

UNIVERSITAT POLITECNICA DE VALENCIA
DEPARTAMENTO DE INGENIERIA MECANICA Y DE
MATERIALES



TESIS DOCTORAL

ANALISIS DE RECUBRIMIENTOS DE Ti REFORZADOS CON
TiB₂ MEDIANTE TECNICAS DE RECUBRIMIENTO LASER

AUTOR: IRMA INIRIDA ANGARITA MONCALEANO

DIRECTOR: Dr. VICENTE AMIGÓ BORRÁS

Valencia, Junio 2012

*A Dios,
mi familia y
mis amigos.
Por su infinito amor.*

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer el aporte científico recibido de parte del director de la tesis, el Dr. Vicente Amigó Borrás y su colaboración continua en las etapas de este proceso.

A la Universidad Nacional de Colombia por su confianza al darme la oportunidad de ausentarme de mi labor y darme los medios para facilitar mi estancia.

A la Universidad Politécnica de Valencia por su recurso humano y físico, que han hecho posible la culminación de esta investigación.

A la empresa AIDO por su colaboración en la realización del proceso láser.

A las personas del servicio de Microscopia: Alicia, Merche, Manolo y José Luis.

A las personas del ITQ: Rosa y José Luis Jordá.

A las personas del Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón Dr. Victoria Borrachero y Lourdes Soriano.

A las personas que me han brindado su casa y compartido conmigo su mesa: Gloria y Manolo, Lucy y Richard, Conchi y Luis y Ascensión.

A los amigos: Marie Pierre, Conchi, Lissette, Águeda, Luis, Ramy, Rubén, Ronald y Edgar.

A las personas de cada día: María Dolores, Mari Carmen, Fátima, Amparo, Marga, Ángels, Paqui, Pepa, Fidel, Jesús, Paco, Enrique, Manuel, Lola, Alejandro y demás miembros del Departamento de Mecánica y Materiales de la UPV.

A Mike Hardinge y Rocío Iznardo.

A Inmaculada López Sánchez.

RESUMEN

En la presente investigación se ha estudiado la formación de recubrimientos de Ti y TiB_2 sobre sustrato de Ti mediante la técnica de Laser Cladding (recubrimiento láser) coaxial usando un láser de Tipo Nd YAG de 1 kW de tipo continuo, analizando los efectos que tienen sobre el recubrimiento, los porcentajes de aleación del material adicionado, los elementos aleantes presentes en el sustrato y los cambios que se presentan en la ZAC (zona afectada por el calor) en el material de sustrato.

Para un apropiado análisis experimental, los principales parámetros del proceso, potencia y velocidad de barrido del láser y flujo de polvos han sido cambiados gradualmente dentro de rangos elegidos. Se ha realizado correlaciones entre las variables principales del proceso, la geometría de los cordones individuales y las transformaciones de los polvos adicionados.

Una vez elegidos los cordones con mejor combinación de características geométricas, microestructura y dureza se ha realizado el solapamiento de cordones para producir los recubrimientos analizando el efecto térmico en la redistribución de fases y en la difusión de elementos químicos.

Se ha obtenido recubrimientos con buenas áreas de cordón, y bajas áreas de dilución con microestructuras compuestas de matriz de titanio y compuestos de TiB y TiB_2 distribuidos en la matriz de forma homogénea con buena unión a ella, y con durezas de hasta 8 veces la dureza original del titanio.

Se ha identificado los parámetros adecuados para la obtención de los polvos, mediante aleado mecánico, de la aleación Ti+ TiB_2 . Se ha logrado delimitar la ventana de proceso para la fabricación de recubrimientos de Ti+ TiB_2 . Se ha logrado establecer la composición aproximada de boro mediante el empleo de la técnica de WDS (wavelength dispersive spectrometry). Se ha caracterizado mecánicamente los compuestos encontrados mediante técnicas de nanodureza. Finalmente se ha identificado mediante la técnica de EBSD (Electron backscatter diffraction) las fases y los compuestos presentes, así como su distribución en el recubrimiento.

Con el conocimiento adquirido mediante esta investigación y siendo este proyecto parte de un objetivo general de investigación en el mejoramiento de las características superficiales del titanio, se puede continuar con investigaciones en comportamiento a desgaste y corrosión en estos recubrimientos.

RESUM

En la present investigació s'ha estudiat la formació de recobriments de Ti i TiB_2 sobre substrat de Ti per mitjà de la tècnica de Laser Cladding (recobriment làser) coaxial utilitzant un làser continu de Tipus Nd YAG d'1 kW continu, analitzant els efectes que tenen sobre el recobriment, els percentatges d'aliatge del material addicionat, els elements d'aliatge present en el substrat i els canvis que es presenten en la ZAC (zona afectada per la calor) en el material de substrat.

Per a una apropiada anàlisi experimental, els principals paràmetres del procés, potència i velocitat d'escombrat del làser i fluxe de pols han sigut canviats gradualment d'interval·ls escogits. S'han realitzat correlacions entre les variables principals del procés, la geometria dels cordons individuals i les transformacions de les pols addicionades.

Una vegada triats els cordons amb millor combinació de característiques geomètriques, microestructura i duresa s'ha realitzat el solapament de cordons per a produir els recobriments analitzant l'efecte tèrmic en la redistribució de fases i en la difusió d'elements químics.

S'han obtingut recobriments amb bones àrees de cordó, i baixes àrees de dilució amb microestructures compostes de matriu de titani i reforços de TiB i TiB_2 distribuïts en la matriu de forma homogènia amb bones unions entre elles, i amb dureses de fins a 8 vegades la duresa original del titani.

S'ha identificat els paràmetres adequats per a l'obtenció de les pols, per mitjà d'aliat mecànic, de l'aliatge Ti+ TiB_2 . S'ha aconseguit delimitar els paràmetres òptims del procés per a la fabricació de recobriments de Ti+ TiB_2 . S'ha aconseguit establir la composició aproximada de bor per mitjà de l'ús de la tècnica de WDS (wavelength dispersive spectrometry). S'ha caracteritzat mecànicament els compostos determinats per mitjà de tècniques de nanodureza. Finalment s'ha identificat per mitjà de la tècnica d'EBSD (Electron backscatter diffraction) les fases i els compostos presents, així com la seua distribució en el recobriment.

Amb el coneixement adquirit per mitjà d'esta investigació i sent aquest projecte part d'un objectiu general d'investigació per a millorar les característiques superficials del titani, es pot continuar amb investigacions en comportament a desgast i corrosió en aquests recobriments.

ABSTRACT

This investigation has studied the formation of Ti and TiB₂ coatings on a Ti substrate using the coaxial laser cladding process. The implemented laser was a continuous NdYAG of 1Kw. The purpose was to analyze the influence on the coating of both the alloying elements percentage and the presence of the alloying elements in the substrate as well as the changes suffered by the ZAC in the substrate.

To obtain the appropriate experimental analysis, the main process parameters which are power and velocity of the scan, powder flow were gradually changed within the chosen range. Correlations were made between the main process variables, the geometry of the single tracks and the added powder transformations.

The overlapping of single tracks was carried out once the ones with best combination of geometrical, microstructural and hardness characteristics were determined. The thermal effect on the redistribution of the phases and the chemical element diffusion of the coatings was analyzed.

The coatings obtained had a good track area and low dilution area. The microstructure was composed of a titanium matrix with TiB and TiB₂ compounds, homogeneously (uniformly) distributed and firmly jointed to it. The resulting hardness was up to 8 times greater than the original titanium.

The adequate parameters to obtain the powders of the Ti+TiB₂ alloy, by mechanical alloying, were identified. The process window for the fabrication of the Ti+TiB₂ alloy was determined. The approximate bore composition was established thanks to the Wavelength Dispersive Spectrometry. The compounds encountered were mechanically characterized by nanohardness techniques. The phases and compounds present in the coatings as well as their distribution were identified by Electron Backscatter Diffraction.

This project is part of a general objective in the improvement of the superficial characteristics of titanium investigation. Therefore thanks to the knowledge acquired during this thesis, new investigations can be carried out on the behavior of the coatings when submitted to wear and corrosion.

INDICE		
CONTENIDO		Pág
1 INTRODUCCION		1
1.1 Antecedentes		1
1.2 Justificación (Planteamiento del problema)		3
1.3 Objetivos		6
1.3.1 Objetivo general		6
1.3.2 Objetivos específicos		6
1.4 Aportaciones de la tesis		7
1.5 Limitaciones		8
2 PANORAMA CIENTIFICO		11
2.1 Conceptos generales de estructura y propiedades del Ti y el TiB₂		13
2.1.1 Propiedades físicas del titanio		13
2.1.2 Microestructura del titanio		14
2.1.3 Compuestos de titanio y boro		19
2.2 El proceso láser		28
2.2.1 Proceso <i>Laser Cladding</i>		29
2.2.1.1 Parámetros del proceso		31
2.2.1.2 Relación entre la geometría del cordón y los parámetros del proceso <i>laser Cladding</i>		36
2.2.1.3 Interacción metalúrgica del polvo y el sustrato		42
3 PLANIFICACION DE LA INVESTIGACION		49
3.1 Fase I. Materia Prima		51
3.1.1 Etapa 1. Selección y caracterización del material de sustrato		51
3.1.2 Etapa 2. Selección y caracterización del material de recubrimiento		54
3.2 Fase II. Realización y caracterización de los cordones		57
3.2.1 Etapa 1. Realización de los cordones		58
3.2.2 Etapa 2. Caracterización de los cordones		63

CONTENIDO	Pág.
3.3 Fase III. Realización y caracterización de recubrimientos	66
3.3.1 Etapa 1. Realización de los recubrimientos	66
3.3.2 Etapa 2. Caracterización de los recubrimientos	70
4 DESARROLLO EXPERIMENTAL	75
4.1 Materia Prima	75
4.1.1. Material de sustrato	75
4.1.2. Obtención del material de recubrimiento	86
4.2 Realización y caracterización de los cordones	96
4.2.1. Realización de los cordones	96
4.2.2. Caracterización de los cordones	99
4.3 Realización y caracterización de los recubrimientos	108
4.3.1. Realización de los recubrimientos	109
4.3.2. Caracterización de los recubrimientos	110
5 RESULTADOS	
5.1 Optimización del material de recubrimiento	121
5.1.1. Morfología del material de recubrimiento	121
5.1.2. Composición del material de recubrimiento	125
5.2 Caracterización de los cordones	126
5.2.1. Efecto del laser en el sustrato de titanio	127
5.2.2. Efecto del láser en el conjunto del sustrato de Ti y aporte de polvos de Ti sin boro	128
5.2.3. Efecto del láser en el conjunto del sustrato de Ti y aporte de polvos de Ti + 60% de TiB ₂	133
5.2.4. Efecto del láser en el conjunto del sustrato de Ti y aporte de polvos de Ti + 40% de TiB ₂	137

CONTENIDO	Pág.
5.2.5. Efecto del láser en el conjunto del sustrato de Ti y aporte de polvos de Ti + 20% de TiB ₂	149
5.2.6. Influencia de los elementos de aleación sobre el conjunto de sustrato de Ti6Al4V y aporte de polvos de Ti + 20% de TiB ₂	163
5.3 Caracterización de los recubrimientos	174
5.3.1. Geometría de los recubrimientos	176
5.3.2. Microestructura de los recubrimientos	178
5.3.3. Pruebas de dureza a los recubrimientos	186
5.3.4. Evaluación de composición mediante la técnica de WDS para los recubrimientos	192
5.3.5. Análisis de difracción de los recubrimientos	197
5.3.6. Estudio de EBSD para los recubrimientos	200
5.3.7. Estudio exploratorio de desgaste para Los recubrimientos	213
6 DISCUSION	
6.1 Relación de las variables del proceso láser Las características del cordón	215
6.1.1. Eficiencia	
6.1.2. Variación de la altura y el ancho del cordón	215
6.1.3. Dilución	217
6.1.4. Microestructura y dureza de los cordones	218
6.2 Caracterización de los compuestos de Ti y B	224
6.3 Caracterización de los recubrimientos	229
6.4 Efecto de la adición de B al Ti en el material recubrimiento de los cordones	238
6.5 Efecto de los elementos de aleación en las características de los cordones	242
6.6 Efecto del tipo de polvo sobre la zona afectada por el calor (ZAC)	248

CONTENIDO	Pág.
7 CONCLUSIONES	255
7.1 Generales	255
7.2 Específicas	256
7.2.1 Relación de las variables del proceso Láser con las características del cordón	256
7.2.2 Caracterización de los compuestos de Titanio y Boro	257
7.2.3 Caracterización de los recubrimientos	258
7.2.4 Efecto de la adición de boro al titanio en el material de recubrimiento de los cordones	259
7.2.5 Efecto de los elementos de aleación en las características de los cordones	259
7.2.6 Efecto energético del láser sobre la zona afectada por el calor (ZAC) en el titanio	260
8 INVESTIGACIONES FUTURAS	261
9 DIFUSION DE RESULTADOS DERIVADOS DE LA TESIS	263
ANEXOS	265
A. Diagramas de granulometría de los polvos en el proceso de aleado mecánico	265
B. Imágenes de la morfología de los polvos en el proceso de aleado mecánico	267
B.1 Microscopia Electrónica	267
B.2 Microscopia Óptica	268
C. Barridos de microdureza	269
D. Estudio de la distribución de las fases Mediante análisis de imágenes	276
E. Publicaciones derivadas de la presente tesis	288

1. INTRODUCCION

1.1. Antecedentes

El titanio (Ti) y sus aleaciones son muy utilizadas en la aeronáutica, en la marina y en la industria química debido a sus propiedades específicas como son su alta resistencia mecánica y excelente resistencia a la corrosión y a la oxidación a altas temperaturas. Sin embargo, la aplicación de estas aleaciones en condiciones de severo desgaste y condiciones de fricción es muy limitada debido a sus pobres propiedades tribológicas como son un alto coeficiente de fricción y baja dureza. De otro lado aunque el Ti y sus aleaciones son comúnmente utilizados en implantes médicos por ser un material inerte, presenta ocasionalmente fallas debidas a corrosión-fatiga [1-4].

Por lo tanto las modificaciones superficiales del titanio y sus aleaciones que buscan mejorar inicialmente su dureza para favorecer la resistencia al desgaste, la estabilidad química y con la temperatura, son un amplio campo de trabajo que cubre gran cantidad de aplicaciones.

Una forma de seguir aprovechando las ventajas del Ti y disminuir sus deficiencias es buscar como aumentar su resistencia superficial sin menoscabar su alta resistencia específica y resistencia química.

Una alternativa es añadirle partículas cerámicas que refuercen su capa externa y aumenten su dureza. Sin embargo la adición de sólo material cerámico produce pobres resultados por la falta de afinidad con el sustrato metálico y la falta de disolución uniforme en el baño fundido [2]. De tal forma que es más conveniente un material aleado metal-cerámico.

Dentro de los materiales cerámicos empleados como refuerzo el TiB se ha caracterizado por poseer el más apropiado balance de estabilidad termoquímica, buenas propiedades mecánicas y de expansión térmica. Sin embargo es difícil obtenerlo como

constituyente mayoritario en un material compuesto, aislado de otros constituyentes, por tanto los resultados del análisis de sus propiedades presentan una gran dispersión [5].

El proceso mediante el cual se integra este material al sustrato de Ti debe cubrir no sólo la creación de recubrimientos sobre piezas nuevas, sino la recuperación de superficies, por cuanto, muchas elementos de Ti necesitan ser recuperados superficialmente por circunstancias de tamaño o coste (alabes de turbina, piezas en aeronáutica) [6]. En estos casos, es necesario que el recubrimiento tenga un mayor espesor y pueda ser aplicado en un área delimitada.

Dos procesos de gran empleo actualmente como el *Laser cladding*, (recubrimiento láser) y la proyección térmica, cumplen con las características de generar recubrimientos con material aleado metal-cerámico, y de apropiado espesor. Sin embargo las condiciones de densidad y adherencia del recubrimiento, junto con la posibilidad de recubrir zonas específicas, son mejores para el *laser cladding*.

El *laser cladding* es una técnica que permite depositar capas protectoras sobre un sustrato. El proceso se puede describir como la adición de un material como recubrimiento en la superficie de un sustrato, donde el calor superficial para fundir el material añadido y el sustrato es dado por un haz láser, el espesor de cada capa de recubrimiento puede estar ente 50 micras y 2 milímetros [7]

El proceso de *laser cladding* puede ser llevado a cabo de tres diferentes formas: mediante la adición del material de recubrimiento como polvos pre colocados, como una combinación de polvos y alambre alimentado al baño fundido y por soplado de polvos.

La ventana de operación para el proceso de *laser cladding* es usualmente definida en términos de potencia del laser P (W), velocidad de barrido del haz laser V (mm/s) y el flujo de polvos (F)

(g/min), aunque otros parámetros pueden desempeñar un papel importante, como son el tipo de gas de protección, diámetro del haz del láser o la distancia del material a la boquilla.

Recientemente, se ha estudiado muchos sistemas en los cuales se emplea como proceso el *laser cladding* y se producen compuestos de matriz metálica con partículas cerámicas en la superficie de aleaciones de Ti, estos sistemas comprenden Ti-N, Ti-C, Ti-B, Ti-C-N, Ti-Si, Ti-Si-Ni, Ti-Al, Ti-SiC, Ti-TiC(WC), $TiCr_3 C_2$, TiBiCrBSi y TiBN [8].

Estos compuestos se identifican como una serie de materiales compuestos de matriz cerámica (MMCs) [9] los cuales combinan la alta resistencia y rigidez del cerámico con la tolerancia al daño y tenacidad dada por la matriz metálica, los refuerzos cerámicos se pueden presentar como partículas, microfibras o fibras. Las ventajas de las partículas se centran en sus propiedades isotrópicas. Uno de los métodos para producir este tipo de materiales "particulados" es usando mezcla de polvos. Las propiedades de los MMCs producidos por láser dependen de la cantidad de polvo inyectado, la microestructura de la matriz, y la unión entre partícula y matriz [9].

En el campo de las aplicaciones en la industria automotriz, en autos y motocicletas de gama alta, se emplea Ti o su aleación más usada de Ti6Al4V, que mediante técnicas de pulvimetalurgia combinadas con elementos como TiB se emplean en la fabricación de válvulas de admisión y de escape de los Toyota Alteza, y válvulas en Nissan y Yamaha [10].

1.2. Justificación (planteamiento del problema)

La alternativa elegida de crear el recubrimiento empleando como material adicionado compuestos de Ti-B y Ti, mediante la técnica de *laser cladding*, permitirá combinar la resistencia, rigidez y dureza del boro con la tenacidad y tolerancia al daño del Ti, incluso

mejorando su resistencia a alta temperatura [11]. Sin embargo es necesario plantear algunos aspectos a tener en cuenta en nuestra elección.

Los compuestos de Ti-B, que se emplean más comúnmente son el TiB y el TiB₂, de ellos el TiB₂ tienen mayor dureza, pero comercialmente no se encuentran polvos aleados de Ti con diferentes composiciones de TiB₂.

El efecto térmico del láser produce la transformación del material adicionado al recubrimiento, pero esta transformación se realiza fuera del equilibrio. Por lo cual, no es posible predecir a partir del diagrama Ti-B los componentes del material a temperatura ambiente. La forma, distribución, abundancia y composición de los productos de esta transformación dependerá de los parámetros del proceso láser.

Los parámetros principales del proceso láser son la potencia, la velocidad de barrido y el flujo de polvos. Aunque las investigaciones de Ocelik y col [12], en las cuales obtienen materiales compuestos de matriz de Ti y compuestos de Ti-B, no definen amplios rangos de estas variables, sí especifican que las diferencias en microestructura se obtienen con la variación de la potencia del láser, que controla principalmente la temperatura y la velocidad de barrido, determinando la velocidad de enfriamiento.

En la revisión bibliográfica realizada no se ha encontrado para la combinación de Ti y TiB₂ un estudio que relacione las variables principales del proceso de *laser cladding*, con las características de los cordones y posteriores recubrimientos. Especialmente, no se suministran las fronteras de valores donde es viable obtener recubrimientos. Por ello, dentro de la capacidad del equipo láser con que contamos, que es de 1kW, realizaremos un diseño experimental que incluirá la variación de potencia del láser, velocidad de barrido del láser, y el flujo de material.

La mayoría de las investigaciones realizadas tiene como sustrato a la aleación de Ti, Ti6Al4V. Aunque el rápido enfriamiento en el proceso de solidificación del cordón no favorece fenómenos de difusión, cuando se realiza solapamiento de cordones, parte de la energía del láser, empleada en fabricar el último cordón, realiza un proceso de recalentamiento en el cordón anterior [13]. Lo cual puede generar difusión no sólo del aluminio y el vanadio sino del boro.

La energía del láser se distribuye de forma que parte de ella se emplea en el calentamiento del sustrato, parte es empleada en la fusión de la capa de recubrimiento y una gran parte es reflejada [14]. De tal manera que en el material de sustrato existe una zona afectada por el calor (ZAC), que puede presentar aumento de tamaño de grano o transformaciones de fase.

Como resumen puede decirse que el proyecto es pertinente por cuanto responde a una necesidad actual de mejorar las propiedades de un material, en este caso el Ti. Que ésta mejora de propiedades se logrará mediante la aplicación de un recubrimiento de tipo cerámico con aplicaciones comprobadas a nivel mundial y mediante una técnica de procesamiento en la cual ya se han obtenido buenos resultados. Para hacer más viable nuestro proyecto contamos con la experiencia del departamento de materiales en la caracterización de los materiales y con la experiencia de AIDO (Instituto tecnológico de óptica, color e imagen) en el procesamiento de Ti mediante la técnica de *laser Cladding*

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivo General

El objetivo general de esta investigación es explorar la posibilidad de modificar las propiedades superficiales del Ti mediante la formación de un recubrimiento compuesto de Ti y Ti-B obtenido por la técnica de recubrimiento láser (*Laser Cladding*)

1.3.2. Objetivos Específicos

Los objetivos específicos para dar cumplimiento al objetivo general que se plantea son:

- Determinar cómo cambian las propiedades del recubrimiento al cambiar las condiciones energéticas del láser, por la variación de la potencia del láser y la velocidad de barrido del mismo.
- Determinar de qué forma se transforma el material adicionado en condiciones de no equilibrio, por efecto del láser.
- Analizar el efecto del flujo de polvos de alimentación en la distribución energética del láser en el recubrimiento y en el material de sustrato.
- Analizar la influencia del contenido en boro en las propiedades del recubrimiento.
- Verificar de qué forma difunden el boro, aluminio y vanadio, en el sustrato y en el baño fundido, por el efecto térmico del láser.
- Determinar como la energía del láser y el calor acumulado en el recubrimiento afectan las propiedades en un proceso de solapamiento de cordones.
- Realizar un análisis exploratorio de la posible metodología a aplicar en ensayos a desgaste para el conjunto sustrato recubrimiento, mediante la técnica de Pin on disk, de modo que permita evaluar el efecto alcanzado por la modificación superficial del sustrato.

1.4. Aportaciones De La Tesis

Las investigaciones realizadas en el proceso *laser cladding* cubren rangos amplios y escalonados para la potencia del láser, la velocidad de barrido y el flujo de polvos, esta metodología se ha aplicado para diversos materiales pero no para la combinación de Ti y TiB₂.

Se ha establecido que las características del polvo adicionado es una variable importante en las propiedades finales del recubrimiento, aunque mediante pulvimetalurgia se ha abordado el tema de la obtención de las aleaciones de Ti. No hay información específica sobre los parámetros de aleado mecánico para obtener un polvo con características apropiadas para el proceso *laser cladding*.

Las investigaciones coinciden en establecer que el boro es un material que por su bajo peso atómico, no es posible analizarlo adecuadamente mediante la técnica de EDS (Energy dispersive spectrometry). Como alternativa se buscara establecer mediante la técnica de WDS (wavelength dispersive spectrometry) gradientes de composición de boro.

La realización de barridos de microdureza es la técnica empleada usualmente para comparar las propiedades de dureza del recubrimiento. Sin embargo, es importante en el material compuesto analizar cómo influye la nanodureza de los compuestos y de la matriz de titanio en la microdureza del recubrimiento.

Los efectos térmicos del láser, en el proceso de rápido enfriamiento producen deformaciones en el material que pueden manifestarse como desorientaciones cristalinas de los granos, y que se evalúan mediante la técnica de EBSD (Electron backscatter diffraction), junto con la evaluación de tamaño de grano, distribución y porcentajes de fase. Se ha aplicado esta técnica para el proceso *laser Cladding* en otros materiales. Pero no para el caso de recubrimientos de Ti y B.

1.5. Limitaciones

La investigación cuenta con la colaboración de la empresa AIDO para la realización de los recubrimientos, los rango de potencia estarán limitados a la capacidad del equipo con que cuenta la empresa que es un láser de Nd YAG de pulso continuo de 1kW. De la misma forma, no ha sido posible incluir otras variables del proceso como: tipo de gas de aporte, caudal o naturaleza del mismo.

El proceso de *Laser Cladding*, puede ser empleado, como proceso final combinado con otras técnicas: compactación - fusión láser, proyección térmica - fusión laser. Sin embargo, no se realizaron principalmente por tener un tiempo determinado para desarrollar el proyecto.

Una forma de medir las deformaciones en el polvo adicionado mediante aleado mecánico es mediante difracción de rayos X, sin embargo no se cuenta con un equipo lo suficientemente sensible. De la misma forma se reportan deformaciones en la red cristalina por efecto de los esfuerzos generados en el cordón, pero estos estudios se realizan con difractómetros de tipo sicrotron.

REFERENCIAS Capítulo 1

- [1] Y.S. Tian, Q.Y. Zhang, D. Y.Wang, Study on the microstructures and properties of the boride layers laser fabricated on Ti6Al4V alloy, *Journal of Materials Processing Technology*, 209 (2009) 2887-2891.
- [2] Y.S. Tian, C.Z. Chen, S.T. Li, Q.H. Huo, Research progress on laser surface modification of titanium alloys, *Applied surface science*, 242 (2005) 177-184.
- [3] P. Chadrassekar, V. Balusamy, K.S. Ravi Chandran, Laser surface hardening of titanium-titanium boride metal matrix composite, *Scripta Materialia*, 56 (2007) 641-644.
- [4] B.J. Kooi, Y.T. Pei, J.Th.M. De Hosson, The evolution of microstructure in a laser clad TiB – Ti composite coating, *Acta Materialia*, 51 (2003) 831-845.
- [5] S. Gorsse, D.B. Miracle, Mechanical properties of Ti6Al4V composites with randomly oriented and aligned TiB reinforcements, *Acta Materialia*, 51 (2003) 2427-2442.
- [6] W. Wang, M. Wang, Z. Jie, F. Sun, D. Huang, Research on the microstructure and wear resistance of titanium alloy structural members repaired by laser cladding, *Optical and Laser Engineering*, 46 (2008) 810-816.
- [7] R. Vilar, Laser Cladding, *Journal of laser applications*, 11 (1999) 65-80.
- [8] L. Cai, Y. Zhang, L. Shi, Microstructure and formation mechanism of titanium matrix composites coating on Ti6Al4V by laser cladding, *Rare Metals*, 26 (2007) 342.
- [9] T.M.T. Godfrey, A. Wisbey, P.S. Goodwin, K. Bagnall, C.M. Ward-Close Microstructure and tensile properties of mechanically

alloyed Ti6Al4V with boron additions, Materials Science and engineering, A282 (2000) 240 -250.

[10] L. Dubourg, J. Archambeault, Technological and scientific landscape of laser cladding in 2007, Surface & Coatings Technology 202 (2008) 5863–5869.

[11] F. Wang, J. Mei, X. Wu, Direct laser fabrication, Journal of materials processing technology, 195 (2008) 321–326.

[12] V. Ocelik, D. Matthews, J.Th.M. De Hosson, Sliding wear resistance of metal matrix composite layers prepared by high power laser, Surface & coatings technology, 195 (2005)303-315.

[13] M.W. Steem, Laser Material Processing, Springer, 3^a edition, 1998.

[14] H. Gedda, Laser Cladding an Experimental and Theoretical investigation, Thesis Doctoros, Lulea Universidad, 2004.

2. PANORAMA CIENTIFICO

El Ti y sus aleaciones se han constituido en los últimos años en una alternativa para muchas aplicaciones que requieren materiales de alta resistencia específica, que pueden soportar altas temperaturas y resistentes a la corrosión. Estas aplicaciones se encuentran por ejemplo en la industria aeronáutica, química o biomédica. Sin embargo, estos materiales no poseen alta dureza. Lo cual los hace muy poco competitivos en aplicaciones que requieran alta resistencia al desgaste [1-3].

La modificación superficial del Ti y sus aleaciones, mediante la formación de recubrimientos duros, ha sido un tema que se ha abordado en esta investigación relacionando el material añadido y el proceso mediante el cual se logra crear el recubrimiento [3-5].

En las investigaciones sobre adición de TiB_2 mediante el proceso *laser Cladding*, se encuentra un bajo número de referencias. Destacan los trabajos de Ocelik y col [6] los cuales dependiendo del tipo de técnica laser aplicada (*laser melt injection* o *laser cladding*) obtienen materiales con partículas originales de TiB_2 , partículas de TiB y eutécticos. El autor manifiesta que estos cambios en microestructura dependen del cambio en la potencia del láser, el cual controla principalmente la temperatura y la velocidad de barrido del láser que determina la velocidad de enfriamiento. Aunque realiza un estudio muy profundo enfocado al análisis del comportamiento a desgaste en húmedo, no suministra los parámetros de proceso que lo llevaron a conseguir estos materiales.

En algunos trabajos como los realizados por Panda y col [7-8] el interés está enfocado a la caracterización de tipo cristalino desde la determinación de los parámetros de red hasta la determinación de las constantes elásticas de los compuestos de TiB y TiB_2 . Lo realiza mediante una ayuda de cálculo por ordenador, que establece una buena correlación entre los datos teóricos y prácticos.

Quizá el trabajo que describe la morfología de los compuestos de B y Ti de la forma más completa es el de Kooi y col [4] que focaliza su investigación en el empleo de la técnica de TEM de alta resolución. Los parámetros empleados para esta investigación fueron: una potencia de 1,2 kW, y una velocidad de 8 mm/s y con una mezcla de Ti y 13,3%wt de TiB₂ en un sustrato de Ti6Al4V, obtiene valores de dureza de hasta 500HV.

Otro importante trabajo de referencia es el de Tian y col [10], aunque con la característica de ser *laser surface alloying*, sobre un sustrato de Ti6Al4V con mezcla de polvos de Ti y 10% wt B y potencia de 1,5 kW. Esta investigación encuentra valores de microdureza en el orden de 1400HV y establece que el tamaño y la morfología de los boruros varían con la velocidad de barrido del laser (velocidades de 3, 5 y 9 mm/s) lo cual tiene un efecto en las propiedades del recubrimiento

Se ha encontrado diversos trabajos con las mezclas de Ti y TiB₂ que han servido como complemento en la investigación ya que tratan de las reacciones posibles entre los elementos, aunque no sean específicamente del tema de *laser cladding*. En este sentido, destacamos el trabajo de Chandraskart y col [11], en materiales compuestos de refuerzo discontinuo, y el de Godfrey y col, [12], que es un referente importante en el proceso de aleado mecánico de polvos de TiB₂ y Ti.

También se ha visto otros trabajos con *laser cladding* pero que exploran combinaciones más complejas de compuesto, como es el caso de Cai y col [3], trabajo en el cual se busca la reacción de polvos de Ti y B₄C para formar TiC y TiB.

Al realizar una revisión de estas investigaciones se destaca que aunque todas aportan al análisis de las relaciones entre las transformaciones del material añadido, las propiedades del recubrimiento y el efecto de las variables de procesado, no hay una línea de convergencia, por cuanto son puntos aislados de combinación de variables. Por lo tanto, es muy conveniente un

estudio que cubra estos aspectos con un cambio gradual y más amplio del rango de las variables

Este capítulo incluye la información referente a las características físicas y microestructurales del Ti, las características y propiedades de los compuestos que se forma de Ti y B, los fundamentos de la técnica *Laser Cladding* y la metodología que se lleva a cabo para analizar el efecto de las variables del láser en las propiedades del recubrimiento.

2.1 Conceptos generales de estructura del Ti y los compuestos de Ti y B

2.1.1 Propiedades físicas del Ti

El titanio se caracteriza por ser alotrópico, a temperatura ambiente se identifica una primera fase llamada alfa que tiene una estructura HP 2, Grupo espacial $P6_3/mmc$ (194), con parámetros de red: $a=0,295$ nm, $c=0,468$ nm y relación c/a : 1.587. Esta relación es idealmente de 1.633. Por tanto, existe la posibilidad de átomos intersticiales de C, N u O [1].

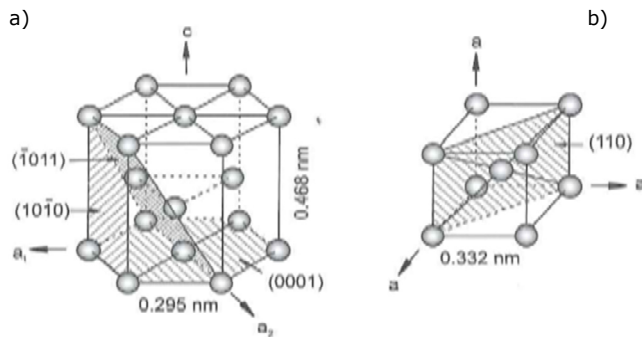


Figura 2.1 Imagen de, a) la estructura hexagonal de la fase alfa y b) la estructura cúbica de la fase beta[1].

Dentro de las características especiales de Titanio alfa destaca un modulo de 145 GPa en el plano basal y de 100 GPa en el plano paralelo a éste, es decir presenta una gran anisotropía. En la tabla

2.1 se observan algunas propiedades del titanio comparado con El Ti6Al4V y los compuestos TiB y TiB₂.

Tabla 2.1 Propiedades del Titanio, la aleación de Ti, Ti6Al4V, y compuestos de Ti y B.

	Ti alfa	Ti6Al4V	TiB	TiB ₂
Y (MPa)	448 ^a	860-920 ^a		
A %	18 ^a	6-8 ^a		
UTS (MPa)	552 ^a	915-995 ^a		
E (GPa)	100-145 ^a	106-150 ^a	371-427 ^b	500-550 ^c
Dureza	140 (HV)	300-400 (HV)	22,7 (GPa) ^c	20-33 (GPa) ^c
Densidad g/cm³	4,51 ^a	4.43 ^a	4.56 ^c	4.52 ^c
Conductividad Térmica (W/mK)	16 ^a	6,6-6,8 ^a		115.2 ^c
Temperatura de fusión °C	1668	1688	2190 ^c	3225 ^c
Coefficiente de exp. Térmica de 20° a 815°C μm/m°K	10.1 ^a	9.7 ^a		8.6 ^c
Resistividad μΩ*m	0.42-0.52 ^a	1,71 ^a	0.4 ^c	0.09 ^c
Coefficiente de difusión m²/s (100°C)	10 ^{-15d}	10 ^{-14d}		
Capacidad calórica J/mol K a 1000K			0.0273 ^a	0.0405 ^a

^a= Referencia [2] ^b= Referencia [3] ^c= Referencia [4] ^d= Referencia [35]

Adicionalmente a la información de la tabla 2.1 se puede analizar que al poseer un coeficiente de expansión térmica $10.1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, que es la mitad que el acero inoxidable, en un proceso a alta temperatura, se genera menor deformación y disminuye las posibilidades de esfuerzos internos. Una conductividad térmica de 16 W/m K, representa que el titanio es un pobre conductor del calor, es decir el calor no se disipa rápidamente [5], lo cual puede generar diferencias de temperatura que generen grietas.

Una segunda fase se conoce como Beta a 882 +/- 2 grados. Es una estructura tipo BCC con parámetro de red de $a=0,332 \text{ nm}$.

2.1.2 Microestructura del Ti

Entre las microestructuras que se encuentran en el Ti están las fase alfa y beta, y como estructura de no equilibrio la más frecuente es la estructura martensítica.

- Estructuras de equilibrio

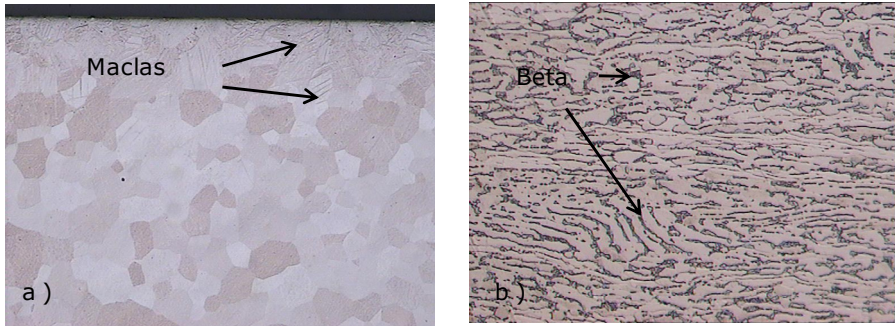


Figura 2.2 Imagen de Titanio a) Ti Grado 2, fase alfa, b) Titanio Grado 5, fase alfa (α , clara) y beta (β , oscura)

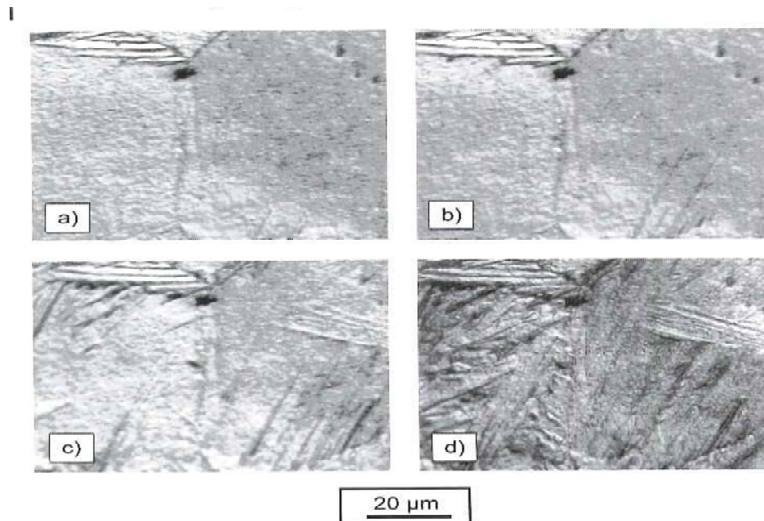


Figura 2.3 Enfriamiento desde el campo de la fase beta (microscopio de alta temperatura) [6].

La transformación alotrópica posibilita la obtención de aleaciones tipo alfa, beta o alfa-beta. En un proceso térmico de solidificación, los doce sistemas de deslizamiento de la fase beta se reflejan en la metalografía de alfa. Dentro de los originales granos de beta, grandes y variados, nuclea la fase alfa en forma de láminas agrupadas en paquetes, que crecen en las doce orientaciones, éste

crecimiento se denomina, "modelo de enmallado". Un enfriamiento rápido deja una estructura laminar muy fina mientras que en un enfriamiento lento las láminas son gruesas, figura 2.3.

Las distribuciones radiales de la fase alfa laminar se hacen paralelas al plano (110) de beta. Cuando la velocidad de enfriamiento es suficiente, las lamelas no solo nuclean en el borde de grano sino también en el frente de grano de los paquetes de lamelas individuales.

Al comparar el comportamiento de la fase alfa y la fase beta se puede decir, según lo expresan algunos autores [1], alfa es más densa, menos dúctil, más tenaz (libera energía entre las láminas), más resistente a la corrosión y de mejor comportamiento ante la fluencia (por ser difícil el movimiento de los átomos en la red hexagonal).

- Estructuras de no equilibrio

Respecto a las estructuras fuera del equilibrio que se obtienen por tratamientos térmicos, está la martensita de titanio, figura 2.4, la cual en su estado más simple se puede encontrar luego de un proceso de refusión por laser "*Laser Remelting*", seguido de enfriamiento rápido. Además, como consecuencia de las condiciones del proceso se puede encontrar TiO_2 , estos dos componentes (la martensita y el óxido de Ti) darán como resultado un aumento de la resistencia al desgaste [7]. En la figura 2.5, se observa un proceso de transformación del Ti en diferentes medios de enfriamiento.

A altas velocidades de enfriamiento desde una temperatura superior a la de inicio de transformación de la martensita (M_s), partiendo de la fase B, la estructura del material empieza su transformación a alfa y martensita por un proceso de transformación de baja difusión dejando tras de sí una estructura martensítica de finas placas o acicular (en forma de agujas)[7].

La transformación martensítica no conlleva una fragilización. La resistencia se incrementa ligeramente comparada con alfa titanio.



Figura 2.4 Martensita en Ti6Al4V luego de un proceso láser.

Esta martensita se puede clasificar a grosso modo en:

- Alfa prima (α') que es martensita hexagonal con una relación de orientación similar tanto a beta como a alfa [1]. La morfología cambia de colonias de listones hasta formas lenticulares, estructura de no difusión de alfa sobresaturada, presenta valores muy cercanos de dureza y módulo a alfa [6].
- Alfa dos prima (α''), ésta se presenta en temple desde una temperatura por debajo de 900 grados y se caracteriza por una buena deformabilidad. La estructura de la martensita se caracteriza por el fino tejido de enmallado, como de agujas, debido a los procesos de nucleación con baja difusión [1]. Es una transformación martensítica con mayor contenido de soluto. Está además, formada por la aplicación de fuerzas externas y presenta una estructura ortorrómbica intermedia entre beta y alfa [6].

Su módulo y dureza son mucho más bajos que los de alfa prima y beta, se puede presentar cuando el material pasa de beta a alfa-beta y beta tiene mucho soluto.

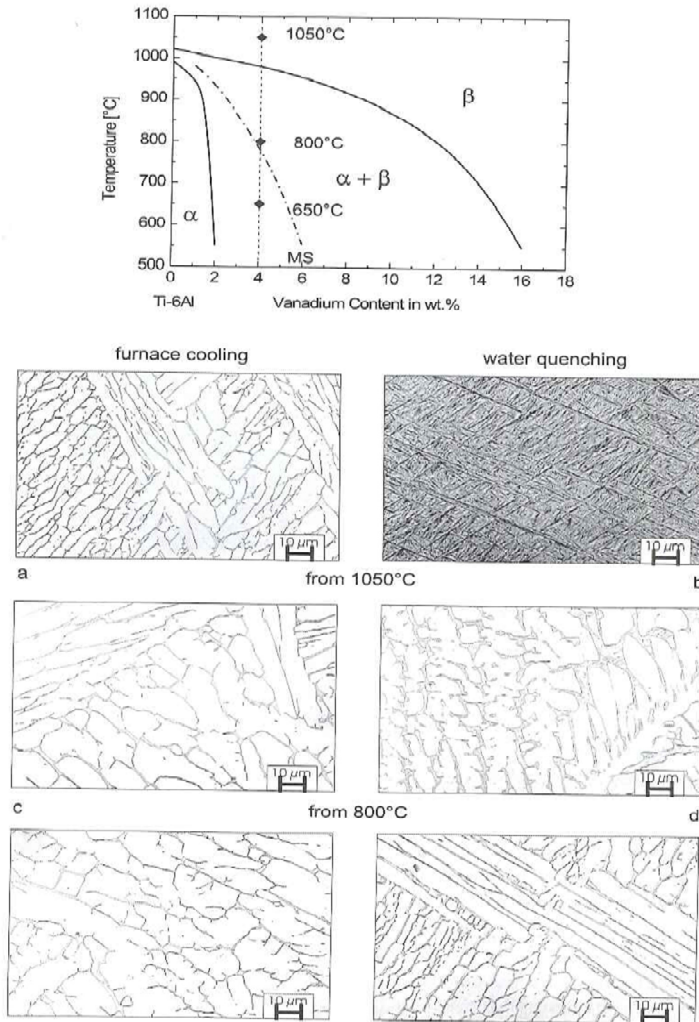


Figura 2.5 Diagrama de transformación para Ti Grado 5 modificaciones de microestructura con la velocidad de enfriamiento [1].

- Otras fases que se pueden encontrar de forma menos frecuentes son:

Fase W (Omega) atérmica se forma en el temple

Fase W isotérmica que se forma como un precipitado submicroscópico en un proceso de envejecimiento entre

100 y 500 grados, tiene mayor tamaño y gradiente de composición a lo largo de la interface de W/beta que la atómica. Confiere un comportamiento frágil al Ti y su módulo es de 165 GPa.

- Beta prima: Con alta cantidad de beta estable, omega empieza a ser inestable y no precipita, beta y beta prima tienen la misma estructura BCC pero con diferente cantidad de soluto y parámetros de red, la separación de las fases se puede presentar por nucleación y crecimiento [6].

2.1.3 Compuestos de Titanio y Boro

Los materiales compuestos son combinaciones de dos o más materiales distintos con una superficie de contacto identificable entre ellos [5]. Se puede afirmar que la adición de polvos de un material cerámico como el TiB_2 , que se integran con el Ti en un baño fundido, puede presentar estas características dependiendo cuanta consolidación se logre de las partículas al baño fundido. Algunos ejemplos de estos casos son los suministrados por Wang y col. [8] quienes dicen que en las últimas 5 décadas se ha escrito mucho sobre MMC (materiales compuestos de matriz metálica), con una gran cantidad de trabajos enfocados en adicionar TiC y TiB a material de diversas matrices de Al, Mg y aleaciones de Ti. Estos materiales se eligen por su alta resistencia específica, y, en el caso del Ti y el aluminio, además, por su resistencia frente a la corrosión y a la oxidación.

Los TMC (titanium matrix composites), como se conoce a los casos específicos con matriz de Ti, son considerados de un gran potencial por la mejora de las propiedades mecánicas con la temperatura de servicio, al mantener el comportamiento isotrópico, y por ser fáciles de fabricar, producidos por metalurgia de polvos, técnicas de fundición o procesos de solidificación rápida [9-10].

Los compuestos de matriz metálica reforzados con TiB_2 muestran una mejora en las propiedades mecánicas por poseer, el cerámico, alto punto de fusión $3225^{\circ}C$, alta dureza 29,4 GPa, alta

conductividad eléctrica y estabilidad química además de poseer un buen comportamiento de humectación (tener la capacidad de generar capas adherentes continuas y uniformes) [11]. El TiB como cerámico de refuerzo se caracteriza por poseer la más apropiada combinación entre estabilidad termoquímica, buenas propiedades mecánicas y de expansión térmica [12].

- Metalurgia del titanio

Según el diagrama de equilibrio de fases, Ti-B de la figura 2.6, para contenidos de boro menores al 0.05% la fase estable a temperatura ambiente sería la fase alfa. A partir de este contenido, y hasta el 18% en peso de boro, la fase estable a temperatura ambiente sería alfa y TiB. Existe un punto de transformación eutéctico aproximadamente a 1540°C con 2%B y un punto de transformación peritético a 2200° C con el 18,2% de B.

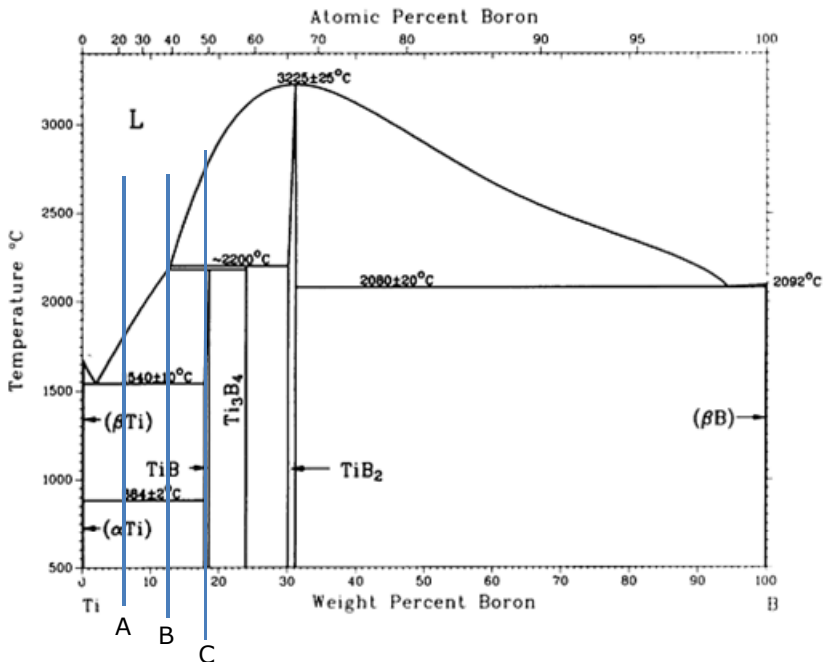


Figura 2.6 Diagrama de fase Ti-B: aleación A 6,2%B (20%TiB₂), aleación B 12,5%B (40%TiB₂) aleación C 18,7%B (60%TiB₂) [27].

Tabla 2.2 Transformaciones del diagrama de fase Ti-B [13]

Composición de la fase	% wt B	Símbolo Pearson	Grupo espacial
α Ti	0 to <0.05	hP2	<i>P63/mmc</i>
β Ti	0 to <0.05	cI2	<i>Im 3 m</i>
TiB	18 a 18.4	oP8	<i>Pnma</i>
Ti ₃ B ₄	22.4	oI14	<i>Immm</i>
TiB ₂	30.1 a 31.1	hP3	<i>P6/mmm</i>
β B	~100	hR108	<i>R3m</i>

Se ven en el diagrama de la Figura 2.6 las zonas correspondientes a los compuestos TiB, TiB₂, Ti₃B₄. Éstos compuestos son producto de la reacción del Ti con el boro como lo expresa Panda [14], y las composiciones aproximadas de boro de estos compuestos son del 18%, 30% y 22% respectivamente.

Sin embargo las transformaciones que se producen con el láser no son en equilibrio, para poder seguir el diagrama, sino que corresponden a enfriamientos que en muy corto tiempo cambian de una temperatura aproximada del laser de 2500°C a la temperatura del material, alrededor de 20°C. Como lo expresa Bilous [15] en su trabajo sobre las transformaciones del Ti por efecto del proceso de *laser cladding*: "a pesar de analizar el diagrama Ti-C es necesario recordar que en caso de los tratamientos láser las variaciones de temperatura son muy rápidas y dejan un estado de no equilibrio" [15].

Además, por efecto del enfriamiento se pueden encontrar diferentes morfologías en la microestructura. Se sabe que el gradiente de temperatura G (°C/m), la velocidad de solidificación R (m/s) y el cociente entre el gradiente de temperatura G y la velocidad de solidificación R (G/R), en la interfase de solidificación,

son factores claves para determinar qué forma de estructura puede ser obtenida [16].

El valor G/R empieza a cambiar desde infinito, en el inicio de la solidificación, ($R=0$ y G es máximo, y se aproxima a cero en el fin de la solidificación (G aproximadamente igual a cero y R es máxima).

En el proceso de líquido a fase beta, la alta relación de G/R en el límite puede causar la formación de la estructura columnar, figura 2.7, sin embargo, con el decrecimiento de la relación G/R la microestructura se transforma en columnar dendrítica y finalmente estructura equiaxial. En la siguiente transformación de beta hacia alfa la morfología columnar formada en líquido hacia beta se mantiene. Esto es debido a que la mayor relación de G/R en la interfase causa la formación de microestructura columnar.

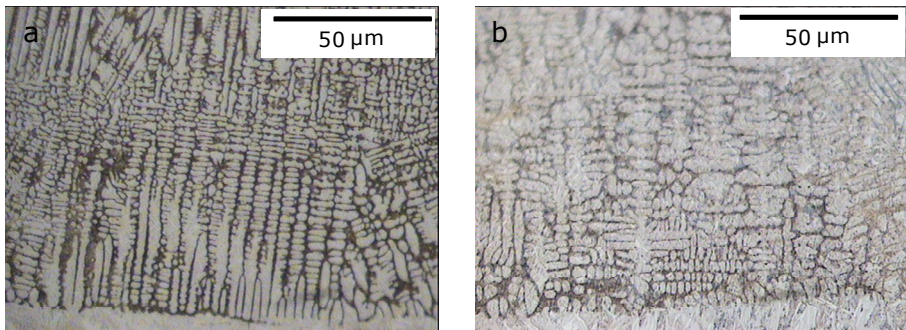


Figura 2.7 Estructuras columnares y dendríticas en a) cordón 15 (700W y 12 mm/s) y b) cordón 18 (1000W y 12 mm/s)

- Estructura de los compuestos

El boro es un material que reacciona con muchos elementos para formar gran cantidad de compuestos, sus fuertes enlaces covalentes son responsables de sus altos puntos de fusión, módulo y dureza. Los boruros tienen generalmente una energía libre de formación muy negativa que le da una excelente estabilidad en muchas condiciones. Poseen un moderado coeficiente de expansión térmica que combinado con una alta conductividad

térmica le dan alta resistencia al choque térmico. Tienen moderada resistencia y tenacidad y muchos de ellos tienen excelente conductividad eléctrica [2], ver tabla 2.1.

✓ TiB (Monoboruro de Titanio)

El monoboruro de Ti tiene una estructura ortorrómbica, tal como se muestra en la figura 2.8.

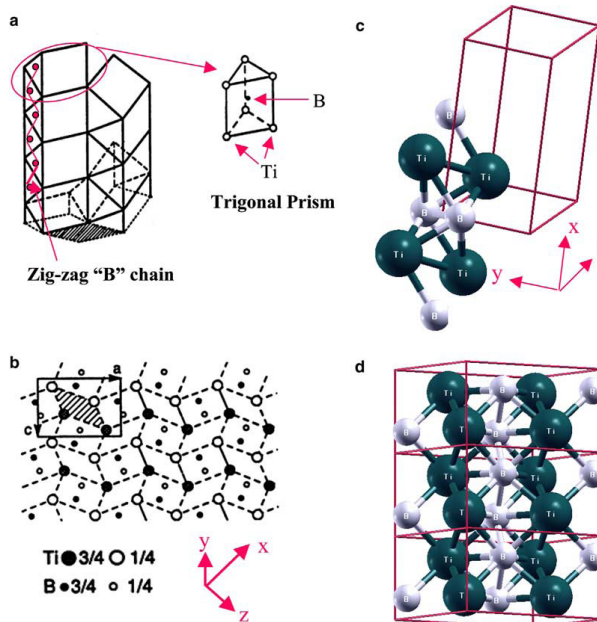


Figura 2.8 Estructura cristalina del monoboruro de titanio [3].

Pertenece al grupo espacial G62 de estructura Pnma.

El módulo de elasticidad se encuentra entre 371 y 427 GPa [3]. Sus parámetros de red son $a = 6.12 \pm 0.01$, $b = 3.06 \pm 0.01$ y $c = 4.56 \pm 0.01$ Å. En su distribución el boro está en el centro y el Ti está en las esquinas.

En el estudio de Panda y Ravi Chandran [3] sobre propiedades de este compuesto, en el cual se tiene en cuenta ciertas variables dentro del análisis de la isotropía de la estructura como son las deformaciones, la coordinación de los átomos, la simetría de la

red, y búsqueda de las condiciones de mínima energía, se concluye que el TiB muestra un pequeño grado de anisotropía tanto en el plano como volumétrico y que este comportamiento posiblemente corresponde a la gran diferencia en las energías de enlace entre B-B y Ti-B.

✓ TiB₂ (Diboruro de Titanio)

Su estructura cristalina es hexagonal. Es un representante del comportamiento tanto metálico como cerámico al ser conductor eléctrico tener un alto módulo de cerca de 550 GPa, alta dureza, entre 20 y 33 GPa, alta resistencia específica y resistencia al desgaste. Algunas de sus aplicaciones incluyen blindajes, herramientas de corte, crisoles, recubrimientos resistentes al desgaste, electrodos, etc.

El compuesto TiB₂, además tiene propiedades muy deseables como alta temperatura de fusión 3225°C, y alta mojabilidad por la matriz metálica, con una importante estabilidad química [18].

El diboruro de titanio cristaliza en C32, que corresponde a un sistema hexagonal (P6/mmm) perteneciente al grupo espacial con la simetría mmm, los parámetros de red obtenidos por difracción de polvos $a = 3.030 \pm 0.01$, $b = 3.03 \pm 0.01$ y $c = 3.232 \pm 0.01$ Angstrom. Como se ve en la figura 2.9, la construcción de la red tiene un átomo de boro en el centro y Ti en las esquinas, la celda hexagonal está formada por apilamiento de prismas trigonales de empaquetamiento cerrado verticalmente en la cual toda la parte de la cara del prisma está en contacto entre ellos. La celda primitiva contiene un titanio y dos átomos de boro.

Hay un átomo de boro y uno de Ti en las posiciones no equivalentes Ti (0,0,0) y boro (1/3,2/3,1/2) [3].

Entre átomos de Boro hay unos fuertes enlaces covalentes, mientras que en el Ti-B son de tipo iónico.

El TiB_2 tiene muy baja anisotropía, sin embargo la anisotropía existe y es causada por la diferencia de fuerza de los enlaces B-B y Ti-B [3].

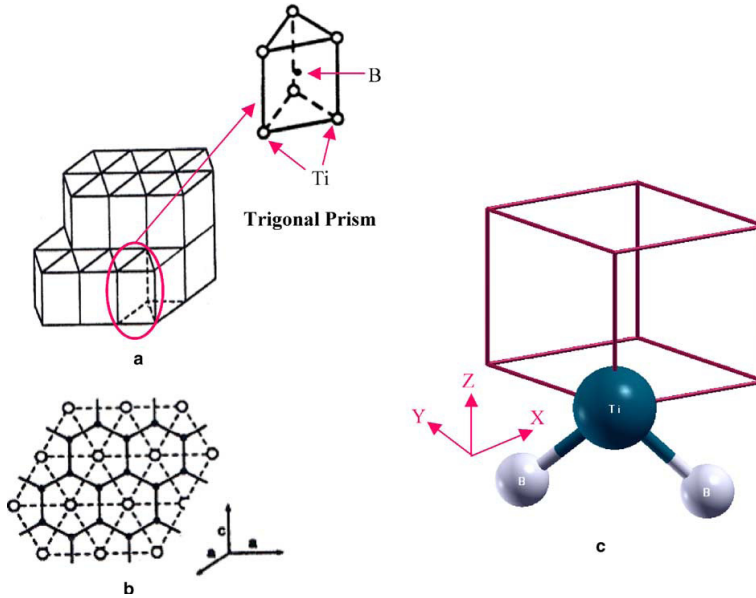


Figura 2.9 Estructura cristalina del diboruro de Titanio a) y b) empaquetamiento de prismas trigonales c) la celda unidad que contiene un átomo de Ti y dos átomos de boro [14].

Tabla 2.3 Variación del módulo de elasticidad del TiB_2 .

	Panda (Teórico)[3]	Perottoni [20]	Panda (Experimental)
K (módulo volumétrico) GPa	304	299	240
E (módulo de elasticidad) GPa	679	670	565
Coefficiente de Poisson	0.14	0.13	0.11

Adicional al monoboruro y al diboruro de Ti existe el compuesto Ti_3B_4 de estructura ortorrómbica, y se citan, con menos frecuencia, otros compuestos como Ti_2B_5 y $Ti_{1.87}B_{50}$.

- Morfología de los compuestos

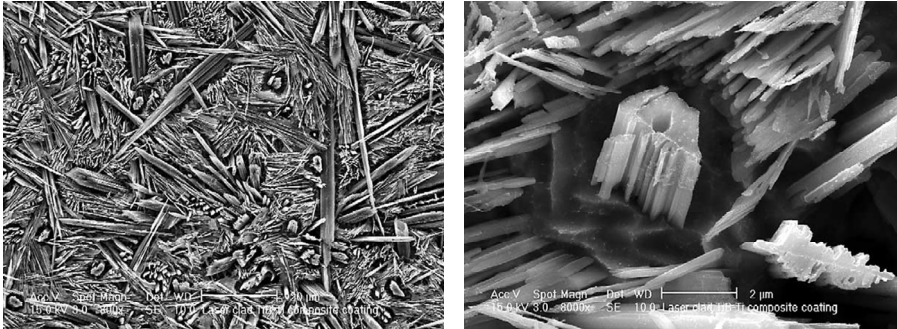


Figura 2.10 Morfología de TiB a) Vista general de agujas gruesas, agujas finas y placas b) Detalle de una aguja gruesa y una placa delgada [4].

En las investigaciones realizadas por Kooi [4] de TiB-Ti sobre Ti_6Al_4V , se identifican diferentes morfologías del TiB mediante el empleo de microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HR TEM), figura 2.10, en estas se tiene:

- ✓ Agujas finas

Agujas finas de 200 nm de diámetro (0,2 micras) y 15 micras de longitud. Estas agujas finas tienden a tener un comportamiento colectivo con similar orientación y tienden a tener una orientación relacionada con los alrededores de los granos de Ti. Tienden a crecer en la misma dirección y en la misma orientación, con una desorientación (misorientation) de 12 grados con el eje principal en la dirección $\square 11\bar{2}0 \square$.

Las agujas finas nuclean en un estado posterior a las gruesas y a más baja temperatura, están por lo tanto sujetas a mayor velocidades de crecimiento (menor tiempo para crecer).

✓ Agujas gruesas

Las agujas gruesas se desarrollan primero que las finas, se presentan desorientaciones con el Ti de 2 y 3 grados. Esta baja desorientación de las agujas gruesas quiere decir que crece en condiciones más cercanas al equilibrio comparado con las finas.

De acuerdo a la microestructura observada, las agujas gruesas se consideran el TiB primario que nuclea en el líquido por un proceso heterogéneo. Esto se evidencia por el crecimiento radial, pues siguen el patrón de las agujas grandes originarias de la incompleta descomposición de las partículas de TiB₂. Lo cual corresponde al mayor gradiente térmico existente alrededor de las partículas de TiB₂.

La zona libre de TiB alrededor de las agujas gruesas de TiB indica la disminución del boro elemental en la zona fundida adyacente que solidificó en el lado opuesto al halo de Ti.

Estas agujas gruesas de 3 micras de diámetro y 50 micras de longitud, se encuentran en lo más bajo del baño fundido resolidificado. El centro de las agujas gruesas que es casi un círculo dentro del hexágono está lleno de Ti. No hay desorientaciones entre el Ti dentro del hexágono y el Ti de fuera.

La formación de halo de Ti finalmente separa las agujas gruesas de TiB del líquido remanente y fuerza al TiB en el eutéctico a nuclear conjuntamente con el Ti altamente subenfriado, la rápida velocidad de crecimiento, debida al gran subenfriamiento y la ausencia de un tiempo adicional para aproximarse a un estado más favorable energéticamente, explica por qué las agujas finas de TiB tienen mayor cantidad de defectos comparadas con las gruesas.

El Ti tiene una excelente tenacidad de fractura y la mezcla de TiB y Ti puede ser muy ventajosa en especial con la apropiada distribución espacial. Los grandes centros de Ti en las grandes agujas de TiB son importantes para llegar a una buena combinación de dureza, tenacidad de fractura y resistencia al desgaste.

Aunque no fue observado por Kooi, otros autores [20] aseguran que, a causa de que el crecimiento a lo largo de la fibra es lento, la nucleación secundaria de las agujas finas ocurre en lugar del engrosamiento de las agujas primarias. En este escenario, las finas están acopladas (nuclean dentro) de las grandes. Esto no toma en cuenta la presencia del eutéctico.

✓ Eutéctico

Las transformaciones eutécticas se caracterizan por tener una composición de la aleación con una temperatura de solidificación menor que los puntos de fusión de los dos componentes puros que constituyen la aleación. Al ser el eutéctico una nucleación alternada de los dos componentes, tendremos láminas más finas cuando el enfriamiento sea más rápido.

2.2. El Proceso Láser

Los Tratamientos térmicos con la aplicación de un equipo láser incluyen muchos tipos de técnicas superficiales que utilizan el calor del haz láser incidente para modificar la estructura y producir un amplio rango de efectos metalúrgicos.

La técnica láser es una técnica de alta coherencia y direccionalidad mediante la cual se pueden realizar en un material modificaciones superficiales con estricto control sobre el espesor y el ancho [21]. Esto lo explica Steen al decir que las radiaciones electromagnéticas del haz láser son absorbidas por las primeras capas de átomos sin estar asociadas a gases calientes a altas velocidades o corrientes de Eddy o alguna radiación fuera de la zona definida por el haz, es decir que la energía se posiciona precisamente en la superficie donde se necesita [23].

La aplicación más importante del láser como técnica de recubrimiento es para aumentar la resistencia al desgaste (adhesivo y abrasivo) y la resistencia a la corrosión; además en

procesos de mecanizado inverso, su mayor aplicación es la reparación, remodelado y salvamento de piezas de alto valor, por ejemplo, la reconstrucción de chaveteros, en ejes de accionamiento, recuperación de superficies, paletas de turbinas o dispositivos para la industria aeronáutica [16].

El láser en su empleo en tratamiento de superficies para capas superiores a 10 micras compite con procesos de *termal spraying* (proyección térmica) como: proyección por plasma, proyección por flama, proyección por arco, etc. Algunas de las ventajas que lo destacan son:

- Limpio químicamente
- Controla la penetración térmica y la distorsión
- Controla el perfil térmico, la forma y localización de la zona afectada por el calor
- Menores mecanizados posteriores
- Puede ser controlado de manera remota
- Relativamente fácil de automatizar

Las especiales características energéticas del láser y el alto control sobre el área de aplicación del haz, permiten usos en: endurecimiento y ablandamiento de superficies, fusión, refinamiento de microestructura, rápida solidificación de microestructuras, sellamiento de superficies, aleación superficial, texturizado de superficies, mejoramiento de apariencia, cambio de rugosidad y otros.

2.2.1. Proceso *Laser Cladding*

Laser Cladding o recubrimiento láser tiene como objetivo producir una capa de un material sobre otro para formar una estrecha unión interfacial. La energía del láser funde el material de revestimiento formando una unión metalúrgica con el sustrato. Algunas de sus ventajas son: la alta deposición, baja dilución del sustrato, alta velocidad de enfriamiento, baja distorsión, y la posibilidad de revestir materiales disimiles [18]. Mediante esta

técnica se pueden tener espesores de una capa de 50 micras a 2 mm cuando se realizan varias capas [23].

El proceso de *laser cladding* puede ser llevado a cabo de tres formas diferentes. En primer lugar está el caso de polvos pre colocado, en el cual el material del recubrimiento es aplicado en forma de una solución acuosa [22]. El proceso tiene una pequeña ventana de proceso, requiere mucho tiempo y además algunas veces es difícil de adaptar a formas de geometría compleja. En segundo lugar el material del recubrimiento puede ser proporcionado como una combinación de polvos y alambre alimentado al baño fundido, este proceso es difícil de controlar y deja una alta tasa de dilución. Finalmente el *laser cladding* por soplado de polvos.

En este último proceso, un gas de arrastre se usa para formar un flujo de polvos bajo el haz láser mientras éste hace un barrido sobre la superficie del material generando un baño fundido. Se pueden realizar varios pasos. El proceso no requiere alta preparación de la superficie y se puede aplicar a formas de geometría compleja. Hay dos formas de alimentar los polvos: de forma lateral o de forma coaxial al haz láser, figura 2.11. Siendo este último capaz de producir cordones independientes de la dirección de movimiento de la pieza de trabajo, esta ventaja se emplea en la fabricación de piezas en 3D [24].

Originalmente el *laser cladding* era un proceso de tratamiento superficial, actualmente el *laser cladding* puede ser usado para generar partes, reconstruir zonas desgastadas en elementos y adicionar capas con un propósito específico en partes. Se pueden combinar las tecnologías de manufactura por prototipado rápido y la modificación de superficies por *laser cladding* para llegar a una técnica novedosa de manufactura identificada por *laser cladding forming* que puede usarse para fabricar componentes metálicos totalmente densos por modelado CAD. Una variación importante de este proceso es el obtener configuraciones de pared delgada en piezas complejas [24]. Este proceso se denomina *laser sintering*.

Dentro de estas técnicas 3D la técnica de DLF (Direct Laser Fabrication) es una tecnología que incorpora un comportamiento de esterolitografía y láser superficial. Las partículas son introducidas en un chorro de gas en la zona del haz láser y la forma tridimensional se va creando en etapas x-y, capa por capa hasta obtener una parte tridimensional [25]. Además, la versatilidad de este proceso permite la adición de varios tipos de polvos con diferentes flujos. Se han descrito materiales obtenidos con premezclas de TiB_2 y $Ti6Al4V4$ usando esta técnica [25]

Los compuestos de matriz metálica basados en boro como refuerzo de la matriz de Ti se depositan in situ empleando como materia prima mezclas de Ti y boro elemental en procesos de LENS (*laser engineered net shaping*) donde existen gran cantidad de precipitados producto de la rápida solidificación, y precipitados de escala nanométrica por la sobre saturación de boro [26].

2.2.1.1. Parámetros del proceso *laser cladding*

La ventana de operación para el proceso de *laser cladding* es usualmente definida por los parámetros principales del proceso que son: potencia del láser P (W), velocidad de barrido del haz láser V (mm/s) y el flujo de polvos F (mg/s). Otros muchos parámetros pueden desempeñar un papel importante, tales como:

- Tamaño del foco del haz.
- Distribución de la energía del haz.
- Tipo de gas de arrastre y cantidad.
- Tipo de gas de protección y cantidad.
- Velocidad y dirección de alimentación de las partículas [12].

Desde el punto de vista práctico es adecuado introducir dos nuevos parámetros: P/V que caracteriza la cantidad de energía suministrada por unidad de longitud del cordón láser; y F/V, correspondiente a la cantidad de material suministrado por unidad de longitud del cordón láser.

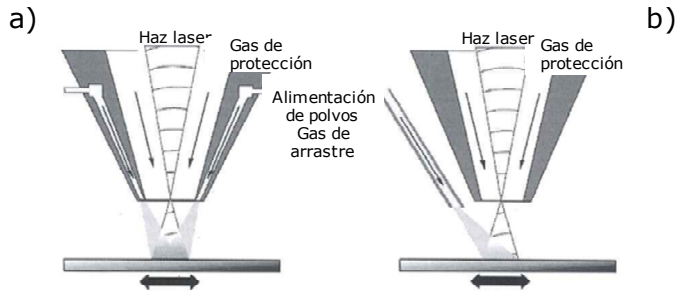


Figura 2.11 Esquema del láser a) tipo coaxial y b) láser con aplicación de polvos lateral [12].

Otras variables importantes en el proceso son: V_p que es la velocidad de las partículas bajo el haz láser y está principalmente controlada por el gas de arrastre; y P_d que es la distancia de interacción de las partículas con el láser, dada por la altura de la boquilla

Si se desea construir una óptima capa de recubrimiento se debe procurar tener una buena unión, un espesor determinado, adecuada densidad y ausencia de grietas. Para poder lograr esto se deben tener en cuenta muchas interacciones como: haz láser-polvo, haz láser-sustrato, chorro de polvo-baño fundido, chorro de polvo-sustrato sólido. Así como fenómenos físicos de masa, transferencia de calor, flujo de fluidos, transformaciones de fase, etc.

Algunas de estas interacciones se describen a continuación.

- Condiciones de energía

En el proceso láser es necesario establecer la energía que el láser requiere para fundir el sustrato P_{ms} y la que requiere para fundir los polvos P_{mp}

Para el cálculo de estas energías se deben tener en cuenta, según el *Modelo de Jouvard* [13-28], los supuestos siguientes:

- *La energía incidente en el sustrato es de dos fuentes: una energía proviene de la transmisión del haz, y la otra proviene del calentamiento de las partículas por el láser. Sólo una fracción de estas partículas que son las que contribuyen al recubrimiento se asume que transmiten energía térmica al sustrato.*
- *El haz del láser es atenuado por la nube de partículas en el área de interacción.*
- *Los polvos esféricos son homogéneamente dispersos en la sección transversal del área de interacción.*
- *La velocidad de las partículas es constante.*
- *La transferencia de calor de la superficie y el sustrato se asume como una pared semiinfinita.*

Con estos supuestos se establece:

$$P_{ms} = \frac{\sqrt{\pi} k_s (T_{ms} - T_{is})}{2 \beta \sqrt{\alpha s} \tau_{int}} \quad 1$$

$$P_{mp} = \frac{m_p C_p (T_{ms} - T_{ip})}{\gamma} \quad 2$$

Donde:

T_{ms} = temperatura de fusión del sustrato

T_{is} = temperatura inicial del sustrato

k_s = conductividad térmica del sustrato

m_p = masa de las partículas de polvo

C_p = capacidad calórica de los polvos

T_{mp} = temperatura de fusión de las partículas

T_{ip} = temperatura inicial de las partículas

t_{int} = tiempo de interacción entre el haz laser y el sustrato

A_s = coeficiente de absorción del sustrato,

A_p = coeficiente de absorción de la partícula

β y γ son valores que dependen de A_s y A_p y del área de interacción del haz y el sustrato. Para la definición de todos los parámetros y la deducción se puede consultar la referencia [27].

De esta manera la energía del láser requerida para fundir el sustrato P_{ms} dependerá directamente de la temperatura de fusión del sustrato, de su conductividad térmica, e inversamente de la difusibilidad térmica y el tiempo de interacción. La energía necesaria para fundir las partículas es directamente proporcional a la masa de las partículas de polvo y la capacidad calórica de las partículas de polvo.

Estos cálculos revelan la alta complejidad que puede llegar a tener el modelado matemático del proceso y que no es nuestro objetivo. Sin embargo, nos suministra información sobre cómo podemos relacionar parámetros del proceso con las características de los materiales de sustrato y de recubrimiento.

Una forma de analizar la influencia de diferentes variables del proceso en la geometría de los recubrimientos es construyendo mapas de proceso, por ejemplo, el obtenido por U. de Olivera en su trabajo sobre *laser cladding* coaxial [27].

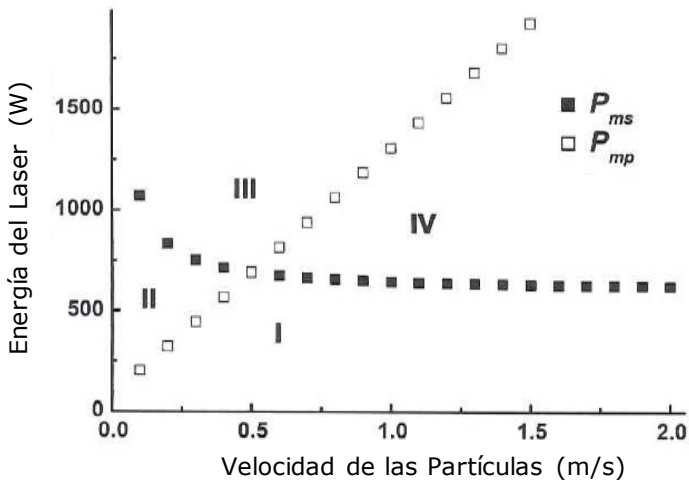


Figura 2.12 Determinación de los rangos adecuados de energía de láser y velocidad de partícula para la existencia de recubrimiento [27].

En la figura 2.12 se observa, por ejemplo, la disminución de P_{ms} (energía requerida del láser para fundir el sustrato) al disminuir el efecto del apantallamiento de los polvos, fenómeno que se ve claramente solo a bajas velocidades de las partículas, sobre 0,5 m/s este efecto no es significativo. En esta figura se observa que la energía necesaria para calentar la partícula de polvo a la temperatura de fusión P_{mp} , aumenta linealmente con la velocidad de la partícula, la interacción de estas dos gráficas nos proporciona 4 diferentes áreas, a saber: el área I donde no ocurre el recubrimiento, dentro del área II el recubrimiento se puede formar pero el sustrato no se funde y por tanto no hay una buena unión metalúrgica, el área III es el área óptima para el recubrimiento ya que hay suficiente energía para fundir el sustrato y los polvos, y el área IV, es un área de baja eficiencia del láser ya que las partículas llegan al líquido con alta velocidad y se dificulta la interacción de la superficie del líquido con la partícula sólida.

