo residual del recubrimiento de aluminio. [13]

Otros estudios sobre esfuerzos residuales en sustratos recubiertos por Cold-Spray con otros métodos para calcular los esfuerzos residuales se presentan a continuación.

En la investigación *"Integrated characterization of cold sprayed aluminum coatings"* [14] se encuentran resultados de esfuerzos residuales en un sustrato Al6061 con recubrimiento de aluminio puro. (ver figura 4.27) . En este gráfico se observa que existen esfuerzos residuales de compresión en el recubrimiento, y en el sustrato existen esfuerzos de tensión, que compensan los esfuerzos de compresión.

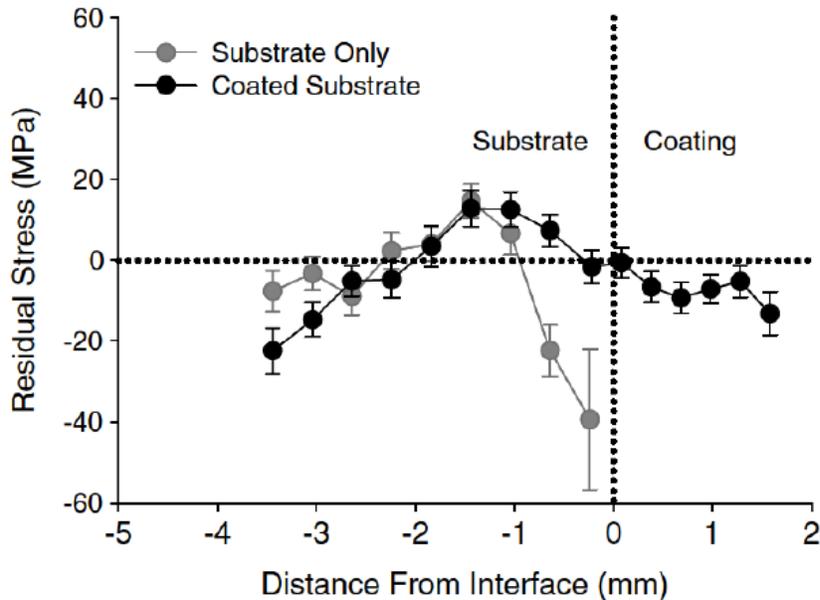


Figura 4.27: Esfuerzos Residuales del sustrato Al6061 recubierto por aluminio puro. [14]

Un estudio sobre los efectos que tienen las variaciones de temperatura de gas, presión y velocidad de desplazamiento de la boquilla sobre los esfuerzos residuales resultantes en sustratos de magnesio AZ31BH24 recubiertos con aluminio 7075 entrega resultados que se pueden observar en la Figura 4.28. Las mediciones se realizaron mediante Hole Drilling. [24]

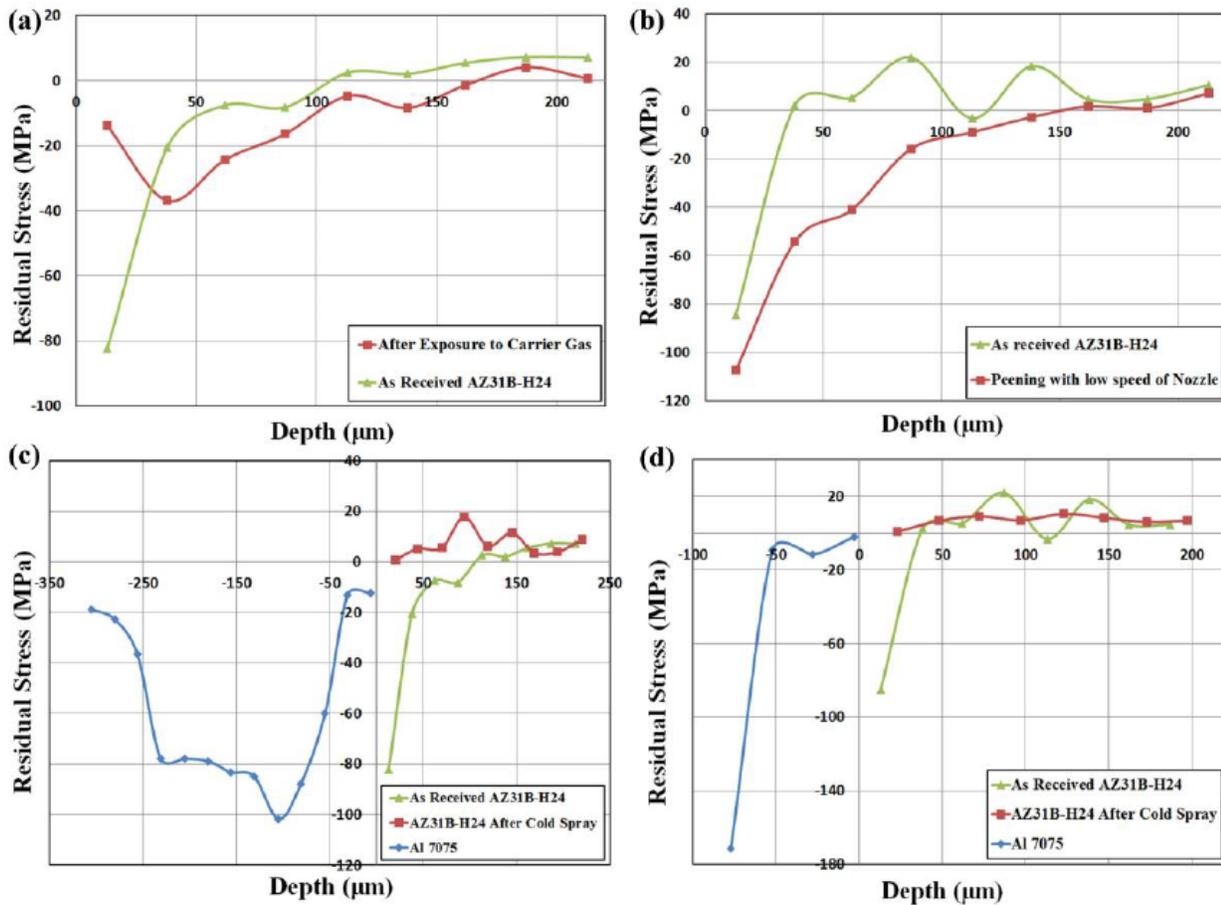


Figura 4.28: Esfuerzos residuales medidos mediante Hole Drilling. a) Aplicación de Cold Spray sin polvo de aluminio, expuesto a gas a 400 grados celcius. b) Cold Spray a temperatura ambiente (efecto peening). c) Cold Spray aplicado con desplazamiento de la boquilla a una velocidad de 2 mm/s. d) Cold Spray aplicado con desplazamiento de la boquilla a una velocidad de 10 mm/s.

En estos resultados se nota que el impacto del gas disminuye los esfuerzos de compresión. Además, el efecto peening aumenta la magnitud de estos esfuerzos considerablemente. Por último, se puede observar que el cambio de velocidad de la boquilla tiene un gran impacto en los esfuerzos residuales dentro del recubrimiento. Al aumentar la velocidad, los esfuerzos residuales se concentran en la superficie.

Capítulo 5

Ensayo Experimental

En este capítulo se entregan los datos y procesos que son necesarios definir para obtener resultados verídicos. Estos parámetros se eligen a partir de la información entregada en la sección de antecedentes.

Se parte dando una explicación general del proceso experimental del trabajo realizado. Luego, se explica la metodología aplicada para la medición de distancias entre planos cristalinos, el electropulido y el cálculo de los esfuerzos residuales en cada capa estudiada de cada muestra. Por último, se caracterizan las muestras estudiadas, sus materiales y proceso de manufactura; y se entregan los datos de los equipos usados, estos son el equipo de difracción de rayos X y el equipo de electropulido. Por último, se describe detalladamente la metodología aplicada para la medición de distancias entre planos cristalinos, el electropulido y el cálculo de los esfuerzos residuales en cada capa estudiada de cada muestra.

5.1. Descripción general del proceso experimental

Se realizan mediciones de difracción de rayos X para medir la variación de distancias entre planos. Esta variación de distancias permiten estimar los esfuerzos residuales que se encuentran en la superficie de la muestra estudiada. Estas mediciones se realizan a tres diferentes puntos dentro del recubrimiento, para estudiar la variación de los esfuerzos a través del espesor de éste.

Debido a que no se pueden medir esfuerzos residuales a profundidad con difracción de electrones, se utiliza un equipo de electropulido para retirar capas de recubrimiento y medir los esfuerzos en la nueva superficie.

Por último, se analizan las curvas de difracción obtenidas, se aplican diferentes filtros para corregir errores, y se calculan los esfuerzos residuales mediante el método de $\sin^2(\psi)$. Con estos resultados se analiza la variación de los esfuerzos a través del espesor de cada muestra y se determina la influencia que tiene el porcentaje de alúmina en los resultados. En la figura 5.1 se detalla el diagrama de flujo del proceso experimental.

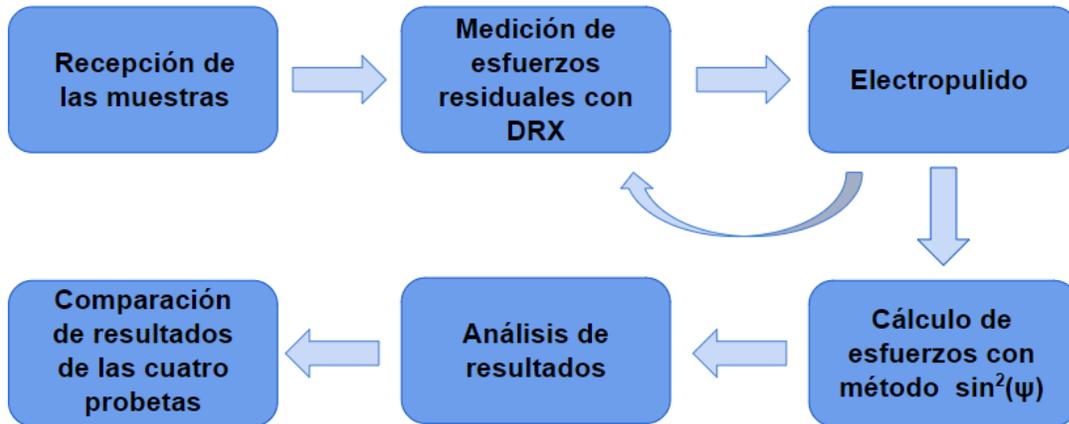


Figura 5.1: Diagrama de flujo del proceso experimental.

5.2. Metodología

Para obtener los resultados de los esfuerzos residuales a través del espesor del equipo, se utiliza un equipo de difracción de rayos X para la medición de los esfuerzos, y un equipo de electropulido para remover las capas del recubrimiento sin agregar esfuerzos residuales adicionales en la superficie de las muestras estudiadas.

A continuación se explica la metodología utilizada en ambos procesos; electropulido y medición de esfuerzos residuales. Cabe mencionar que se realizaron 3 mediciones a través de las muestras medidas. Esto implica que se utiliza tres veces el equipo de DRX y se realizan dos electropulidos. En la figura 5.2 se representan los tres puntos de medición en las muestras.

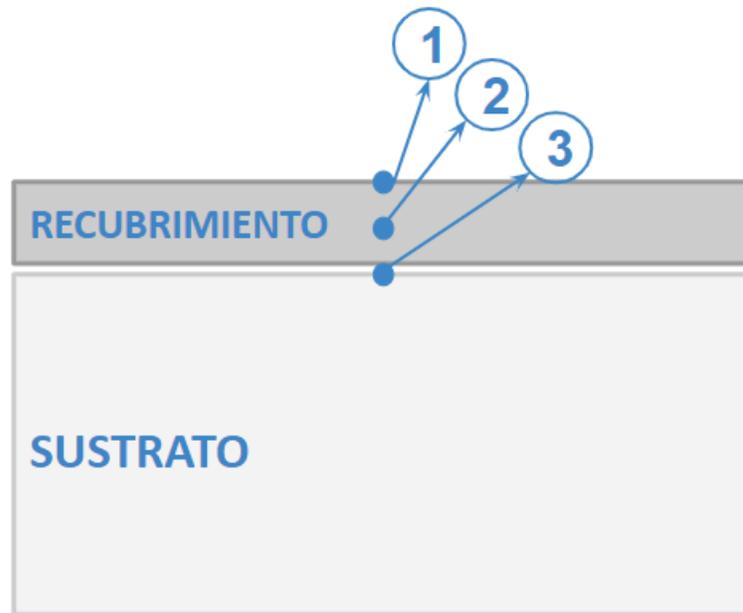


Figura 5.2: Tres puntos e medición de esfuerzos residuales. El primero se realiza en la superficie, luego en medio del recubrimiento, y por último en el límite entre éste y el sustrato.

5.3. Electropulido

Para llevar a cabo el electropulido se utiliza el equipo perteneciente al departamento de Ingeniería Civil Mecánica. Este equipo, que se encuentra en el laboratorio de manufactura, se encuentra conectado a una fuente de poder, que entrega un máximo de 30 volts, y funciona generando un flujo del electrolito con la ayuda de imanes que giran. El sistema genera el flujo del electrolito mediante una bomba con agitador magnético que se encuentra en la base. Esto provoca que el electrolito suba por un cilindro, pasando por el cátodo, para terminar tocando la muestra, que funciona como ánodo.

En la Figura 5.3 se encuentra un esquema del proceso. Las áreas en azul corresponden al electrolito, las flechas indican el movimiento del flujo, los rectángulos en la parte baja de la imagen corresponden a los imanes que se mueven en el sentido que indican las flechas sobre ellos, y los rectángulos en la parte superior representan la muestra siendo pulida (en gris claro) y el conector superior del circuito (en gris oscuro), que cierra el circuito eléctrico.

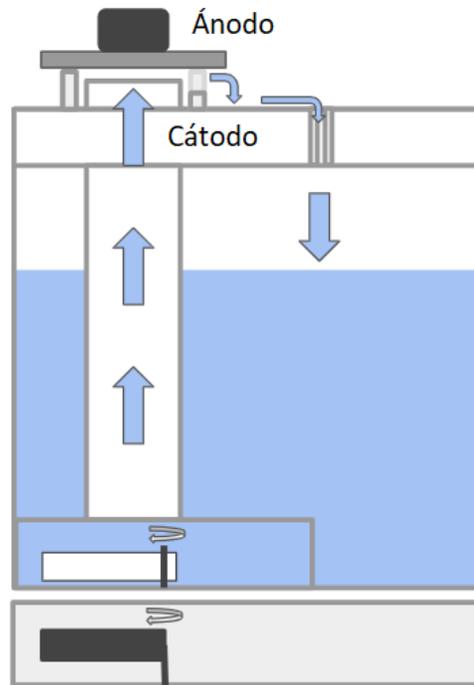


Figura 5.3: Esquema del proceso de pulido, el movimiento de los imanes y el flujo del electrolito.

5.3.1. Preparación del equipo y electrolito

El electrolito se prepara para el primer pulido, y luego se guarda para reutilizarse en los siguientes. El electrolito utilizado corresponde a una mezcla 8:1 de etanol y ácido perclórico.

Una vez preparado el fluido, se vierte en la fuente, se agrega el imán superior, se instala el cátodo unido al cilindro y se acomoda la muestra sobre el equipo. La muestra se encuentra sobre un anillo de teflón que le impide entrar en contacto con el cátodo, evitando un cortocircuito.

Cuando la muestra se encuentra instalada, se conecta la fuente de poder al equipo de electropulido y se prende. Luego, se ajusta el voltaje que se desea aplicar. El rango de voltaje fluctúa entre 2 y 11 volts (Figura 5.15).

5.3.2. Proceso del electropulido

Estando lista la preparación, se empieza el proceso de pulido. Se aumenta lentamente la velocidad de giro de los imanes hasta generar un flujo constante y sin burbujas. luego, se anota la corriente resultante que mide la fuente de poder y se vigila el proceso durante el tiempo determinado.

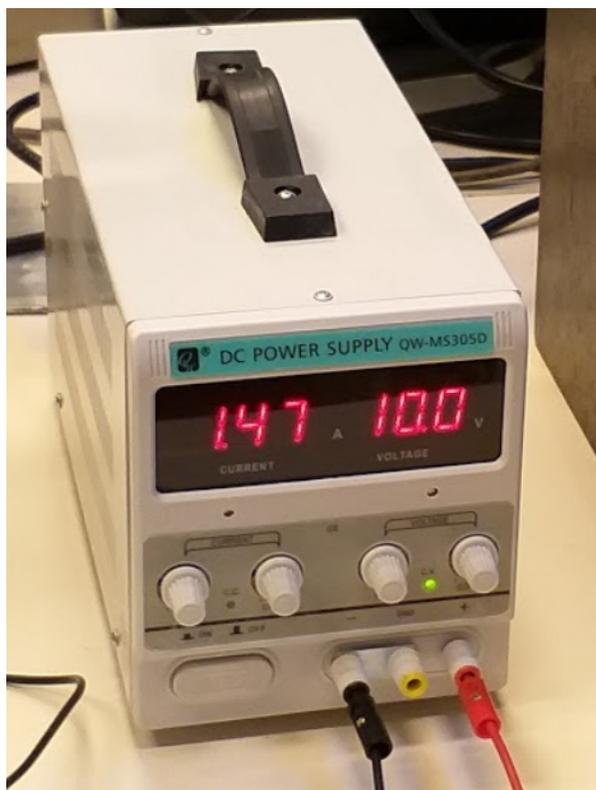


Figura 5.4: Fuente de poder conectada al equipo de electropulido.

Al transcurrir los minutos definidos, se apaga la fuente de poder, se retira la muestra y se sumerge en una fuente de etanol, para disolver los restos de ácido perclórico. Se saca de la fuente, se seca y con la ayuda de un micrómetro se mide el cambio de espesor. Este espesor se mide tres veces en diferentes partes de la muestra, para luego hacer un promedio de estas y determinar si se ha removido el espesor deseado.

Este experimento se realiza primero en piezas de aluminio para probar la calidad del pulido con los parámetros utilizados. Luego, se observa la superficie por microscopio para ver si se han formado poros por pitting. El voltaje aplicado que entrega mejores resultados es de 8 volts.

Parámetros utilizados para el electropulido		
Voltaje	8-10	Volts
electrolito	etanol y ácido perclórico	relación 8:1

Tabla 5.1: Parámetros utilizados en el proceso de electropulido

5.4. Medición de esfuerzos residuales

Se utiliza el equipo de difracción de rayos X para calcular los esfuerzos residuales en cada capa de las muestras. Para esto, primero se elige el peak a estudiar, se define el rango de ángulos 2θ necesarios para medir correctamente el peak y, por último, se realiza la medición.

5.4.1. Identificación del peak a estudiar

Para determinar el peak a medir para calcular los esfuerzos residuales se obtienen los detalles del equipo de difracción de rayos X que se utilizará, y en base a estos parámetros se encuentra el ángulo recomendado en la literatura para realizar estas mediciones. Para esto se consulta el libro "Determination of Residual Stresses by X-ray Diffraction - Issue 2", de Fitzpatrick [15], donde se indica que, para medir esfuerzos residuales en aluminio utilizando difracción de cobre y filtro de níquel, se debe medir el ángulo 137,5 (Figura 5.5).

Material	Bravais Lattice	X-ray Tube anode	K- β Filter	Wavelength Å (All K- α 1)	2-Theta Angle (Approx.)	{hkl}	Multiplicity ⁷
Ferrite, α -iron	BCC ⁵	Cr K- α	V	2.2897	156.1	{211}	24
Austenite, γ -iron	FCC ⁵	Mn K- α Cr K- α	Cr V	2.1031 2.2897	152.3 128.8	{311} {220}	24 12
Aluminium	FCC ⁵	Cr K- α	V	2.2897	139.3	{311}	24
		Cr K- α	V	2.2897	156.7	{222}	8
		Cu K- α	Ni	1.5406	162.6	{333}/{511}	32
		Cu K- α	Ni	1.5406	137.5	{422}	24
Nickel Alloy	FCC ⁶	Mn K- α	Cr	2.1031	152 - 162	{311}	24
		Fe K- α	Mn	1.9360	127 - 131	{311}	24
Titanium Alloy	Hexagonal ⁵	Cu K- α	Ni	1.5406	139.4	{213}	24
Copper	FCC ⁵	Cu K- α *	Ni	1.5406	144.8	{420}	24
		Cu K- α	Ni	1.5406	136.6	{331}	24
Tungsten Alloy	BCC ⁶	Co K- α	Fe	1.7889	156.5	{222}	8
Mo Alloy	BCC ⁶	Fe K- α	Mn	1.9360	153.2	{310}	24
α Al ₂ O ₃	Hexagonal ⁷	Cu K- α	Ni	1.5406	152.8	{330}	6
		Ti K- α	Sc	2.7484	156.5	{214}	24
γ Al ₂ O ₃	FCC ⁷	Cu K- α	Ni	1.5406	146.1	{844}	24
TiN (Osbornite)	FCC ⁷	Cu K- α	Ni	1.5406	125.7	{422}	24

Figura 5.5: Ángulos recomendados por Fitzpatrick para medir esfuerzos residuales con diferentes parámetros.[15].

Una vez elegido el peak se calcula el rango de ángulos necesarios medir para abarcar completamente la curva. Para este cálculo se utilizan la ecuación de Bragg y de $\sin^2(\psi)$, definidas en antecedentes. Ecuaciones 4.2 y 4.3.

Se define el esfuerzo residual máximo que se puede medir, que corresponde al esfuerzo de fluencia. Luego, utilizando la ecuación de $\text{sen}^2(\psi)$ [4.3], se obtiene la pendiente máxima. Se evalúa esta pendiente en el punto $\psi = 45$ grados y se obtiene la distancia mínima que puede haber entre planos. Por último, se reemplaza esta distancia en la ecuación de Bragg [4.2], obteniendo así el ángulo mínimo donde se pueden encontrar los peak.

Además, a partir de una primera medición general de DRX se calcula el ancho del peak y se suma este valor a la variación de ángulo que se calcula anteriormente para obtener el rango total de la medición.

5.4.2. Proceso de medición del peak a diferentes ángulos

Una vez definido el peak y el rango de ángulos θ a estudiar, se procede a medir las curvas de difracción de rayos X de cada muestra. Se realizan cuatro mediciones por muestra en cada capa, a 0, 5, 10 y 15 grados de inclinación en el eje ψ .

El peak utilizado es el de $2\theta = 137,5$ grados, como se menciona anteriormente. En la figura 5.6 se puede ver el ángulo ψ , que se mantiene fijo en cada medición, y la variación del ángulo θ , que se desplaza durante cada medición.

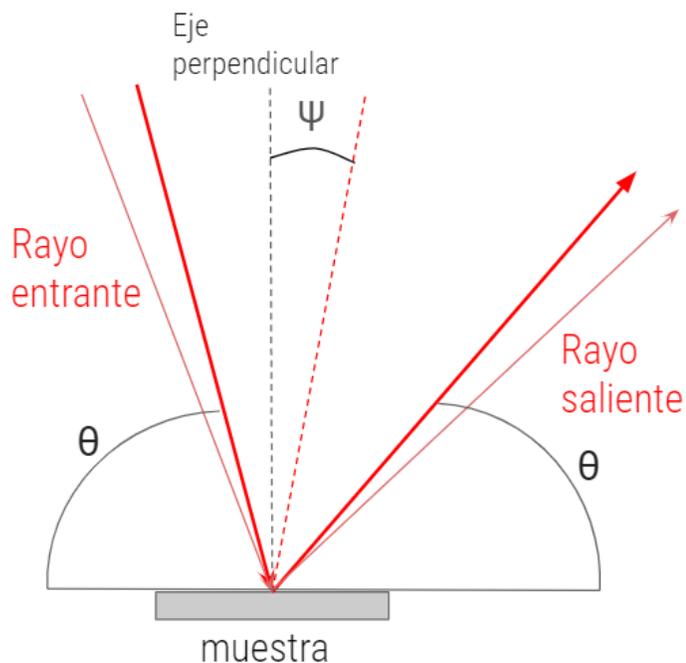


Figura 5.6: Esquema de los ángulos utilizados para las mediciones.

Parámetros utilizados para la difracción de rayos X	
Ángulo 2θ	137,5
Plano estudiado	{422}
Ángulos ψ	0 - 15
Número de mediciones por muestra	4

Tabla 5.2: Parámetros utilizados para las mediciones realizadas con difracción de rayos X

5.5. Cálculo de esfuerzos residuales

Las curvas obtenidas se encuentran en formato ".raw". Con la ayuda del programa PowDLL se cambia el formato a ".rd" para que el programa JADE 5.0 pueda leerlas. En este programa se realiza la corrección de Lorentz Polarization y se sustrae el background. Luego, se elige obtener el peak calculando el punto medio del área bajo la curva. Este proceso es explicado en antecedentes, Análisis de curvas, Localización de peaks. Cada peak está asociado a un ángulo 2θ . Este ángulo se utiliza para obtener la distancia entre planos.

Se obtienen las distancias entre planos en cada medición utilizando la ecuación de Bragg 4.2. Luego, se grafica cada resultado en función al ángulo ψ con el que fue medido cada uno, como se puede ver en la figura 5.7. Esta curva se obtiene del trabajo escrito por A. Tircuit, en 2007 [5].

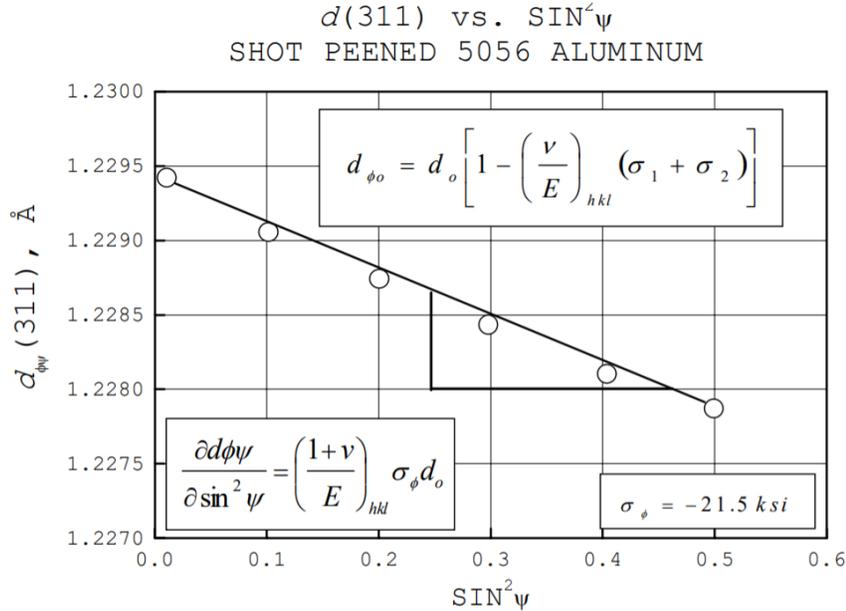


Figura 5.7: Ejemplo de un gráfico de distancia entre planos vs. $\text{sen}^2(\psi)$ de un aluminio 5056 granallado. [5]

Se calcula el valor de la pendiente promedio de la curva obtenida de las distancias vs $\sin^2(\psi)$. Esta pendiente es el valor que se necesita para obtener el esfuerzo residual en la superficie al que corresponde la curva. Para esto se utiliza la ecuación definida en el método del $\sin^2(\psi)$, la ecuación 4.3. De esta manera se obtiene la magnitud de los esfuerzos residuales en cada superficie medida.

Sin embargo, se debe considerar que al realizar un electropulido se liberan ciertos esfuerzos residuales. Estos deben volver a sumarse, para compensar el esfuerzo residual que habría dentro del material antes de que se quitaran capas de recubrimiento. 4.15.

Por último, se grafican los esfuerzos residuales en cada nivel de superficie, esto es, en la superficie del recubrimiento, a 250 micrones dentro dentro del recubrimiento y en la superficie del sustrato. Además, se comparan los esfuerzos a cada nivel entre las diferentes muestras, para comparar el efecto que tiene el porcentaje de alúmina en la magnitud de esfuerzos residuales.

Parámetros utilizados para el cálculo de esfuerzos residuales	
Módulo de Young	69 GPa
Lamda	1,5406 [Å]
Poisson's ratio for aluminum	0.334
Método de identificación de peak	Área bajo la curva

Tabla 5.3: Parámetros utilizados para el cálculo de esfuerzos residuales

5.6. Descripción de las muestras

Para realizar el experimento se estudian cuatro muestras de sustratos de aluminio 6061-T6 recubiertos con una mezcla de aluminio y alúmina [16]. El aluminio en forma de polvo utilizado es considerado aluminio puro en la industria (SST-A5001, Centerline Ltd., Windsor, Ontario, Canada), y la alúmina corresponde al material Al₂O₃-2N-45 (Tekna Advance Materials Inc, Sherbrooke, Quebec, Canada)[16]. El polvo utilizado tiene forma esférica. Una imagen de la alúmina en polvo se muestra en la figura 5.8. El tamaño promedio de las esferas es de 38 μm . [16]

El aluminio para el recubrimiento es un polvo de forma irregular que se obtuvo mediante atomización por gas. Su diámetro promedio es de 26 μm . Una fotografía microscópica del polvo se puede ver en la figura 5.9.

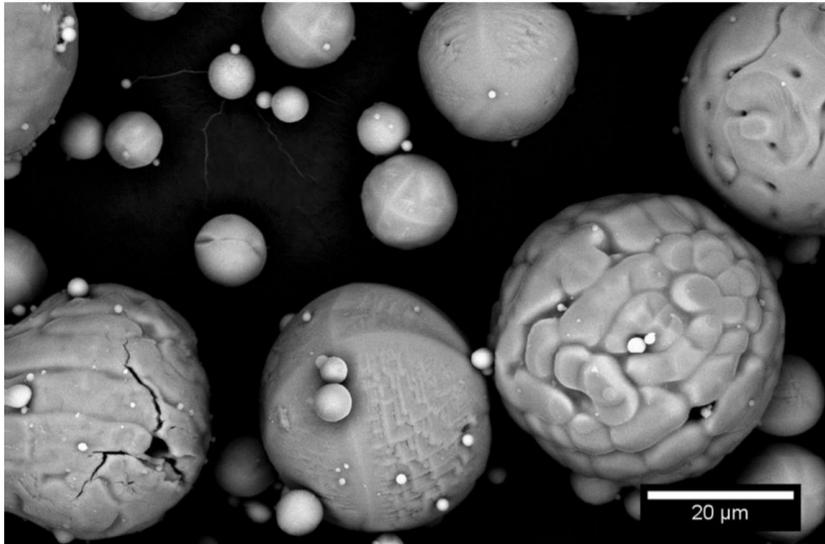


Figura 5.8: fotografía de la alúmina utilizada para recubrir los sustratos.[16]

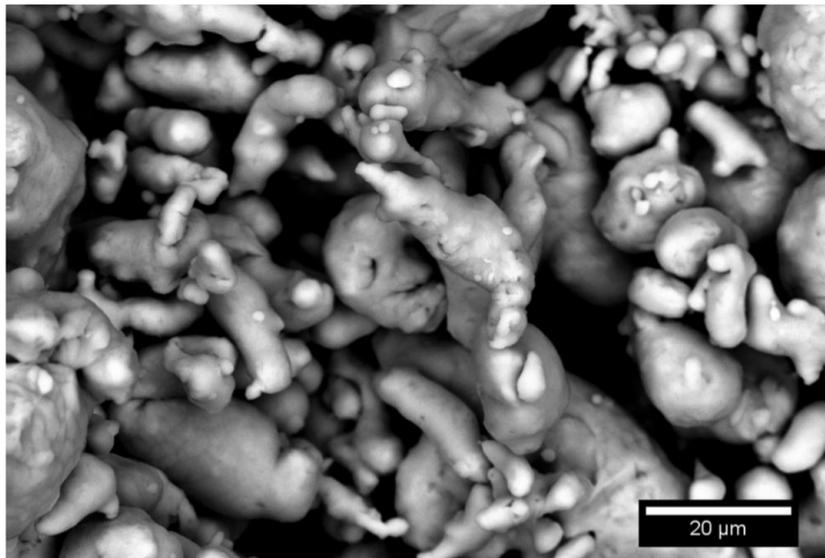


Figura 5.9: fotografía del aluminio utilizado para recubrir los sustratos.[16]

La composición de cada muestra se explica en la tabla 5.4, donde se especifican los porcentajes de cada material en el polvo a ser proyectado. En esta tabla no se incluye el material del sustrato, ya que este es el mismo para las cuatro muestras. Los porcentajes de ambos materiales en el recubrimiento final se encuentran en la siguiente sección.

Composición del recubrimiento		
Nombre de la muestra	% de aluminio	% de alúmina
Al-00	100	0
Al-02	80	20
Al-04	60	40
Al-06	40	60

Tabla 5.4: Composición del recubrimiento de cada muestra estudiada.

Se utilizó el equipo EP Series SST Cold Spray System para depositar el recubrimiento en los sustratos. La boquilla De Laval utilizada tiene un diámetro mínimo de 2 milímetros y máximo de 6.6 milímetros en la salida. La deposición se realiza a 250 grados celcius a una presión de 1,65 MPa. EL gas utilizado para transportar el polvo es Nitrógeno y la velocidad de éste es de 20 milímetros por segundo.

Las dimensiones de las muestras una vez completado el recubrimiento, se especifican en la tabla 5.5. Estas dimensiones se utilizan para determinar los puntos de medición de los esfuerzos residuales.

Dimensiones de cada muestra		
Nombre de la muestra	espesor del sustrato [μm]	Espesor del recubrimiento [μm]
Al-00	3202	575
Al-02	3185	471
Al-04	3185	430
Al-06	3200	426

Tabla 5.5: Espesores de los sustratos y recubrimientos estudiados.

5.6.1. Deposición de alúmina

El porcentaje de alúmina presente en el polvo inicial es diferente al porcentaje de alúmina en el recubrimiento luego de haber sido depositado. Esto se debe a que la adherencia de la alúmina es menor a la del aluminio, y el efecto que tiene corresponde principalmente en generar esfuerzos residuales de compresión en la superficie, generando un efecto similar al proceso de Shot Peening.

A continuación, se presentan gráficos indicando la eficiencia de deposición de la alúmina (ver figura 5.10) y un gráfico de comparación entre la alúmina proyectada y la alúmina remanente en el recubrimiento (ver figura 5.11).

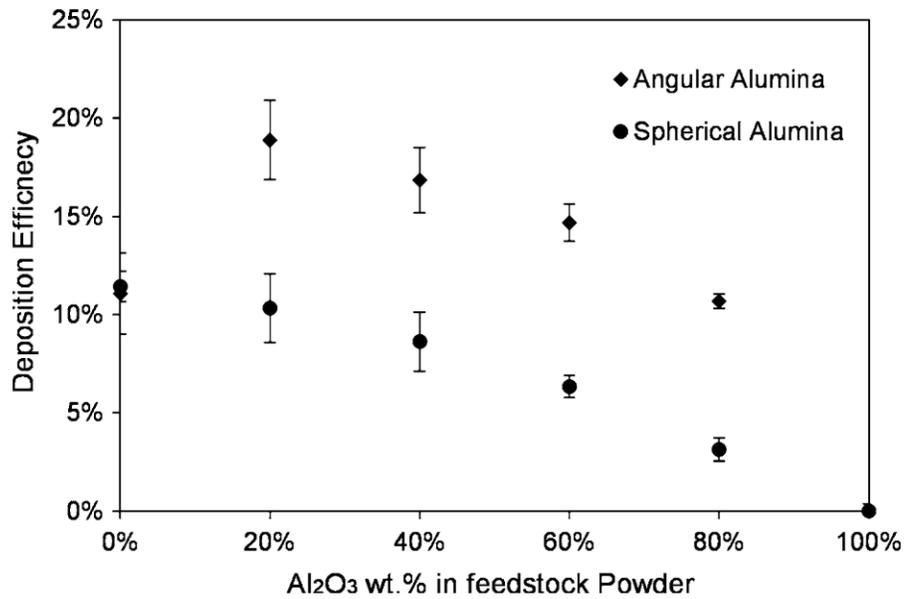


Figura 5.10: Eficiencia de deposición de alúmina en función del porcentaje aplicado y de la forma del polvo.[16]

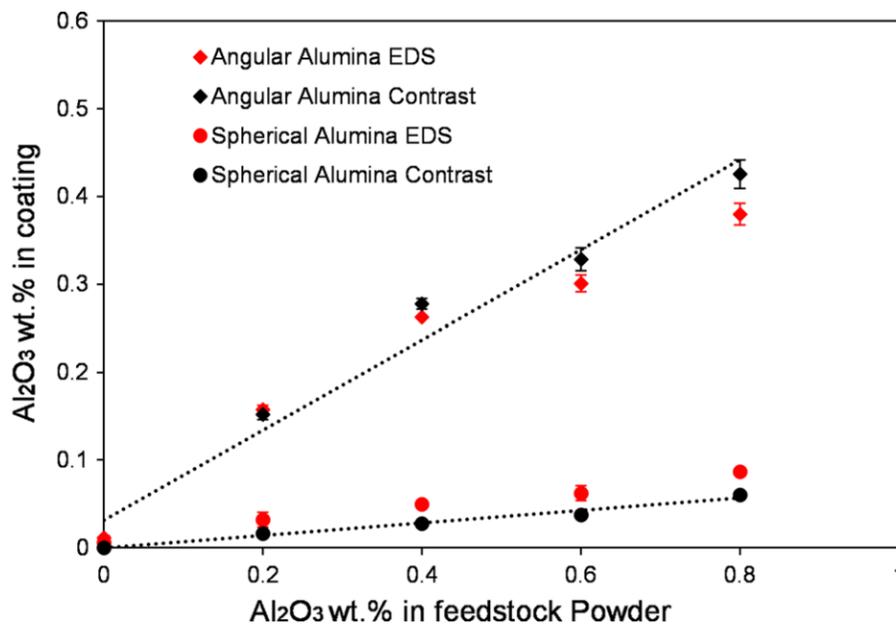


Figura 5.11: Comparación entre la cantidad de alúmina aplicada y la remanente en la superficie en función del porcentaje aplicado y de la forma del polvo.[16]

5.7. Descripción de los equipos utilizados

A continuación, se detallan las características del equipo de difracción de rayos X y del equipo de electro pulido usados, ambos pertenecientes a la Universidad de Chile.

5.7.1. Equipo de difracción de rayos X

El equipo de difracción de rayos X es de marca Bruker, su geometría es Bragg-Brentano, que se define en la figura 5.12. El ángulo 2θ se define como la diferencia entre la horizontal y el ángulo que forman el rayo entrante y saliente. El modelo específico es D8 Advance 5.13, el tubo R-X es de cobre (Cu), con filtro de níquel, y tiene un detector lineal LynxEye. Por último, la potencia máxima que puede entregar es de 40 KV y 30 mA.

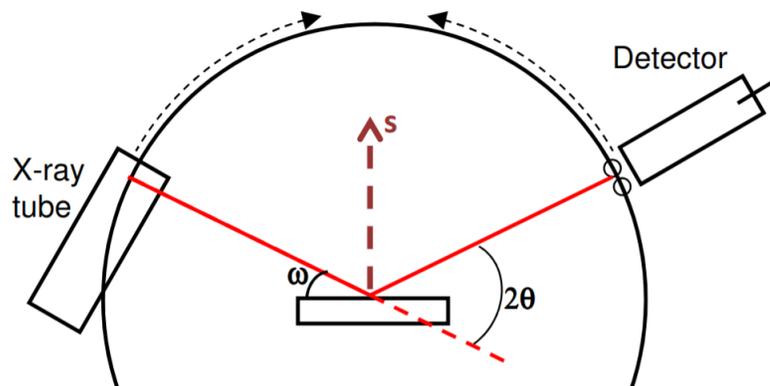


Figura 5.12: Esquema de difracción de rayos X con geometría Bragg-Brentano.[17]



Figura 5.13: Difractor de rayos X, Bruker, D8 Advance.

5.7.2. Equipo de electropulido

El equipo de electropulido utilizado para realizar el trabajo corresponde al modelo "AB Electro-Polishing Cell no. 1721-2" de la marca Buehler, el cual se ilustra en la Figura 5.14 y en la figura 5.15. La primera figura corresponde a la fuente donde se encuentra el electrolito y la muestra pulida, y la segunda corresponde al equipo que controla el movimiento de los imanes.

Además, estos equipos están conectados a una fuente de poder DC que se utiliza para entregar electricidad al sistema con un voltaje determinado. Esta fuente de poder entrega una volatje máximo de 30 volts, valor que excede con holgura el valor de volatje necesario para realizar el experimento.



Figura 5.14: Equipo de electropulido Buehler AB Electro-Polishing Cell 1721-2.



Figura 5.15: Equipo Buehler que controla el movimiento de los imanes dentro de la fuente con el electrolito.

Capítulo 6

Resultados

En esta sección se presentan los resultados de cada etapa del trabajo realizado. Se parte con electro pulido, siguiendo con difracción de rayos X y por último se presentan los esfuerzos residuales calculados a partir de los datos anteriores.

6.1. Electropulido

A continuación, se muestran los resultados relacionados con el proceso de pulido. Se parte midiendo las muestras a pulir, para definir la distancia entre el centro del espesor del recubrimiento y la superficie. Osea, se define la distancia entre los puntos 1,2 y 3 que están representados en la figura 6.1.

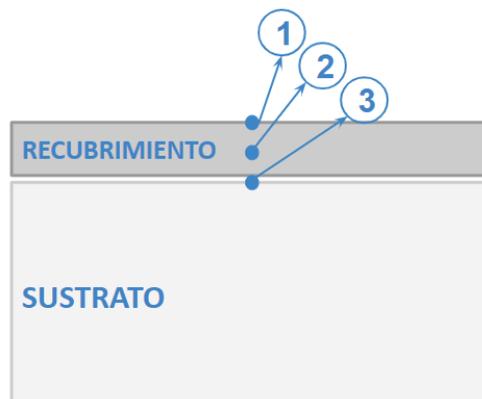


Figura 6.1: CPuntos de medición de los esfuerzos residuales.

Luego, se especifica el voltaje utilizado para cada pulido, la corriente resultante, el tiempo aplicado a cada muestra y por último los espesores resultantes. Se termina por mostrar imágenes de las superficies luego de que las muestras fueran pulidas.

6.1.1. Proceso de pulido

En esta sección se explicitan los parámetros utilizados en el proceso de electropulido, además de las medidas de espesores correspondiente a cada etapa.

Mediciones iniciales

En las tablas 6.1, 6.2, 6.3, y 6.4 se detallan las medidas de espesores iniciales de cada muestra, el espesor del sustrato, que se puede medir debido a que una pequeña parte de la muestra no está recubierta; y el espesor objetivo, que corresponde al espesor que se debe lograr después del primer pulido.

Se realizan tres mediciones cada vez, para obtener un resultado promedio que se acerque al promedio real de espesor de cada muestra, y así obtener resultados más precisos.

Al-00				
Espesores	medición 1	medición2	medición 3	Promedio
Espesor inicial [μm]	3775	3780	3775	3776.67
Espesor del sustrato [μm]	3205	3200	3203	3202.67
Espesor Final [μm]				3489.67

Tabla 6.1: Mediciones iniciales de la muestra Al-00 y cálculo del espesor objetivo.

Al-02				
Espesores	medición 1	medición2	medición 3	Promedio
Espesor inicial [μm]	3667	3645	3655	3655.67
Espesor del sustrato [μm]	3185	3196	3176	3185.67
Espesor Final [μm]				3420.67

Tabla 6.2: Mediciones iniciales de la muestra Al-02 y cálculo del espesor objetivo.

Al-04				
Espesores	medición 1	medición 2	medición 3	Promedio
Espesor inicial [μm]	3610	3620	3614	3614.67
Espesor del sustrato [μm]	3190	3180	3187	3185.67
Espesor Final [μm]				3400.17

Tabla 6.3: Mediciones iniciales de la muestra Al-04 y cálculo del espesor objetivo.

A partir de estas tablas se puede observar que los espesores iniciales (punto 1 en la figura 6.1) tienen ligeras diferencias entre cada muestra, teniendo Al-00 el espesor más grande, aproximadamente $60 \mu\text{m}$ mayor al mínimo, que corresponde al Al-04. Los espesores de cada sustrato (punto 3 en la figura 6.1) no difieren tanto, variando entre un rango de $15 \mu\text{m}$. Por último, los espesores finales, que corresponden al punto 2 en la Figura 6.1, la diferencia entre Al-00 y Al-04 es de $89 \mu\text{m}$.

Al-06				
Espesores	medición 1	medición 2	medición 3	Promedio
Espesor inicial	3627	3625	3627	3626.33
Espesor del sustrato	3200	3200	3200	3200.00
Espesor Final				3413.17

Tabla 6.4: Mediciones iniciales de la muestra Al-06 y cálculo del espesor objetivo.

Teniendo en cuenta que las distancias entre cada punto están entre los rangos 200-250 μm , 89 μm de distancia entre dos espesores es considerable, por lo tanto, se deben considerar estas diferencias en el momento de comparar resultados entre las muestras medidas.

Primer proceso de pulido

Con el objetivo de llegar a los espesores finales que se indican en las tablas 6.1, 6.1, 6.1, y 6.1, se pulen las cuatro muestras aplicando 10 volts al sistema. En la tabla 6.5 se indica la corriente resultante, en base al voltaje aplicado y a la resistencia que tiene el sistema, el tiempo de pulido y los espesores finales de cada etapa.