Muchos autores analizan las distribuciones de energía dependiendo de los tipos de proceso láser. De los estudios de Gedda [28] sobre la distribución de la energía del láser en el proceso con

alimentación de polvos lateral y un laser de Nd-YAG, la energía del láser aplicada en el proceso de recubrimiento se redistribuye de la siguiente forma:

Energía reflejada por el recubrimiento fundido	40%
Energía reflejada por la nube de polvos	· 10%
Energía empleada en el calentamiento del sustrato	30%
Energía empleada en la fusión de la capa del recubrimiento (povos y sustrato)	20%

Nota: No se tienen en cuenta las contribuciones al enfriamiento por convección y radiación.

Otro parámetro importante a tener en cuenta es la eficiencia energética, la cual se expresa como:

$$P_e = (A_c \cdot V \cdot \rho) / F \cdot 100\%$$

Eficiencia que se ha encontrado con valores cercanos al 50% para *laser cladding* coaxial y 90% para *laser cladding* lateral. Esto por un mejor enfoque de los polvos. También se ha observado que para mejorar la eficiencia energética se debe armonizar la cantidad de gas de transporte con la velocidad de la partícula.

2.2.1.2 Relación entre la geometría del cordón y los parámetros del proceso *Laser Cladding*

Los parámetros empleados para describir la geometría del cordón son el alto (H), el ancho (W) y el área tanto de cordón (A_c) como del material fundido (A_m), figura 2.13 [27].

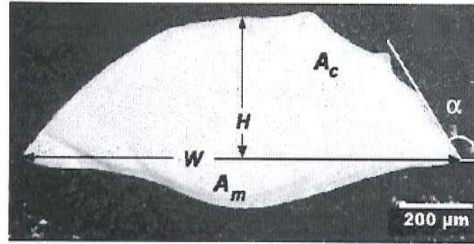


Figura 2.13 Imagen de parámetros geométricos del cordón [27].

Otros parámetros importantes son:

- La dilución

$$D = A_m / (A_c + A_m)$$

Cuantifica la cantidad relativa de material de sustrato que ha sido fundido durante el proceso y mezclado con el material adicional. Es importante su análisis para saber si hay una buena unión. Altas diluciones pueden degradar las propiedades del recubrimiento.

- El ángulo del cordón

El ángulo del cordón debe ser lo suficientemente grande para evitar la creación de porosidad.

$$\text{Angulo } \alpha = 180 - 2 \arctan(2H/W)$$

- Distancia N_d

La distancia entre la boquilla coaxial y la superficie del material N_d , figura 2.14 se establece de tal manera que defina una forma fija del polvo al salir de la boquilla y, junto con parámetros como el ángulo de la boquilla (θ) y la distancia focal, permite el cálculo de la distancia necesaria para que las partículas interactúen con el haz [27].

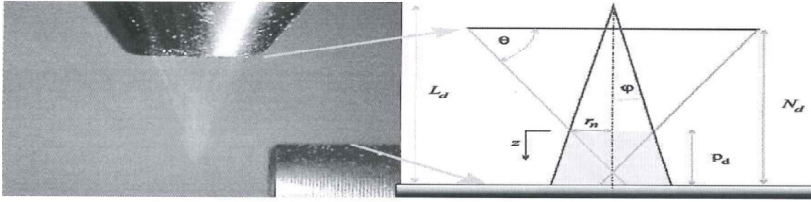


Figura 2.14 Esquema de medida de altura de la boquilla [28].

- Relación de aspecto:

Es el cociente entre el ancho del cordón y la altura del cordón (W/H). V. Ocelik y colaboradores en su trabajo empleando *laser cladding* con recubrimiento de Stellite 6 asegura que para evitar la presencia de porosidad el ángulo debe ser adecuado y la relación de aspecto entre el ancho y el alto debe ser mayor de 5 [22].

Los parámetros anteriores descritos se aplican a la fabricación de cordones individuales pero para llegar a tener un recubrimiento se deben colocar cordones consecutivos, es decir se deben solapar. Este solapamiento, por lo general, es de un 33% a un 50% e igualmente se pueden crear cordones dobles o triples al realizar un cordón en la parte superior de otro [12]. Algunos de los parámetros descritos cambian, como la dilución. Al crear recubrimientos la zona de dilución se reduce [27], ya que parte de la energía se emplea en refundir el material y se estabiliza después del tercer cordón. Pueden reducirse las diluciones de un 30% a un 60% dependiendo de la energía del láser [27].

Una vez hemos definido los parámetros principales y secundarios del láser ahora podemos ver como relacionarlos con las características geométricas del cordón. Un ejemplo de ello es el trabajo de U. de Oliveira y col. [27] que se observa en la figura 2.15.

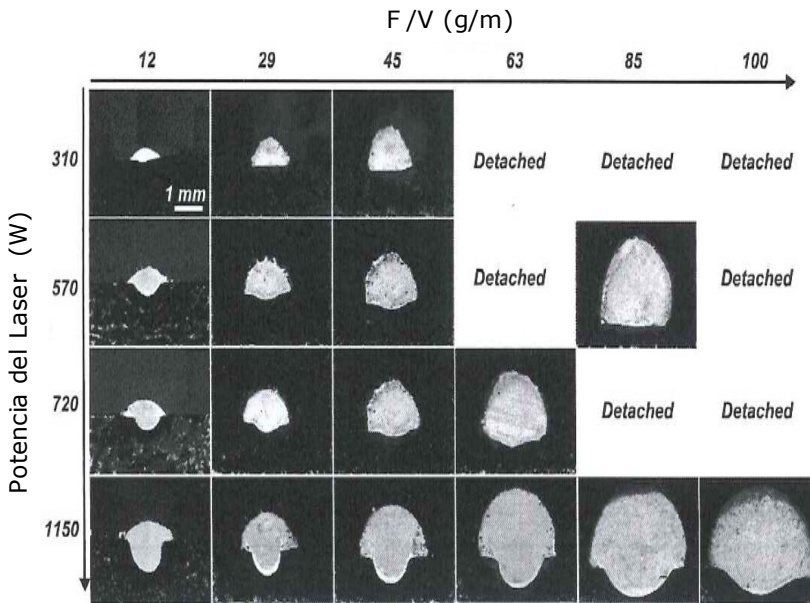


Figura 2.15 Relación entre parámetros del proceso láser y geometría del cordón [27].

La figura 2.15 muestra como se relacionan los parámetros del proceso P y F/V (cantidad de polvo por unidad de longitud) con la geometría del cordón. Se observa que H (altura del cordón) depende linealmente de F/V mientras que W (ancho) depende tanto de F/V como de P . Sobre la diagonal las áreas fundidas son pequeñas, por lo tanto hay una baja dilución.

A altos valores de F/V y baja potencia no hay una buena unión y se crea el cordón sin unirse al sustrato. En este caso la atenuación del calor de entrada en el sustrato se debe al efecto de apantallamiento de los polvos y a la alta velocidad (zona II de la figura 2.12).

La profundidad del área del sustrato fundido está principalmente determinada por el poder del láser bajo la diagonal. La forma característica del área del sustrato fundido por el láser coaxial es homogénea a simple vista.

La profundidad del área fundida aumenta mucho en la parte central, en la fila de potencia de 1150W de la figura 2.15. Una forma de explicar este fenómeno es por la distribución no homogénea de la nube de polvos en la zona de contacto con el láser.

Metodológicamente se pueden realizar muchas gráficas que relacionen los diferentes parámetros y existe la opción de evaluar la relación entre ellos obteniendo un coeficiente de regresión de $R=0,95$, que es muy satisfactorio. Al poder asumir un comportamiento lineal se establecen los parámetros de pendiente de la recta y punto de corte en el eje como valores para comparar los comportamientos de los parámetros. Algunos ejemplos son gráficas que relacionan: H y F, H y F/S, H y $(PF/S^2)^{1/2}$, W y P, W y P/S, P y $(S)^{1/2}$, Ac con $\sqrt{PF/S}$, figura 2.16.

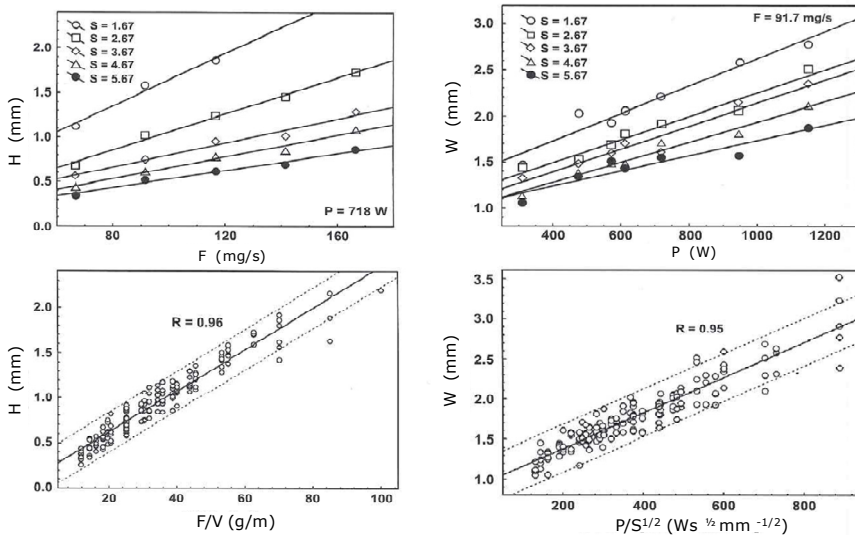


Figura 2.16 Relación entre parámetros del proceso láser y geometría del cordón.

Las investigaciones revelan que hay un incremento lineal de H cuando se incrementa F y se disminuye el valor de V a causa del fuerte efecto de apantallamiento de la nube de polvos. Un

detallado análisis estadístico revela que H depende principalmente de F y de V y la potencia del láser juega un papel menos importante.

En el mapa resumen de la figura 2.17, de P contra V/F, se representan todas las condiciones experimentales usadas en el trabajo de U. de Oliveira y col [27]. Algunas conclusiones de su trabajo se interpretan a partir de esta gráfica y concluye que:

- La dilución es linealmente controlada por la combinación de los parámetros $(PV/F)^{1/2}$,
- Las diluciones de 5% y 30% se representan como funciones hiperbólicas,
- La relación de H a V/F se representa en la segunda abscisa, y
- La relación de A_c con $(P)^{1/2} F/V$ con áreas de 0,25 a 5 mm².

Esta figura se puede emplear como una guía para la selección de parámetros del proceso.

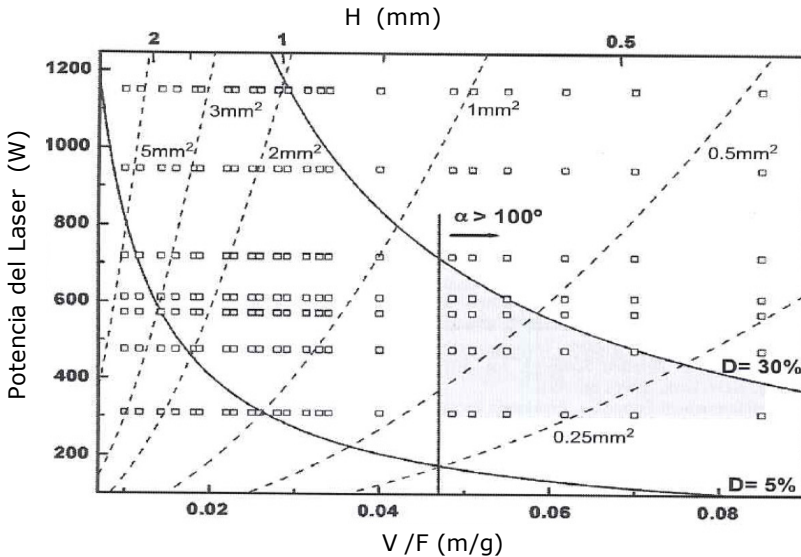


Figura 2.17 Gráfica de correlación entre parámetros del proceso láser y geometría del cordón [27].

De la figura 2.17 se puede concluir, además, que tan robusto es el proceso si se fabrica con grandes potencias y alta alimentación de polvo, como si se fabrica, con baja potencia y baja alimentación de polvo. Cuando un láser de bajo poder se combina con una alta cantidad de polvo por unidad de longitud, casi todo el poder del láser es absorbido por las partículas de polvo, y el baño fundido no se crea en el sustrato, por lo tanto no se forma el cordón. De otro lado cuando se tiene poca cantidad de polvo y alta energía hay una no deseable cantidad de dilución (usualmente conectada con una degradación de las propiedades del recubrimiento)

2.2.1.3 Interacción metalúrgica del polvo y el sustrato

Los recubrimientos por *laser cladding* conllevan un proceso de fusión y solidificación en los materiales de sustrato y de recubrimiento y cambios microestructurales que pueden estar acompañados de defectos que afectan la calidad del recubrimiento.

Algunos de estos defectos pueden ser:

- Porosidad

La porosidad resulta posiblemente de la absorción y/o formación de gas. La formación de gas tiene muchas causas, la excesiva temperatura puede resultar en una disociación de las partículas de los polvos [25] y el Ti puede reaccionar con el oxígeno y luego quedar atrapado por la rápida solidificación. La porosidad puede decrecer y eliminarse con una adecuada selección de parámetros del proceso. Además de tomando algunas medidas, como la prevención de la oxidación de los polvos, reduciendo el espesor del recubrimiento y precalentando el sustrato [12, 21 y 24].

- Presencia de Grietas

Las grietas pueden ser causadas usualmente por esfuerzos residuales de tipo térmico y esfuerzos microestructurales. Durante

el *laser cladding* el calor se disipa para el sustrato y los alrededores. Durante el ciclo de recubrimiento la temperatura va en aumento, la capacidad de absorción y la conductividad térmica decrecen con la temperatura resultando un incremento en la absorbabilidad de la energía del láser y los esfuerzos residuales. Un precalentamiento del sustrato y la eliminación de esfuerzos por medio de un recocido, pueden aminorar el agrietamiento [24].

Durante el calentamiento la sección irradiada se expande, pero en el proceso inicial, al intentar expandirse se encuentra que los alrededores no se expanden y queda sometida a esfuerzos de compresión hasta que la fusión ocurre. Durante la resolidificación se forman esfuerzos de tensión en la contracción del baño fundido limitado por la unión metalúrgica con el sustrato. Claramente estos esfuerzos residuales afectan las propiedades mecánicas como la fatiga, la fluencia y el comportamiento a fractura frágil [29].

Otros autores [30-31] diferencian los esfuerzos en dos tipos. El primero de crecimiento, o esfuerzos intrínsecos para la superficie o la interface. Puede deberse a crecimiento de grano, impurezas, transformaciones de fase o precipitación, daños estructurales o el resultado de procesos energéticos de deposición. El segundo tipo, o esfuerzos extrínsecos, resultado de múltiples efectos físicos como los cambios de temperatura con diferencias de coeficientes de expansión térmica, deformación plástica o fluencia.

Los esfuerzos son una propiedad extrínseca que no se puede medir directamente. Solo se ha calculado por determinación experimental del desplazamiento convertido en deformación elástica [29].

Los esfuerzos se incrementan rápidamente con la profundidad en el cordón siendo cero en la superficie. Al calcularlos a partir del espaciamento de la red, a mayor velocidad de barrido son mayores los esfuerzos, pues hay mayor velocidad de enfriamiento. De otros estudios [36], se encuentra, que los esfuerzos

superficiales son compresivos y a medida que se profundiza son menos compresivos

Una propiedad del material que está muy relacionada con los esfuerzos por temperatura es el coeficiente de expansión térmica que puede ser diferente entre la matriz y el recubrimiento y puede ocurrir que si el coeficiente de la matriz es mayor que el del cerámico se presente esfuerzo de compresión en las partículas frágiles. Un coeficiente de expansión del cerámico mayor deja unos indeseables esfuerzos de tensión en la interface [32].

- Dilución

La dilución excesiva es causada por exceder la energía necesaria para fundir los polvos. Se considera un defecto por cuanto esta zona no alcanza a tener las propiedades del recubrimiento.

Se aceptan valores de dilución de 5% a 25%, el incremento del gas puede disminuir la zona de dilución, la profundidad del recubrimiento se reduce con más gas aportado [33].

A veces si no hay algo de dilución se pueden presentar problemas de adherencia por la limitada fusión del material base [34].

Otra característica del proceso que puede ocasionar problemas metalúrgicos es el movimiento del frente del baño a la parte de arriba desde la región inferior, este fenómeno es esperado por el efecto Marangoni y explica por qué el recubrimiento puede ser susceptible de suciedad y oxidación [22]

REFERENCIAS Capítulo 2

- [1] C. Leyens, Titanium and titanium alloys, fundamentals and applications, Wiley- VCH cop, 2003.
- [2] A. Raymond, Engineering Properties of Borides, ASM, Engineered Materials Handbook, Ceramics and glasses, Volume 4, 787-803.
- [3] K.B. Panda, K.S. Ravi Chandran, First principles determination of elastic constants and chemical bonding of titanium boride (TiB) on the basis of density functional theory. *Acta Materialia*. 52 (2006) 1641-1657.
- [4] B.J. Kooi, Y. T. Pei, J. Th. M De Hosson, "The evolution of microstructure in a laser clad TiB – Ti composite coating", *Acta Materialia*, 51 (2003) 831-845.
- [5] Pat L. Mangonon, *Ciencia de Materiales Selección y diseño*, Prentice Hall.
- [6] R. Caram, *Basic Aspects of Ti and it's alloys*, Universidad de Campinas, Brasil.
- [7] R.L. Sun, D.Z. Yang, L.X. Guo, S.L. Dong, Laser cladding of Ti-6Al-4V alloy with TiC and TiC + NiCrBSi powders, *Surf. Coat. Technol*, 135 (2-3) (2001) 307.
- [8] F. Wang, J. Mei, X. Wu , Compositionally graded Ti6Al4V + TiC made by direct laser fabrication using powder and wire, *Materials and Design* 28 (2007) 2040-2046
- [9] W. Lu, Di. Zhang, HREM study of TiB /Ti interfaces in Ti-TiB-TiC in situ composite, *Scripta Materialia*, 44 (2001) 1069-1075.
- [10] M.M. Wang, W. Lu, Superplastic behavior of in situ synthesized (TiB + TiC)/Ti matrix composite, *Scripta Materialia*, 53 (2005) 265-270.

- [11] B. Du, S.R. Paital, N.B. Dahotre, Phase constituents and microstructure of laser synthesized TiB₂ – TiC reinforced composite coating on steel, *Scripta materialia*, 58 (2008) 1147-1150.
- [12] V. Ocelik, U de Olivera, M. de Boer, J.Th.M. De Hosson, Thick Co based coating on cast iron by side laser cladding, *Surface & Coatings Technology*, 201 (2007) 5875-5883.
- [13] ASM Metals HandBook , Alloy Phase Diagrams, Volume 3.
- [14] K.B. Panda, K.S. Ravi Chandran. Determination of elastic constants of titanium diboride (TiB₂) from first principles using FLAPLW implementation of density functional theory. *Computational Materials Science*, 35 (2006) 134-150.
- [15] O.O. Bilous, L.S. Artyukh, Effect of boron on the structure and mechanical properties of Ti6Al and Ti6Al4V, *Materials Science & Engineering, A* 402 (2005) 76-83.
- [16] W. Wang, M. Wang, Z. Jie, F. Sun, D. Huang, Research on the microstructure and wear resistance of titanium alloy structural members repaired by laser cladding, *Optical and Laser Engineering*, 46 (2008) 810-816.
- [17] ASM Hand Book, Properties and selection non ferrous alloys, Volume 2.
- [18] J.M. Yellup, Laser Cladding using the powder blowing technique, *Surface & Coating Technology*, 71 (1995) 121-128.
- [19] C. A. Perottoni, A.S. Pereira, J.A.H. da Jornada, Periodic Hartree – Fock linear combination of crystalline orbitals calculation of de estructura, equation of state and elastic properties of titanium diboride, *J Phys. Condens Matter* 12 (2000) 7205-7222
- [20] P. Chandrasekar, V. Balusamy, K.S. Ravi Chandran, Laser surface hardening of titanium-titanium boride (Ti-TiB) metal matrix composite, *Scripta Materialia*, 56 (641-644), 2007.

- [21] Y.S. Tian, Q.Y. Zhang, D.Y. Wang, Study on the microstructures and properties of the boride layers laser fabricated on Ti 6Al 4V alloy, *Journal of Materials Processing Technology*; 209 (2009) 2887-2891.
- [22] M.W. Steen, *Laser material processing*, Springer, 3^a edition, 1998
- [23] R. Vilar, Laser Cladding, *Journal of laser applications*, 11 (1999) 64-79.
- [24] F. Huang, Z. Jiang, Microstructure and properties of wall by laser cladding forming, *Journal of materials processing technology*, 209 (2009) 4970-4976
- [25] F. Wang, J. Mei, X. Wu, Direct laser fabrication, *Journal of materials processing technology* 195 (2008) 321-326.
- [26] R. Benerjee, Nanoscale TiB precipitates in laser deposited Ti – matrix composites, *Scripta Materialia*, 53 (2005) 1433-1437.
- [27] U. de Olivera, V. Ocelik, J.Th.M. De Hosson, Analysis of coaxial processing conditions and coating properties, *Surface & Coatings Technology*, 197 (2005) 127-136.
- [28] H. Gedda, *Laser Cladding an Experimental and Theoretical investigation*, Thesis Doctoros, Lulea Universidad, 2004.
- [29] U. de Oliveira, V. Ocelík, J.Th.M. De Hosson, Residual stress analysis in Co-based laser clad layers by laboratory X-rays and synchrotron diffraction techniques, *Surface & Coatings Technology*, 201 (2006) 533-542.
- [30] L.B. Freund, S. Suresh, *Thin Film Materials*, Cambridge University Press, 2003.
- [31] M. Ohring, *Materials Science of thin Films*, Academic Press, 2002

- [32] H.T. Tsang, C.G. Chao, C.Y. Ma, Effects of volume fraction of reinforcement on tensile and creep properties of in situ TiB/Ti MMC, *Scripta Materialia*, 37 (1997) 1359-1365.
- [33] G. Chryssolouris, S. Zannis, K. Tsirbas, C. Lalas, An Experimental Investigation of Laser Cladding.
- [34] P.A. Carvalho, N. Braz a, M.M. Pontinha a, M.G.S. Ferreira a, W.M. Steen b R. Vilar a K.G. Watkins, Automated workstation for variable composition laser cladding-- its use for rapid alloy scanning Surface and Coatings Technology, 72 (1995) 62-70.
- [35] H. Kimuran, O. Izumi, Titanium '80, Science and technology, Ed., TMS/AIME, 1980.
- [36] J. Grum, M. Znidarsic, *Mater. Manuf. Process.* 19 (2) (2004) 243.

3. PLANIFICACION DE LA INVESTIGACION

Abordamos el problema de la necesidad de modificar el Ti superficialmente mediante la formación de un recubrimiento que mejore la dureza sin menoscabar su alta resistencia específica, su resistencia a altas temperaturas y su resistencia a la corrosión. Se ha planteado como solución a este problema recubrir el Ti con un material cerámico compuesto de Ti y TiB_2 (Diboruro de Ti) mediante el empleo de la técnica "Laser Cladding" (recubrimiento láser).

El láser proporciona la energía para la fusión del material de sustrato y los polvos adicionados, de tal forma que se crea un baño fundido, que al solidificar, forma un recubrimiento con propiedades diferentes al sustrato, por las transformaciones micro estructurales. Sin embargo estas transformaciones se realizan fuera del equilibrio. Esto implica el análisis de las correlaciones entre las transformaciones que se producen en el material, las propiedades del recubrimiento y las variables del proceso láser.

Para lograr el objetivo se deben realizar determinadas tareas que agrupadas de forma adecuada y realizadas en la secuencia indicada, podrán dar como resultado un trabajo más eficiente y productivo.

El programa experimental es el siguiente:

- Selección y suministro del material de sustrato. El interés de la investigación es poder trabajar con un titanio de un 99% de pureza aproximadamente y con un titanio aleado, para ver la influencia de elementos de aleación en el sustrato sobre las características de los recubrimientos.
- Caracterización del material de sustrato. La caracterización del material base nos permitirá evaluar las características y propiedades del material de partida e identificar los cambios

que se presenten en el material de sustrato por efecto del tratamiento de *laser cladding*.

- Selección de los polvos de partida: polvos comerciales de Ti y TiB₂ de adecuada granulometría.
- Caracterización de los polvos de partida. Análisis de composición y morfología.
- Aleado mecánico de los polvos de partida para obtener los polvos para el recubrimiento. Determinación de los parámetros del proceso de molienda.
- Caracterización de los polvos de recubrimiento. Análisis de morfología, granulometría, composición y fluidez.
- Realización de los cordones: determinación de los parámetros estándar del proceso, preparación de la lámina y diseño de plantilla.
- Caracterización de los cordones: preparación metalográfica de las probetas, medición de los parámetros geométricos del cordón, análisis microestructural mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido, análisis de dureza, composición y distribución de fases.
- Realización de los recubrimientos: elección de los recubrimientos, preparación de la lámina y diseño de la plantilla, determinación de los parámetros estándar.
- Caracterización de los Recubrimientos: preparación metalográfica de las probetas, medición de los parámetros geométricos del recubrimiento, análisis microestructural mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido, análisis de dureza, composición y distribución de fases.

La planificación de la investigación se divide en tres fases principales: la fase I que se denomina materia prima, la fase II que se denomina realización y caracterización de cordones y la fase III que es la realización y caracterización de los recubrimientos.

3.1. Fase I. Materia Prima

Comprenderá 2 etapas: la etapa uno de la selección y caracterización del material de sustrato y la etapa dos de selección y caracterización del material de recubrimiento, diferenciando en ésta los polvos de partida y los polvos obtenidos del aleado mecánico de los polvos de partida.

Como síntesis de esta fase se puede decir que es el acopio y la caracterización de los materiales con los cuales trabajaremos, las etapas que se realizarán con el material de sustrato y el material de recubrimiento se podrán llevar a cabo simultáneamente como lo muestra el diagrama de flujo de la figura 3.1.

3.1.1. ETAPA 1. Selección y caracterización del material de sustrato.

La materia prima de la investigación será: como material de sustrato, lámina de Ti puro y lámina de Ti aleado, y como material para el recubrimiento. Se empleará polvo de Ti y mezclas de Ti y TiB₂.

El Titanio es el material de trabajo que por las condiciones ya explicadas, es en este momento un área de investigación importante para el departamento de materiales y la industria.

Es normativo reconocer los tipos de titanio según grados, que realmente corresponde a diferencias en composición. Estas diferencias en composición se ven reflejadas en la variación de sus propiedades mecánicas.

En la norma ASTM B265 se especifican las características de 36 Grados de Ti, clasificados teniendo en cuenta composición,

resistencia y ductilidad. Tomando como referencia, los estudios realizados en el grupo de investigación [1] y otros autores [2-4], se ha seleccionado el Ti Grado 2 y la aleación de Ti Grado 5, conocida como Ti6Al4V.

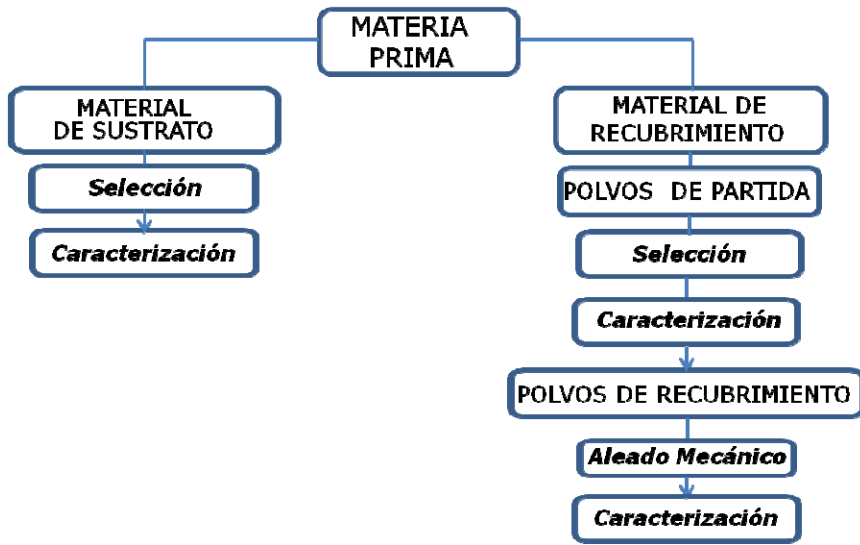


Figura 3.1 Diagrama de flujo de la Fase I.

El material se adquirirá en forma de lámina, con un espesor no inferior a 3 mm, para prevenir deformaciones.

Una de las desventajas del titanio es su alto costo de tal manera que este es un parámetro importante en la elección del suministrador, otras variables a tener en cuenta son:

- Tiempo de entrega
- Coste de transporte
- Acabado superficial
- Tamaño de las laminas
- Coste de posibles cortes
- Certificados de calidad

Se corroborarán los datos de composición y propiedades mecánicas mediante la realización de pruebas de EDS (Energy dispersive spectrometry) y ensayos de tracción al material base. El

ensayo de tracción nos suministrará los datos de resistencia del material mediante los valores de resistencia a la tracción (resistencia máxima) y límite elástico, los datos de ductilidad del material mediante el valor del % de elongación y los datos de rigidez mediante el módulo de elasticidad.

El ensayo de microdureza Vickers, nos suministrará la resistencia a la indentación del material, adicionalmente podemos tener indicios de la anisotropía del material. Mediante la realización de barridos de dureza desde la superficie hacia el centro del material podemos relacionar las posibles diferencias microestructurales con la dureza.

Tras verificar los datos de composición y propiedades mecánicas de tracción y dureza, se continuará la caracterización del material con el estudio de la microestructura. Este estudio tiene como objetivo saber el estado inicial del material para diferenciar los cambios que se producirán en él por efecto del tratamiento de *laser cladding*. Este estudio comprenderá:

- Identificación de fases. La placa de Ti al ser obtenida por procesos de laminado ya sea en frío o en tibio estará sometida a diferencias de temperatura desde la superficie al centro lo cual puede llegar a generar zonas endurecidas superficialmente por concentración de esfuerzos por deformación y/o con estructura de martensita. Este análisis se realizará en dirección longitudinal y transversal.
- Identificación del tamaño de grano. El tamaño de grano en el material puede afectar las propiedades mecánicas, térmicas, eléctricas etc. Además, es una variable a tener en cuenta en un proceso de solidificación, como el del *laser cladding*.

3.1.2. Etapa 2. Selección y caracterización del material de recubrimiento

El material de recubrimiento será el polvo de Ti de alta pureza y las aleaciones con 20, 40 y 60% de TiB₂. En el mercado no se encuentran las mezclas de Ti y diboruro de Ti en los porcentajes requeridos, por lo tanto será necesario realizar el aleado mecánico de los polvos de partida.

- Polvos de Partida

Los polvos de partida deberán ser de alta pureza, superior a 99%, deberán tener una granulometría controlada de tamaño pequeño, porque el polvo que se producirá será por aleado mecánico y es necesario la homogeneidad de composición y total integración de las partículas desde el inicio al final del proceso.

Los polvos iniciales de Ti y TiB₂ están clasificados dentro de un rango menor a 325 mesh. Para poder corroborar estos valores, e identificar otras características del polvo se realizarán pruebas como:

- Composición: EDS (espectroscopia de rayos X por energías dispersivas) para análisis de elementos y análisis de difracción de rayos X, para identificar los picos característicos de las fases y/o constituyentes presentes.
- Morfología: Análisis de granulometría mediante difracción láser, para saber el tamaño de partícula promedio y la distribución de tamaños de partículas en el volumen y Análisis mediante microscopia electrónica, para identificar la forma de partícula y la composición por elementos.

- Polvos para el recubrimiento

El material de recubrimiento que se proyectará sobre la superficie del sustrato y posteriormente se fundirá mediante la energía suministrada por el láser deberá cumplir con determinadas características. Para el Ti sin aleación lo más importante es que las partículas adquieran la geometría apropiada para fluir en la tolva de alimentación del equipo láser, y dentro de lo posible deben no haberse oxidado o contaminado. Para el Ti aleado con diboruro, además de lo anterior, debe tener una distribución homogénea de los componentes, de tal manera que cada partícula tenga la composición aproximada de la aleación. El esquema de las tareas se observa en la figura 3.2.

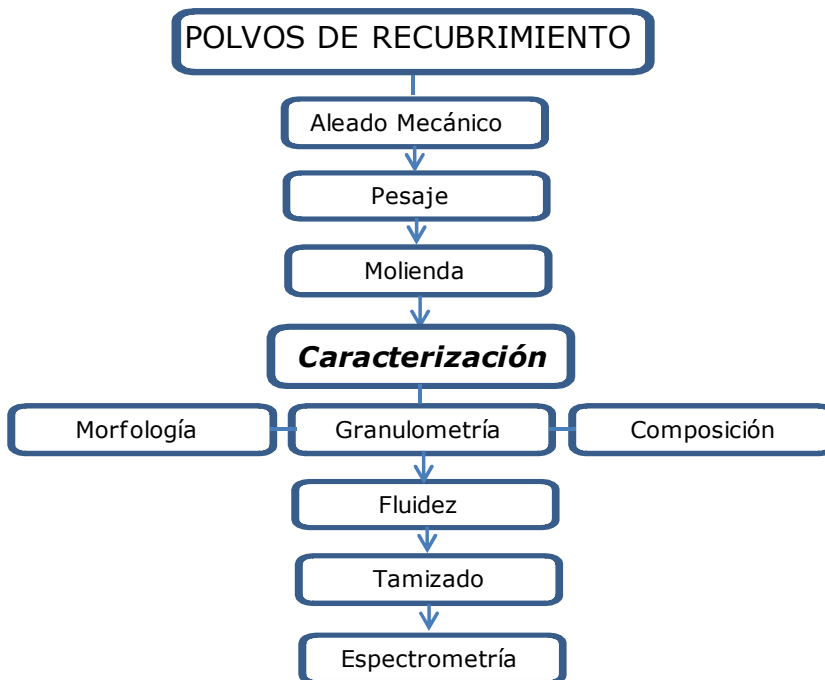


Figura 3.2 Detalle del diagrama de flujo de la Fase I. Polvos para el recubrimiento.

Los polvos de partida de Ti y diboruro deberán ser aleados mecánicamente, para obtener el material en polvo para el

recubrimiento, los pasos a seguir serán los descritos a continuación:

El proceso de aleado mecánico tendrá una etapa inicial cambiando tiempo y revoluciones, estableciendo así la mejor combinación de variables para obtener el material con las características apropiadas.

A medida que se vaya realizando el proceso de aleado mecánico se deberán ir conociendo que características obtiene el polvo, para así ir ajustando las variables de tiempo y revoluciones. En la caracterización se busca establecer las siguientes cosas:

Morfología: En el microscopio electrónico de barrido se realizará el análisis morfológico verificando una adecuada distribución de las partículas de diboruro en las partículas de Ti. Adicionalmente, se realizarán análisis de EDS para controlar la contaminación de circonita (material de las jarras) y evitar la presencia de óxidos.

Granulometría: El análisis granulométrico se realizará para conocer la distribución del tamaño de partículas. El objetivo es encontrar una mezcla de polvos con adecuado tamaño y una mayor cantidad de partículas con este tamaño.

Composición: Muestras de polvo se analizarán mediante difracción de rayos X para identificar las fases y/u óxidos presentes, y tratar de evaluar los cambios dimensionales de cristalita y la presencia de esfuerzos por deformación.

Haciendo un balance entre homogeneidad, composición, tamaño y distribución de los polvos con los tiempos de obtención, se determinarán los valores finales de las variables del aleado mecánico.

Fluidez: Se realizarán pruebas de fluidez, mediante el flujómetro Hall.

Tamizado: El estado ideal de los polvos, después de la molienda, es que el conjunto de partículas con algunas diferencias en granulometría o morfología, pudieran fluir. Sin embargo, si es necesario, se realizará el tamizado de los polvos.

Después de todo el proceso para la obtención del polvo se realizarán pruebas de espectrometría para saber la composición final de la aleación. Esta prueba será muy importante ya que por las diferencias en tamaño y propiedades de los polvos de partida es posible que la composición de las partículas no sea homogénea en su volumen.

3.2. Fase II. Realización y caracterización de los cordones.

Una vez concluida la fase I, se puede seguir con la fase II. Esta fase se compone de dos etapas, la etapa uno que es la realización de los cordones y la etapa dos la caracterización de dichos cordones.

Esta fase está constituida por una gran cantidad de actividades en secuencia, como se ve en la figura 3.3, y se aplicará primero en la fabricación de los cordones de polvo de Ti sobre sustrato de Ti, y posteriormente en la fabricación de los cordones con polvo de las tres aleaciones. Para ver la influencia del láser sin polvo se realizará plantillas donde el láser se aplicará sobre el material de sustrato a las diferentes potencias y velocidades.



Figura 3.3 Diagrama de flujo de la Fase II.

3.2.1. Etapa 1. Realización de los cordones.

Si bien es cierto que el interés principal es el estudio de los recubrimientos, la forma de aproximarnos a nuestro objetivo será a través del análisis de los cordones. Para los recubrimientos se realizará análisis complementarios del efecto de la acumulación de calor al realizar el solapamiento de cordones.

Independientemente de si se deposita o no material, siempre se debe adecuar primero la lámina, esta adecuación se puede considerar como un pre proceso, el cual implica realizar las etapas de: corte de la lámina, limpieza, pesaje y montaje. Tras esto seguir con la fabricación, figura 3.5.

Debido a la colaboración con la empresa AIDO (Instituto tecnológico de óptica, color e imagen) en la realización del

proyecto se empleará un sistema de láser de Nd YAG, marca Trumpf modelo HL 1006D de 1 kW de potencia máxima de modo continuo, la forma de propagación del haz láser es mediante fibra óptica de 0,6 mm, con un diámetro de haz sobre la muestra de 2 mm, aproximadamente. El perfil de irradiación del haz a la distancia del proceso, es de forma gaussiana. Como lo muestra la figura 3.4. Las características del equipo nos suministrarán los valores de partida para establecer los rangos de trabajo.

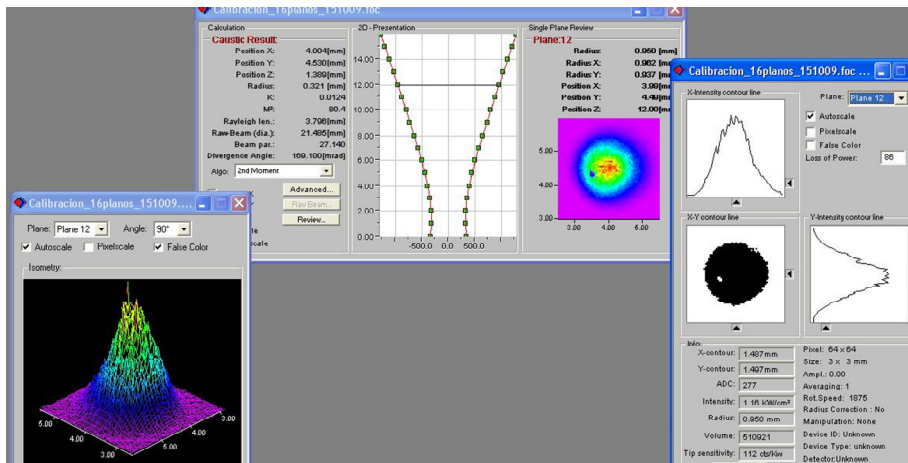


Figura 3.4 Perfil de irradiación de la zona de trabajo.

La experimentación se llevara a cabo mediante el empleo de una boquilla coaxial de tres orificios, por la cual circulará el material de aporte, el gas de arrastre y el gas de protección, con una distancia de la boquilla al material de 12 mm. Además, se cuenta con una tolva de alimentación de modelo Sulzer con canal de 5mm.

Los parámetros de proceso para el experimento son la potencia con un rango de 500 W a 1000 W (P) (variando de 100 W en 100 W), velocidad de desplazamiento del láser (V) de 5, 8 y 12 mm/s y un flujo de polvo (F) de 3 y 5 g/min.

Estos rangos de variables proporcionan 36 combinaciones posibles, que se pueden ver en la tabla 3.1.



Figura 3.5 Detalle del Diagrama de flujo de la Fase II. Fabricación.

Tabla 3.1 Variables para la experimentación.

Cordón	Potencia (W) P	Velocidad (mm/s) V	Flujo (g/min) F	Cordón	Potencia (W) P	Velocidad (mm/s) V	Flujo (g/min) F	Cordón	Potencia (W) P	Velocidad (mm/s) V	Flujo (g/min) F
1	500	5	3	7	500	8	3	13	500	12	3
2	600	5	3	8	600	8	3	14	600	12	3
3	700	5	3	9	700	8	3	15	700	12	3
4	800	5	3	10	800	8	3	16	800	12	3
5	900	5	3	11	900	8	3	17	900	12	3
6	1000	5	3	12	1000	8	3	18	1000	12	3

Cordón	Potencia (W) P	Velocidad (mm/s) V	Flujo (g/min) F	Cordón	Potencia (W) P	Velocidad (mm/s) V	Flujo (g/min) F	Cordón	Potencia (W) P	Velocidad (mm/s) V	Flujo (g/min) F
1	500	5	5	7	500	8	5	13	500	12	5
2	600	5	5	8	600	8	5	14	600	12	5
3	700	5	5	9	700	8	5	15	700	12	5
4	800	5	5	10	800	8	5	16	800	12	5
5	900	5	5	11	900	8	5	17	900	12	5
6	1000	5	5	12	1000	8	5	18	1000	12	5

Teniendo ya determinada la cantidad de cordones a realizar según la combinación de variables, es necesario elegir la forma que tendrá la plantilla donde se fabricaran los cordones, figura 3.6. Para este diseño se debe tener en cuenta la ZAC (zona afectada por el calor), en nuestro caso la distancia mínima entre cordones es de 6 mm, que garantiza que las ZAC no se solapen. El orden en filas y columnas es para facilitar el corte mediante disco de corte en la tronzadora. Los márgenes en los extremos superior e inferior y la unión inicial en grupos de tres es para facilitar el montaje y posterior pulido.

Los cordones se fabricaran en dirección perpendicular a la dirección de laminación de la lámina de material de sustrato. Investigaciones realizadas [5] muestran que las deformaciones, que se generan en el proceso láser, son mayores en el sentido longitudinal del cordón que en el transversal.

El flujo del material debe determinarse calibrando el polvo para establecer una relación entre las revoluciones del sistema de alimentación de los polvos y su equivalente en gramos/minuto de material. Para ello es necesario realizar esta calibración con cada aleación.

Inicialmente se debe realizar la plantilla sin polvo, con el objetivo de analizar aisladamente el efecto del láser en el material de sustrato. En ella se medirá el ancho y profundidad de la zona afectada por el calor y el crecimiento del grano.

En un segundo paso se debe realizar la plantilla con polvo de Ti únicamente, para tratar de diferenciar los efectos posteriores de la adición de TiB_2 , éste polvo de titanio también se tendrá que preparar en el molino para tener las condiciones apropiadas para el equipo de alimentación. Es decir se empleará la misma metodología que para la aleación.

Y por último se realizarán las plantillas de los cordones con las tres aleaciones propuestas de Ti + 20, 40 y 60 % de TiB_2 . Es conveniente que para prevenir problemas de oxidación, el gas de

protección siga circulando por algún tiempo luego de finalizar el proceso y mientras se enfría la plantilla.

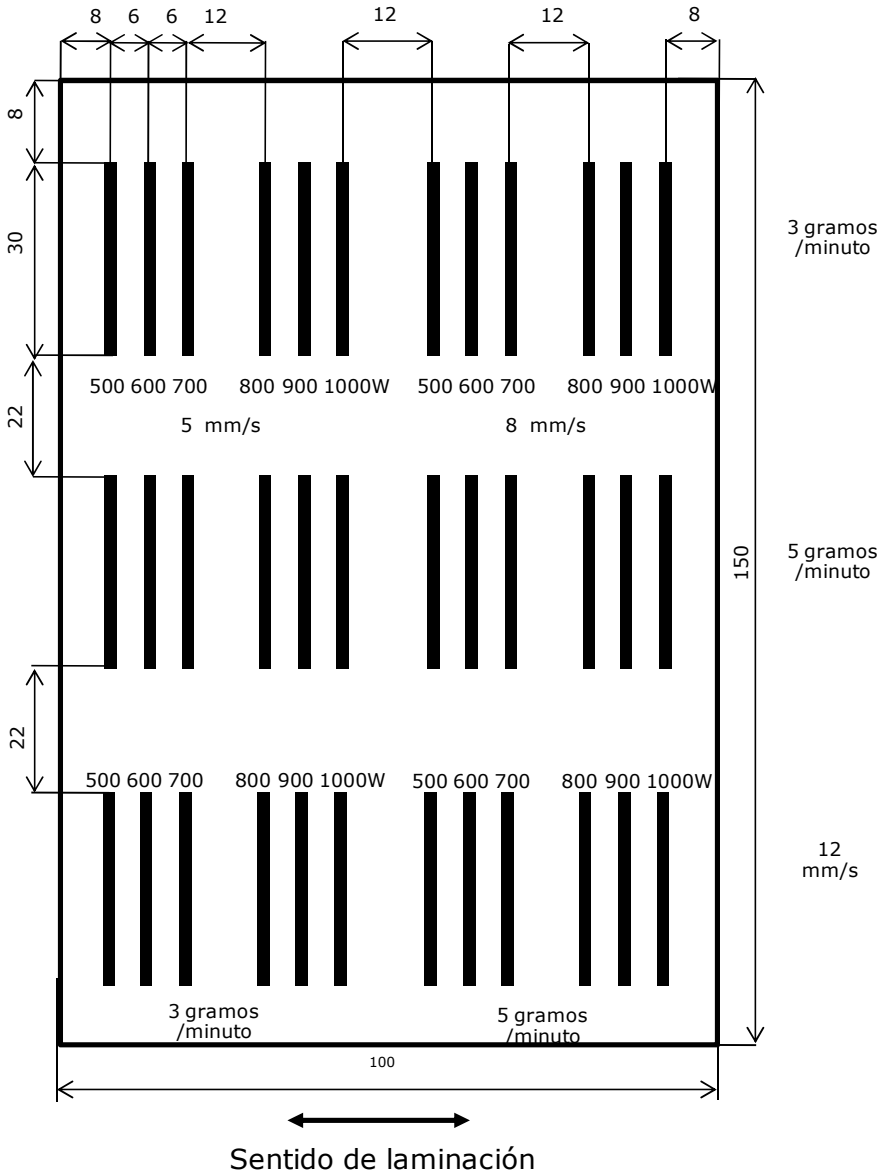


Figura 3.6 Plantilla Para la fabricación de los cordones.

3.2.2 Etapa 2. Caracterización de los cordones

Dentro de los objetivos de la investigación está el de relacionar las características y propiedades del recubrimiento con los parámetros del proceso, de tal manera que se pueda garantizar la fabricación de recubrimientos de alta calidad mediante el empleo de valores adecuados de las variables del equipo láser. Este proceso se iniciará caracterizando los cordones dimensionalmente, figura 3.7.



Figura 3.7 Detalle del Diagrama de flujo de la Fase II. Caracterización.

Para la preparación metalográfica de las probetas a analizar, básicamente se seguirán los pasos de: embutido, desbaste, pulido, y ataque.

Para realizar el análisis geométrico se tomarán imágenes a bajos aumentos aproximadamente 10X y 20X en el microscopio estereoscópico para poder diferenciar: la zona del cordón, la zona del material fundido y la zona afectada por el calor (ZAC). Estas zonas se hacen evidentes cuando se ataca las probetas con el reactivo Kroll, con un tiempo de ataque de unos pocos segundos. El análisis geométrico incluirá la medición de las profundidades y anchos de la zona del cordón, el material base fundido y de la zona afectada por el calor, así mismo como el área tanto del cordón como del material de sustrato fundido y los cálculos de porcentajes de dilución y eficiencia energética.

Una vez se haya caracterizado geométricamente se continuara con la identificación de las características de cada cordón en cuanto a composición, microestructura y dureza.

La calidad del cordón se evaluará inicialmente garantizando que exista un área de recubrimiento sobre el material de sustrato con una adecuada unión metalúrgica. Y será dentro de esta área y el área que abarca el material fundido, donde se identificará la presencia de poros y grietas. Con este primer criterio se descartan algunos rangos de trabajo por no estar los cordones unidos de manera adecuada, no generar una capa de recubrimiento o tener demasiada porosidad o agrietamiento. Posterior se identificará la microestructura, siendo necesario realizar un ataque con el mismo reactivo, por un tiempo un poco más prolongado.

La primera etapa del análisis microestructural se realizará en el microscopio óptico hasta 800X. Esta etapa consistirá en identificar dentro del cordón las fases presentes según la morfología que se pueda observar, identificar en la interfase entre el cordón y el material base posibles estructuras martensíticas y estructuras dendríticas en el cordón. Se deberá medir el tamaño de grano en

el material base y ver si hay orientaciones preferentes en los granos.

Una segunda etapa es el análisis microestructural que se realizará mediante un microscopio electrónico de barrido, en el cual tendremos una imagen a mayores aumentos, para obtener mayor información sobre las fases presentes, y donde se puede tener una relación de profundidad que permitirá identificar más certeramente la porosidad.

Adicional a la identificación morfológica, se realizarán pruebas de microdureza a lo largo de los cordones, de forma vertical, con diversos fines como los de correlacionar las fases que se observan microestructuralmente con su dureza, identificar posibles fases que no se observan diferentes, ver los efectos de la difusión de algún elemento de aleación o poder definir la homogeneidad de propiedades en el recubrimiento y por tanto la homogeneidad de distribución del boro en el Ti.

Por las especiales características de los compuestos de Ti-B, en tamaño y distribución, es posible que mediante las técnicas anteriormente mencionadas no sea posible discriminarlos. Es por ello que se explorará la posibilidad de hacer barridos de nanoindentación, que es una técnica de indentación instrumentada en la cual para calcular los valores de dureza se utilizará el método de Oliver & Pharr y la aplicación de la carga se llevará a cabo por CSM (continuous stiffness measurement).

Seguido a la realización de la prueba de nanoindentación es necesario ver las huellas realizadas en el microscopio electrónico para relacionar los valores de nanodureza con las microestructuras, este análisis deberá hacerse con electrones retrodispersados para poder identificar la distribución de boro.

Por ser el boro un material de bajo número atómico no es fácil identificar su composición mediante métodos tradicionales, por lo cual es necesario hacer análisis especiales de WDS que nos den datos de composición aproximada.

Para poder conocer la homogeneidad de distribución del boro en el cordón (parte superior, media e inferior) y relacionar las variables del proceso con esta presencia y tamaño del boro, se realizará un análisis de imágenes. Este análisis consistirá en ver la imagen en microscopía electrónica con electrones retrodispersados, que presenta diferente tonalidad de los compuesto de boro y la matriz de Ti, por lo que relacionando los porcentajes en área que ocupan los constituyente de boro en la matriz de titanio permitirán su relación con los parámetro del proceso de laser cladding.

Una vez caracterizados y evaluados los cordones, se seleccionarán aquellos que presenten una buena unión metalográfica, ausentes de poros y grietas, que cubran una mayor área superficial (mayor altura y ancho), que generen menos deformación, cuya distribución de fases sea la más homogénea, con menor dilución y mayor eficiencia energética.

3.3. Fase III Realización y caracterización de los recubrimientos.

Esta fase comprende dos etapas, la etapa uno que es la realización de los recubrimientos y la etapa dos con la caracterización de dichos recubrimientos.

En esta fase el material de análisis será los recubrimientos fabricados con las condiciones de procesos encontradas en los mejores cordones.

3.3.1 Etapa 1. Realización de los recubrimientos

Los recubrimientos se realizarán en el mismo equipo láser en el cual se realizan los cordones.

En lo referente al montaje y preparación de la lámina se seguirá los mismos pasos que para los cordones. En lo referente al preproceso que incluye el corte, la limpieza, el pesaje y el montaje, la secuencia de tareas se puede observar en la figura 3.8.

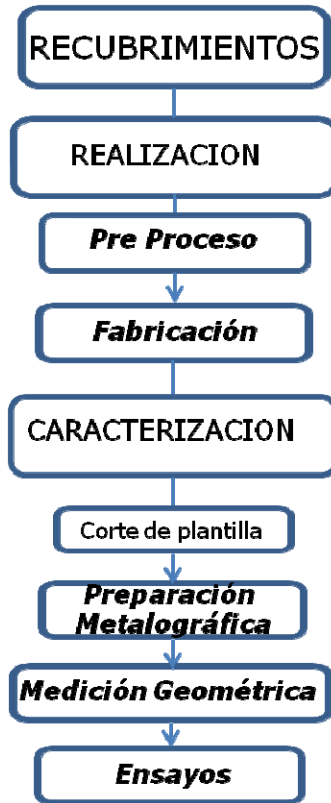


Figura 3.8 Diagrama de Flujo Fase III

En la fabricación de los recubrimientos, figura 3.9, hay que tener en cuenta que la lámina se irá calentando a medida que se vaya adicionando cordones al recubrimiento y por tanto los cambios dimensionales son mayores y es conveniente dejar un tiempo entre la aplicación de un recubrimiento y el siguiente.



Figura 3.9 Detalle del Diagrama de flujo de la Fase III. Fabricación.

Los recubrimientos elegidos se realizarán acorde a los parámetros de la fabricación de los cordones que los conforma.

Los recubrimientos se aplicarán según la plantilla en áreas de 30mm x 30mm, figura 3.10, teniendo en cuenta dejar un tiempo de enfriamiento entre un recubrimiento y el siguiente. La secuencia que se seguirá será empezar en el mismo lado los cordones y que tengan una superposición de 50%, igualmente que en el caso de los cordones, la placa de sustrato se soporta sobre una placa refrigerada. Al ser áreas tan grandes se podrán observar grandes deformaciones que deberán ser minimizadas para evitar el agrietamiento o si es necesario se deberá disminuir el número de recubrimientos por placa.

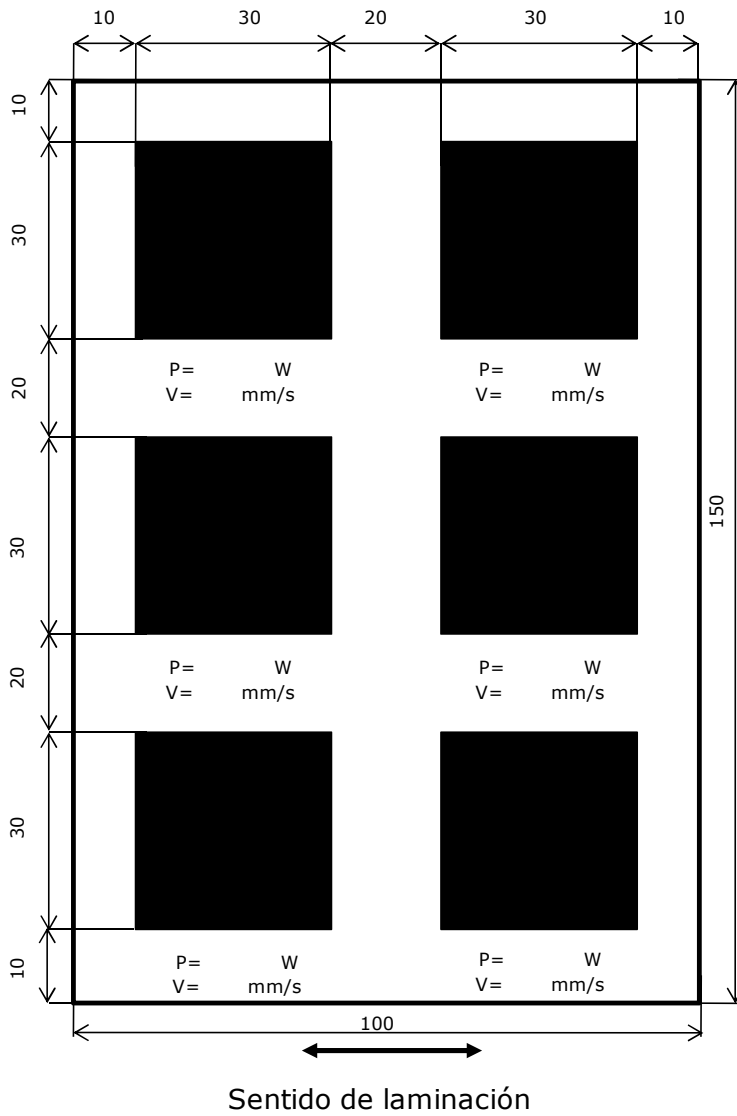


Figura 3.10 Plantilla para la fabricación de los recubrimientos.

3.3.2 Etapa 2. Caracterización de los Recubrimientos

Adicional a las pruebas de caracterización, realizadas a los cordones, a los recubrimientos se les realizaran pruebas de composición mediante rayos X y estructural mediante EBSD.

Básicamente se deberá realizar la preparación metalográfica de las probetas siguiendo los pasos dados en el apartado 3.1.1, algunos aspectos especiales a tener en cuenta son:

Se deberá cortar una sección inicial de 3 a 5 mm de espesor que sea orientada transversalmente a los cordones, para poder analizar todos los cordones.

La velocidad de corte debe ser menor que la empleada en los cordones y por tanto mayor refrigeración.

En los recubrimientos por ser unión de varios cordones, las variables geométricas a medir son: la altura, el área de recubrimiento y el área fundida. El esquema de las tareas de fabricación se observa en la figura 3.11.

El análisis de microscopía en los recubrimientos se iniciará con la microscopía óptica y después la electrónica. A diferencia del análisis con los cordones, en este caso cada vez que colocamos un cordón solapado seguido de otro, el cordón ya existente sufrirá un tratamiento térmico adicional, por lo tanto se tomarán imágenes adicionales en las zonas entre los cordones. Igualmente en las zonas de dilución y zona afectada por el calor.

El análisis empezará con la identificación de porosidad y grietas. Posteriormente se evaluarán las microestructuras de la zona superior, intermedia e inferior del cordón, además de la morfología de la zona de dilución, se compararán estas microestructuras en los cordones entre sí y se relazarán análisis en la zona intermedia entre cordones.

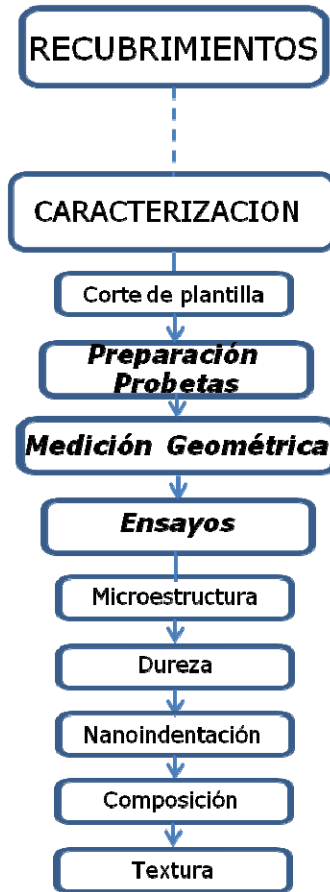


Figura 3.11 Detalle del Diagrama de flujo de la Fase III. Caracterización.

La primera etapa del análisis microestructural se realizará en el microscopio óptico hasta, aproximadamente, 800X.

Esta etapa consistirá en identificar las fases presentes, pero teniendo un mayor cuidado de posibles precipitados adicionales generados por efecto de los proceso de calentamiento y enfriamiento.

Una segunda etapa es el análisis que se realizará en el microscopio electrónico, en el cual tendremos una imagen a mayor aumentos, y mediante electrones retrodispersados podremos observar la

orientación de las partículas de boro, por efecto del flujo de material en el proceso de solidificación.

Emplearemos los barridos de dureza para relacionar las microestructuras obtenidas con sus propiedades mecánicas de microdureza. En el caso de los recubrimientos es necesario realizar dos tipos de barridos; uno horizontal, que nos permita saber si hay diferencias de dureza entre los cordones y otro de tipo vertical similares a los realizados a los cordones, estos barridos se harán en los primeros cordones.

En el caso de los recubrimientos es necesario tratar de determinar la presencia de otras fases o compuestos que se pueden haber producido por los procesos de calentamiento al ir adicionando cordones al recubrimiento. Este análisis se realizará con la técnica de nanoindentación. Adicionalmente, esta técnica nos permitirá tratar de caracterizar las diferentes morfologías de boruros.

Tras la prueba de nanoindentación será necesario ver las huellas realizadas en el microscopio electrónico de barrido para relacionar los valores de nanoindentación con las microestructuras, este análisis se deberá realizar con electrones retrodispersados para poder identificar la distribución de boro.

Los recubrimientos se analizarán mediante difracción de rayos X para identificar los compuestos y fases presentes. En especial se intentara determinar las posibles diferencias a diferentes profundidades en la sección transversal del recubrimiento, y con ello la evaluación de las fases.

En el microscopio electrónico de barrido, se empleará la técnica de WDS, (tras la calibración correspondiente). Se analizará la composición de boro en la parte del cordón y en la ZAC. Adicionalmente, mediante la técnica de EBSD se podrá conocer la distribución de fases presentes, el tamaño de grano, la textura del material y la presencia de pequeñas desorientaciones en la estructura.

Se realizaran ensayos exploratorios de desgaste, para establecer posibles metodologías de trabajo.

Referencias. Capitulo 3

[1] J.J. Candel, V. Amigo, J.A. Ramos, D. Busquets, Sliding wear resistance of TiCp reinforced titanium composite coating produced by laser cladding, *Surface & Coating Technology*, 204 (2010) 3161-3166.

[2] Y.S. Tian, C.Z. Chen, C.Z. Li, S.T. Huo, Research progress on laser surface modification of titanium alloys, *Applied surface science*, 242 (2005) 177-184.

[3] Y.S. Tian, Q.Y. Zhang, D.Y. Wang, Study on the microstructures and properties of the boride layers laser fabricated on Ti 6Al 4V alloy, *Journal of Materials Processing Technology*; 209 (2009) 2887-2891.

[4] P. Chandrasekar, V. Balusamy, K.S. Ravi Chandran, Laser surface hardening of titanium-titanium boride (Ti-TiB) metal matrix composite, *Scripta Materialia*, 56 (2007) 641-644.

[5] V. Ocelik, I.Furar, J.Th.M.De Hosson, Microstructure and properties of laser clad coatings studied by orientation imaging microscopy, *Acta Materialia*, 58(2010)6763-6772.

4. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Del correcto empleo de las herramientas de caracterización (microscopios, durómetro, difractómetro, software, etc.) depende la obtención de los valores de las propiedades y características del conjunto sustrato recubrimiento, las cuales sean realmente representativos del comportamiento de éste.

4.1 Materia Prima.

La materia prima son los materiales empleados en la base o sustrato y los polvos, tanto los originales como los obtenidos mediante el aleado mecánico de los polvos de partida.

4.1.1 Material de sustrato

El titanio utilizado para el proyecto es Ti (Grado 2) en lámina de 3mm de espesor nominal, como aleación de Ti se eligió el más utilizado en el trabajo industrial, que es la aleación de Ti6Al4V (Grado 5) en lámina de 3,18 mm nominal, figura 4.1. El material fue suministrado por la compañía Kobarex S.L. El análisis elemental de las mismas, según el fabricante, se muestra en las tablas 4.1 y 4.2.

Las dimensiones iniciales de la lámina de Ti fueron de 150 x 3490 mm y las dimensiones del Ti aleado fueron de 150 x 2320 mm, para facilitar el manejo y almacenamiento del material se realizaron cortes a 900 mm.

Tabla 4.1 Composición química (%wt) de Ti.

Ti	N	C	H	Fe	O	Otros
99.38	0.01	0.02	0.03	0.08	0.08	0.40

Tabla 4.2 Composición química (%wt) de Ti6Al4V.

Fe	C	V	Ti	Al	Otros
0.12	0.01	4.10	89.22	6.4	0.16

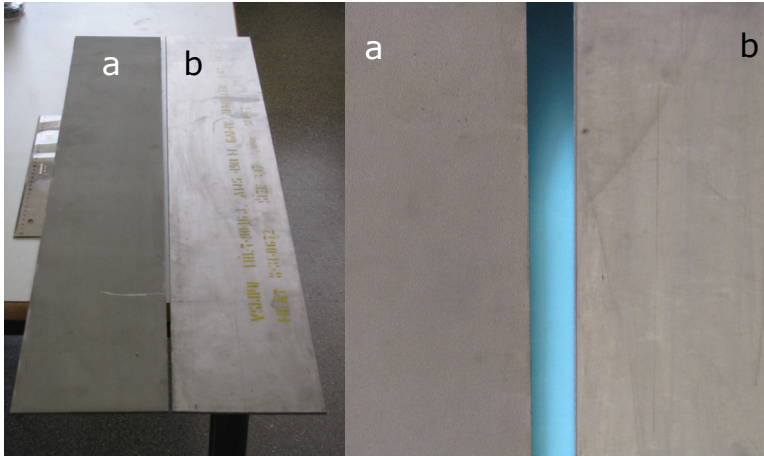


Figura 4.1 Material de sustrato en estado de suministro a) Ti Grado 2 b) Ti6Al4V (Ti Grado 5).

- Caracterización del sustrato

En el análisis de composición de elementos se ve que efectivamente el Ti tiene una pureza superior a 99% y los valores de los % en peso de los elementos de aleación para el Ti aleado están dentro de los rangos establecidos por la norma ASTM B265.

El ensayo de tracción se realiza mediante el seguimiento de la norma ASTM A370, tabla 4.3.

Tabla 4.3 Propiedades mecánicas del Ti y el Ti aleado.

Material	Carga de Rotura (MPa)	Limite elástico (MPa)	% Elongación
Ti	464	360	27.1
Ti 6Al4V	999	889	14.6

Los valores de resistencia y ductilidad están dentro de los rangos establecidos por la norma ASTM B 265.

Se ha realizado la prueba de microdureza empleando la escala de microdureza Vickers con una carga de 200 gramos y se

encontraron durezas en promedio para el Ti de 130 HV y para el Ti6Al4V de 300 HV

En cuanto a la parte microestructural, la preparación metalográfica del Ti requiere un especial control en los tiempos de pulido la fuerza aplicada al desbastar y al pulir, ya que el titanio tiene una tendencia a formar una capa superficial deformada, que una vez creada es muy difícil de quitar aún por un proceso de desbaste en lija [1].

Los pasos de preparación metalográfica de la lámina son:

➤ Corte

Se ha partido de secciones de lamina de 100 X 150 mm, el corte se realiza con tronzadora, figura 4.2, empleando discos de corte de abrasivo de Carburo de silicio de dureza media/dura para materiales con dureza entre 70 y 400HV, la velocidad de trabajo debe ser lenta, ya que el Ti se deforma y crea una rebaba en la zona de corte, esta precaución junto con una buena refrigeración nos ha permitido un corte limpio, sin rebabas.

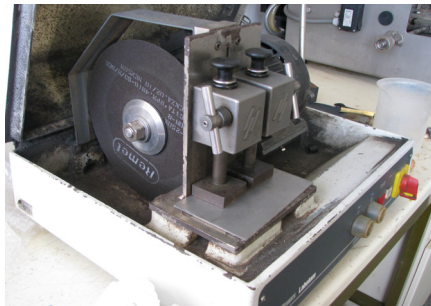


Figura 4.2 Imagen del montaje para el proceso de corte en la tronzadora.

➤ Embutido

Para facilitar el manejo de las probetas, estas se han embutido en resina de metacrilato, mediante el empleo de una embutidora en caliente con parámetros de 15 kN de presión, 7 minutos de calentamiento y 7 de enfriamiento, el diámetro empleado es de 25mm, figura 4.3.



Figura 4.3 Embutidora en caliente.

➤ Desbaste

Para los materiales sin recubrimiento y con recubrimiento se puede emplear el mismo proceso de desbaste y pulido, pero no con los mismos paños de pulido, ya que del material de recubrimiento es posible que se desprendan partículas más duras y rayen el sustrato blando.

La extrema ductilidad del Ti lo hace propenso a deformación mecánica y rayado, por lo cual es necesario un pulido de tipo mecánico químico [1]

La metodología seguida consiste en un primer paso de desbaste grueso con papel de lijas de carburo de silicio números 500 (\square 23 μm) y 1000 (\square 10 μm), durante 30 segundos y 1 minuto respectivamente, figura 4.4, La probeta se posiciona sobre las lijas, aplicando una ligera presión, mientras se aplica agua como refrigerante de forma continua. Las revoluciones recomendadas son de 300 rpm.



Figura 4.4 Desbastadora /Pulidora

El desbaste fino se realiza con disco de tipo MD-Largo con suspensión de diamante de 9 micras con tiempos de 5 a 10 minutos a 150 rpm. La fuerza aplicada sobre la probeta debe ser baja, figura 4.5.

➤ Pulido

El pulido se realiza mediante disco de pulido de tipo MD-Chem con una mezcla de sílice coloidal de 0,05 micras (OPS) y de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 10%. Cuando se trabaja con OPS es importante humedecer el paño antes con agua destilada, realizar el pulido y al final del proceso los diez segundos finales mientras el disco esta rotando se aplica nuevamente agua destilada. Esto último con el fin de remover todo el peróxido del paño y el portamuestra. Al final se debe lavar la probeta con agua, secar con alcohol y aire. Los tiempos apropiados para el pulido son entre 5 y 10 minutos [1].

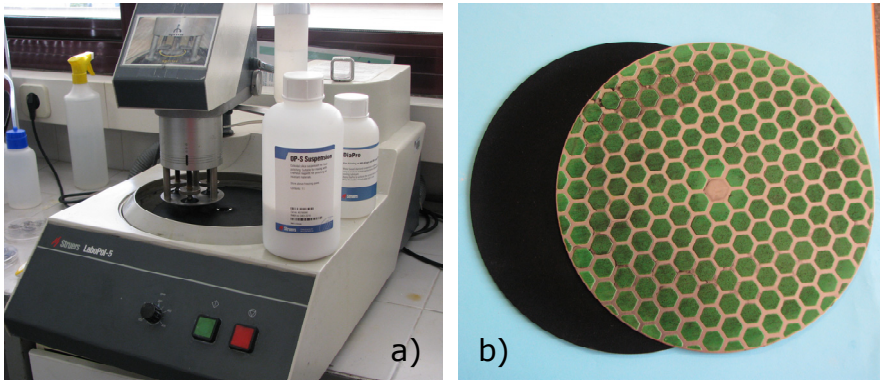


Figura 4.5 a) Equipo automático para el proceso de desbaste fino y pulido automático. b) Paños de pulido.

➤ Ataque

Para revelar la microestructura se ataca las probetas con reactivo de Kroll, reactivo de ataque según la norma ASTM E 407, que se compone de 100 ml de H_2O , 3ml de HF y 6ml de HNO_3 , El tiempo de ataque, es de 2 a 5 segundos.

Para realizar el análisis metalográfico, se empleo el microscopio óptico Nikon Microphot FX, mostrado en la figura 4.7. Este equipo tiene una resolución hasta 1000X, adaptada a él se tiene una cámara digital y su software de manejo de imágenes, Tipo Óptica TM Visión Pro, mediante el cual se realiza la medición de longitudes y superficies.



Figura 4.6 Microscopio óptico NiKon Microphot FX.

El material base se estudia metalográficamente en la sección longitudinal (sentido de laminación), la sección transversal (a 90 grados de la anterior) y la sección de la superficial. Para visualizarlo mejor se muestra la figura 4.7.

En la figura 4.7 se observa en la vista longitudinal granos de forma aproximadamente equiaxial, de la fase alfa (α). En la Superficie se observan maclas del Ti. Para caracterizar las maclas se han tomado imágenes a mayores aumentos empleando la técnica de microscopia electrónica, figura 4.8.

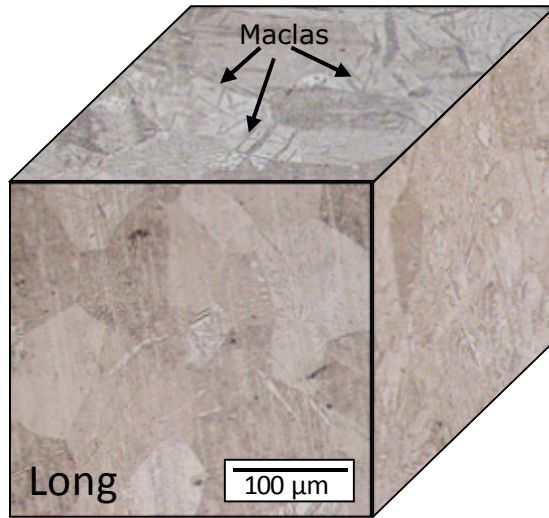


Figura 4.7 Imagen de la microestructura del Ti Grado 2.

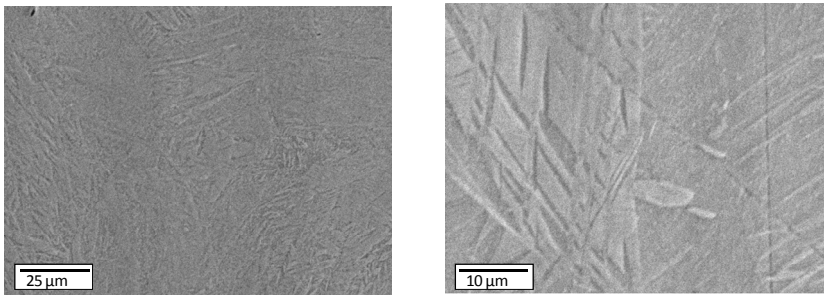


Figura 4.8 Imagen de la superficie del Ti grado 2, identificación de maclas.

Mediante la aplicación de la norma ASTM E112 se ha determinado el tamaño de grano, el cual corresponde según el procedimiento paramétrico analizado en la figura 4.9 a un tamaño de grano G 4.

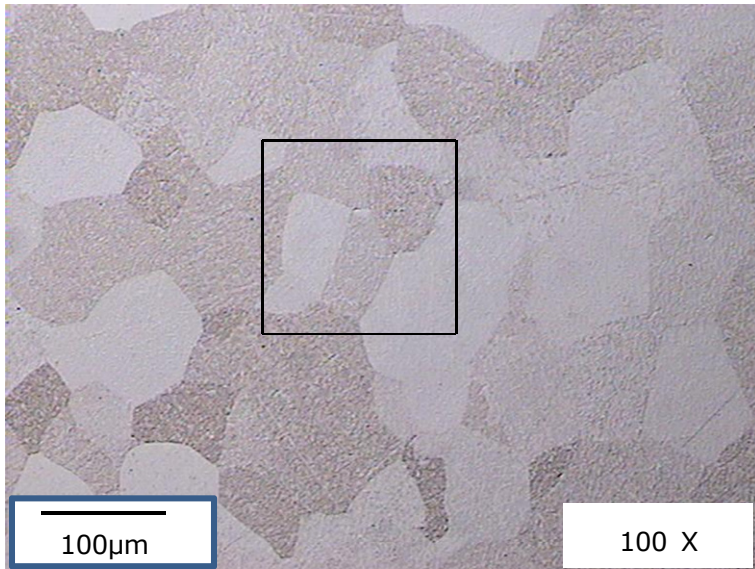


Figura 4.9 Imagen de la superficie del Ti grado 2, método tradicional ASTM en una imagen a 100 aumentos un área de 1 pulg².