Primer pulido	Unidades	Al-00	Al-02	Al-04	Al-06
espesor inicial	μm	3776.67	3655.67	3614.67	3626.33
Voltaje aplicado	Volts	10	10	10	10
Corriente resultante	A	1.05	1.01	1.32	1.53
Tiempo	minutos	14	20	20	20
Espesor Final	μm	3595	3520	3505	3485
	μm	3620	3528	3480	3477
	μm	3621	3525	3490	3477
Promedio	μm	3612	3524	3492	3480
Tiempo	minutos	10	15	16	13
Espesor Final	μm	3550	3470	3415	3375
	μm	3520	3470	3420	3380
	μm	3551	3455	3417	3380
Promedio	μm	3540	3465	3417	3378
Tiempo	minutos	10	10	-	-
Espesor Final	μm	3487	3360	-	-
	μm	3495	3340	-	-
	μm	3478	3351	-	-
Promedio	μm	3487	3350	-	-

Tabla 6.5: Parámetros que se aplicaron para el primer pulido de las cuatro muestras, tiempos aplicados y mediciones resultantes.

Debido a que Al-00 y Al-02 tienen espesores mayores a Al-04 y Al-06, éstas necesitan de mayor tiempo de pulido para lograr el objetivo, por lo tanto se realizan tres pulidos a las dos primeras muestras, mientras que a las otras se les pasa por el equipo solamente dos veces.

Por último, las muestras Al-04 y Al-06 deben medir $3400 \mu\text{m}$ y $3413 \mu\text{m}$ respectivamente y en la práctica se llegaron a las medidas $3417 \mu\text{m}$ y $3378 \mu\text{m}$.

Segundo pulido

A continuación, se muestran los parámetros aplicados y los resultados obtenidos de pulidos para cuatro muestras de aluminio recubiertas con el mismo material, pero con diferentes porcentajes de alúmina. Se parte con un espesor inicial correspondiente al espesor final del primer proceso, y se termina con un espesor correspondiente a $100 \mu\text{m}$ bajo la superficie del sustrato.

Estas muestras son diferentes a las muestras anteriormente pulidas, pero son parte de una muestra más grande que fue previamente cortada, por lo tanto, tienen los mismos esfuerzos residuales, y se pueden utilizar para complementar el trabajo realizado con las primeras muestras.

En la table A.1 se observan las medidas finales de las muestras, luego del pulido de estas cuatro muestras.

6.1.2. Superficie resultante

A continuación, se muestran imágenes tomadas de las superficies antes y después de cada pulido, osea, en los puntos 1, 2 y 3 de la Figura 6.1. Estas imágenes fueron tomadas con el microscopio del laboratorio de manufactura, con el lente IC-05.

Imágenes tomadas por microscopio de la superficie original

Las imágenes de la superficie se tomaron antes de realizar el primer pulido. En la Figura 6.2 se ven los detalles de las muestras con 0, 20, 40 y 60 por ciento de alúmina presente en el polvo proyectado (también referidas como Al-00, Al-02, Al-04 y Al-06) después de haber sido recubiertas por Cold-Spray.

En gran parte de las figuras la imagen se ve borrosa, y esto se debe a las irregularidades de estas superficies provocadas por el proceso de recubrimiento al cual fueron expuestas.

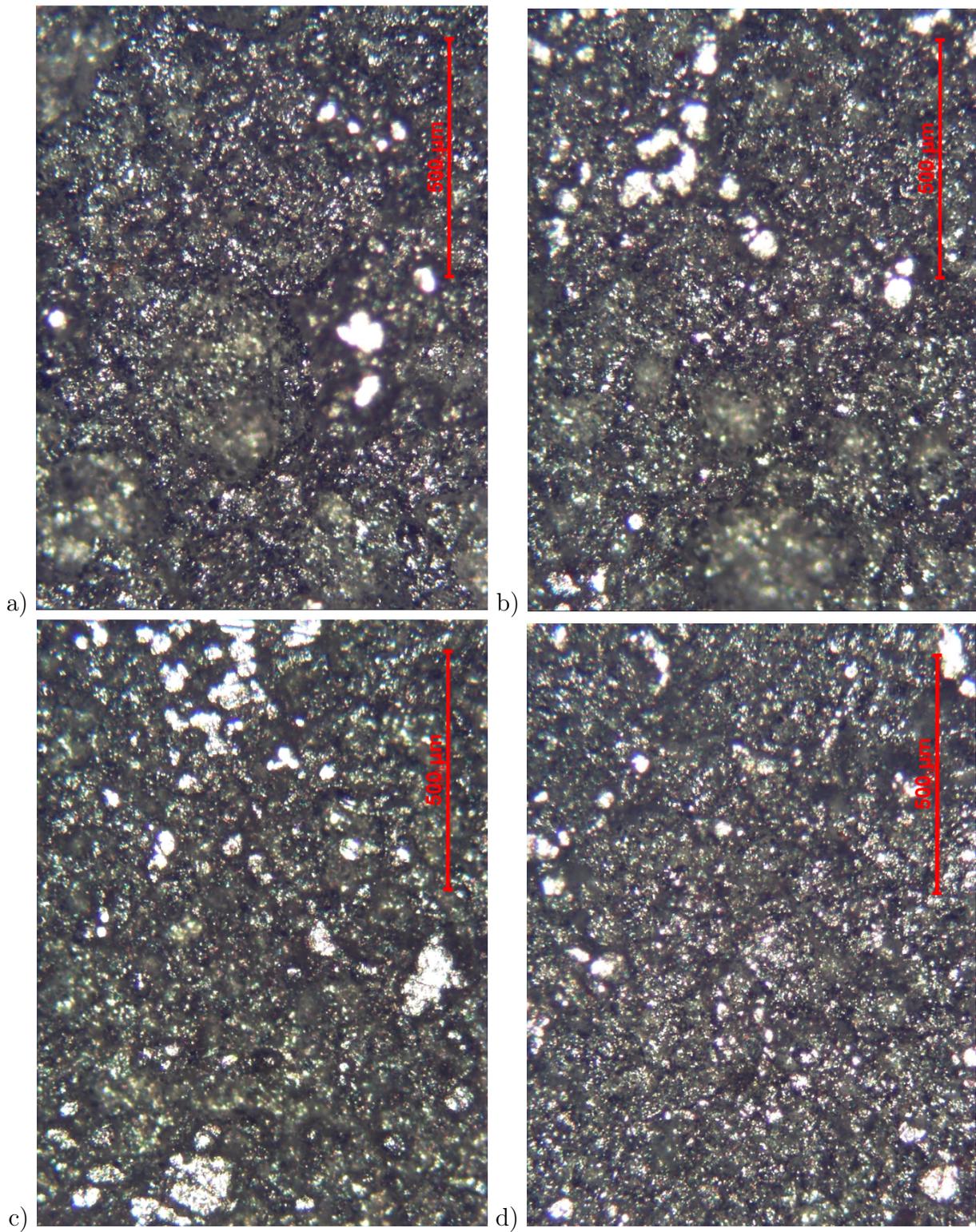


Figura 6.2: Imágenes de las superficies antes de ser pulidas. a) Al-00, b) Al-02, c) Al-04 d) Al-06.

Imágenes tomadas por microscopio de la superficie después del primer pulido

Después de realizar el primer pulido, se vuelve a estudiar la superficie por microscopio. Los resultados se muestran en la figura 6.3, que corresponde a las muestras Al-00, Al-02, Al-04 y Al-06.

De estas imágenes se puede observar que existe presencia de pitting, probablemente debido a que la cantidad de voltaje no sea la correcta. el diámetro de estos agujeros es aproximadamente $50 \mu\text{m}$, lo cual puede alterar los resultados de difracción de rayos X. También, se nota que la superficie es más brillante que antes, esto corresponde a uno de los efectos clásicos que tiene el electropulido en los metales.

La razón por la cual se formó pitting se puede deber, además de un uso inadecuado de voltaje, a la precisión del equipo utilizado. Además, es importante notar que el equipo entrega pulidos con superficies ligeramente curvas, que sigue el movimiento del electrolito, esto es, desde el centro de la muestra hacia afuera. Esto provoca que haya un pulido más profundo en el perímetro correspondiente al del tubo por donde sale el fluido para chocar con la muestra.

Imágenes tomadas por microscopio de la superficie después del segundo pulido

En la Figura 6.4 se observa la superficie de las muestras pulidas hasta llegar al sustrato. Las imágenes corresponden a muestras de Al-00, Al-02, Al-04 y Al-06. El pulido se realiza hasta llegar $100 \mu\text{m}$ bajo la superficie original del sustrato, medido al principio de la experiencia.

En estas imágenes se puede ver que el pitting es menor al obtenido después del pulido anterior. Por lo tanto, los resultados de las superficies dependen de la composición de cada material pulido.

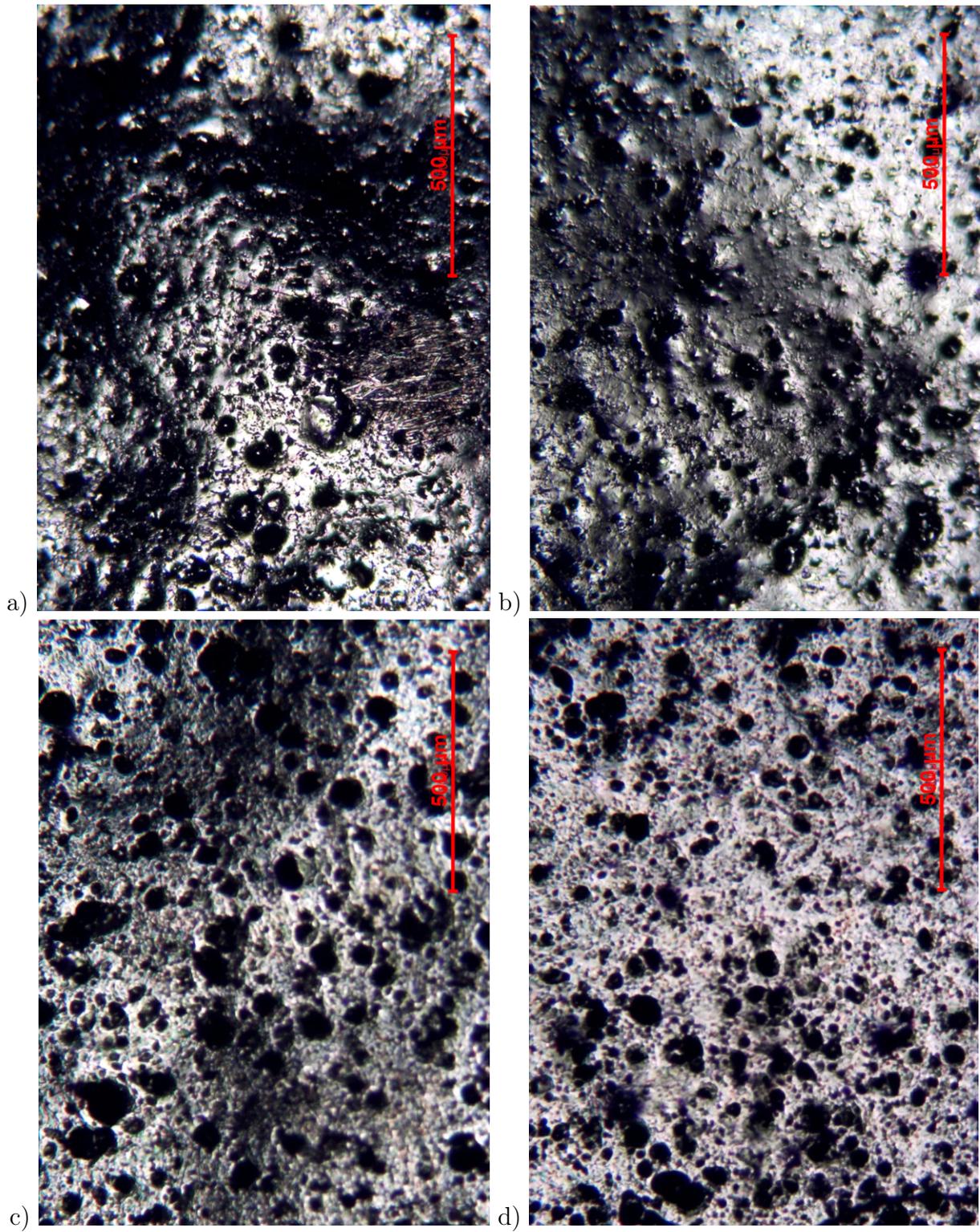


Figura 6.3: Imágenes de las superficies después del pulido. a) Al-00, b) Al-02, c) Al-04 d) Al-06.

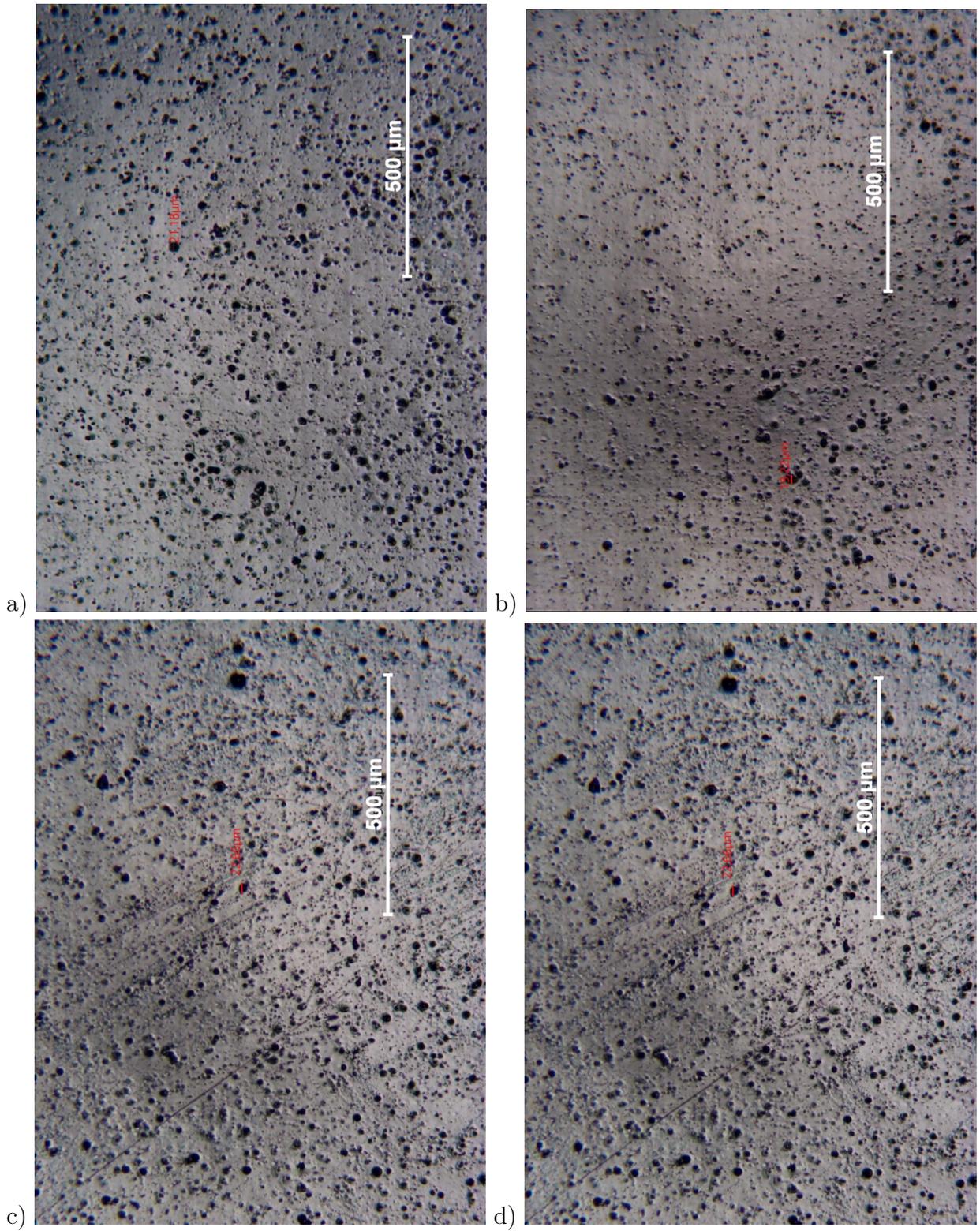


Figura 6.4: Imágenes de las superficies de las muestras pulidas hasta el sustrato. a) Al-00, b) Al-02, c) Al-04 d) Al-06.

6.2. Difracción de rayos X

La primera parte del trabajo consiste en medir con difracción de rayos X las muestras, para así poder calcular los esfuerzos residuales. Los resultados obtenidos se encuentran en Anexos, y un ejemplo de éstos es el gráfico que aparece en la figura 6.5. En las curvas se ven las cuatro mediciones que se realizan en la misma muestra, a diferentes grados ψ y con el peak correspondiente. Estos peaks representan el centro calculado por el área bajo la curva.

Este resultado se obtiene luego de ajustar las curvas mediante la aplicación de "Lorentz polarization", el cual el mismo programa JADE 5.0 lo calcula.

Por último, es importante notar que la diferencia entre los peaks es extremadamente pequeña, por lo que se especifica el valor de cada uno en el eje de 2 Theta para que se pueda ver la diferencia entre ellos.

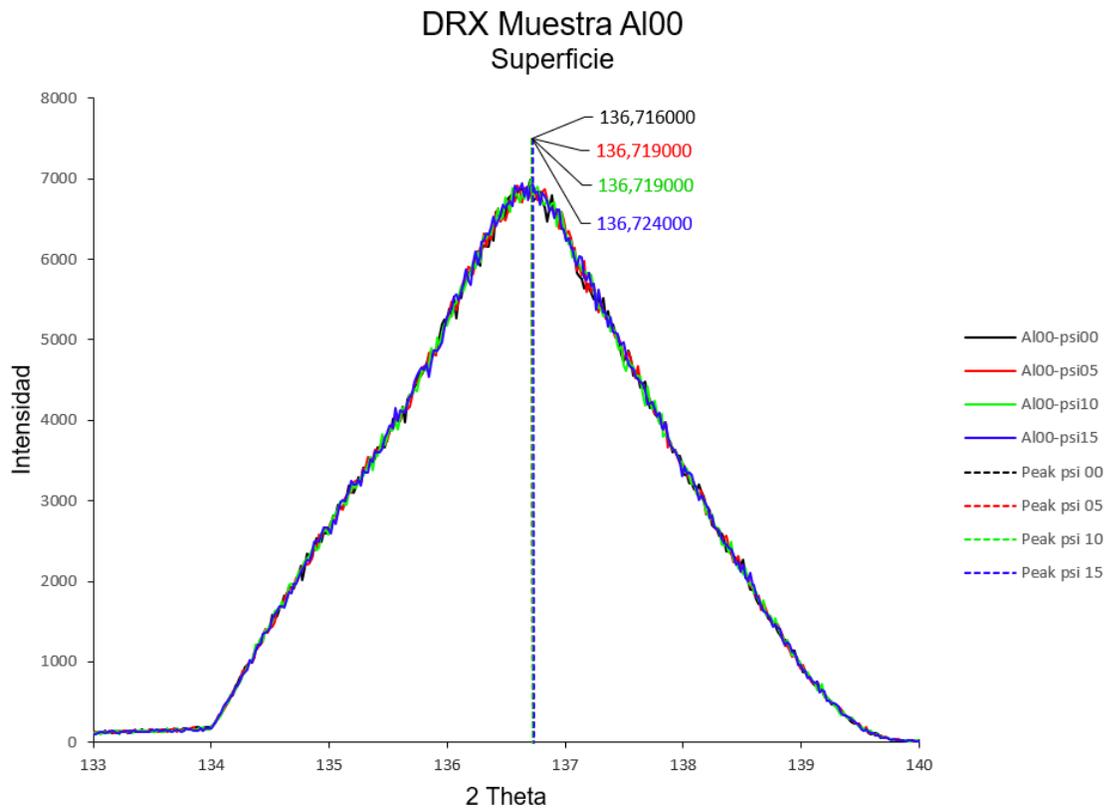


Figura 6.5: Resultados de la difracción de rayos X de la muestra Al-00 en la superficie original.

6.3. Cálculo de esfuerzos residuales

A partir de los resultados anteriores se calculan los esfuerzos residuales utilizando el método de $\sin^2(\psi)$, descrito en los antecedentes, y luego aplicando la ecuación de liberación de esfuerzos residuales debido a la remoción de material. Por último, se comparan los resultados obtenidos.

6.3.1. Método $\sin^2(\psi)$

Para calcular los esfuerzos se utilizan los parámetros presentados en la tabla 6.6. El módulo de young corresponde al del aluminio, la longitud de onda es del cobre, ya que el equipo de difracción utiliza difracción de cobre, y la constante de poisson utilizada es la del aluminio.

Parámetros utilizados		
Módulo de Young	69	GPa
Lamda	0.15406	Å
Constante de Poisson para aluminio	0.334	

Tabla 6.6: Parámetros utilizados para los cálculos de esfuerzos residuales.

Se presentan los resultados por etapa de medición. Primero se miden las cuatro muestras en la superficie de cada recubrimiento, luego se miden a aproximadamente 200 [μm] de profundidad y por último se mide dentro del sustrato de cada muestra.

Resultados en la superficie del recubrimiento

Una vez que se miden las muestras y se filtran las curvas, se obtienen las distancias entre planos para cada medición, lo cual es requerido para realizar el método del $\sin^2(\psi)$. Los resultados de las cuatro muestras antes de ser pulidas, osea, en la superficie, se encuentra en la tabla 6.7.

Ángulos Finales									
Superficie		Al-00		Al-02		Al-04		Al-06	
ψ	$\sin^2(\psi)$	2θ	d [μm]						
0	0.00000	136.716	0.82839	136.718	0.82839	136.703	0.82843	136.701	0.82844
5	0.00760	136.719	0.82838	136.699	0.82845	136.707	0.82842	136.716	0.82840
10	0.03015	136.719	0.82838	136.687	0.82848	136.747	0.82831	136.711	0.82841
15	0.06699	136.724	0.82837	136.731	0.82835	136.732	0.82835	136.715	0.82840

Tabla 6.7: Ángulos obtenidos a distintos ψ para las cuatro muestras en la superficie.

La primera columna corresponde al ángulo ψ en que se realizó cada medida, la segunda es el cálculo de $\sin^2(\psi)$, valor que se utiliza como eje X para obtener la pendiente requerida en la ecuación 4.3; la tercera columna entrega los resultados de 2θ obtenidos en la etapa anterior; y la última de cada muestra corresponde a la distancia entre planos calculada con la ecuación de bragg 4.2.

A partir de los resultados de la tabla 6.7 se obtienen las curvas de las Figuras 6.6, 6.7, 6.8, y 6.9, donde la curva azul corresponde a los datos obtenidos, y la curva punteada es la tendencia lineal de la curva. También, se incluye la ecuación correspondiente a la tendencia.

Esta tendencia entrega una pendiente, la cual es utilizada para calcular los esfuerzos residuales de cada muestra en el punto 1, osea en la superficie del recubrimiento. Los resultados de los esfuerzos se encuentran en las tablas 6.8, 6.9, 6.10 y 6.11, que corresponden a las muestras Al-00, Al-02, Al-04 y Al-06 ,respectivamente; y donde m corresponde a la pendiente, y σ corresponde al esfuerzo residual en GPa y MPa.

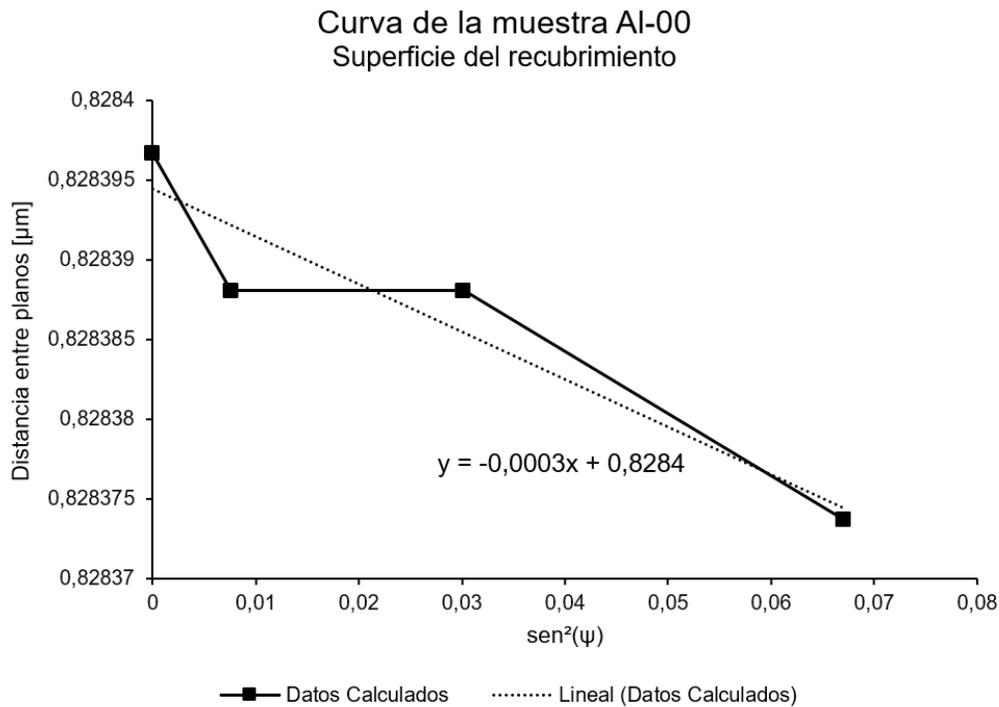


Figura 6.6: Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-00 en la superficie.

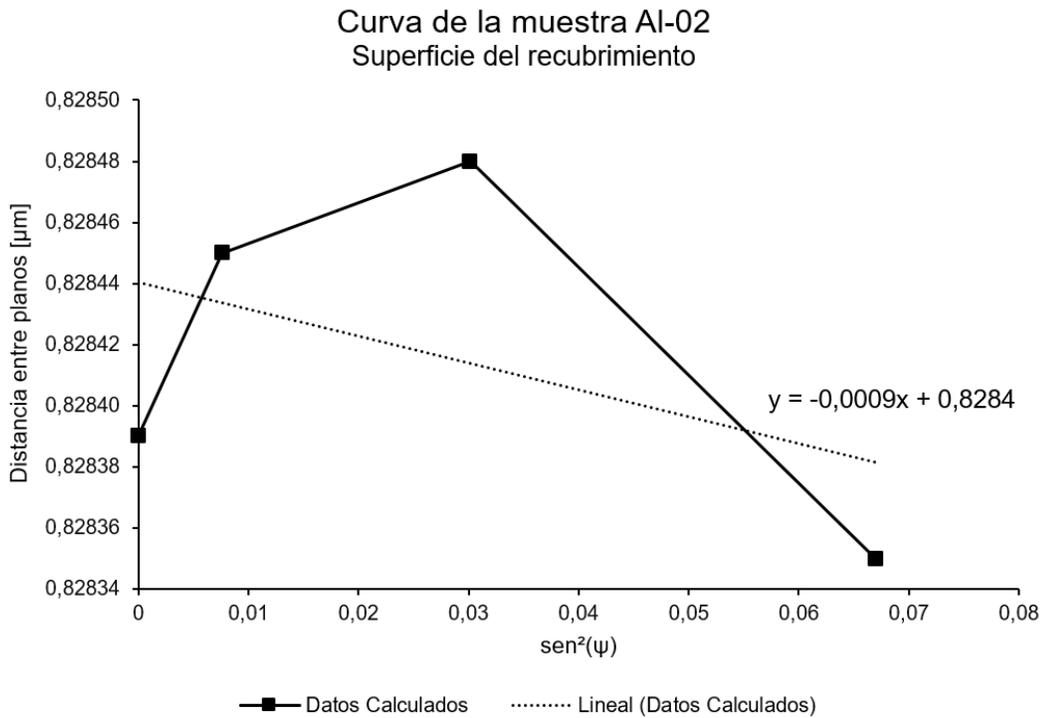


Figura 6.7: Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-02 en la superficie.

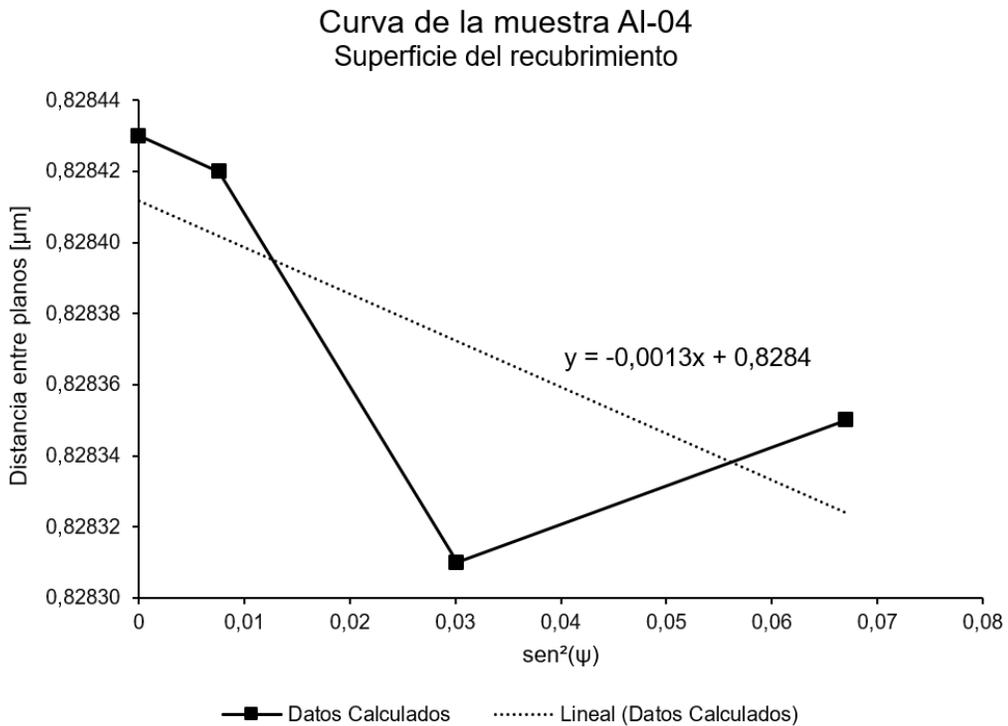


Figura 6.8: Curva $\sin^2(\psi)$ de la muestra Al-04 en la superficie.

Se puede observar que las curvas, si bien tienen algunas subidas, todas tienen una tendencia con pendiente negativa, lo cual tiene sentido, ya que una pendiente negativa entrega

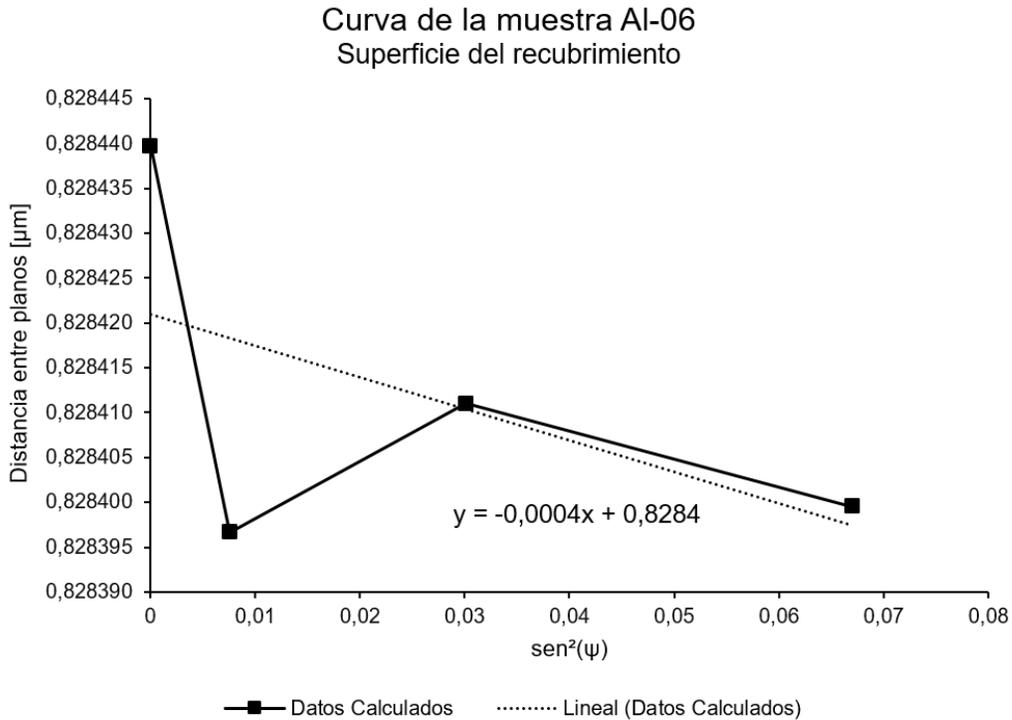


Figura 6.9: Curva $\text{sen}^2(\psi)$ de la muestra Al-06 en la superficie.

esfuerzos residuales de compresión. Si bien, las curvas parecen tener grandes errores, se debe considerar que las diferencias de distancias entre planos varían en un rango de milésimas, por lo tanto, los errores en realidad son extremadamente pequeños.

Además, se observa en las tablas 6.8, 6.9, 6.10 y 6.11 que los esfuerzos residuales son todos negativos, osea, de compresión, lo cual tiene sentido, ya que todas las pendientes de las tendencias mencionadas anteriormente son negativas.

Esfuerzos Residuales Al-00		
Superficie del recubrimiento		
m	-0.000298	μm
σ	-0.016960	GPa
σ	-16.96064	MPa

Tabla 6.8: Esfuerzos residuales en la superficie del aluminio Al-00 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$.

Resultados en el centro del recubrimiento

Luego de retirar aproximadamente 250 μm de recubrimiento, se vuelve a medir los esfuerzos residuales, utilizando la misma metodología de la parte anterior. Los ángulos obtenidos,

Esfuerzos Residuales Al-02 Superficie del recubrimiento		
m	-0.000804	μm
σ	-0.04565	GPa
σ	-45.65	MPa

Tabla 6.9: Esfuerzos residuales en la superficie del aluminio Al-02 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$.

Esfuerzos Residuales Al-04 Superficie del recubrimiento		
m	-0.001357	μm
σ	-0.07704	GPa
σ	-77.04	MPa

Tabla 6.10: Esfuerzos residuales en la superficie del aluminio Al-04 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$.

Esfuerzos Residuales Al-06 Superficie del recubrimiento		
m	-0.000351	μm
σ	-0.01994	GPa
σ	-19.94	MPa

Tabla 6.11: Esfuerzos residuales en la superficie del aluminio Al-06 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$.

y las distancias calculadas a partir de estos ángulos se entregan en la tabla 6.12. Las curvas asociadas a estos resultados son las Figuras 6.10, 6.11, 6.12 y 6.13.

Ángulos Finales									
Centro		Al-02		Al-06		Al-04		Al-06	
ψ	$\text{sen}^2(\psi)$	2θ	d [μm]						
0	0.00000	136.199	0.82989	136.2	0.82989	136.195	0.82990	136.205	0.82987
5	0.00760	136.196	0.82990	136.213	0.82985	136.206	0.82987	136.214	0.82985
10	0.03015	136.209	0.82986	136.216	0.82984	136.209	0.82986	136.21	0.82986
15	0.06699	136.206	0.82987	136.215	0.82984	136.213	0.82985	136.216	0.82984

Tabla 6.12: Ángulos obtenidos a distintos ψ para las cuatro muestras en la mitad del espesor del recubrimiento.

Se puede ver, nuevamente, que las curvas tienen una tendencia con pendiente negativa. En todos los casos, a excepción de la muestra Al-00, el punto máximo de la curva se encuentra en ψ igual a cero grados. Por otro lado, el punto mínimo se encuentra en ψ igual a 10 o igual a 15 grados.

Por último, los resultados obtenidos del cálculo de los esfuerzos residuales utilizando las

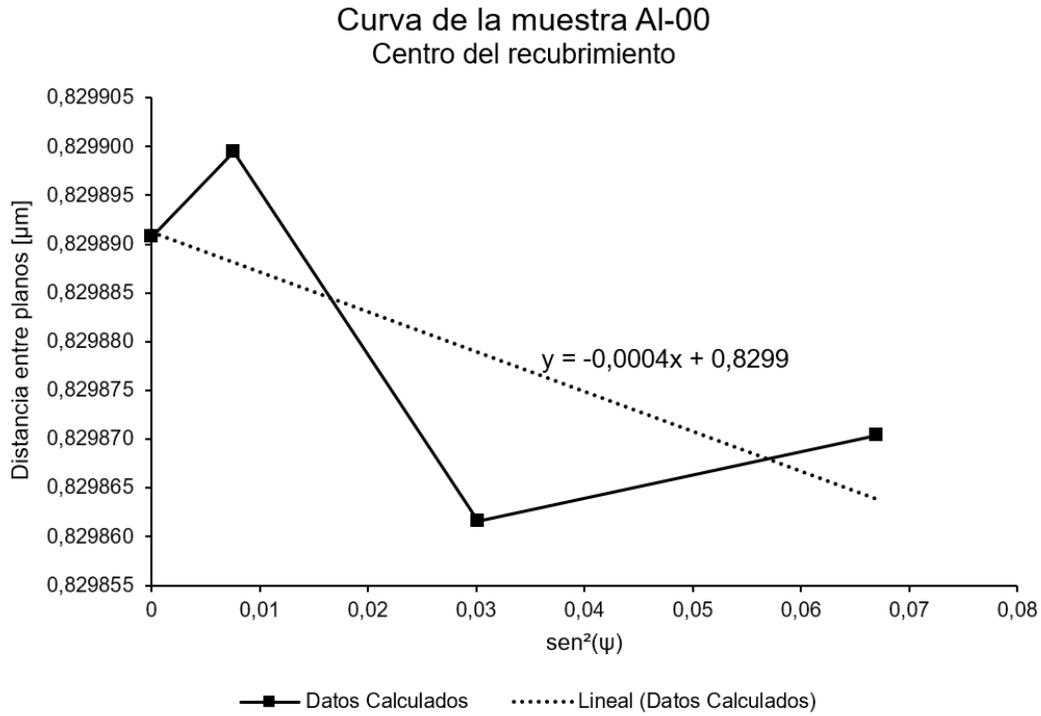


Figura 6.10: Curva $\text{sen}^2(\psi)$ de la muestra Al-00 en la mitad del espesor del recubrimiento.

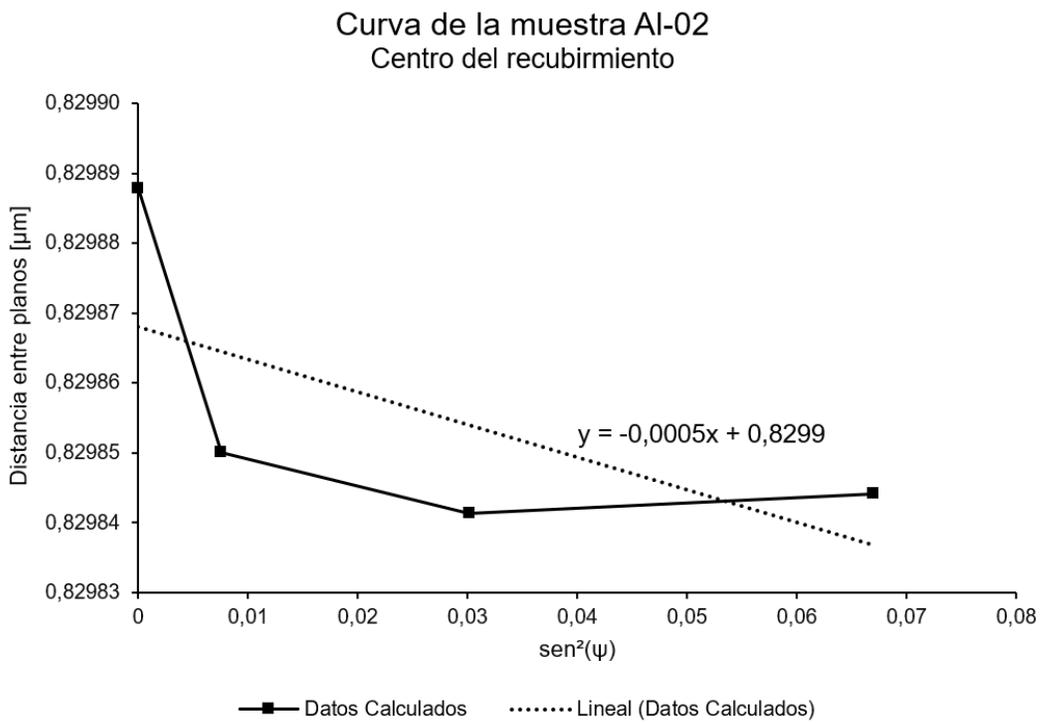


Figura 6.11: Curva $\text{sen}^2(\psi)$ de la muestra Al-02 en la mitad del espesor del recubrimiento.

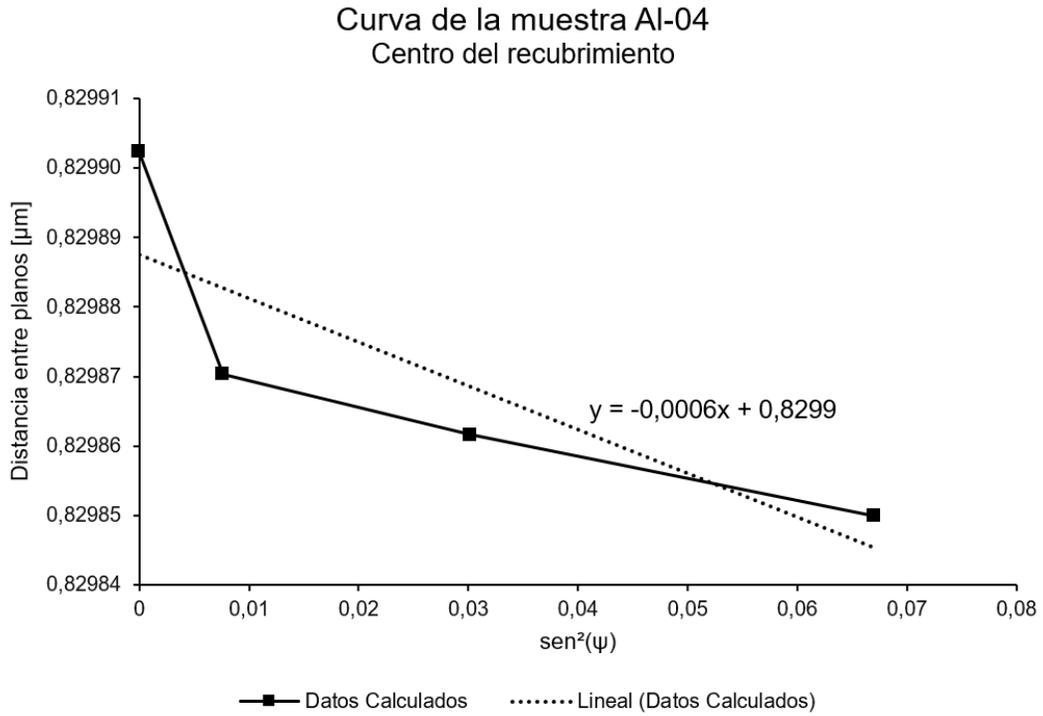


Figura 6.12: Curva $\text{sen}^2(\psi)$ de la muestra Al-04 en la mitad del espesor del recubrimiento.

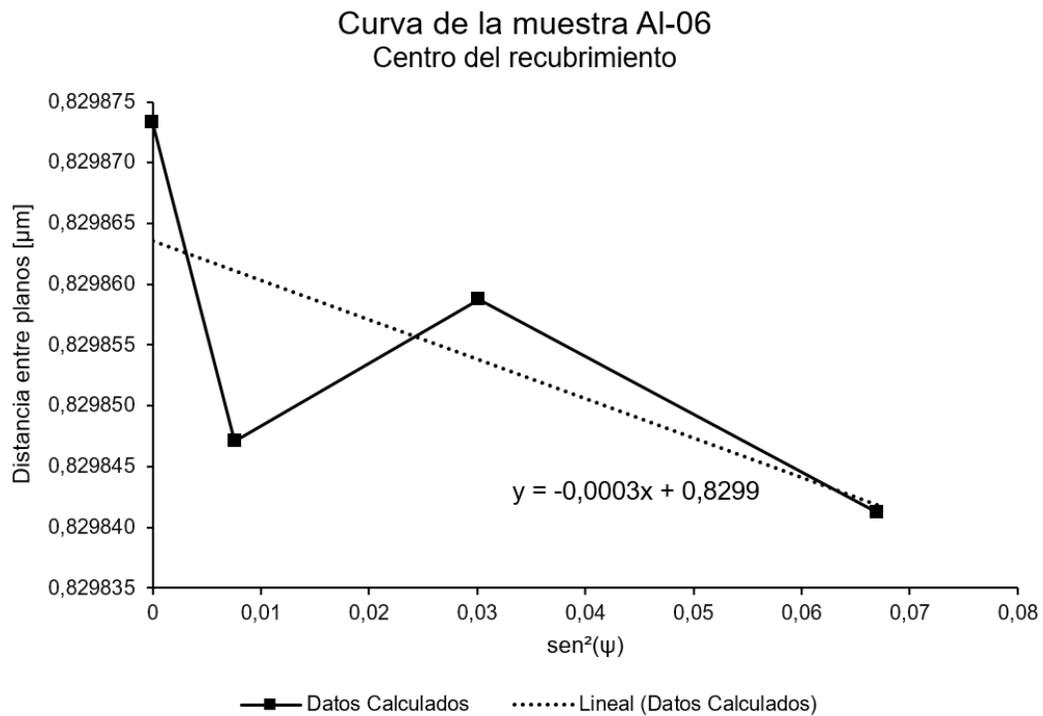


Figura 6.13: Curva $\text{sen}^2(\psi)$ de la muestra Al-06 en la mitad del espesor del recubrimiento.

pendientes especificadas anteriormente, se encuentran en las tablas 6.13, 6.14, 6.15 y 6.16. Como era de esperar, los esfuerzos residuales son negativos, osea que son esfuerzos residuales de compresión.