Por medio del el empleo del Microscopio electrónico de barrido (SEM), se ha obtenido la composición en una zona de interés, con análisis de espectrometría de fluorescencia de rayos X por dispersión de energía (EDS), figura 4.10. En el espectro se observan solo picos de Ti, lo cual corresponde con el Ti de alta pureza.

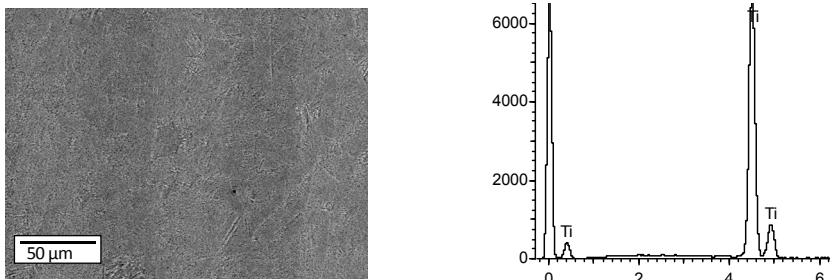


Figura 4.10 Imagen de la superficie del Ti grado 2, identificación de Picos de Ti.

El microscopio electrónico de barrido empleado para hacer los análisis es modelo JEOL JSM 6300 equipado con una micro sonda de análisis por energías dispersivas de rayos X, Link de Oxford Instruments, figura 4.11. Para el análisis de la muestras, por ser embutidas en material no conductor, es necesario realizarles un puente conductor formado por una suspensión de plata. Adicionalmente, es necesario realizarles un metalizado (recubrimiento) con oro. Las condiciones de trabajo, en este equipo son de 20 kV y 15 mm de distancia a la muestra.



Figura 4.11 Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM 6300.

Para el Ti Grado 5 se realiza un análisis análogo al hecho para el Ti Grado2, en la figura 4.12 se observa la microestructura en la sección longitudinal, transversal y de la zona de la superficie.

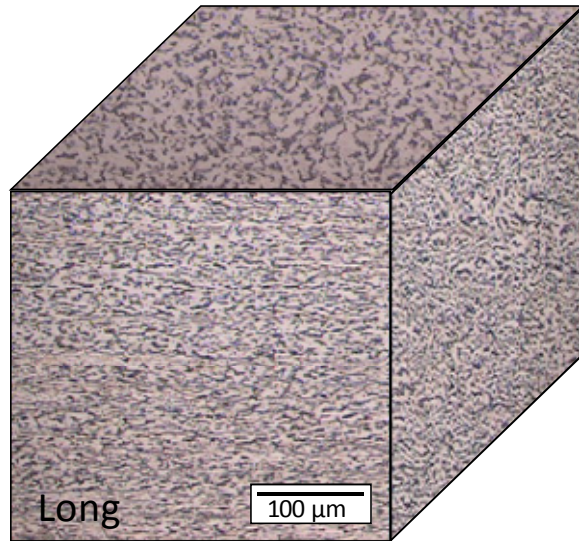


Figura 4.12 Imagen de la microestructura del Ti Grado 5

En la imagen tridimensional de Ti grado 5 se observa las vistas longitudinal, transversal y superficial. En esta imagen se observa dos fases, la fase alfa que es la base de color claro y la fase beta que es de color oscuro.

En cuanto a los análisis de composición realizados mediante la técnica de EDS, se observa que son congruentes con los suministrados por el proveedor de la materia prima, figura 4.13.

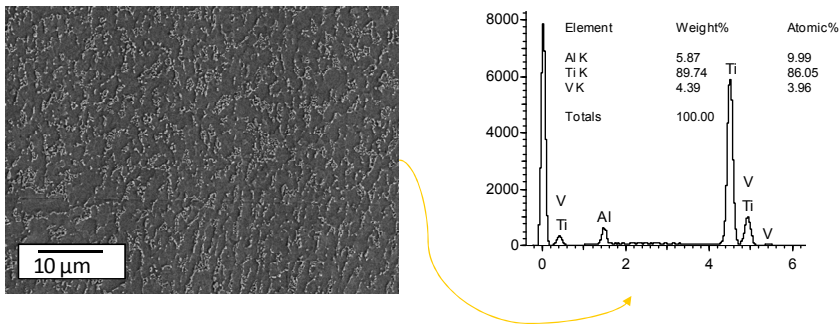


Figura 4.13 Imagen de la microestructura de la superficie del Ti Grado 5

Como análisis complementario se toman análisis de composición a mayores aumentos, mediante estos se observa que la concentración de aluminio en la fase alfa es mayor mientras que la concentración de vanadio es menor. La concentración de estos dos elementos en la fase beta es muy similar a la de la aleación general, figura 4.14.

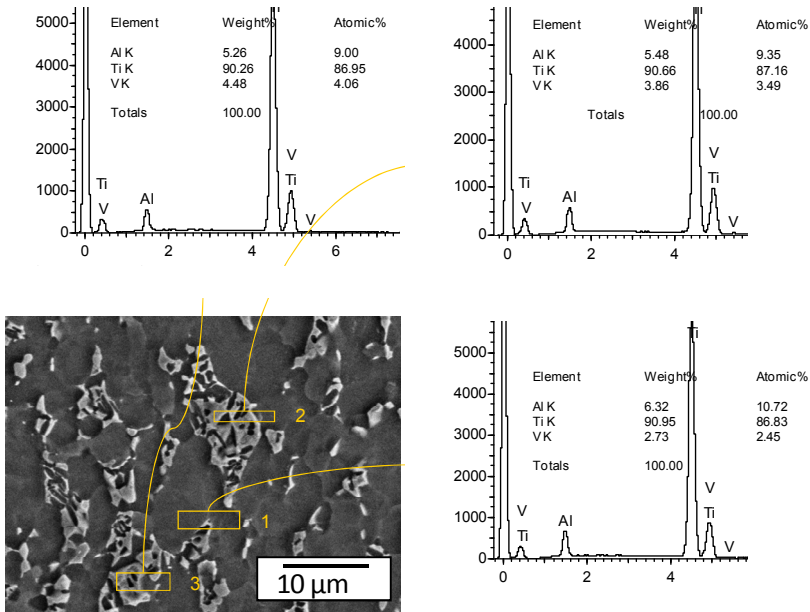


Figura 4.14 Imagen de la microestructura de la superficie del Ti Grado 5, destacando la diferencia de composición en la fase alfa y en la fase beta

Para el Ti6Al4V Grado 5 se tiene una fase $\alpha + \beta$ en la cual beta es menos abundante que alfa y está rodeando los granos de alfa.

4.1.2. Obtención del material de recubrimiento

Como material de recubrimiento se ha empleado el polvo de Ti tras del proceso de molienda, y tres aleaciones de Ti más TiB_2 , que fueron obtenidas por aleado mecánico.

- Polvos de partida

Los polvos de Ti empleados se adquirieron a Se Jong materials ltda, con una granulometría de menos de 325 mesh y los de TiB_2 se compraron a AEE Atlantic Equipment Engineers, con una pureza de 99,7%, con código CAS 12045 -63-5 en granulometría de menos de 325 mesh.

La caracterización de los polvos de partida comprende varios pasos.

La presentación de los resultados se ha iniciado con la información obtenida para los polvos de partida y específicamente el análisis morfológico, estas pruebas se han realizado en el microscopio electrónico de barrido Tipo JEOL JSM 6300. Descrito en la sección 4.1.1.

Como se observa en la figura 4.15 la granulometría del Ti y el TiB_2 corresponde efectivamente a un tamaño de partícula menor a 325 mesh (44 micras) pero el tamaño de partícula del Ti es inferior a 30 micras mientras que el del TiB_2 es inferior a 10 micras.

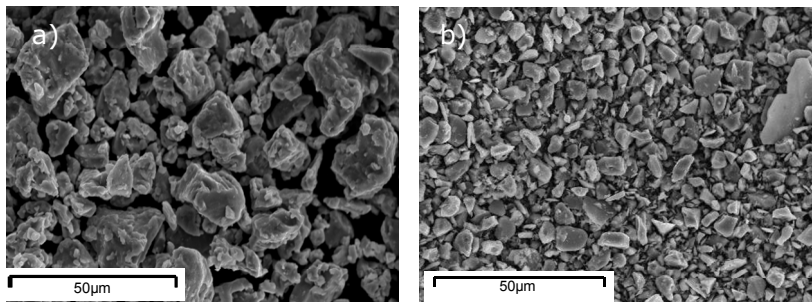


Figura 4.15 Micrografía SEM mostrando la morfología del polvo de a) Ti y b) TiB_2 . Material de partida.

Los dos materiales corresponden a polvos de forma irregular, el Ti se obtuvo mediante Proceso HDH, hidruración/ deshidruración. El TiB_2 mediante síntesis reactiva.

La granulometría de los polvos se evaluó mediante la tecnología de dispersión de luz láser, figura 4.16.



Figura 4.16 Equipo de dispersión de luz laser.

El fenómeno de la difracción láser se basa en que un frente de ondas (luz) llega a un obstáculo y se produce una dispersión del frente, de modo que se producen una serie de interferencias constructivas, que dan lugar a un patrón de difracción. La radiación láser es la utilizada por los equipos de granulometría para analizar los distintos tamaños de partícula del material escogido.

Para la determinación de la distribución de tamaños de partículas se utilizó el analizador de tamaños de partícula Mastersizer 2000 de Malvern Instruments. Las principales características de este aparato, que se muestra en la figura 4.16 son:

Está compuesto de tres elementos principales:

Un dispositivo óptico, donde las partículas dispersadas pasan a través del área de medida, y el haz laser ilumina las partículas. Una serie de detectores hacen la medición de alta precisión de la intensidad de luz difractada por las partículas, en un amplio rango de ángulos.

Módulos accesorios, que garantizan la adecuada distribución de las partículas en el área de medida del dispositivo óptico. En su correcta concentración y en un estado estable de dispersión.

Software de instrumentación, que controla el sistema durante el proceso de medida y analiza los datos de dispersión para calcular la distribución de tamaño de partícula.

- Rango de medida en la franja de 0,02 a 2000 micras.
- Principio de medición: dispersión de Fraunhofer y Mie.
- Fuentes de luz:
 - ❖ Luz roja: Láser de helio neón.
 - ❖ Luz azul: Fuente de luz de estado sólido.
- Sistema de detección
 - ❖ Luz roja:
 - Dispersión frontal
 - Dispersión lateral
 - Retrodifracción
 - ❖ Luz azul
 - Dispersión de ángulo amplio frontal
 - Retrodispersión.

En el diagrama de granulometría de la figura 4.17 se observa como la granulometría del Ti tiene un valor medio de 28,7 micras y en la gráfica de distribución se ve una mayor concentración hacia 30 micras con rangos entre 10 y 50 micras principalmente.

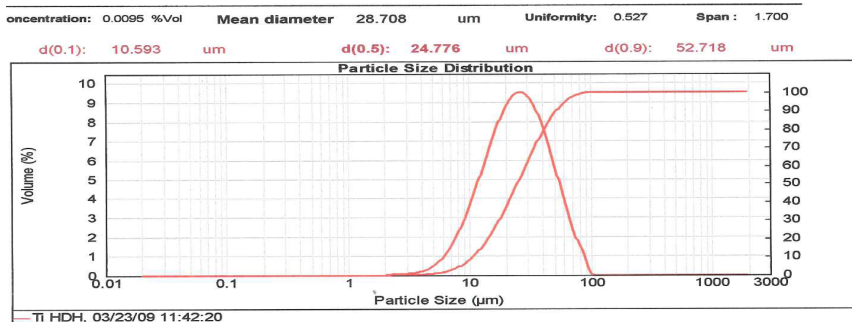


Figura 4.17 Diagrama de granulometría para el Ti HDH.

En cuanto a la composición se analiza mediante difracción de rayos X. De esta prueba se obtuvo los difractogramas que se muestran en la figura 4.18. Para realizar los análisis de difracción es conveniente saber previamente los datos de intensidad y ángulos 2θ para los picos característicos, esta información se puede obtener de las bases de datos JCPDS del centro internacional de difracción.

El equipo empleado para estos análisis es un difractómetro Panalytical X'Pert PRO usando un tubo CuK α _{1,2}. Con un barrido 2θ entre 30 y 70 grados con paso de 0.02°.

Para el caso del Ti, se concluye que sus picos principales se encuentran entre 35 y 70 del ángulo 2θ , y que éstos corresponden en ubicación y proporción de intensidad al titanio en fase alfa.

En el caso del TiB₂, el difractograma realizado en la muestra concuerda con la base de datos, aunque es de señalar que el pico correspondiente aproximadamente a 57 grados presenta mayor intensidad que la esperada.

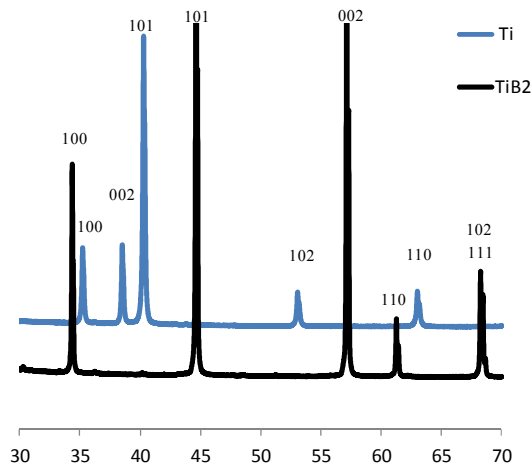


Figura 4.18 Difractograma de los polvos de partida.

- Polvos para el recubrimiento.

Los polvos para el recubrimiento se procesan de dos formas, en el caso del polvo de titanio, se busca es que tenga unas características geométricas de forma y tamaño que le permitan fluir, y en el caso de los polvos de Ti y TiB₂. Además de las condiciones geométricas se ha de garantizar el aleado mecánico.

- ✓ Proceso de Aleado mecánico.

En esta investigación se proyecta sobre el sustrato de Ti polvos de Ti más un 20, 40 y 60 % de TiB₂ cantidad es que equivale a un 6,2, 12,5 y 18,7 % en peso de boro aproximadamente.

En el aleado mecánico no sólo se mezcla el material por su rotación dentro de la jarra, sino que se incluyen unos elementos moledores, en este caso esferas que impactan el material en polvo y lo van deformando y compactando, de manera que mediante microsoldaduras y despegues consecutivos se vaya formando polvos de la aleación seleccionada.

En el aleado mecánico se busca obtener una aleación en estado sólido donde las partículas de Ti y TiB₂ se integren en un solo material, de tal forma que al fundirse por efecto del láser, se tenga un recubrimiento homogéneo en composición, y en propiedades.

Para la determinación de los parámetros del proceso de molienda se empezó con velocidades de rotación de 125 rpm y tiempos de 30, 60, 90 y 120 minutos. Sin embargo, luego de este proceso, se encuentran polvos de los dos materiales que no se han integrado en una sola partícula. Se decide aumentar el tiempo y las revoluciones. Los nuevos tiempos son de 1, 2, 4, 6, 8, 12 y 16 horas, se escogió inicialmente un amplio rango para esta variable ya que el tiempo de molienda es el parámetro más importante, pero no puede ser demasiado largo pues esto favorece la contaminación y los cambios que se puedan presentar por efecto de la temperatura [2]. Las revoluciones se aumentaron de 125 a 150 y finalmente a 175 rpm, con mayor velocidad hay mayor energía de impacto. [2]. El proceso se realiza en un molino de

bolas planetario PM 400/2 Retsch, que se observa en la figura 4.19 en el cual podemos variar el tiempo de molienda, el sentido de giro, la revoluciones hasta un máximo de 400 rpm, el tiempo para cambiar el sentido de giro de rotación y el tiempo de reposo entre cambios de sentido de giro.



Figura 4.19 Molino planetario de bolas.

En este molino se colocan las jarras, en nuestro caso el recubrimiento de la jarra es de zirconia (ZrO_2). Las esferas o cuerpos de molienda también son de zirconia y tienen un diámetro de 15 mm, figura 4.20, Las jarras tiene una capacidad de 250 cm^3 , el peso de las esferas es de 408 gramos y considerando la relación más adecuada para nuestro material de 20:1 entre las esferas y el material en polvo, es decir la mezcla de Ti + TiB_2 pesa en total 20,4 gramos y dejando un espacio libre de por lo menos el 92

50% del volumen de la jarra [2].el proceso se realiza con giros alternados cada 10 minutos y tiempos intermedios entre cambio de giro de 5 segundos.

Para la mezcla de polvos Ti + 40% de TiB_2 se pesan aproximadamente 8,2 gramos de TiB_2 y 12,2 de Ti

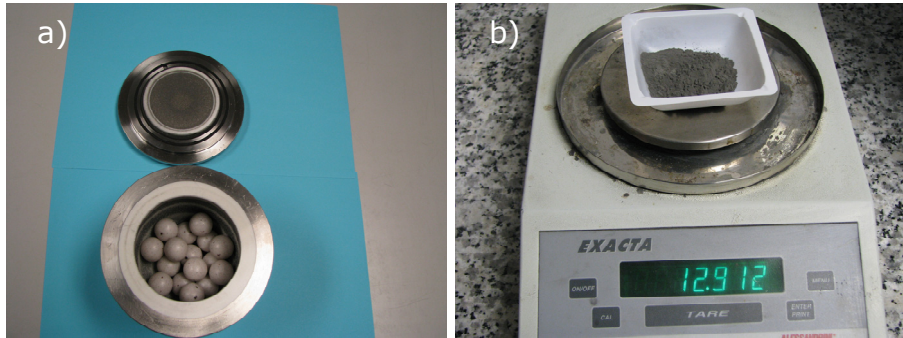


Figura 4.20 a) Jarra de zirconia con las esferas y b) material de partida.

Tras el aleado mecánico, el polvo se pesa, para controlar las pérdidas o incrementos en peso. Este último caso puede deberse al desgaste de las esferas o pared de la jarra.

Para saber las características que va adquiriendo el polvo en el aleado mecánico se realiza análisis de morfología en el microscopio electrónico de barrido. El análisis se realiza con electrones retrodispersados para observar la distribución de boro y titanio en las partículas formadas, esto nos permite diferenciar por tonalidades de gris en el elemento de menor número atómico, en este caso el boro. Se encuentra adecuada distribución para las aleaciones realizadas a 175 rpm.

Los polvos obtenidos a 175 rpm se analizan mediante dispersión de luz láser, para conocer su tamaño promedio de partícula y su distribución de tamaños, Después de esto, al realizar análisis de fluidez, a estos polvos, en el flujometro Hall, figura 4.21, mediante la aplicación de la norma ASTM B213. Se concluye que polvos con

partículas que tienen tamaño menor a 53 micras y amplias distribuciones de tamaño no fluyen.

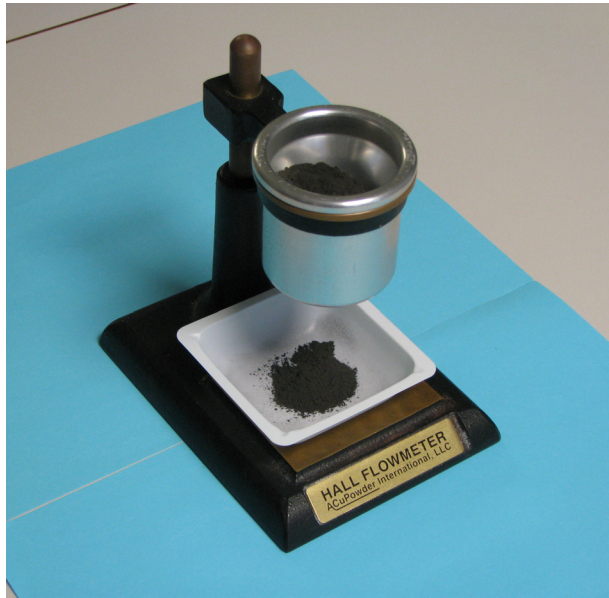


Figura 4.21 Flujometro Hall.

Por las características del equipo *Laser Cladding*, en cuanto a la alimentación de los polvos. El polvo de recubrimiento sólo fluye para granulometrías entre 53 y 100 micras. Por lo tanto, las condiciones de la molienda se debieron adaptar a estos requerimientos y realizar adicionales procesos de tamizado para garantizar la fluidez de la mezcla en el equipo de alimentación del láser. Con lo cual, se tamiza el polvo en la tamizadora automática analysette 3 pro de Fritsch, figura 4.22, con parámetros de operación de 15 minutos de tiempo y amplitud de 2.5.



Figura 4.22. Tamizadora automática.

Mediante difracción de rayos X se han analizado los polvos obtenidos para determinar si existen deformaciones, esfuerzos residuales o algún cambio detectable en la red cristalina, en el material producto de la molienda, un aumento en contaminación o presencia de cambios cristalinos por efecto de la temperatura [2].

Para poder analizar más claramente la influencia del TiB_2 en la mezcla con Ti se realizaron inicialmente cordones de Ti con 0% de TiB_2 . El polvo de Ti para estos cordones también se ha obtenido por mezcla en el molino planetario de bolas. Sin embargo, por partir de otra granulometría y comportarse de forma menos frágil, las condiciones adecuadas del proceso se modificaron a 200rpm.

4.2 Realización y caracterización de los cordones

Tras haber obtenido y caracterizado la materia prima, y determinado los parámetros estándar de trabajo para el proceso *Laser Cladding*, el paso siguiente es la fabricación de los cordones, seguida de su caracterización.

4.2.1 Realización de los cordones

La fabricación de los cordones se realiza sobre láminas de 100 X 150 mm. Estas láminas se han limpiado con cepillo rotatorio y alcohol, se han marcado y se han pesado. El montaje de la lámina se realiza sobre una placa de aluminio con canales internos para la refrigeración y con perforaciones roscadas para poder sujetar la lámina mediante tornillos, la placa de refrigeración se observa en la figura 4.23 a).

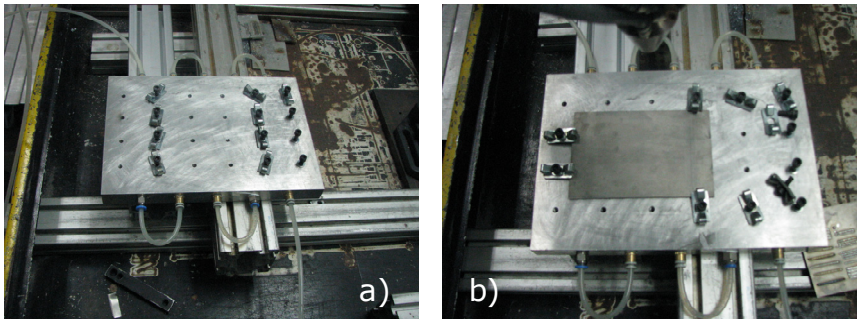


Figura 4.23 a) placa de refrigeración b) montaje de la lamina sobre la placa de refrigeración

Una vez se ha colocado la lamina de Ti sobre la placa de refrigeración, se posiciona el láser y se programa el recorrido que seguirá, esta programación se hace mediante control numérico computarizado y empleando la plantilla diseñada.

Un paso muy importante es la calibración de la alimentación de los polvos, el objetivo es poder determinar la relación existente entre el flujo expresado en gramos de material/minuto y las revoluciones de la tolva de alimentación del equipo. El polvo se deposita en el

alimentador de polvo, modelo Sulzer TWIN 10C, figura 4.25 a). Una vez se verifica que esté lleno el canal de 5 mm en el alimentador se contabiliza el tiempo y se pesa cuantos gramos de material han pasado del alimentador a la boquilla del equipo láser, figura 4.25 b). De esta forma se toman varias parejas de datos de revoluciones por minuto y gramos por tiempo, así se determina en una grafica de tendencia las revoluciones en el equipo que corresponderán a las cantidades de 3 y 5 g/min que son las establecidas en la investigación. Un ejemplo de estas graficas se observa en la figura 4.24.

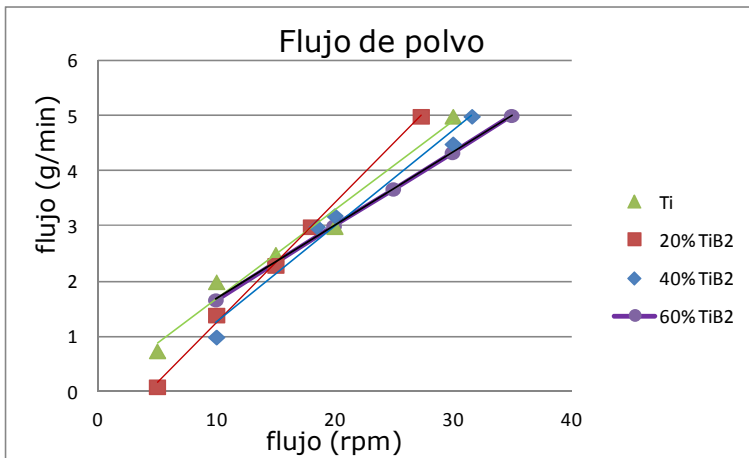


Figura 4.24 Equivalencia de flujo de polvo en rpm y g/min

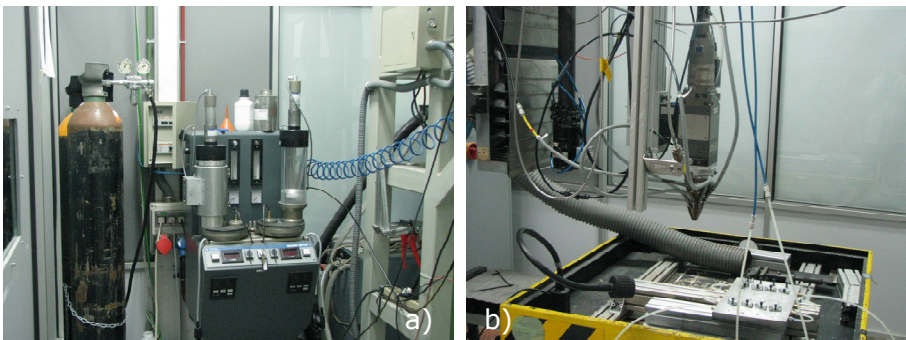


Figura 4.25 a) Tolva de alimentación y b) Equipo láser

Una vez calibrada la alimentación del polvo se debe verificar que los orificios de la boquilla láser no estén obstruidos y se debe observar un perfecto cono de distribución de los polvos desde la boquilla hasta la lamina, como se ve en la figura 4.26 a), por último se posiciona la boquilla a 12 mm del material, se cierra la cámara y se empieza el proceso. Como se observa en la figura 4.26 b) la trayectoria seguida es de arriba a abajo y de izquierda a derecha.

La experimentación se llevara a cabo mediante el empleo de los siguientes parámetros como constantes: gas de arrastre helio 2 litros/min y gas de protección helio a 20 litros/min

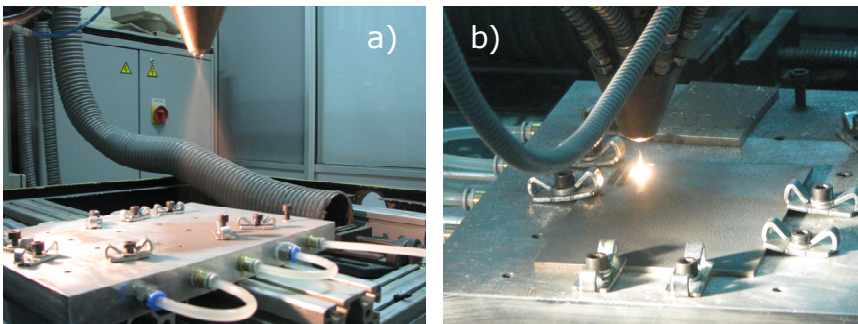


Figura 4.26 a) Cono de polvo en la boquilla laser y b) fabricación de los cordones.

Al terminar el proceso se tendrá la plantilla completa como se observa en la figura 4.27, por último se pesa la plantilla y se marca con el dato de material base, material de aporte, numeración de los cordones, fecha y recorrido seguido por el láser.

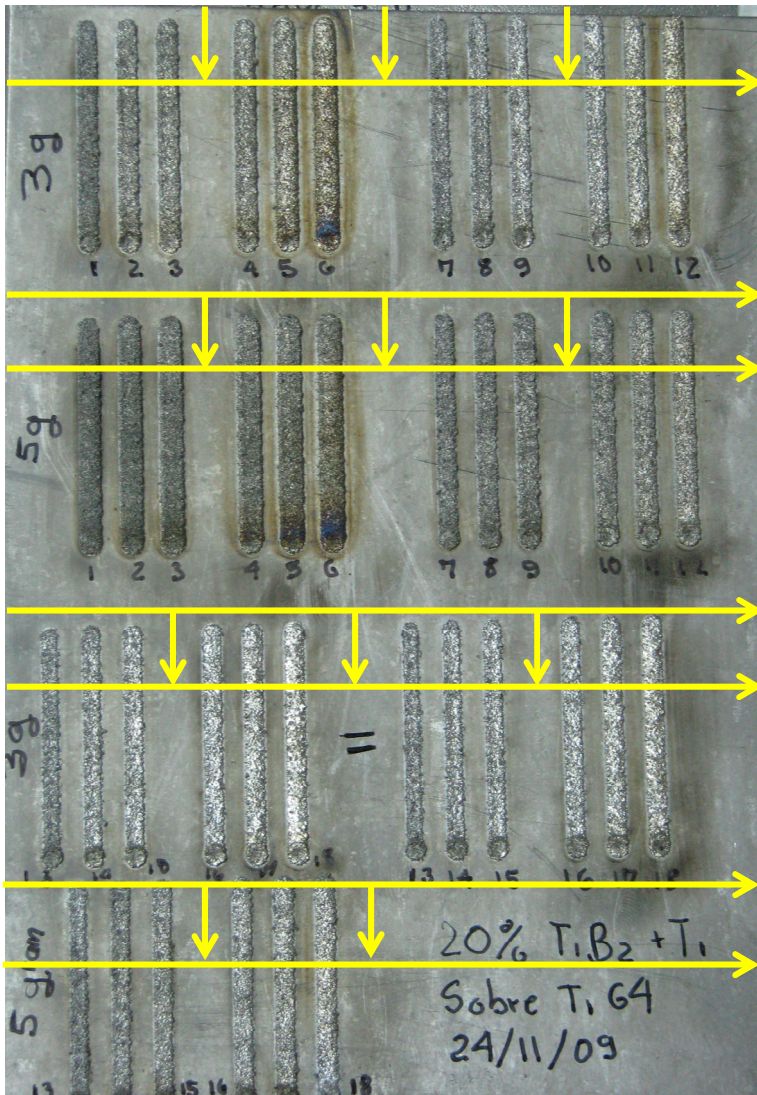


Figura 4.27 Plantilla terminada, con las indicaciones de las direcciones del láser y los cortes a realizar.

4.2.2. Caracterización de los cordones

La caracterización de los cordones se inicia con la caracterización dimensional. Tras determinar los parámetros geométricos del

cordón, se realiza la caracterización microestructural. Para finalmente determinar las propiedades mecánicas, mediante la realización de pruebas de dureza y nanoindentación.

Teniendo la plantilla terminada y habiendo marcado los cordones se realiza el corte según la diagramación en la figura 4.27, estos cortes se hacen en la tronzadora como se muestra en la figura 4.28.

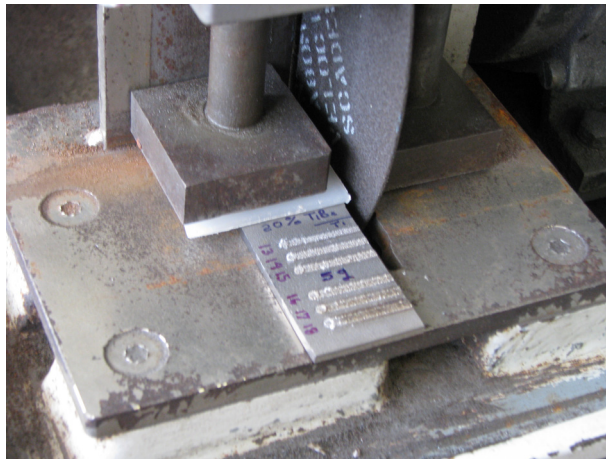


Figura 4.28 Corte de la lámina en la tronzadora.

La preparación metalográfica que se realiza es la correspondiente a la ya descrita en el apartado 4.1.1. Como lo muestra la figura 4.29, los cordones están en grupos de tres y enfrentados para prevenir mayores deformaciones en sus contornos.

Las probetas se deben cortar con adecuada refrigeración, por su baja conductividad térmica, el titanio tiende a crear una capa de deformación superficial la cual se puede observar como una pseudo microestructura [1].

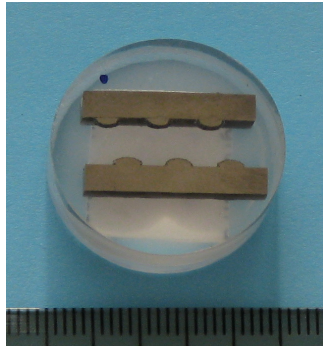


Figura 4.29 Ubicación de los codones en la probeta

La medición de los cordones se realiza inicialmente con imágenes tomadas a bajos aumentos, entre 10X y 20X mediante el empleo del microscopio estereoscópico SMZ 800, que se observa en la figura 4.30. De esta forma se ve la zona afectada por el calor (ZAC), la cual se ha identificado por el crecimiento concéntrico de los granos en torno a la zona central del cordón. Como un segundo paso, se diferencia el cordón, sobre la superficie, y el metal fundido, bajo la superficie, para estos dos se ha medido el ancho y el alto.



Figura 4.30 Microscopio estereoscópico Nikon SMZ 800.

Los parámetros a medir son:

H_z = Alto de la zona afectada por el calor.

W_z = Ancho de la zona afectada por el calor.

H_c = Altura del cordón.

W_c = Ancho del cordón.

H_m = Altura del metal base fundido o lo denominado dilución.

W_m = Ancho del metal base fundido.

$H = H_c + H_m$ = Altura de la sección transversal.

Estos parámetros se pueden observar en la figura 4.31.

Adicional a estos parámetros, se debe medir el área del cordón y el área del metal base fundido.

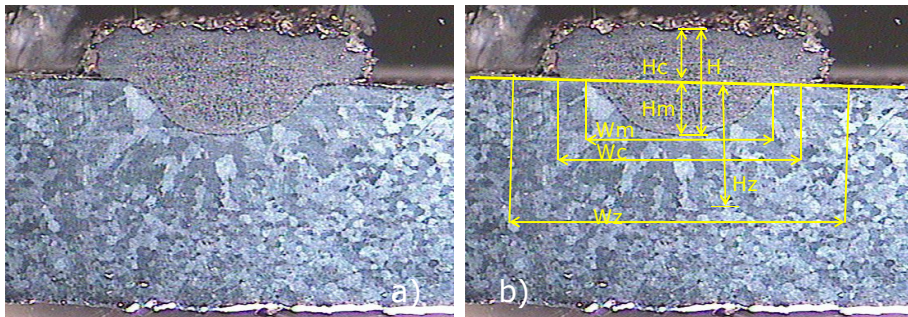


Figura 4.31 a) Imagen de un cordón, b) Parámetros a medir en la sección transversal del cordón

- Microestructura de los cordones

El primer paso que se realiza es determinar que efectivamente sobre el material base o sustrato se ha formado un cordón, un segundo paso es identificar en cada cordón la presencia de poros y grietas, y determinar según su tamaño y ubicación si estos

defectos son causas para desestimar el cordón. Algunos ejemplos de los defectos apreciados, se pueden ver en la figura 4.32.

Un segundo paso para los cordones que han superado el primer paso es tomar imágenes de la sección transversal del cordón y tomar detalles de la zona superior, intermedia inferior de la sección transversal del cordón; como se puede observar en la figura 4.33 la zona superior corresponde al cordón, la intermedia a zona del cordón y del material base fundido y la inferior a zona del material base fundido. Con esta metodología se pretende encontrar las microestructuras características.

Un tercer paso en el estudio es tomar imágenes en microscopia electrónica de las microestructuras características encontradas en el estudio de microscopia óptica. En este estudio es importante tomar imágenes con electrones retrodispersados, para saber aproximadamente la distribución de boro.

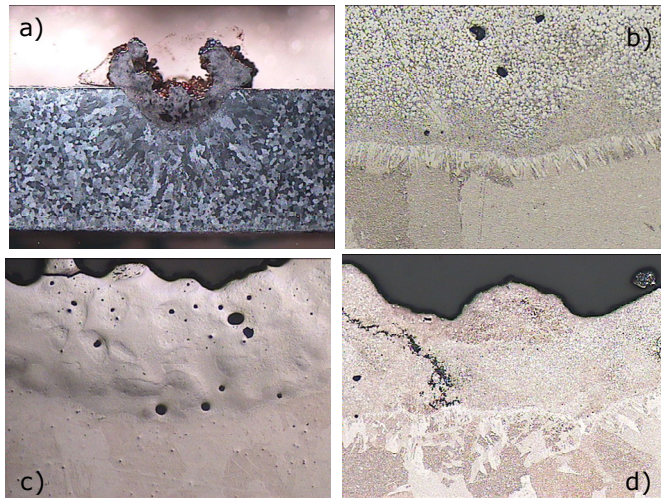


Figura 4.32 Defectos principales observados. a) ausencia de recubrimiento. b) y d) agrietamiento. c) porosidad.

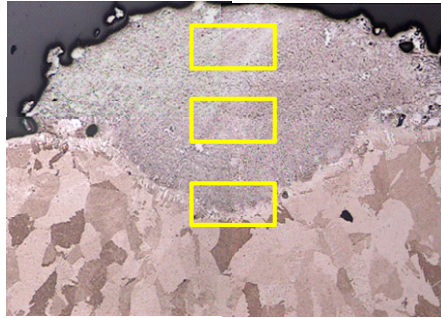


Figura 4.33 Zonas elegidas para el estudio microestructural de la sección transversal del cordón.

- Propiedades de dureza de los cordones

Análogo al barrido realizado a la sección transversal de cordón desde la parte superior a la inferior, en el caso microestructural. Se realiza un barrido de dureza en la escala de microdureza Vickers con cargas de 200 gramos y haciendo indentaciones cada 100 micras. El equipo empleado para realizar estas pruebas es el microdurometro marca Mitsuzawa MHT2, figura 4.34.



Figura 4.34 Microdurometro MHT2.

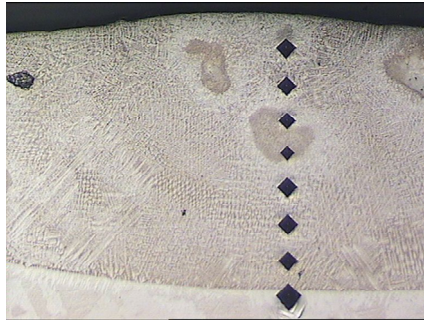


Figura 4.35 Barrido de microdureza cordón 16 40% Ti 5g/min.

Al relacionar las microestructuras encontradas con los valores de microdureza se llega a la conclusión que existen estructuras de tamaño muy pequeño, para las cuales la caracterización mediante la técnica de microdureza Vickers no es lo suficientemente sensible, por lo que se realiza también barridos de Nanoindentación. El equipo empleado es un Nanoindentador G200 MTS con una punta de diamante Bercovich, figura 4.36.



Figura 4.36 Nanoindentador G2000 MTS.

El indentador penetra la superficie del espécimen bajo una velocidad de control, en nuestro caso, de desplazamiento y la correspondiente variación de la fuerza como función del desplazamiento es continuamente registrada tanto en la carga como en la descarga, figura 4.37 a). En la figura 4.37 b) se observa la imagen de la huella de nanoindentación.

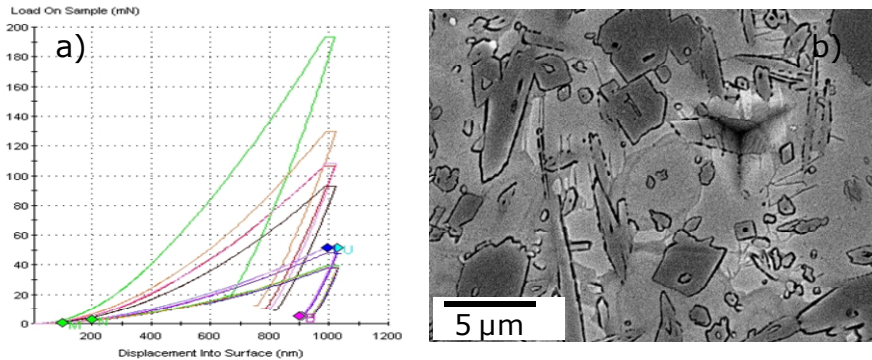


Figura 4.37 a) Curva de carga para la prueba de nanoindentación b) imagen de una huella de nanoindentación realizada a 1000nm, su tamaño aproximado es de 4 micras.

El proceso causa tanto deformación plástica como elástica. La pendiente de la curva incrementa con la profundidad de indentación a causa de que el indentador hace cada vez mayor contacto con el material durante la indentación. La dureza del material se puede encontrar como la división de la fuerza de indentación por el área de contacto en cada punto a lo largo de la curva de carga. Esto permite una medida de dureza como función de la profundidad de la indentación.

Según investigaciones realizadas de caracterización de compuestos de boro y titanio [3]. La geometría de estos compuestos es de agujas finas, de 200 nm de diámetro y 15 μm de longitud, placas de 1 μm x 3 μm y 15 μm de longitud, y agujas gruesas de 3 μm de diámetro y 50 μm de longitud. Por tanto, conociendo las dimensiones de los compuestos esperados y analizando los

tamaños de las huellas de nanoindentación, mediante el empleo del microscopio electrónico de barrido, se llega a la conclusión de elegir como profundidad para el análisis 1000 nm, en el caso de encontrar los compuestos de menor dimensión, se tomaran los valores entre 225 y 175 nanómetros, para tratar de evitar el efecto de la matriz de Ti en el valor promedio de la nanodureza.

En la figura 4.38 se observa el perfil de nanoindentación realizado en el cordón y la gráfica de nanoindentación, de dureza contra profundidad dentro de la muestra.

Al relacionar la microestructura con los valores de nanoindentación se encuentra que existe una gran diferencia en los valores encontrados para huellas consecutivas en el barrido, a una distancia de 50 micras una de la otra. Por lo tanto, se realiza una matriz de nanoindentación, de 50 X 100 micras, de 5 columnas por 10 filas. Mediante esta matriz se podrá diferenciar mejor la dureza de cada compuesto.

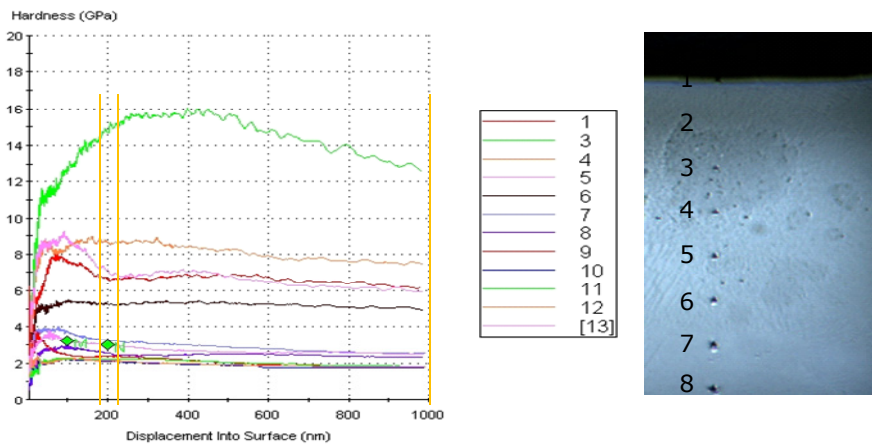


Figura 4.38 Ejemplo de un perfil de Nanoindentación, la grafica muestra la variación de la dureza con la profundidad de penetración.

Una forma de caracterizar por composición de tipo comparativo es realizar análisis de WDS (wavelength dispersive spectrometry). El procedimiento se lleva a cabo en el microscopio electrónico de barrido y la preparación de las probetas se hace de la manera usual con el recubrimiento de oro, inicialmente se hace una calibración del boro mediante el empleo de un patrón de alta pureza, en este caso una aleación de Lantano-Boro. Se ha realizado el procedimiento a 20KV y 30mm de la muestra.

Tras el análisis de la relación de la microestructura con las propiedades mecánicas de dureza, en la sección transversal del cordón, el análisis de WDS se realiza igualmente haciendo un barrido desde la zona superior del cordón hasta la zona de la ZAC. Mediante este procedimiento se establece la distribución de boro en el cordón y la difusión de este elemento en la ZAC.

Al encontrar compuestos de boro distribuidos en la matriz de titanio y establecer que su abundancia se modifica dependiendo del cordón analizado, se relaciona la abundancia de estos compuesto en la parte central del cordón con los parámetros del proceso. Esta relación se establece al tomar imágenes en el microscopio electrónico de barrido, empleando electrones retrodispersado, y aprovechando la gama de niveles de gris, que se presenta entre los compuestos de boro y el Ti, se determina el % de área ocupada por los compuestos, en la imagen del material tomada a 1000 X. Este porcentaje se calcula con ayuda del software de manejo de imágenes, que tiene el microscopio electrónico de barrido.

4.3 Realización y caracterización de los recubrimientos

Una vez se selecciona qué cordones cumplen con las características apropiadas en aspecto y propiedades, se procede a fabricar los recubrimientos con los parámetros de proceso que ha suministrado un buen cordón. Sin embargo, se debe tener en cuenta que, aunque un cordón individual haya sido aceptado, no implica necesariamente que el recubrimiento cumpla con las características deseadas, esto principalmente por los cambios

térmicos que se producen en el recubrimiento que no tienen los cordones.

4.3.1 Realización de los recubrimientos

Al realizar los recubrimiento se observa una gran deformación en la lámina, por efecto del aumento de temperatura, aunque la placa refrigeradora extrae parte del calor generado, el efecto continuo del láser no permite equilibrar la temperatura. Por lo tanto se realizan sólo dos recubrimientos por placa. La fabricación de un recubrimiento se puede ver en la figura 4.39.

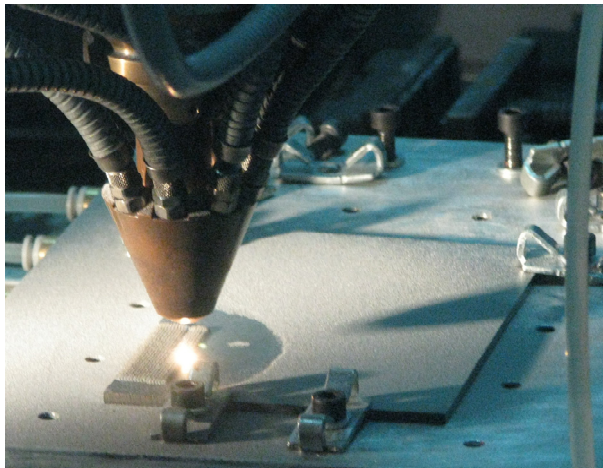


Figura 4.39 Imagen del laser en la fabricación de un recubrimiento.

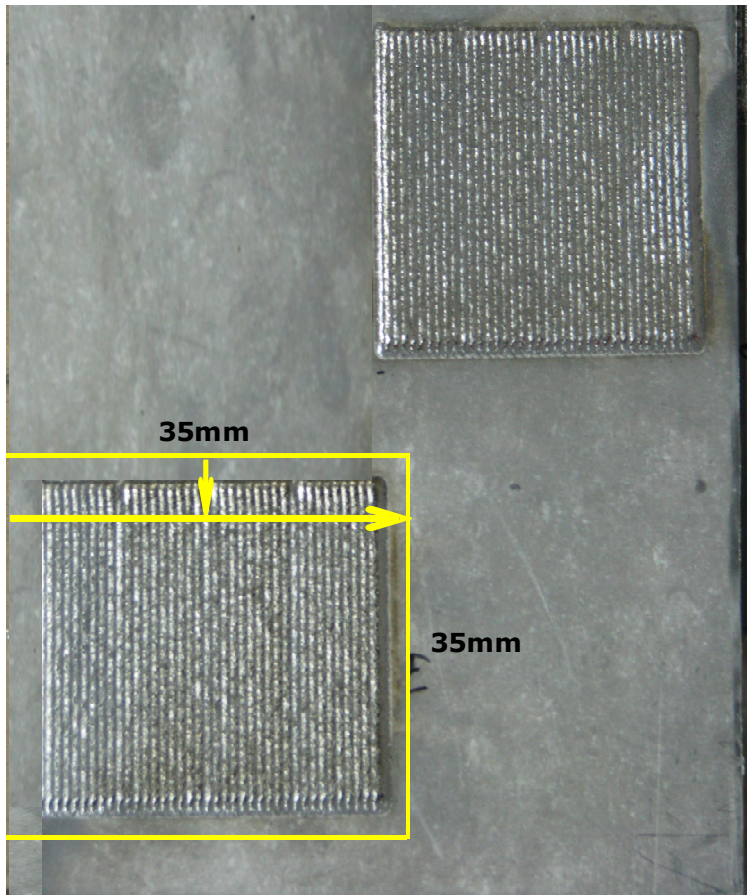


Figura 4.40 Imagen de la plantilla de recubrimientos con indicación de los cortes a realizar.

4.3.2 Caracterización de los recubrimientos

Los recubrimientos se cortan, en la tronzadora, en secciones de 35 por 35 milímetros quedando un área útil de 30 x 30 mm, en la figura 4.40 se muestran los cortes realizados para hacer el proceso de embutido.

Para el proceso de embutido, los dos trozos cortados del recubrimiento, se colocan enfrentados, para prevenir deformaciones en su contorno.

La preparación metalográfica de los recubrimientos es la misma que para los cordones, descrita en la sección 4.1.1.

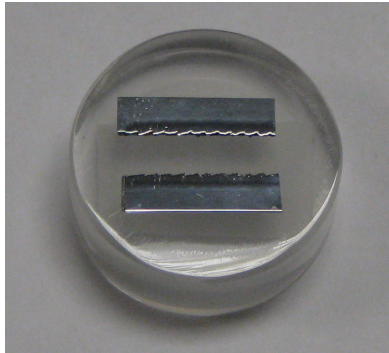


Figura 4.41 Montaje de recubrimientos en metacrilato

Para el análisis geométrico, se observa el recubrimiento a bajos aumentos, 10X y 20X, tomando las imágenes correspondientes, con la ayuda de estas imágenes se establece, inicialmente, el límite entre el metal base y el recubrimiento, como se observa en la figura 4.42. Una vez determinado este límite, se toman las dimensiones de las alturas en los primeros cordones para establecer una posible relación entre ellas y se dimensionan las áreas tanto del recubrimiento como del material fundido.

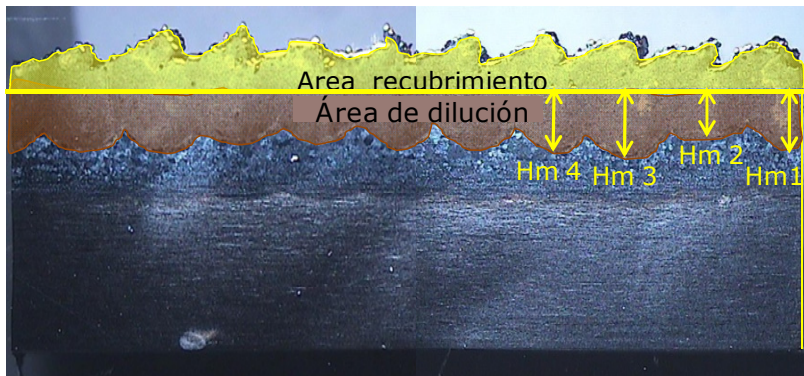


Figura 4.42 Imagen de los parámetros geométricos del recubrimiento

Una vez ya tenemos caracterizado el recubrimiento en su geometría, se ha procedido a realizar el estudio microestructural, mediante microscopía óptica y electrónica, en varios cordones del recubrimiento y en sus zonas intermedias así: en la zona superior intermedia e inferior del primer cordón, en la zona inferior del tercer cordón, y en las zonas intermedias entre el primero y el segundo, y entre el segundo y tercero.

Como un siguiente paso se toman barridos de microdureza en la parte central de los tres primeros cordones para establecer si hay variación de propiedades entre cordones. En la figura 4.43 se observa un barrido horizontal tomado en la zona del cordón cada 250 micras y un barrido vertical con huellas cada 100 micras.

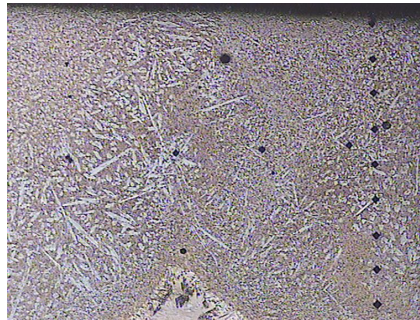


Figura 4.43 Imagen de los perfiles de microdureza vertical y horizontal.

Posteriormente, se realiza barridos de nanoindentación en un cordón y en una zona intermedia entre cordones y se realiza una prueba de WDS en la sección del cordón, haciendo un barrido de la parte superior, intermedia e inferior. Adicionalmente, en la zona intermedia entre los cordones y finalmente en la zona de la ZAC.

Terminadas estas pruebas, es necesario, la identificación de las fases presentes en el recubrimiento. Por tanto se realiza pruebas de composición de fase mediante difracción de rayos x.

Se compara dos recubrimientos a 5.6 y 9 kJ/ cm² para observar el efecto de la irradiancia sobre la formación y abundancia de las fases. Se compara dos recubrimientos con diferente material base,

para ver la influencia de los elementos de aleación. Y se compara recubrimientos con diferentes porcentajes de TiB_2 para ver la influencia de este compuesto en la presencia de fases de Ti y B.

Adicionalmente, como se ha realizado en la metodología seguida, al hacer barridos en la sección transversal del cordón para obtener información sobre posibles variaciones. Para el caso de difracción, se realiza análisis inicial al recubrimiento, posteriormente quitamos 100 micras del recubrimiento, en su superficie, y se hace nuevamente difracción, tras esto se comparan los difractogramas. Para analizar en diferentes alturas en la sección del cordón se quita material, a 100, 200 y 500 micras, medido desde la superficie inicial, figura 4.47.

Para realizar las pruebas de difracción es necesario tener una superficie plana. Por tanto, es necesario realizar el rectificado del recubrimiento.

El Proceso de Rectificado se realiza en el equipo SAIM E-4, figura 4.44, mediante una muela de alúmina, de espesor 10 mm. El montaje consiste en colocar sobre el plato magnético una mordaza y en ella posicionar la sección de recubrimiento. El recorrido se debe hacer con la rotación de la muela en sentido perpendicular a los cordones, es importante verificar la planitud del recubrimiento, para lo que se emplea un nivel, y el estado paralelo entre superficie de la muela de esmeril y la superficie de la probeta, lo que se realiza mediante el tallado de la muela con un soporte de diamante colocado directamente sobre el plato magnético.

El montaje no debe moverse hasta terminar el proceso. Teóricamente mediante el proceso de rectificado mediante esmeril de tienen rugosidades de 0,2 a 0,8 micras, en nuestro caso la rugosidad obtenida es de 0,58 micras

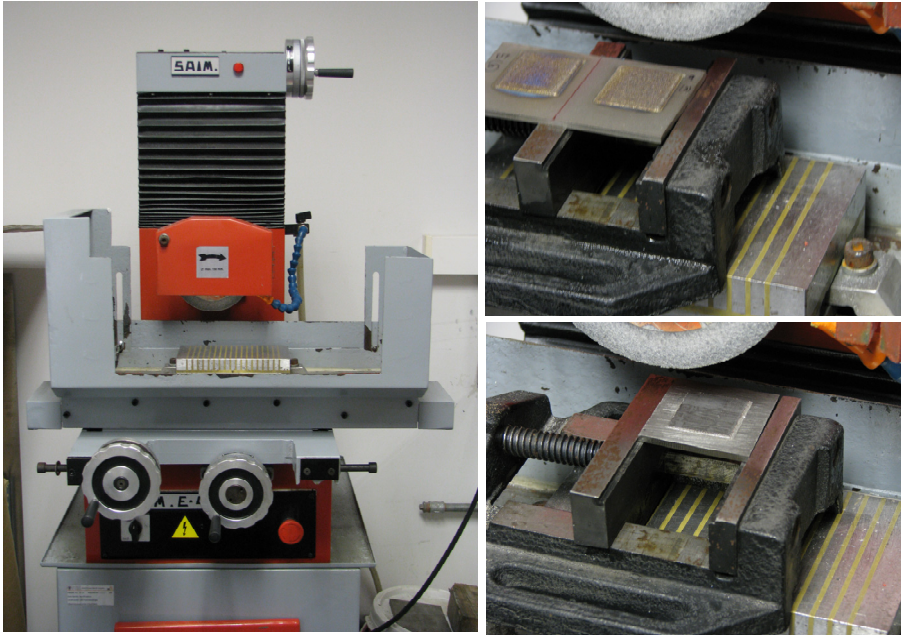


Figura 4.44 Imagen del equipo para rectificado con el montaje de los recubrimientos

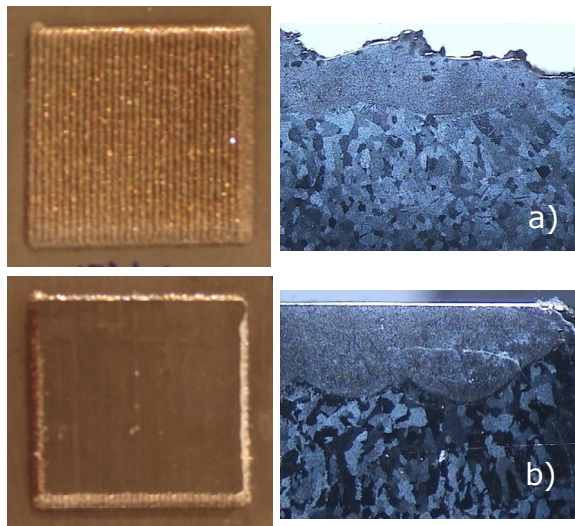


Figura 4.45 Imagen de recubrimientos y su sección transversal a) antes del rectificado (original) y b) después del rectificado

En la figura 4.45 se observa la probeta y el perfil del recubrimiento antes y después del proceso de rectificado, Una vez rectificada la muestra, se corta una sección de 30 x 14 mm, que es el tamaño adecuado para el porta muestras del difractor, figura 4.46.

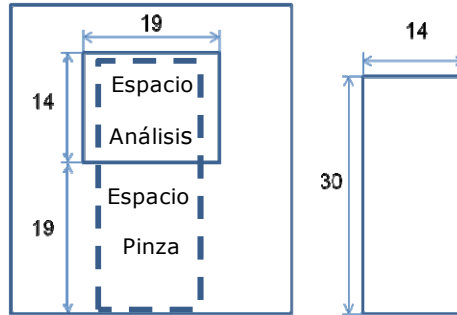


Figura 4.46 Imagen del portamuestras del difractor y sobrepuesta, la probeta a analizar.

Tras realizar el primer difractograma, con la sección completa, se rectifica nuevamente, con una profundidad de 100 micras y se vuelve a analizar en el difractor, se realiza la misma secuencia quitando después otras 100 micras y por ultimo 300 micras, figura 4.47.

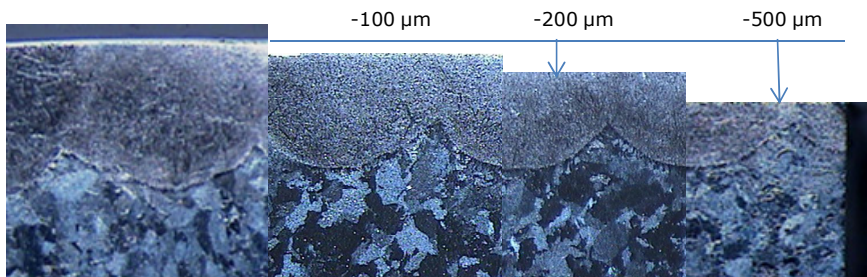


Figura 4.47 Secuencia de pasos en la difracción

Considerando que la difracción es un fenómeno en volumen y afecta a gran cantidad de material, al final los resultados que tenemos son difractogramas a diferentes profundidades, donde se identifican los picos característicos de los compuestos presentes.

En el proceso de caracterización de los constituyentes del recubrimiento aun había preguntas a resolver sobre tamaño de grano, orientaciones preferentes y encontrar alguna forma de contrastar los resultados de los difractogramas, por tanto se ha realizado la prueba de EBSD.

La técnica de EBSD (difracción de electrones retrodispersados) emplea un haz de electrones que interactúa con la muestra barriendo una zona determinada, el haz es dispersado inelásticamente en todas las direcciones y, los electrones dispersados siguiendo la ley de Bragg formaran un cono que será registrado en una pantalla fluorescente en forma de bandas o pares de líneas paralelas figura 4.48 a). Estas líneas paralelas conocidas como líneas de Kikuchi, formaran un patrón característico de la estructura y la orientación cristalina, de la región en la muestra desde donde se genera. El patrón puede ser indexado para relacionar las bandas con los planos específicos y las direcciones del cristal, ya que cada par de líneas, representa un plano en el cristal, siendo el espaciamento entre pares de líneas inversamente proporcional a la distancia interplanar, mientras que los puntos de intersección de estas, representan cada uno una dirección cristalográfica.

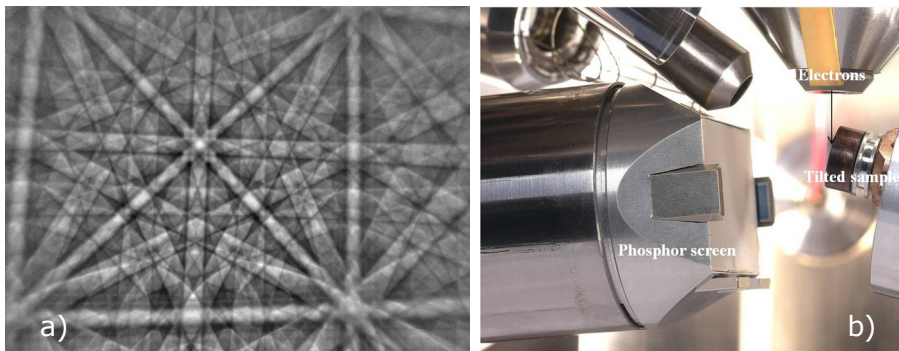


Figura 4.48 a) Patrón de difracción de electrones retrodispersados (EBSD)
b) Cámara de SEM mostrando la disposición de la muestra y la pantalla de fosforo, (Oxford Instruments)

Esta técnica puede ser utilizada para medir la morfología de los granos, la orientación cristalina preferencial o textura del material y las desorientaciones de los límites de grano.

Para esta prueba el material debe ser procesado de tal forma que su superficie sufra la mínima deformación y además no debe quedar en la superficie ningún residuo o partícula y debe tener un espesor de aproximadamente 1 mm.

El primer paso es cortar la sección de 1 mm de espesor, esto se ha realizado en la cortadora Secotom 1-5 de Struers, cuya imagen se ve en la figura 4.49, posterior a esto se ha embutido en metacrilato y se ha realizado el procedimiento de preparación metalográfica del apartado 4.1.1, solo se han cambiado dos aspectos, la fuerza aplicada sobre las probetas se disminuyo a la mitad y el tiempo se llevo al máximo de 10 minutos. Esta ultima considerando, que el Ti tiende a formar deformación mecánica.

Al final la probeta se saca del metacrilato y se monta en un soporte orientado a 70°, en la cámara del microscopio electrónico de barrido, figura 4.48 b)



Figura 4.49 Imagen del la cortadora Secotom 1-5 de Struers

- Estudio exploratorio de desgaste para los recubrimientos

Como paso final del desarrollo se realizaron algunas pruebas exploratorias sobre desgaste en el material de recubrimiento.

Estas pruebas se realizaron en el Ti, Ti6Al4V y en el recubrimiento 40% de TiB₂ en sustrato de Ti, con potencia de 1000W y velocidad de 12mm/s, se eligió este material por tener casi en su totalidad estructura eutéctica en el recubrimiento.

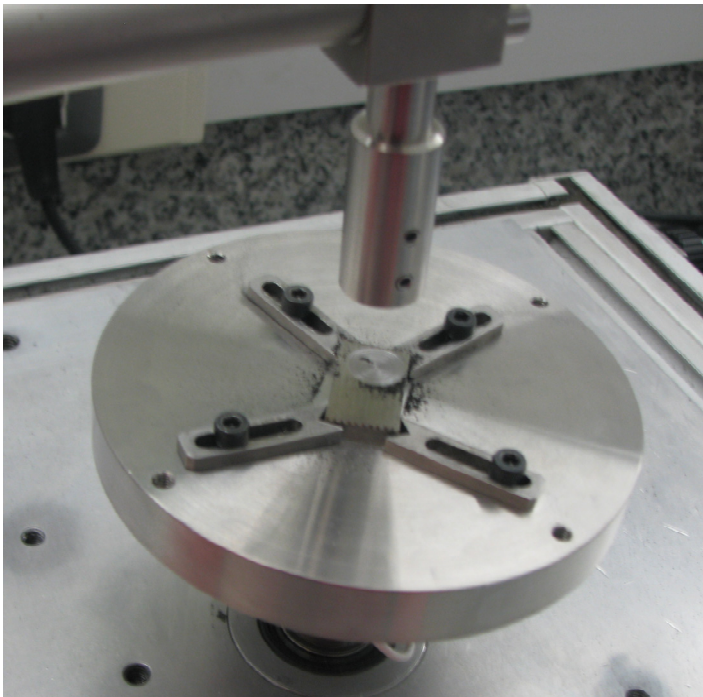


Figura 4.50 Imagen del Tribómetro MT 4002.

La probeta para el ensayo es de 14 X 30 mm, esta probeta ha sido rectificadas, de acuerdo al procedimiento de la figura 4.44, con un valor final de $R_a = 0.68 \mu\text{m}$. El equipo empleado es un tribómetro microtest MT 4002, figura 4.50.

Se empleó un pin cilíndrico de 6 mm de diámetro de Ti6Al4V, con una dureza de 350 HV. El recorrido del ensayo es de 1000 metros, se aplica una carga de 5N y se realiza en seco.

Se ha comparado los coeficientes de fricción y las perdidas en volumen. El proceso de pesaje se realiza tanto para el pin como para la probeta, antes y después del ensayo.

Referencias. Capítulo 4

- [1] Struers, Application Notes, Jorgen Larsen Grafisk A/S.
- [2] C. Suryanarayana, Mechanical alloying and milling, Progress in materials Science. 46 (2001) 1-84.
- [3] B.J. Kooi, Y.T. Pei, J.Th.M. De Hosson, The evolution of microstructure in a laser clad TiB – Ti composite coating, Acta Materialia, 51 (2003) 831-845.

5. RESULTADOS

En este capítulo se presentan los resultados de la investigación: Se ha intentado mantener el mismo orden de los capítulos de planeación y desarrollo.

5.1 Obtención del material de recubrimiento

Mediante la técnica de aleado mecánico se resolvió de forma adecuada nuestro objetivo que es garantizar unos polvos de partida con la suficiente homogeneidad en composición y tamaño de partícula.

Una vez determinada la morfología y composición de los polvos de partida, descrita en el capítulo de desarrollo, se presenta aquí la metodología seguida para la obtención de los polvos de recubrimiento mediante aleado mecánico, cabe recordar que esta metodología se ha descrito en detalle para la aleación de Ti + 40% de TiB₂, información adicional sobre el proceso de transformación de las partículas en imágenes se encuentran en los anexos A y B.

5.1.1 Morfología del material de recubrimiento

Los polvos aleados mecánicamente a 125 rpm y tiempos de 30, 60, 90 y 120 minutos se ven en la figura 5.1, el titanio se fragmentó y su tamaño es menor al original, al ver los contrastes de intensidad, mediante electrones retrodispersados, que nos permite identificar los tonos más claros del boro y los más oscuros del titanio, Se observa una distribución muy poco homogénea

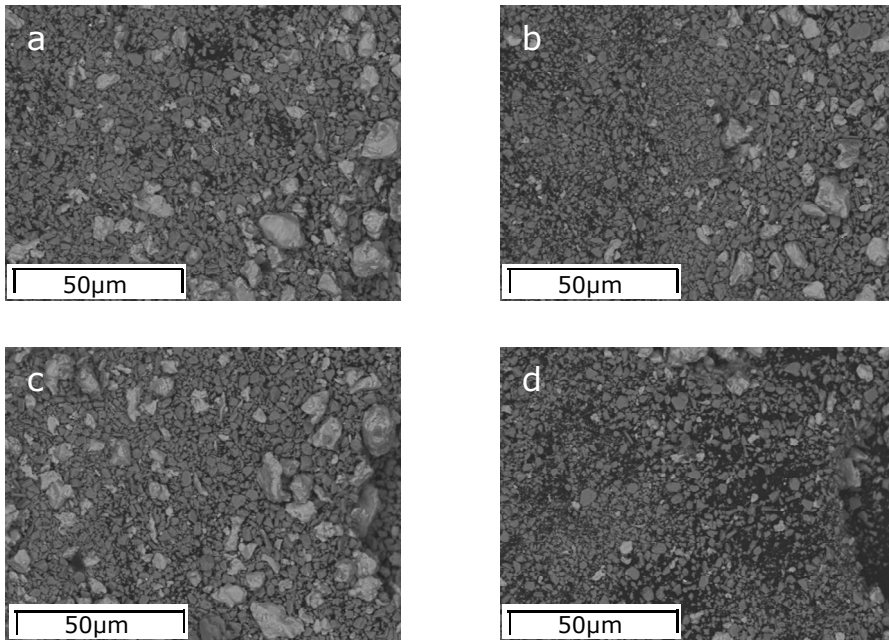


Figura 5.1 Micrografía SEM mostrando la morfología del polvo de Ti + 40% de TiB_2 a 125 rpm a diferentes tiempos a) 30 min, b) 60 min, c) 90 min y d) 120 min

Los polvos realizados a 150 rpm se observan en la figura 5.2, hay unión entre las partículas de Ti y TiB_2 . En su forma ya es claro que a medida que aumentamos el tiempo aumenta el tamaño de las partículas, es decir que ya la energía de proceso además de romper las partículas es capaz de coalescerlas. Sin embargo aun el tamaño de partícula es inferior al requerido.

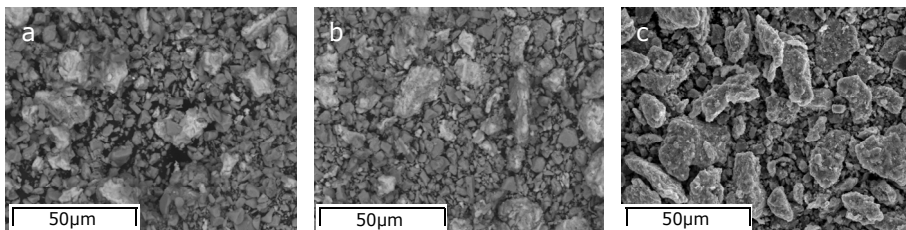


Figura 5.2 Micrografía SEM mostrando la morfología del polvo de Ti + 40% de TiB_2 a 150 rpm a diferentes tiempos a) 60 min, b) 120 min y c) 240 min

Los polvos realizados a 175 rpm se observan en la figura 5.3. En este caso se observan partículas de mayor tamaño, pero a la vez hay partículas muy pequeñas ricas en boro que quedan sueltas, ya es clara la formación de las partículas grandes como aleación, pues se observan las dos tonalidades de gris en la superficie. En el caso de 175 rpm y 6 horas se ve un tamaño de partícula más adecuado.

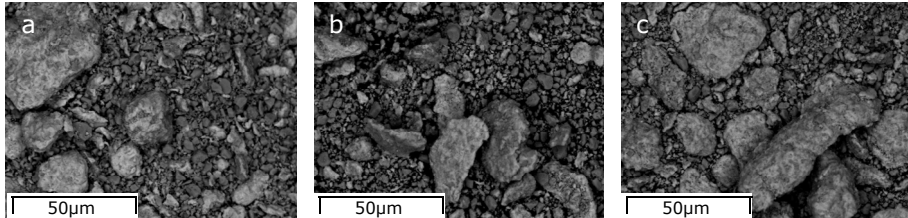


Figura 5.3 Micrografía SEM mostrando la morfología del polvo de Ti + 40% de Ti B₂ a 175 rpm a diferentes tiempos a) 120 min, b) 240 min y c) 360 min

Una vez se han determinado las condiciones más adecuadas de revoluciones y tiempos para tener partículas obtenidas por aleado mecánico con tamaño superior a 53 micras, se realiza análisis de granulometría para verificar los tamaños medios de partícula.

El análisis de granulometría se realiza para el proceso a 175 rpm a tiempos de 1, 2, 4, 6, 8 y 12 horas. Los diagramas de granulometría se pueden observar en el anexo A, en ellos se puede observar: para el material tras una hora de molienda, una gran dispersión de tamaño de las partículas, hay tamaños de partícula desde una micra hasta 100 micras, aproximadamente, con un mayor porcentaje en volumen de 5 a 80 micras, figura A1 a), para 2 horas de molienda se aprecia un aumento en volumen de las partículas con 30 micras aprox. pero se ve como el 50% de volumen está formado por partículas con tamaño inferior a 15 micras aproximadamente, figura A1 b). En la figura A1 c) se observa que la granulometría de las partículas, luego de 4 horas de molienda, es más uniforme que a 1 y 2 horas y el tamaño promedio ha aumentado.

En la figura A2 a), la granulometría de las partículas tras de 6 horas de molienda es la más uniforme, además con el tamaño promedio mayor. En las figuras A2 b) y c) que representan los tiempos de molienda de 8 y 12 horas respectivamente, se ve como aumenta la dispersión de las partículas, y reaparecen partículas de tamaño pequeño disminuyendo el tamaño promedio, en estos casos es más representativo el fenómeno de fractura que el de coalescencia de la partículas, a mayor tiempo menos homogéneo.

En la figura 5.4 Se puede ver como efectivamente en el tiempo de 6 horas se tiene el mayor volumen de partículas con tamaño superior a 53 micras. Como complemento a la figura anterior se tiene la figura 5.5 que muestra que para un tiempo de 6 horas se tiene un tamaño promedio de partícula mayor a 50 micras, es decir que aunque solo el 30% del volumen es superior a 53 micras hay por lo menos un 20% adicional con dimensiones muy cercanas.

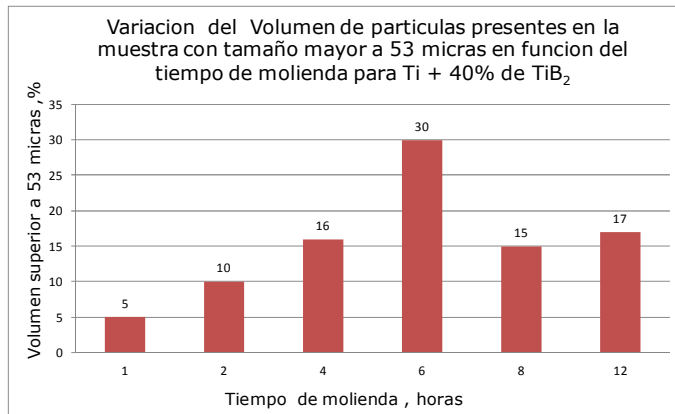


Figura 5.4 Variación del volumen de partícula con tamaño superior a 53 micras para diferentes tiempos de molienda

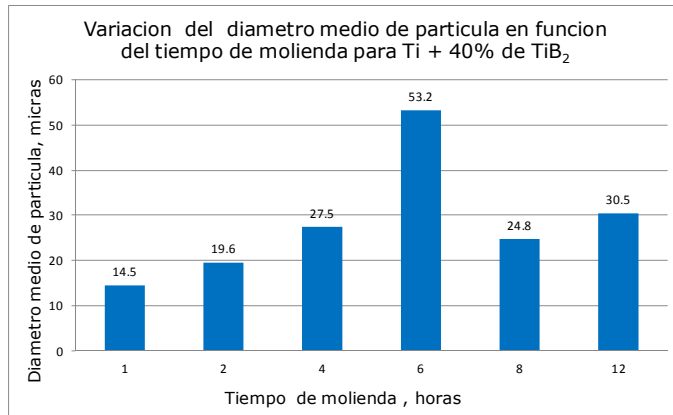


Figura 5.5 Variación de tamaño de partícula en función del tiempo de molienda.