Esfuerzos Residuales Al-00 Centro del recubrimiento		
m	-0.000409	μm
σ	-0.02318	GPa
σ	-23.18	MPa

Tabla 6.13: Esfuerzos residuales en la mitad del espesor del recubrimiento de la muestra Al-00 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$.

Esfuerzos Residuales Al-02 Centro del recubrimiento		
m	-0.000466	μm
σ	-0.02638	GPa
σ	-26.38	MPa

Tabla 6.14: Esfuerzos residuales en la mitad del espesor del recubrimiento de la muestra Al-02 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$.

Esfuerzos Residuales Al-04 Centro del recubrimiento		
m	-0.000629	μm
σ	-0.03561	GPa
σ	-35.61	MPa

Tabla 6.15: Esfuerzos residuales en la mitad del espesor del recubrimiento de la muestra Al-04 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$.

Esfuerzos Residuales Al-06 Centro del recubrimiento		
m	-0.000323	μm
σ	-0.01833	GPa
σ	-18.33	MPa

Tabla 6.16: Esfuerzos residuales en la mitad del espesor del recubrimiento de la muestra Al-06 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$.

Resultados en el sustrato

Los resultados que se muestran a continuación corresponden a las muestras pulidas hasta llegar al sustrato, que complementan los resultados obtenidos con las muestras originales, que fueron pulidas hasta llegar al punto medio del espesor del recubrimiento.

Primero se entregan los ángulos finales que se utilizan para calcular los esfuerzos residuales de cada muestra en la tabla 6.17. Luego, a partir de esta tabla se generan las curvas de distancias entre planos versus el $\sin^2(\psi)$ correspondiente. Las curvas se pueden ver en las figuras 6.14, 6.15, 6.16 y 6.17, donde se nota que las tendencias, que corresponden a las líneas puntiagudas tienen pendiente negativa. Por último, se entregan los resultados de los esfuerzos residuales calculados utilizando la ecuación 4.3 y los resultados se presentan en las tablas 6.18, 6.19, 6.20 y 6.21.

Ángulos Finales									
Sustrato		Al-00		Al-02		Al-04		Al-06	
ψ	$\sin^2(\psi)$	2θ	d [μm]						
0	0.00000	136.712	0.82841	136.72	0.82839	136.206	0.82987	136.208	0.82986
5	0.00760	136.719	0.82839	136.725	0.82837	136.209	0.82986	136.215	0.82984
10	0.03015	136.715	0.82840	136.724	0.82837	136.212	0.82985	136.215	0.82984
15	0.06699	136.717	0.82839	136.726	0.82837	136.216	0.82984	136.221	0.82983

Tabla 6.17: Ángulos obtenidos a distintos ángulos ψ para las cuatro muestras complementarias pulidas hasta llegar al sustrato.

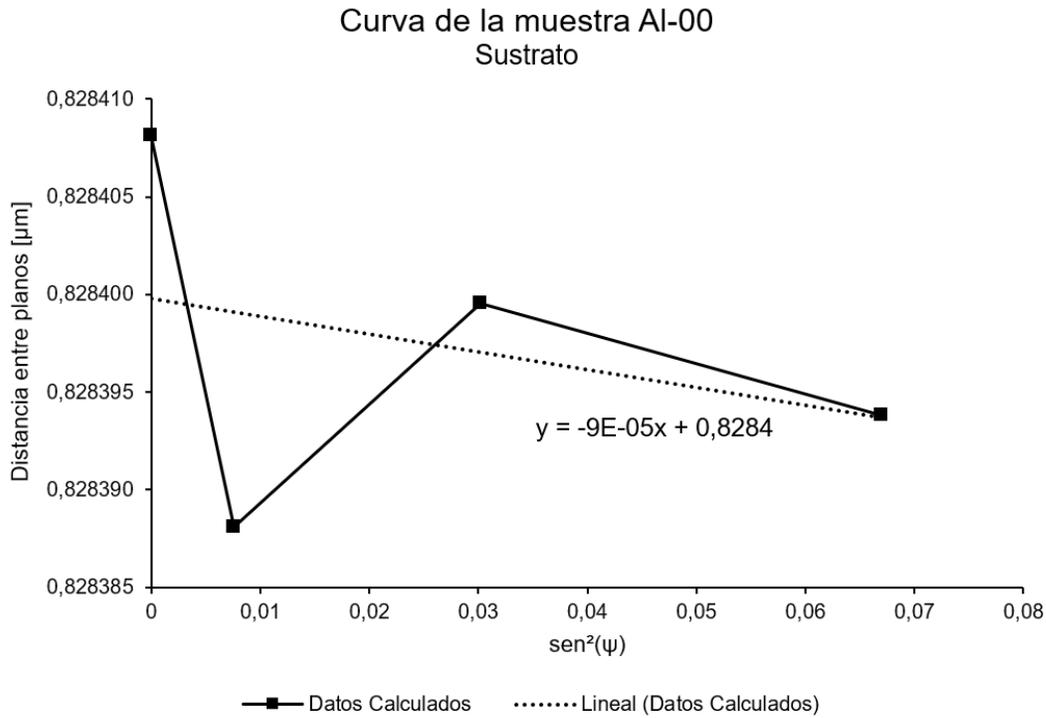


Figura 6.14: Curva $\text{sen}^2(\psi)$ de la muestra Al-00 pulida hasta el sustrato.

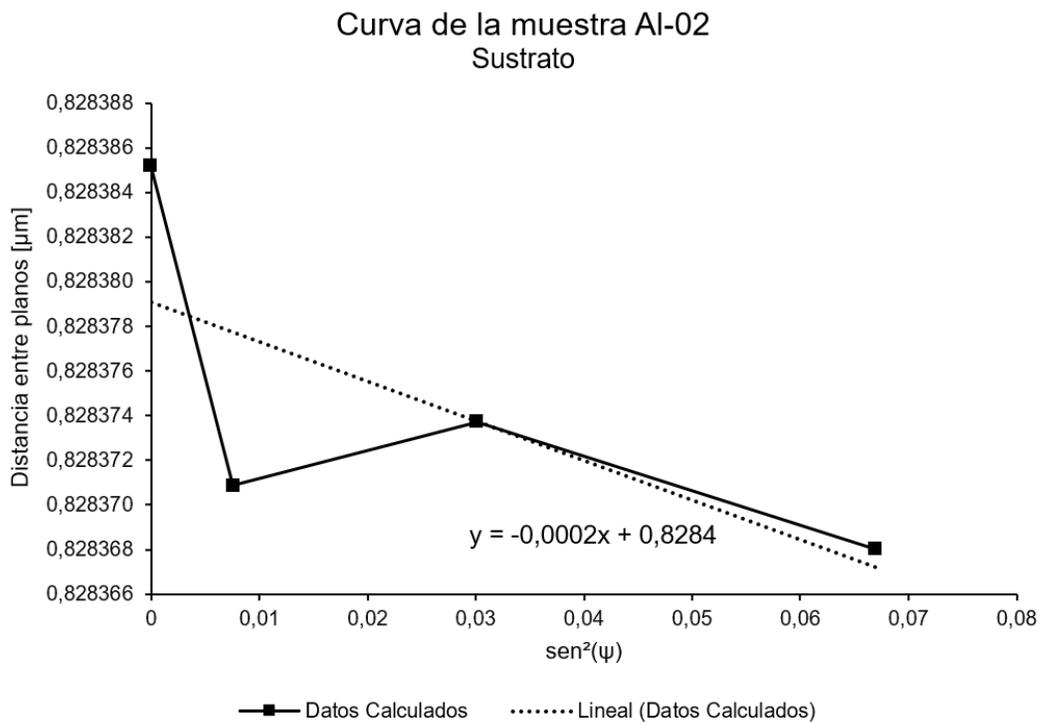


Figura 6.15: Curva $\text{sen}^2(\psi)$ de la muestra Al-02 pulida hasta el sustrato.

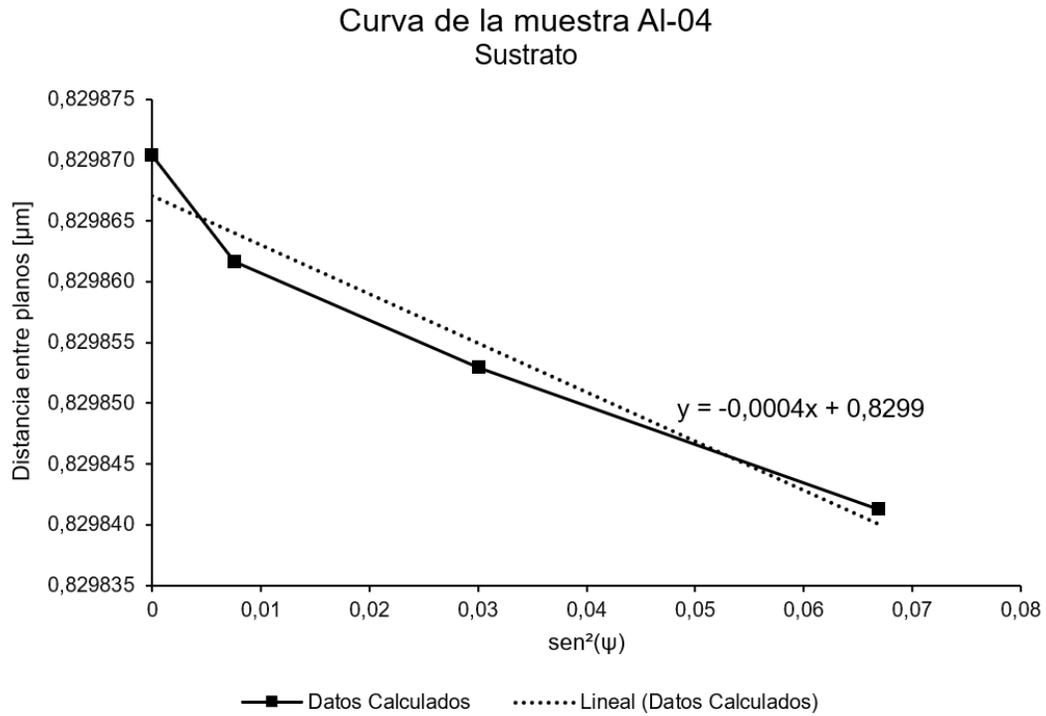


Figura 6.16: Curva $\text{sen}^2(\psi)$ de la muestra Al-04 pulida hasta el sustrato.

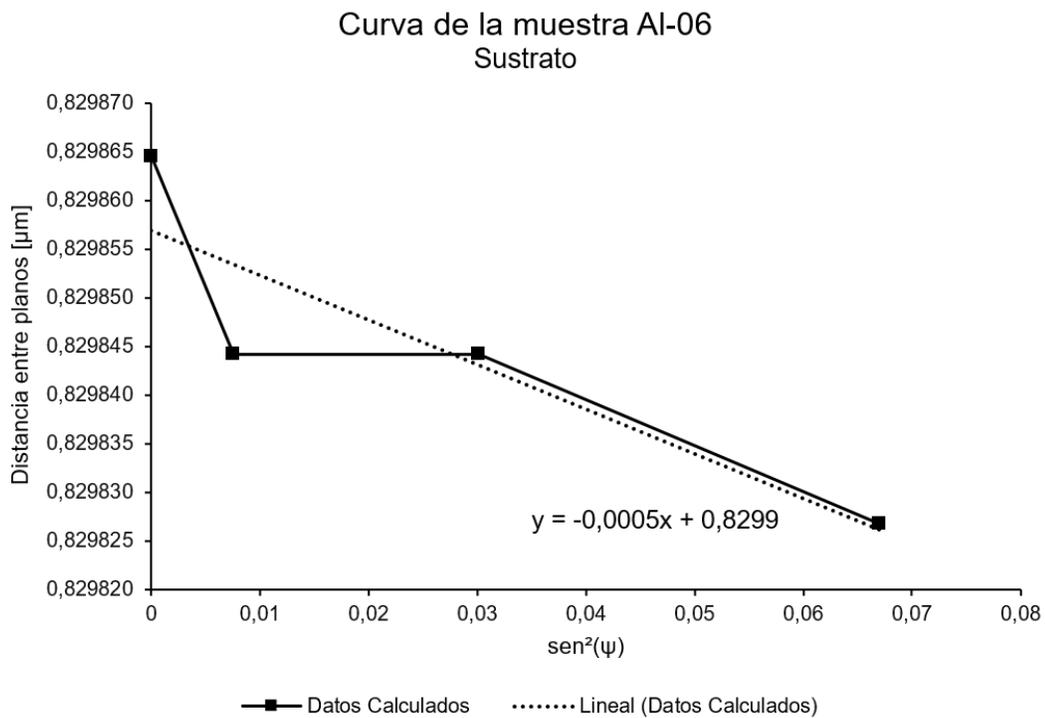


Figura 6.17: Curva $\text{sen}^2(\psi)$ de la muestra Al-06 pulida hasta el sustrato.

Esfuerzos Residuales Al-00		
Sustrato		
m	-0.000091	μm
σ	-0.00515	GPa
σ	-5.15	MPa

Tabla 6.18: Esfuerzos residuales en la superficie del sustrato de la muestra Al-00 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$.

Esfuerzos Residuales Al-02		
Sustrato		
m	-0.000177	μm
σ	-0.01007	GPa
σ	-10.07	MPa

Tabla 6.19: Esfuerzos residuales en la superficie del sustrato de la muestra Al-02 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$.

Esfuerzos Residuales Al-04		
Sustrato		
m	-0.000404	μm
σ	-0.02287	GPa
σ	-22.87	MPa

Tabla 6.20: Esfuerzos residuales en la superficie del sustrato de la muestra Al-04 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$.

Esfuerzos Residuales Al-06		
Sustrato		
m	-0.000459	μm
σ	-0.02603	GPa
σ	-26.03	MPa

Tabla 6.21: Esfuerzos residuales en la superficie del sustrato de la muestra Al-06 calculados mediante el método de $\text{sen}^2(\psi)$.

6.3.2. Ajuste de Esfuerzos Residuales

Utilizando la ecuación 4.15 se ajustan los esfuerzos residuales obtenidos anteriormente. Para esto, primero se relacionan los esfuerzos residuales calculados con el espesor total de la muestra correspondiente (tabla 6.22) y se utilizan los espesores iniciales (tabla 6.23). Estos valores se incorporan en la ecuación 4.15 como variables H , y Z_i es la diferencia entre el espesor inicial y el espesor correspondiente al esfuerzo residual σ_i . Los esfuerzos ajustados se muestran en la tabla 6.24.

Luego, se grafican los resultados a través del espesor de la muestra, utilizando las distancias en relación a la superficie del sustrato. Estas curvas se ven en las figuras 6.18, 6.19, 6.20 y 6.21. En estas imágenes se nota una disminución de esfuerzos residuales de compresión al realizar el ajuste. Además, se nota una mayor diferencia en los sustratos.

Esfuerzos Residuales Calculados con el método $\text{sen}^2(\psi)$							
Al-00		Al-02		Al-04		Al-06	
Espesor	σ	Espesor	σ	Espesor	σ	Espesor	σ
$[\mu\text{m}]$	[MPa]	$[\mu\text{m}]$	[MPa]	$[\mu\text{m}]$	[MPa]	$[\mu\text{m}]$	[MPa]
3777	-16.96	3656	-45.65	3615	-77.04	3626	-19.94
3487	-23.18	3350	-26.38	3417	-35.61	3378	-18.33
3119	-5.15	3060	-10.07	3082	-22.87	3088	-26.03

Tabla 6.22: Resumen de esfuerzos residuales calculados por el método $\text{sen}(\psi)$ con los espesores de la muestra correspondiente a cada valor.

Espesores Iniciales $[\mu\text{m}]$			
Al-00	Al-02	Al-04	Al-06
3776.67	3655.67	3614.67	3626.33

Tabla 6.23: Espesores iniciales de cada muestra.

Esfuerzos Residuales Ajustados							
Al-00		Al-02		Al-04		Al-06	
Espesor	σ	Espesor	σ	Espesor	σ	Espesor	σ
$[\mu\text{m}]$	[MPa]	$[\mu\text{m}]$	[MPa]	$[\mu\text{m}]$	[MPa]	$[\mu\text{m}]$	[MPa]
574	-16,96	470	-45,65	429	-77,04	426	-19,94
284	-17,97	165	-20,71	232	-31,90	178	-13,68
-83	6,66	-126	0,99	-104	-12,87	-112	-15,96

Tabla 6.24: Tabla Resumen de los esfuerzos residuales ajustados obtenidos con el espesor medido correspondiente.

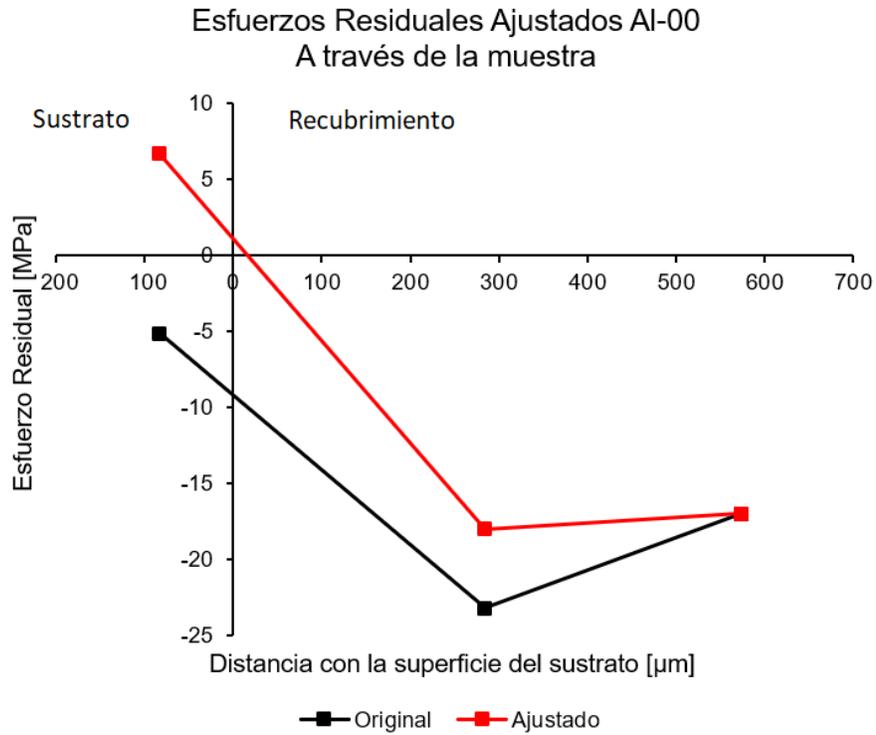


Figura 6.18: Esfuerzos residuales calculados y ajustados a través de la muestra AI-00

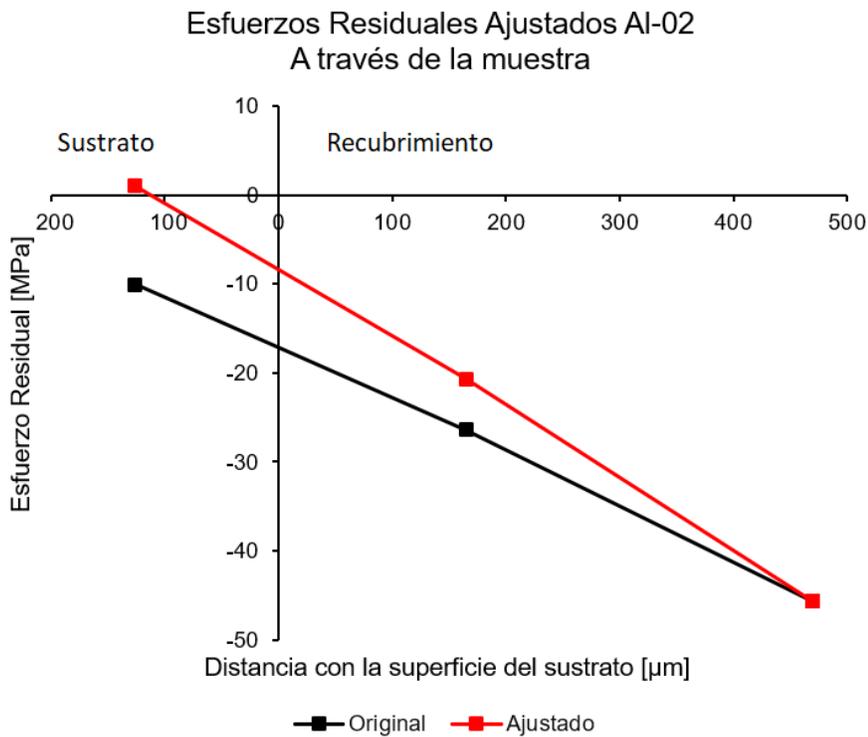


Figura 6.19: Esfuerzos residuales calculados y ajustados a través de la muestra AI-02

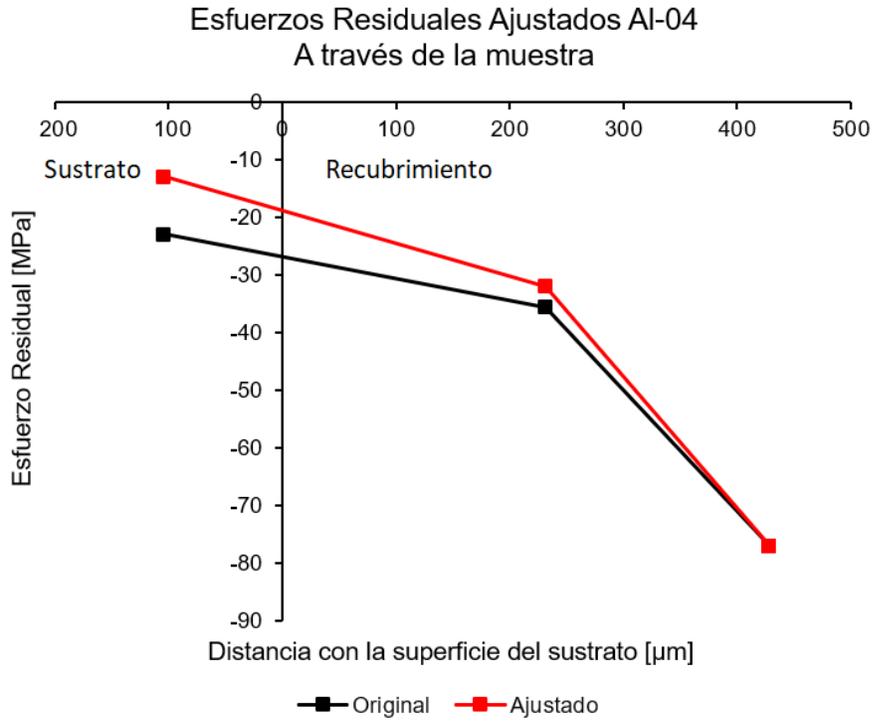


Figura 6.20: Esfuerzos residuales calculados y ajustados a través de la muestra Al-04

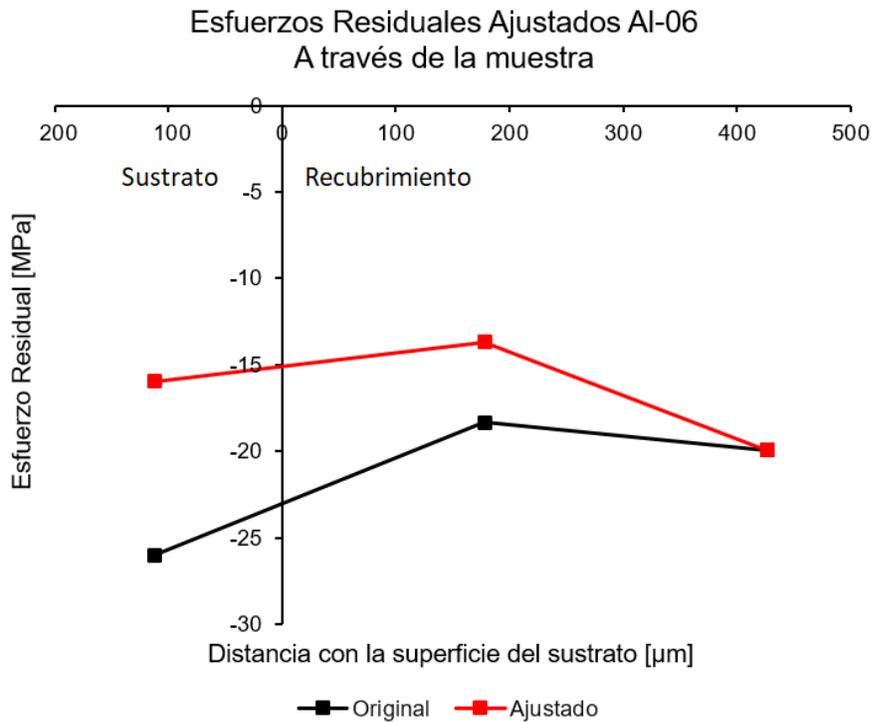


Figura 6.21: Esfuerzos residuales calculados y ajustados a través de la muestra Al-06

6.3.3. Comparación de resultados

A continuación, se presentan gráficos de comparación entre las diferentes muestras. En la figura 6.22 se comparan los esfuerzos residuales con el porcentaje de alúmina presente en el recubrimiento en la superficie de éste. Se puede ver que en todos los casos existe esfuerzo de compresión, siendo la muestra Al-04 aquella con mayor magnitud y Al-00 menor magnitud. Lo mismo ocurre en la figura 6.23, donde se comparan los esfuerzos medidos 200 μm bajo la superficie del recubrimiento. En este caso, los esfuerzos residuales tienen un esfuerzo máximo menor al anterior, aunque sigue perteneciendo a la muestra Al-04, y el esfuerzo mínimo corresponde a la muestra Al-06.