5.1.2 Composición del material de recubrimiento

Tras realizar el análisis de tamaño de partícula, granulometría y concluir con la obtención de los parámetros de la molienda para el material de recubrimiento se continua con un ensayo de difracción de rayos X.

En la figura 5.6, se puede observar la posición, la intensidad y amplitud de los picos características de la aleación mecánica de los polvos de Ti + 40% TiB₂, con 175 rpm a 2, 4 y 6 horas. Se observa que prácticamente no hay cambio alguno.

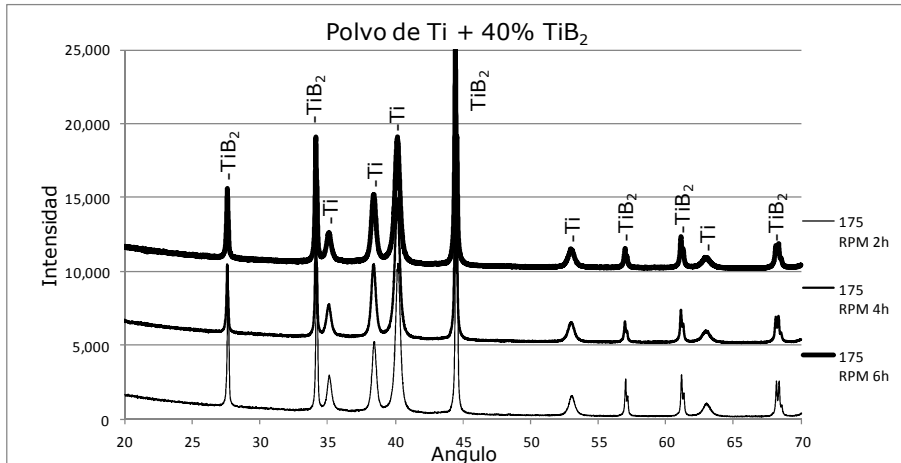


Figura 5.6 Difractograma de la mezcla de polvo de Ti + 40% de Ti B₂ a 175 rpm y 2, 4 y 6 horas

Mediante pruebas de espectrometría realizadas en el centro tecnológico AIMME se establece que la muestra de polvo tras del proceso de molienda a 175 rpm y 6 horas contiene un 0,97% de oxígeno, el cual, se puede pensar que procede en parte de la oxidación del polvo y otra parte de la zirconia empleada para recubrir la jarra. El contenido de boro es de 10,82% en peso que es equivalente a modificar la composición inicial de 40 % de TiB₂ a tener 34,6% de TiB₂.

El % de boro es un poco menor, posiblemente por ser éste de mucha menor granulometría que el Ti, y por tanto, es más fácil que se presenten pérdidas.

5.2 Caracterización de los cordones

Los resultados de caracterización de los cordones empieza por la caracterización de tipo geométrico, luego el análisis microestructural y por último las pruebas de dureza con la medición de microdureza y el estudio de nanoindentación. Este análisis se realiza en el sustrato de Ti; sin polvo, con polvo de Ti únicamente y con polvo de Ti y TiB₂ (20, 40 y 60%). Para el caso de 20% de TiB₂ se hará además con el sustrato de Ti6Al4V.

5.2.1 Efecto del laser en el sustrato de Ti

Como se aprecia en la Figura 5.7, el efecto térmico del láser en el material base es muy importante, observándose un aumento del tamaño de grano y una orientación concéntrica al centro del haz incidente; sin embargo, no se observan cambios a estructuras fuera de equilibrio por el efecto del salto térmico, pero si hay un cambio en el valor de dureza del estado inicial de 130 a 170 HV. Ésto se puede ver en las tablas de los perfiles de dureza en la ZAC (Zona afectada por el calor).

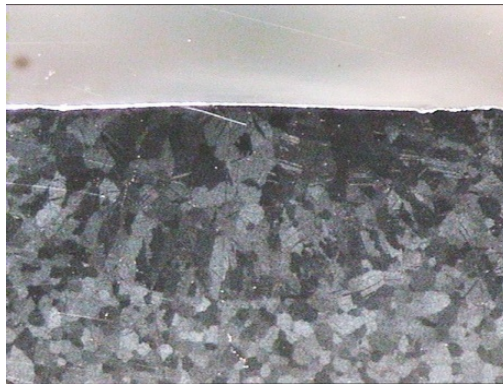


Figura 5.7 Efecto del laser en el Ti con las condiciones del cordón 16 (800W y 12 mm/s)

En el procedimiento se empieza por el estudio geométrico de la influencia del láser sin la presencia del polvo sobre el sustrato de Ti Grado 2, los valores se reportan en la tabla 5.1. La tabla muestra la variación de los valores de ancho y alto de la zona afectada por el calor (ZAC), es importante tener en cuenta la interacción de las variables de entrada de potencia y velocidad, por esto se presentan en la tabla.

Los parámetros geométricos de ancho y altura corresponden a los patrones presentados en la sección 4.2.2 del desarrollo experimental.

Tabla 5.1 Relación de parámetros del láser con la geometría de la ZAC, sin polvo y sobre sustrato de Ti.

Cordón Nº	P (W)	V (mm/s)	Wz (μm)	H _z (μm)	P/D ² (kW/cm ²)	P/VD (kJ/cm ²)
1	500	5	3233	1130	12.5	5.00
2	600	5	3500	1502	15	6.00
3	700	5	3907	1590	17.5	7.00
4	800	5	4074	1843	20	8.00
5	900	5	4324	2028	22.5	9.00
6	1000	5	4851	2667	25	10.00
7	500	8	3741	1250	12.5	3.13
8	600	8	3139	1129	15	3.75
9	700	8	3291	1321	17.5	4.38
10	800	8	3352	1364	20	5.00
11	900	8	3490	1370	22.5	5.63
12	1000	8	3788	1634	25	6.25
13	500	12	2771	813	12.5	2.08
14	600	12	2982	964	15	2.50
15	700	12	3038	1117	17.5	2.92
16	800	12	3159	1295	20	3.33
17	900	12	3380	1290	22.5	3.75
18	1000	12	3769	1443	25	4.17

5.2.2. Efecto del láser en el conjunto de sustrato de Ti y aporte de polvos de Ti sin boro.

Teniendo en cuenta que en la investigación se trabaja con diferentes porcentajes de diboruro de Titanio, se empieza por analizar el aporte de Ti con 0% de boro.

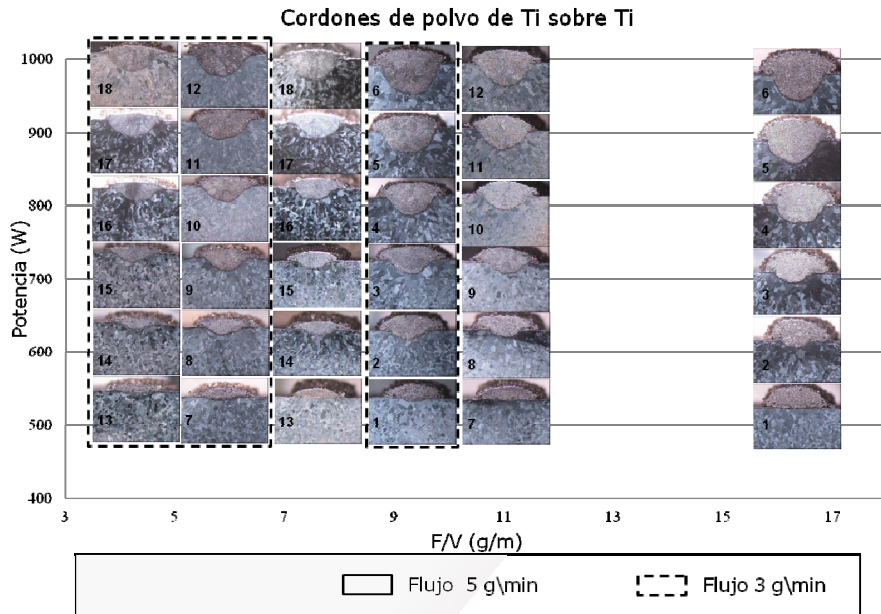


Figura 5.8 Efecto de los parámetros del láser, sobre el ancho y el alto de la zona transversal del cordón.

En cuanto a la apariencia de los cordones de Ti sobre Ti en general se puede afirmar que todos forman cordones con una buena unión metalúrgica casi exentos de poros y grietas.

Es importante recordar que lo que se considera el área transversal del material incluye la zona del cordón y la zona del material fundido o zona de dilución. Y se puede afirmar en general que la sección transversal del cordón aumenta al aumentar la potencia, figura 5.8.

Tabla 5.2 Relación de parámetros del laser con la geometría del cordón, con polvo de Ti sobre sustrato de Ti, con flujo de 3 gramos / minuto

Nº	P W	V mm/s	Wz µm	H _z µm	W _c µm	H _c µm	W _m µm	H _m µm	P/VD D. Energía kJ/cm ²	D %	η %	F/V g/m	W _c /H _c
1	500	5	3302	1128	1929	477	809	130	5.00	8.7	36.1	10.0	4.0
2	600	5	3304	1330	2104	578	1378	385	6.00	20.5	51.0	10.0	3.6
3	700	5	3916	1669	2614	468	1559	596	7.00	39.4	37.0	10.0	5.6
4	800	5	3780	1798	2405	459	1871	761	8.00	46.7	39.8	10.0	5.2
5	900	5	4412	2083	2505	458	2147	937	9.00	57.7	37.4	10.0	5.5
6	1000	5	4689	2275	2625	569	2267	1082	10.00	58.7	54.8	10.0	4.6
7	500	8	3147	1170	2122	323	1318	171	3.13	15.2	42.1	6.3	6.6
8	600	8	3321	1340	2079	323	1432	300	3.75	29.8	38.2	6.3	3.7
9	700	8	3421	1462	2143	318	1707	494	4.38	47.1	44.8	6.3	6.6
10	800	8	3487	1733	2208	340	1855	576	5.00	58.2	47.6	6.3	6.8
11	900	8	3514	1882	2480	349	2088	777	5.63	60.2	59.0	6.3	7.8
12	1000	8	4249	1843	2286	350	2130	824	6.25	66.8	44.1	6.3	6.7
13	500	12	2986	1135	1804	201	1407	96	2.08	3.5	29.8	4.2	5.2
14	600	12	3077	1104	1874	161	1600	276	2.50	25.5	16.8	4.2	5.4
15	700	12	3093	1244	1976	188	1618	380	2.92	51.5	26.3	4.2	9.8
16	800	12	3157	1222	2090	244	1546	472	3.33	57.6	47.5	4.2	13.
17	900	12	3670	1414	2295	231	1791	651	3.75	66.8	37.4	4.2	12.2
18	1000	12	3853	1428	2254	296	1987	708	4.17	67.4	63.8	4.2	9.2

Tabla 5.3 Relación de parámetros del láser con la geometría del cordón, con polvo de Ti sobre sustrato de Ti con flujo de 5 g/min

Nº	P W	V mm/s	Wz µm	Hz µm	Wc µm	Hc µm	Wm µm	Hm µm	P/VD D. Energía kJ/cm ²	D %	η %	F/V g/m	Wc/ Hc
1	500	5	2986	1057	1987	824	1987	1	5.00	0.6	42.9	10.0	4.0
2	600	5	3347	1487	1855	799	1128	298	6.00	10.4	39.3	10.0	3.6
3	700	5	3817	1766	2525	775	1561	496	7.00	22.2	35.4	10.0	5.6
4	800	5	3879	1897	2346	758	1934	719	8.00	37.6	36.7	10.0	5.2
5	900	5	4515	2654	2655	832	2093	926	9.00	41.6	48.5	10.0	5.5
6	1000	5	4872	2384	2508	869	1992	964	10.00	45.0	50.2	10.0	4.6
7	500	8	3163	1447	1861	469	619	88	3.13	1.4	29.9	6.3	6.6
8	600	8	3233	1403	2000	491	1175	289	3.75	16.6	42.8	6.3	3.7
9	700	8	2178	1409	2215	531	1566	416	4.38	28.4	41.2	6.3	6.6
10	800	8	3402	1523	2159	477	1645	579	5.00	38.8	34.3	6.3	6.8
11	900	8	3683	1832	2309	580	1906	720	5.63	51.1	51.0	6.3	7.8
12	1000	8	4094	2122	2449	533	2094	822	6.25	52.4	42.3	6.3	6.7
13	500	12	2335	827	1748	326	1748	1	2.08	2.3	27.9	4.2	5.2
14	600	12	2959	1057	1871	285	1068	223	2.50	25.9	29.6	4.2	5.4
15	700	12	3076	1102	1877	403	1241	298	2.92	33.3	48.0	4.2	9.8
16	800	12	3238	1148	2004	366	1549	441	3.33	46.0	39.7	4.2	13.
17	900	12	3416	1436	2278	342	1853	641	3.75	56.5	34.0	4.2	12.
18	1000	12	3954	1779	2324	380	1926	685	4.17	61.7	42.2	4.2	9.2

- Microestructura de los cordones de polvo de Ti sobre Ti

Tras el análisis geométrico se sigue con el análisis microestructural, en la figura 5.9 se puede observar la imagen del cordón 14 (600W, 12 mm/s y 3 g/min), donde puede verse como el baño creado por el láser al fundir el material solidifica hacia la parte interna de la chapa de titanio, fenómeno que se presenta en todos los cordones a mayor o menor escala, a pesar de ser los dos materiales Ti el material solidificado tiene una estructura muy fina

mientras que en la ZAC(zona afectada por el calor) el grano es de mucho mayor tamaño.

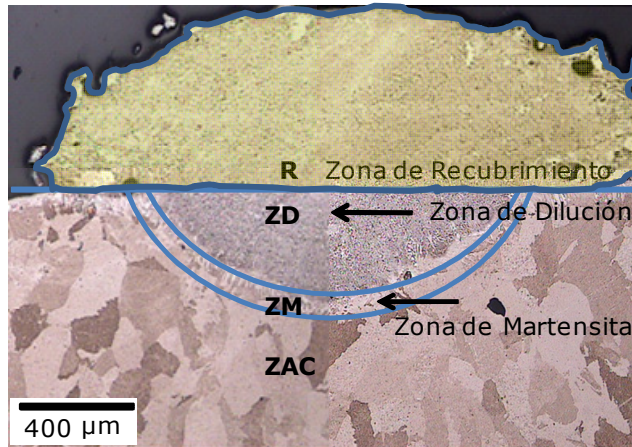


Figura 5.9 Imagen del cordón de polvo de Ti sobre TiG2 obtenido con potencia de 600W, 12 mm/s y 3g/min, zona de dilución (ZD), zona de martensita (ZM), zona afectada por el calor (ZAC). Y Zona de Recubrimiento (R) (Sombreado amarillo)

Como una muestra de las microestructuras encontradas se observa en la figura 5.10 a) una estructura de Ti en fase α (alfa) con granos de forma alargada y en el límite entre el material fundido y el material base una estructura de martensita de Ti (alfa prima), en b) se muestra una zona más interna del cordón donde se ven más claramente los granos de fase alfa alargados y se ven algunos granos más equiaxiales, en d) se observa una estructura de α Widmannstätten (alfa acicular), y nuevamente martensita de Ti en el límite del cordón, Estructuras que corresponden a las presentadas en la sección 2.1.2 del panorama científico.

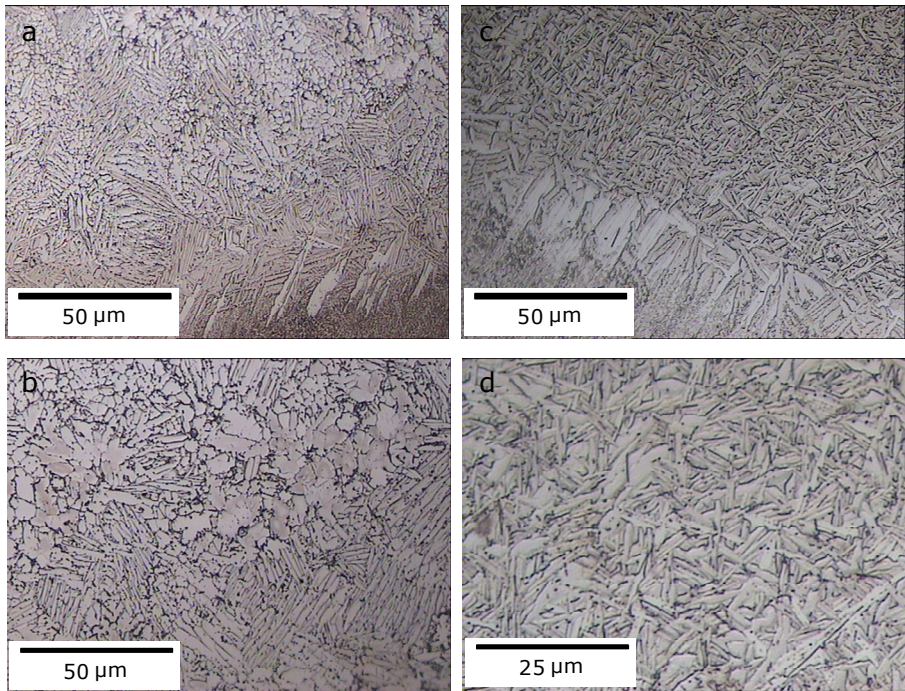


Figura 5.10 Microestructuras típicas encontrada a) Ti alfa y martensita, b) Ti alfa c) Widmannstatten y martensita y d) Widmannstatten

5.2.3 Efecto del láser sobre el conjunto de sustrato de Ti y aporte de polvos de Ti + 60 % de TiB₂

Para analizar los recubrimientos con adición de TiB₂ al Ti en el polvo para el recubrimiento, se empieza con el 60% de TiB₂ luego el 40% de TiB₂ y al final el 20% de TiB₂.

Siguiendo la metodología establecida lo primero es observar que los recubrimientos no se han formado, solo muy pocos presentan algo de altura sobre el material base, figura 5.11.

Para El polvo de 60% de TiB₂ sobre Ti los cordones que se formaron tiene una apariencia cóncava, de alta porosidad y muy poca altura sobre el nivel del material base, esto se puede ver en la figura 5.12 y en las tablas 5.4 y 5.5, se observa como la

mayoría no constituyen un recubrimiento y para los restantes, su altura casi no supera las 100 micras.

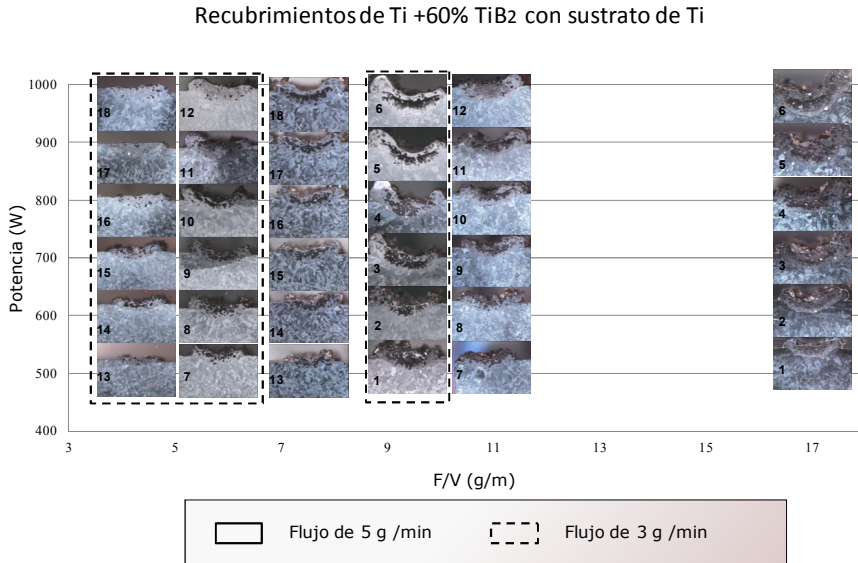


Figura 5.11 Efecto de los parámetros del laser, sobre el ancho y el alto de la zona transversal del cordón de Ti +60% de TiB₂.

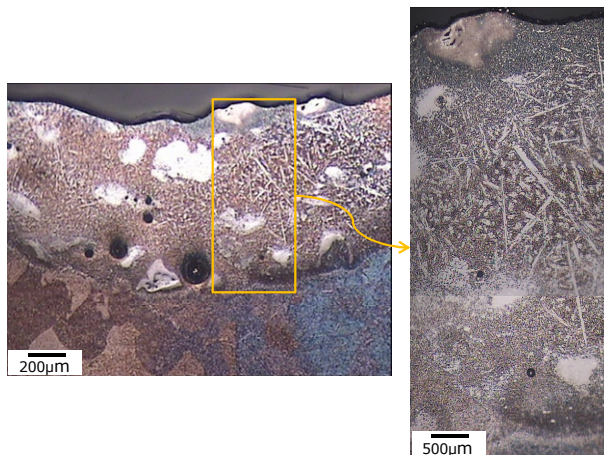


Figura 5.12 Cordón 18 de Ti + 60% de TiB₂ con 3 g/min

Tabla 5.4 Relación de parámetros del láser con la geometría del cordón con polvo de 60% de TiB_2 + Ti sobre sustrato de Ti, flujo de 3 g/min.

Nº	P (W)	V mm/s	Wz μm	Hz μm	Wc μm	Hc μm	Wm μm	Hm μm	P/VD D. Energía (kJ/cm ²)	Wc/Hc
1	500	5	3788	1480	2494	1	2053	550	5.0	-
2	600	5	3926	1806	2694	1	2406	646	6.0	-
3	700	5	4490	2102	2834	1	2571	711	7.0	-
4	800	5	4630	2491	3015	1	2655	851	8.0	-
5	900	5	5232	3129	3242	1	2720	1034	9.0	-
6	1000	5	5352	3160	3208	1	3008	1108	10.0	-
7	500	8	3277	1443	2282	1	1952	438	3.1	-
8	600	8	3580	1391	2343	1	2343	456	3.8	-
9	700	8	3609	1491	2514	1	2341	491	4.4	-
10	800	8	3786	1514	2612	1	2177	560	5.0	-
11	900	8	3870	1661	2682	70	2325	609	5.6	38.3
12	1000	8	4100	1900	2843	79	2603	665	6.3	36.0
13	500	12	2681	895	1895	40	1743	250	2.1	47.4
14	600	12	2559	1069	2030	1	1826	36	2.5	-
15	700	12	3169	1106	2220	61	1973	369	2.9	36.4
16	800	12	3338	1243	2206	82	1940	423	3.3	26.9
17	900	12	3367	1507	2417	104	2417	478	3.8	23.2
18	1000	12	3813	1673	2678	105	2305	536	4.2	25.5

Aunque estos cordones no tiene las características geométricas adecuadas se realizaron algunos barridos de dureza que muestran gran dispersión de los valores de dureza desde 700 a 1800 HV. En la figura C.1 (anexo C), se observa la interfase entre la zona de difusión (ZD) y la zona afectada por el calor (ZAC), adicionalmente, la figura 5.13 muestra que el recubrimiento tiene características frágiles, ya que las huellas realizadas presentan agrietamiento.

Tabla 5.5 Relación de parámetros del láser con la geometría del cordón, con polvo de 60% de TiB_2 + Ti sobre sustrato de Ti, con flujo de 5 g/min

Nº	P (W)	V mm/s	Wz μm	H _z μm	W _c μm	H _c μm	W _m μm	H _m μm	P/VD D. Energía (kJ/cm ²)	W _c /H _c
1	500	5	3446	1283	2387	39	2019	460	5.00	61.2
2	600	5	3995	1717	2787	1	2511	578	6.00	-
3	700	5	4223	2045	2895	1	2545	670	7.00	-
4	800	5	4629	2205	2955	66	2955	736	8.00	44.8
5	900	5	4806	2342	3221	1	2615	858	9.00	-
6	1000	5	5334	3180	3202	1	2753	1044	10.00	-
7	500	8	3197	1347	2283	1	2029	443	3.13	-
8	600	8	3502	1417	2473	1	2113	465	3.75	-
9	700	8	3667	1695	2616	1	2233	444	4.38	-
10	800	8	3936	1825	2736	1	2329	562	5.00	-
11	900	8	3946	1787	2711	1	2503	643	5.63	-
12	1000	8	4168	1954	2695	1	2695	713	6.25	-
13	500	12	2951	1043	1981	1	1981	304	2.08	-
14	600	12	3206	1249	2361	65	1981	408	2.50	36.3
15	700	12	3632	1387	2515	74	1914	409	2.92	34.0
16	800	12	3528	1404	2556	1	2096	530	3.33	-
17	900	12	3605	1577	2582	1	2190	517	3.75	-
18	1000	12	4018	1770	2790	1	2412	665	4.17	-

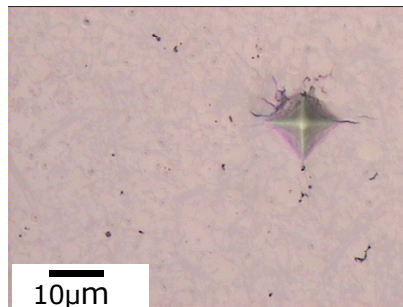


Figura 5.13 Cordón 5 (900W y 5mm/s) de Ti +60% de TiB_2 con 5 g/min. En la que se aprecia la fragilidad alrededor de la huella de microdureza

5.2.4 Efecto del láser sobre el conjunto de sustrato de Ti y aporte de polvos de Ti + 40 % de TiB₂

Al disminuir el porcentaje de boro de 60% a 40% si se forman cordones pero no en todos los casos y sus alturas aún no son comparables a las de los cordones de Ti sólo.

- Geometría de los cordones de Ti + 40% TiB₂ sobre Ti

La variación de los parámetros del proceso nos permite obtener cordones válidos como se observa en la figura 5.14 a) donde se ve, por ejemplo, que hay una gran zona de dilución, característica encontrada en todos los cordones. La figura 5.14 b) es un ejemplo de un cordón donde no hay revestimiento, en los cordones realizados a bajas velocidades y bajas potencias, (Cordones 1, 2, 3 y 4 para los dos flujos). En los cordones 7 y 8 para los dos flujos y en 5 para el flujo de 5 g/min no se formaron cordones.

La sección transversal de los 36 cordones se puede observar en la figura 5.15, donde se destacan mediante sombra los cordones desestimados por no tener una forma adecuada.

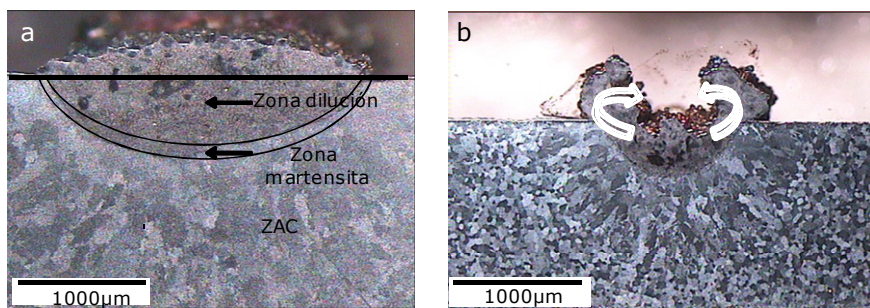


Figura 5.14 a) Parámetros geométricos del cordón (cordón 12) (1000W y 8mm/s), b) cordón defectuoso (cordón1) (500W y 5mm/s), se señalan las líneas de flujo de Marangony

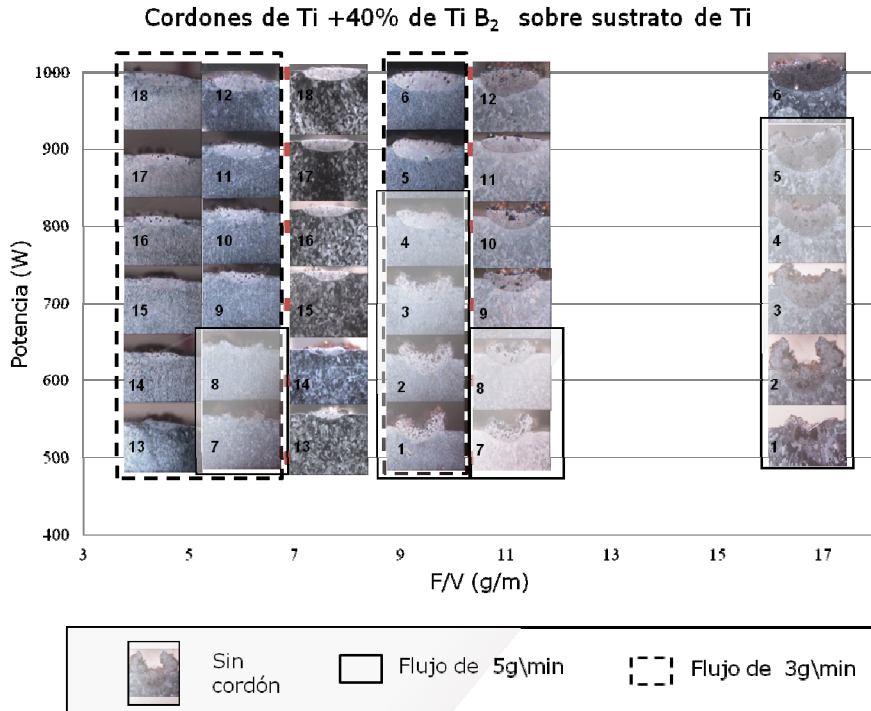


Figura 5.15 Efecto de los parámetros del láser, sobre el ancho y el alto de la zona transversal del cordón. En ella se señala las condiciones en las que no se obtiene cordón.

A continuación se muestran las tablas de los parámetros geométricos a 3 g/min y a 5 g/min. Por la forma de los cordones en este caso el valor del ancho del cordón es igual al valor del ancho del material fundido.

Tabla 5.6 Relación de parámetros del láser con la geometría del cordón, con polvo de Ti + 40% TiB₂ sobre sustrato de Ti, con flujo de 3 g/min

No	P (W)	V mm/s	Wc μ m	Hc μ m	Hm μ m	H μ m	P/VD D. Energía kJ/cm^2	Dilución %	η eficiencia	F/S g/m	Wc/Hc
1	500	5	2066	1	526	527	5.00	-	-	10.	-
2	600	5	2341	1	685	686	6.00	-	-	10.	-
3	700	5	2549	1	688	689	7.00	-	-	10.	-
4	800	5	2349	1	502	503	8.00	-	-	10.	-
5	900	5	2856	245	538	783	9.00	71.0	23.2	10.	11.7
6	1000	5	3105	213	602	815	10.00	77.2	20.4	10.	14.6
7	500	8	1855	1	325	326	3.13	-	-	6.3	-
8	600	8	1911	1	330	331	3.75	-	-	6.3	-
9	700	8	2120	90	356	446	4.38	72.1	15.0	6.3	23.6
10	800	8	2173	45	410	455	5.00	76.6	14.4	6.3	48.3
11	900	8	2429	140	392	532	5.63	77.7	17.4	6.3	17.4
12	1000	8	2538	246	428	674	6.25	71.3	30.7	6.3	10.3
13	500	12	1788	113	199	312	2.08	66.3	10.8	4.2	15.8
14	600	12	1729	72	271	343	2.50	80.5	8.3	4.2	24.0
15	700	12	2112	90	316	406	2.92	81.9	9.3	4.2	23.5
16	800	12	2216	87	288	375	3.33	82.6	10.1	4.2	25.5
17	900	12	2503	99	353	452	3.75	73.0	21.2	4.2	25.3
18	1000	12	2620	91	404	495	4.17	76.5	20.8	4.2	28.8

Tabla 5.7 Relación de parámetros del láser con la geometría del cordón, con polvo de Ti sobre sustrato de Ti, con flujo de 5 g/min

No	P(W)	V mm/s	Wc μm	Hc μm	Hm μm	H μm	P/VD D. Energía kJ/cm ²	Dilución %	η eficiencia	F/S g/m	Wc/Hc
1	500	5	2739	1	736	737	5.00	-	-	10.	-
2	600	5	3075	1	817	818	6.00	-	-	10.	-
3	700	5	3212	1	709	710	7.00	-	-	10.	-
4	800	5	2356	1	583	584	8.00	-	-	10.	-
5	900	5	2629	1	879	880	9.00	-	-	10.	-
6	1000	5	2760	87	856	943	10.00	73.6	27.4	10.	31.7
7	500	8	1967	1	387	388	3.13	-	-	6.3	-
8	600	8	2307	1	422	423	3.75	-	-	6.3	-
9	700	8	2521	131	495	626	4.38	64.1	25.6	6.3	19.2
10	800	8	2390	182	456	638	5.00	57.1	34.2	6.3	13.1
11	900	8	2723	139	422	561	5.63	77.5	18.2	6.3	19.6
12	1000	8	2633	274	648	922	6.25	65.7	42.0	6.3	9.6
13	500	12	1506	109	140	249	2.08	56.8	11.7	4.2	13.8
14	600	12	1616	74	199	273	2.50	71.2	9.8	4.2	21.8
15	700	12	1708	40	313	353	2.92	82.5	8.6	4.2	42.7
16	800	12	2069	87	282	369	3.33	79.7	12.4	4.2	23.8
17	900	12	2308	57	352	409	3.75	88.0	8.8	4.2	40.5
18	1000	12	2469	87	391	478	4.17	80.4	18.9	4.2	28.4

En las tablas se le asignan los valores de 1 a las alturas de los cordones socavados

- Microestructura de los cordones de polvo de Ti + 40 % de TiB₂ sobre Ti

Después de desestimar los cordones 1, 2, 3, 4, 7 y 8, los demás cordones los podemos analizar agrupados por similares morfologías. Se puede establecer que los cordones 5 y 6 (velocidad de 5 mm/s) tienen una estructura de matriz homogénea, figura 5.16 a). Sin embargo a mayores aumentos en

el microscopio óptico se aprecian pequeñas grietas, una matriz continua y una fase dispersa en forma de agujas; figura 5.16 c)

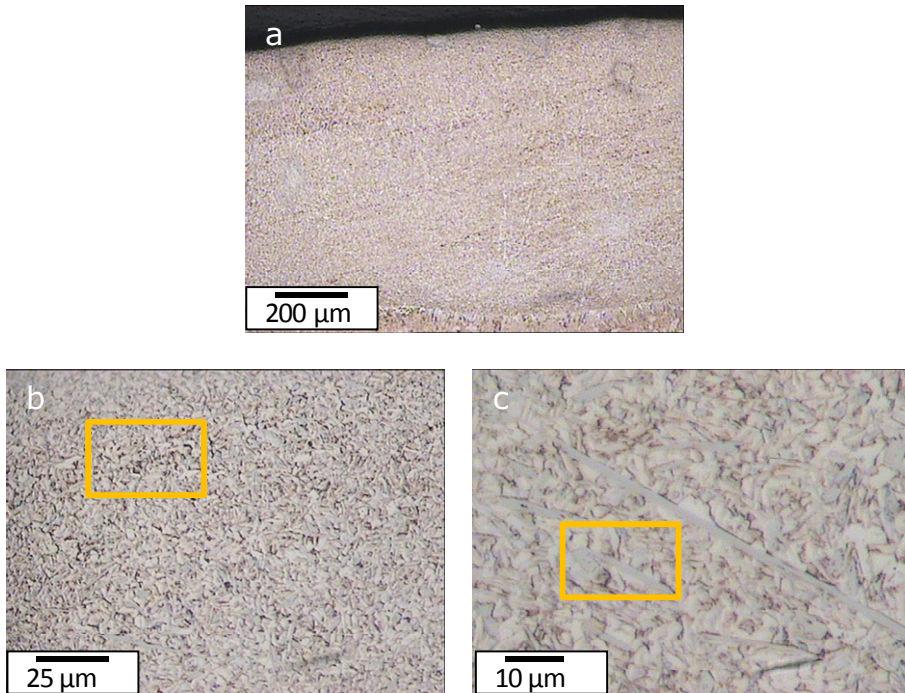


Figura 5.16 Cordón 6 de Ti +40% TiB₂ sobre Ti a) Imagen general, b) pequeña grieta, c) Imagen de agujas en la matriz

Un segundo grupo lo constituyen los cordones 9, 10, 11, 12 (velocidad de 8 mm/s) en cuya microestructura hay una apariencia general menos homogénea que el grupo anterior por la presencia de unas áreas más oscuras principalmente ubicadas en la zona superior del cordón, y se aprecia una combinación entre la estructura homogénea de 5 y 6, y una estructura similar a un eutéctico.

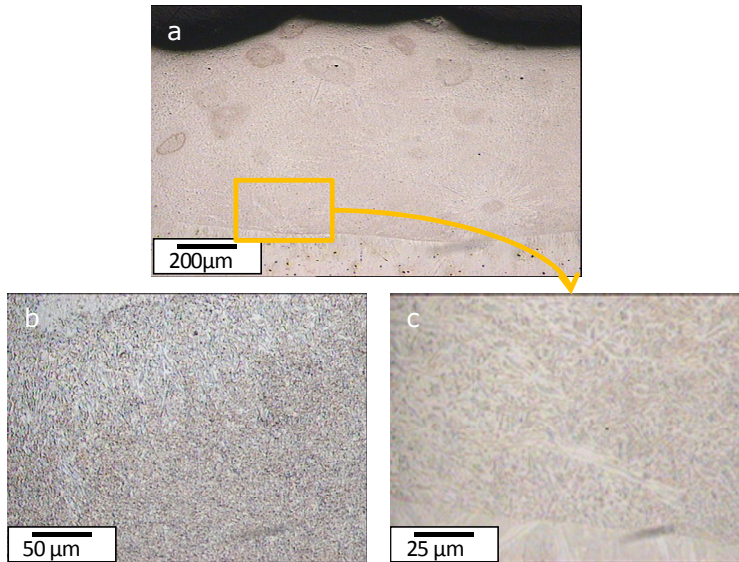


Figura 5.17 Cordón 12 (1000W y 8mm/s) de Ti +40% TiB₂ sobre Ti a) imagen general, b) zona homogénea, c) eutéctico

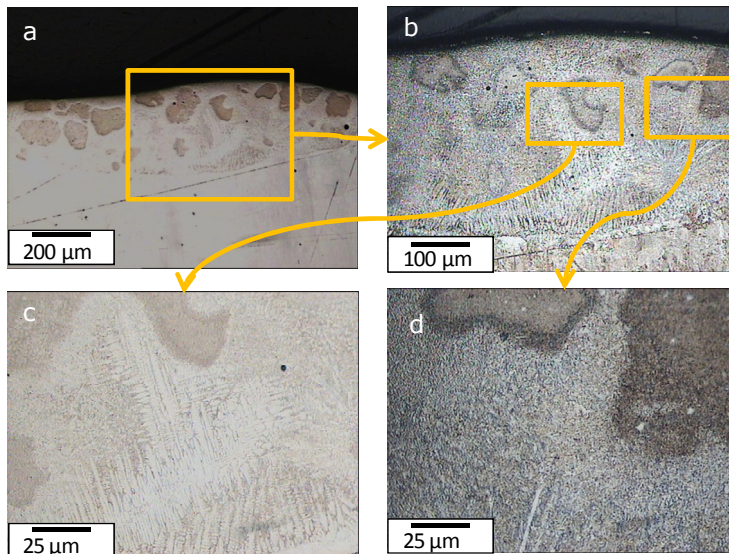


Figura 5.18 Cordón 14 (600W y 12 mm/s) de Ti +40% TiB₂ sobre Ti a) Imagen general, b) Imágenes de las áreas oscuras dentro del cordón, c) Detalle de dendritas cercanas a las áreas oscuras y d) Detalle de agujas cercanas a las áreas oscuras

El tercer grupo lo formarían los cordones del 13 al 18 (velocidad de 12 mm/s) donde hay una mayor cantidad de zonas oscuras, además se encuentran internamente en el cordón zonas dendríticas y en la zona límite entre el cordón y el material base estructuras columnares.

En la figura 5.18 b) se puede observar, a mayores aumentos, como el cordón se ve libre de grietas y porosidades, se observa una clara interfase entre la sección transversal del cordón (que incluye la zona de metal de sustrato fundido) y el material de sustrato, interfase donde hay una estructura martensítica.

En la sección transversal del cordón, se diferencian varias zonas, inicialmente dos, una de base o fondo que representa la matriz, de color claro y otra que son unas áreas oscuras, distribuidas de forma más o menos uniforme en la matriz, sobretodo en la parte superior. Al detallar la interface entre estas dos zonas figura 5.18 c), se observa que es continua, sin cavidades poros o grietas y en esta misma figura se ven tres zonas: una zona dendrítica, otra zona compuesta de una matriz continua (clara) y finas partículas (algunas alargadas y otras más esféricas) dispersas, y una zona (oscura) con pequeños precipitados dentro de una matriz continua. Cada una de las zonas muestra una adecuada interfase ya que tampoco hay evidencia de poros o grietas.

Teniendo en cuenta que ya tenemos diferenciados morfológicamente los constituyentes del cordón es necesario asociar su forma a sus propiedades para poder así identificarlos. Por tanto continuaremos con la realización de las pruebas de dureza.

- Pruebas de dureza a los cordones de Ti + 40% TiB₂ sobre Ti

De un primer análisis de dureza se encuentra que hay gran diferencia de dureza entre el material base, lo que hemos determinado como la matriz y las zonas más oscuras, figura 5.19, de tal manera que en nuestra metodología procedemos a realizar perfiles de dureza a todos los cordones. Se separan las graficas

para cada velocidad, es bueno recordando que los cordones de 1 a 6 están realizados a una velocidad de 5 mm/s, los cordones 7 a 12 a 8 mm/s y del 13 al 18 a 12 mm/s



Figura 5.19 Barrido de microdureza en el cordón 13 (500W y 12 mm/s) para 40 % de TiB_2 sobre Ti

Se ha realizado dos tipos de pruebas de dureza, la de microdureza y la de nanoindentación.

✓ Microdureza

Los barridos de dureza se realizan de la superficie del cordón al centro cada 50 micras, se resaltan adicionalmente los valores en las zonas martensítica (ZM) (amarillo) y en la ZAC (azul). Como se observa en la figura 5.9, en la zona de interfase entre el material fundido y la ZAC, para algunos cordones, hay una pequeña zona de estructura martensítica.

Tabla 5.8 Barrido de dureza para los diferentes cordones, con polvo de Ti + 40% TiB₂ sobre sustrato de Ti, con flujo de 3 g/min.

Profundidad	Cordón												
	Sup. al centro	5	6	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
50	593	593	593	644	766	549	841	412	412	1144	1144	766	
100	549	593	644	549	473	644	766	441	412	549	644	412	
150	593	509	593	509	927	644	701	509	412	473	473	412	
200	549	473	549	509	593	593	386	473	441	473	441	412	
250	549	509	593	549	473	593	303	593	441	473	386	412	
300	549	509	412	473	473	593	137	509	441	441	386	386	
350	549	509	303	593	473	549		386	271	412	441	362	
400	549	473		509	473	549	123				386	303	
450	549	509	143	441	473	549		148	148	132			
500	509	473		148	143	509					154	148	
550	509	473				509							
600	509	509				509							
650	549	509				509							
700	271	509				210							
750		232											
800	132					143							
850		137											
		ZM		Martensita		ZAC		Zona afectada por el calor					

Al encontrar que en los valores de dureza de las tablas aparecen valores puntuales muy altos, que rompen con la tendencia del resto del barrido, se representan los barridos en la figuras C2 y C3 (anexo C), de forma tal que se aíse el efecto de las partículas oscuras, para tratar de establecer alguna dependencia de las condiciones de potencia con los valores de dureza de la matriz, también se han suprimido los valores de la zona de martensita y la ZAC.

Tabla 5.9 Barrido de dureza para los diferentes cordones, con polvo de Ti + 40% TiB₂ sobre sustrato de Ti, con flujo de 5 g/min.

Profundidad	Cordón											
	Sup. Al centro	6	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
50	701	766	1027	509	766	549	509	441	441	473	441	
100	701	701	701	509	841	927	441	766	441	1144	441	
150	701	644	644	473	593	549	473	412	593	386	1283	
200	927	549	644	509	701	441	257	412	841	340	441	
250	1027	701	927	321	701	257		362	441	362	441	
300	841	644	701	441	841		161	386	412	362	362	
350	701	644	1283	362	766	134		257	441		412	
400	644	644	1027	593	927			175	271	303	340	
450	644	593	441	286	766				148	286	221	
500	701	644	441	509	509							132
550	701	701	593	271	644							
600	701	132	412	94	644							
650	593		593		644							
700	549				593							
750	593		175		340							
800	593											
850	644		132		130							
900	644											
950	473											

ZM Martensita ZAC Zona afectada por el calor

- ✓ Pruebas de Nanoindentación a los cordones de Ti + 40% TiB₂ sobre Ti

Al hacer el análisis microestructural a mayores aumentos se identifican, figura 5.20, dentro de las zonas de mayor microdureza, una serie de precipitados muy finos en forma de agujas y en forma de partículas, por lo tanto, como técnica complementaria se realizan perfiles de nanoindentación para de esta manera identificar: una zona oscura donde el rango de valores está entre 8 a 28 GPa y una zona clara (próxima a la anterior) donde el rango de valores está entre 8 y 25 GPa. Más internamente se encuentra una combinación de estructura dendrítica y columnar donde el rango de valores está entre 5 y 7 GPa, y por último se observa una estructura martensítica en la zona de interfase donde el rango de valores está entre 3 y 4 GPa.

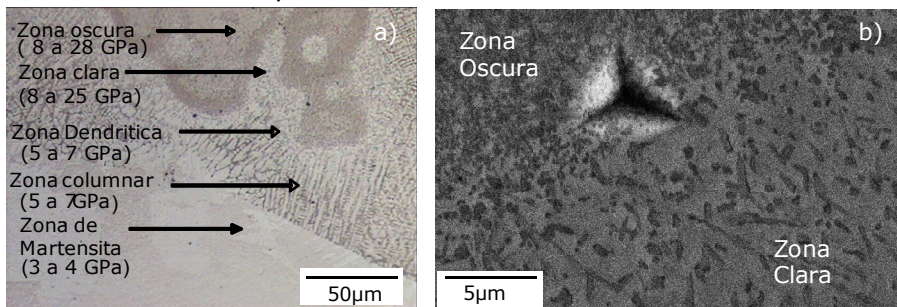


Figura 5.20 Cordón 14 (1000W y 12 mm/s) de Ti +40% TiB₂ sobre Ti. a) Relación de las zonas del cordón con su valor de nanoindentación, b) Imagen de detalle de una huella de nanoindentación obtenida en SEM con electrones retrodispersados

Teniendo en cuenta que mediante los barridos de Nanoindentación se ha encontrado una gran variedad de valores de dureza y que se quiere relacionar la propiedad de dureza a elementos más específicos constitutivos de la microestructura, se realiza una matriz de nanoindentación, la cual consiste en tomar una pequeña área de 50 micras X 10 micras y en ella realizar una matriz de 10 columnas x 5 filas es decir con huellas a cada 10 micras y a una profundidad de 1000 nm, los datos para el análisis se tomaron como promedio entre 125 y 75 nm de profundidad.

En la figura 5.21 se observa la matriz de nanoindentación realizada y el orden en que se numeran las indentaciones, luego de atacar el material es muy difícil poder ubicar la matriz si no se cuenta con puntos de referencia claros. La tabla 5.10 muestra la gran variedad de valores que se pueden encontrar en el área de la matriz.

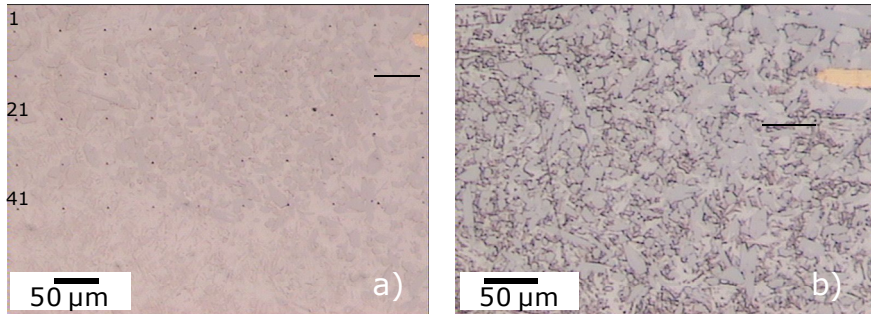


Figura 5.21 Matriz de nanoindentación para el cordón 16(800W y 12 mm/s) con polvo de Ti + 40% TiB₂ sobre sustrato de Ti. a) Imagen sin ataque, b) Imagen con ataque

Tabla 5.10 Valores de nanodureza para la matriz del cordón 16, con polvo de Ti + 40% TiB₂ sobre sustrato de Ti.

Nº	GPa	Nº	GPa	Nº	GPa	Nº	GPa	Nº	GPa
1	8.6	11	8.1	21	9.3	31	18.1	41	7.2
2	6.9	12	17.0	22	6.8	32	34.4	42	8.6
3	10.3	13	23.7	23	9.0	33	9.2	43	6.5
4	8.3	14	13.0	24	29.5	34	14.8	44	10.2
5	8.3	15	35.8	25	29.8	35	33.8	45	23.5
6	37.2	16	8.7	26	28.3	36	39.9	46	23.6
7	25.0	17	32.7	27	14.8	37	9.9	47	17.7
8	9.6	18	9.1	28	24.6	38	9.2	48	8.0
9	9.9	19	36.3	29	11.6	39	29.2	49	7.4
10	27.4	20	11.2	30	13.1	40	8.0	50	28.1

5.2.5 Efecto del láser sobre el conjunto de sustrato de Ti y aporte de polvos de Ti + 20 % de TiB₂

Para analizar el efecto de disminuir la cantidad de boro se realizan cordones con 20% de TiB₂, la característica principal de esta composición es la existencia de recubrimiento para todos los parámetros de proceso. Las imágenes de los cordones se pueden ver en la figura 5.22.

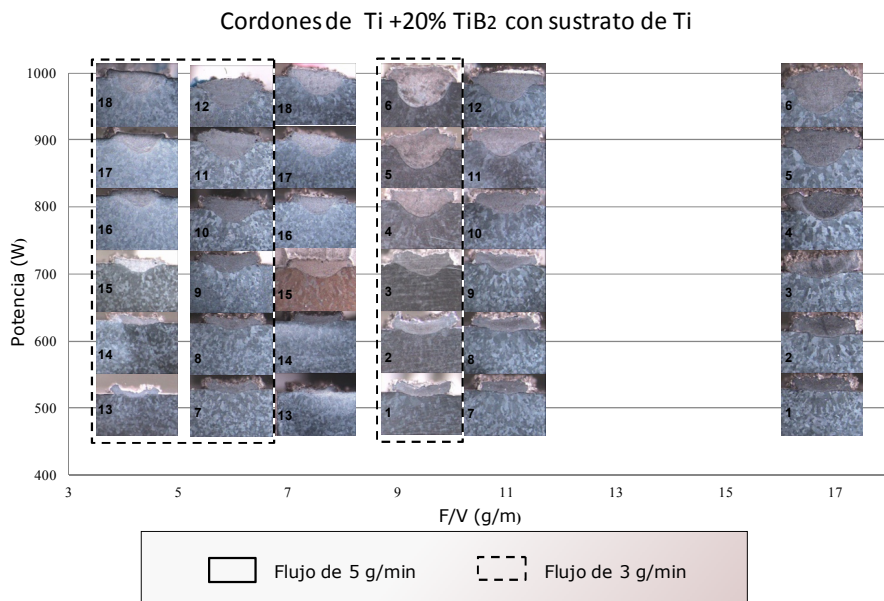


Figura 5.22 Efecto de los parámetros del láser, sobre el ancho y el alto de la zona transversal del cordón

Los parámetros geométricos de los cordones se pueden observar en las tablas 5.11 y 5.12.

- Geometría de los cordones de los 20% TiB₂ sobre Ti

Tabla 5.11 Relación de parámetros del láser con la geometría del cordón, con polvo de Ti + 20% TiB₂ sobre sustrato de Ti, con flujo de 3 g/min

Nº	P (W)	V mm/s	Wz µm	H _z µm	W _c µm	H _c µm	W _m µm	H _m µm	P/VD D. Energía kJ/cm ²	Dilución %	η eficiencia	F/V g/m	W _c / H _c
1	500	5	3219	1069	1985	292	1268	130	5.00	14.01	36.990	10.0	6.8
2	600	5	4611	1331	2316	244	1748	274	6.00	21.10	49.297	10.0	9.5
3	700	5	5663	2343	2561	274	1880	452	7.00	38.89	40.617	10.0	9.3
4	800	5	6019	2083	2493	404	2083	635	8.00	40.74	51.010	10.0	6.2
5	900	5	5449	2093	2824	548	2259	880	9.00	45.97	67.256	10.0	5.2
6	1000	5	5363	2393	2733	526	2367	982	10.00	56.66	59.671	10.0	5.2
7	500	8	2895	1226	2025	174	1417	179	3.13	14.92	43.071	6.3	11.6
8	600	8	3213	1165	2262	265	1430	204	3.75	30.24	37.756	6.3	8.5
9	700	8	3298	1185	2315	270	1619	387	4.38	41.20	48.657	6.3	8.6
10	800	8	3362	1273	2417	305	1669	534	5.00	41.28	64.309	6.3	7.9
11	900	8	4204	1441	2523	316	2040	735	5.63	54.01	63.323	6.3	8.0
12	1000	8	4142	1611	2564	355	2077	831	6.25	55.77	64.338	6.3	7.2
13	500	12	2528	744	1814	57	934	203	2.08	27.61	27.841	4.2	31.8
14	600	12	2806	840	1943	143	1724	138	2.50	35.07	37.481	4.2	13.6
15	700	12	2740	878	2109	139	1643	333	2.92	49.34	37.297	4.2	15.2
16	800	12	3108	1086	2285	190	1800	463	3.33	56.05	41.070	4.2	12.0
17	900	12	3163	1237	2259	147	1896	632	3.75	65.83	37.166	4.2	15.4
18	1000	12	3224	1367	2455	251	1845	623	4.17	58.61	63.852	4.2	9.8

Tabla 5.12 Relación de parámetros del láser con la geometría del cordón, con polvo de Ti + 20% TiB₂ sobre sustrato de Ti con flujo de 5 g/min

Nº	P W	V mm/s	Wz µm	H _z µm	W _c µm	H _c µm	W _m µm	H _m µm	P/VD D. Energía kJ/cm ²	Dilución %	η eficienci	F/V g/m	W _c /H _c
1	500	5	3063	921	2172	435	1045	83	5.00	6.8	27.4	16.7	5.0
2	600	5	3220	1217	2438	639	1537	200	6.00	11.5	43.0	16.7	3.8
3	700	5	4205	1443	2434	630	1643	222	7.00	16.0	42.4	16.7	3.9
4	800	5	3834	1497	2582	717	2048	382	8.00	18.7	53.3	16.7	3.6
5	900	5	4122	1759	2805	679	2127	721	9.00	32.0	54.6	16.7	4.1
6	1000	5	4697	2157	2784	699	2228	978	10.00	42.5	53.7	16.7	4.0
7	500	8	3015	991	1810	434	863	113	3.13	9.4	33.4	10.4	4.2
8	600	8	3251	1108	2164	423	1428	140	3.75	12.4	43.5	10.4	5.1
9	700	8	3319	1471	2327	450	1585	306	4.38	22.1	40.9	10.4	5.2
10	800	8	3320	1218	2481	467	1831	367	5.00	27.9	48.4	10.4	5.3
11	900	8	3575	1484	2725	537	2047	594	5.63	36.4	54.8	10.4	5.1
12	1000	8	3965	1497	2720	568	2165	711	6.25	39.6	60.9	10.4	4.8
13	500	12	2379	730	1702	105	785	74	2.08	26.3	13.6	6.9	16.2
14	600	12	2851	952	1965	157	1349	148	2.50	33.2	24.2	6.9	12.5
15	700	12	3240	1088	2289	214	1633	515	2.92	45.3	26.4	6.9	10.7
16	800	12	3084	1064	2186	204	1528	342	3.33	48.93	34.2	6.9	10.7
17	900	12	3177	1406	2415	231	1971	633	3.75	59.70	33.3	6.9	10.5
18	1000	12	3500	1558	2414	283	1952	729	4.17	58.55	43.3	6.9	8.5

- Microestructura de los cordones de polvo de Ti + 20 % de TiB₂ sobre Ti

Las microestructuras encontradas al observar los cordones son: una estructura granular, conformada por una matriz de color claro en la cual existe una red formada por muy finas partículas de forma alargada al rededor de zonas circulares. En estos espacios se pueden observar unas estructuras poligonales. Esta estructura es característica de los cordones 1, 7, 8 y 13 para 3g/min y 5g/min. Son cordones de baja potencia y tamaño, figura 5.23. Al

aumentar la potencia la estructura va transformándose a acicular, la matriz aparece como formas delgadas y alargadas rodeando a las agujas, aunque persisten zonas de finas partículas de forma circular pero ya no como una red. Esta estructura es predominante en los cordones 2, 3, 9 y 14 de 3g/min y en los cordones 2, 3, 4, 5, 9, 14 de 5 g/min, figura 5.24.

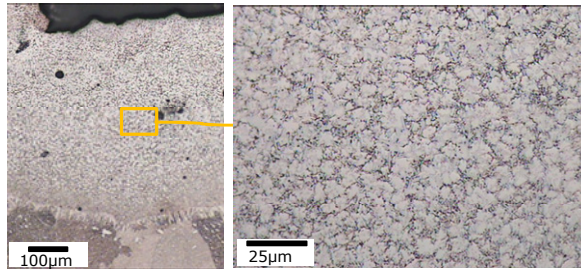


Figura 5.23 Estructura granular del Cordon1 (500W y 5mm/s) con 20 % de TiB_2 sobre Ti, para un flujo de polvo de 5g/min

Una tercera microestructura, homogénea muy característica de los cordones de mayor energía donde la matriz blanca ha sido cubierta por finas agujas dispersas. Ya no se observan ni agujas ni estructuras poligonales, salvo algunas, en forma de estrellas conformadas por agujas concéntricas, esta estructura es predominante en los cordones 4, 5, 6, 10, 11, 12 y 16 de 3g/min y en los cordones 6, 10, 11, 12, 15, 16, 17 y 18 5g/min, figura 5.24. En la base de casi todos los cordones hay una estructura de finas partículas dispersas.

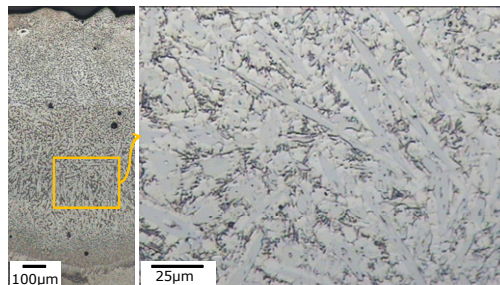
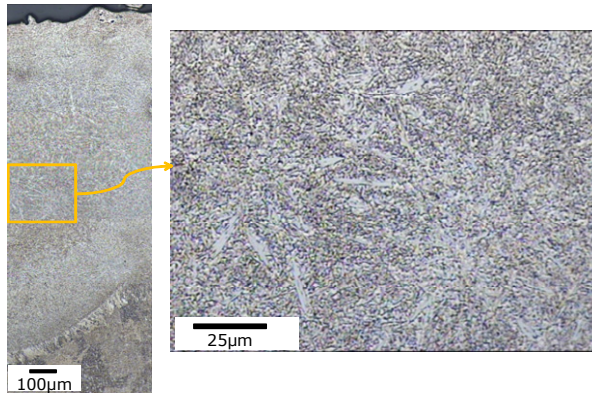


Figura 5.24 Estructura acicular del cordón 4 (800W y 5mm/s) con 20 % de TiB_2 sobre Ti, para un flujo de polvo de 5g/min



5.25 Estructura homogénea del cordón 6 (1000W y 5mm/s) con 20 % de TiB_2 sobre Ti, para un flujo de polvo de 5g/min

Al comparar como se va transformando la microestructura de los cordones de granular a totalmente homogénea con 3 g/min y 5 g/min se analiza que con 3g/min la dinámica del cambio es más rápida que con 5g/min.

Existe una estructura adicional encontrada en los cordones 17 y 18 de 3 g/min, figura 5.26, que responde a una estructura dendrítica que está en toda el área del cordón salvo en la zona ya cercana al material base donde hay una pequeña zona columnar.

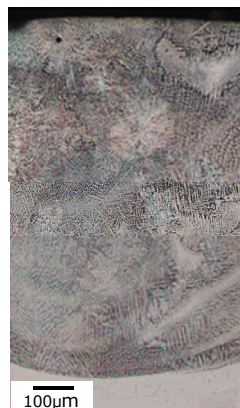


Figura 5.26 Estructura dendrítica del cordón 18 (1000W y 12mm/s) con 20 % de TiB_2 sobre Ti, para un flujo de polvo de 3g/min

- Pruebas de dureza a los cordones de los 20% TiB₂ sobre Ti

✓ Microdureza

Continuando con la metodología aplicada, se presentan los datos de barridos de microdureza para cada cordón, tablas 5.13 y 5.14

Tabla 5.13 Barrido de dureza para los diferentes cordones, con polvo de Ti + 20% TiB₂ sobre sustrato de Ti. con flujo de 3 g/min

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	
50	927	841	766	760	502	549	927	841	701	644	593	549	1027	841	644	509	473	473	
150	841	841	766	644	593	549	644	701	701	644	473	509	701	766	701	473	412	412	
250	841	841	701	644	593	506	549	701	701	644	473	509	154	549	701	473	509	412	
350	593	841	766	701	593	549	303	175	701	593	473	441		161	644	509	509	473	
450	321	766	766	701	644	549			644	593	473	473		201	473	509	441		
550	118	340	701	644	644	549			593	593	473	549				549	412	441	
650		137	701	760	644	549			271	593	549	549				148	412	441	
750			303	760	644	549				593	549	549						286	509
850				701	644	549				201	549	549							473
950				509	549	549					549	549							127
1050				132	593	549					362	473							
1150					593	549					148	271							
1250					593	549								148					
1350					441	549													
1450					441	549													
1550					210	221													
		ZM			Martensita				ZAC										

Aunque en este caso no existen las grandes diferencias puntuales como en el caso de 40% por presencia de las partículas oscuras y más duras, se han graficado los barridos para encontrar alguna tendencia para relacionar los parámetros de proceso con las propiedades en cada cordón. En las figuras C4 y C5 (anexo C), se muestra los perfiles de dureza, agrupados por velocidad y la

separación entre la zona de dilución (ZD) y la zona afectada por el calor (ZAC).

Tabla 5.14 Perfil de dureza para los diferentes cordones, con polvo de Ti + 20% TiB₂ sobre sustrato de Ti, con flujo de 5 g/min

Profundidad	Cordón																	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
50	927	1027	841	766	841	841	1027	927	841	766	766	701	701	766	701	506	593	644
150	927	927	766	841	701	701	766	1027	841	766	701	593	644	927	701	593	509	473
250	927	1027	927	841	766	701	841	1027	841	701	766	644	161	927	644	593	549	509
350	927	927	927	841	766	701	841	927	841	927	766	644		221	593	549	549	473
450	927	1027	927	841	766	644	841	593	927	841	766	593			644	509	593	509
550	257	927	927	1027	766	473	168	257	549	766	644	701			192	509	593	509
650	123	841	841	927	766	701			841	766	644	701			644	549	509	
750		766	841	927	841	473			168	766	766	644			161	473	509	
850		271	386	841	766	701				232	340	549					210	473
950		137	123	927	701	644				362	701						137	412
1050				644	766	644				362	644							118
1150				148	766	701				123	701							
1250					766	701						114						
1350					766	701												
1450					362	509												
1550					143	644												
1650						644												
1750							148											

ZM Martensita ZAC Zona afectada por el calor

- Correlaciones existente entre características de los cordones y combinación de parámetros del proceso

Teniendo en cuenta que uno de los objetivos de la investigación es relacionar las variables del proceso láser con las características geométricas del cordón, se ha realizado una series de gráficas de correlación de los factores más importantes del proceso láser, como son la potencia del láser, la velocidad de barrido del láser y el flujo de material. En estas gráficas mediante el empleo del coeficiente de regresión, se establece el nivel de correlación en cada caso.

En la figura 5.27 a y b se observa la relación entre el ancho del cordón con la potencia del láser y la velocidad para los flujos de 3 y 5 g/min. En la figura 5.27 c se muestra la relación entre la altura del cordón con la densidad de potencia. La variación de otras características de los cordones como: el área del cordón, la eficiencia energética o el porcentaje de dilución en función de las variables del proceso puede verse en la figura 5.28.

En la tabla 6.1 se pueden observar los valores de la pendiente y el punto de corte en el eje y, para las ecuaciones lineales que corresponden a las figura 5.27 y 5.28.

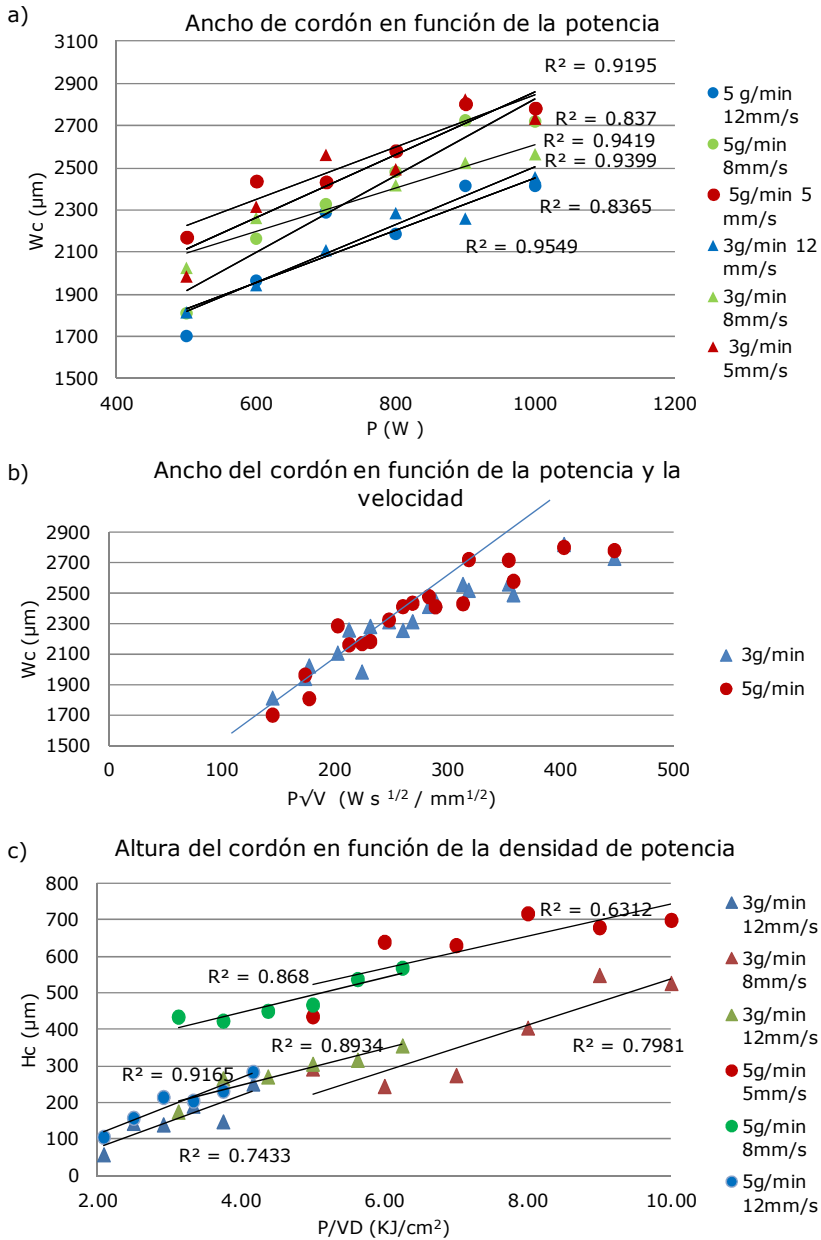


Figura 5.27 Correlación de la geometría del cordón con los parámetros de proceso, a) ancho y potencia, b) ancho y potencia velocidad, c) ancho e irradiancia

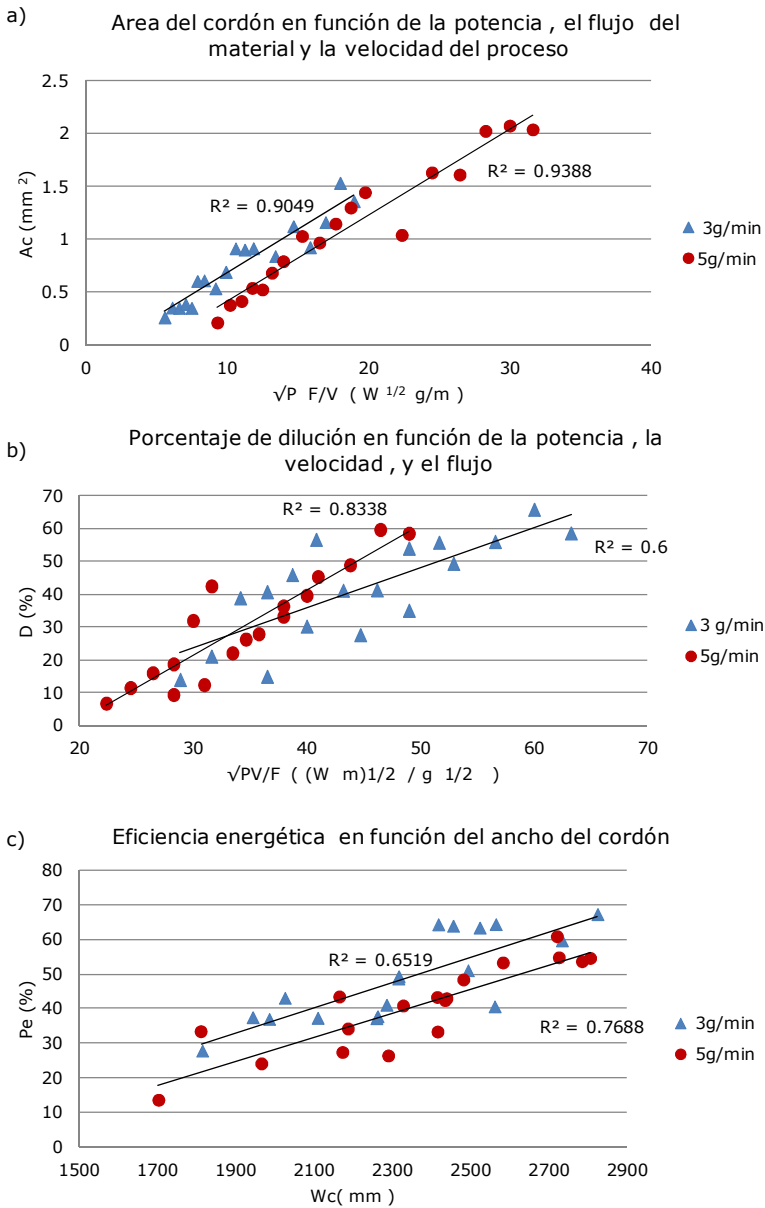


Figura 5.28 Correlación de característica del cordón con parámetros del proceso, a) área del cordón y potencia del láser, velocidad del láser y flujo de material b) porcentaje de dución y potencia del láser, velocidad del láser y flujo de material , c) eficiencia energética y ancho

- Estudio de la distribución de las fases mediante análisis de imagen de los cordones de 20% TiB_2 sobre Ti

Como una forma de relacionar entre la morfología de los compuestos de boro encontrados y los parámetros de proceso, se plantea estudiar si la abundancia de los compuestos de boro en un área y por ende la contribución de dureza de estos podría asociarse directamente a los parámetros de proceso. Para ello se tomaron imágenes a la misma magnificación de la región central de los cordones y mediante el empleo del SEM se estableció el % de área ocupado por compuestos, un ejemplo de este análisis se puede observar en la figura 5.29. Las demás imágenes se encuentran en el anexo D.

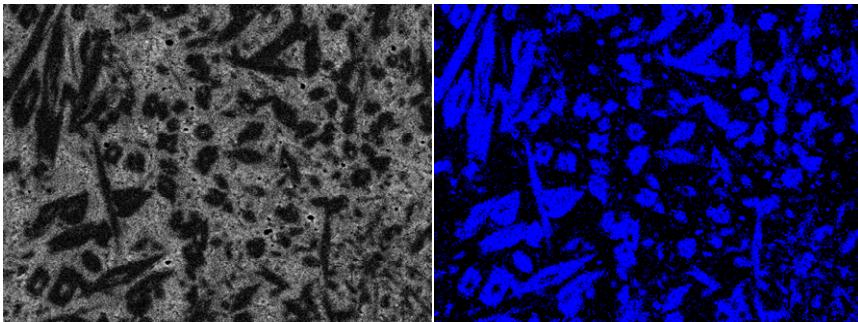


Figura 5.29 Imagen de SEM mediante electrones retrodispersados y su imagen de contraste para el cordón 2 (600W y 5mm/s) en 20 % de TiB_2 sobre Ti

Tabla 5.15 Relación de parámetros del láser con el porcentaje de área de las partículas de TiB.

	P (W)	P/D2 D. Pot (kW/cm ²)	P/VD D. Energía (kJ/cm ²)	% de Área 3g	% de Área 5g
1	500	12.5	5.0	15.6	24.5
2	600	15	6.0	28.5	37.2
3	700	17.5	7.0	19.6	33.6
4	800	20	8.0	12.7	32.7
5	900	22.5	9.0	9.5	20.6
6	1000	25	10.0	2.8	18.8
7	500	12.5	3.1	18.1	7.7
8	600	15	3.8	30	20.7
9	700	17.5	4.4	18.9	18.6
10	800	20	5.0	21.2	17.4
11	900	22.5	5.6	13.7	3.4
12	1000	25	6.3	12.6	1.6
13	500	12.5	2.1	7.9	8.9
14	600	15	2.5	15.5	16.9
15	700	17.5	2.9	10.7	12.7
16	800	20	3.3	4.2	9.3
17	900	22.5	3.8	2.2	5
18	1000	25	4.2	1.9	1

De acuerdo a la tabla 5.15 la tendencia de los datos muestra el área de compuestos de boro disminuyendo a medida que aumenta la energía, salvo en el caso de energía de 500W

- Estudio de composición mediante WDS

Tomando en cuenta que es complejo establecer las relaciones del tipo de compuesto de boro con su morfología y sus propiedades, es necesario aplicar la técnica de WDS (wavelength dispersive spectrometry), que nos suministre por lo menos una composición comparativa aunque sea aproximada del boro, ya que según los observado hasta ahora la distribución de boro al parecer no es homogénea. De acuerdo a los resultados del análisis de imagen el 160

cordón de mayor porcentaje de partículas de boro no precipitadas es el número 2 de tal manera que él es el seleccionado para saber con qué aproximación podemos obtener datos de composición mediante la aplicación de esta técnica de WDS.