La curva en la figura 6.24, que representa los esfuerzos medidos dentro del sustrato, tiene una forma diferente a las dos anteriores. Las dos primeras presentan un peak en el porcentaje de alúmina igual a 40 %, mientras que en esta última el peak de esfuerzo de compresión se encuentra en el porcentaje máximo de alúmina. Además, la mitad de los esfuerzos residuales son de tensión. La magnitud de estos resultados son menores a las curvas anteriores.

Por último, en la figura 6.25 se presentan los resultados de todas las muestras a través de la profundidad de éstas. Se puede ver que la curva azul, que representa los esfuerzos residuales de la muestra Al-00 es la menos de todas, luego le sigue la muestra Al-06, Al-02, para terminar con la muestra Al-04, que presenta los mayores esfuerzos residuales de compresión. Además, se puede notar que en la superficie del recubrimiento se encuentran los esfuerzos de mayor magnitud, disminuyendo hasta llegar al sustrato. Es en estas primeras mediciones que existen mayores diferencias entre cada muestra.

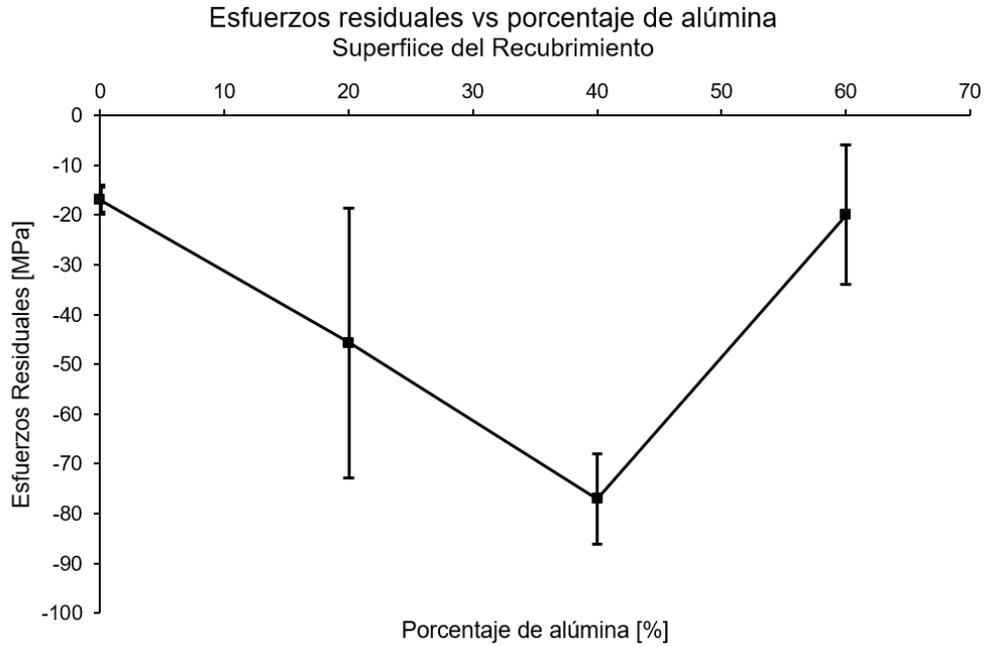


Figura 6.22: Comparación entre porcentaje de alúmina presente en cada recubrimiento y magnitud de esfuerzos residuales en la superficie de cada muestra.

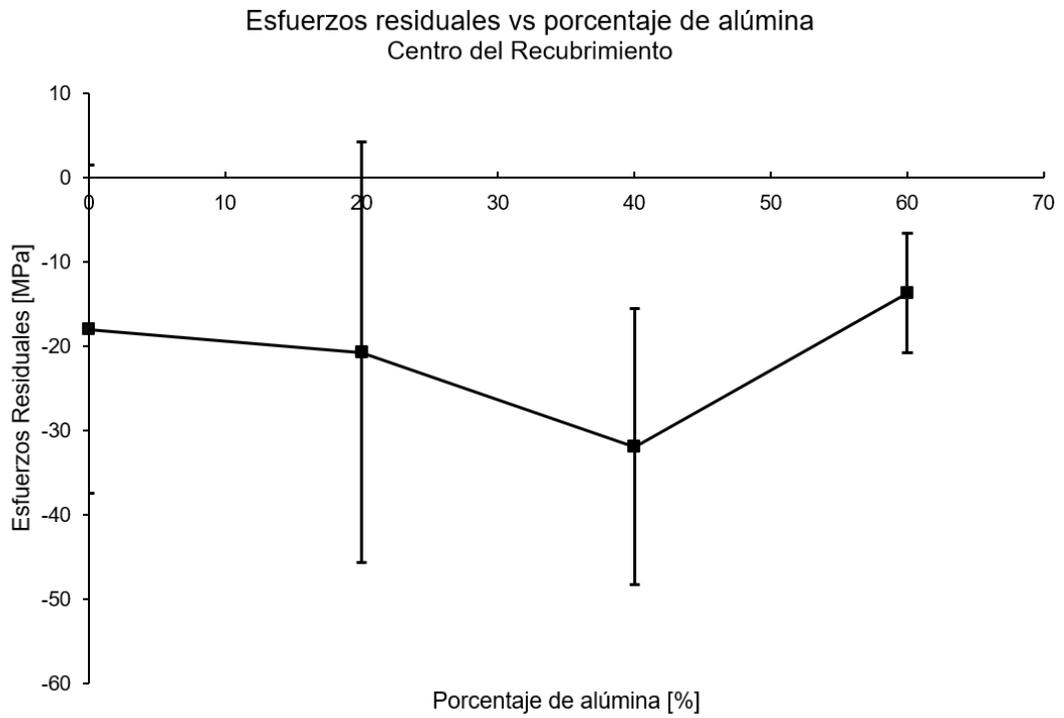


Figura 6.23: Comparación entre porcentaje de alúmina presente en cada recubrimiento y magnitud de esfuerzos residuales en medio del recubrimiento de cada muestra.

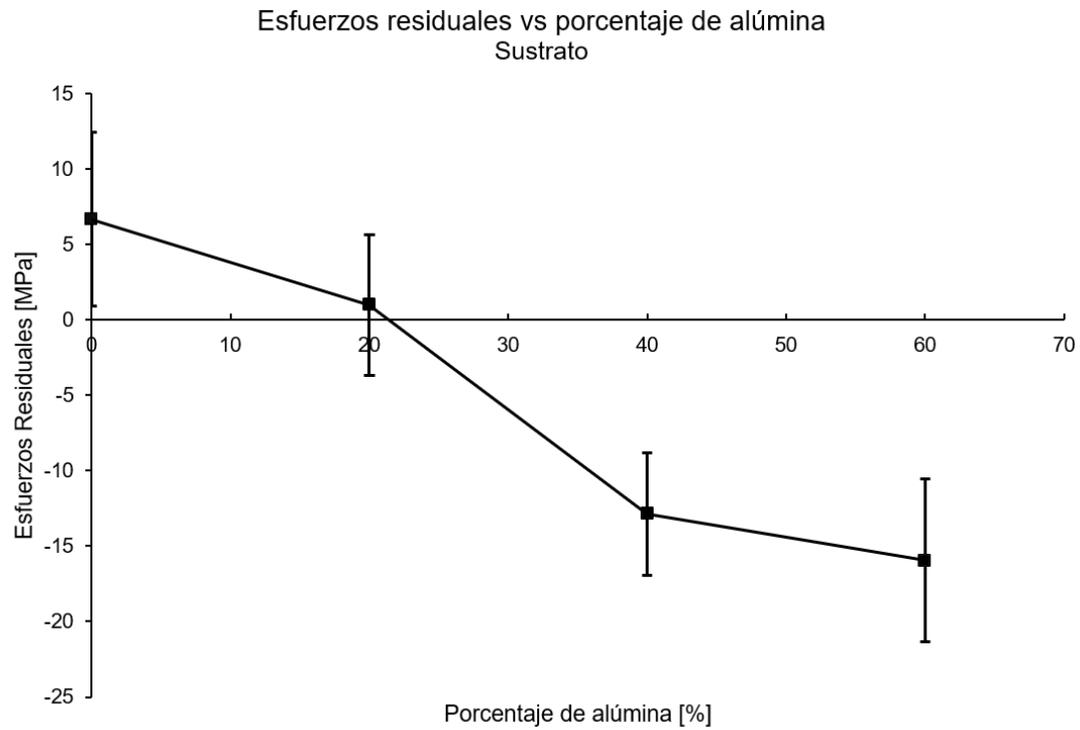


Figura 6.24: Comparación entre porcentaje de alúmina presente en cada recubrimiento y magnitud de esfuerzos residuales en el sustrato de cada muestra.

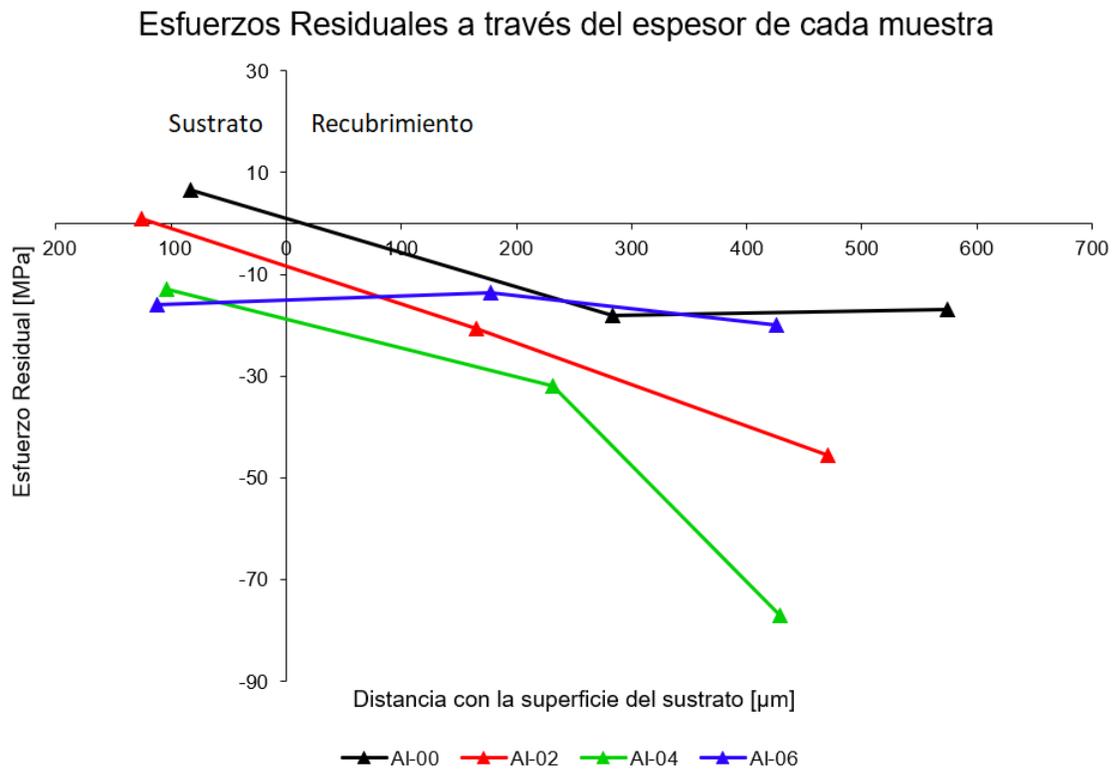


Figura 6.25: Comparación de curvas de esfuerzos residuales entre las cuatro muestras.

Capítulo 7

Análisis

7.1. Análisis de resultados finales

En general, los esfuerzos residuales calculados son de compresión, lo cual se condice con la teoría. Sin embargo, se miden dos esfuerzos residuales de tracción, los cuales corresponden a las muestras Al-00 y Al-02 medidas en la superficie del sustrato. La presencia de esfuerzos residuales de tensión a cierta profundidad dentro del sustrato son un efecto común en los procesos como el Cold Spray o Shot Peening [13]. Estos esfuerzos de tensión se forman para compensar los esfuerzos de compresión formados cerca de la superficie (ver gráficos a) y b) de la figura A.13). La razón por la cual existen esfuerzos residuales cerca de la superficie del sustrato, se puede deber al espesor del recubrimiento. Existe la posibilidad de que al aumentar el espesor, la curva de esfuerzos residuales se mueva a su vez, de la manera en que se presenta en los gráficos de esfuerzos residuales a través del espesor, gráficos c) y d) de la figura A.13.

Además, los resultados se encuentran dentro de los parámetros esperados, esto es, menores que el límite de fluencia, que se encuentra cerca de los 200 MPa [25]. Esto indica que si bien pueden haber errores relacionados con el proceso de medición, los resultados son razonables y se pueden considerar válidos.

En los gráficos que comparan los esfuerzos residuales con respecto al porcentaje de alúmina proyectado en la muestra, figuras 6.22, 6.23 y 6.24, se evidencia que la magnitud de los esfuerzos aumenta a medida que existe más alúmina en el recubrimiento. Sin embargo, los esfuerzos residuales medidos en el recubrimiento, gráficos 6.22 y 6.23, presentan una baja en el esfuerzo residual de compresión al aumentar el porcentaje de alúmina de 40 % a 60 %. Esto se puede deber a que, al aumentar los esfuerzos residuales, se produce el efecto de recristalización, lo cual termina disminuyendo los esfuerzos finales.

En general, el aumento de los esfuerzos residuales al aumentar el porcentaje de alúmina indica que ésta genera un efecto equivalente al polvo utilizado en el proceso Shot Peening. Por otro lado, se puede ver que los esfuerzos residuales medidos en la superficie de los sustratos, figura 6.24, tienen una relación lineal positiva con el porcentaje de alúmina proyectada, lo cual, nuevamente, indica que la alúmina genera un efecto equivalente al Shot Peening. A mayor porcentaje de alúmina, mayor es la magnitud de esfuerzos residuales de compresión.

Para resolver la incógnita de la abrupta baja de esfuerzos residuales al pasar de 40 a 60 % de alúmina presente en el recubrimiento, se analizan los rangos de errores de la muestra Al-06 en las curvas 6.22, 6.23 y 6.24. En éstas no se observan grandes rangos de errores, por lo que se puede descartar que la causa de este fenómeno sea debido a algún error puntual dentro del proceso de medición. Por lo tanto, es posible que exista un fenómeno que explique esta baja de esfuerzos. Una posibilidad es que los esfuerzos residuales generados en la piezas hayan llegado al punto en que, en conjunto con la temperatura en que se aplicó el recubrimiento, se haya llegado al punto de recrystalización del aluminio, lo que habría reorganizado parte de la microestructura y eliminado parte de los esfuerzos residuales formados por el impacto del recubrimiento.

Los mayores rangos de errores corresponden a los esfuerzos residuales medidos en las muestras Al-02 y Al-04 en las superficies 1 y 2. Estos esfuerzos son también aquellos con mayor magnitud, como se puede ver en la figura 6.25. Esto tiene sentido, ya que a mayor esfuerzo residual, mayor debe ser la pendiente obtenida mediante el método de $\sin^2(\psi)$, y debido a que los puntos que crean estas pendientes no generan una línea exacta, dejar de considerar uno de ellos cambia considerablemente los resultados. Por ejemplo, en la curva 6.7 se observan cuatro puntos lejanos unos de otros.

Las muestras que fueron recubiertas con alúmina (muestras Al-02, Al-04 y Al-06) presentan una mayor magnitud de esfuerzos residuales de compresión en la superficie del recubrimiento (ver figuras, 6.19, 6.20 y 6.21). Este fenómeno se presenta en trabajos anteriores (ver figura 4.28, [24]), donde al aumentar la velocidad de desplazamiento horizontal de la boquilla durante el proceso de recubrimiento Cold Spray, la curva de esfuerzos a través del espesor de la muestra cambia, concentrando los esfuerzos residuales en la superficie del recubrimiento. Esto se debe a que, al aumentar la velocidad de desplazamiento horizontal de la boquilla, disminuye el aumento de temperatura en la superficie de la muestra, por lo que la microestructura no tiene la posibilidad de recrystalizarse. Por lo tanto, se puede inferir que la velocidad utilizada para recubrir las muestras es pequeña.

Un efecto similar puede ocurrir al aumentar el porcentaje de alúmina es en el caso de la muestra que no fue recubierta con alúmina, la muestra Al-00. Se puede ver en la imagen que muestra la variación de los esfuerzos residuales de compresión a través de la muestra, gráfico 6.18, que el punto máximo se encuentra en el centro del recubrimiento, lo cual es un fenómeno recurrente en resultados de investigaciones anteriores (ver figura 4.24, 4.25 y 4.26).

A partir de los resultados presentados en el gráfico que compara los esfuerzos residuales a través de todas las muestras, Figura 6.25, se deduce que para obtener mayor magnitud de esfuerzos residuales de compresión y por lo tanto obtener una superficie con mayor resistencia a la fatiga, se debe recubrir el aluminio 6061 con una mezcla de aluminio con 40 % de alúmina, ya que es en este caso que se producen mayores esfuerzos residuales a través del recubrimiento. De forma general, los esfuerzos residuales de compresión se concentran en el recubrimiento, teniendo una variación semejante a curvas de ensayos anteriores (ver figuras 4.24 y 4.27).

La comparación de esfuerzos residuales medidos en el recubrimiento versus el porcentaje de alúmina proyectada, figuras 6.22 y 6.23 presentan errores asociados bastante más grandes que los errores asociados a los esfuerzos residuales medidos en cada sustrato, figura 6.24. Por otro lado, como se menciona anteriormente, las mediciones realizadas en los recubrimientos también son las que presentan mayores irregularidades en la superficie, por lo que puede haber una relación entre la irregularidad de los resultados y la superficie generada por el recubrimiento.

7.2. Análisis del proceso y posibles errores

A continuación, se analizan los resultados de cada proceso y se discuten los posibles errores asociados a cada etapa que se hayan podido producir y que influyan en los resultados finales.

7.2.1. Proceso de pulido y resultados

A partir de las tablas que especifican los tiempos de pulido, tablas 6.5 y A.1, se observa que los tiempos están en el orden de minutos, lo cual no es común. Se espera que el tiempo de pulido se encuentre en órdenes de segundos. Los primeros pulidos se realizan en una muestra de aluminio para determinar el voltaje óptimo de pulido, esto es, lograr la mayor cantidad de remoción de material en un rango de tiempo. El voltaje que entrega mejores resultados se encuentra entre 8 y 10 volts, por lo tanto se utilizan estos valores. Sin embargo, como se puede ver en las imágenes de las superficies pulidas, figura 6.3 y 6.4, existe presencia de pitting, lo que indica que el voltaje utilizado no se encuentra dentro del rango de pulido explicado anteriormente (ver figura 4.11).

A pesar de tener una superficie con pitting, se elige realizar las mediciones de todas maneras en ellas. Los pittings influyen principalmente en las mediciones de difracción de rayos X en las superficies resultantes del primer pulido (ver Figura 5.2). Según la literatura [5], la presencia de pitting con agujeros de 50 $[\mu\text{m}]$ de diámetro pueden afectar los resultados del ensayo, el cual es el caso para la superficie obtenida después del primer pulido. Se puede ver en el gráfico de esfuerzos residuales de la segunda superficie, figura 6.23, que los errores de las tres primeras muestras (Al-00, Al-02 y Al-04) son grandes, alrededor de los 20 MPa. Esto se puede deber a la presencia de pitting, que, como se menciona en antecedentes, cambian los ángulos de reflexión y por lo tanto, cambian el posicionamiento del peak, entregando valores lejos de la línea tendencial en las figuras 6.10, 6.11, y 6.12.

Además de pitting, las muestras presentan ligeras diferencias de espesor. Para contrarrestar esto, se miden los esfuerzos en el centro de la muestra, ya que en este sector la superficie tiene la menor variación de altura. Además, se realizan las mediciones de espesor de la muestra en este sector, para que las mediciones coincidan con el espesor correspondiente. Sin embargo, como se puede ver en las tablas 6.5 y A.1 existen diferencias de alturas considerables, lo cual puede influir en el resultado de la difracción.

No siempre se logra llegar al espesor exacto al que se desea llegar, ya que el proceso de pulido no es constante. Utilizando un mismo voltaje, la proporción de material removido en el tiempo cambia. Esto se puede deber a dos razones, a que las muestras tienen recubrimientos ligeramente diferentes, y al orden en que estas muestras fueron pulidas. Este proceso es exotérmico, por lo tanto, el electrolito cambia ligeramente de temperatura en el tiempo, cambiando el valor de la corriente resultante y el rango óptimo de pulido (ver figura 4.12).

7.2.2. Proceso de difracción de rayos X y resultados

Como se puede ver en los gráficos de difracción, las pendientes son prácticamente iguales en las cuatro mediciones de difracción de rayos X que se realizan a diferentes ángulos ψ . Esto se condice con la teoría, ya que la variación entre los ángulos debe rondar la centena de decimal para que los esfuerzos residuales resultantes tengan valores dentro del rango elástico. Aunque no es visible en estos gráficos, las curvas van cambiando de posición. Si la curva va hacia la derecha, esto es, aumenta en el eje "2 Theta", significa que hay presencia de esfuerzos residuales de compresión. Si se mueve hacia en otro lado cuando se aumenta el ángulo ψ , significa que el esfuerzo es de tracción.

Posibles errores en los resultados finales se pueden producir en esta etapa del proceso, ya que la sensibilidad de los esfuerzos ante variaciones de las curvas obtenidas por la difracción de rayos X es muy alta. Por lo tanto, dependiendo de la precisión del equipo los resultados pueden ser considerablemente diferentes.

Por último, al observar cada curva obtenidas por las mediciones de difracción de rayos X se identifican pequeños peaks presentes en toda la curva (ver figura 6.5 en Resultados y la sección de DRX en Anexos). Esto se puede deber a la irregularidad de espesor de cada muestra estudiada, tanto antes como después de ser pulida. Además, se debe considerar que el rango de ángulo en 2θ es mayor al que se suele utilizar con el equipo de DRX usado, lo cual también puede generar alteraciones en la curva.

7.2.3. Cálculos y resultados

Debido a que cada proceso de medición de difracción de rayos X y proceso de pulido toman tiempo, no es posible realizar mayor cantidad de resultados, lo cual entrega resultados menos precisos y posiblemente con mayores errores. En este trabajo se miden difracciones en cuatro ángulos ψ diferentes. Este número es relativamente pequeño, aunque está dentro del rango recomendado por la literatura presentada en antecedentes. Entre más mediciones se realicen más puntos habrá en la curva para calcular la pendiente de la recta de tendencia, entregando así resultados con menos errores.

También, se hacen pocas mediciones a través del espesor de las muestras, con sólo tres esfuerzos residuales medidos en cada una. Esto se debe, nuevamente, al tiempo requerido en cada proceso y el tiempo limitado para realizar el experimento. Realizando más cálculos se pueden observar con más detalle cómo varían estos esfuerzos a través del recubrimiento y el efecto que tiene el porcentaje de alúmina presente en los resultados.

Para obtener los peaks correspondientes a cada curva de difracción de rayos X (figuras A.5 a A.12) se calcula el centro del área bajo ésta. Este proceso se hace utilizando el programa JADE 5.0 y se aplican los mismos ajustes en todas las curvas. Debido a que las mediciones de peak utilizando la técnica del área bajo la curva es más sensible que los otros métodos, es necesario que el ángulo de partida y al ángulo final del área considerada sean los mismos.

En los gráficos de esfuerzos ajustados, figuras 6.18, 6.19, 6.20 y 6.21, se nota una mayor diferencia entre la curva de esfuerzos medidos (negra) y la curva ajustada (roja) a medida que se retira más material. Esto se debe a que al retirar más material, se eliminan más esfuerzos que pasan a través de las capas, por lo tanto, se debe sumar una mayor cantidad de esfuerzos eliminados.

7.3. Investigaciones futuras

Para completar el trabajo realizado, se proponen las siguientes investigaciones.

- Realizar la misma experiencia con muestras recubiertas a mayor velocidad, para determinar si el espesor del recubrimiento genera una movilización de la curva de esfuerzos residuales, como se plantea en los gráficos c) y d) de la figura A.13. Además, es posible estudiar los efectos de cristalización. A mayor velocidad, existe un menor aumento de temperatura del a superficie, impidiendo que se genere la cristalización del material. De esta forma se puede comprobar si la baja magnitud en la muestra Al-06 se debe a este fenómeno.

- Repetir el experimento utilizando un equipo de electropulido que permita obtener una superficie lisa y sin presencia de pitting. De esta manera se puede comprobar si las formas de las curvas son dependientes de estos factores.
- Medir los esfuerzos residuales en mayores puntos del espesor del recubrimiento, para tener un entendimiento mayor de la curva de esfuerzos residuales. Además, es recomendable realizar varias mediciones de difracción de rayos X en cada superficie. En vez de realizar cuatro mediciones a diferentes ángulos ψ , es posible medir más, obteniendo así una curva más precisa.

Conclusión

Se estudia la relación entre los esfuerzos residuales presentes en el recubrimiento y el porcentaje de alúmina incluida en éste, obteniendo curvas que indican una cierta relación entre ellos. En específico, se encuentra una tendencia clara entre la magnitud de los esfuerzos residuales de compresión y el porcentaje de alúmina proyectada en las tres muestras con menor porcentaje de alúmina, las muestras Al-00, Al-02 y Al-04, que corresponden a las muestras recubiertas con aluminio con 0, 20 y 40 por ciento de alúmina, respectivamente (ver figuras 6.22, 6.23 y 6.24). Sin embargo, la muestra con mayor porcentaje de alúmina (Al-06), que corresponde a la muestra recubierta con aluminio y 60 por ciento de alúmina, presenta resultados lejos de lo esperado según la tendencia marcada en las muestras anteriores.

Este fenómeno se puede deber a los errores que pueden haberse cometido durante el proceso de pulido, medición de difracción de rayos X y cálculo de los esfuerzos, sin embargo, los rangos de errores de los esfuerzos residuales medidos en esta muestra no indican que este sea el caso. Una posibilidad, es que durante el proceso de recubrimiento de esta muestra se hayan generado suficiente deformación para que el material empiece a recrystalizarse, disminuyendo así los esfuerzos residuales finales. También, se estudian las formas de las curvas y se relacionan con la forma general de las curvas de Shot Peening y curvas de ensayos anteriores. Se presenta la teoría de que la curva es móvil y se traslada en función del espesor del recubrimiento.

No se logra un pulido libre de pitting, lo cual produce pequeños cambios en las curvas de difracción. Además, debido al equipo utilizado, la superficie presenta cambios de espesor en cada muestra, lo cual puede explicar el desplazamiento de los peaks de 137,5 a 136 grados en el eje 2θ .

Los tiempos del proceso de pulido son relativamente largos, lo cual puede indicar que el electrolito utilizado no es el óptimo para pulir las muestras estudiadas. El voltaje también puede no ser el óptimo, sin embargo, se estudia la eficiencia de pulido en un rango de volts, y el más adecuado se encuentra entre los 8 y 10 volts, a diferencia de los 2 volts recomendados por la literatura.

Se miden, efectivamente, esfuerzos residuales de compresión, lo cual se condice con la teoría del recubrimiento por Cold Spray. Además, la variación de esfuerzos residuales a través del recubrimiento de cada muestra es similar a curvas obtenidas en estudios anteriores. También, se encuentra una relación entre los resultados obtenidos en cada muestra. La variación de los esfuerzos residuales a través del espesor de cada muestra parece indicar un efecto parecido al que se produce al aumentar la velocidad de desplazamiento de la boquilla. A mayor alúmina, los esfuerzos residuales son mayores en la superficie, y lo mismo ocurre al aplicar el recubrimiento a mayor velocidad.

Por último, se obtiene el mejor método para obtener las magnitudes de esfuerzos residuales, el cual es el método de $\sin^2(\psi)$, utilizando el cálculo de área bajo la curva para obtener los peaks de cada difracción obtenida del equipo DRX.

Capítulo 8

Bibliografía

- [1] G. García Rodero, “Alivio de tensiones residuales.: Tratamiento térmico vs. Vibración,” *Trabajo Fin de Máster en Ingeniería de Materiales y Fabricación, UPNA, España, 2014.*
- [2] K. Biswas, “Lecture - 47: Recovery, recrystallization and grain growth (cont.). phase transformation in materials,” *Kanpur: Department of Material Science Engineering, Indian Institute of Technology, pp. 1–19, 2017.*
- [3] Vishay, “Strain gage rosettes: Selection, application and data reduction,” *Micro Measurements, vol. TN 515, pp. 151–161, 2008.*
- [4] Vishay, “Milling Guide for Residual Stress Measurements RS-200,” *Micro Measurements, pp. 62–63, 2011.*
- [5] P. S. Prevey *et al.*, “X-ray diffraction residual stress techniques,” *ASM International, ASM Handbook., vol. 10, pp. 380–392, 1986.*
- [6] D. Ma, S. Li, and C. Liang, “Electropolishing of high-purity aluminium in perchloric acid and ethanol solutions,” *Corrosion Science, vol. 51, no. 4, pp. 713–718, 2009.*
- [7] V. Palmieri and V. Rampazzo, “Automated electropolishing,” tech. rep., CARE, 2007.
- [8] T. Schmidt, H. Assadi, F. Gärtner, H. Richter, T. Stoltenhoff, H. Kreye, and T. Klassen, “From particle acceleration to impact and bonding in cold spraying,” *Journal of Thermal Spray Technology, vol. 18, no. 5-6, pp. 794–808, 2009.*
- [9] R. Ghelichi, D. MacDonald, S. Bagherifard, H. Jahed, M. Guagliano, and B. Jodoin, “Microstructure and fatigue behavior of cold spray coated Al5052,” *Acta Materialia, vol. 60, no. 19, pp. 6555–6561, 2012.*
- [10] S. Marx, A. Paul, A. Köhler, and G. Hüttl, “Cold spraying: innovative layers for new applications,” *Journal of thermal spray technology, vol. 15, no. 2, pp. 177–183, 2006.*
- [11] J. Perez, “Fundamentos y aplicaciones de la difracción de rayos X. Apuntes y Ejer-

- cicios,” *Programa de Doctorado "Tecnologías industriales". Universidad Politécnica de Cartagena*, pp. 1–13, 2012.
- [12] R. Ghelichi, S. Bagherifard, D. Macdonald, I. Fernandez-Pariente, B. Jodoin, and M. Guagliano, “Experimental and numerical study of residual stress evolution in cold spray coating,” *Applied Surface Science*, vol. 288, pp. 26–33, 2014.
- [13] S. Bagherifard, I. Fernández Parienete, R. Ghelichi, M. Guagliano, and S. Vezzù, “Effect of Shot Peening on Residual Stresses and Surface Work-Hardening in Cold Sprayed Coatings,” *Key Engineering Materials*, vol. 417-418, pp. 397–400, 2009.
- [14] W. B. Choi, L. Li, V. Luzin, R. Neiser, T. Gnäupel-Herold, H. J. Prask, S. Sampath, and A. Gouldstone, “Integrated characterization of cold sprayed aluminum coatings,” *Acta Materialia*, vol. 55, no. 3, pp. 857–866, 2007.
- [15] M. Fitzpatrick, A. Fry, P. Holdway, F. Kandil, J. Shackleton, and L. Suominen, “Determination of Residual Stresses by X-ray Diffraction - Issue 2,” *Measurement Good Practice Guide*, no. 52, p. 74, 2005.
- [16] R. Fernandez and B. Jodoin, “Cold Spray Aluminum–Alumina Cermet Coatings: Effect of Alumina Morphology,” *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 28, no. 4, pp. 737–755, 2019.
- [17] S. A. Speakman, “Basics of X-Ray Powder Diffraction Training to Become an Independent User of the X-Ray SEF at the Center for Materials Science and Engineering at MIT,” no. 617.
- [18] P. J. Withers and H. K. D. H. Bhadeshia, “Residual stress Part 1 – Measurement techniques,” *Materials science and Technology*, vol. 17, no. 4, pp. 355–365, 2001.
- [19] P. Núñez, E. García-Plaza, M. Hernando, and R. Trujillo, “Characterization of surface finish of electropolished stainless steel aisi 316l with varying electrolyte concentrations,” *Procedia Engineering*, vol. 63, pp. 771–778, 2013.
- [20] J. Xie, D. Nélias, H. Walter-Le Berre, K. Ogawa, and Y. Ichikawa, “Simulation of the cold spray particle deposition process,” *Journal of Tribology*, vol. 137, no. 4, p. 041101 (pp. 15), 2015.
- [21] H. Mahmoudi-Asl, “The effect of cold spray coating on fatigue life of magnesium alloy, az31b,” *University of Waterloo*, 2011.
- [22] E. R. Pike and J. Ladell, “The Lorentz factor in powder diffraction,” *Acta Crystallographica*, vol. 14, no. 1, pp. 53–54, 1961.
- [23] J. Perez, “Aplicaciones de la Difracción de rayos X. Apuntes y ejercicios 1.,” *Programa de Doctorado "Tecnologías industriales". Universidad Politécnica de Cartagena*, pp. 1–29, 2012.
- [24] B. Marzbanrad, H. Jahed, and E. Toyserkani, “On the evolution of substrate’s residual

stress during cold spray process: a parametric study,” *Materials & Design*, vol. 138, pp. 90–102, 2018.

- [25] M. R. Galán, “Técnicas de Obtención de grano metalográfico en el Rango Milimétrico Mediante Diversos Tratamiento Térmicos y mecánicos,” *Proyecto de fin de carrera*, 2007.

Apéndice A

Anexos

A.1. Parámetros utilizados par pulir las cuatro muestras complementarias

Segundo pulido	Unidades	Al-00	Al-02	Al-04	Al-06
Espesor inicial	μm	3487	3350	3417	3378
Voltaje aplicado	Volts	8	10	10	10
Corriente resultante	A	1.55	1.5	1.45	1.34
Tiempo	minutos	32	15	18	15
Espesor Final	μm	3660	3520	3520	3510
	μm	3670	3530	3505	3520
	μm	3640	3522	3515	3519
Promedio	μm	3657	3524	3513	3516
Tiempo	minutos	10	13	13	13
Espesor Final	μm	3530	3420	3423	3418
	μm	3495	3410	3405	3408
	μm	3500	3425	3420	3400
Promedio	μm	3508	3418	3416	3409
Tiempo	minutos	9	9	10	10
Espesor Final	μm	3430	3360	3350	3350
	μm	3367	3325	3340	3330
	μm	3430	3340	3335	3330
Promedio	μm	3409	3342	3342	3337
Tiempo	minutos	18	12	12	13
Espesor Final	μm	3332	3250	3283	3265
	μm	3340	3240	3250	3255
	μm	3360	3215	3275	3278
Promedio	μm	3344	3235	3269	3266
Tiempo	minutos	26	14	12	13
Espesor Final	μm	3220	3178	3195	3218
	μm	3222	3175	3175	3212
	μm	3218	3170	3190	3209
Promedio	μm	3220	3174	3187	3213
Tiempo	minutos	23	20	20	16
Espesor Final	μm	3123	3061	3085	3088
	μm	3120	3060	3081	3089
	μm	3115	3059	3079	3087
Promedio	μm	3119	3060	3082	3088

Tabla A.1: Parámetros que se aplicaron para el pulido de las cuatro muestras que complementan el trabajo, tiempos aplicados y mediciones resultantes.

A.2. Difracción de Rayos X

A.2.1. En la superficie

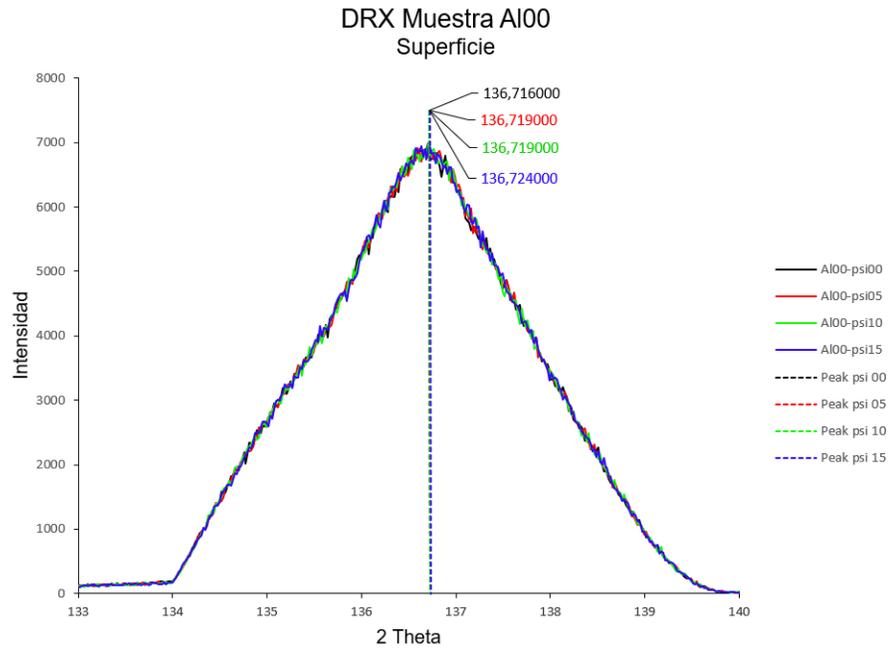


Figura A.1: Difracción de rayos X de la muestra Al-00 en la superficie.

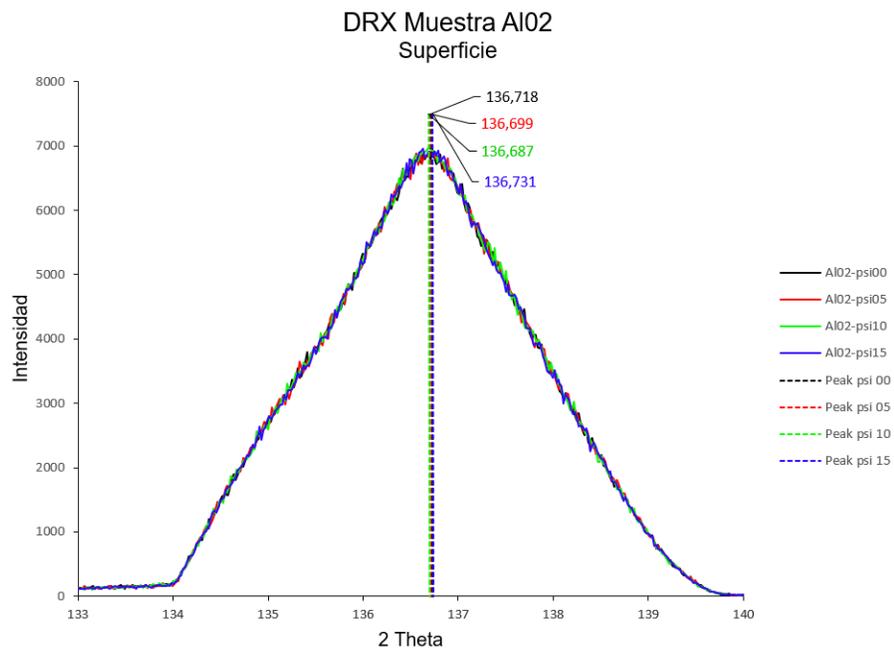


Figura A.2: Difracción de rayos X de la muestra Al-02 en la superficie.

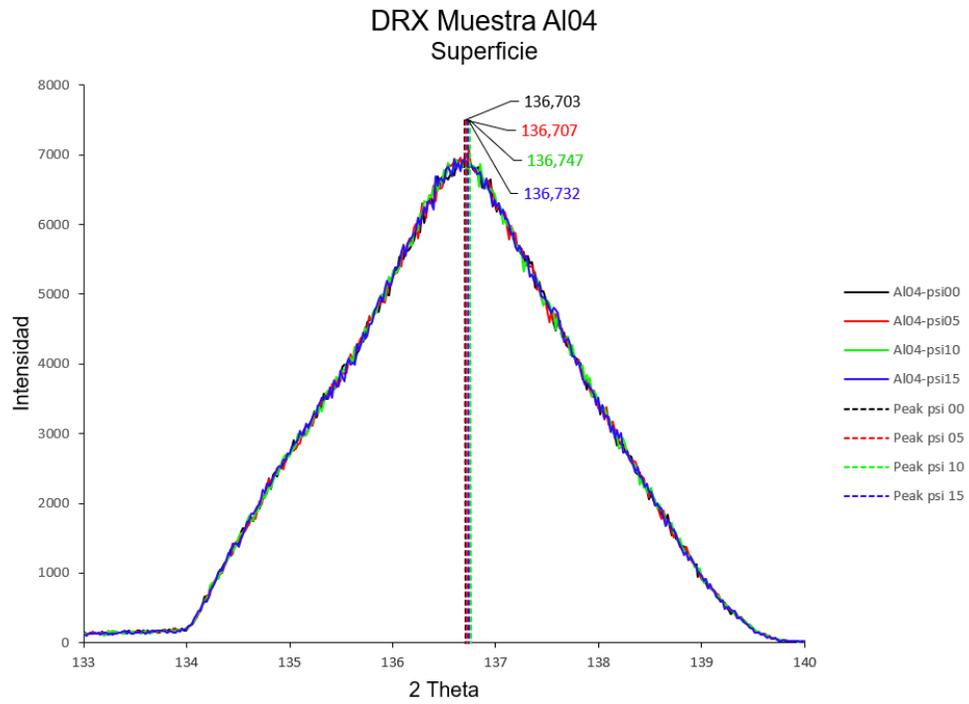


Figura A.3: Difracción de rayos X de la muestra Al-04 en la superficie.

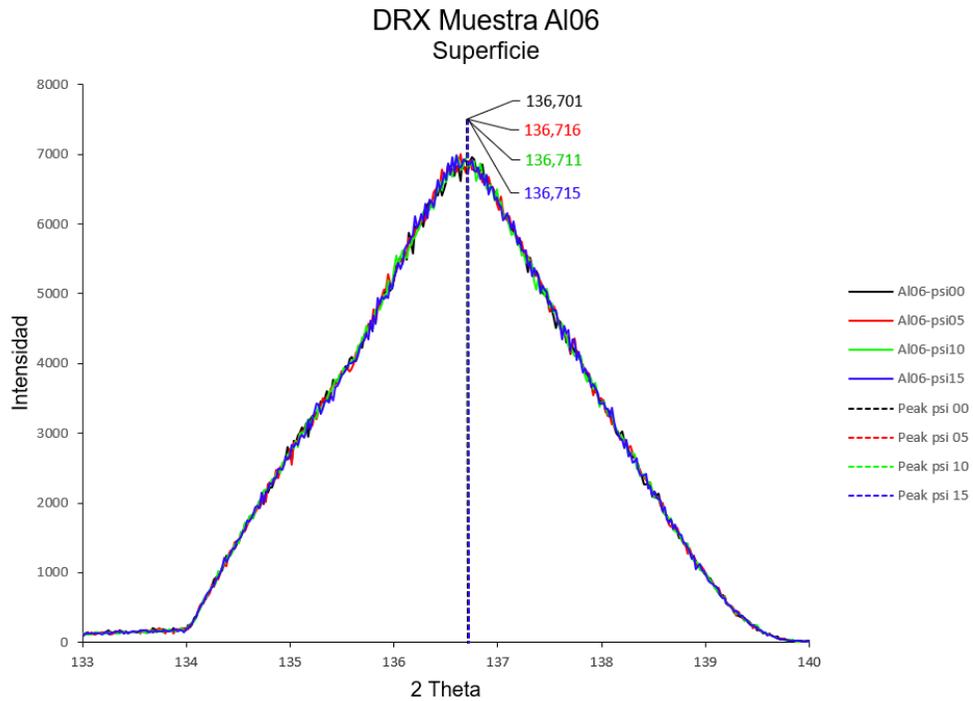


Figura A.4: Difracción de rayos X de la muestra Al-06 en la superficie.