WDS Análisis de Boro Ti+20%TiB₂, cordón 2, 3g/min 20%

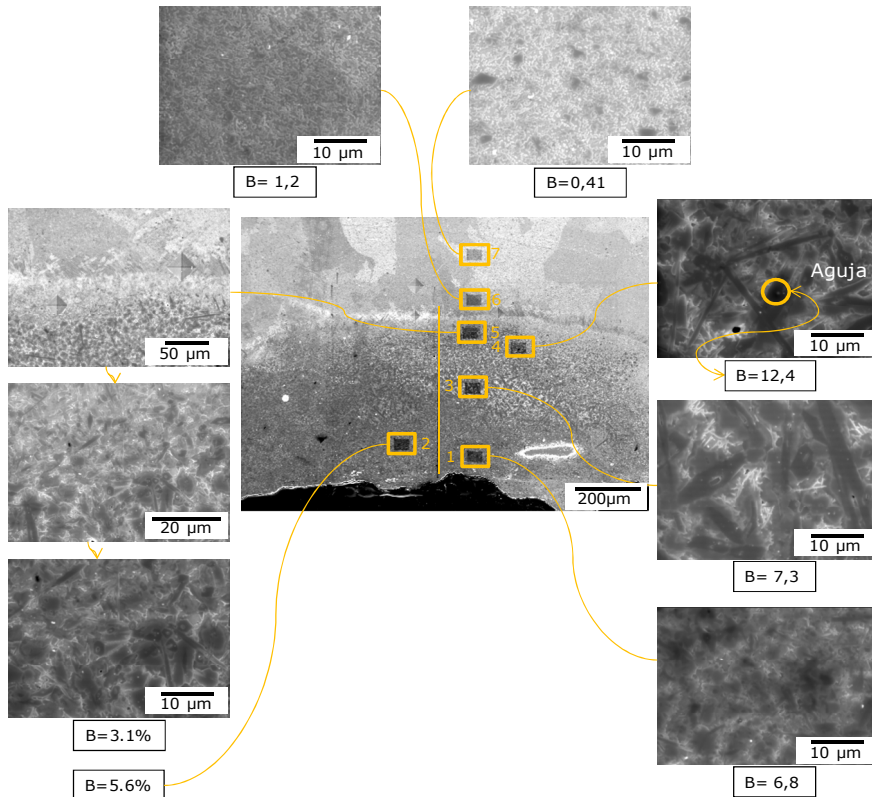


Figura 5.30 Estudio de composición de boro en el cordón 2 (600W y5mm/s) mediante la técnica de WDS.

Teóricamente la composición del polvo de 20%de TiB₂ equivaldría a un 6,2 % aproximadamente, de boro. Mediante el análisis se encuentran valores muy próximos a esta composición, de 5,7 de boro dentro del cordón, en promedio, figura 5.30. Con la tendencia de mayor valor en el centro del cordón y menor en la parte

inferior. Al tratar de identificar la composición de una de las agujas encontradas se ve que su valor se aproxima al del compuesto de TiB., su valor es de un 18%, mientras el encontrado es de un 12%.

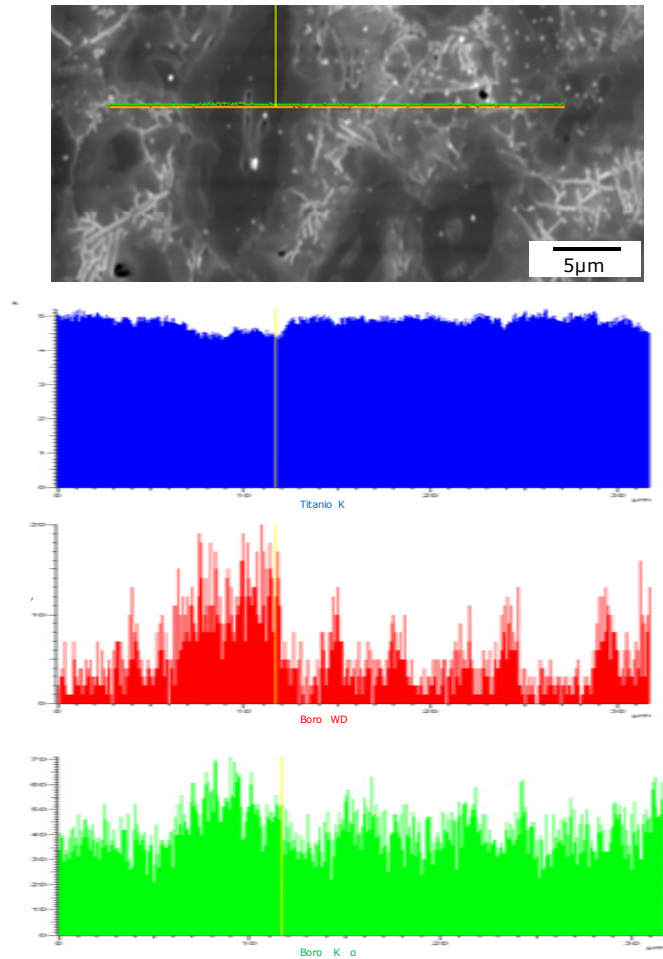


Figura 5.31 Estudio de composición de boro en el cordón 2 variación de composición

También se encuentra una buena correspondencia con los valores en la zona próxima a la ZAC ya que se ha reducido notablemente

el valor de boro, con un valor de 1%, aproximadamente, en la ZAC.

Al ver la efectividad de la medición de la variación de boro puntualmente se análisis ahora los resultados en forma lineal, para saber si mediante el método es posible diferenciar la presencia de Ti en el centro de la agujas, figura 5.31. A lo largo de la línea se ve como el método es sensible a identificar que el Ti esta en el centro de las estructuras hexagonales de TiB, adicionalmente está registrando cada uno de los compuestos de TiB

5.2.6 Influencia de los elementos de aleación sobre el conjunto de sustrato de Ti6Al4V y aporte de polvos de Ti + 20 % de TiB₂

Una vez obtenido los cordones para el porcentaje de 20% con unas adecuadas características geométricas y de propiedades, se ha cambiado el sustrato por Ti6Al4V, al tener este sustrato, como elementos de aleación aluminio y vanadio, se analiza cómo influyen estos elementos en los cordones y el recubrimiento. Para seguir la misma metodología se muestran inicialmente los datos de efecto del láser sobre el Ti6Al4V, tabla 5.16, y luego con polvos aplicados, tabla 5.17.

- Efecto del laser sobre el sustrato de Ti6Al4V

Tabla 5.16 Relación de parámetros del láser con la geometría de la ZAC, sin polvo y sobre sustrato de Ti6Al4V.

Nº	P(W)	V mm/s	Wz. µm	Hz µm	P/D ² D. Potencia (kW/cm ²)	P/VD D. Energía (kJ/cm ²)
1	500	5	2906	1018	12.5	5.00
2	600	5	3345	1262	15	6.00
3	700	5	3710	1513	17.5	7.00
4	800	5	3897	1485	20	8.00
5	900	5	4391	1700	22.5	9.00
6	1000	5	4634	1972	25	10.00
7	500	8	2785	1009	12.5	3.13
8	600	8	3019	1102	15	3.75
9	700	8	3298	1252	17.5	4.38
10	800	8	3307	1214	20	5.00
11	900	8	3699	1389	22.5	5.63
12	1000	8	4028	1532	25	6.25
13	500	12	2401	682	12.5	2.08
14	600	12	2625	822	15	2.50
15	700	12	2859	953	17.5	2.92
16	800	12	2807	973	20	3.33
17	900	12	3158	1177	22.5	3.75
18	1000	12	3354	1224	25	4.17

- Geometría de los cordones de los 20% TiB₂ sobre Ti6Al4V

Tabla 5.17 Relación de parámetros del láser con la geometría del cordón, con 20%TiB₂ + Ti sobre sustrato de Ti6Al4V, 3g/min.

Nº	P W	V mm/s	Wz µm	Hz µm	Wc µm	Wm µm	Hc µm	Hm µm	P/VD		F/S g/m	Wc/ Hc	
									D. Energía kJ/cm ²	Dilució n %			η eficiencia
1	500	5	3022	956	2165	1615	345	210	5.0	19.58	39.96	10.00	6.3
2	600	5	3261	1073	2261	1831	362	381	6.0	26.43	49.43	10.00	6.2
3	700	5	3751	1453	2653	1859	401	589	7.0	39.95	49.86	10.00	6.6
4	800	5	3973	1519	2702	2235	467	646	8.0	41.14	58.37	10.00	5.8
5	900	5	4500	1833	2925	2459	401	829	9.0	53.65	51.92	10.00	7.3
6	1000	5	4622	1935	3071	2686	615	896	10.0	50.68	70.24	10.00	5.0
7	500	8	2965	773	1991	1437	175	179	3.1	26.09	37.90	6.25	11.4
8	600	8	3144	1061	2240	1855	188	331	3.8	33.38	43.70	6.25	11.9
9	700	8	3278	1270	2384	1768	210	494	4.4	45.46	48.36	6.25	11.4
10	800	8	3528	1283	2435	2051	293	607	5.0	56.90	49.57	6.25	8.3
11	900	8	3935	1580	2668	2310	384	677	5.6	55.01	62.93	6.25	6.9
12	1000	8	3927	1583	2817	2406	345	711	6.3	60.97	58.35	6.25	8.2
13	500	12	2428	655	1908	1262	118	109	2.1	29.07	39.19	4.17	16.2
14	600	12	2563	746	2060	1541	140	179	2.5	35.63	36.69	4.17	14.7
15	700	12	2867	833	2218	1913	105	297	2.9	46.27	41.63	4.17	21.1
16	800	12	3389	1241	2384	1968	467	440	3.3	33.74	101.35	4.17	5.1
17	900	12	3685	1296	2510	2049	406	580	3.8	41.75	114.07	4.17	6.2
18	1000	12	3798	1466	2834	2834	253	720	4.2	52.77	97.34	4.17	11.2

Al calcular los porcentajes de dilución se encontró que en términos generales el porcentaje de dilución para los cordones fabricados con 3 g/min es 50% mayor que para los fabricados con 5 g / min, tablas 5.17 y 5.18.

Tabla 5.18 Relación de parámetros del láser con la geometría del cordón, con 20%TiB₂ + Ti sobre sustrato de Ti6Al4V, 5g/min.

Nº	P W	V mm/ s	Wz µm	Hz µm	Wc µm	Wm µm	Hc µm	Hm µm	P/VD D. Energi kJ/cm ²	Dilución %	η	F/V g/m	Wc / Hc
1	500	5	3114	926	2131	1479	600	157	5.0	10.04	62.24	16.67	3.6
2	600	5	3573	1056	2291	1717	565	230	6.0	13.83	73.30	16.67	4.1
3	700	5	3604	1386	2630	2025	547	339	7.0	17.01	78.77	16.67	4.8
4	800	5	3778	1452	2725	2313	487	508	8.0	26.13	78.54	16.67	5.6
5	900	5	4216	1785	2892	2414	674	939	9.0	42.02	88.38	16.67	4.3
6	1000	5	4707	2151	3059	2502	717	1095	10.0	47.39	86.51	16.67	4.3
7	500	8	2988	808	1973	1451	430	139	3.1	14.50	60.81	10.42	4.6
8	600	8	3101	956	2271	1801	330	248	3.8	25.32	57.95	10.42	6.9
9	700	8	4103	1057	2413	1935	304	300	4.4	27.50	71.81	10.42	7.9
10	800	8	3992	1148	2489	1914	348	378	5.0	32.27	70.82	10.42	7.2
11	900	8	4256	1426	2723	2172	496	647	5.6	40.92	86.80	10.42	5.5
12	1000	8	4443	1604	2749	2227	552	778	6.3	52.30	76.18	10.42	5.0
13	500	12	2464	630	1882	1308	100	135	2.1	25.92	33.13	6.94	18.8
14	600	12	2478	808	2091	1617	209	248	2.5	29.13	64.04	6.94	10.0
15	700	12	2948	865	2257	1561	226	322	2.9	30.22	77.20	6.94	10.0
16	800	12	3149	935	2361	1805	291	391	3.3	37.97	74.83	6.94	8.1
17	900	12	3633	1117	2590	2100	330	539	3.8	48.04	83.48	6.94	7.8
18	1000	12	3796	1339	2684	2209	339	686	4.2	53.55	92.93	6.94	7.9

Siguiendo al análisis microestructural, de acuerdo a la figura 5.32 a) se observa, a lo largo de la sección transversal del cordón, tres zonas: una zona superior la cual está compuesta de pequeñas zonas blancas de apariencia casi circular. De esta zona hacia el centro hay un cambio progresivo hasta que en el centro se tiene una zona compuesta de agujas gruesas. En la zona más cercana al sustrato vuelve de forma menos progresiva que anteriormente a las formas circulares pero más finas, de menor tamaño. También se encuentra una zona más oscura formada por pequeñas agujas. Como zona final se observa la zona de martensita, acompañando a ésta la zona de crecimiento de grano característico de la zona afectada por el calor.

- Microestructura de los cordones de polvo de Ti + 20 % de TiB_2 sobre Ti6Al4V

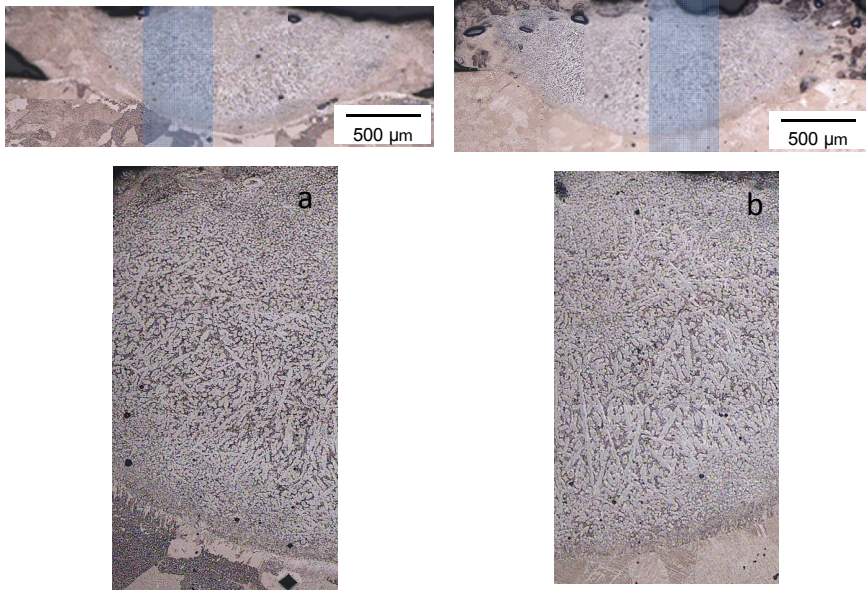


Figura 5.32 Sección transversal del cordón 4 (800W y 5mm/s) a) para Ti y b) para Ti 6Al4V con 20% de TiB_2

En la figura 5.32 b) la microestructura presenta principalmente en la parte superior, estructuras redondeadas. Después una zona muy abundante de agujas y en la parte de la base nuevamente zonas circulares pero en una matriz de pequeñas agujas.

Para el sustrato de Ti6Al4V las agujas en la zona central están más desarrolladas, ocupando una mayor área, que en el caso del Ti, dejando menor espacio para las estructuras redondeadas de la parte superior y para las estructuras de la parte inferior. Otra marcada diferencia, en el caso del Ti, es que los granos más próximos al cordón ubicados en la zona afectada por el calor están totalmente transformados a la estructura martensítica en el caso del Ti6Al4V.

- Pruebas de dureza de los cordones de polvo de Ti + 20 % de TiB_2 sobre Ti6Al4V

Aunque la morfología de estas zonas dentro del cordón son diferentes, los valores de dureza en los barridos no reflejan cambios significativos de magnitud asociados a estas microestructuras. Los barridos para 3 y 5 g/m se observan en las figuras C6 y C7 (Anexo C).

Tabla 5.19 Barrido de dureza para los diferentes cordones, con polvo de Ti + 20% TiB₂ sobre sustrato de Ti6Al4V, con flujo de 3 g/min

Profundidad	Cordón																	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
50	1027	766	766	701	644	766	927	766	701	644	701	644	644	766	766	841	701	766
150	841	927	701	766	766	701	841	766	701	701	766	593	841	766	766	766	701	766
250	927	766	701	766	766	701	927	766	766	701	701	593	644	927	841	841	766	766
350	927	841	644	766	644	701	701	766	701	701	644	644	ZM	ZM	644	766	766	701
450	766	841	766	766	644	701	ZAC	841	701	701	701	701		ZM	ZM	766	766	509
550	ZM	841	766	766	701	701	ZAC	701	644	644	701					701	701	766
650		766	927	766	701	701		701	701	701	644					701	701	841
750		ZM	766	644	644	644		ZAC	701	593	644					766	701	766
850		ZM	701	766	644	644			701	593	701					644	701	701
950		ZM	701	701	701	766			509	441	644					ZM	509	ZM
1050		ZM	ZM	701	701	644			ZAC	ZAC	593					ZM	ZM	
1150			ZAC	766	644	701												
1250				644	ZM	766												
1350				ZM	ZM	701												
1450						644												
1550						ZAC												

ZM Martensita ZAC Zona afectada por el calor

Tabla 5.20 Barrido de dureza para los diferentes cordones, con polvo de Ti + 20% TiB₂ sobre sustrato de Ti6Al4V, con flujo de 5 g/min

Profundidad	Condón																	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
50	1027	841	927	841	766	701	766	1027	1144	841	766	701	841	927	701	766	766	593
150	1027	1027	1027	927	766	701	927	1027	841	766	766	701	701	927	701	766	701	701
250	841	927	841	841	766	766	927	927	766	841	841	766	386	927	644	701	766	644
350	841	927	927	766	841	766	927	1027	841	841	766	701		1027	644	841	766	701
450	1027	927	927	1027	766	766	927	841	841	766	701	701		441	766	927	701	766
550	927	927	927	841	766	701	701	509	841	841	766	701			441	701	766	766
650	927	927	927	927	766	701	412	412	549	841	701	766				473	644	701
750	841	927	1027	841	927	766	386		412	412	644	841			386	593	701	
850	412	441	841	766	701	701				362	701	766					473	701
950	362	386	441	766	701	701					593	766					386	701
1050				766	766	701					766	701						644
1150				386	644	644					701	766						362
1250					644	766					412	509						
1350					841	701								441				
1450					766	701												
1550					766	644												
1650					441	766												
1750					386	701												
1850						386												
		ZM		Martensita			ZAC											Zona afectada por el calor

En términos generales se puede afirmar que se observan mayores valores de dureza en el caso del Ti6Al4V, tablas 5.19 y 5.20.

- ✓ Nanoindentación de los cordones de los 20% TiB₂ sobre Ti y Ti6Al4V

Para establecer las diferencias en propiedades al cambiar el sustrato se han realizado comparaciones en dos cordones (2 y 4) mediante la elaboración de tres barridos de nanoindentación en cada cordón, los resultados se observan en la tabla 5.21, las imágenes de los marcajes se pueden ver en la figura 5.33.

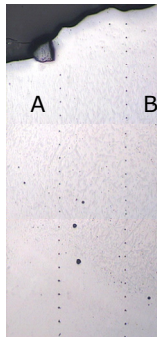


Figura 5.33 Cordón 4 (800Wy 5mm/s) 20% de TiB₂ sobre Ti marcaje A y B

Como complemento a los demás análisis, se realiza un análisis de distribución del Al y el V en el cordón, para luego comparar con las demás características obtenidas de dureza y microestructura, y ver qué relaciones existen entre las propiedades y la composición del cordón. En la figura 5.34 se puede observar como la difusión del aluminio y vanadio en la zona de dilución y en la zona del cordón es muy baja.

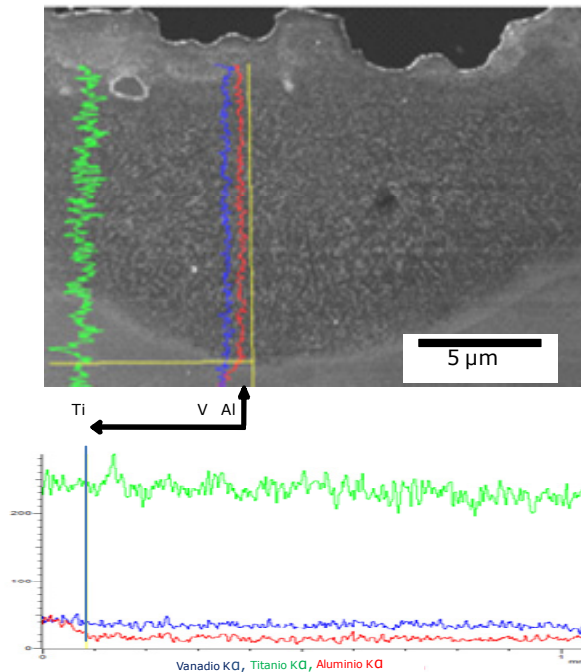


Figura 5.34 ejemplo de la distribución de aluminio y vanadio en el cordón 4(800W y 5mm/s)

En la tabla 5.19 se muestran los valores de nanodureza, se resaltan en amarillo los valores de la ZAC. Los promedios de nanodureza se realizan sin los datos de la ZAC.

Con toda la información obtenida hasta el momento ya podemos tener criterios para la elección de los recubrimientos a realizar. Como un paso intermedio en la fabricación de los recubrimientos se ha realizado solapes de los posibles recubrimientos para ver su comportamiento ante las nuevas condiciones de mayor temperatura que se presenta al ir adicionando cordones hasta tener un recubrimiento. En la figura 5.37 a), se puede ver como en el solape el cordón 18 sigue siendo un recubrimiento de baja altura, en b) el solape del cordón 16 con la adición de cordones se han creado una ondas que muestran la no existencia de recubrimiento y en c) se observa como a medida que se adicionan

cordones la altura Hc del cordón número 6 va aumentando, estos serán aspectos adicionales a tener en cuenta.

Tabla 5.19 Barridos de nanoindentación para los cordones 2 y 4 con 20% de TiB₂ + Ti sobre sustrato de Ti y Ti6Al4V.

Huella	Cordón 2 Ti			Cordón 4 Ti			Cordón2 Ti6Al4V			Cordón 4 Ti6Al4V		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
1	11.9	9.5	12.4	10.8	8.6	13.9	16.6	48.6	11.8	6.7	12.5	14.2
2	***	22.6	14.1	24.0	5.3	1.0	16.5	24.4	14.0	10.1	12.1	15.2
3	14.0	53.3	13.8	14.8	10.4	7.3	13.9	11.7	9.8	16.0	12.8	11.7
4	13.9	14.6	14.8	13.6	13.1	18.4	15.2	32.1	11.5	25.4	7.7	31.1
5	30.8	10.5	12.0	20.5	26.8	13.1	26.7	18.9	9.0	16.1	8.6	25.9
6	12.6	17.0	13.7	35.0	30.3	8.3	15.7	34.0	8.3	10.6	13.0	14.4
7	9.2	36.1	12.7	16.1	9.7	10.8	11.0	30.8	6.4	33.3	12.4	11.0
8	12.0	30.6	14.0	11.0	13.0	0.8	16.2	13.0	19.3	9.1	29.9	15.0
9	23.4	30.5	14.8	13.5	26.4	19.4	27.8	11.9	12.4	13.7	12.9	10.9
10	30.6	13.1	12.7	11.4	14.9	9.0	12.8	12.8	18.1	9.8	12.7	9.7
11	12.2	33.1	14.1	20.6	10.5	9.5	20.2	31.2	10.3	21.7	30.1	28.5
12	12.5	12.5	8.5	10.3	12.5	15.6	31.1	22.4	6.5	14.8	14.1	10.3
13	14.3	12.4	3.3	16.6	12.3	5.1	9.0	33.1	5.1	11.8	13.0	10.6
14	15.6	9.3	3.0	5.9	14.1	2.8	7.0	13.4	5.6	23.3	10.1	14.1
15	14.8	13.0		2.2	13.4	2.1	5.1	14.3	5.4	18.3	9.3	27.3
16	2.7	5.6		2.1	13.3		5.0	20.8	5.1	9.4	11.5	14.4
17	2.0	3.4		2.0	12.5		5.3	5.5		8.8	7.3	10.4
18	2.0	2.8		2.1	8.6		4.6	6.1		9.6	11.4	10.8
19					10.8			5.6		5.5	18.2	8.1
20					7.7			5.4		4.9	6.9	6.5
21					4.2					5.8	6.4	5.2
22					3.5					5.6	5.1	5.5
23					1.1						5.2	
24					1.9						5.2	
25					2.1							
Promedio	16,3	18.3	11.7	16.0	12.8	9.1	17.1	23.4	11.5	14.9	13.0	12.9
Desv. S.	7.0	13.4	4.0	7.1	6.9	6.1	7.1	10.8	4.1	7.1	6.3	7.2

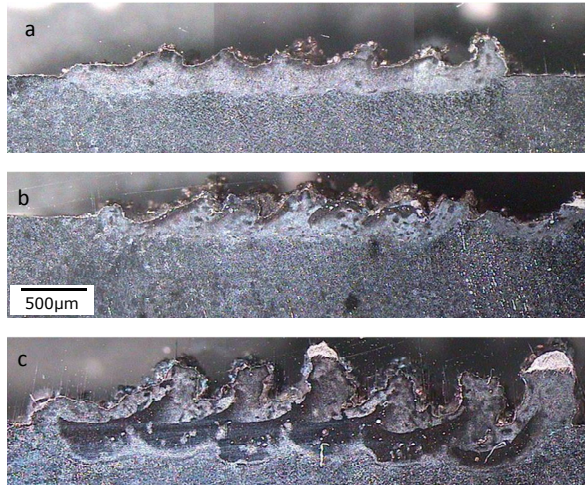


Figura 5.35 Ejemplo de solapes realizados (6 Cordones). para: a) cordón 18 (1000W y 12mm/s), b) cordón 16 (800W y 12mm/s) y c) cordón 6 (1000W y 5mm/s)

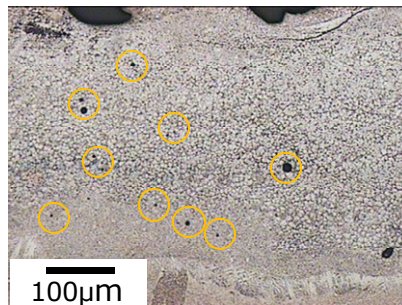


Fig. 5.36 Porosidades en cordón 1 (500W, 5 mm/s y 3g/ min)

Todos los cordones realizados para 20% de aleación tienen material depositado sobre la superficie del sustrato es decir pueden ser considerados como recubrimientos, pero se han descartado algunos de estos por ser muy pequeños. Inicialmente se descarta el 13, 14 y 15 para 3 g/min y 5 g/min. También se descartan al ser cóncavos los 7 y 8 de 3g/min, por presencia de poros el 1, 2, 3 y 9 para 3 g/min y 1, 2, 3, 4, 7, 8 y 11 para 5 g/min, figura 5.36.

5.3 Caracterización de Recubrimientos

Los recubrimientos elegidos inicialmente para el análisis han sido los que corresponden a los números 5, 11, 14, 17 y 18 y realizados con un flujo de 3 g/min con: Ti +20% de TiB₂ y Ti+40% de TiB₂ sobre Ti y Ti6AL4V para Ti + 60% TiB₂ sobre Ti los cordones 14 y 18.

Las imágenes de estos recubrimientos preseleccionados se pueden observar en las figuras 5.37 para 60% de TiB₂, figura 5.38 para 40% de TiB₂ y figura 5.39 para 20% de TiB₂. Sin embargo, al hacer el análisis inicial de calidad de los recubrimientos se encuentra que algunos de ellos presentan alta porosidad, socavamiento y agrietamiento, por tanto los recubrimientos elegidos para continuar el análisis son los que figuran en la tabla 5.22. En esta tabla se presenta además los datos correspondientes a potencia, velocidad, densidad de potencia y densidad de energía para que se aprecie que con los recubrimientos que han superado esta primera etapa podremos realizar comparaciones en cuanto a diferentes parámetros de proceso; ya que por ejemplo con los recubrimientos 5, 11 y 17 podemos comparar recubrimientos obtenidos con la misma densidad de potencia pero diferentes irradiancia, entre el recubrimiento 5 y 11 que tienen la misma potencia, se analizará el efecto de diferencia de velocidad.

Tabla 5.22 Recubrimientos seleccionados.

Sustrato Ti	Nombre	Sustrato Ti	Nombre	Sustrato Ti6Al4V	Nombre	P (W)	V mm/s	P/D2 D. Pot (kW/cm ²)	P/VD irradiancia D. Energía (kJ/cm ²)
40%TiB ₂		20%TiB ₂		20%TiB ₂					
Cordón		Cordón		Cordón					
5	40Ti5	5	20Ti5	5	20Ti645	900	5	22,5	9,0
		11	20Ti11	11	20Ti6411	900	8	22,5	5,6
		14	20Ti14	14	20Ti6414	600	12	15,0	2,5
		17	20Ti17	17	20Ti6417	900	12	22,5	3,8
18	40Ti18	18	20Ti18			1000	12	25,0	4,2

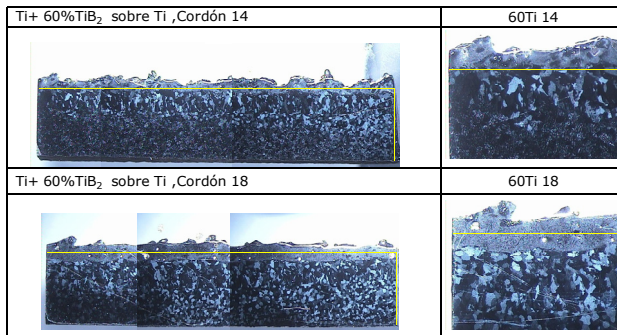


Figura 5.37 Sección transversal de los recubrimientos preseleccionados de 60% de TiB₂ sobre Ti, cordones 14 y 18. Se muestra la línea de separación del recubrimiento en una imagen general y una ampliación del extremo.

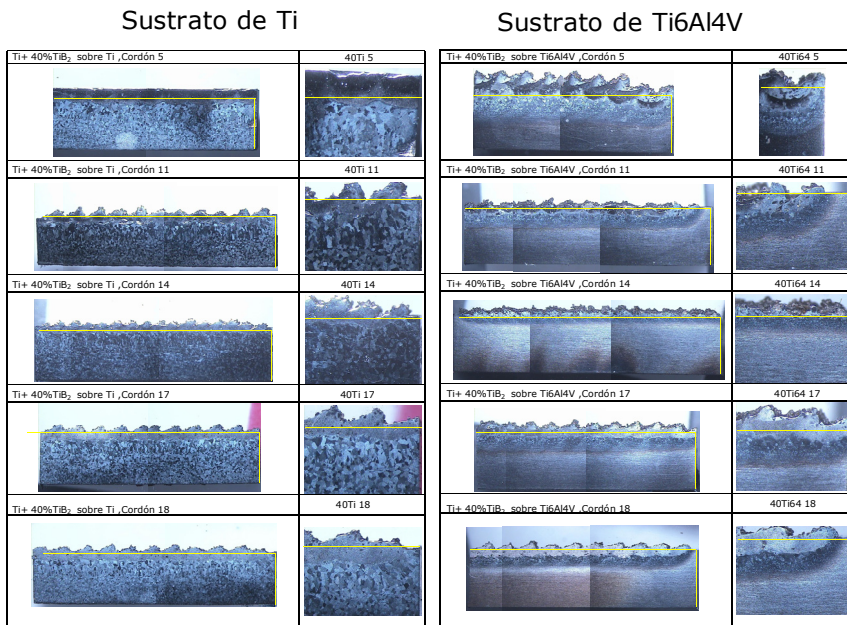


Figura 5.38 Sección transversal de los recubrimientos preseleccionados de 40% de TiB₂ sobre Ti y Ti6Al4V cordones 5, 11, 14, 17 y 18. Se muestra la línea de separación del recubrimiento en una imagen general y una ampliación del extremo.

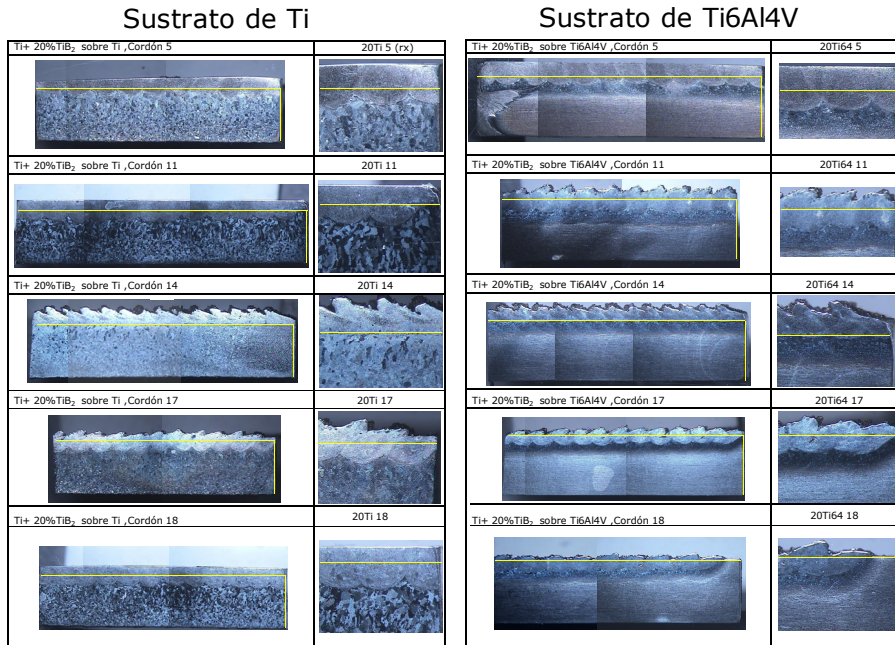


Figura 5.40 Sección transversal de los recubrimientos preseleccionados de 20% de TiB₂ sobre Ti y Ti6Al4V cordones 5, 11, 14, 17 y 18. Se muestra la línea de separación del recubrimiento en una imagen general y una ampliación del extremo.

5.3.1 Geometría de los recubrimientos

La caracterización de los recubrimientos se inicia con la determinación, para cada cordón, de la altura del cordón (H_c), de la altura del material fundido (H_m) y de la altura de la ZAC (H_z), datos que se observan en la tabla 5.23. Adicionalmente, se calcula el promedio de la altura en cada caso y su desviación estándar. En la tabla 5.24 se observa datos sobre las áreas y los porcentajes de dilución.

Tabla 5.23 Relación de parámetros del láser con la geometría del recubrimiento.

													Prom	θ
20Ti5	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11	C12		
Hc	508				514								511	-
Hm	413	476	559	386	431	477	500	474	519	449			468.4	51.2
H_z	1369	1214	1194	1167	1408	1472	1630	1557	1529	1381			1392	160
20Ti11														
Hc	370				370								370	-
Hm	418	389	278	399	361	299	333	398	306	463			364.4	59.3
H_z	990	1111	1010	1018	1037	1037	1111	1148	1176	1315			1095	99.5
20Ti14														
Hc	130	444	555	491	611	592	538	416	490	463	501	528	479.9	124
Hm	83	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
H_z	805	843	778	815	871	815	843	853	861	936	991	964	864.6	66.1
20Ti17														
Hc	157	519	473	519	398	491	417	453	454	528	445		441.3	103
Hm	574	639	630	629	602	584	629	621	658	602	657		620.5	27.4
H_z	1185	1241	1120	1287	1315	1351	1379	1277	1324	1352	1380		1292	82.4
20Ti18														
Hc	296				417							361	358	
Hm	436	157	139	166	146	83	139	185	176	187	287	232	194.4	91.4
H_z	945	835	806	945	870	851	972	981	1046	1046	1065	1037	949.9	90.9
20Ti64														
Hc	729												729	
Hm	608	542	523	533	654	478	486	542	515	636			551.7	60.7
H_z	1458	1462	1384	1365	1374	1100	1131	1272	1272	1243			1306	125
20Ti64														
Hc	663	645	673	739	719	608	617	776	748	643			683.1	58.5
Hm	766	664	822	823	757	804	738	636	738	804			755.2	64.2
H_z	1449	1458	1570	1504	1486	1506	1523	1505	1626	1505			1513	51.9
20Ti64														
Hc	56	332	325	380	361	463	417	306	556	407	426	501	377.5	125
Hm	222	250	139	130	167	203	111	213	269	269	146	157	189.7	55.4
H_z	788	890	824	908	936	898	982	944	925	889	917	888	899.1	51.9
20Ti64														
Hc	327	580	570	617	505	571	561	624	624	523	651	615	564	86.3
Hm	95	158	140	149	158	149	177	135	192	165	156	211	157.1	29.2
H_z	944	935	888	916	944	1038	982	880	880	963	945	935	937.5	45.1
40Ti5														
Hc	664				682				663				669	
Hm	271	243	253	252	224	280	290	308	355				275.1	39.4
H_z	1561	1533	1672	1617	1667	1458	1448	1336	1308				1511	134
40Ti18														
Hc	252	299	224	168	150	168	187	177	112	214	170		192.8	51.6
Hm	365	383	420	392	430	458	446	456	420	448	393		419.2	31.9
H_z	1150	1261	1308	1354	1317	1364	1383	1401	1383	1319	1280		1320	71.9

Tabla 5.24 Áreas del cordón y del material fundido y porcentaje de dilución en los diferentes recubrimientos.

	No cordones	Área del Cordón	Área material fundido	Dilución
		Ac (mm ²)	Am (mm ²)	%
20Ti5	4	2.765	2.580	48.27
20Ti11	4	2.358	2.491	51.37
20Ti14	5	2.642	0.596	18.42
20Ti17	4	2.275	2.906	56.09
20Ti18	4	2.263	2.584	53.32
20Ti645	4	3.474	2.867	45.21
20Ti6411	5	2.412	2.880	54.42
20Ti6414	5	2.473	1.361	35.50
20Ti6417	5	0.762	3.677	82.84
40Ti5	4	3.139	1.560	33.20
40Ti18	4	1.068	2.386	69.07

5.3.2 Microestructura de los recubrimientos

Para cada recubrimiento se ha realizado el análisis de la microestructura tomando las imágenes de la zona superior, intermedia e inferior de un cordón y zonas intermedias entre cordones. En las figuras siguientes se presentan los montajes realizados.

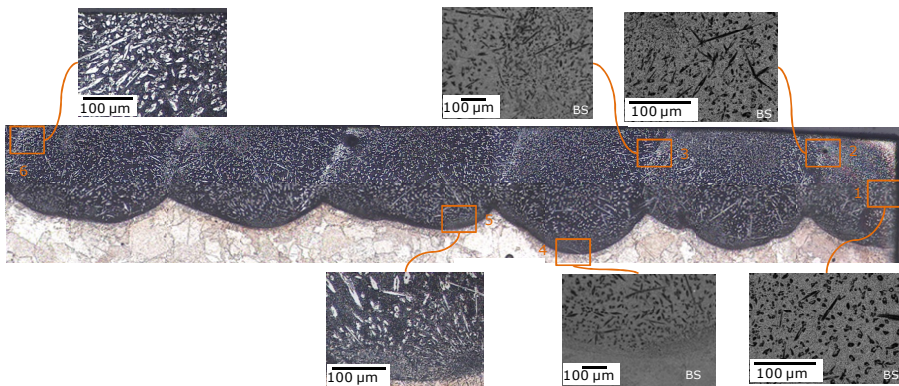


Figura 5.40 Microestructura del recubrimiento 20Ti5 (20%TiB₂ +Ti sobre Ti, cordón 5 (900W y 5mm/s)), rectificado.

El recubrimiento 20Ti5, figura 5.40, muestra una homogénea distribución de las agujas de boro en todos los cordones aunque es claro que en la zona de unión de los cordones hay una orientación de agujas en dirección al flujo, se podría pensar que son más pequeñas y en mayor cantidad. En la zona de interfase con el material base no se ven estructuras dendríticas de enfriamiento severo.

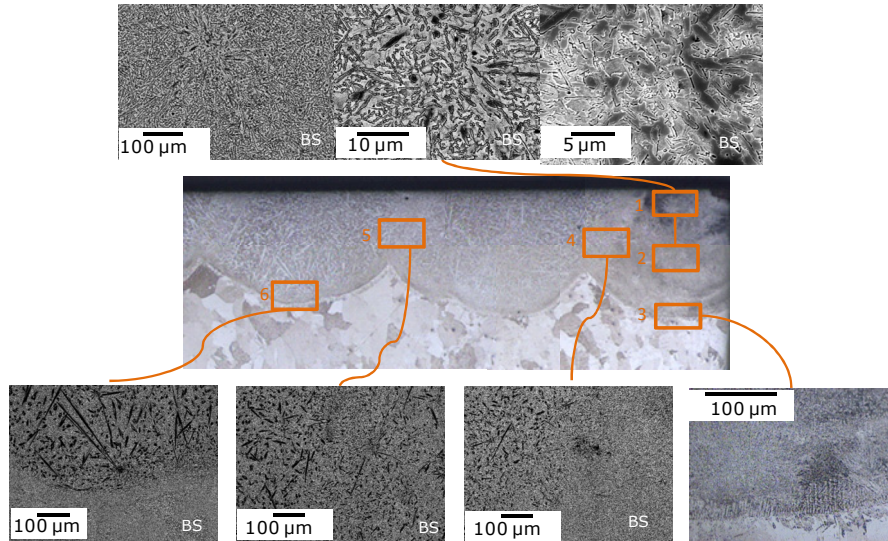


Figura 5.41 Microestructura del recubrimiento 20Ti11 (20%TiB₂ +Ti sobre Ti cordón 11 (900W y 8mm/s)), rectificado

En el caso del recubrimiento 20Ti11, figura 5.41, ya no todos los compuestos son las agujas de TiB sino que se encuentran concentraciones posiblemente, de TiB₂ original, rodeado de zonas eutécticas. Se observa una leve estructura columnar en la base de alguno de los cordón. La zona intermedia entre los cordones se ve más clara debido a que las partículas de TiB han reducido su tamaño.

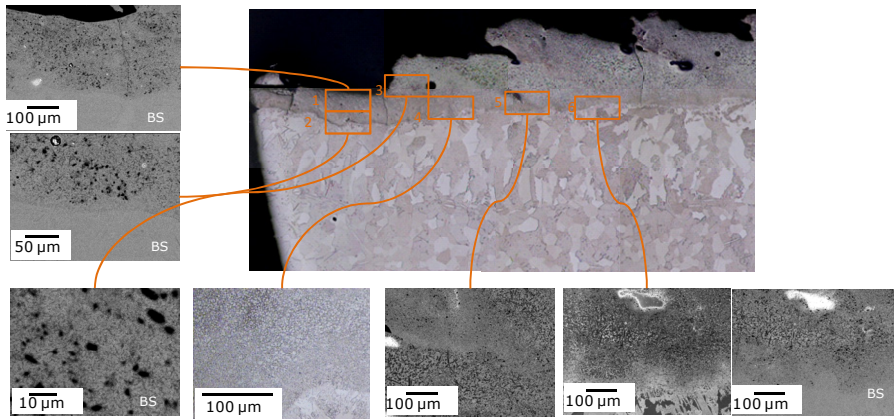


Figura 5.42 Microestructura del recubrimiento 20Ti14 (20%TiB₂ +Ti sobre Ti cordón 14 (600W y 12mm/s))

El recubrimiento 20Ti14, figura 5.42, presenta una alta fragilidad, presencia de grietas y fracturas, los compuestos de boro parecen ser exclusivamente de TiB₂ original, posiblemente por la falta de disociación de los compuestos con la baja energía.

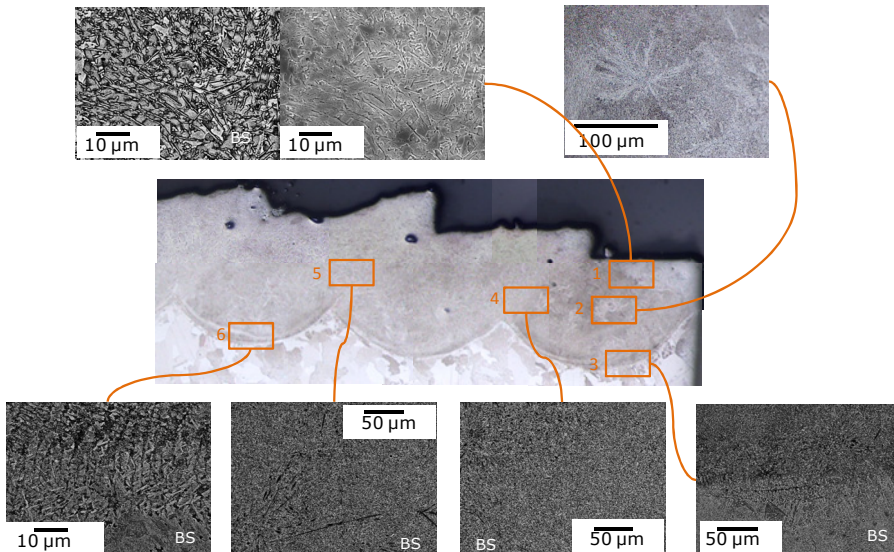


Figura 5.43 Microestructura del recubrimiento 20Ti17 (20%TiB₂ +Ti sobre Ti cordón 17 (900W y 12mm/s))

Para el recubrimiento 20Ti17, figura 5.43, ya no se observan casi agujas, sino una casi total y fina difusión de boro en la matriz. En las zonas intermedias de los cordones hay una muy leve orientación. En este caso hay más zonas columnares en la interfase, donde se encuentra una zona de un fino eutéctico con agujas muy finas y lo que parecería un tamaño de grano muy fino.

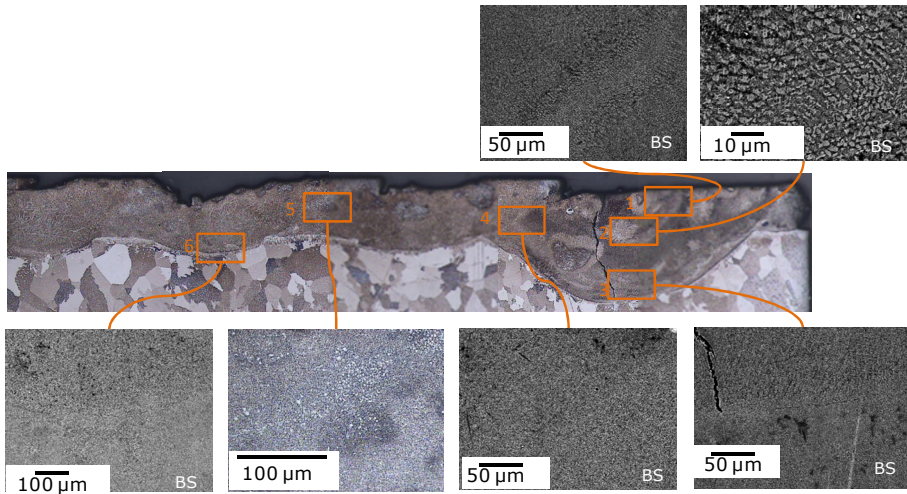


Figura 5.44 Microestructura del recubrimiento 20Ti18 (20%TiB₂ +Ti sobre Ti cordón 18 (1000W y 12mm/s)).

En el caso del 20Ti18, figura 5.44, se presenta una microestructura similar a la del caso 20Ti17, pero al parecer con mayor fragilidad por la presencia de fracturas.

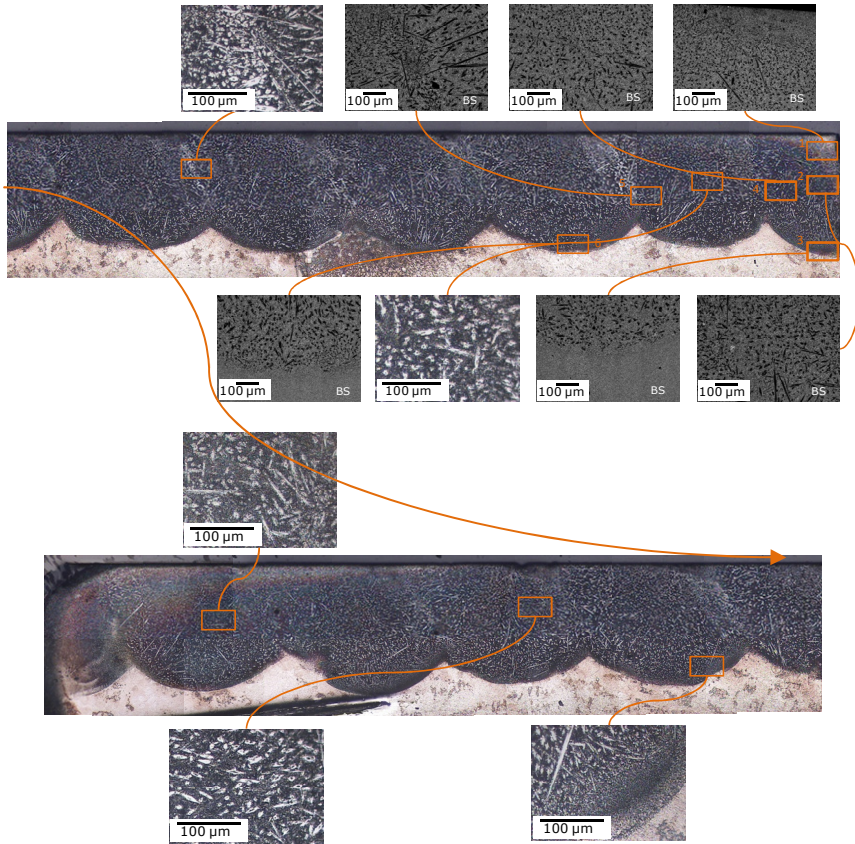


Figura 5.45 Microestructura del recubrimiento 20Ti645 (20%TiB₂ +Ti sobre Ti6Al4V cordón 5 (900W y 5mm/s)), rectificado.

El recubrimiento 20Ti64 5, figura 5.45, es similar al 20Ti5, con una homogénea distribución de las agujas de boro, sólo que en la base de los cordones aparece la estructura un poco más fina. En este caso se muestra todo el recubrimiento para mostrar que realmente es muy homogéneo en forma y morfología.

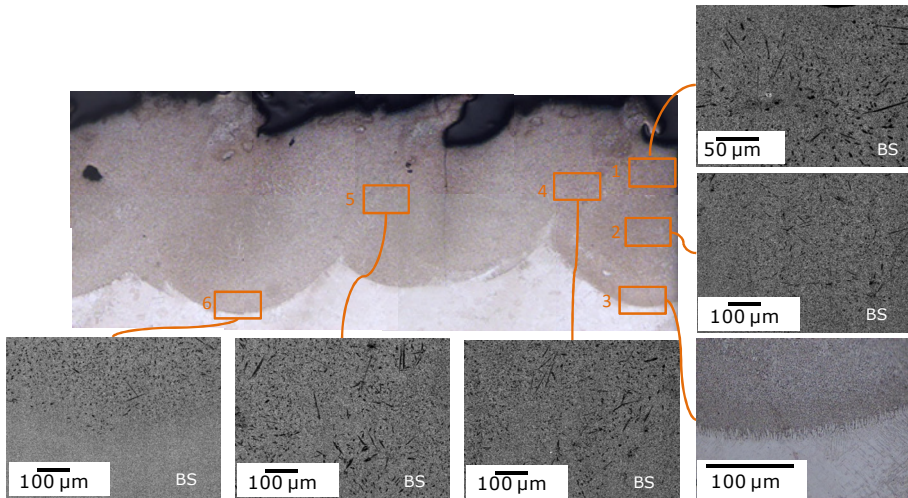


Figura 5.46 Microestructura del recubrimiento 20Ti6411 (20%TiB₂ +Ti sobre Ti6Al4V cordón 11 (900W y 8mm/s)).

Para el caso del 20Ti6411, figura 5.46, se encuentran algunos núcleos de TiB₂ original, pero adicionalmente agujas de TiB en la zona base de los cordones, en una zona columnar muy fina. Se ve claramente la zona intermedia de los cordones, caracterizada por una región más clara orientada en sentido del flujo del material al solidificar.

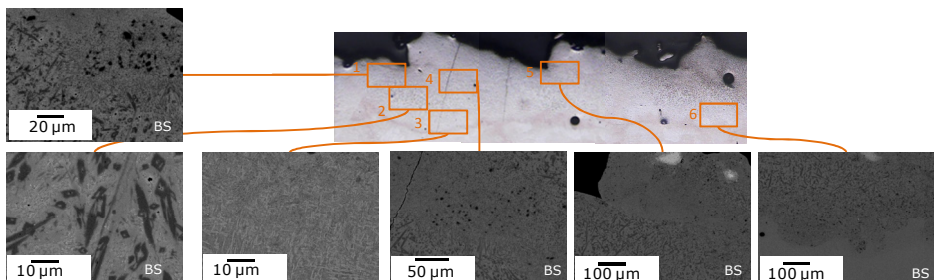


Figura 5.47 Microestructura del recubrimiento 20Ti6414 (20%TiB₂ +Ti sobre Ti64 cordón 14 (600W y 12mm/s)).

En este caso, cordón 20Ti6414, figura 5.47, se encuentra que es un cordón muy frágil por la presencia de grietas, pero en diferencia al caso de la base de Ti, donde sólo hay núcleos de TiB₂,

ahora hay combinación del componente original de TiB_2 y TiB en forma de agujas.

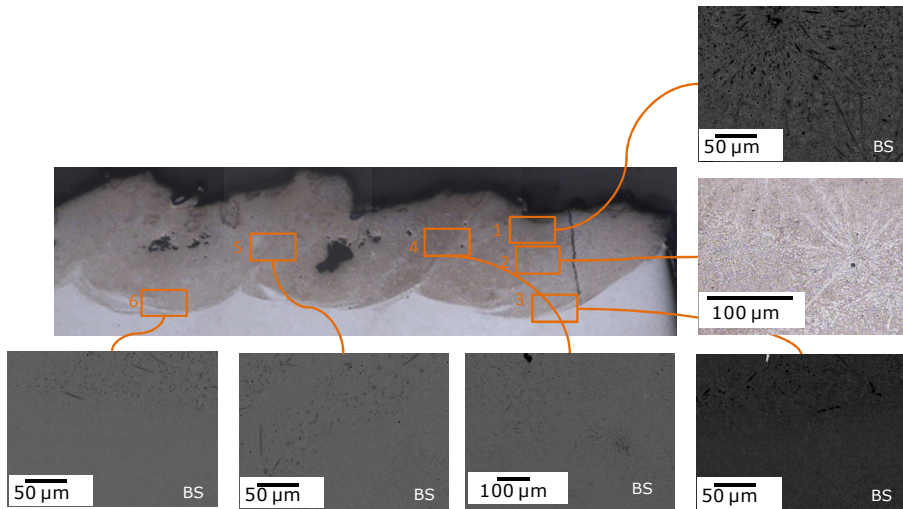


Figura 5.48 Microestructura del recubrimiento 20Ti6417 (20% TiB_2 +Ti sobre Ti64 cordón 17 (900W y 12mm/s)) Sin Rectificar.

Para el cordón 20Ti6417, figura 5.48, se encuentra una microestructura correspondiente a alta difusión de boro, en la zona del cordón se encuentran unas figuras en forma de estrella y entre los cordones, se alcanza a observar el efecto del flujo de materia, hay fracturas en el primer cordón.

En el recubrimiento 40Ti5, figura 5.49, con el doble de cantidad de diboruro, se ve más abundancia de partículas de TiB_2 originales, las cuales han difundido boro hacia sus alrededores, este fenómeno se ve en la parte superior del cordón. En la parte central del cordón no se encuentran las partículas de TiB_2 . Además se aprecia en todo el recubrimiento una gran cantidad de porosidad.

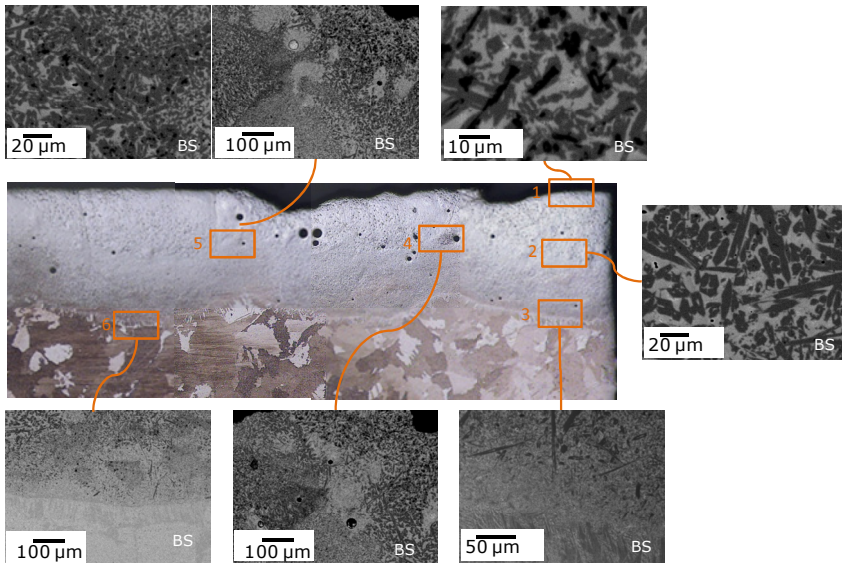


Figura 5.49 Microestructura del recubrimiento 40Ti5 ($40\%TiB_2 + Ti$ sobre Ti cordón 5 (900W y 5mm/s)).

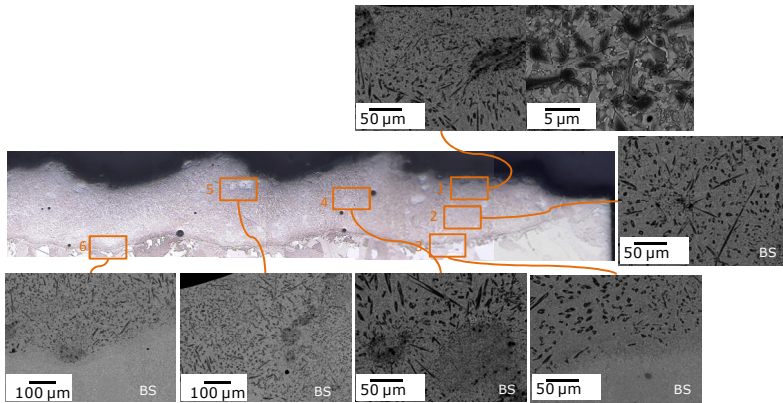


Figura 5.50 Microestructura del recubrimiento 40Ti18 ($40\%TiB_2 + Ti$ sobre Ti cordón 18 (1000W y 12mm/s)) Sin Rectificar.

Para el recubrimiento 40Ti18, figura 5.50, se encuentra menor cantidad de TiB_2 , posiblemente por la condición de mayor energía, en la zona central del recubrimiento no se encuentra partículas de TiB_2 original, en la zona intermedia entre cordones no se encuentra alta orientación de las partículas por efecto del flujo.

5.3.3 Pruebas de dureza a los recubrimientos

- Microdureza de los recubrimientos

En la tabla 5.25 se muestran los barridos de microdureza. En cada recubrimiento se realiza tres barridos de dureza en tres cordones diferentes.

Tabla 5.25 Valores de microdureza (HV) para los recubrimientos

	20Ti5			20Ti11			20Ti14			20Ti17		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
50	701	766	644	644	766	701	927	1027	1027	593	593	841
150	841	644	841	549	701	701	841	927	927	593	701	766
250	701	841	841	644	701	766	412	841	841	644	644	766
350	841	841	766	549	766	766		701	927	549	593	644
450	766	766	766	593	766	766		927	841	509	644	549
550	841	1027	766	644	766	1027		1144	244	473	841	549
650	766	841	927	644	841	766		1027		549	549	593
750	701	701	766	549	766	766		386		549	644	701
850	549	766	841	257	271	114		154		148	321	593
950	509	766	766									549
1050	183	701	766									321
1150		175	412									143
	20Ti18			20Ti645			20Ti6411			20Ti6414		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
50	473	701	701		841	841	473	766	1027	841	927	927
150	549	701	701		841	841	644	644	841	841	841	927
250	549	644	644	701	766	701	644	593	766	841	701	841
350	473	271	321	644	841	927	644	644	701	927	927	841
450	549	673		701	841	766	701	701	701	841	841	841
550	441			644	841	841	701	644	593	766	473	1144
650	441			644	841	841	593	644	593	927	362	766
750	118			644	766	766	644	644	766	340	700	340
850				766	841	701	593	701	766	884		847
950				644	841	841	766	644	644			
1050				701	701	841	473	701	701			
1150				701	701	841	412	412	766			

50	20Ti6417			40Ti5			40Ti18		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
150	701	701	701	1283	1448	1144	927	841	927
250	701	644	644	1283	1448	1283	644	766	766
350	644	841	701	1283	1648	1283	701	766	766
450	644	701	701	1027	1448	1283	644	644	766
550	701	593	701	1144	927	1283	644	701	701
650	593	549	644	1027	841	1283	644	701	644
750	644	593	593	549	766	1144	175	701	232
850	412	644	644	841	441	766		644	
950	673	644	412	701	148	701		148	
1050		412	412	137		244			

Tabla 5.26 Promedios de los valores de los barridos de dureza verticales para los recubrimientos

Recubrimiento	Promedio de dureza			Promedio	Desviación
	1	2	3		
20Ti5	722	783	790	765	37.4
20Ti11	602	759	782	714.3	97.96
20Ti14	670	942	913	841.7	149.4
20Ti17	557	651	655	621	55.46
20Ti18	496	673	673	614	102.2
20Ti64 5	673	771	841	761.7	84.39
20Ti64 11	620	734	864	739.3	122.1
20Ti64 14	884	700	847	810.3	97.33
20Ti64 17	673	673	557	634.3	66.97
40 Ti5	992	945	923	953.3	35.25
40 Ti18	786	743	786	771.7	24.83

La variación de los valores de las durezas entre los cordones, tabla 5.26, muestra que la tendencia es menor dureza en el primer cordón. Son más homogéneos los cordones del recubrimiento con 40% de TiB₂ y hay mayor homogeneidad en los cordones de los recubrimientos a baja velocidad con sustrato de Ti.

Tabla 5.27 Promedios de los valores de los barridos de dureza horizontal para los recubrimientos

	Dureza (HV)											
	Distancia desde el primer cordón										Promedio	Desviación
	250	500	1000	1500	2000	2500	3000	3500	4000			
20Ti5	701	841	701	841	766	766	766	841	701	776.5	60.7	
20Ti11	644	644	766	841	701	766	766	766	841	748.3	72.8	
20Ti14	644	841	1027	766	841	1027	927	1027	766	874	138	
20Ti17	593	549	593	644	644	701	644	549	701	664.5	57.3	
20Ti18	593	549	549	509	593	701	644	701	701	615.6	74.1	
20Ti645	701	701	841	841	766	841	927	927	841	820.7	83.6	
20Ti6411	701	701	644	701	701	644	701	593	701	676.3	39.8	
20Ti6414	841	766	766	766	593	927	1027	927	766	819.9	127	
20Ti6417	701	644	644	701	593	593	644	701	1027	694.2	132	
40Ti5	1283	1144	1027	1448	1027	1448	1448	1144	1448	1269	186	
40Ti18	644	593	644	644	701	644	701	766	701	670.9	50.9	

En el caso de la dureza horizontal, tabla 5.27, hay mayores variaciones en los valores de dureza que para el caso de dureza vertical. El Efecto térmico al ir colocando los cordones puede producir un efecto de difusión de boro, en los cordones anteriormente fabricado. Por tanto, disminuye la dureza en la zona entre cordones y la desviación aumenta.

✓ Nanoindentación de los recubrimientos

Se realizaron barridos de nanoindentación a los recubrimientos 20Ti5, 20Ti11, 20Ti645 y 40Ti5 en la zona central del cordón y otro en la zona intermedia entre cordones, figura 5.51. El propósito de estos barridos es poder analizar el cambio de propiedades que puedan tener los compuestos de TiB y la matriz del recubrimiento por el efecto térmico en los recubrimientos. En la figura 5.52 y 5.53 se observa la estructura obtenida y sus correspondientes valores de dureza.

Tabla 5.28 Datos de dureza de los barridos de nanoindentación para los recubrimientos

	20Ti5		20Ti11		20Ti64 5		40Ti5	20Ti17	20Ti18
	centro	inter	centro	inter	centro	inter	centro	centro	centro
1	37.4	11.8	23.7	12.3	9.9	11.9	25.5	11.2	****
2	****	****	****	****	****	****	34.3	****	7.7
3	9.6	9.7	26.3	6.3	11.2	10.5	30.6	13.7	12.7
4	9.6	10.1	****	****	10.6	9.0	29.3	****	11.5
5	13.1	17.4	9.6	10.6	8.1	16.4	25.4	9.5	13.3
6	11.2	8.7	21.1	11.8	8.0	9.3	31.8	****	9.8
7	13.8	12.3	12.6	8.5	12.8	11.2	15.3	12.9	
8	11.1	7.7	12.1	14.7	14.4	27.8	19.2	****	
9	10.1	9.2	9.0	8.1	11.5	7.8	32.0	9.6	
10	11.8	20.3	10.1	4.5	30.7	17.9	14.1	****	
11	10.3	8.2	9.5	3.2	9.2	14.3	10.1		
12	8.2	11.0	8.7	3.6	9.1	11.0	10.1		
13	10.7	14.9	11.2		10.7	32.4	9.3		
14	12.9	13.0	8.4		11.2	10.3	7.2		
15	13.5	10.4	10.4		16.7	30.4	6.1		
16	9.7	21.1	15.0		11.8	18.5	2.0		
17	9.5	16.2	2.3		25.0	6.5			
18	6.1	13.4	3.0		25.7	5.8			
19	6.3	****	2.2		5.6	4.9			
20	6.0	19.1	2.9		9.9	5.9			
21	5.5	4.2			13.2				
22	3.3	1.6			10.3				
23		2.2			28.4				
24		1.8			9.7				
25		3.3			7.0				
26					5.4				
Promedio	11.9	13.0	13.4	10.3	13.6	14.8	21.0	11.4	11.0
Desv. S.	6.7	4.2.8	5.9.0	2.9	6.9	8.2	9.9	1.6	2.3

Los valores resaltados en amarillo representan los datos tomados en la zona afectada por el calor (ZAC) los cuales no se toman en cuenta para el promedio.

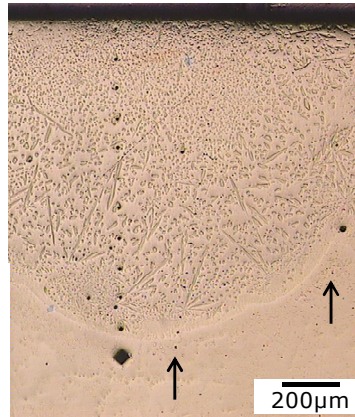


Figura 5.51 Ejemplo de perfiles de nanoindentación realizados al recubrimiento 20Ti5 en el segundo cordón y en la zona intermedia

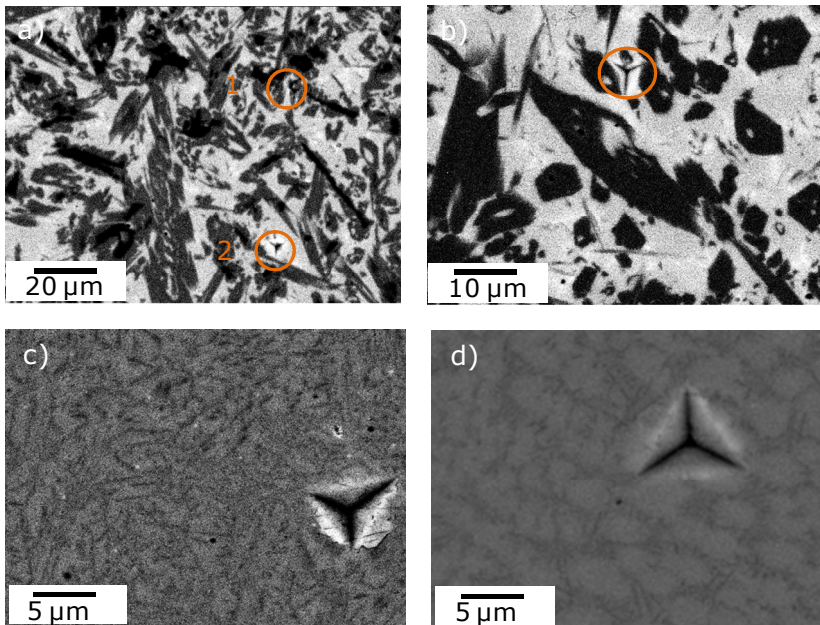


Figura 5.52 Determinación de valores de nanodureza a compuestos de Ti y B en el centro del cordón, a) 40Ti5, 1, 25 GPa, 2, 34GPa, b) 40Ti5 14 GPa, c) 20Ti17 14 GPa, d) 20Ti18 13 GPa.

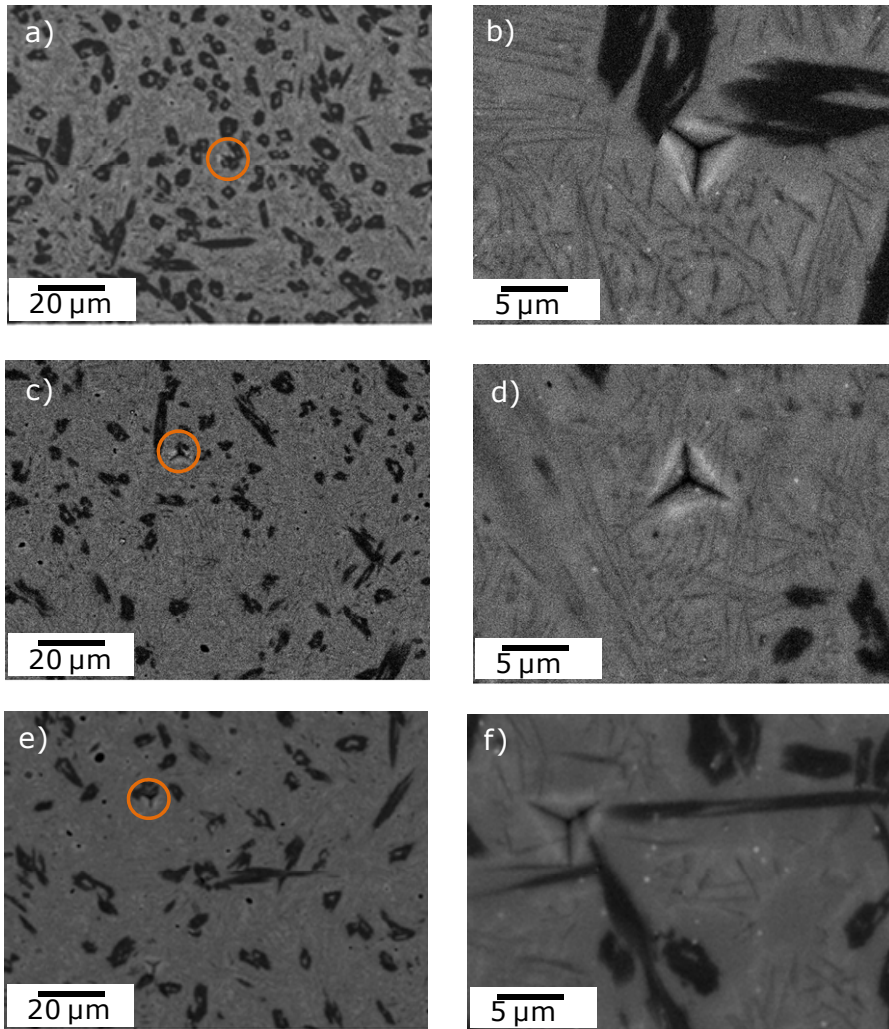


Figura 5.53 Determinación de valores de nanodureza a compuestos de Ti y B, a) 20Ti5 37GPa (centro), b) 20Ti5 13 GPa (centro), c) 20Ti11 24 GPa (centro), d) 20Ti11 8 GPa (centro), e) 20Ti645 31 GPa (centro) y f) 20Ti645 11 GPa (intermedio)

5.3.4 Evaluación de composición mediante la técnica de WDS para los recubrimientos

En el análisis de composición mediante WDS se realiza tomando datos en diferentes zonas del cordón y de la zona intermedia entre cordones, figura 5.54.

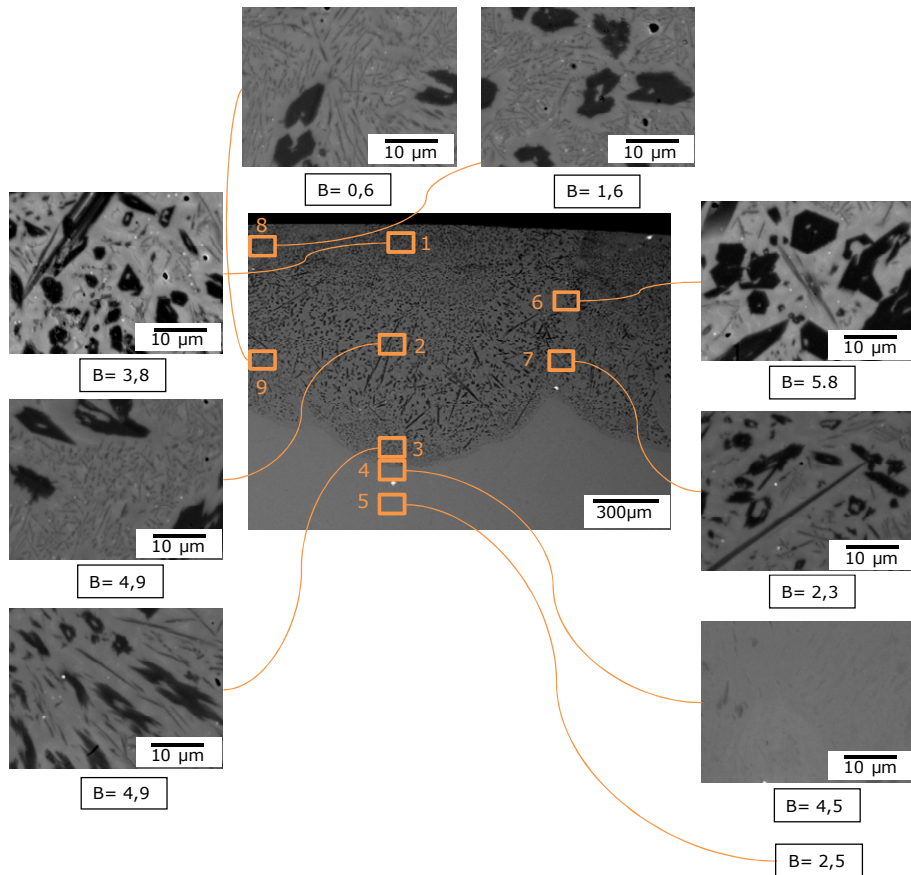


Figura 5.54. Análisis de WDS para el recubrimiento 20Ti5 (20%TiB₂ + Ti sobre Ti cordón 5 (900W y 5mm/s))

En el caso de este análisis lo esperado son valores próximos a 6,2% de boro, pero aunque nos alejemos un poco de este valor comparativamente podemos realizar algunos análisis. El método registra tanto el boro del TiB como agujas como el difundido, lo

cual se nota en las imágenes del centro y de la base del cordón con menos partículas en el centro pero con valores iguales a las de la parte inferior del cordón. Se observa con los datos una gran difusión de boro hacia la ZAC. Se observa como el flujo del material en la zona entre los cordones hace que haya grandes diferencias en composición en zonas próximas.