A.2.2. Dentro del recubrimiento

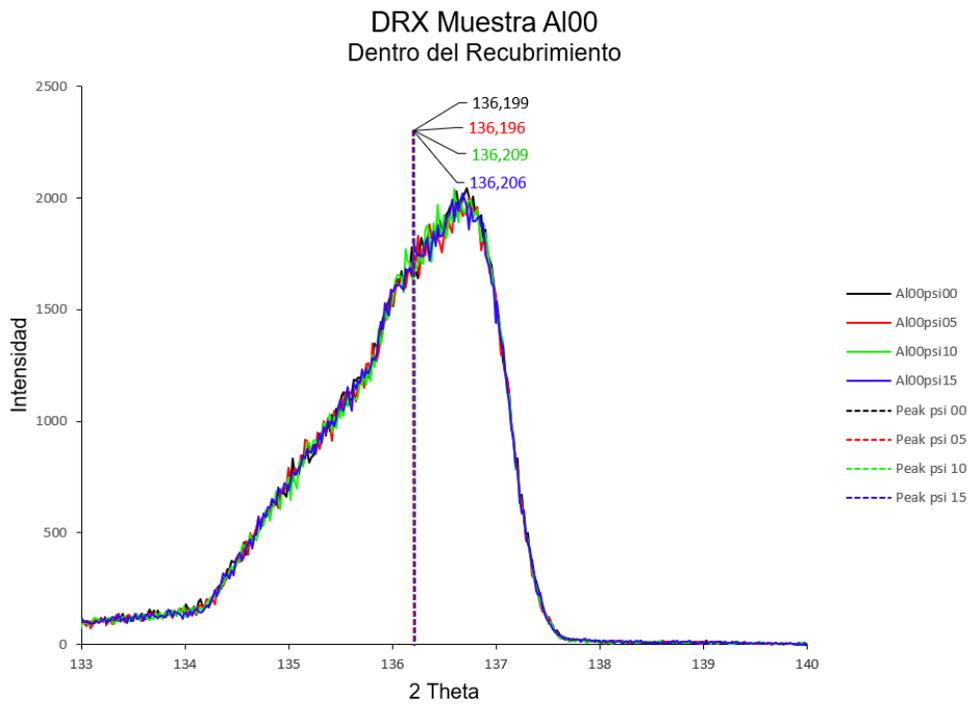


Figura A.5: Difracción de rayos X de la muestra Al-00 en medio del recubrimiento.

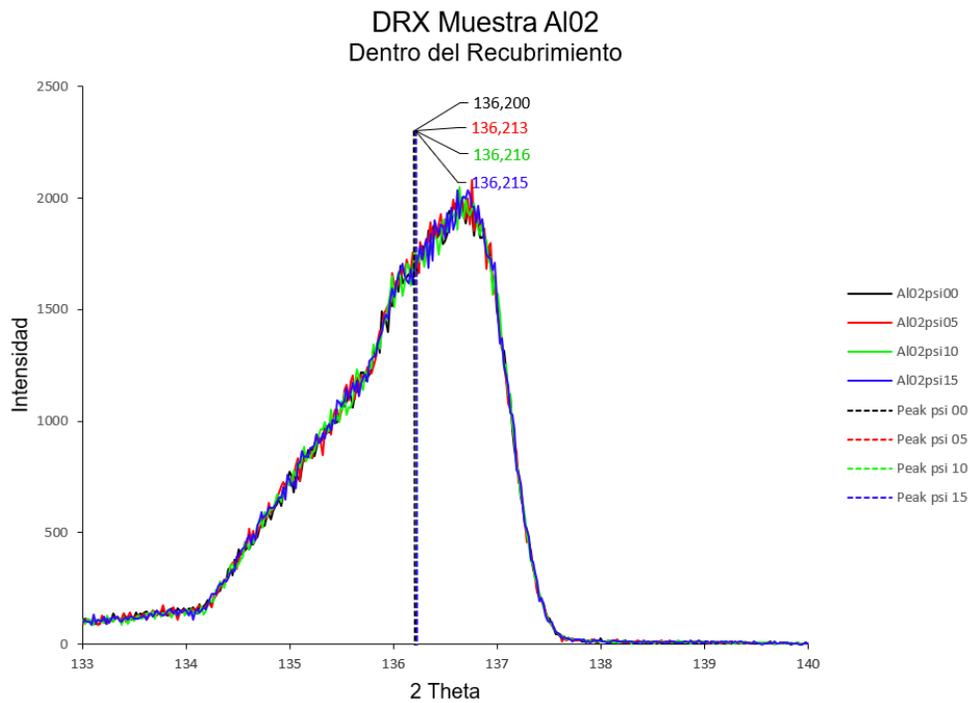


Figura A.6: Difracción de rayos X de la muestra Al-02 en medio del recubrimiento.

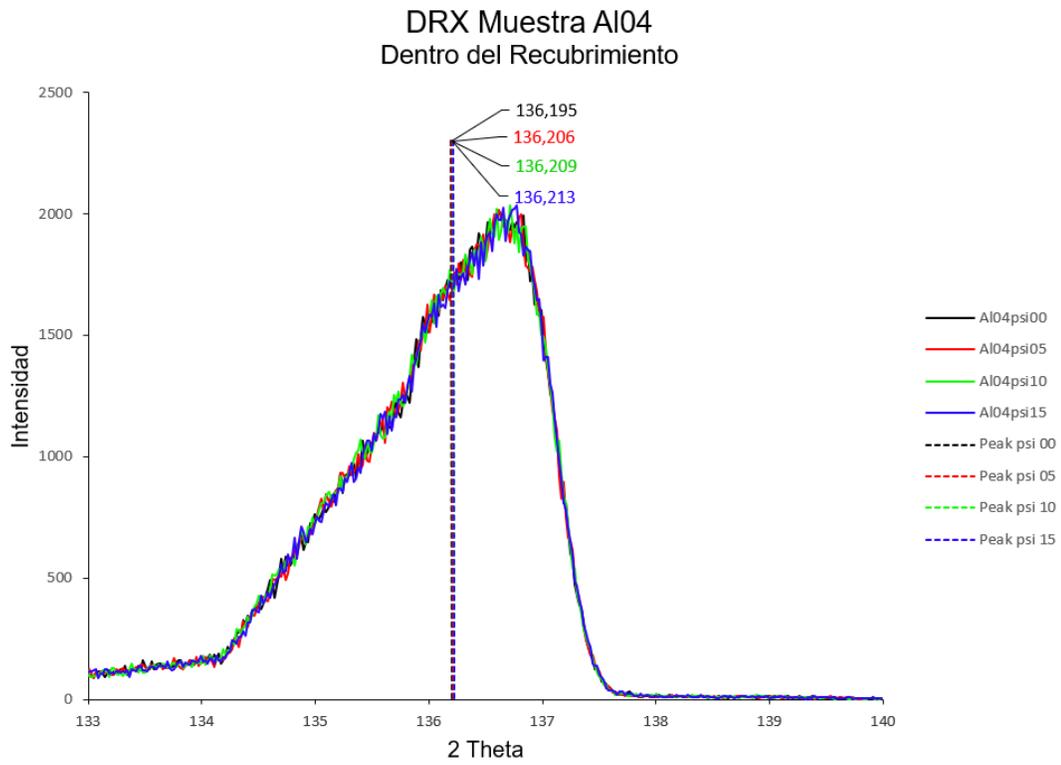


Figura A.7: Difracción de rayos X de la muestra Al-04 en medio del recubrimiento.

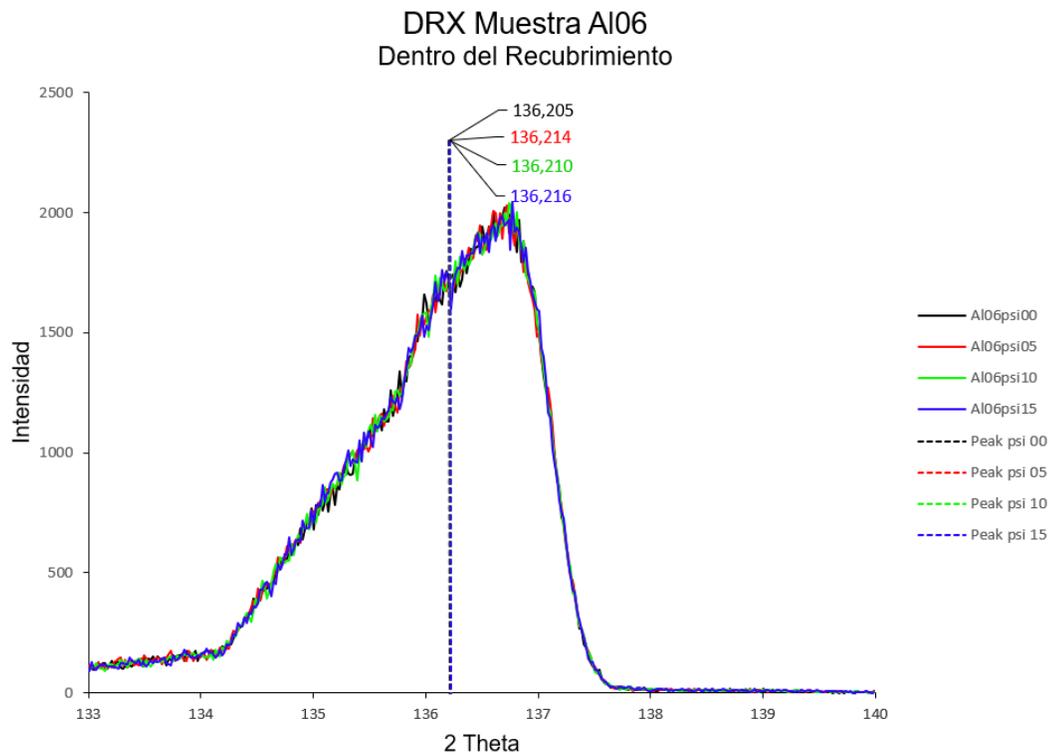


Figura A.8: Difracción de rayos X de la muestra Al-06 en medio del recubrimiento.

A.2.3. Dentro del sustrato

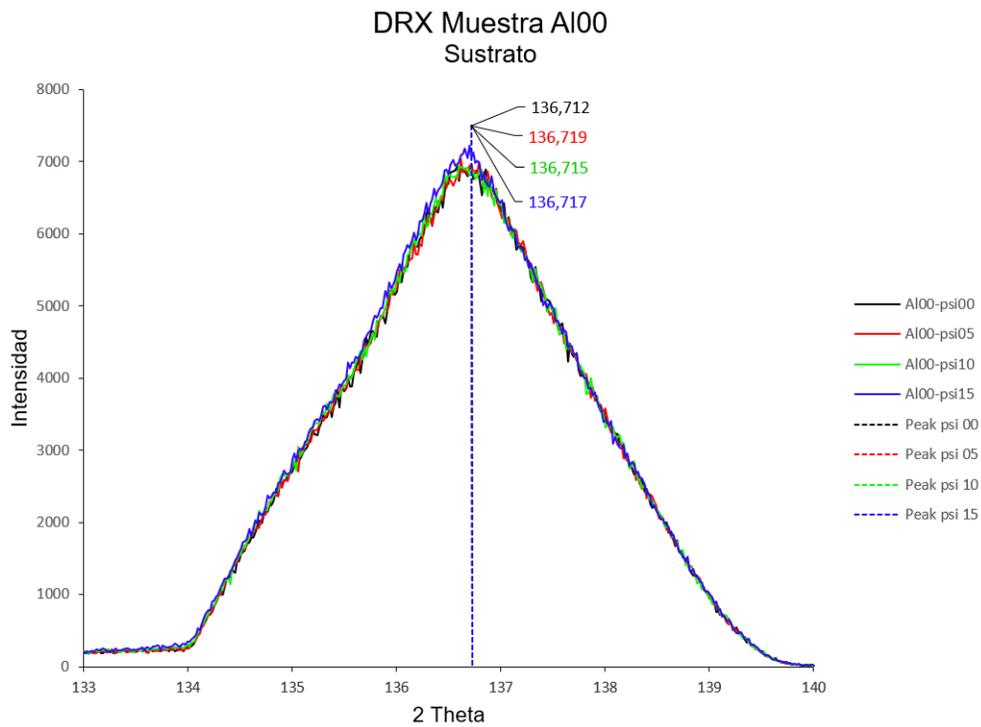


Figura A.9: Difracción de rayos X de la muestra Al-00 en el sustrato.

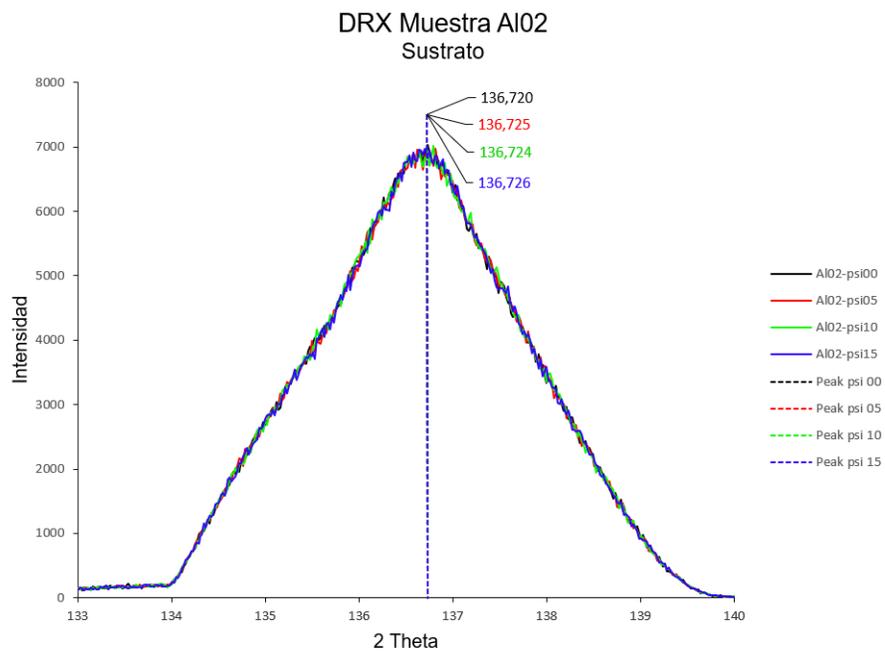


Figura A.10: Difracción de rayos X de la muestra Al-02 en el sustrato.

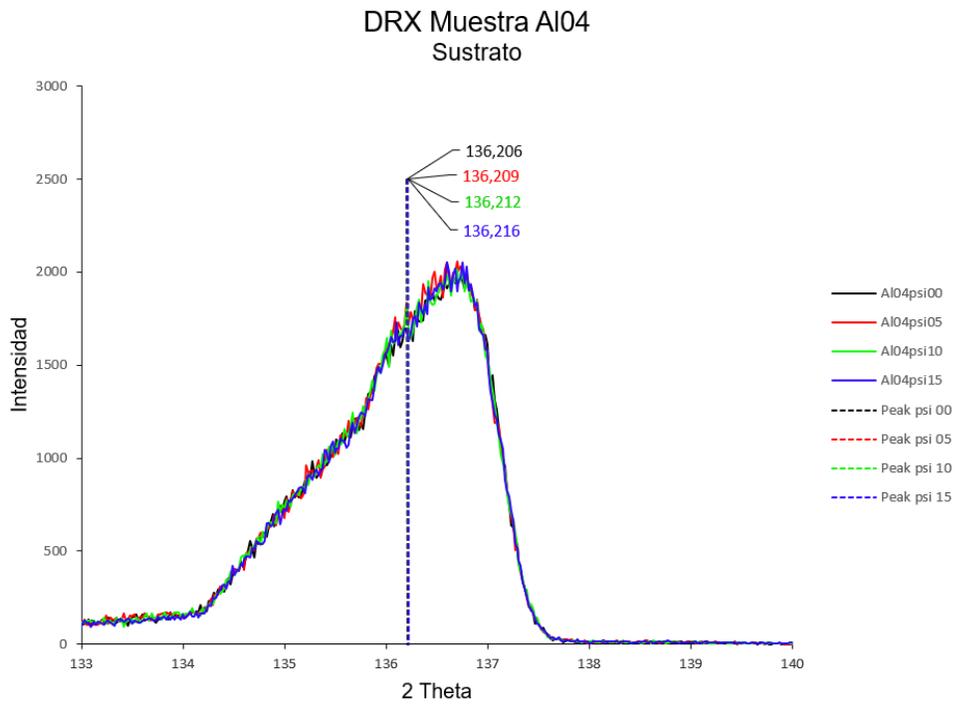


Figura A.11: Difracción de rayos X de la muestra Al-04 en el sustrato.

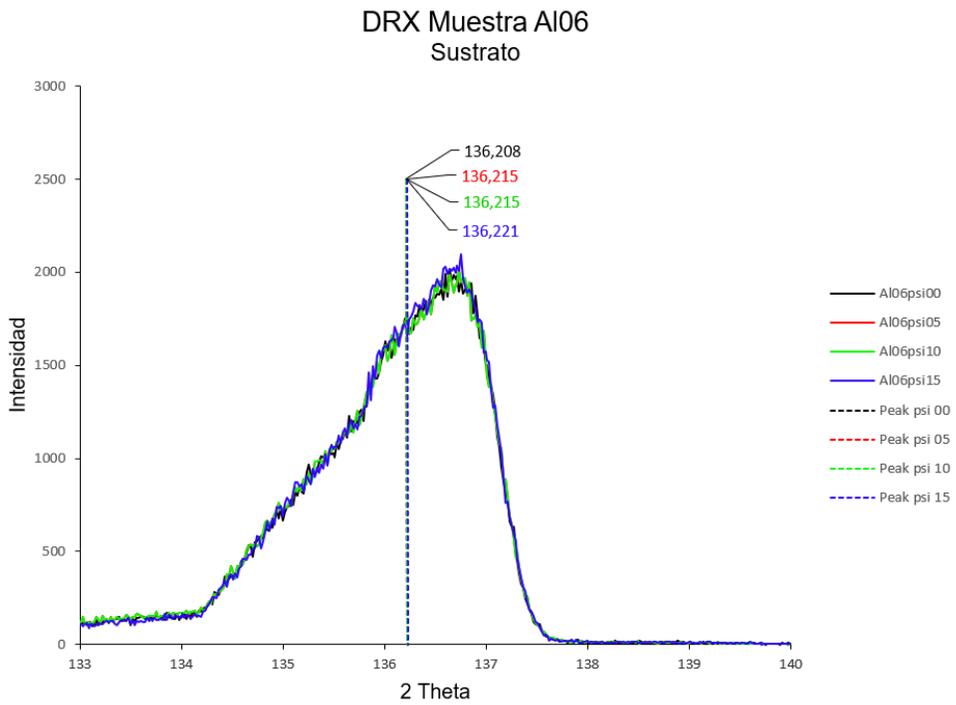


Figura A.12: Difracción de rayos X de la muestra Al-06 en el sustrato.

A.3. Curvas de esfuerzos residuales

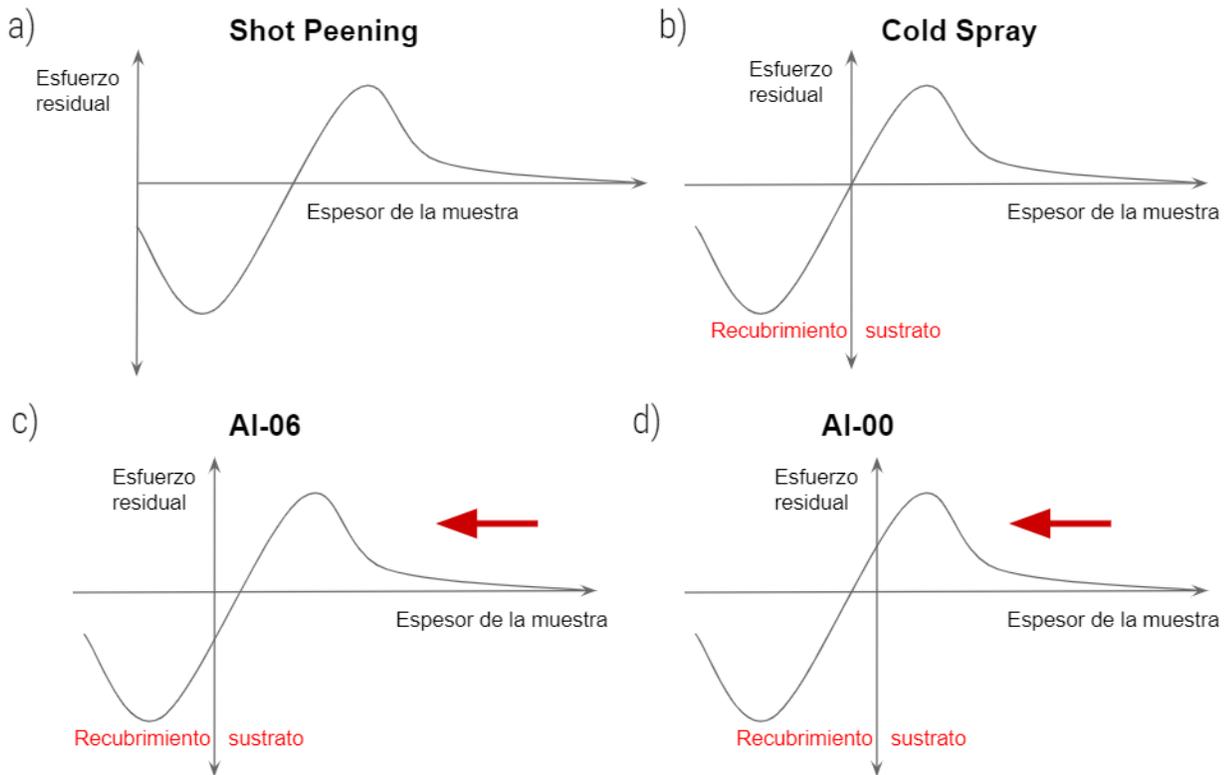


Figura A.13: Representación de la forma que adoptan las curvas de esfuerzos residuales debido a a) Shot Peening b) Cold Spray. Teoría de movimiento de la curva en función del espesor de la muestra. c) corresponde a la curva de la muestra AI-06, la muestra con menor espesor de recubrimiento, d) corresponde a la curva de la muestra AI-00, la muestra con mayor espesor de recubrimiento