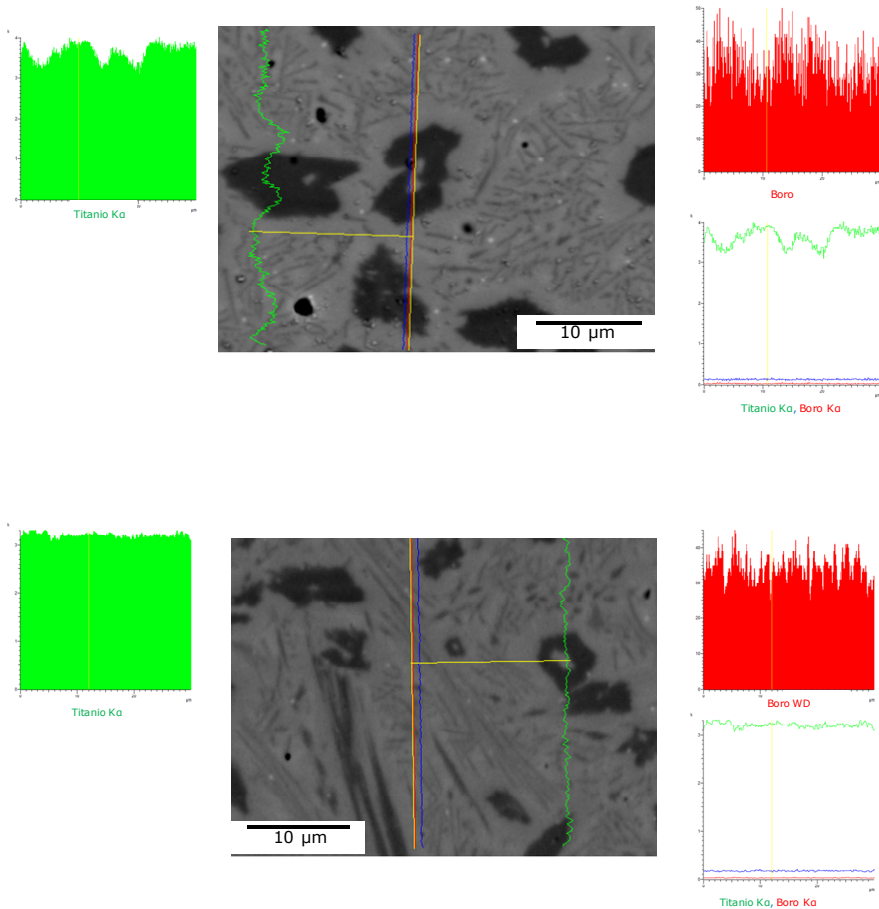


Figura 5.55 Análisis de WDS para el recubrimiento 20Ti5, (20%TiB₂ +Ti sobre Ti cordón 5 (900W y 5mm/s)), perfil de composición lineal

En el análisis lineal, figura 5.55, se verifica que el centro de las partículas de TiB contienen Ti, alrededor de las partículas de TiB se

ve una zona empobrecida en boro y se observa un eutéctico de agujas finas de TiB en la matriz de Ti.

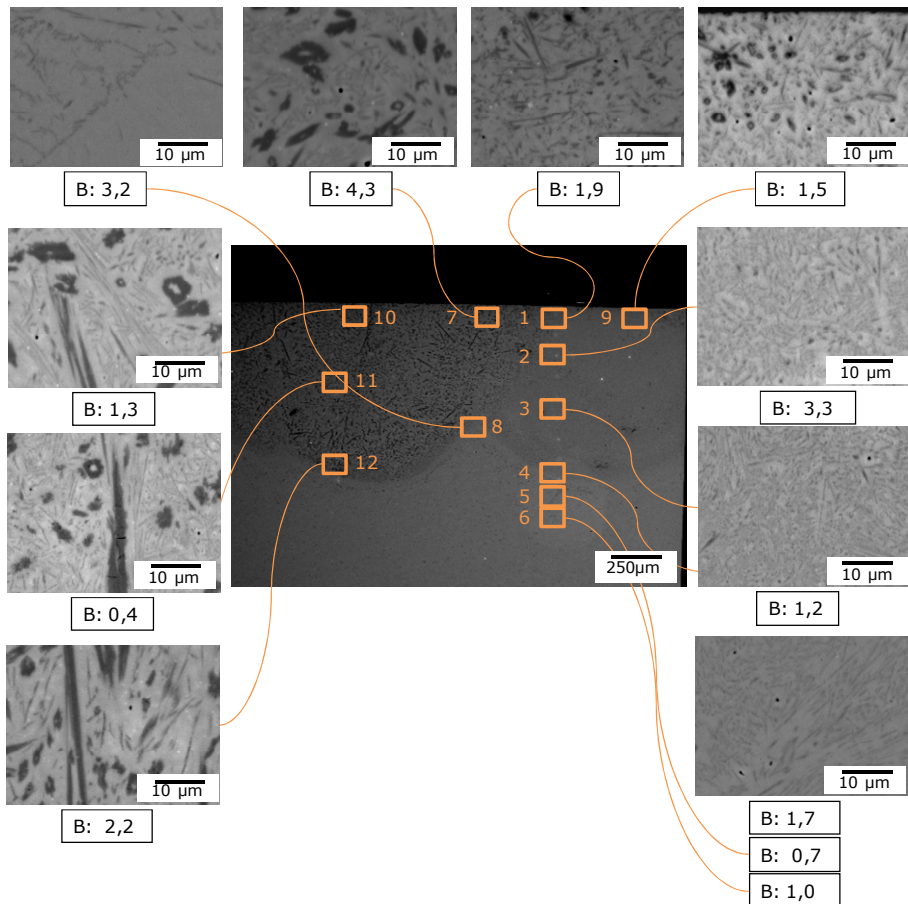


Figura 5.56. Análisis de WDS para el recubrimiento 20Ti11 ($20\%TiB_2 + Ti$ sobre Ti cordón 11 (900W y 8mm/s)).

En El análisis del recubrimiento 20Ti11, figura 5.56, se observa que los porcentajes de boro en el cordón son más bajos que en el caso del cordón de 20Ti5, fabricado a 5 mm/s. En la zona intermedia entre cordones hay mayor concentración de boro, esto posiblemente por el efecto del flujo del material.

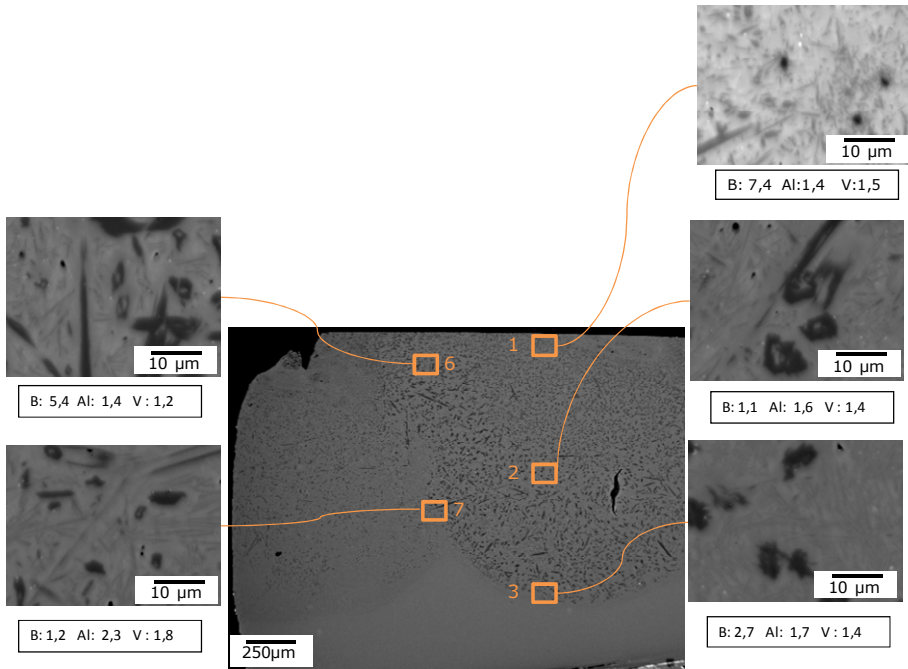


Figura 5.57. Análisis de WDS para el recubrimiento 20Ti645 (20%TiB₂ +Ti sobre Ti6Al4V cordón 5 (900W y 5mm/s))

En el caso del recubrimiento 20Ti645, figura 5.57, aunque la composición en la parte superior se aproxima al valor esperado de 6,2% de B, la distribución de boro es menor hacia la parte intermedia del cordón, se observa la difusión de aluminio y vanadio del material base hacia la parte superior del cordón.

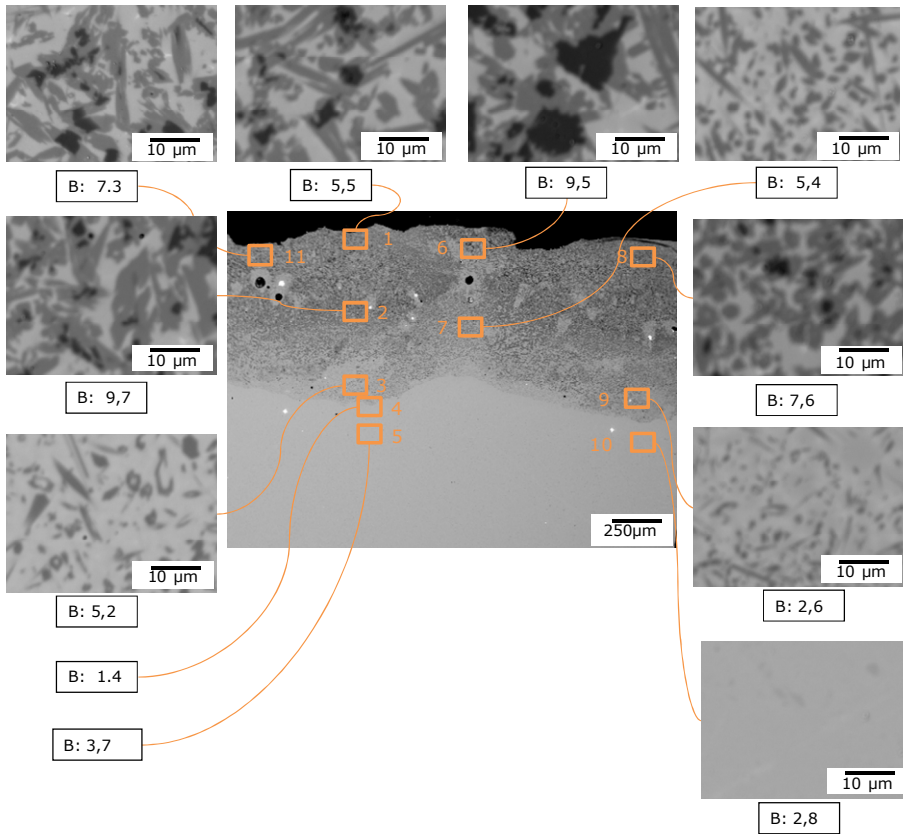


Figura 5.58. Análisis de WDS para el recubrimiento 40Ti5 (40%TiB₂ + Ti sobre Ti cordón 5 (900W y 5mm/s)).

En el caso del recubrimiento 40Ti5, figura 5.58, el % de boro correspondiente al 40% de TiB₂ es de 12,5%. Se registran valores próximos de casi 10%, en la parte superior del cordón principalmente en zonas donde hay aún TiB₂ original y en las zonas intermedias entre los cordones donde el flujo del material ha agrupado las partículas.

Para el caso de los recubrimientos de 20Ti17 y 20Ti18, se encuentran estructuras eutécticas, de finas agujas de TiB en la matriz de Ti, los % de boro encontrados están en promedio en un 1 %.

5.3.5. Análisis de difracción de los recubrimientos

El objetivo de los análisis de difracción es el poder identificar los compuestos de boro y titanio que se puedan llegar a formar en el recubrimiento. Los diagramas se han desfasado un factor de 8000 en intensidad para hacer más clara su observación.

En la figura 5.59 se pretende comparar el diagrama del Ti inicial en el cual están identificados los picos de la fase alfa, con el recubrimiento de 20Ti5 y el 20Ti11. Lo primero que se observa es que para los recubrimientos se identifica también la fase alfa como constituyente principal, adicionalmente se encuentra los picos de identificación de compuesto TiB y se identifica presencia de óxidos.

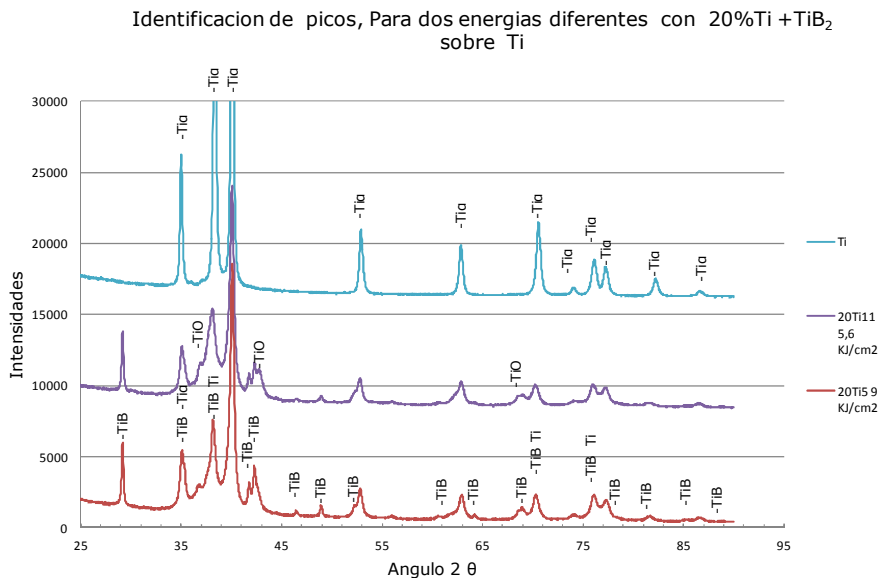


Figura 5.59 Difractograma para el Ti y para los recubrimientos 20Ti5 y 20Ti11 (20% de TiB₂ sobre Ti).

Del análisis de los picos presentes y sus intensidades se observa, figura 5.59, que aunque en el proceso láser hay altas temperaturas no se ve claramente la existencia de fase de Ti beta, al comparar la coincidencia de los picos de los compuestos de Ti y

B es clara la presencia de TiB y aisladas coincidencia de algunos picos de TiB_2 y Ti_3B_4 , no las suficientes para decir que están presentes estos dos últimos compuestos.

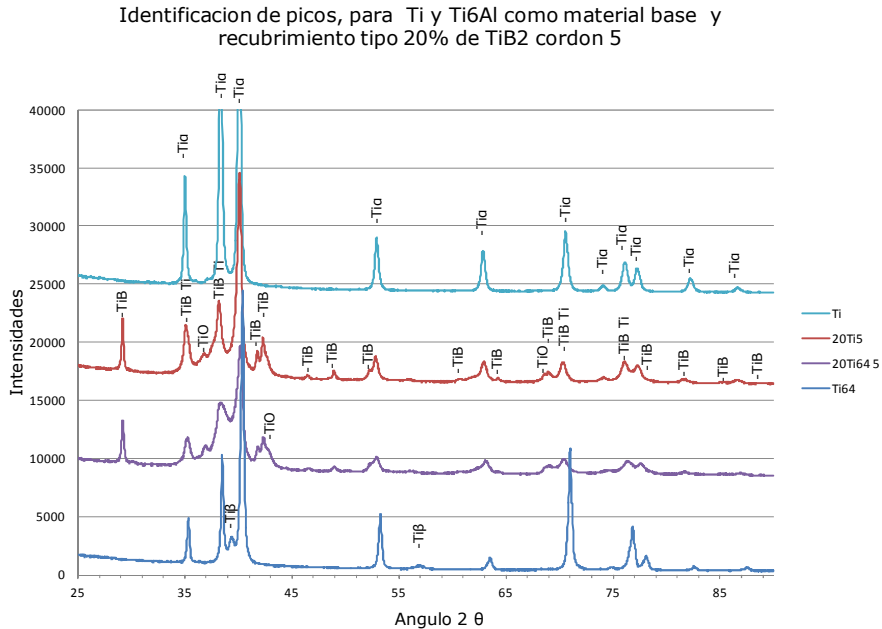


Figura 5.60 Difractograma para el Ti y Ti6Al4V y los recubrimientos 20Ti5 y 20Ti645.

En la figura 5.60 se observa la comparación entre los dos materiales base, para el Ti6Al4V adicional a los picos de la fase alfa, se identifican los picos de la fase beta. En el recubrimiento sobre Ti64 se identifican los compuestos de TiB.

En la figura 5.61 se ven los difractogramas para tres recubrimientos con diferentes porcentajes de TiB_2 . Para los porcentajes de 40% y 60% de TiB_2 se encuentra en el recubrimiento picos característicos de este compuesto que corresponderá seguramente a TiB_2 original.

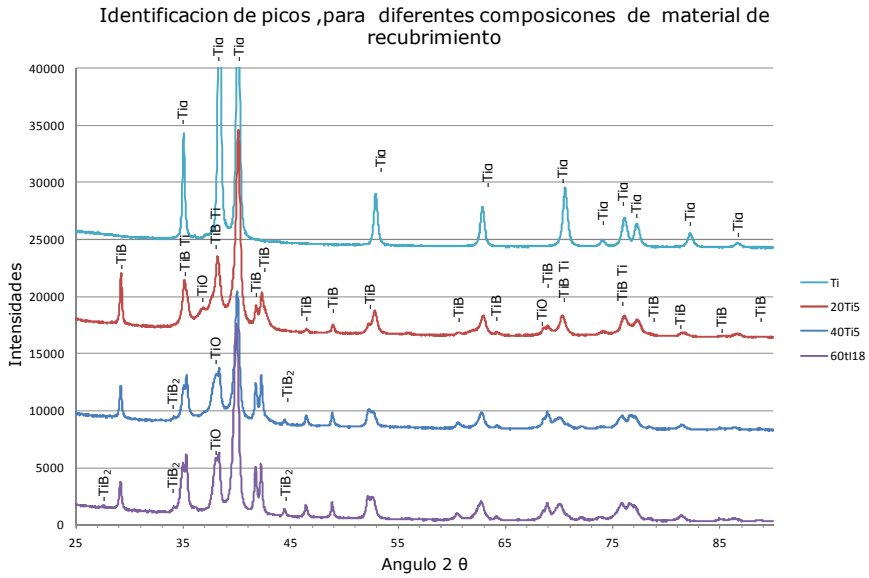


Figura 5.61 Difractograma para el Ti y los recubrimientos 20Ti5, 40Ti5 y 60Ti5 (20%, 40% y 60% de TiB₂).

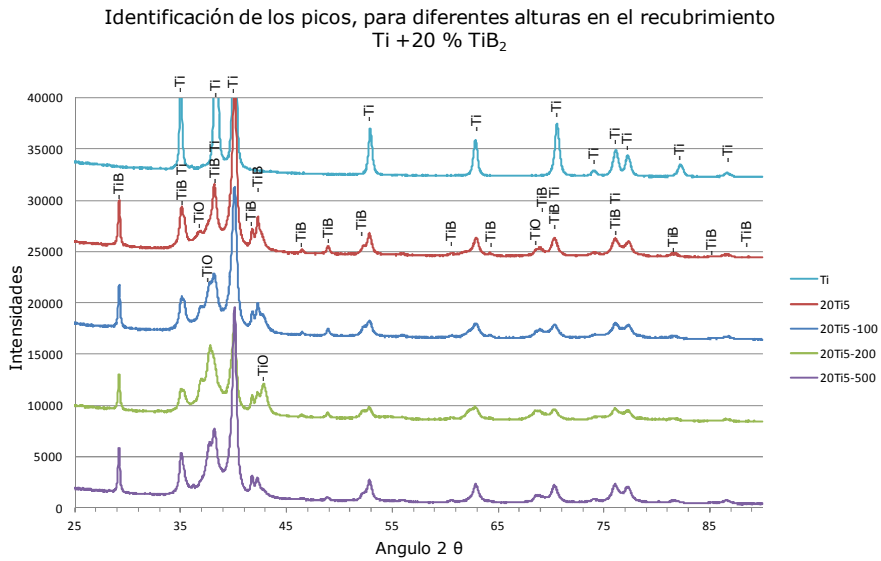


Figura 5.62 Difractograma para el Ti y los recubrimientos 20Ti5, 20Ti5 menos 100µm, 20Ti5 menos 200 µm y 20Ti5 menos 500 µm.

En la figura 5.62 se muestran los resultados encontrados del recubrimiento 20Ti5 en el cual se fue reduciendo su espesor mediante rectificado, primero se tomo un difractograma general del recubrimiento, luego se redujo 100 micras, posteriormente se redujo 200 micras y para finalizar se redujo 500 micras, el propósito es identificar si cambian los picos identificando un cambio en composición (otra fase, o cambio en cantidad).

5.3.6 Estudio de EBSD para los recubrimientos

La probeta empleada para este estudio fue la de 20% de $TiB_2 + Ti$ y material base Ti, condiciones del cordón 5 con 900 W de potencia y velocidad de 5 mm/s. Se analiza una zona alejada del cordón y tres zonas dentro del cordón.

Mediante el proceso de pulido se obtuvo una buena intensidad de las líneas de Kikuchi

- ✓ Estudio de EBSD del Material base

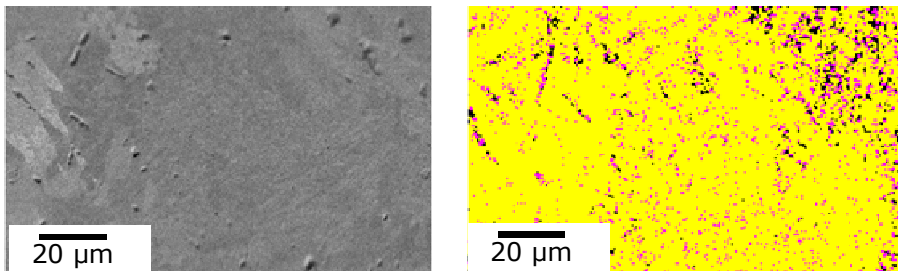


Figura 5.63 Mapa de calidad y mapa de fase para el material base Ti Grado 2

Tabla 5.29 Identificación de porcentajes de fase en el mapa de fase

Color	Fase	%
Negro	No resuelto	17,4
Amarillo	Ti fase alfa (α)	78,1
Magenta	Ti fase beta (β)	4,5

Como se ve en la tabla 5.29 más del 80% de las fases se identifica siendo considerable la presencia de fase alfa y muy escasa la presencia de fase beta, figura 5.63. Es posible la presencia dentro del porcentaje no identificado de fases como martensita (α'). Se inicia la presentación de los resultados con la fase alfa.

✓ Fase Alfa

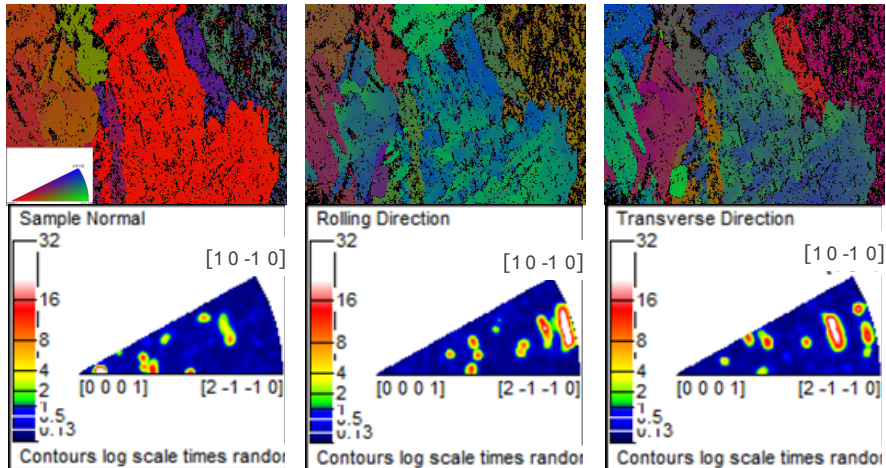


Figura 5.64 Mapa de orientación cristalina del material y figura de polos inversa, para la fase alfa en el material base

Como se ve en la figura 5.64 las diferentes coloraciones se relacionan con la orientación cristalina característica para los diferentes granos y dentro de un grano representan subestructuras por deformación o maclas, mediante el diagrama de polos no hay una gran dispersión en las orientaciones ya que los puntos aparecen bastante agrupados con mayor intensidad hacia el plano $[0001]$ en la dirección normal y hacia los planos $[10-10]$ y $[2-1-10]$ en la dirección longitudinal y transversal. Al hacer el análisis de texturizado de la fase alfa se ve que no hay.

En la figura 5.65 se muestra el mapa de desorientaciones y el histograma de distribución de estas desorientaciones, se ve que predominan las desorientaciones de ángulo bajo de $3,43$ grados con un porcentaje de 38%. Esta puede aparecer en materiales

completamente recristalizados o corresponder a mecanismos de deformación intergranular. En este caso considerando que es el material base puede tener efectos heredados de la laminación, aunque no hay evidencia de textura. Adicionalmente se encuentran desorientaciones en 30,69 grados un 4,17%.

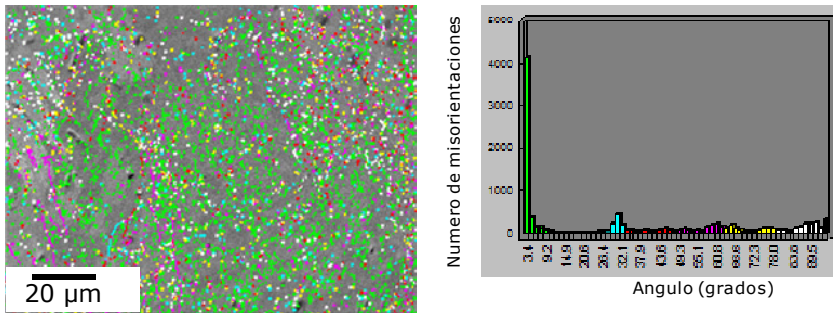


Figura 5.65 Mapa de desorientaciones e histograma para la fase alfa en el material base.

En cuanto al tamaño de grano, cuyas imágenes se observan en la figura 5.66 se identifica con un tamaño promedio ASTM 16,2 y área promedio de $1,67 \mu\text{m}^2$

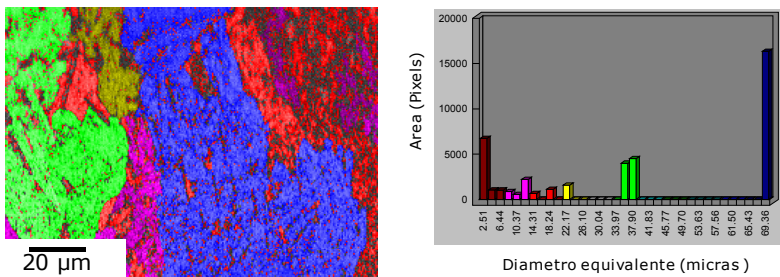


Figura 5.66. Mapa de tamaño de grano e histograma para la fase alfa en el material base

✓ Fase Beta

La fase beta solo se identifica por puntos distribuidos uniformemente, figura 5.67. Al realizar el análisis del diagrama de polos, se observa que no hay agrupamiento con relación a algún plano en especial.

• Estudio de EBSD del recubrimiento

El recubrimiento a analizar es el 20Ti5, su análisis se ha dividido en el análisis de tres secciones en el cordón, una inferior, cercana a la interfase, una intermedia y otra superior.

✓ Sección inferior

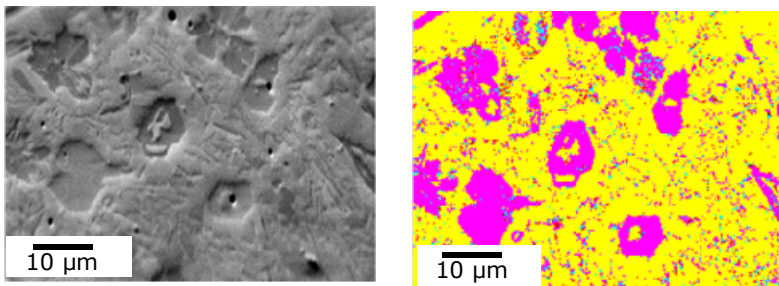


Figura 5.67 Mapa de calidad y mapa de fase para el recubrimiento, parte inferior

En el caso del recubrimiento se observan adicionalmente a las fases alfa y beta, el monoboruro y el diboruro de titanio solo dejando un 4,1% de fase no resuelto

Tabla 5.30 Identificación de porcentajes de fase en el mapa de fase

Color	Fase	%
Negro	No resuelto	4,1
Amarillo	Ti fase alfa (α)	70,1
Magenta	TiB	21,3
Rojo	Ti fase beta (β)	2,0
Azul	TiB ₂	2,4

➤ Fase alfa

Como se observa en la figura 5.68 hay una gran dispersión de las orientaciones cristalinas de la fase alfa, en la figura de polos inversa no se ve una agrupación de la intensidad de los puntos hacia un plano en especial. También es lógico pues se trata de una microestructura de colada y solidificación.

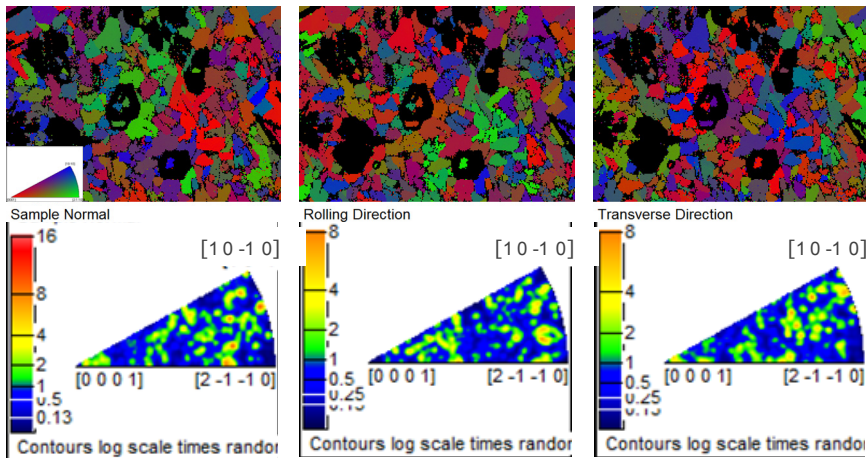


Figura 5.68 Mapa de orientación cristalina del material y figura de polos inversa para la sección inferior del recubrimiento

En la figura 5.69 se muestra el mapa de desorientaciones y el histograma de distribución de estas desorientaciones. A diferencia del caso anterior existen mayor agrupación de las desorientaciones de ángulo bajo de 3,43 grados con un porcentaje de 38%, adicionalmente se encuentran desorientaciones en 90,96 grados con un 4,36% y en 93,82 grados con un 6,63%.

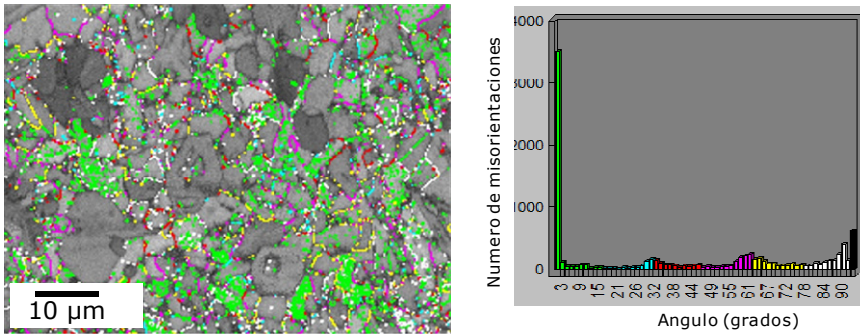


Figura 5.69 Mapa de desorientaciones (misorientaciones) histograma para la sección inferior del recubrimiento

En cuanto al tamaño de grano, cuyas imágenes se observan en la figura 5.70 se identifica con un tamaño promedio ASTM 18,6 con un área promedio de $0,32 \mu\text{m}^2$

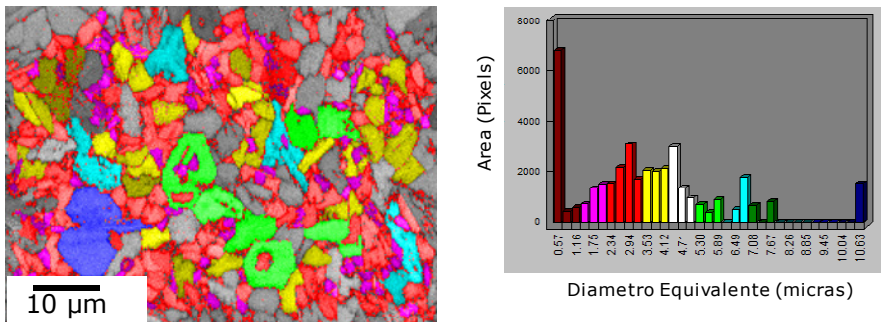


Figura 5.70 Mapa de tamaño de grano e histograma para la sección inferior del recubrimiento

➤ Fase TiB

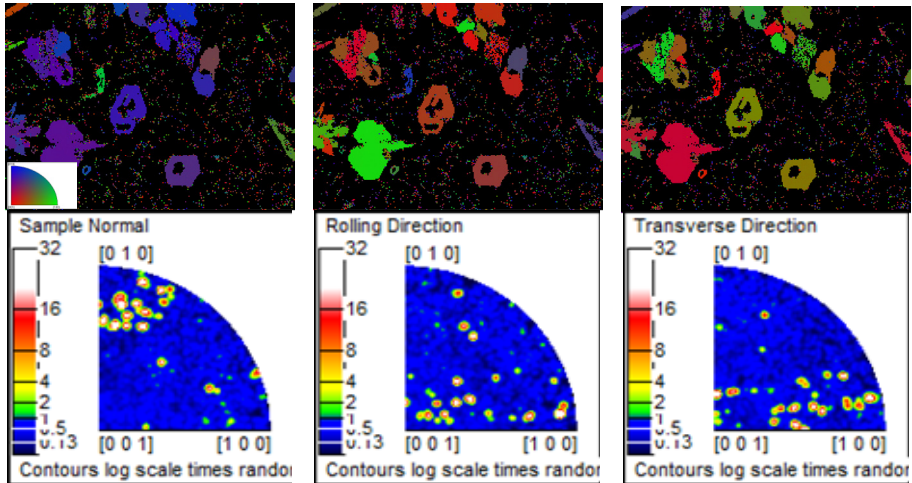


Figura 5.71 Mapa de orientación cristalina del material y figura de polos inversa para la sección inferior del recubrimiento

Como se ve en la figura 5.71 las orientaciones cristalinas se agrupan en torno al plano [010] en la dirección normal.

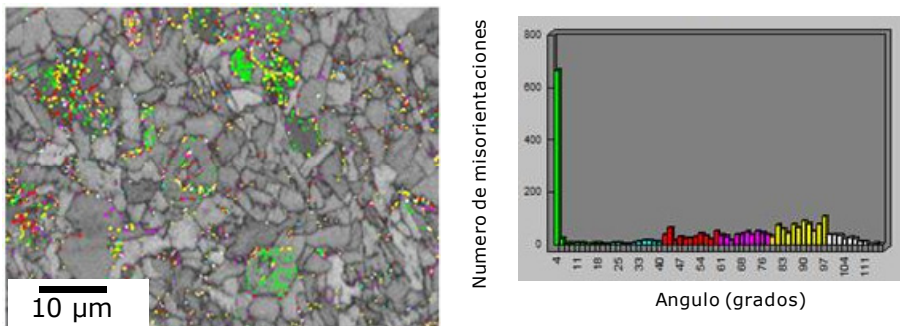


Figura 5.72 Mapa de desorientaciones e histograma para la sección inferior del recubrimiento

Se encuentran desorientaciones de ángulo bajo de 3,79 grados con un porcentaje de 26%, adicionalmente se encuentran desorientaciones en 97.2 grados con un 4,3%, figura 5.72. No hay textura.

➤ Fase Beta

La fase beta sólo se identifica por puntos distribuidos uniformemente, figura 5.67. Al realizar el análisis del diagrama de polos, no se observa una orientación preferente o agrupación en torno a algún plano. No hay textura.

➤ Fase TiB_2

Para la fase TiB_2 , Al realizar el análisis del diagrama de polos, no se observa una orientación preferente o agrupación en torno a algún plano. No hay textura.

✓ Sección media

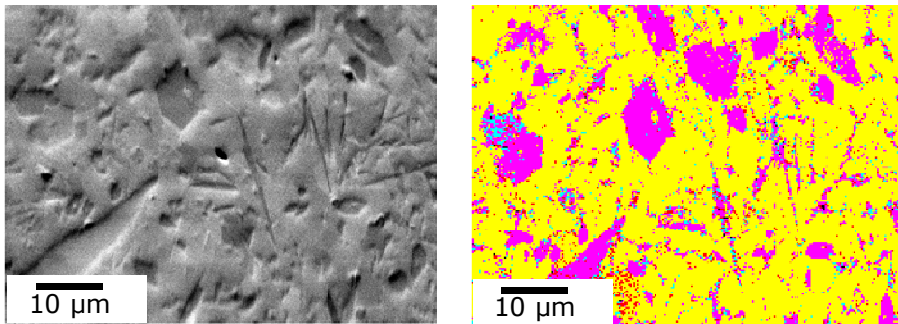


Figura 5.73 Mapa de calidad y mapa de fase para el recubrimiento, sección media del recubrimiento.

En la zona intermedia del recubrimiento se observa predominantemente la fase alfa y en segundo lugar el TiB .

Tabla 5.31 Identificación de porcentajes de fase en el mapa de fase

Color	Fase	%
Negro	No resuelto	5,2
Amarillo	Ti fase alfa (α)	70,6
Magenta	TiB	19,1
Rojo	Ti fase beta (β)	2,4
Azul	TiB_2	2,7

➤ Fase alfa

Como se ve en la figura 5.74 hay una gran dispersión de las orientaciones, sin embargo, parecería una agrupación alrededor del plano [0001] en la dirección normal.

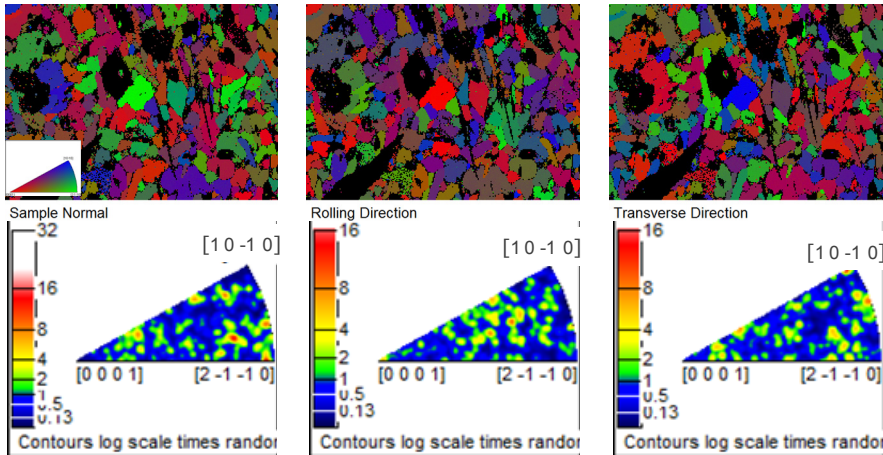


Figura 5.74 Mapa de orientación cristalina del material y figura de polos inversa para la fase alfa en la sección media del recubrimiento.

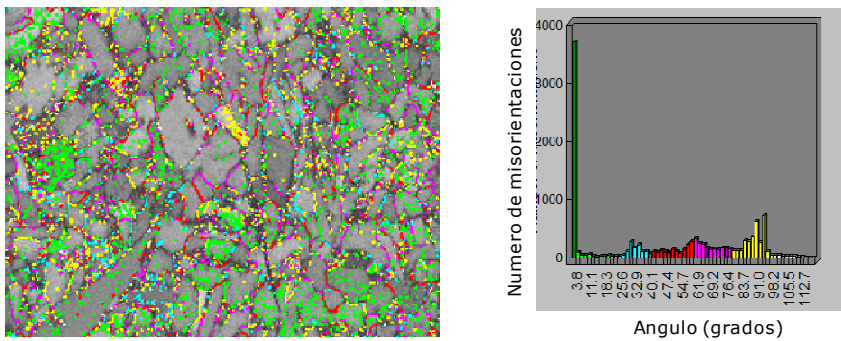


Figura 5.75 Mapa de desorientaciones e histograma para la fase alfa en la sección media del recubrimiento

Se encuentran desorientaciones de ángulo bajo en un ángulo de 3,82 grados hay un 32,10% y con un ángulo de 90,96 grados el 32%, figura 5.75.

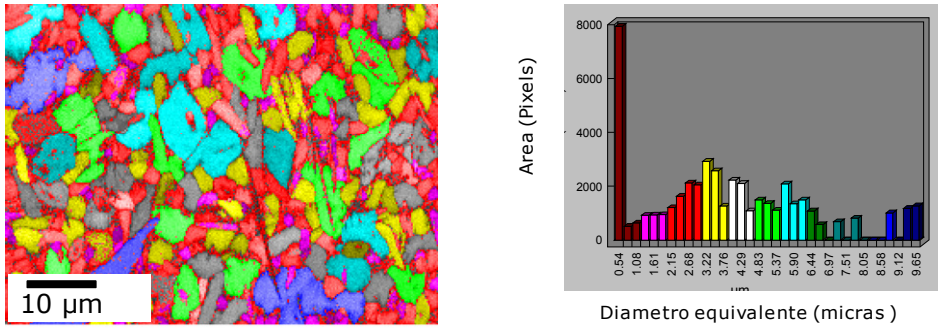


Figura 5.76 Mapa de tamaño de grano e histograma para la fase alfa en la sección media del recubrimiento

Se identifica un tamaño de grano promedio ASTM de 18,6 con un área promedio de $0,32 \mu\text{m}^2$, figura 5.76.

➤ Fase TiB

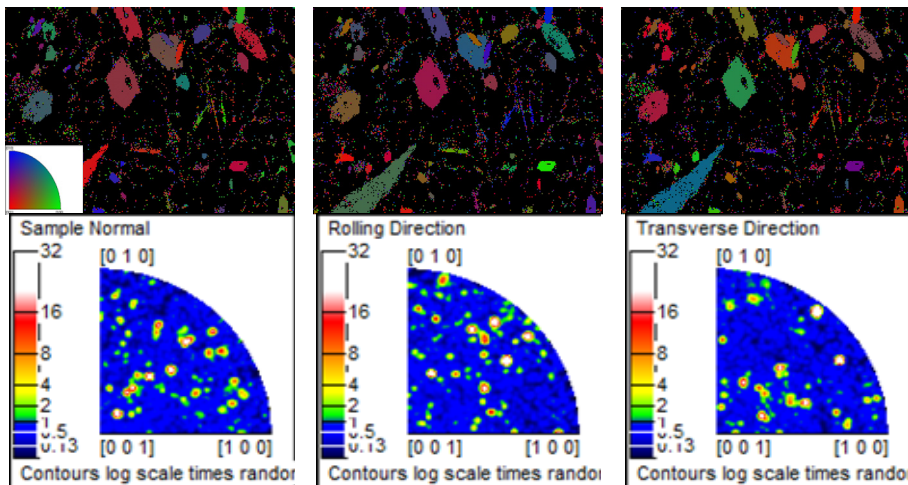


Figura 5.77 Mapa de orientación cristalina del material y figura de polos inversa para la fase TiB en la sección media del recubrimiento.

En la figura 5.77 se observa una distribución muy homogénea del compuesto TiB. No hay textura

La fase beta y la fase TiB_2 se distribuyen muy puntual y homogéneamente, figura 5.73. Al realizar el análisis del diagrama de polos, no se observa una orientación preferente o agrupación en torno a algún plano. No hay textura.

- ✓ Sección superior
- Fase Alfa

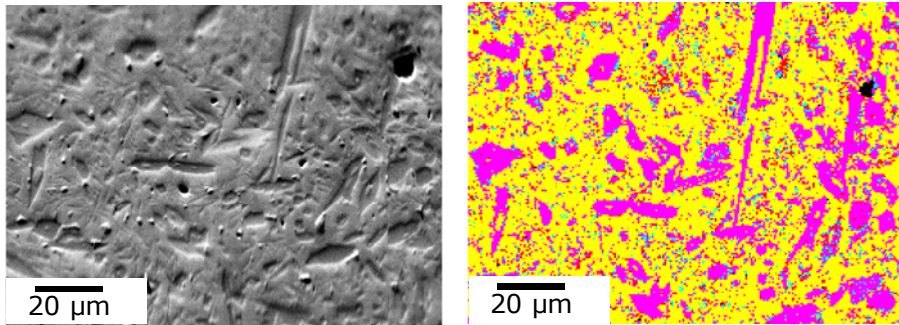


Figura 5.78 Mapa de calidad y mapa de fase para el recubrimiento, sección superior

Tabla 5.32 Identificación de porcentajes de fase en el mapa de fase

Color	Fase	%
Negro	No resuelto	8,0
Amarillo	Ti fase alfa (α)	60,2
Magenta	TiB	24,8
Rojo	Ti fase beta (β)	3,6
Azul	TiB_2	3,5

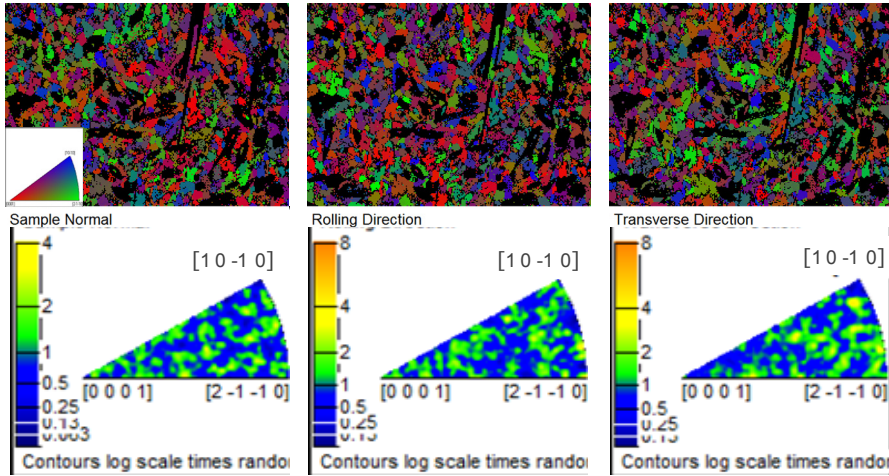


Figura 5.79 Mapa de orientación cristalina del material y figura de polos inversa. Para la fase alfa en la sección superior del recubrimiento

Como se ve en la figura 5.79 para la fase alfa no hay una orientación preferente.

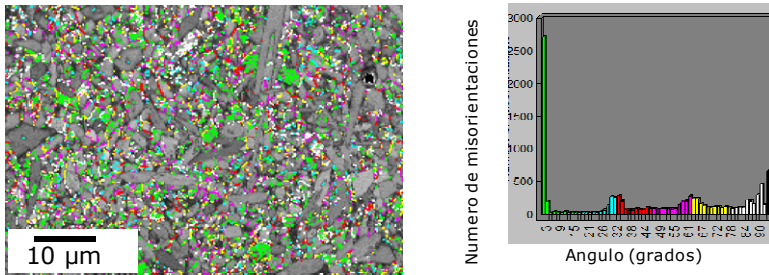


Figura 5.80 Mapa de desorientaciones (misorientaciones) e histograma para la fase alfa en la sección superior del recubrimiento.

Como se observa en la figura 5.80, para la fase alfa, se encuentran desorientaciones de ángulo bajo de 3,43 grados con un % de 25,65 y en ángulo de 93,82 grados con 6,30%.

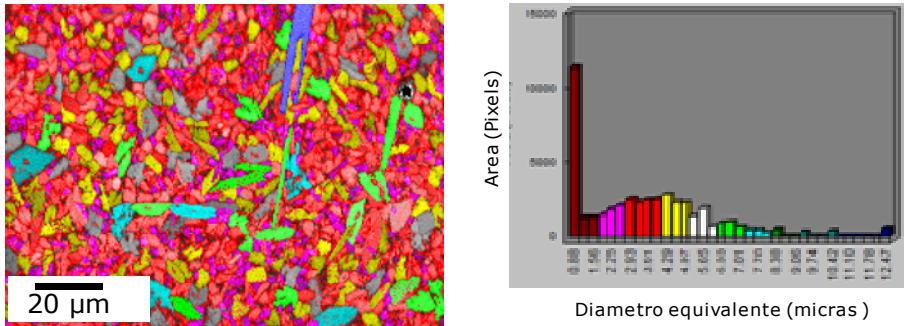


Figura 5.81 Mapa de tamaño de grano e histograma para sección superior del recubrimiento

Se identifica con un tamaño de grano promedio ASTM 17,2 con un área promedio de $0,85 \mu\text{m}^2$, figura 5.81.

➤ Fase TiB

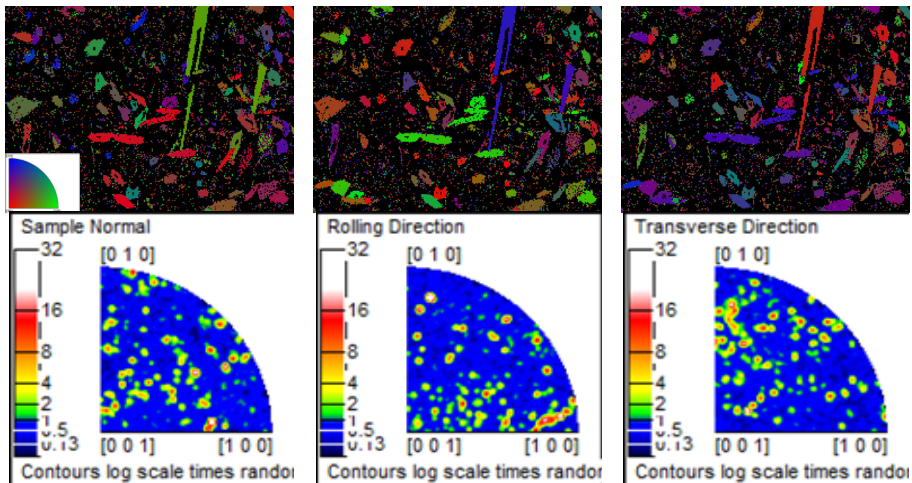


Figura 5.82 Mapa de orientación cristalina del material y figura de polos inversa para la fase TiB en la sección superior del recubrimiento

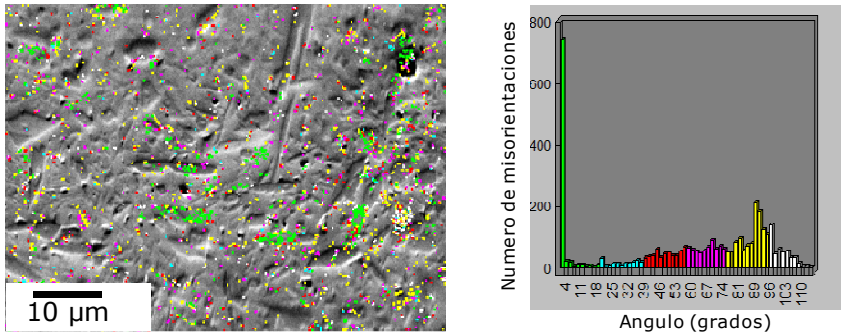


Figura 5.83 Mapa de desorientaciones (misorientaciones) e histograma para la fase alfa en la sección superior del recubrimiento

Para la fase TiB , figura 5.83, Se encuentran desorientaciones de ángulo bajo de 3,77 grados en un 20.11% y de ángulo de 90,33 con 5,8%.

La fase beta y la fase TiB_2 de distribuyen muy puntual y homogéneamente, figura 5.78. Al realizar el análisis del diagrama de polos, no se observa una orientación preferente o agrupación en torno a algún plano. No hay textura.

5.3.7 Estudio exploratorio de desgaste para los recubrimientos.

Desde el punto de vista de la aplicación de los recubrimientos se considera importante, una vez que se han caracterizado los recubrimientos de $TiB_2 + Ti$, para proyectos de investigaciones futuras, realizar un detallado estudio de este material por las ventajas que puede brindar en un momento dado.

Como parte final de los resultados y más a manera de brindar la posibilidad de investigaciones futuras se presentan algunos datos encontrados en ensayos de desgaste realizados, de tipo pin on disk, con una carga de 5 N y un recorrido de 1000 metros en seco.

Tabla 5.33 Resultados ensayo exploratorio de desgaste.

Probeta	Carga (N)	μ	Pérdida de volumen del material mm ³	Dureza HV
Ti G2	5	0,23	2,827	258
Ti 6Al4V	5	0,52	1.416	387
40Ti18	5	0,54	1.151	498

Es importante señalar que se ha determinado el coeficiente de fricción como el promedio de valores en el rango estable luego de aproximadamente 600 metros de recorrido del ensayo.

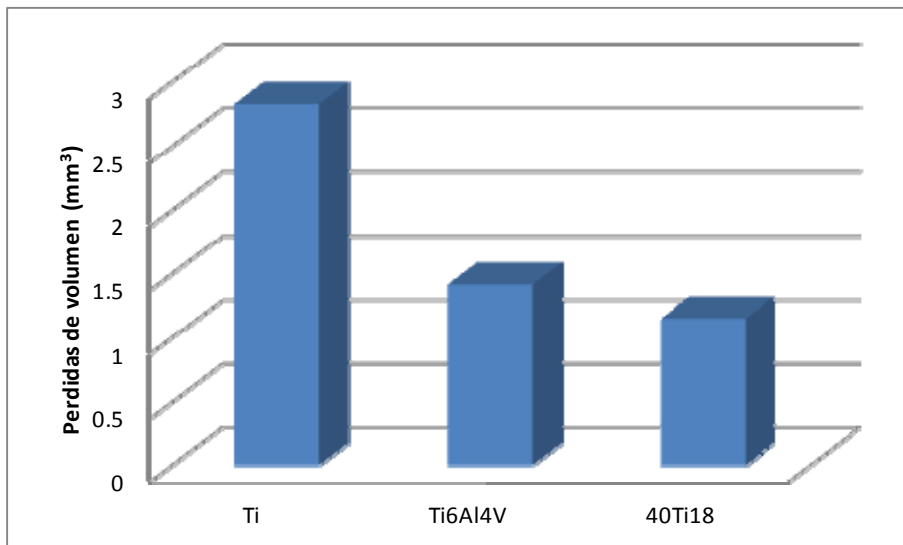


Figura 5.84 Pérdidas de volumen para el titanio Grado 2, el Ti Grado 5 y el recubrimiento 40Ti18 (40% de TiB₂ +Ti a 1000W y 12 mm/s).

6. DISCUSIÓN

6.1. Relación de las variables del proceso láser con las características del cordón.

El análisis realizado sobre los cordones se ha dividido en la caracterización geométrica, desde el punto de vista de la eficiencia, la variación de los parámetros H_c y W_c y la dilución. Y posteriormente una visión en conjunto de la microestructura y su dureza.

6.1.1. Eficiencia

De acuerdo a la figura 5.22 y las tablas 5.11 y 5.12, el aumento en el área del cordón de $0,25 \text{ mm}^2$ a 2 mm^2 sólo se explica en parte por el factor F/V (cantidad de polvos por unidad de longitud) ya que éste parámetro varía de 4 a 17 aproximadamente, es decir 4 veces, mientras que el área lo está haciendo de una forma mayor. Este fenómeno concuerda con los estudios de U. de Olivera [1] que concluye que la razón para esto radica en una alta eficiencia del recubrimiento de polvos. En nuestro caso las eficiencias energéticas están entre un 14% y un 68%. En la tabla 6.1 se muestran los datos obtenidos de las gráficas de correlación entre la eficiencia de los polvos y el ancho del cordón mostrando el aumento del ancho con la eficiencia, con un mismo incremento para 3 y 5 g/min. Esto muestra, según lo expresa U. de Olivera, que efectivamente existe una interacción polvo/sustrato tanto entre sólido y líquido como en, líquido y líquido dejada por la interceptación de las partículas por el haz láser. Con esto se establece que se ha logrado un proceso de alta eficiencia muy poco afectado por la variación del flujo de polvos de 3 a 5 g/min.

6.1.2. Variación de la altura y el ancho del cordón

Observando la variación de la altura H_c , figura 5.22, se ve que varía principalmente por la variación de F/V y que la potencia realiza una menor influencia. Esto se puede ver, tomando como ejemplo, para la relación F/V de 10 el cambio de potencia de 500 a 1000W genera un cambio en H_c de 200 micras, mientras que a

potencia de 800 W un cambio de F/V de 4 a 17 genera un cambio en Hc de 500 micras.

El aumento del ancho debido al aumento de potencia, figura 5.27 a), es una tendencia clara que se cumple para todos los rangos de velocidad. Al observar que las pendientes son muy similares para 3 y 5 g/min, se puede afirmar que la variable flujo de material es la que ejerce menos influencia sobre el ancho. El ancho varía de 1,7 mm, a baja potencia y alta velocidad, a 2,8 mm a alta potencia y baja velocidad.

A partir de estas observaciones se puede afirmar que el control de la variación del parámetro Hc dependen principal y directamente de la variable F/V, mientras que el ancho Wc tiene una relación más directa con la potencia.

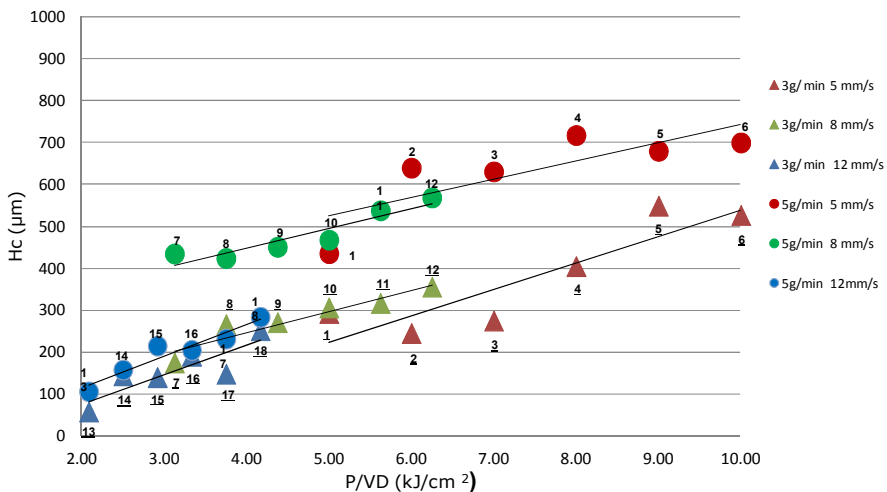


Figura 6.1 Relación entre la altura del cordón y la irradiancia, para 20%de TiB₂ con sustrato de Ti

En la figura 6.1, se observa que para todas las velocidades se cumple que a mayor irradiancia mayor altura.

Es importante notar sobretodo en el caso de 3g/min que hay un solapamiento de las rectas de tendencia a diferentes velocidades,

lo que indicaría que existen ventanas del proceso donde la altura del cordón depende principalmente de la irradiancia.

Con respecto a las características de porosidad de los recubrimientos, para los que presentan porosidad su relación de aspecto, (W/H) está entre 3,6 y 5,1, véase las tablas 5.11 y 5.12, lo cual estaría de acuerdo con las observaciones realizadas por Villar y Steem [2,3], que sugieren un valor mayor a 5 para evitar la porosidad. Sin embargo en nuestro caso con relaciones de aspecto entre 11 y 16 los cordones son muy pequeños.

Tabla 6.1 Parámetros obtenidos de las graficas de correlación

Cantida	Combinación de parámetros	Coeficiente de correlación R ²		a	b	a	b	
		3g/min	5g/min	3g/min		5g/min		
Wc (mm)	P/√V	0.8886	0.8576	3.1668	1464.3	3.5954	1377	
D (%)	√P V /F	0.8338	0.600	1.2211	-13.007	1.9918	-38.477	
Wc (mm)	P	0.837	0.9195	1.4845	1371.9	1.2311	1612.5	V=5mm/s
		0.9399	0.9419	1.0229	1583.9	1.8249	1002.5	V=8mm/s
		0.9549	0.8365	1.2369	1216.5	1.3734	1131.8	V=12mm/s
H (mm)	P/VD	0.8711	0.8108	53.355	-0.1111	79.363	32.249	
Pe (%)	Wc	0.6519	0.7688	0.0365	-36.529	0.0349	-41.722	
Ac (mm ²)	√P F/V	0.9005	0.9388	0.0822	-0.142	0.0811	-0.3956	

a = pendiente de la línea de tendencia b = punto de corte en el eje Y

6.1.3. Dilución

La zona transversal de los cordones bajo la diagonal, figura 5.22, donde hay menores potencias y alta relación F/V tienen bajas áreas de dilución. En este caso la atenuación del calor hacia el sustrato es debido al efecto de apantallamiento de los polvos y a la baja velocidad [1].

En el caso de tener altas potencias y alto flujo por unidad de longitud (F/V), esta combinación de variables más el efecto generado por el tipo de distribución de energía del láser, en

nuestro caso de tipo gaussiana, produce una alta dilución, en correspondencia con lo dicho por Yellup [4].

La profundidad de la zona fundida se incrementa profundamente en la parte central del cordón, una explicación de este comportamiento viene dado por la forma de la nube de polvos y como es la distribución de los polvos dentro de la zona de procesado. Los polvos que hacen el primer contacto con el haz lo hacen en el límite de la distribución, el efecto de apantallamiento de los polvos es muy efectivo aquí porque a esta distancia, desde el sustrato la densidad de potencia del laser tanto como la densidad de las partículas de polvo son las mayores, además parte de energía del láser transportada por los polvos (en forma de energía térmica) a la parte central del cordón láser, favorece el fenómeno de dilución, como lo expresa U. de Olivera [1]

En cuanto al efecto del flujo sobre los valores de dilución que se encuentran, se puede afirmar que con el flujo de 5 g/min se encuentra un aumento en dilución de 30% al comparar con el flujo de 3 g/min. Debido, fundamentalmente, a la contribución de energía térmica suministrada por la mayor cantidad de polvos.

6.1.4 Microestructura y dureza de los cordones

La microestructura de los cordones se modifica por efecto de la variación de los parámetros del proceso. En la parte superior tiene una estructura de agujas gruesas en su sección transversal [5] que al ser rodeadas por la fase alfa tiene una apariencia circular, la zona intermedia se compone de agujas gruesas en su sección longitudinal [5], que al ser rodeadas por la fase alfa tiene una forma acicular y que cambian de ser gruesas y dispersas a baja velocidad, figura 6.2 a), a ser más finas y densas a menor velocidad, figura 6.2 c). Al tener mayor velocidad, para un mismo flujo, la sección trasversal del cordón se reduce, el boro en el baño tiene mayor concentración y tiene menos tiempo para difundir porque es mayor la velocidad de enfriamiento al solidificar y por tanto la distribución de los boruros es fina y densa. En caso contrario, con velocidad más lenta y secciones más grandes la distribución del boro es de baja concentración, luego los boruros.

Se desarrollan adecuadamente siendo más gruesos y dispersos. Esta observación es corroborada por las investigaciones de Tian [6]. En la investigación, este comportamiento es correspondiente a los cordones de baja potencia. Para los cordones de alta potencia su estructura es más homogénea. Por el enfriamiento de la zona cercana a la zona de transición hay una estructura más fina que en otras zonas del cordón [6], a medida que aumenta la velocidad y la potencia se encuentra estructura dendríticas [7].

Por tanto, el cambio microestructural está principalmente influenciado por la potencia y a bajas potencia está definido por la velocidad como segunda variable en importancia.

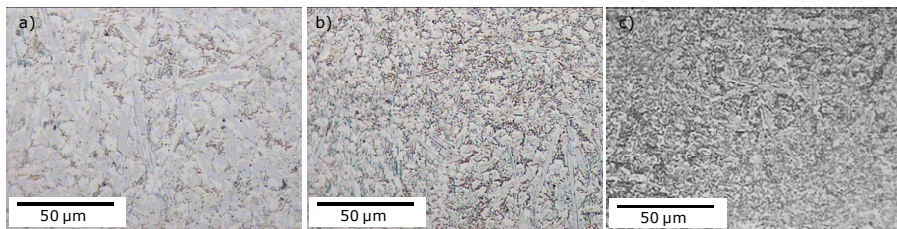


Figura 6.2 Cambio de forma de los boruros de gruesos y dispersos a finos y densos a) Cordón 2 600W y 5 mm/s, b) Cordón 8 600W y 8 mm/s c) Cordón 14 600W y 12 mm/s.

En cuanto a las relaciones de variables del proceso con las propiedades de dureza de los cordones se encuentra que para el caso del flujo de 3g/min existe una relación entre potencia y dureza, siendo claro que a menor potencia hay mayor dureza, como puede observarse en los cordones 1, 7 y 13, figura 6.3. Con flujo de 5 g/min hay una tendencia menos clara a este comportamiento. Esto puede asociarse a los análisis de imágenes de las fase, por intensidades de grises, anexo C, ya que en los casos de menor potencia (500W), hay zonas del cordón que presentan estructuras de TiB_2 que no se han transformado del TiB_2 original al TiB , y el TiB_2 tiene una mayor dureza que el TiB . Para los casos de 600W a 1000W, se vio, en el análisis de imágenes de fases, que progresivamente desciende la cantidad de área de compuestos, lo cual correspondería a la tendencia de disminución de dureza que se observa en la figura 6.3. De otro lado se observa la tendencia que a mayor velocidad son menores los valores de

dureza, lo cual concuerda con los comportamientos de las investigaciones de Tian y col. [6], que encuentra un mismo valor de dureza superficial pero que va descendiendo más rápido para la velocidad de 9mm/s y más lento para las velocidades de 5 y 3 mm/s, en su caso.

Realmente, se puede establecer una relación de microestructura y dureza al concluir que las mayores durezas de los cordones están asociadas a estructuras de boruros más gruesas y dispersas, que se obtienen a bajas potencias. Pero es necesario establecer un punto de equilibrio entre propiedades y geometría, puesto que a bajas potencias el valor de W_c se vería afectado negativamente.

También es posible que al tener a bajas potencias, y por tanto cordones de menor altura, la disolución de boro a alta temperatura, se vea reflejada a temperatura ambiente como una mayor concentración de boro en el cordón. Como se puede ver en los datos de las tablas 5.13 y 5.14, donde se observa la dureza de los perfiles y su altura.

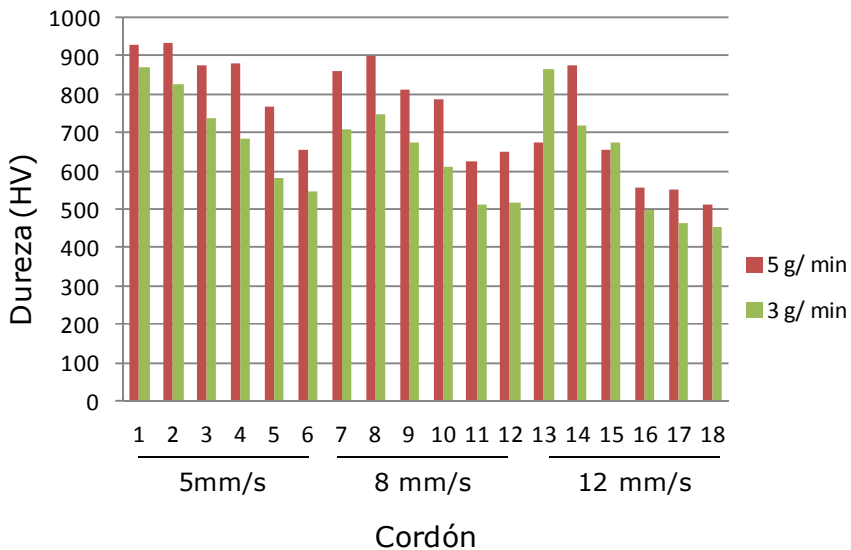


Figura 6.3 Promedio de microdureza en los cordones de Ti + 20%TiB₂ / Ti y flujo de 3 y 5 g/min

En el caso de los cordones con 40%, de TiB_2 , de acuerdo a la figura 5.15, las condiciones a baja potencia y alta velocidad presentan un alto socavamiento y no hay revestimiento, (Cordones 1 a 4, 7 y 8). La no existencia de cordones se puede justificar porque cuando un láser de bajo poder se combina con una elevada cantidad de polvo por unidad de longitud, casi todo la potencia del láser es absorbida por las partículas de polvo y el baño fundido no se crea en el sustrato por lo que no se forma el cordón, como lo expresa V. Ocelik [8]. Es decir que, en nuestro caso, las partículas con 40% de TiB_2 absorben más la energía láser. Comparando con lo que ocurre con el porcentaje de aleación de 20%, en el cual si se creaban los cordones, se concluye que este efecto lo genera el mayor porcentaje de aleación

Como se observa en la figura 5.15. Para los flujos de 3 y 5 g/min a medida que aumenta la potencia las dimensiones de la sección transversal del cordón y el material fundido aumentan, aunque se nota que la zona de material fundido crece más que la zona del cordón. Y a medida que la velocidad disminuye, a un mismo valor de potencia, las dimensiones de la sección del cordón y material fundido aumentan, especialmente esta última. El efecto del flujo de material ejerce una baja influencia.

Para este porcentaje de aleación, se tiene áreas más pequeñas, entre 0.1 y 0.6 mm^2 y ha descendido la eficiencia del proceso, a valores entre un 19 y un 42%, tablas 5.6 y 5.7, luego el efecto sobre el área corresponde a la variación de F/V pero no hay contribución de la eficiencia del proceso.

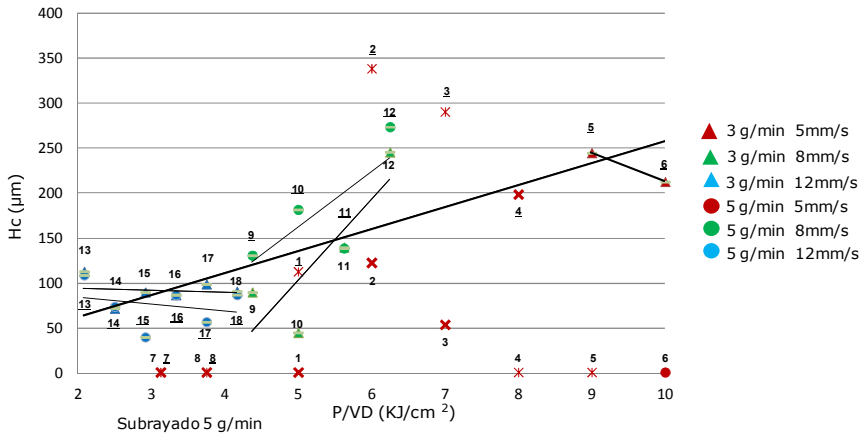


Figura 6.4 Relación entre la altura del cordón y la irradiancia para 40% de TiB_2 sobre Ti

Observando la figura 6.4. Sólo en el caso de la velocidad de 8mm/s, se encuentra aumento de la altura con la irradiancia. Es decir para esta composición de boro la ventana de proceso se hace más estrecha.

Al analizar los porcentajes de dilución, en las tablas 5.6 y 5.7, se encuentra que el porcentaje de dilución en promedio para 3g es de 75% mientras que para el flujo de 5 g/min es de 72%. Teniendo en cuenta que la dilución está asociada a disminución de las propiedades del recubrimiento, estos valores en promedio son muy altos y hacen más reducida la ventana del proceso. Luego el material aportado transporta la energía al baño fundido.

En cuanto a la relación de microestructura y variables del proceso, para el 40% de TiB_2 , figuras 5.16 a 5.18, se encuentra en los cordones realizados a la mayor velocidad, estructuras conformadas por partículas no disueltas de TiB_2 distribuidas como zonas oscuras en la matriz, principalmente en la parte superior, y alrededor de ellas, zonas donde ha existido alguna reacción, y se encuentran agujas gruesas en sección transversal [5] pero muy poco desarrolladas. En la zona inferior se encuentran estructuras

dendríticas. A menor velocidad hay menos partículas no disueltas de TiB_2 y en la zona inferior de los cordones se encuentran estructuras muy finas similares a eutécticos. Para las condiciones de la más baja velocidad hay muy pocas partículas no disueltas de TiB_2 y se encuentran agujas gruesas en su sección transversal [5], un poco más desarrolladas, y agujas gruesas en su sección longitudinal. Este cambio en la microestructura por efecto de la velocidad corresponde al observado por Ocelik [9] quien dice "que cuando la interacción entre el polvo del recubrimiento y el haz láser es minimizado y prevalecen las condiciones de *laser melt injection*. La microestructura se caracteriza por partículas originales de TiB_2 distribuidas al azar en la matriz y se forma una zona de reacción alrededor de cada partícula consistente de TiB. Algunas placas de TiB [5] están también distribuidas al azar. Se encontraron también microestructuras formadas por placas de TiB formadas en la solidificación del TiB_2 fundido y microestructuras que consisten sólo en eutéctico. Estas dos microestructuras fueron obtenidas por las variaciones en las condiciones del *laser cladding*; la potencia del láser, que controla principalmente la temperatura y la velocidad de barrido que determina la velocidad de enfriamiento"

Para los barridos de dureza realizados para los cordones con flujo de 3 g/min, figura C2, (Anexo C), se puede afirmar que los valores de dureza de la matriz son bastante homogéneos variando entre 400 y 600 HV. Las zonas oscuras muestran un mayor valor de dureza en un rango entre 600 y 1200 HV. Para los perfiles de dureza realizados en los cordones con flujo de 5 g/min, figura C3, (Anexo C), sus valores de dureza de la matriz son menos homogéneos que en el caso anterior variando entre 300 y 800 donde las zonas oscuras tienen valores entre 700 y 1300 HV. En ninguno de los dos casos se ha podido asociar aumentos de potencia con aumentos o disminuciones de dureza. La menor homogeneidad para 5 g/min puede estar asociada a que la distribución de boro en el cordón se realiza en una sección con mayor altura.

6.2. Caracterización de los compuestos de Titanio y Boro

Tras haber identificado las morfologías que se encuentran en los cordones, se analiza su forma, distribución, abundancia y dureza. La caracterización mecánica se lleva a cabo relacionando los valores de nanodureza, tabla 5.10, obtenidos mediante la matriz de nanoindentación, con las morfologías encontradas.

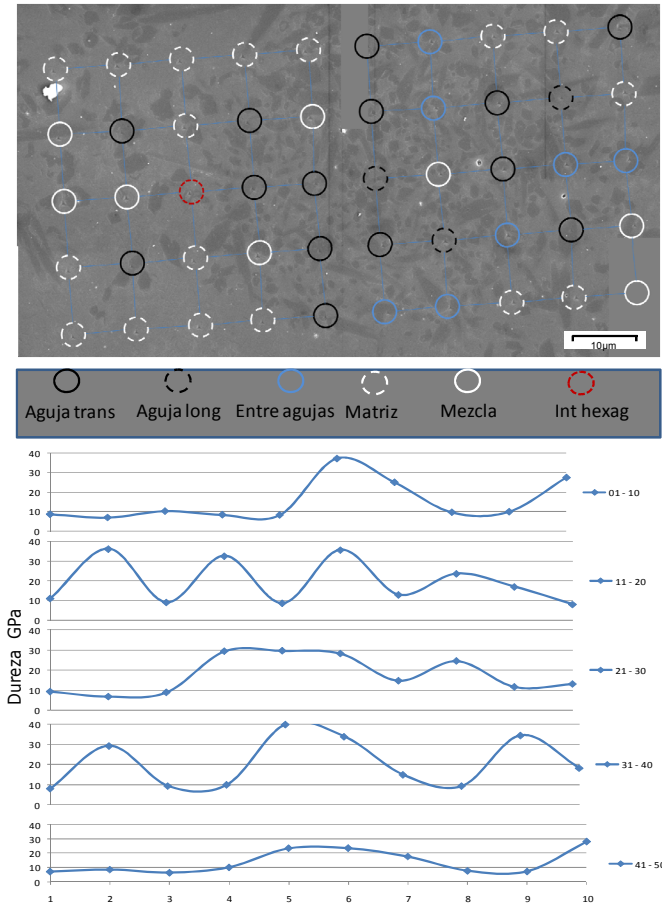


Figura 6.5 Solape 16 de Ti +40% TiB₂ sobre Ti (SEM). Matriz de nanoindentación, identificación de morfologías y su relación con el valor de nanodureza

La microestructura está formada por una matriz clara donde hay una baja densidad de agujas y que presenta valores de dureza

entre 7 y 10 GPa. Estas zonas se simbolizan como los círculos claros discontinuos en la figura 6.5. Un segundo componente, son las agujas grandes alargadas que toma valores entre 15 y 30 GPa, simbolizadas en la figura con círculos oscuros discontinuos. También se aprecia lo que podría ser las secciones transversales de estas agujas, las cuales tienen formas poligonales y cuyos valores son los más altos obtenidos, de 25 a 38 GPa. Finalmente, existen dentro de estas formas poligonales algunas muy similares a hexágonos, cuya parte central es más clara, con valores de dureza alrededor de los 10 GPa.

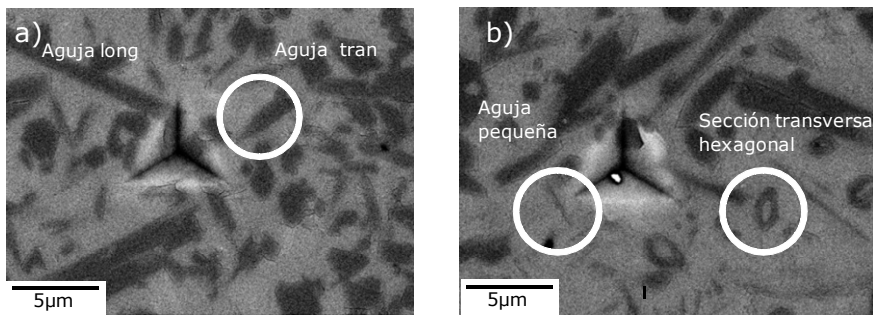


Figura 6.6 Huellas de nanoindentación a) Huella de 24,4 GPa. b) Huella de 8,5 GPa.

En la figura 6.6 a) se aprecia la presencia de agujas de mayor tamaño en sección longitudinal con una longitud de, aproximadamente, 15 micras (15 a 30 GPa), identificadas por Kooi como agujas gruesas [5], también se observan morfologías de sección transversal poligonales de 3 micras (25 a 38 GPa), identificadas por Kooi como agujas gruesas y placas, en sección transversal. En la figura 6.6 b) se observan una secciones transversales similares a hexágonos, con un diámetro de 3 micras (10GPa), identificadas por Kooi como agujas gruesas pero donde su núcleo de Ti se observa claramente, y una pequeñas agujas de longitud de 5 a 10 micras y diámetro inferior a 1 micra, identificadas por Kooi como agujas finas, propias del eutéctico.

Estos valores de nanodureza corresponde al orden de magnitud reportado en la bibliografía para compuestos de TiB entre 16 a 23 GPa [10]. Adicionalmente, Panda concluye en sus trabajo que si bien el TiB tiene una baja anisotropía a partir de los estándares de definición de anisotropía, encuentra diferencias significativas en cuanto a sus propiedades dependiendo de la dirección, lo cual atribuye a la diferencia de fuerza de unión entre los átomos de B-B y Ti-B [11].

En cuanto a sus propiedades el TiB₂ tiene valores de dureza entre 24 GPa y 33 GPa [9] e igualmente se considera que su anisotropía es muy baja [12].

La figura 6.7, muestra la variación de abundancia de los compuestos de Ti y B dependiendo de las variables del proceso.

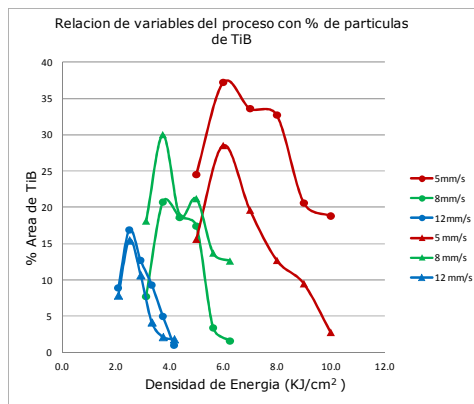


Figura 6.7 Relación de variables del proceso con el área de las partículas de TiB.

La tendencia muestra que a mayor irradiancia hay menor área cubierta por compuestos de boro. Variación que se aprecia microestructuralmente en las figuras 6.8 b) y 6.8 c) para los cordones entre 600 y 1000W. Para el caso de 500W hay un área menor a la esperada según la tendencia. Esto se puede explicar por el hecho que realmente se aprecia puntos muy oscuros de alta concentración de boro, que por las bajas potencias no alcanza a difundir, figura 6.8 a). El efecto de la velocidad sobre el área muestra que a más baja velocidad, el área de compuestos es

mayor. El efecto del flujo de material sobre el área es más significativo a mayor velocidad.

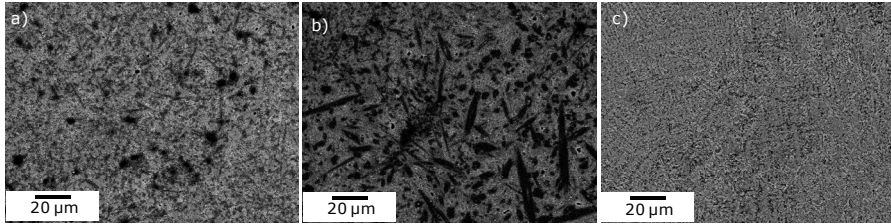


Figura 6.8 Zona central de los cordones: a) Cordón 1 (500W y 5 mm/s), b) Cordón 2 (600W y 5 mm/s), y, c) Cordón 6 (1000W y 5 mm/s)

La presencia de las partículas de TiB_2 no disueltas, ha sido reportada por varios autores [6, 12]. La variación de la microestructura donde hay presencia de TiB_2 , no disuelto, figura 6.8 a), de la transformación de TiB_2 a TiB , figura 6.8 b) o estructura eutéctica, figura 6.8 c), depende de la variación de la potencia del láser, que controla la temperatura, y de la variación de la velocidad, de acuerdo a lo comentado por Ocelik [9].

En la sección ampliada del diagrama de fase de la figura 6.9, se destacan como A, B, C las tres composiciones de 20%, 40% y 60% de TiB_2 que corresponden al 6,2, 12,5 y 18,7 de boro. Para C, como se observó en los resultados, el proceso de rápido enfriamiento del líquido enriquecido con TiB_2 no permite una transformación de las partículas originales y no se crean cordones. Para B, el líquido enriquecido con TiB , de la transformación de TiB_2 , con el proceso de rápido enfriamiento, muestra estructuras compuestas de TiB y aún partículas originales de TiB_2 y finas agujas de TiB en la matriz de Ti , formando un fino eutéctico. Para A, el líquido enriquecido en TiB , de la transformación de TiB_2 , con el proceso de rápido enfriamiento, muestra estructuras de TiB , muy poco TiB_2 no transformado y estructura eutéctica.

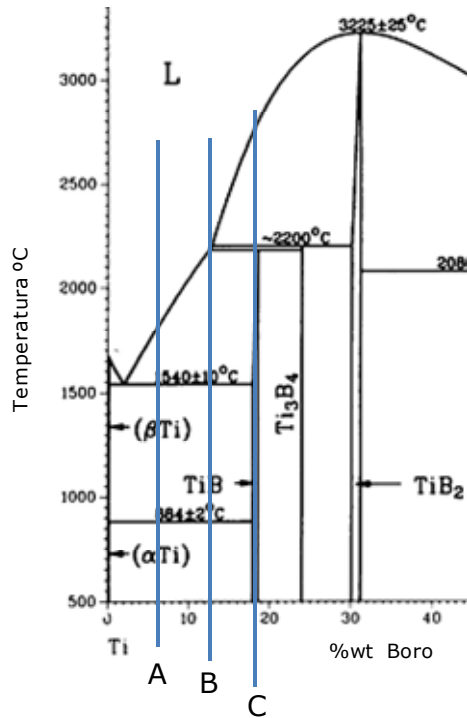


Figura 6.9 Sección del diagrama de fase Ti-B.

La aplicación de la técnica WDS nos permite establecer que la composición de los compuestos encontrados se aproxima al 18% de boro esperado para el TiB, aunque la sección evaluada contiene parte de matriz y parte de agujas gruesas de TiB, figura 5.30, el dato obtenido de 12% en B muestra que efectivamente las agujas encontradas corresponden al TiB. Sin embargo, es claro, para este caso, que esta técnica es limitada en cuanto a determinar una zona específica de análisis.

La variación de la composición de B desde un 6%, en la zona superior e intermedia del cordón, al 3 % en la zona inferior, es acorde al comportamiento de dureza que es bastante estable, para descender luego en la interfase. Aunque en la ZAC hay valores de 1% y 0,4% de boro, mostrando una baja difusión, estos valores no se ven reflejados en los valores de dureza, ya que no hay mayores durezas por boro difundido. En este caso, en cambio, la técnica de

WDS nos permite conocer los valores de composición de boro, que no es posible evaluar a partir de los valores de dureza.

Al realizar el análisis de composición en línea, figura 5.31, se ratifica que como lo expresan Kooi [5] para la descripción de las agujas gruesa de TiB el centro está compuesto de Ti. Adicional a esto se ve que al no encontrar variaciones de boro en la matriz adyacente a la aguja no existe un eutéctico alrededor.

6.3. Caracterización de los recubrimientos

Los recubrimientos analizados se pueden diferenciar en: de baja potencia los correspondientes a condiciones de potencia de 600W y 12 mm/s (20Ti14 y 20Ti6414), y de alta potencia los correspondientes a 900W, y 5, 8 y 12 mm/s, (20Ti5, 20Ti11, 20Ti17, 20Ti645, 20Ti6411 y 20Ti6417) y 1000W, y 12 mm/s, (20Ti18) todos realizados a 3 g/min.

Las mayores áreas de recubrimiento de encuentran para los casos a alta potencia y de menor velocidad, mientras que las menores áreas son para los casos de altas potencias pero de mayor velocidad, lo cual corresponde a las observaciones realizadas por Tian [6]. Es decir, el factor más relevante, en la condición geométrica es la potencia alta combinada con una baja velocidad y por tanto una alta irradiancia.

Los porcentajes de dilución varían entre un 19 y un 83% con un promedio de 49,8%, tabla 5.24. El caso de mayor dilución se presenta en el recubrimiento de 20% de TiB₂ sustrato de Ti6Al4V con potencia de 900W y velocidad de 12 mm/s, al comparar los valores de dilución de los recubrimientos con los de los cordones. Se observa que ha aumentado un 19%, lo cual no respaldaría las teorías que aseveran que la dilución disminuye por efecto que parte de la energía del cordón adicionado se emplea en fundir el anterior cordón y por esta razón la dilución disminuye. Pero hay acumulación de calor y menor velocidad de enfriamiento, por lo que la ZAC resulta mayor.

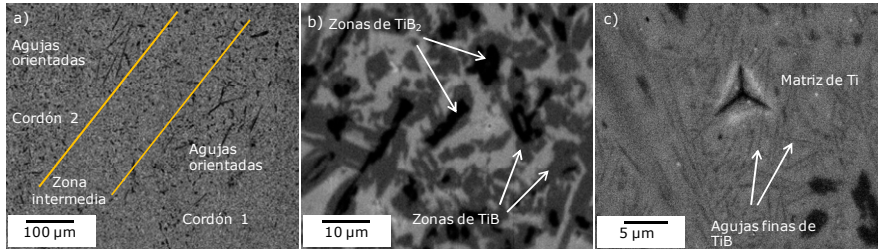


Figura 6.10 a) Sentido de flujo entre cordones recubrimiento 20% sobre Ti 900W y 8 mm/s. b) Difusión de Boro, recubrimiento 40% sobre Ti 900W 5mm/s. c) Eutéctico de Ti-B, recubrimiento 20% sobre Ti 900W y 8 mm/s.

Los recubrimientos muestran estructuras homogéneas dentro de los cordones, pero en las zonas entre cordones es claro que ha existido un flujo de material. Por el efecto térmico de adicionar un cordón sobre el otro hay una orientación de las agujas en sentido transversal y menor abundancia de ellas en la zona intermedia, como se ve en la figura 6.10 a). Igualmente por el efecto térmico, favoreciendo fenómenos de difusión, aparece puntos de concentración de TiB_2 ahora rodeados de TiB , tal como se aprecia en el recubrimiento con 40% de TiB_2 , figura 6.10 b) [8]. En la zona de la matriz de Ti, que para los cordones era más homogénea en su aspecto, al tener un sólo tono, ahora es una matriz de eutéctico de agujas finas de Ti-B [5] y matriz de Ti, figura 6.10 c). Estas dos últimas microestructuras reportadas por las investigaciones de Ocelik [9].

El análisis de dureza de los recubrimientos, muestra diferencias de dureza entre los cordones, para un mismo recubrimiento, figura 6.11, siendo el primer cordón el de menor dureza. Las diferentes microestructuras en los recubrimientos se ven reflejadas en sus barridos de dureza.

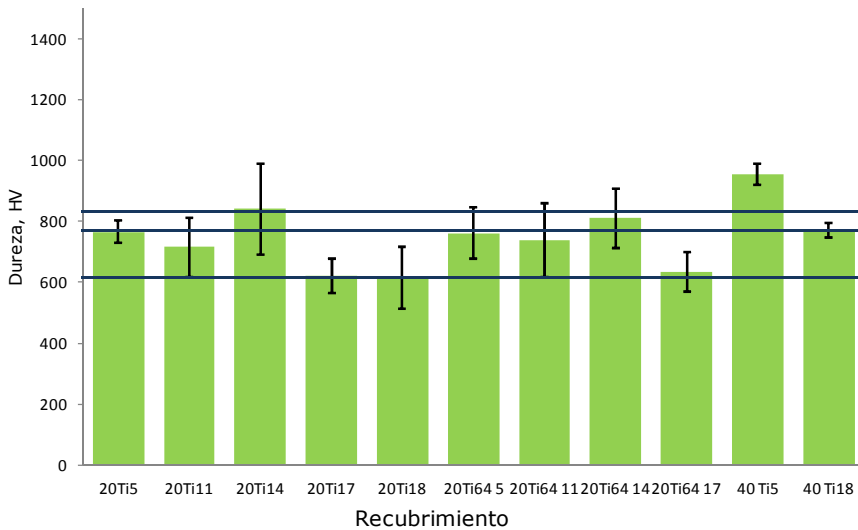


Figura 6.11 Valor promedio de dureza de los barridos verticales, señalando la variabilidad de los valores máximos a mínimos, en los diferentes recubrimientos

Para los casos con 20% de TiB_2 , es claro que los recubrimientos de baja potencia y 12 mm/s (20Ti14 y 20Ti6414) presentan mayor dureza pero igualmente una mayor fragilidad, están compuestos por mayor cantidad de partículas no disueltas de TiB_2 y tiene el menor porcentaje de dilución. Las menores durezas las tienen los casos de alta potencia y 12 mm/min, (20Ti17, 20Ti18 y 20Ti6417) que son los que presentan las mayores diluciones y una estructura eutéctica. No hay cambios significativos por variación en el sustrato de Ti a Ti6Al4V.

Se observa que el factor que más diferencia los rangos de dureza es él % de boro ya que para 40% de boro tiene valores más alto que para 20 % para las mismas condiciones del proceso, como no podía ser de otro modo al tener mayor cantidad de TiB y TiB_2 .

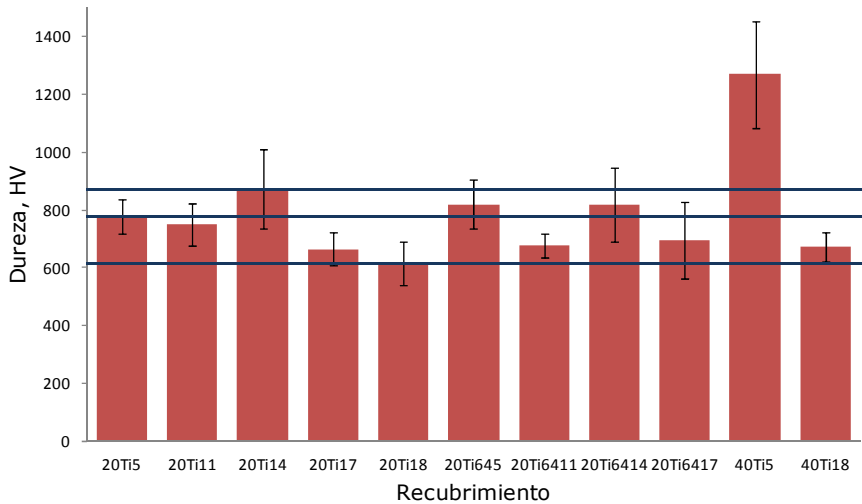


Figura 6.12 Valor promedio de dureza de los barridos horizontales, señalando la variabilidad de los valores máximos a mínimos, en los diferentes recubrimientos

Al realizar los barridos horizontales con el objetivo de comparar las durezas entre las zonas intermedias de los cordones y la parte central de éstos, se observa que en los barridos horizontales es evidente la falta de homogeneidad entre la zona de los cordones y la zona intermedia, lo cual se ve reflejado en una mayor variabilidad de los datos de dureza, figura 6.12.

Los análisis de nanodureza muestran, para los compuestos de boro valores de nanodureza dentro del mismo orden de magnitud de los encontrados para los cordones. Las morfologías de agujas gruesas en sección longitudinal entre 21 a 32 GPa, y para las agujas gruesas en sección transversal de 27 a 37 GPa. Adicionalmente, se encuentran valores para el eutéctico entre 8 y 11 GPa.

Mediante la técnica de WDS se ha podido verificar que la composición de los recubrimientos corresponde aproximadamente a la esperada. Mientras que en los cordones la composición de boro es muy homogénea, en la zona transversal del cordón, para el caso de los recubrimientos los procesos de fusión y solidificación de cada nuevo cordón colocado generan flujos de material que

evidencian diferencias notables de composición en la distribución del boro en la zona intermedia entre los cordones, figura 5.54 a 5.58. Se observa también que a diferencia del caso de los cordones, donde la difusión de boro hacia la ZAC era muy poca, en el caso de los recubrimientos, la difusión del boro es muy alta.

Para el caso de 20% de TiB_2 sobre Ti con alta potencia y 5 mm/s la composición en el cordón se mantiene en un valor entre 4 y 5 % de boro que es inferior a la encontrada de 6% de B en los cordones, esto puede deberse a la alta difusión de boro ya que en la ZAC donde antes se tenían valores próximos al 1 % de B ahora obtenemos valores entre 2 y 4%. En la ZAC no se observan compuestos de boro pero si una alta composición, que puede deberse a boro difundido, a pesar de tener un contenido en boro correspondiente a una aleación hipereutectica pero que requeriría, sin duda de un microscopio de alta resolución para su observación. En las zonas intermedias entre los cordones, las diferencias de concentración de los compuestos por efecto del flujo hacen que exista desde 6% en altas concentraciones de compuestos hasta valores cercanos al 1% con mayor presencia de eutéctico.

En el caso con 20% con alta potencia y mayor velocidad de 8 mm/s se reducen las composiciones en el cordón entre 1 y 3% de B, los valores en la ZAC de difusión están entre el 1 y 2% de boro. Para la zona intermedia entre los cordones, los valores de boro están entre 3 y 4%.

Al analizar los recubrimientos de 20% a velocidades de 8 y 5 mm/s y relacionar la distribución de boro en el área y la propiedad de dureza. A mayor velocidad hay un rápido enfriamiento que hace una menor difusión de boro en la ZAC, lo que corresponde a los análisis de Tian [6]. Sin embargo, aunque el área a menor velocidad es mayor, la distribución de boro en el área mantiene un valor de dureza más alto que a mayor velocidad, donde el área es menor y esperaríamos mayor concentración de boro. Esto contrasta con los estudios de Tian, y se atribuye a que la diferencia de área en nuestro caso es de un 17% mientras en su caso es de un 30%.

Para los anteriores recubrimientos al observar el diagrama de difracción comparativo entre ellos, figura 5.59, se observa que en el caso de menor velocidad, presentan un poco más de intensidad los picos de TiB, lo cual representaría un aumento en composición, de acuerdo con F. Wang [14]. Aunque, según los trabajos de Du [15] existe una forma cuantitativa de hallar los porcentajes de fase mediante los análisis de porcentajes de intensidades, en nuestro caso no lo aplicamos por ser las diferencias muy pequeñas.

Para el caso con 40% de TiB₂ sobre Ti, con alta potencia y 5 mm/s, figura 5.58, se encuentran valores entre 5 y 10% de B aunque el esperado es del 12%, los valores más altos están asociados a compuestos de TiB₂ original rodeados por estructuras de TiB. Existe una alta composición de boro en la ZAC, del 1 a 4 % de B. Las zonas intermedias entre cordones también presentan valores altos de B. Las condiciones de fina microestructura de solidificación de no equilibrio, junto con la presencia de gran cantidad de fases primarias duras, hacen que aumente la dureza del sustrato [16].

Comparando el caso de 40% y 20% sobre sustrato de Ti, los dos fabricados con potencia de 900W y velocidad de 5 mm/s, podemos apreciar que la baja velocidad favorece la alta difusión de boro hacia la ZAC [8], figuras 5.54 y 5.58. Adicionalmente, en el caso de 40% se observa el fenómeno de difusión de los núcleos de TiB₂ original a transformarse en TiB a su alrededor [9] figura 6.10 b).

Para el caso de 20%, alta potencia y 5 mm/s en sustrato de Ti6Al4V, figura 5.57, los valores tanto dentro del cordón como entre cordones son muy poco homogéneos con variaciones entre 1 y 7 % de B. Se registra difusión de Al y de V del material base hacia el cordón entre 1 y 2%. La presencia de fase beta se identifica en el diagrama de difracción acorde a las investigaciones de Xu [17], pero que no puede establecerse si su presencia corresponde a fase beta en el recubrimiento por efecto de la difusión del V. Aunque la adición de aluminio se ha reportado como causante del movimiento de picos a mayor 2θ en el diagrama de difracción, según Guo y col [17], en nuestro caso esto no se detecta.

Posiblemente por la difusión de estos aleantes hacia el cordón, la difusión de boro hacia la ZAC es menor al caso del sustrato de Ti.

Aunque el rango de Boro detectado por la técnica de WDS sea mayor, para el caso del sustrato de Ti6Al4V en promedio su composición es menor a la del sustrato de Ti. Esto se corrobora con picos de menor intensidad en el difractograma de comparación de estos dos recubrimientos, figura 5.60.

La comparación de recubrimientos con sustrato de Ti y diferentes porcentajes de diboruro, figura 5.61, muestra la presencia de TiB_2 para el porcentaje de 40 y 60% de TiB_2 lo cual corresponde a los análisis de microestructura realizados al recubrimiento de 40%, donde se observa las partículas originales de TiB_2 rodeadas de TiB. Esto lo expresa también en su trabajo Ma [18] al decir que "la reacción de Ti y B puede producir la formación de dos tipos de boruros, TiB y TiB_2 . Preferiblemente se forma TiB cuando existe un exceso de moles de Ti. Adicionalmente es más estable este compuesto. Mediante difracción de rayos X hay presencia de TiB_2 que no se transforma y queda retenido".

Mediante el análisis de difracción a diferentes profundidades, figura 5.62, se comprobó que el método de rectificado produce un aumento en el grado de oxidación del recubrimiento. Estos óxidos corresponden a los encontrados e identificados también por otras investigaciones del proceso de *laser cladding* [20, 21]. No se observan cambios considerables en los picos mediante los cuales se pueda establecer algún aumento en deformación de la red por el aumento de los esfuerzos de compresión [28]. El objeto del estudio de los difractogramas a diferentes profundidades en el recubrimiento era poder identificar diferencias en composición del compuesto TiB, sin embargo no son lo suficientemente evidentes estas diferencias para ser concluyentes.

Para el recubrimiento de 20% de TiB_2 sobre Ti con 900W y 5 mm/s, se ha empleado la técnica de EBSD para su análisis, en una zona fuera del recubrimiento y en las zonas superior, media e inferior del cordón, tabla 6.2. La primera observación realizada es la presencia de fase beta en el material fuera del recubrimiento,

tabla 6.2, lo cual no había sido registrado mediante la técnica de rayos X, aunque su cantidad no supera el 5 %. El tamaño de grano de la fase alfa, que en la zona alejada del recubrimiento es de aproximadamente 70 micras, figura 5.66, dentro del recubrimiento es de entre 0,5 y 5 micras, de forma equiaxial, figura 5.70. La presencia de la fase beta y el tamaño de grano pequeño son evidencias del proceso térmico de rápido enfriamiento del proceso laser [22] y del posible efecto de refinamiento de grano propio de la adición de boro [23]. El efecto del tamaño de grano pequeño también puede contribuir a tener mayores valores de dureza [29], tabla 5.23.

Según lo expresado por Ocelik [22] el diámetro promedio de tamaño de grano calculado para procesos con velocidades de enfriamiento superiores a 1000K/s está en promedio en 88 micras (20 a 180 micras) para un recubrimiento base Co.

Tabla 6.2 Variación de la cantidad de los compuestos de Boro

	Fase α	Fase β	TiB	TiB ₂	identificado	%B
Base	78.1	4.5			82.6	
Superior	60.2	3.6	24.8	3.5	92.0	5,6
Medio	70.6	2.4	19.1	2.7	94.8	4,3
inferior	70.1	2.0	21.3	2.4	95.8	4,6

En la fase alfa se encuentran desorientaciones de ángulo pequeño, de 3° y de ángulo mayor de 30° y 90°. Las desorientaciones de ángulo pequeño disminuyen su abundancia de la parte inferior a la superior del cordón. Las desorientaciones de ángulo mayor varían de ser de 30°, en el material base, a ser de 90° dentro del recubrimiento lo que corresponde a efectos de maclado por la tensión térmica generada durante el rápido enfriamiento [24].

Para el TiB se encuentran también estas desorientaciones de ángulo grande en aproximadamente el mismo porcentaje, figuras 5.72 y 5.83.

Las desorientaciones de ángulo pequeño en el TiB pueden estar caracterizando la presencia de agujas gruesas de TiB que, según

las investigaciones de Kooi [5], tienen ángulos de desorientación cercanos a los 3° y por esto son identificadas como constituyentes muy cercanos al equilibrio, mientras que las agujas finas tienen ángulos de desorientación cercano a los 12° pero no se encuentran desorientaciones de este tipo en el análisis.

Las desorientaciones a 90° presentes en la fase alfa y en los compuestos TiB son reportadas en la investigación de Zeng [24] en los límites de grano de estructuras de Ti deformadas un 15% en procesos de compresión. Lo cual refleja esfuerzos internos en el material solidificado.

En cuanto a la presencia y distribuciones de fases, ha sido posible establecer la presencia de TiB₂ con mayor porcentaje en la parte superior del cordón, pero distribuido en todo el recubrimiento, siempre cercano al TiB. La presencia de TiB₂ en la parte superior del baño fundido se ha observado también en los cordones fabricados con 40% de TiB₂, en los análisis microestructurales, figuras 5.17 y 5.18. Por tanto esto justificaría los valores de mayor dureza en la superficie de los recubrimientos, figuras 5.49 y 5.50. Y mostraría que el TB₂ en el proceso de solidificación tiende a permanecer en la superficie del baño fundido.

El TiB se identifica en las agujas gruesas y distribuido en la matriz formando un eutéctico de agujas muy finas. La fase beta se distribuye homogéneamente en la fase alfa. En la parte superior del cordón hay mas compuestos de Ti y B y menor cantidad de fase alfa, que en las otras secciones del cordón, tabla 6.2. Las agujas finas tienden a agruparse, como lo manifiesta Kooi [5]. Las agujas finas se orientan como colonias en los bordes de grano de los granos de Ti.

La cantidad de Ti en los núcleos y la periferia de las agujas, en sección transversal, se podría explicar por las investigaciones de Kooi de la forma siguiente: "Las agujas gruesas son un TiB primario que nuclea desde el líquido por un mecanismo heterogéneo, que sería evidente por el crecimiento radial de las agujas gruesas desde la incompleta descomposición del TiB₂. La zona libre alrededor de la agujas indica el agotamiento de boro en

el líquido adyacente que solidifica posterior al halo de Ti. La formación de esta zona separa las agujas gruesas de TiB por el líquido remanente y fuerza al TiB en el eutéctico a nuclear cooperativamente con el Ti en un gran subenfriamiento”.

Al calcular el % en boro presente, a partir de los porcentajes de sus compuestos, se encuentran valores entre 4,3 y 5,6 % B, que son muy próximos a los encontrados en el cordón mediante la técnica de WDS entre 3,8 y 4,9 % de B, tabla 6.2.

Mediante esta técnica no se ha encontrado un texturizado en la sección transversal del cordón; esto corresponde con a las investigaciones realizadas por Ocelik [22] quien encuentra que realmente el texturizado se presenta en la dirección longitudinal del recubrimiento y no en la transversal.

6.4. Efecto de la adición de boro al titanio en el material de recubrimiento de los cordones.

En cuanto a la relación de las variables del proceso con las características de los cordones con polvo de Ti, la primera observación acerca de la altura, figura 6.13, es que la irradiancia en el Ti tiene una influencia menor en la altura de la que tiene la velocidad y el flujo siendo este último el que más influye, ya que es muy poca la variación de altura con la variación de la irradiancia.

En el caso de Ti más diboruro, la irradiancia es más determinante en la variación de las altura, observándose una mayor pendiente, en la recta de variación de las alturas y viendo que la velocidad tiene muy poca influencia, incluso menor que la del Flujo, figura 6.1.

Las líneas de tendencia en la figura 6.13 muestran como con mayor irradiación hay mayor valor de la altura del cordón lo cual es más evidente a más alta velocidad ya que esta línea de tendencia tiene una mayor pendiente. Es claro que a menor velocidad los cordones tienen una mayor altura. Se observa además que para el flujo de 5 g/min las alturas son mayores que

para el flujo de 3 g/min. Estas diferencias se hacen mayores a medida que disminuye la velocidad.

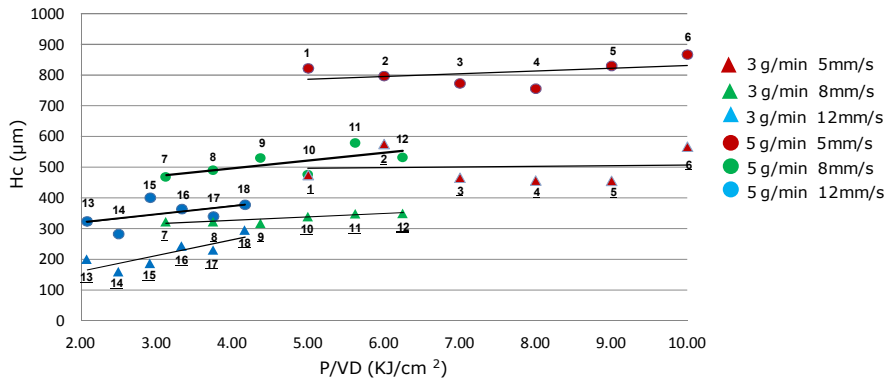


Figura 6.13 Relación entre la altura del cordón y la irradiancia para Ti con sustrato deTi

De acuerdo a la figura 5.11, con la combinación del efecto de la potencia y la velocidad se observa que, para los flujos (F) de 3 y 5 g/min, a medida que aumenta la potencia las dimensiones de la sección del cordón y el material fundido aumentan, y a medida que la velocidad (V) disminuye, para un mismo valor de potencia, las dimensiones de la sección transversal del cordón y material fundido aumentan. Aunque estas relaciones se mantienen en los dos flujos por separado, al verlos juntos en la gráfica no existe una secuencia de dimensiones, resultando los de 5 g/min más pequeños de lo esperado, con lo cual se concluye que existe una afectación de otra variable entre la potencia y la relación F/V que depende de la cantidad de polvo empleado [1].

La influencia del boro en la geometría, se analiza inicialmente comparando los cordones obtenidos con Ti y 0% de B y los obtenidos con Ti + 20% de diboruro. Se observa inicialmente que el área de recubrimiento ha aumentado un 14% mientras que el área de dilución ha aumentado en un 39%. Pero mientras para el Ti la forma de los cordones corresponde a una forma de gota, para

TiB₂ su forma es aplanada y en muchos casos cóncava por lo que las alturas se reducen un 44,6%, véase las tablas 5.2 y 5.3. El aumento de la dilución puede indicar disminución de las propiedades del recubrimiento, Vilar [2]. De acuerdo a las observaciones de Gedda [25], una buena forma del cordón, se obtiene con un adecuado balance entre densidad de potencia, velocidad de polvos y alimentación. Considerando que los dos materiales se fabricaron con los mismos rangos de variables, podemos decir que lo que influye son las características del material.

En el análisis geométrico, tomando en conjunto los parámetros de altura, área de cordón, dilución y eficiencia, se puede afirmar que la adición de boro disminuye la eficiencia del proceso, debido al aumento simultáneo del área del recubrimiento y el área de dilución, pero con una disminución de altura.

Al comparar la zona del cordón entre los cordones con Ti únicamente y los cordones con Ti + 40% de TiB₂ se encuentra que en promedio, con boro y flujo de 3 g/min, el ancho del cordón aumenta un 3%, pero la altura se reduce un 58%. Mientras que, para 5g/min el ancho del cordón aumenta un 10% pero la altura se reduce un 74%. En el caso del material fundido, con boro y flujo de 3g/min el ancho aumenta un 40% y la altura un 10% mientras que para 5g/min el ancho aumenta un 58% y la altura un 23 %.

Con la información anterior se puede afirmar que con la adición de boro, el cordón formado tiende a distribuirse ampliamente sobre el material de sustrato, con un aumento de área con la ampliación del ancho pero reducción de altura. Esto puede ser aplicado convenientemente para recubrimientos donde sea requerida una gran área recubierta pero con bajo volumen.

Al aumentar el porcentaje de boro del 20% al 40 % el área del cordón se reduce un 67% y la dilución aumenta un 22% en promedio siendo mayor para el caso de 5 g/min.

En general se puede concluir que al ir aumentando el porcentaje de B se va perdiendo eficiencia en el proceso. Las secciones

transversales de los cordones van cambiando de tener al 20% aumento de áreas del cordón y al 40% con disminuciones del área del cordón. Y siempre está presente un aumento en dilución.

En cuanto a la microestructura que inicialmente se componía de fase alfa y alfa acicular (widmanstätten), para el recubrimiento de Ti ahora se compone de una matriz de Ti, predominantemente alfa, entre un 60 y 70% con algo de fase beta entre 2 y 4% y compuestos de TiB, entre 19 y 25%, y TiB₂ entre 2,5 y 3,5%. Esto para el caso analizado mediante EBSD, pero en general se puede afirmar que se tiene una matriz alfa y compuestos de Ti y B dispersos en la matriz de forma homogénea y con una buena unión entre matriz y compuestos [1]. Es decir constitutivamente hemos llegado a crear el material compuesto de matriz Ti con distribución de partículas duras de material cerámico.

Al ser el proceso láser un proceso caracterizado por el enfriamiento rápido se justifica la presencia de estructuras fuera del equilibrio como la martensita o la estructura Widmanstätten. Es interesante notar como en el análisis de la ZAC no se encontraban estas estructuras. Esto deja ver como en el proceso de *laser cladding* el polvo realmente asume un papel importante en la absorción de la energía y su transmisión [25].

Los granos equiaxiales de alfa, en el cordón de Ti, se pueden deber a procesos de recocido o a procesos a menores velocidades de fabricación, como lo manifiesta Wang [14]. El decrecimiento del cociente entre el gradiente de temperatura y la velocidad de solidificación favorece la formación de estructuras equiaxiales.

En cuanto al cambio de las propiedades mecánicas, en el caso del Ti, como material base, su dureza es de 130HV. Al recubrirlo con Ti, la dureza del recubrimiento es en promedio de 700HV. Con la adición de 20% de TiB₂, el material base tiene durezas en el recubrimiento entre 400 Y 900HV para el caso de 3 g/min y valores entre 500 y 1000 HV para el caso de 5 g/min. Por tanto la adición de boro se refleja en un endurecimiento de la matriz por la formación de compuestos duros.

Observando la microestructura en el caso del 40% se observa una mayor cantidad de compuestos de Ti y B. La distribución de los compuestos en la matriz no es homogénea ya que existe zonas donde se agrupan los compuestos alrededor de núcleos TiB_2 original y zonas donde la distribución es un poco más homogénea, figuras 5.16 a 5.18. Las diferencias en distribución es la responsable de que los valores de dureza, en las zonas de alta concentración, lleguen a 1100HV en el caso de 3g/min y a 1300HV en el caso de 5g/min, mientras que en la zona un poco más homogénea estén entre 400 y 600HV para 3 g/min y entre 300 y 800 HV para el caso de 5g/min. Para el caso de adición de 60% de boro se encontraron rangos entre 400 y 1800HV que corroboran la tendencia de aumento de la dureza con la adición de mayor porcentaje de TiB_2 , figura C1 (Anexo C).

6.5. Efecto de los elementos de aleación en las características de los cordones.

Al cambiar el sustrato de Ti al sustrato de Ti6Al4V con la adición de 20% de TiB_2 , la variación de la altura de los cordones con la irradiancia (P/VD) presenta una mayor dispersión, figuras 6.1 y 6.14. El efecto de la potencia es el factor más importante, aunque la velocidad ejerce una mayor influencia que en el caso del Ti siendo mayor su efecto a alta velocidad. Se observa una mayor pendiente que a baja velocidad, aunque hay mayores alturas a mayor flujo a bajas velocidades. A alta velocidad el efecto del aumento de flujo no es perceptible.

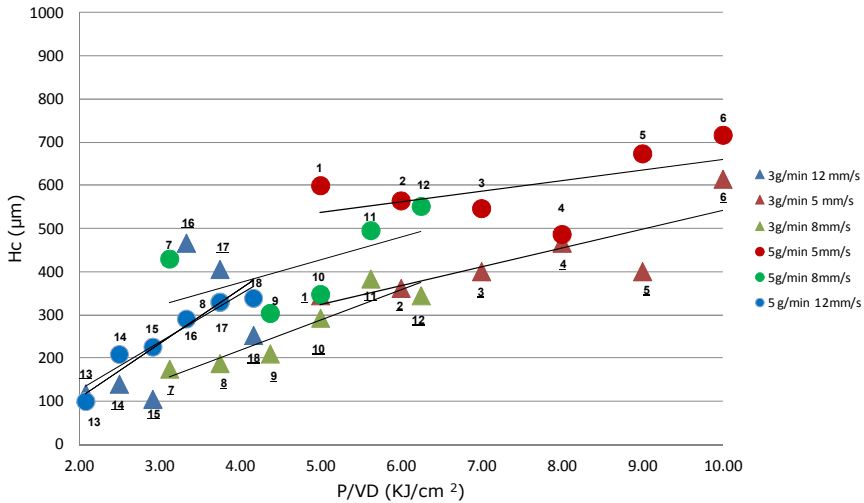


Figura 6.14 Relación entre la altura del cordón y la irradiancia para 20% de TiB_2 con sustrato de $Ti6Al4V$.

Al calcular los porcentajes de dilución se encontró que en términos generales el porcentaje de dilución para los cordones fabricados con 3 g/min es 50% mayor que para los fabricados con 5 g/min, lo que resulta evidente al presentar menos efecto de apantallamiento. Además los porcentajes de dilución son mayores para el sustrato de $Ti6Al4V$ en un 10 %, aproximadamente, al compararlos con los del sustrato de Ti , lo que provoca una mayor difusión de Al y V hacia el baño fundido, y puede atribuirse a la menor conductividad térmica del $Ti6Al4V$, que ocasiona una menor transferencia de calor.

En el análisis mediante difracción de rayos X, figura 5.60 se identificó la presencia de los picos de fase alfa para los dos sustratos y la presencia de fase beta para el caso del sustrato de $Ti6Al4V$. Mediante microscopia óptica se identificó para el sustrato de Ti , una pequeña zona de martensita en la zona de transición entre el cordón y la ZAC, figura 5.9. En el caso del sustrato de $Ti6Al4V$, en la zona afectada por el calor, se ve una total transformación a la estructura de martensita, figura 2.4, la cual según lo manifestado por F Huang [26] indica que la temperatura

ha superado el punto crítico de la aleación Ti6Al4V y ha habido una transformación de la fase beta. Durante el rápido enfriamiento la fase beta se ha transformado en la fase sobresaturada alfa prima adifusionalmente [26].

Para los cordones sobre Ti las estructuras de la zona de transición, dentro del cordón, presentan estructura columnar, figura 2.7 para los casos de velocidad de 12 mm/s y menor flujo, mientras que para el caso de Ti6Al4V las estructuras columnares están asociadas también a el flujo menor pero en condiciones de alta potencia [7]. Ello puede deberse a la menor conductividad térmica del Ti6Al4V, tabla 2.1, que se reflejan en un incremento del efecto térmico del láser en el cordón.

En cuanto a las propiedades de dureza, figura 6.15, los mayores valores de dureza se encuentran para las menores potencias (500W a 700W) en cada velocidad para 3 y 5 g/min en Ti y Ti6Al4V. En general en el Ti y Ti6Al4V con 5 g/min hay mayores valores de dureza que a 3 g/min. Para el Ti con 5 g/min hay un rango de dureza promedio entre 450 y 950 HV. Para 3 g/min el rango se reduce de 450 a 850 HV. Las durezas para cada perfil tienen una mayor desviación en el caso de 5 g/min. Para el Ti6Al4V no hay diferencias de homogeneidad entre 5 y 3 g/min y hay para 5 g/min un rango entre 700 y 950 HV y para 3 g/min un rango entre 650 y 900 Hv. Todo ello por la menor difusión de boro que mantiene un mayor contenido de TiB₂.

Justificaciones para el endurecimiento las expresa Wu [27] Los valores de dureza no sólo son mayores a los del material base por la mayor dureza de las partículas adicionadas que por sí mismas son más duras, sino porque pueden resistir el movimiento de las dislocaciones. Adicionalmente la técnica de *laser cladding* tiene unas características de rápido calentamiento y enfriamiento de 10^3 a 10^9 °C/s luego es una estructura de rápida solidificación fina y uniforme con el límite de grano como mecanismo de endurecimiento.

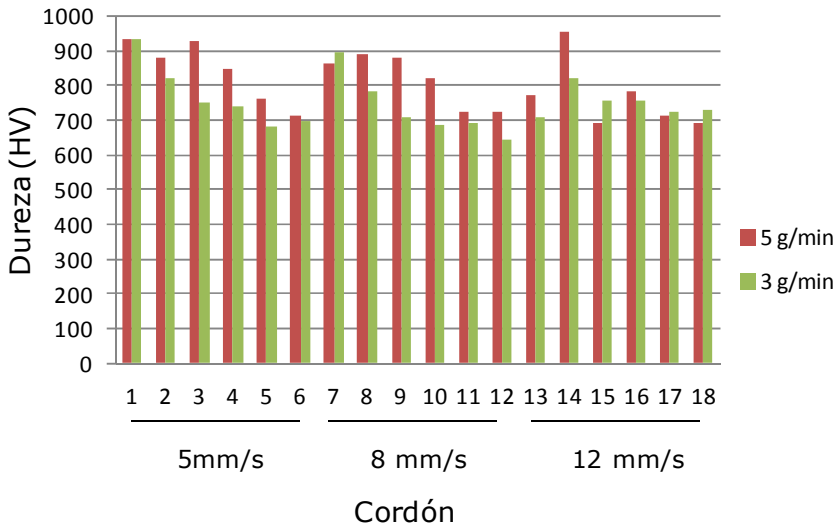


Figura 6.15 Valores promedio de microdureza en los cordones de Ti + 20%TiB₂ y flujo de 3 y 5 g/min sobre Ti 6Al4V.

Para los cordones 2 (600W y 5mm/s) y 4 (800W y 5 mm/s), en los dos materiales base, se realizaron perfiles con la técnica de nanoindentación, con el fin de saber si hay diferencias, a escala nano para las diferentes morfológicas encontradas. Realmente se observa que los valores más altos de nano dureza están en el perfil del centro del cordón 2 y en los laterales para el cordón 4, figura 6.16, En el caso del cordón 2, la causa posible es la presencia de mayor concentración de boro en esta zona, según el análisis de WDS, figura 5.30. En el caso del cordón 4, la mayor potencia facilita la difusión de boro y las durezas de los perfiles son más homogéneas. Igualmente, las diferencias en los perfiles tienen un componente atribuido al perfil de irradiación de haz de forma gaussiana.

Puntualmente para los dos materiales, las distribuciones de dureza son más o menos iguales, pero las durezas promedio son más altas en la zona de dilución para el Ti6Al4V, esto puede ser debido al efecto combinado de difusión de Al y V hacia el cordón y menor difusión de boro. Hacia la ZAC.

Acorde a los valores de microdureza los datos de nanodureza para el cordón de menor potencia (600W) son mayores que los del cordón de más potencia (800W). Las diferencias de nanodureza entre los cordones de 600W y 800 W son más marcadas para Ti6Al4V que para Ti. En el caso de la nanodureza a menores potencias hay mayor cantidad de compuestos, como se vió en el análisis de imagen, anexo C. Adicionalmente se identifica mayor abundancia de TiB_2 , figura 6.17 a), para el Ti6Al4V.

Al tener el Ti6Al4V una profundidad de baño fundido mayor que la del Ti (para las mismas condiciones de proceso) podríamos afirmar que los mayores valores de dureza para los cordones sobre este sustrato son debidos a la mayor concentración de boro. Pero en nuestro caso no por una reducción de área [6], sino porque la disminución de boro difundido hacia la ZAC compensa la mayor área.

Aunque según lo dicho por otros autores a medida que la velocidad aumenta las diferencias de dureza son mayores entre la superficie y la parte interna (400 micras) [6]. En nuestro caso estas diferencias de rangos de dureza con la velocidad no son evidentes en el sustrato de Ti6Al4V.

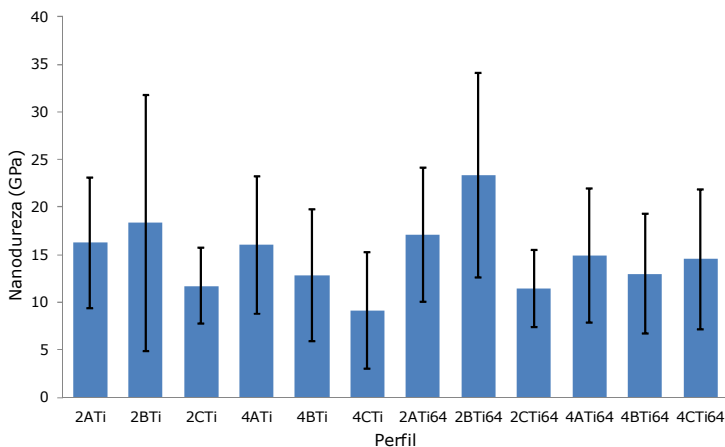


Figura 6.16 Valores promedio de nanoindentación para los cordones 2 y 4 de Ti + 20% TiB_2 y sustrato de Ti y Ti 6Al4V, (Perfil B es el central)

En la figura 6.17 se observa imágenes de las diferentes morfologías encontradas para los dos materiales de sustrato. Se observa durezas muy similares para un mismo elemento morfológico aunque también se aprecia claramente que para el Ti6Al4V hay mayor cantidad de finas partículas de TiB_2 disueltas en la matriz, figura 6.17 a). Igual que en el caso del Ti, en el caso del Ti6Al4V las agujas de tipo grueso están más desarrolladas a menor velocidad y son más delgadas y densas a más alta velocidad

Las agujas gruesas [5] se forman primero que las pequeñas durante el proceso de solidificación. Más cantidad de agujas gruesas indica, un mayor tiempo transcurrido después de la nucleación del TiB [5], es decir, que el Ti6Al4V, por sus propiedades, en este caso una menor conductividad térmica, conserva durante más tiempo las condiciones de temperatura adecuadas para el crecimiento de las agujas y su mayor abundancia comparados con las del Ti.

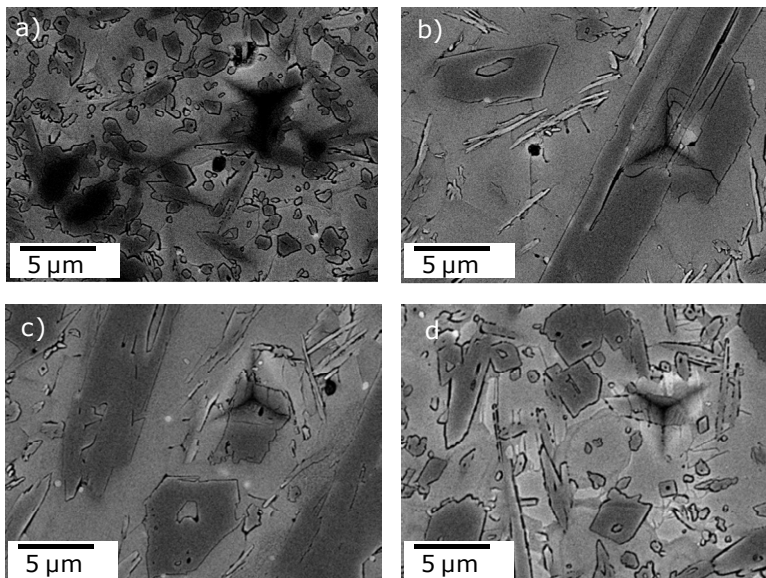


Figura 6.17 Imágenes de huellas de nanoindentación, a) 20Ti64 2, 100 micras, 48 GPa, b) 20Ti 4, 500 micras, 27 GPa, c) 20Ti 4 400 micras, 35 GPa, d) 20Ti64 4, 350 micras, 33 GPa.

6.6. Efecto del tipo de polvo sobre la zona afectada por el calor (ZAC).

Inicialmente al analizar la geometría de la zona afectada por el calor sin polvo y la energía específica (irradiancia), figuras 6.18, la tendencia de los datos es clara en mostrar que a medida que aumenta la energía específica aumenta las dimensiones de la zona afectada por el efecto térmico del láser. La tendencia es muy similar para los sustratos de Ti y de Ti6Al4V. Los valores de altura y ancho son mayores para el Ti, posiblemente por su mayor conductividad térmica. La diferencia en ancho es un 5% mientras que la diferencia en altura es de 13%. Al no existir el flujo de polvo de alimentación, estas diferencias entre el ancho y la altura las podemos atribuir a la forma gaussiana de la distribución del láser [1].

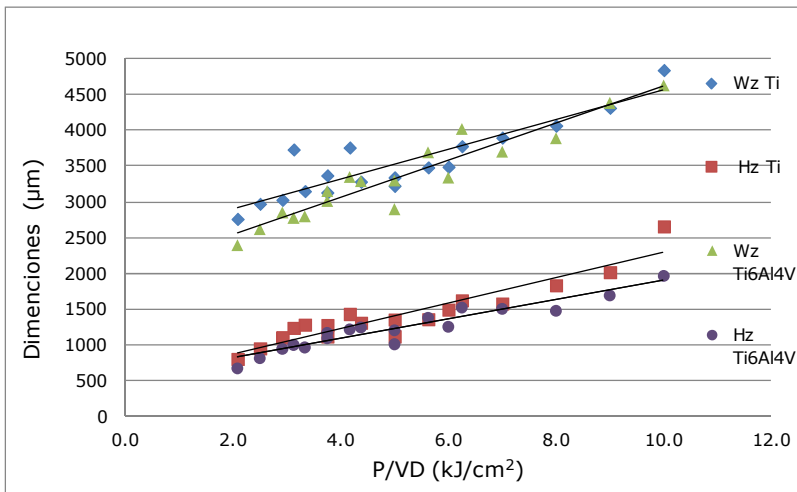


Figura 6.18 Efecto de los parámetros del láser, sin polvo, sobre el ancho y la altura de la zona afectada térmicamente para Ti y Ti6Al4V.

Para analizar el efecto energético que tiene la presencia de polvo sobre la ZAC se evaluó el cambio de zona afectada por el calor en el proceso de *laser cladding*, con polvos y sin polvos. En este análisis se encontró que en la zona afectada por el calor, en el material base Ti, al añadirle polvos de Ti a 3 g/min, la altura

aumenta un 1% mientras que el ancho aumenta un 8%, para el caso de 5 g/min la altura (Hz) es menor un 3% mientras que el ancho (Wz) es mayor un 10%. Como se observa en la tabla 6.3.

Tablas 6.3 Variaciones de la geometría de la ZAC (porcentajes)

Flujo g/min	Parámetro geométrico	Polvos de Ti		Polvos de Ti + 20%TiB ₂	
		Ti	Ti6Al4V	Ti	Ti6Al4V
3	Wz (ancho)	8.0	-2.6	6.9	7.2
	Hz (altura.)	1.0	7.4	-2.4	-6.1
5	Wz (ancho)	10.0	3.6	-3.0	4.3
	Hz (altura.)	-3.0	6.6	-7.5	-10.6

Los parámetros Wz y Hz han sido definidos en la figura 4.20.

son diferentes para cada velocidad; el ancho aumenta a $V = 5$ mm/s un 19%, para $V = 8$ mm/s un 21% y para 12 mm/s un 36% mientras que la altura aumenta a $V = 5$ mm/s un 136%, para $V = 8$ mm/s un 45% y para 12 mm/s un 28%. Para el caso de adicionar polvos con Ti + 20% de TiB₂, con 3 g/min el ancho aumenta un 6.9% mientras que la altura se reduce un 2.4%. Para el caso de 5 g/min el ancho se ha reducido un 3% y la altura un 7.5%.

De los anteriores datos podemos analizar, que en el sustrato de Ti, los polvos de Ti realizan una contribución de energía a la ya suministrada por el láser [25], por cuanto la tendencia de las dimensiones de la ZAC aumenta. En el caso de los polvos de aleación, en cambio, no hacen un aporte energético a la ZAC. Podríamos decir que consumen esa energía en el proceso de la creación del baño fundido.

Los cambios de altura y ancho del sustrato de Ti sólo por efecto del láser, también van asociados a los cambios en velocidad, figura 6.19. Los porcentajes de aumento

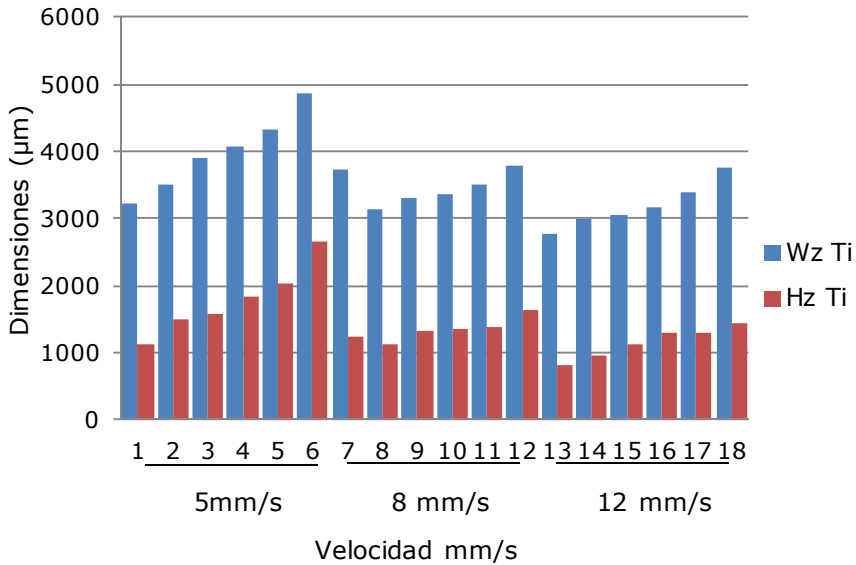


Figura 6.19 Efecto de la velocidad sobre el ancho y la altura de la ZAC en el sustrato de Ti.

De acuerdo a la figura 6.19 se puede afirmar que al aumentar la velocidad, se disminuye el aporte de esta variable al efecto de la potencia sobre el aumento del ancho y la altura de la ZAC. Esto se explica porque las irradiancias se hacen menores.

En el material base Ti6Al4V al añadirle polvos de Ti a 3 g/min, la altura aumenta un 7.4% mientras que el ancho disminuye un 2.6%. Para el caso de 5 g/min la altura aumenta un 6.6% mientras que el ancho aumenta un 3.6%.

Para el caso de adicionar polvos con Ti + 20% de TiB₂, para el caso de 3 g/min, el ancho aumenta un 7.2% mientras que la altura se reduce un 6.1%. Para el caso de 5g/min el ancho ha aumentado un 4.3% y la altura se ha reducido un 10,6%.

Para el caso del sustrato de Ti6Al4V, el efecto de los polvos de Ti está aumentando el efecto energético del láser, pero en el caso del TiB₂ la aportación energética del polvo se distribuye de tal forma que sólo contribuye con aumentar el ancho.

REFERENCIAS. Capítulo 6

- [1] U. de Olivera, V. Ocelik, J.Th.M. De Hosson, Analysis of coaxial processing conditions and coating properties, *Surface & Coatings Technology*, 197 (2005) 127-136.
- [2] R. Vilar, Laser Cladding, *Journal of laser applications*, 11 (1999) 64-79.
- [3] Steen M William, *Laser material processing*, Springer, 2003.
- [4] J.M. Yellup, Laser Cladding using the powder blowing technique, *Surface & Coating Technology*, 71 (1995) 121-128.
- [5] B.J. Kooi, Y. T. Pei, J. Th. M De Hosson, The evolution of microstructure in a laser clad TiB – Ti composite coating, *Acta Materialia*, 51 (2003) 831-845.
- [6] Y.S. Tian, Q.Y. Zhang, D. Y. Wang, Study on the microstructures and properties of the boride layers laser fabricated on Ti 6Al 4V alloy, *Journal of Materials Processing Technology*, 209 (2009) 2887-2891.
- [7] W. Wang, M. Wang, Z. Jie, F. Sun, D. Huang, Research on the microstructure and wear resistance of titanium alloy structural members repaired by laser cladding, *Optical and Laser Engineering*, 46 (2008) 810-816.
- [8] V. Ocelik, U. de Olivera, M. de Boer, De Hosson, J. Th. M. Thick Co based coating on cast iron by side laser cladding, *Surface & Coatings Technology*, 201 (2007) 5875-5883.
- [9] V. Ocelik, D. Matthews, J.Th.M. De Hosson, Sliding wear resistance of metal matrix composite layers prepared by high power laser, *Surface & Coatings Technology*, 197 (2005) 303-315.
- [10] A. Raymond, Engineering properties of borides, ASM, *Engineered Materials Handbook, Ceramics and glasses*, Volume 4.

- [11] K.B. Panda, K. S. Ravi Chandran, First principles determination of elastic constants and chemical bonding of titanium boride (TiB) on the basis of density functional theory, *Acta Materialia*, 52 (2006) 1641-1657.
- [12] K.B. Panda, K. S. Ravi Chandran. Determination of elastic constants of titanium diboride (TiB₂) from first principles using FLAPLW implementation of density functional theory. *Computational Materials Science*, 35 (2006) 134-150.
- [13] S. Gorsse, Mechanical properties of Ti-6Al-4V/TiB composites with randomly oriented and aligned TiB reinforcements, *Acta Materialia*, 51 (2003) 2427-2442.
- [14] F. Wang, J. Mei, X. Wu, Direct laser fabrication, *Journal of materials processing technology* 195 (2008) 321-326.
- [15] B. Du, S.R. Paital, N.B. Dahotre, Phase constituents and microstructure of laser synthesized TiB₂-TiC reinforced composite coating on steel, *Scripta materialia*, 58 (2008) 1147-1150.
- [16] X. Liu, H. Wang, Microstructure and tribological properties of laser clad γ /Cr₇C₃/TiC composite coating on γ -TiAl intermetallic alloy, *Wear* 262 (2007) 514-521.
- [17] G. Xu, M. Kutsuna, Z. Liu, K. Yamada, Comparison between diode laser and TIG cladding of Co-based alloys on the SUS403 stainless steel, *Surface & Coatings Technology*, 201 (2006) 1138-1144.
- [18] B. Guo, J. Zhou, S. Zhang, H. Zhou, Y. Pu, J. Chen, Phase composition and tribological properties of Ti-Al coatings produced on pure Ti by laser cladding, *Applied Surface Science* 253 (2007) 9301-9310.
- [19] Z.Y. Ma, S.C. Tjong, In- Situ Ti-TiB Metal-Matrix Composite prepared by a reactive pressing process, *Scripta Materialia*, 42 (2000) 367-373.

- [20] X. Liu, H. Wang, Modification of tribology and high-temperature behavior of Ti-48Al-2Cr-2Nb intermetallic alloy by laser cladding, *Applied Surface Science*, 252 (2006) 5735-5744.
- [21] A. Perez del Pino, Oxidation of Ti through Nd YAG laser irradiation, *Applied Surface Science*, 197-198 (2002)887-890.
- [22] V. Ocelik, I. Furar, J.Th. M.De Hosson, Microstructure and properties of laser clad coatings studied by orientation imaging microscopy, *Acta Materialia*, 58 (2010) 6763-6772.
- [23] T.M.T. Godfrey , A. Wisbey, P.S. Goodwin, K. Bagnall, C.M. Ward-Close "Microstructure and tensile properties of mechanically alloyed Ti6Al4V with boron additions, *Materials Science and engineering*, A282 (2000) 240-250.
- [24] Z. Zeng, The effects of deformation conditions on microstructure and texture of commercially pure Ti, *Acta materialia*, 57 (2009) 5822-5833.
- [25] H. Gedda, *Laser Cladding an Experimental and Theoretical investigation*, Thesis Doctoros, Lulea Universidad, 2004.
- [26] F. Huang, Microestructure and properties of thin wall by laser cladding forming, *Journal of Materials Processing Technology*, 209 (2009) 4970-4976.
- [27] W. Wu, Y. Zhang, Laser Cladding of Ti-6Al-4V titanium alloy with Ti+TiC powders, *Trans Nonferrous Met. Soc. China*, 15-3 (2005).
- [28] U. de Olivera, V. Ocelik, J.Th.M. De Hosson, Residual stress analysis in Co-based laser clad layers by laboratory X-rays and synchrotron diffraction techniques, *Surface & Coatings Technology*, 201 (2006) 533-542.
- [29] J.D. Verhoeven, *Fundamentos de metalurgia fisica*, Limusa, Ed. 1, 1987.

7. Conclusiones.

7.1. Conclusiones Generales.

A lo largo de la investigación realizada se ha obtenido las siguientes conclusiones generales:

- La modificación superficial del Ti se ha logrado mediante la formación de un recubrimiento de matriz de Ti y los cerámicos TiB y TiB₂ donde la dureza del compuesto depende no solo del componente cerámico sino de la difusión de boro.
- La metodología aplicada ha permitido extrapolar la información obtenida en los cordones, a los recubrimientos. Pero para estos es necesario realizar un análisis complementario del efecto de la acumulación de calor por el solapamiento de cordones.
- El procedimiento llevado a cabo para la obtención del polvo de las aleaciones de Ti+TiB₂, ha permitido tener un material de buena homogeneidad, con baja contaminación y adecuada aleación. Que se ha visto reflejado en estructuras sin segregaciones o impurezas.
- El empleo de la técnica de WDS para la determinación de la composición de boro ha sido efectiva al determinar gradientes de composición, inclusive en distribuciones lineales, pero es limitada al analizar composiciones en constituyentes específicos de tamaño inferior a 5 micras aproximadamente, al no poder reducirse el área de análisis.
- Se ha encontrado una buena correspondencia de resultados de composición de boro, entre los datos obtenidos por la técnica de WDS y los calculados a partir de los porcentajes de fase encontrados con la técnica de EBSD.
- Para los análisis de resistencia al desgaste se ha realizado el rectificado de las superficies de los recubrimientos obtenidos que produce un aumento en el grado de oxidación del recubrimiento, corroborado por un aumento de los picos de TiO en el difractograma al realizar rectificados sucesivos.
- La metodología aplicada de relacionar parámetros de proceso y características obtenidas en los cordones mediante gráficos de regresión, ha sido pertinente pues se han encontrado valores de regresión próximos a 0.8.

7.2. Conclusiones específicas.

Sin embargo, cabe señalar un conjunto de conclusiones más particulares que agrupan los 6 apartados señalados a continuación

7.2.1. Relación de las variables del proceso láser con las características del cordón.

- Del análisis del proceso realizado con 20% de TiB_2 se concluye:
 - Se ha logrado un proceso de alta eficiencia donde el control de la variación del parámetro H_c depende principal y directamente de la variable F/V , mientras que el ancho W_c tiene una relación más directa con la potencia.
 - El fenómeno de dilución se intensifica en el caso de tener altas potencias y alto flujo por unidad de longitud (F/V). Esta combinación de variables más el efecto generado por el tipo de distribución de energía del láser, en nuestro caso de tipo gaussiana, ocasionan este comportamiento. La mayor adición de polvos provoca una acumulación de energía térmica adicional aumentando la dilución.
 - Se logró relacionar las estructuras de no equilibrio obtenidas con los parámetros del láser. De tal forma que para los cordones de baja potencia hay principalmente agujas de TiB , y para los cordones de alta potencia se encuentran estructuras eutécticas. Para el caso de la más baja energía existen núcleos de concentración de TiB_2 sin transformar. Las estructuras de TiB se desarrollan adecuadamente (agujas gruesas) a bajas velocidades.
 - Los mayores valores de dureza del recubrimiento, del orden de 950 HV, corresponden a los casos de bajas potencias y bajas velocidades.

➤ Del análisis del proceso realizado con 40% de TiB_2 se concluye:

- En este caso la eficiencia del proceso es menor. A medida que aumenta la potencia, aumenta el área del cordón y del material fundido pero mas esta última.
- Las estructuras son muy poco homogéneas, en los cordones realizados a mayor velocidad se encuentran estructuras con abundantes partículas originales de TiB_2 y agujas TiB en la matriz de Ti. Al disminuir la velocidad la microestructura se va transformando al ir disminuyendo las partículas de TiB_2 y las agujas de TiB , y formarse eutécticos.
- Las durezas, de forma análoga a las microestructuras, no son homogéneas, encontrando de forma puntual para las microestructuras de TiB_2 valores de hasta 1300HV y valores en el eutéctico desde 300 HV. No se ha podido asociar aumentos de potencia con aumentos o disminuciones de dureza.

7.2.2 Caracterización de los compuestos de Titanio y Boro

- Las condiciones energéticas del láser han transformado un gran porcentaje del material adicionado, de tal manera, que se han caracterizado morfológicamente y en su dureza compuestos de TiB identificando la presencia de agujas de mayor tamaño en sección longitudinal con una longitud de aproximadamente 15 micras (15 a 30 GPa). También se observan morfologías de sección transversal poligonales de 3 micras (25 a 38 GPa) y estructuras de sección hexagonal, con valores de dureza alrededor de los 10 GPa.
- Los valores de dureza del recubrimiento están asociados a los valores de dureza de los compuestos, ya que las mayores durezas se encuentran para los casos de mayor presencia de TiB_2 y la dureza desciende a medida que la abundancia de agujas de TiB disminuye. Los valores de dureza en los recubrimientos no sólo corresponden al efecto de refuerzo de los compuestos de Ti-B, sino también a la difusión de boro.

• **7.2.3. Caracterización de los recubrimientos**

- La energía del láser y el calor acumulado al realizar solapamiento de cordones, favorece fenómenos de difusión que se observan como presencia de boro en la ZAC, presencia de aluminio y vanadio en el cordón, puntos de concentración de TiB_2 rodeados de TiB, y mayor cantidad de eutéctico. Adicionalmente, se presenta flujo de material entre cordones, evidenciado por una orientación de los compuestos de TiB.
- El efecto de la baja velocidad en el engrosamiento de las partículas de TiB, para los cordones es equivalente al efecto de la alta velocidad para los recubrimientos más el efecto de la acumulación de calor. Agujas gruesas de TiB, proporcionan mayor dureza al recubrimiento.
- Los análisis de difracción registran claramente la presencia de TiB_2 , para el porcentaje de 40 y 60% de TiB_2 , lo cual corresponde a los análisis de microestructura realizados. Sin embargo para el caso de 20% la presencia de sólo algunos picos en el difractograma no nos permitió llegar a algo concluyente, al analizar sólo basados en esta técnica.
- Mediante la técnica de EBSD se estableció el tamaño de grano pequeño como evidencias del proceso térmico de rápido enfriamiento del proceso láser y del posible efecto de refinamiento de grano propio de la adición de boro.
- El tipo de desorientaciones encontradas en la estructura cristalina muestran que existe esfuerzos internos en el material que se traducen en deformaciones por maclado y por esfuerzos de compresión.
- Las partículas no disueltas de TiB_2 y las agujas de TiB tienden a ser más abundantes en la parte superior del baño fundido. La fase beta, aunque en pequeña cantidad, se distribuye homogéneamente en la fase alfa.
- Mediante la técnica de EBSD no se ha encontrado una textura en la sección transversal del cordón.

7.2.4. Efecto de la adición de boro al titanio en el material de recubrimiento de los cordones.

- Con la adición de boro, el cordón formado tiende a distribuirse ampliamente sobre el material de sustrato, con un aumento de área, con la ampliación del ancho pero reducción de altura, ésto puede ser aplicado convenientemente para recubrimientos donde sea requerido una gran área recubierta pero con bajo volumen.
- En general se puede concluir que al ir aumentando el porcentaje de B se va perdiendo eficiencia en el proceso, las secciones transversales de los cordones van cambiando de tener a 20% aumento de áreas del cordón, a tener para el 40% disminuciones del área del cordón. Y siempre está presente un aumento en dilución.
- En los recubrimientos de polvos de Ti el efecto térmico del láser es capaz de endurecer el titanio al pasar de tener durezas de 140HV a 700HV. Al adicionar 20% de TiB_2 , la dureza tiene valores de hasta 1000HV, este incremento es el efecto directo de la adición de boro. Con mayor cantidad de TiB_2 la estructura no es homogénea y las altas concentraciones de boro en los núcleos de TiB_2 hacen que haya menos boro en el resto del cordón y las durezas sean más dispersas.

7.2.5. Efecto de los elementos de aleación en las características de los cordones.

- Al cambiar el sustrato de Ti al sustrato de Ti6Al4V con la adición de 20% de TiB_2 , la variación de la altura de los cordones con la irradiancia (P/VD) presenta una mayor dispersión. El efecto del cambio de la potencia es el factor más importante, seguido por la velocidad, siendo ésta más influyente que en el caso del Ti.
- El cambio geométrico más significativo lo constituye el porcentaje de dilución, que para el caso del Ti6Al4V es 10% mayor, aunque en este caso no ha representado una disminución de propiedades del material de recubrimiento, ya que los valores de dureza no se han reducido en comparación al Ti.

- El efecto combinado de la difusión de Al y V hacia el cordón y la menor difusión de B hacia la ZAC repercuten en una mayor dureza general del recubrimiento.

7.2.6. Efecto energético del laser sobre la zona afectada por el calor (ZAC) en el Ti.

- El aumento de la ZAC por efecto de la adición de polvos de Ti representa que el polvo de Ti transfiere parte de la energía del laser al sustrato.
- Al no aumentar la ZAC con la adición de los polvos de TiB_2 significa que el polvo de aleación no hace transferencia de energía al material de sustrato y en cambio la emplea en la creación del baño fundido. Lo cual explica las mayores diluciones obtenidas.

8. INVESTIGACIONES FUTURAS

Una gran limitante en el desarrollo del proyecto fue no poder optimizar el proceso láser para obtener una microestructura única, TiB_2 , agujas de TiB o eutéctico, y poder aislar sus características. Este hecho no nos permitió poder más que diseñar la metodología de pruebas de desgaste, ya que ante la presencia de compuestos de tan variada dureza en la matriz no es posible identificar los efectos de cada uno de ellos. Por ello se propone continuar en futuras investigaciones realizando el estudio de desgaste a los distintos recubrimientos con adición de TiB_2 .

Por otra parte es necesario continuar las investigaciones de la influencia de los parámetros del proceso para obtener recubrimientos con la microestructura controlada y homogénea que permita predecir las propiedades.

A partir de la morfología de compuestos obtenidos se ve la necesidad del empleo de técnicas de microscopía con una mayor resolución como microscopía SEM o TEM de alta resolución. Para poder identificar más claramente los compuestos de tipo eutéctico.

9. DIFUSION DE RESULTADOS DERIVADOS DE LA TESIS

- VI Taller Nacional de Procesado de Materiales con Laser AIDO (Instituto tecnológico de óptica, color e imagen)

Expectativas en el empleo de polvo de Ti reforzado con TiB_2 para recubrimientos mediante el proceso de recubrimiento por láser aplicado a la industria química

V. Amigó, I. Angarita, J. A. Ramos

Valencia, Mayo 2010

- III Congreso Nacional de Pulvimetalurgia

Obtención y caracterización de polvos de $Ti+TiB_2$ para recubrimientos de plaqueado por laser

I. Angarita, V. Amigó, J. J. Candel, J. A. Ramos

Valencia, Junio 2010

- XI Congreso Nacional de Materiales

Obtención y caracterización de recubrimientos de polvo de titanio reforzado con TiB_2 por el proceso de laser cladding

I. Angarita, V. Amigó, J. A. Ramos

Zaragoza, Junio 2010

- Congreso Mundial de Pulvimetalurgia (Poster)

Investigation on microstructural change in a laser cladding of TiB_2 -Ti powders

I. Angarita, V. Amigó, J. J. Candel, J. A. Ramos, D. Busquets

Florenca, Octubre 2010

- XII Congreso Nacional de Tratamientos Térmicos y de Superficie. Tratermat
Caracterización microestructural y mecánica de recubrimientos Ti + Ti B₂ mediante laser
I. Angarita, V. Amigó, J.J. Candel, D. Busquets J.A. Ramos
Pamplona, Octubre 2010
- Congreso Europeo de Pulvimetalurgia EURO PM2011, (Poster)
Influence of alloying in obtaining laser cladding Ti - TiB₂ coating
I. Angarita, J. J. Candel, J. A. SamPedro, D. Busquets, V Amigo
Barcelona, Octubre 2011

ANEXOS

A. Diagramas de granulometría de los polvos en el proceso de aleado mecánico

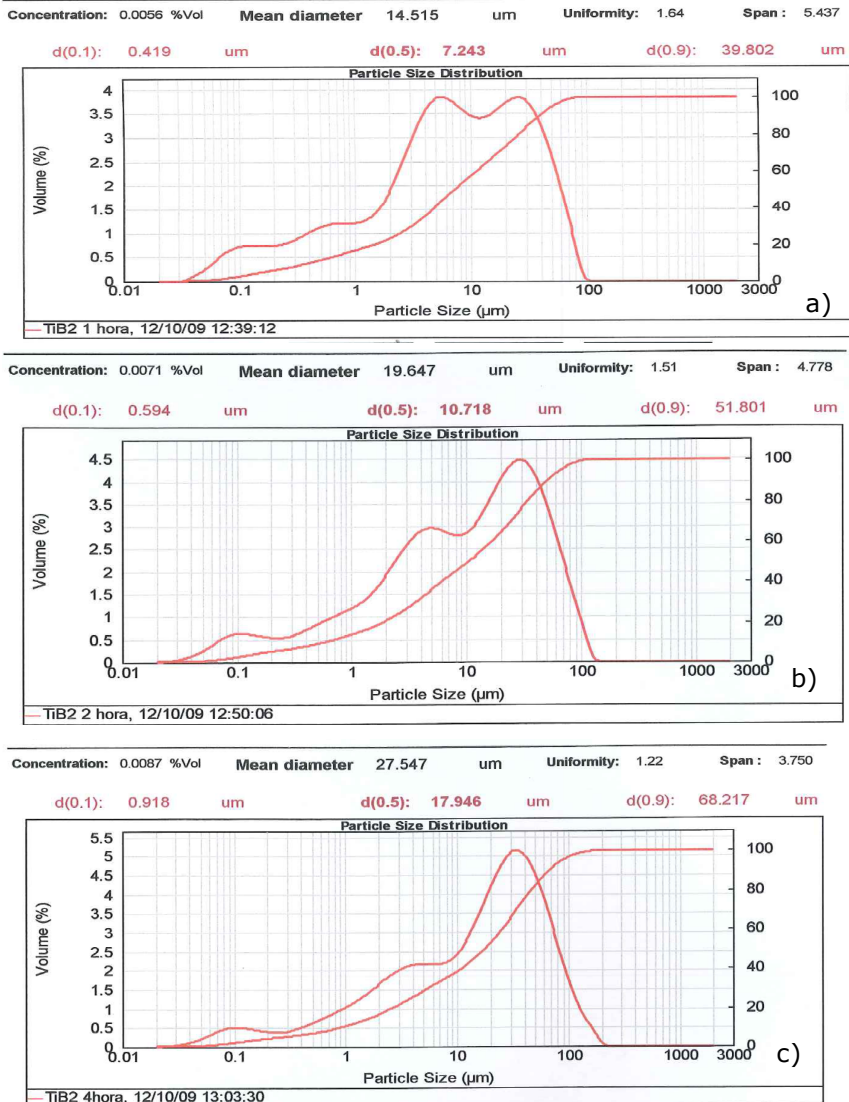


Figura A.1 Resultado de granulometría para la mezcla de de polvo de Ti + 40% de Ti B₂ a 175 rpm y a) 1 hora, b) 2 horas y c) 4 horas

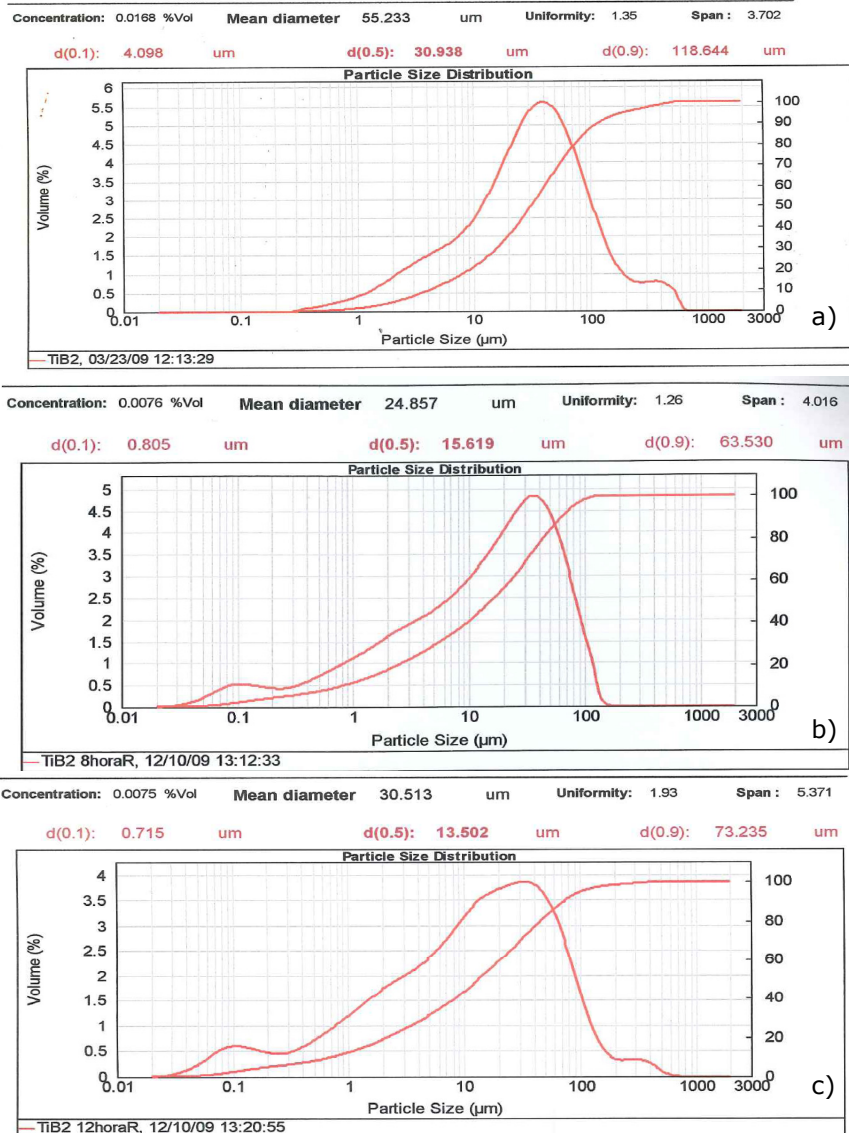
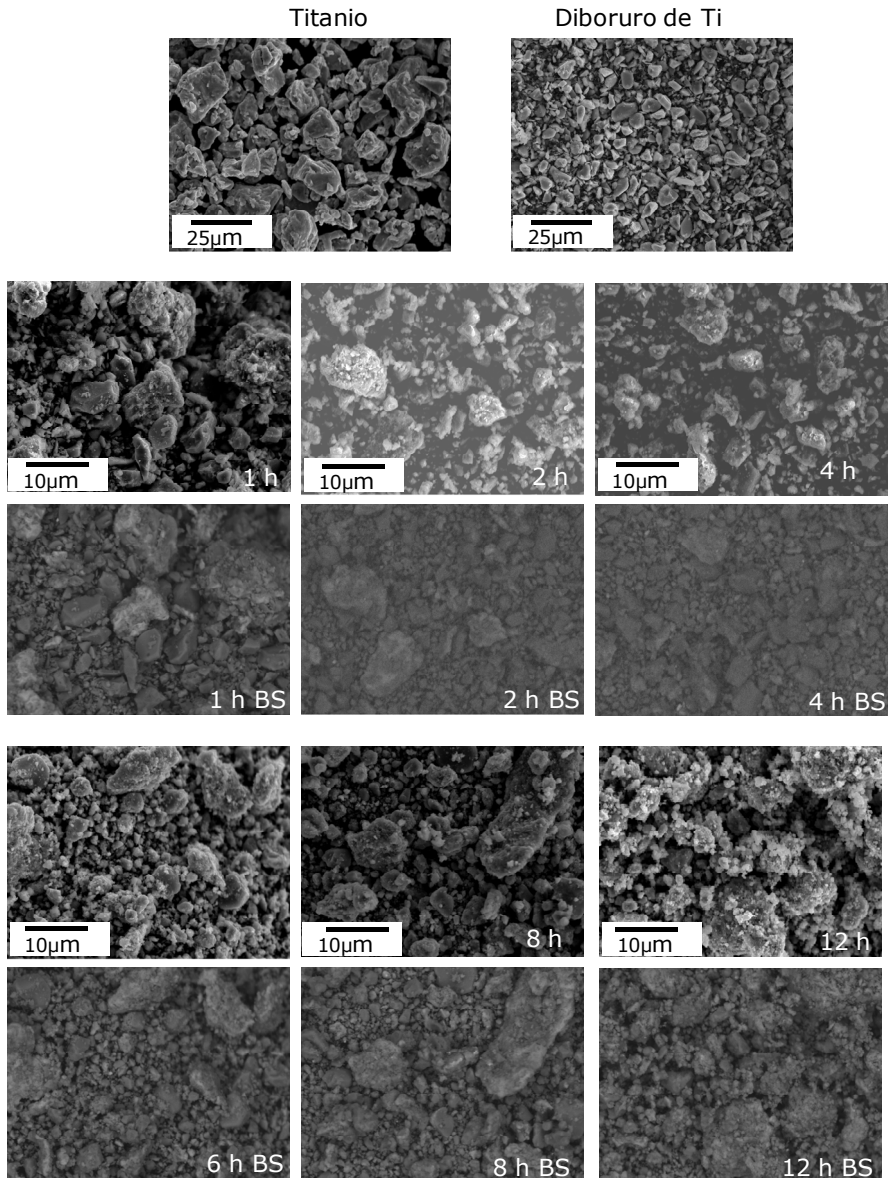


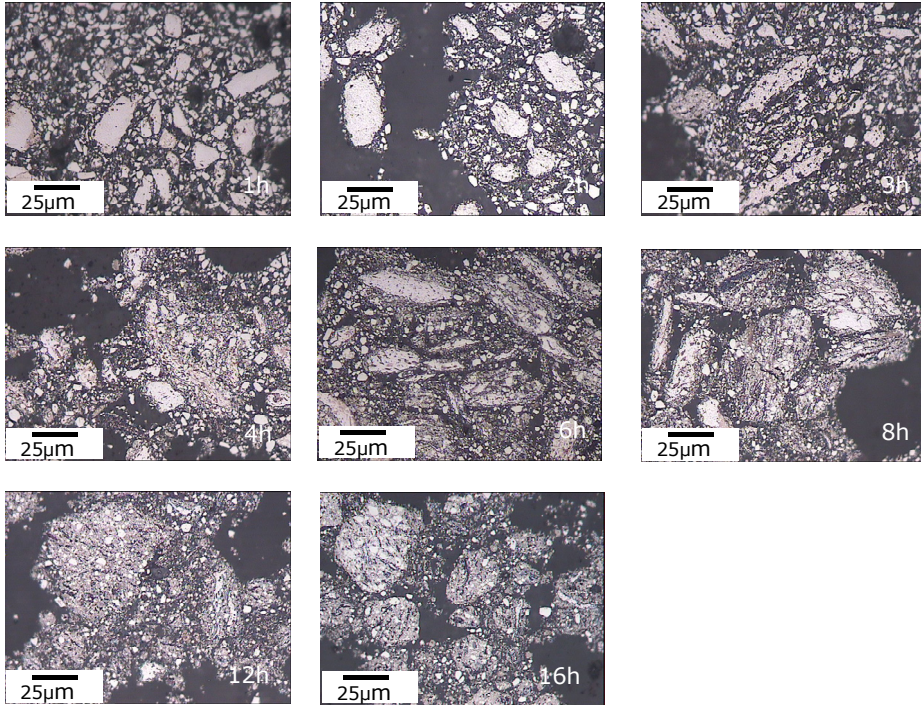
Figura A.2 Resultado de granulometría para la mezcla de polvo de Ti + 40% de Ti B₂ a 175 rpm y a) 6 horas, b) 8 horas y c) 12 horas

B. Imágenes de SEM de la morfología de los polvos en el proceso de aleado mecánico para 60% de TiB_2

B.1 Microscopio Electrónico



B.2 Microscopio Óptico



(atacadas con Kroll's)

C.Barridos de Microdureza

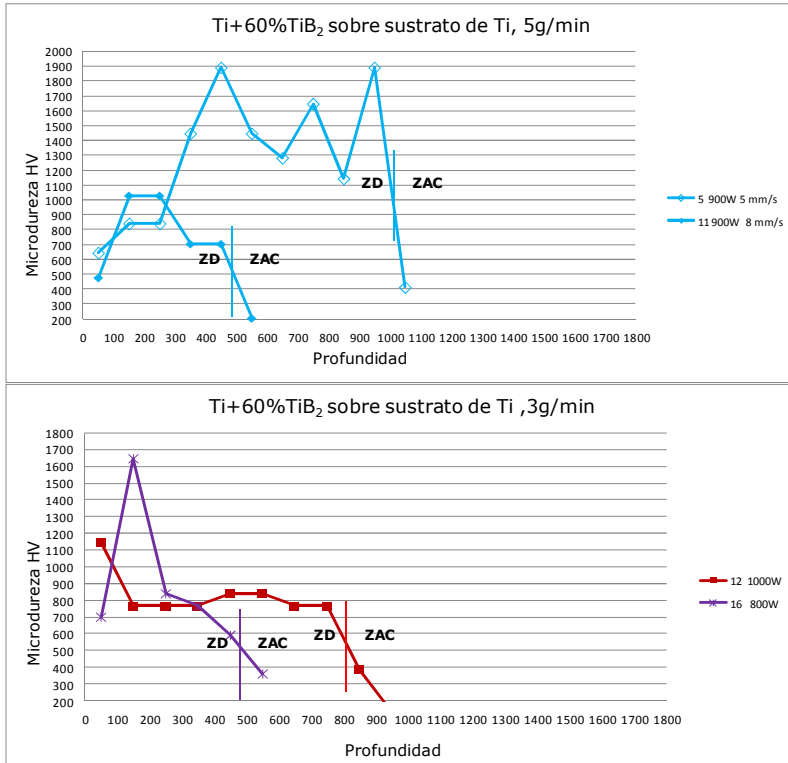


Figura C.1 Barridos de microdureza en los cordones de Ti + 60%TiB₂ Se ha marcado donde se encuentra la ZAC

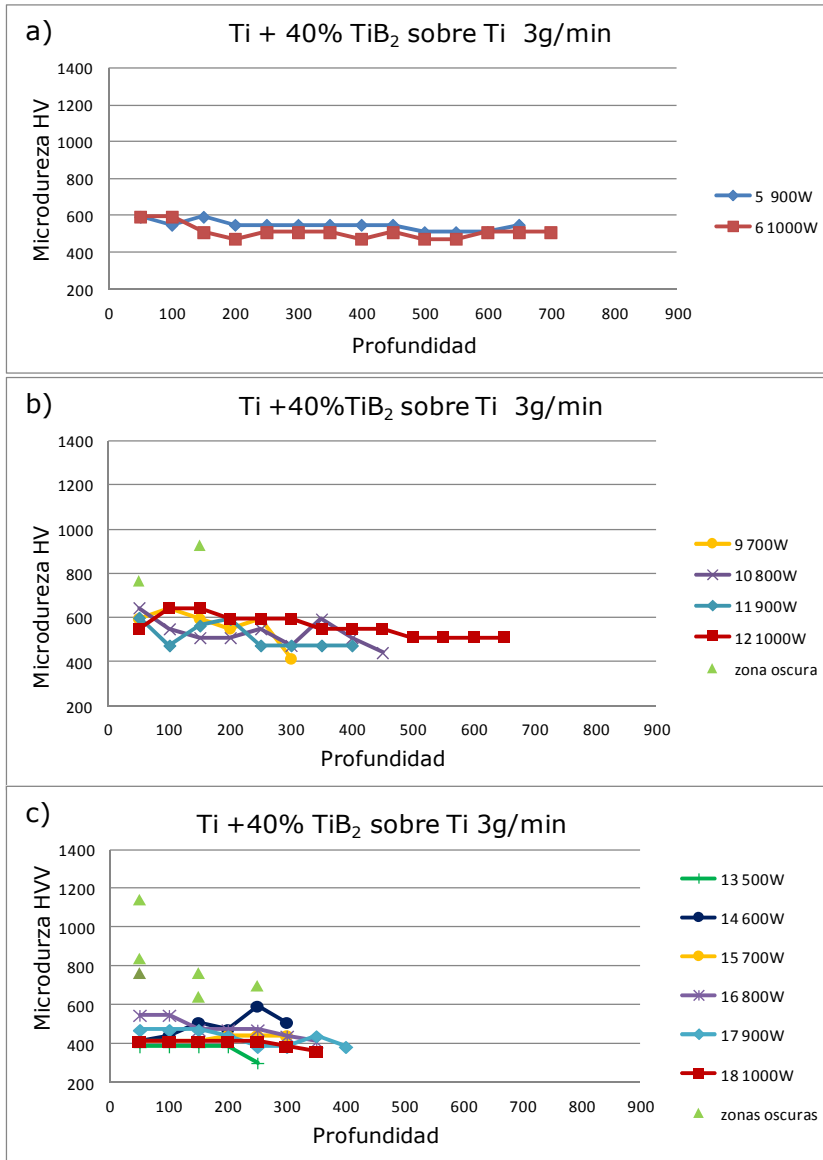


Figura C.2 Barridos de microdureza en los cordones validos de Ti + 40%TiB₂ y flujo de 3 g/min. Agrupadas por velocidad de barrido del láser. a) 5 mm/s, b) 8 mm/s y c) 12 mm/s

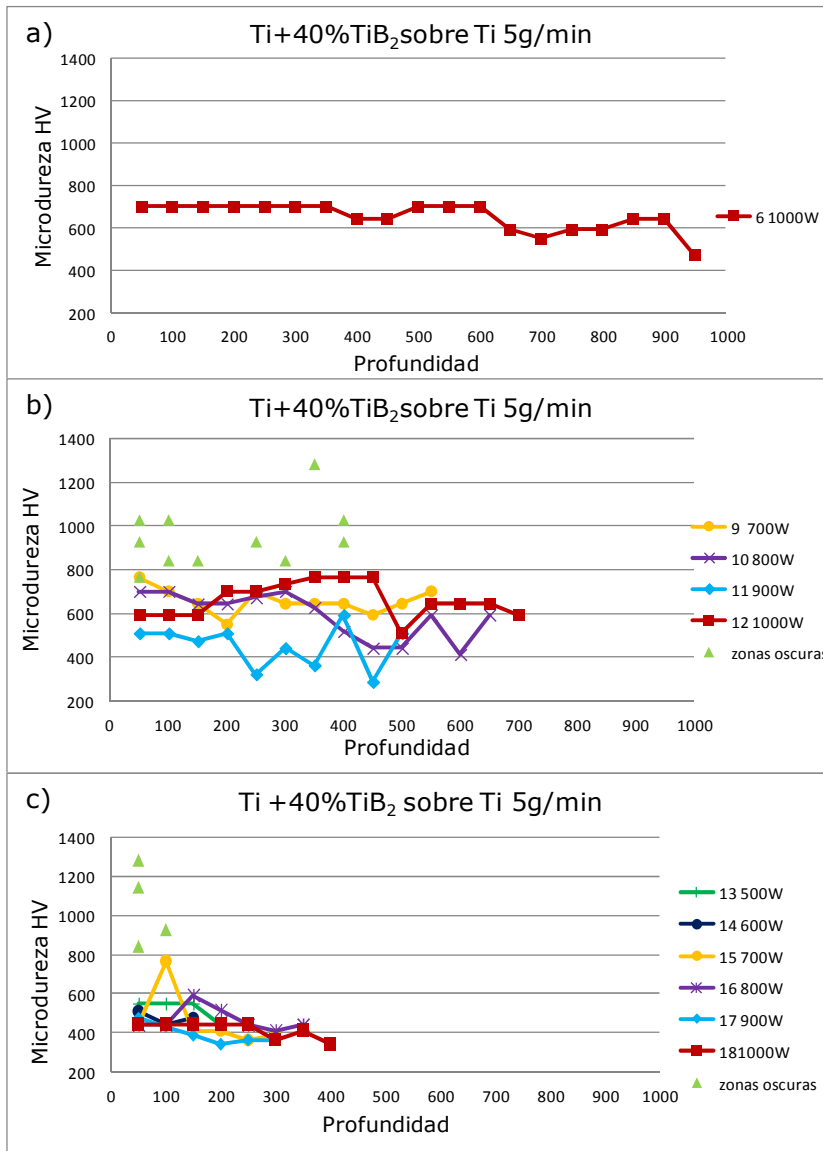


Figura C3 Barridos de microdureza en los cordones validos de Ti + 40%TiB₂ y flujo de 5 g/min. Agrupadas por velocidad de barrido del láser. a) 5 mm/s, b) 8 mm/s y c) 12 mm/s

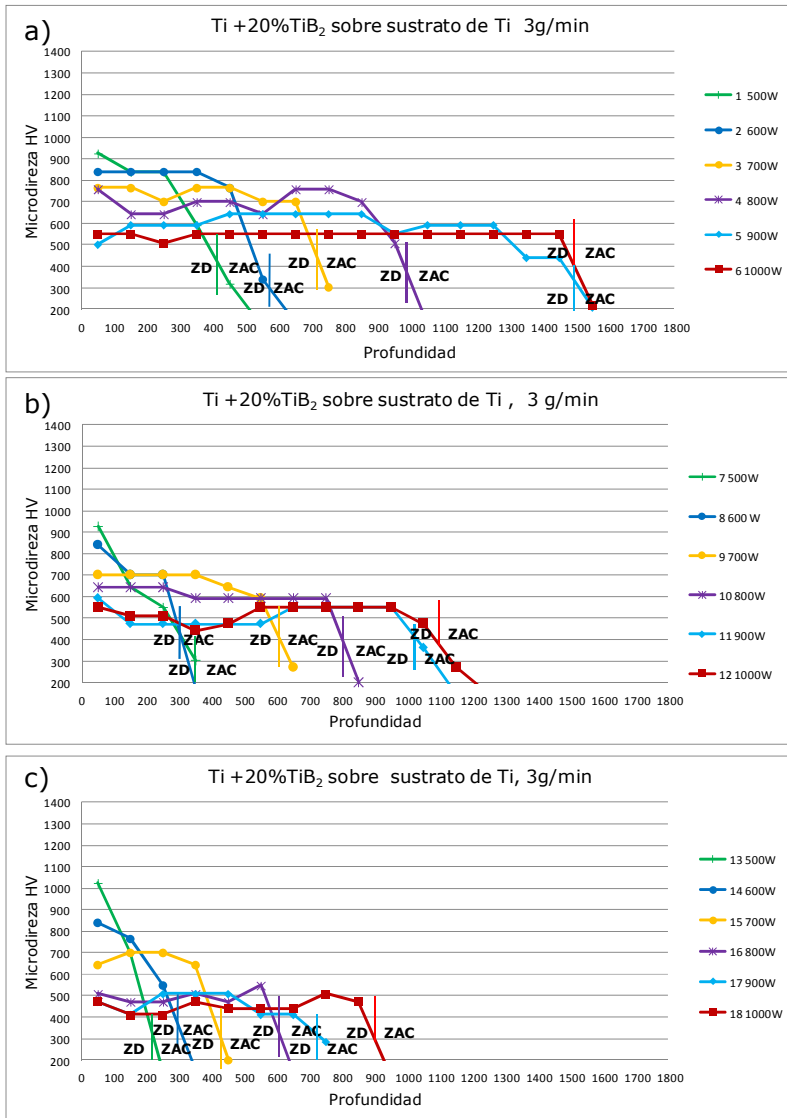


Figura C4 Barridos de microdureza en los cordones de Ti + 20%TiB₂ y flujo de 3 g/min. Agrupadas por velocidad de barrido del láser. a) 5 mm/s, b) 8 mm/s y c) 12 mm/s

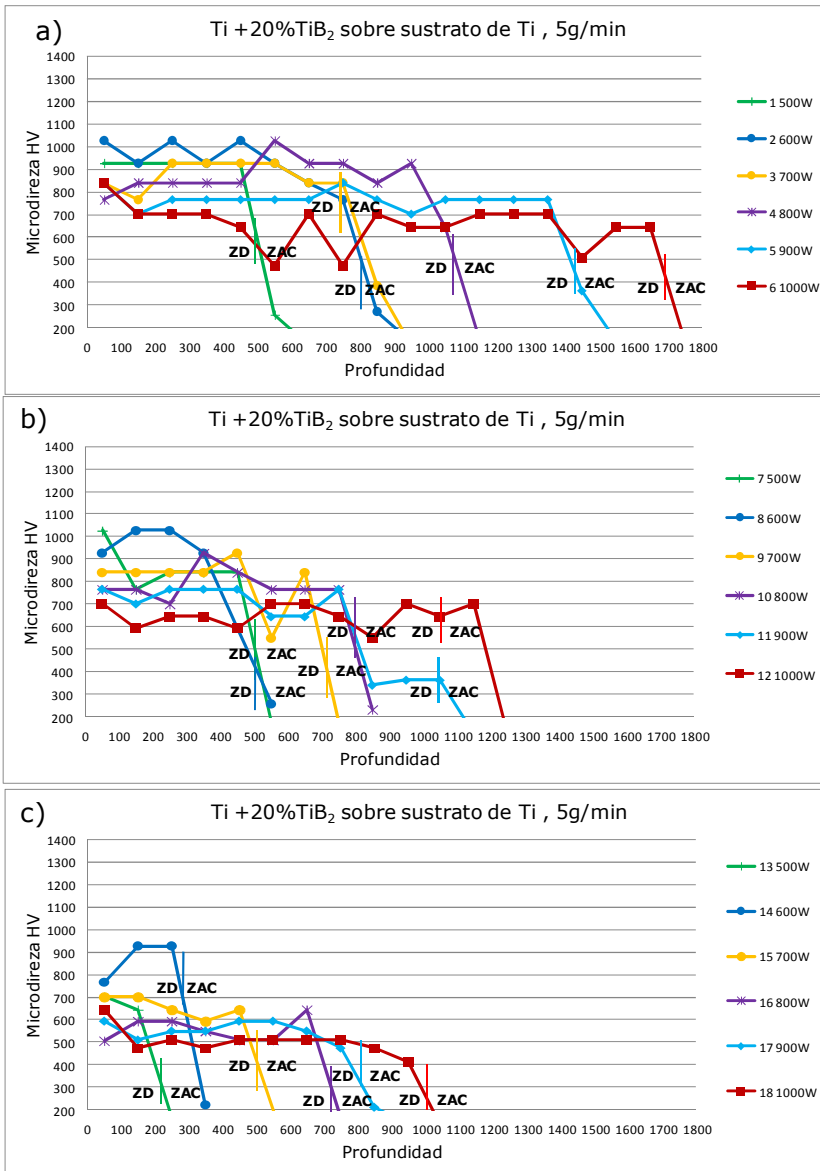


Figura C5 Barridos de microdureza en los cordones de Ti + 20%TiB₂ y flujo de 5 g/min. Agrupadas por velocidad de barrido del láser. a) 5 mm/s, b) 8 mm/s y c) 12 mm/s.

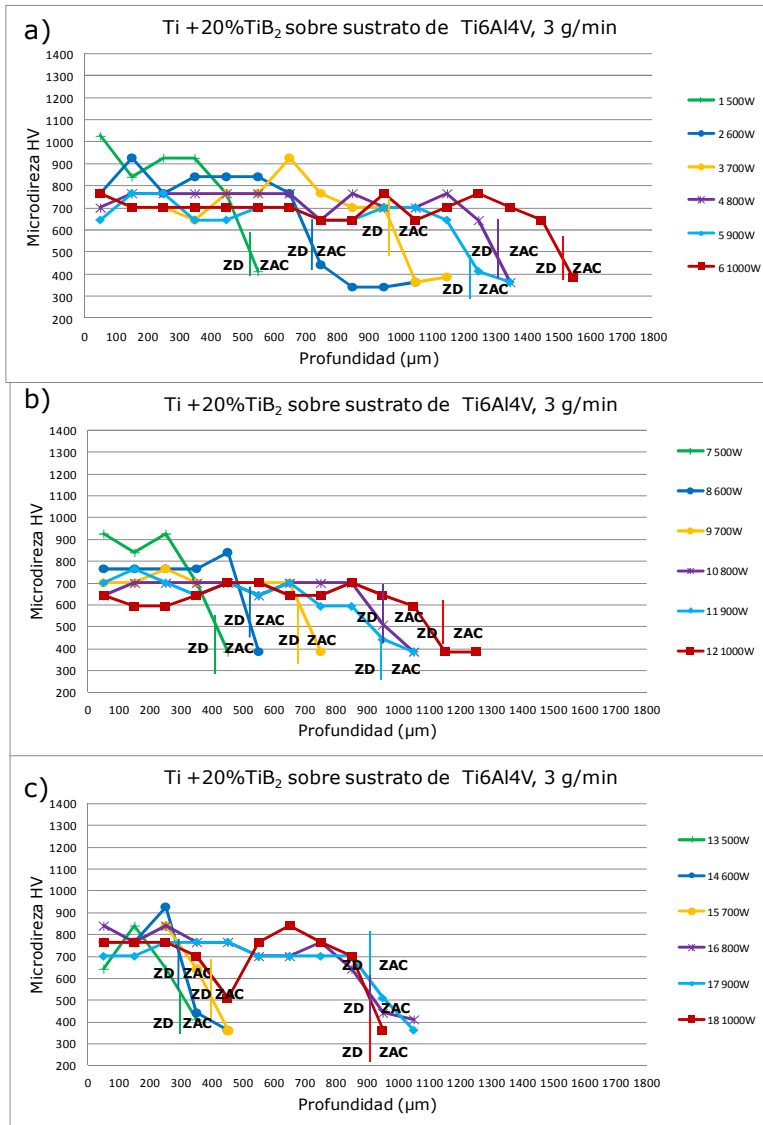


Figura C6 Barridos de microdureza en los cordones de Ti + 20%TiB₂ sobre sustrato de Ti6Al4V y flujo de 3 g/min. Agrupadas por velocidad de barrido del láser.

a) 5 mm/s, b) 8 mm/s y c) 12 mm/s.

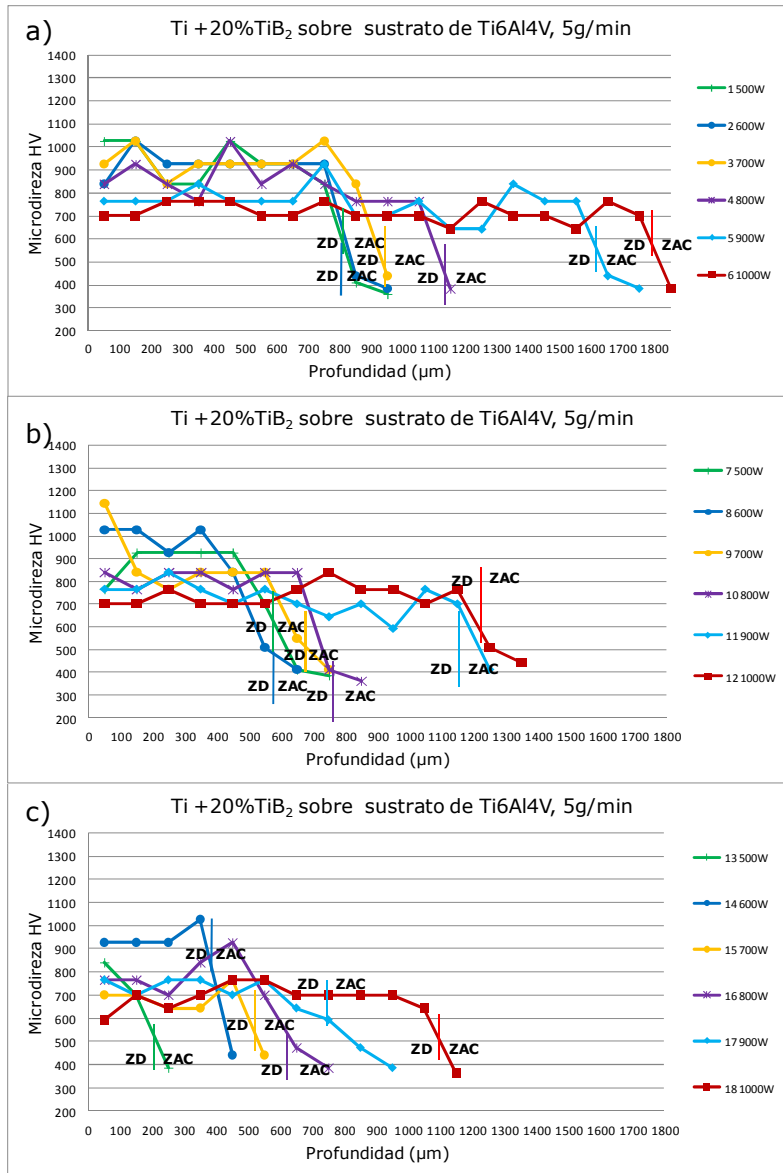
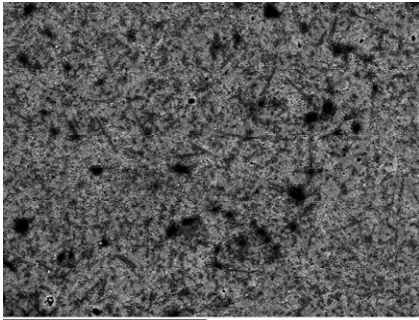


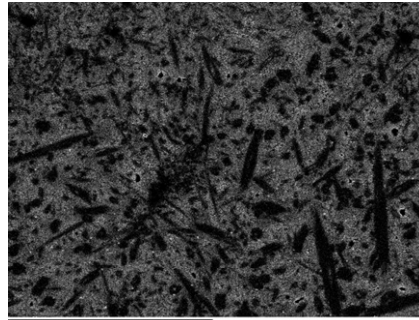
Figura C7 Barridos de microdureza en los cordones de Ti + 20%TiB₂ sobre Ti6Al4V y flujo de 5 g/min. Agrupadas por velocidad de barrido del láser. a) 5 mm/s, b) 8 mm/s y c) 12 mm/s.

D. Estudio de la distribución de las fases mediante análisis de imagen

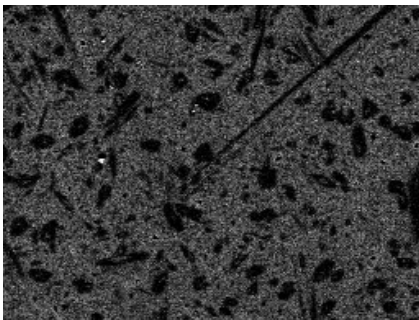
- **Flujo de material 3g/min, sustrato de Ti, 5 mm/s, 1000X.**



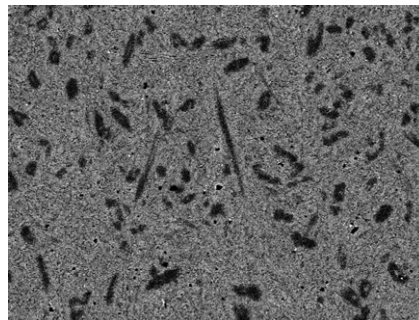
Cordón 1, 500 W



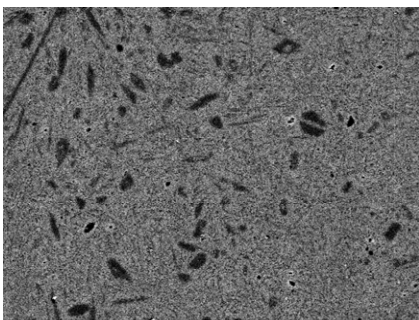
Cordón 2, 600 W



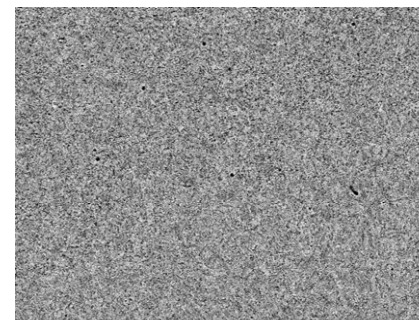
Cordón 3, 700 W



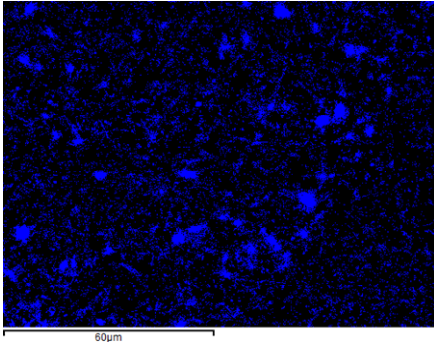
Cordón 4, 800 W



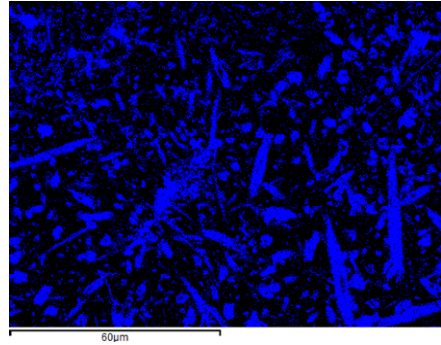
Cordón 5, 900 W



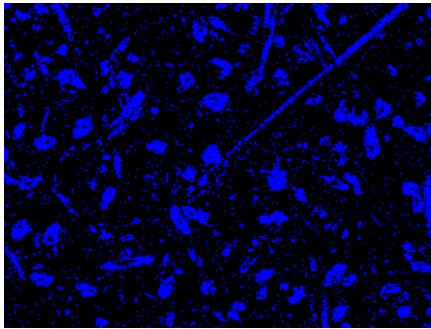
Cordón 6, 1000 W



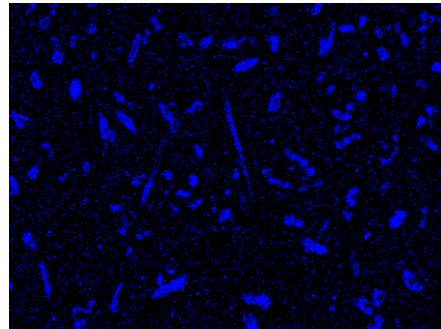
Cordón 1, 500 W



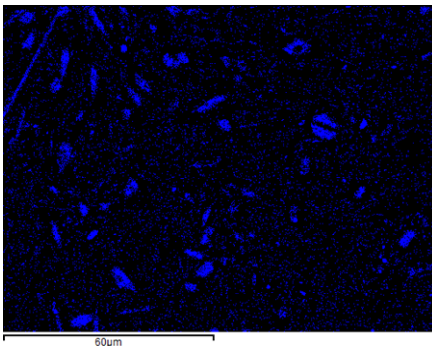
Cordón 2, 600 W



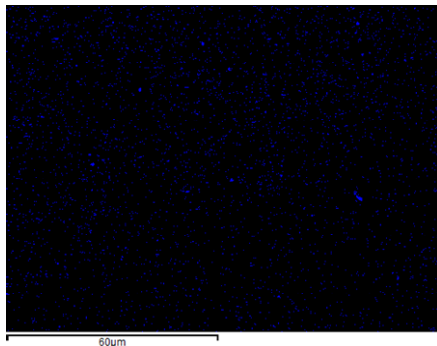
Cordón 3, 700 W



Cordón 4, 800 W

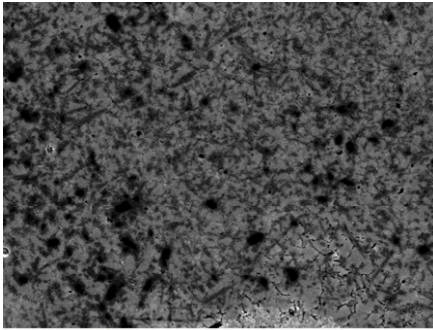


Cordón 5, 900 W

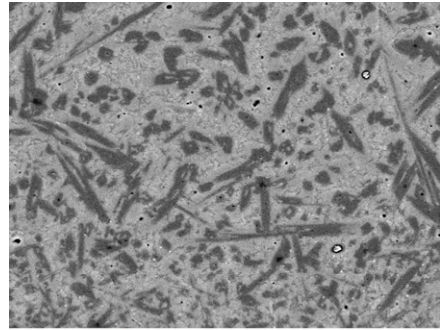


Cordón 6, 1000 W

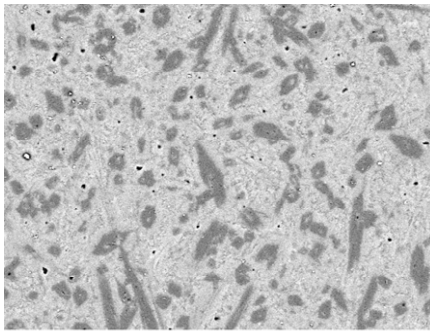
- **Flujo de material 3g/min, sustrato de Ti, 8 mm/s, 1000X.**



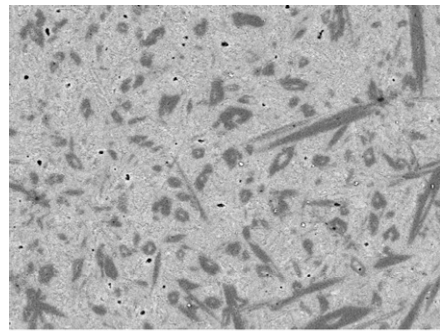
Cordón 7, 500 W



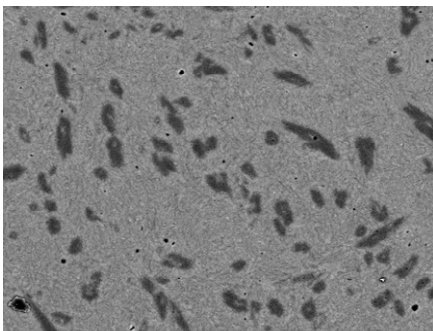
Cordón 8, 600 W



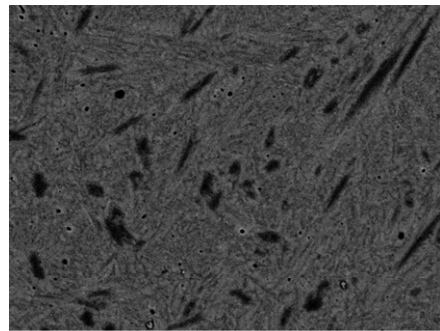
Cordón 9, 700 W



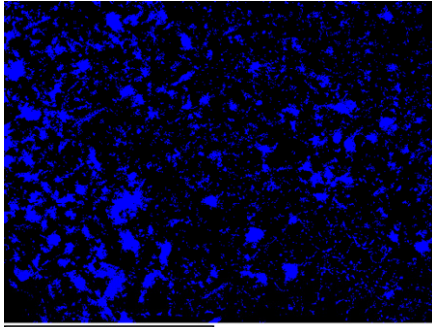
Cordón 10, 800 W



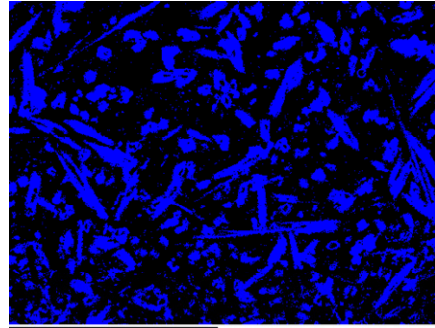
Cordón 11, 900 W



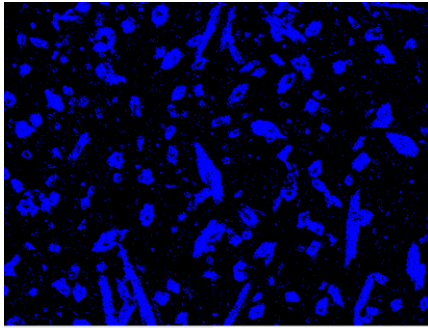
Cordón 12, 1000 W



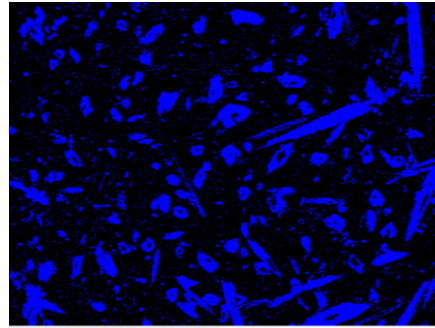
Cordón 7, 500 W



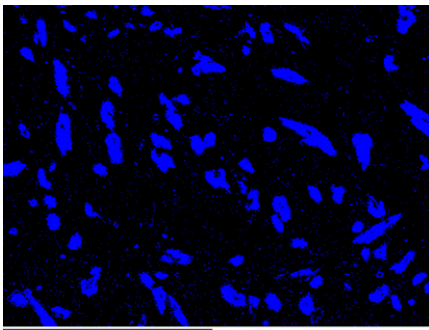
Cordón 8, 600 W



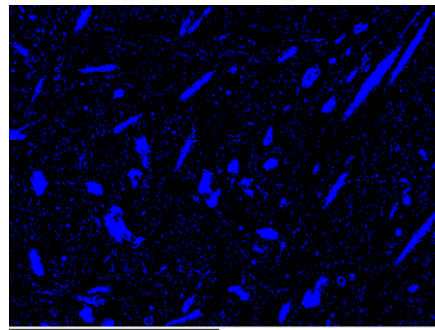
Cordón 9, 700 W



Cordón 10, 800 W

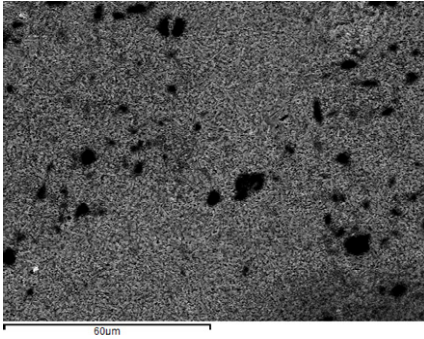


Cordón 11, 900 W

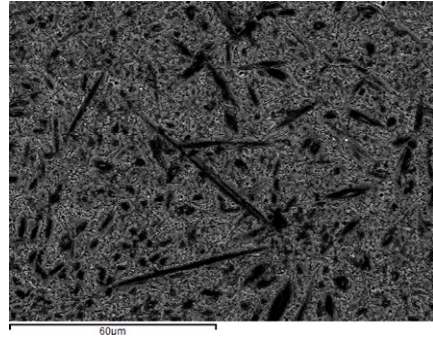


Cordón 12, 1000 W

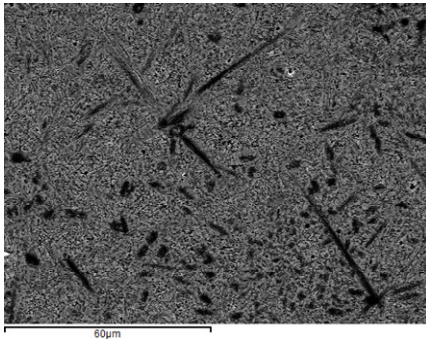
- **Flujo de material 3g/min, sustrato de Ti, 12 mm/s, 1000X.**



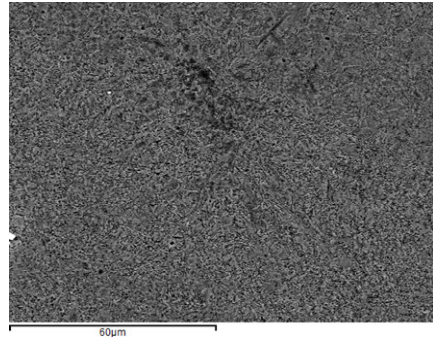
Cordón 13, 500 W



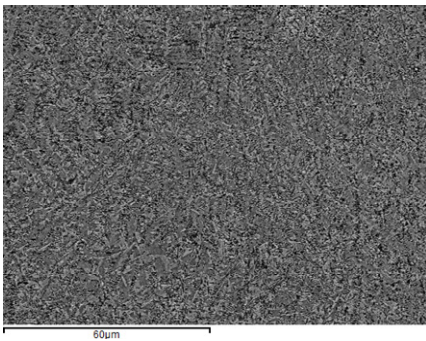
Cordón 14, 600 W



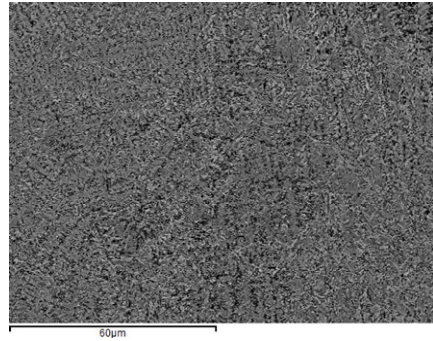
Cordón 15, 700 W



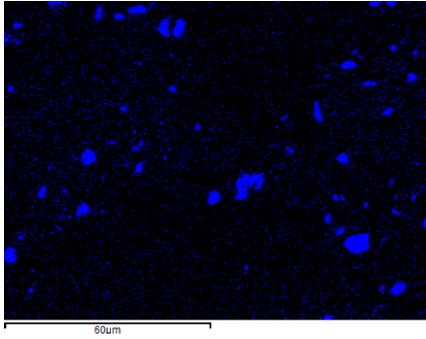
Cordón 16, 800 W



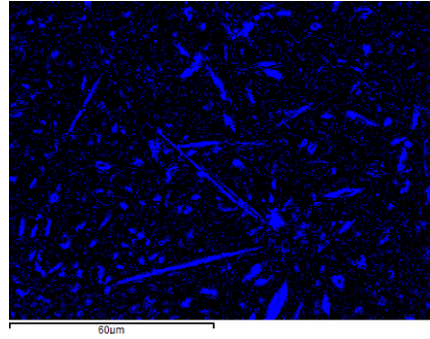
Cordón 17, 900 W



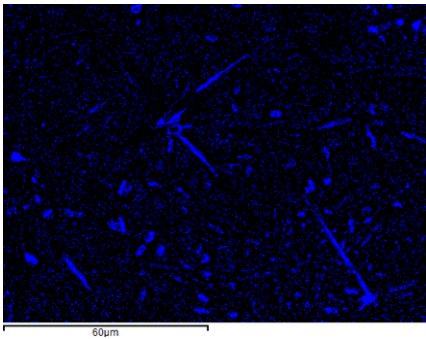
Cordón 18, 1000 W



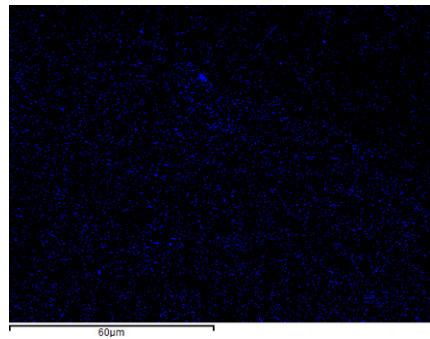
Cordón 13, 500 W



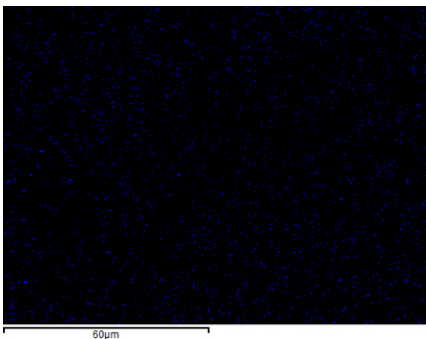
Cordón 14 600 W



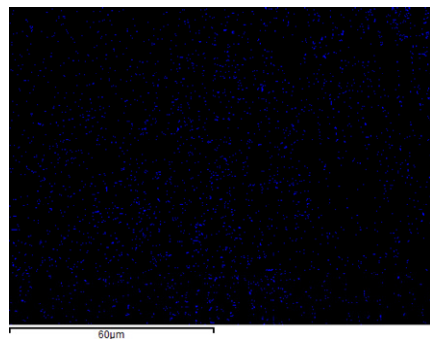
Cordón 15, 700 W



Cordón 16, 800 W

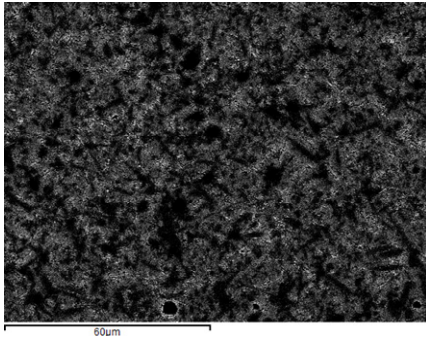


Cordón 17, 900 W

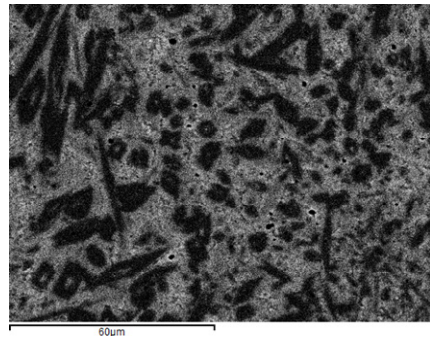


Cordón 18, 1000 W

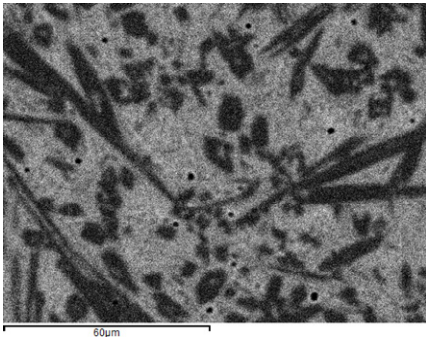
- **Flujo de material 5g/min, sustrato de Ti, 5 mm/s, 1000X.**



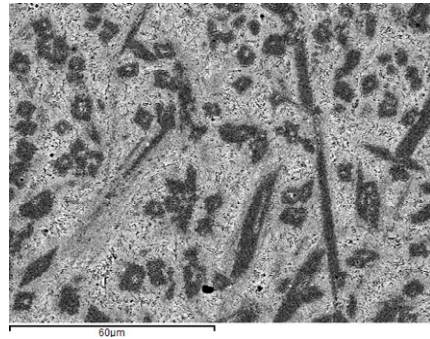
Cordón 1, 500 W



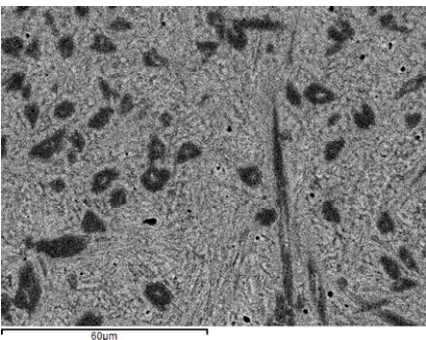
Cordón 2, 600 W



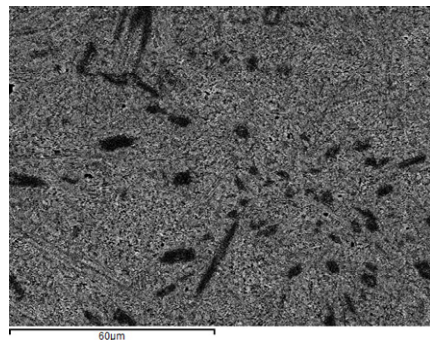
Cordón 3, 700 W



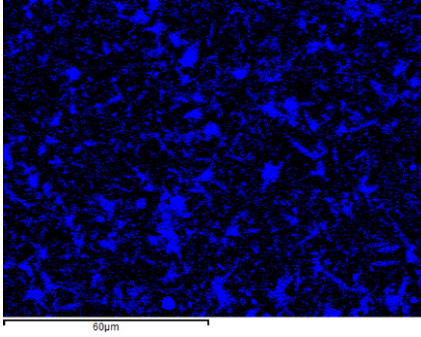
Cordón 4, 800 W



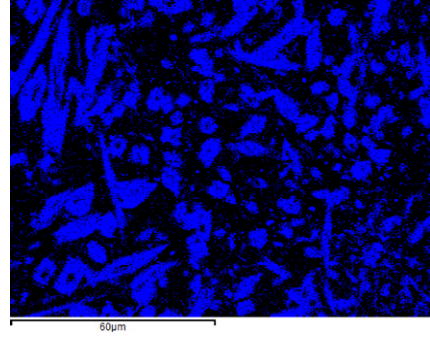
Cordón 5, 900 W



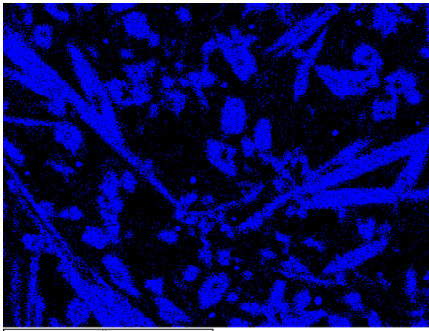
Cordón 6, 1000 W



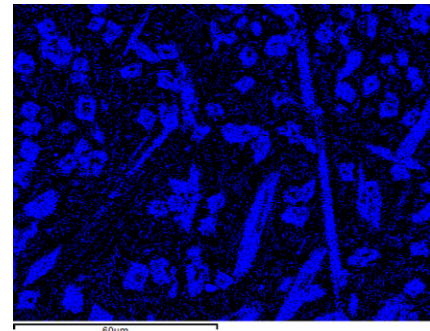
Cordón 1, 500 W



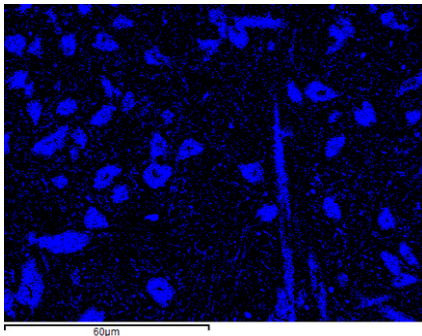
Cordón 2, 600 W



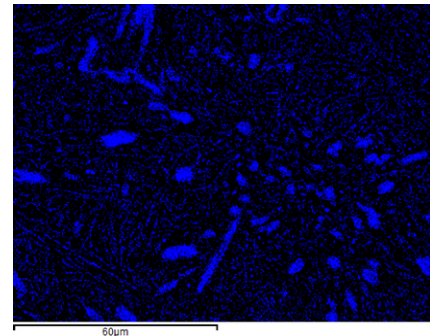
Cordón 3, 700 W



Cordón 4, 800 W

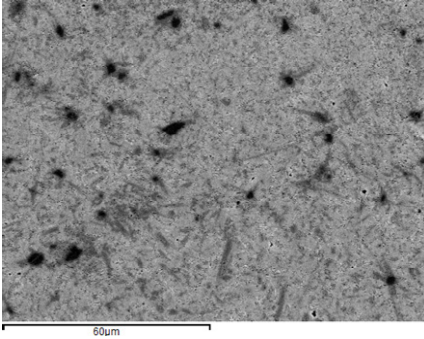


Cordón 5, 900 W

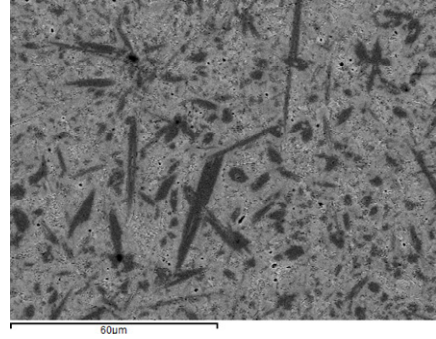


Cordón 6, 1000 W

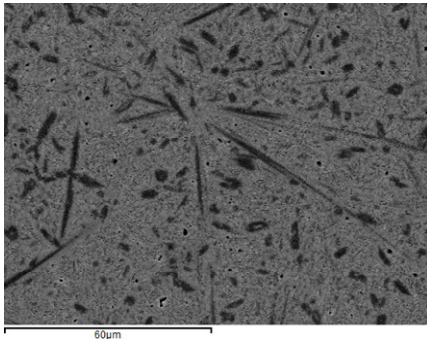
- **Flujo de material 5g/min, sustrato de Ti, 8 mm/s, 1000X.**



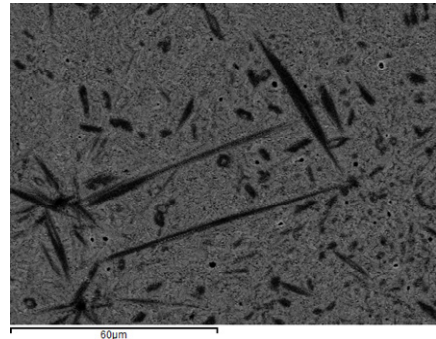
Cordón 7, 500 W



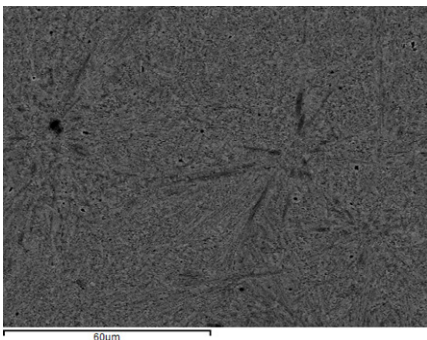
Cordón 8 600 W



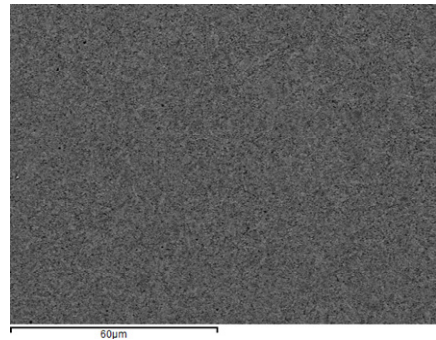
Cordón 9, 700 W



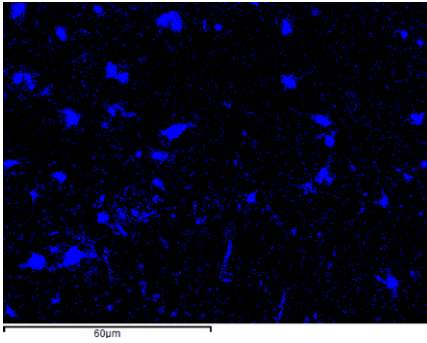
Cordón 10, 800 W



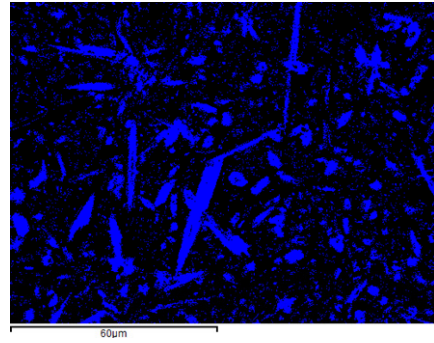
Cordón 11, 900 W



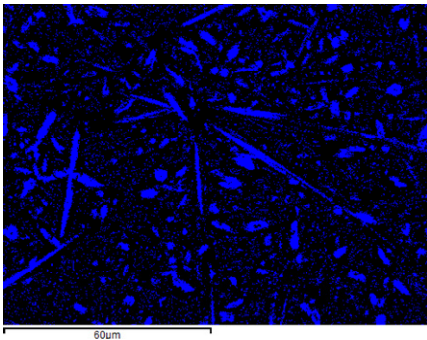
Cordón 12, 1000 W



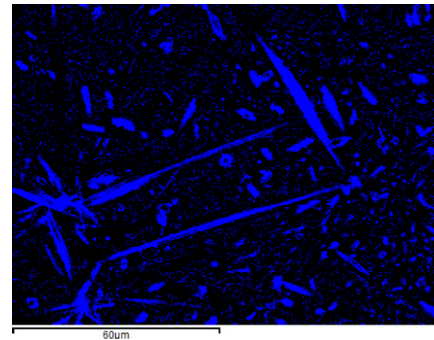
Cordón 7, 500 W



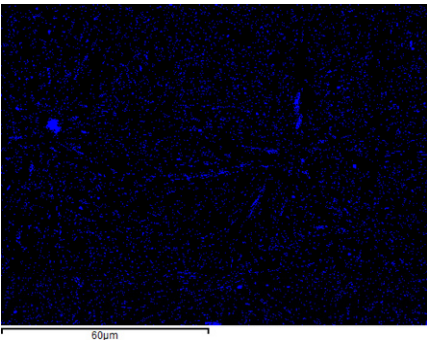
Cordón 8, 600 W



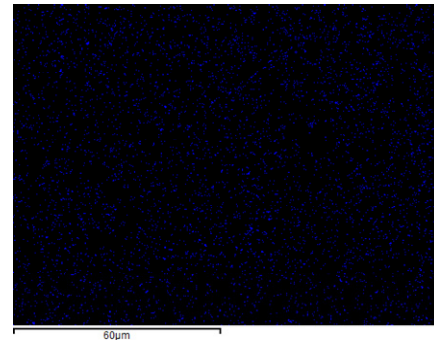
Cordón 9, 700 W



Cordón 10, 800 W

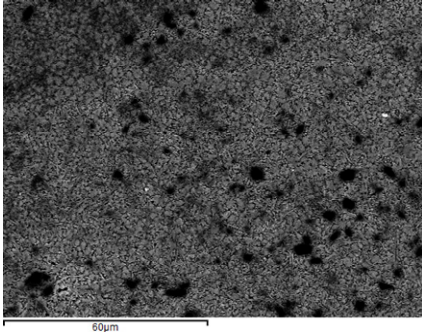


Cordón 11, 900 W

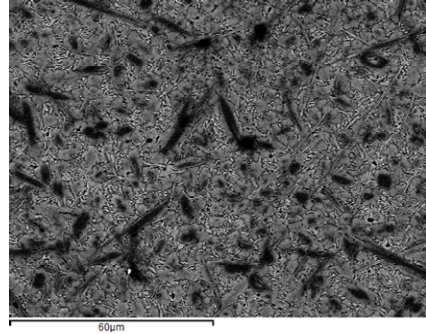


Cordón 12, 1000 W

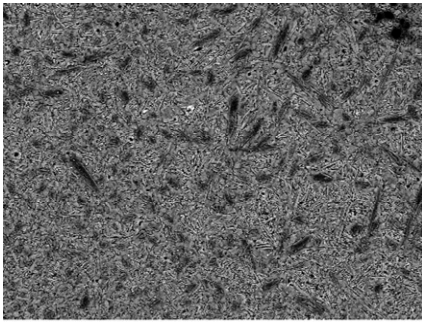
- **Flujo de material 5g/min, sustrato de Ti, 12 mm/s, 1000X.**



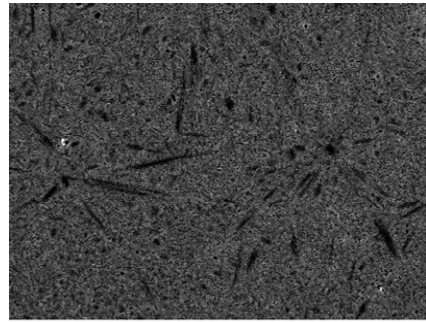
Cordón 13, 500 W



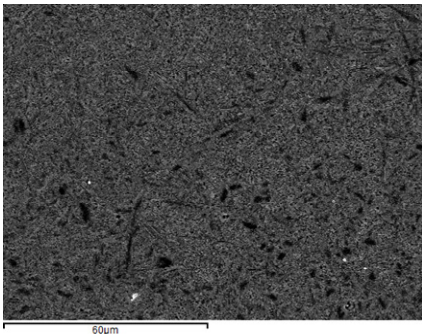
Cordón 14 600 W



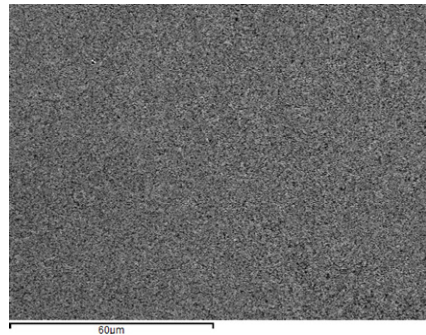
Cordón 15, 700 W



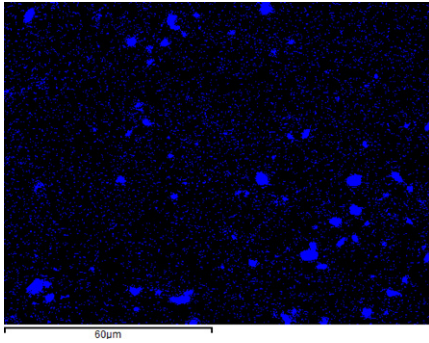
Cordón 16, 800 W



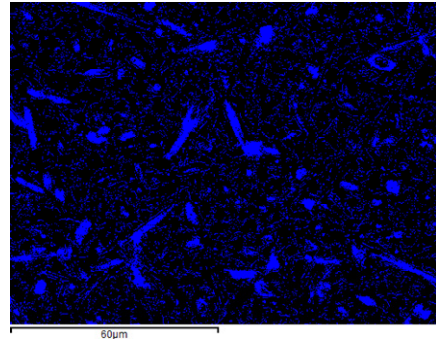
Cordón 17, 900 W



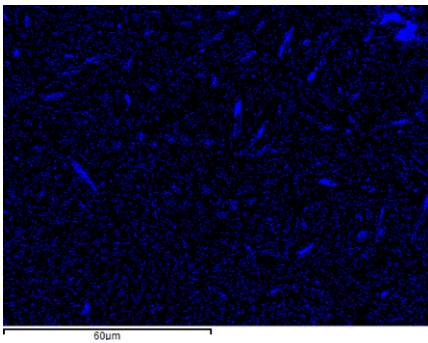
Cordón 18, 1000 W



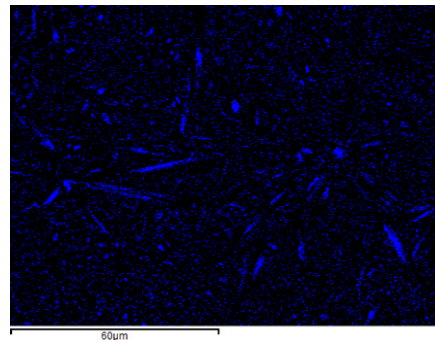
Cordón 13, 500 W



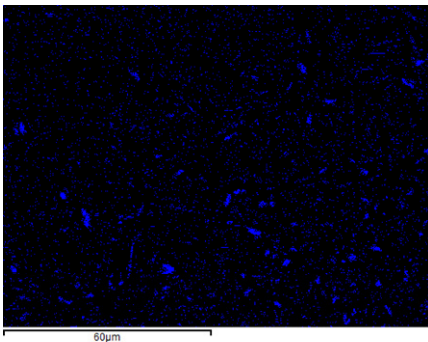
Cordón 14 600 W



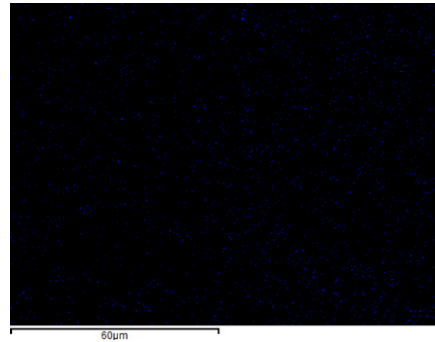
Cordón 15, 700 W



Cordón 16, 800 W



Cordón 17, 900 W



Cordón 18, 1000 W

E. Publicaciones derivadas de la Tesis

Actas de congresos

VI Taller Nacional de Procesado de Materiales con Laser

AIDO (Instituto tecnológico de óptica, color e imagen)

Valencia, Mayo 2010

Expectativas en el empleo de polvo de Ti reforzado con TiB₂ para recubrimientos mediante el proceso de recubrimiento por láser aplicado a la industria química

V. Amigó¹, I. Angarita¹, J. A. Ramos²

Resumen: El objetivo principal de este trabajo es hacer un análisis de las investigaciones realizadas hasta el momento en el estudio del empleo de polvo de Ti reforzado con diferentes porcentajes de TiB₂ utilizado para realizar recubrimientos mediante el empleo de láser y poder identificar las perspectivas a corto y largo plazo del empleo de este material de tipo cerámico sobre sustratos de titanio y sus aleaciones; este análisis será contrastado con las investigaciones propias realizadas con el proceso específico de recubrimiento por láser.

El trabajo realizado consiste principalmente en poder mostrar la evolución en el análisis microestructural, mediante técnicas de microscopía óptica, SEM y difracción de rayos x - análisis que abarca entre otros la identificación de fases y compuestos generados, la determinación de la reactividad de los elementos presentes, la medición de los cambios en composición en la sección transversal del cordón y las zonas próximas, etc. -; poder comparar y discutir dentro de lo pertinente nuestras investigaciones con los resultados alcanzados por diferentes autores en la medición de propiedades de dureza, resistencia, rigidez, desgaste o corrosión para las diferentes combinaciones de los recubrimientos y los sustratos; y finalmente destacar los

aportes realizados en aspectos más específicos como fluencia, fatiga, etc.

III Congreso Nacional de Pulvimetalurgia

Valencia junio 2010

Obtención y caracterización de polvos de Ti+TiB₂ para recubrimientos de plaqueado por laser

I. Angarita¹, V. Amigó¹, J. J. Candel¹, J. A. Ramos²

Resumen: La elevada resistencia mecánica, frente a la corrosión y a elevadas temperaturas hace que las aleaciones de titanio se empleen en la industria aeronáutica, marina y petroquímica. Sin embargo, su resistencia frente al desgaste es baja. El adicionar partículas cerámicas de refuerzo en este caso de diboruro de titanio al titanio permite obtener recubrimientos con propiedades de dureza y resistencia al desgaste mejoradas, las cuales son factores a tener en cuenta para las aplicaciones del titanio donde haya piezas sometidas a esfuerzos de fricción.

Una variable muy importante en el proceso laser es el material de partida, en este caso polvos obtenidos por aleación mecánica. Luego de obtener un polvo de características adecuadas en cuanto al tamaño, la forma y la distribución de sus componentes, para garantizar su homogeneidad de distribución y por tanto de propiedades, se realizaron cordones individuales y luego recubrimientos mediante el proceso de plaqueado por láser.

Los polvos se transforman mediante un proceso térmico de fusión y enfriamiento rápido, por lo tanto, se determinó la influencia de las características del polvo, en la distribución de las fases, tamaño de grano o porosidad. La microestructura se caracterizó mediante microscopía óptica, microscopía electrónica y pruebas de nanoindentación,

Congreso Mundial de Pulvimetalurgia

Florencia: octubre 2010

Investigation on microstructural change in a laser cladding of Tib-Ti powders

I. Angarita¹, V. Amigó¹, J. J. Candel¹, J. A. Ramos², D. Busquets¹

Abstract: Titanium has good mechanical strength and corrosion resistance, but lacks of appropriate behaviour under wear conditions. One solution this problem is applying a coating to improve wear resistance without reducing the properties of the bulk material. So the main objective of this work is to develop a Ti coating reinforced with hard ceramic particles in order to improve wear behaviour. Base materials for coating consisted of Ti powder and different concentrations of TiB₂. The powders were mechanically mixed prior to applying to the substrate by laser cladding technique. The influence of some laser cladding parameters as power input, speed and powder feeding with other geometrical characteristics on the coating and substrate microstructure and properties are analysed. Nanoidentation testing, microstructural observation and analysis by optical and scanning electron microscopy and X-ray diffraction, together with dry sliding wear characterisation are carried out.

XI Congreso Nacional de Materiales

Zaragoza : junio 2010

Obtención y caracterización de recubrimientos de polvo de titanio reforzado con TiB₂ por el proceso de laser cladding

I. Angarita¹, v. Amigó¹, j. A. Ramos²

Resumen: El titanio es un material que aunque tiene buena resistencia mecánica y resistencia a la corrosión, en el caso de ser

sometido a exigencias de resistencia al desgaste no se comporta de manera satisfactoria.

El objetivo de este trabajo ha sido crear un recubrimiento empleando un material cerámico que mejore la respuesta del titanio ante la fricción.

El trabajo realizado consiste en la obtención mediante aleación mecánica de polvos de Ti + diferentes porcentajes de TiB₂ que son depositados y fundidos sobre sustrato de Titanio puro comercial mediante la técnica de recubrimiento por láser. En el presente trabajo se analiza la influencia de los parámetros del proceso de recubrimiento por láser, como potencia del laser, velocidad de desplazamiento del laser y caudal de los polvos, sobre la geometría de los cordones. Para el análisis microestructural se realizan ensayos de nanoindentación, difracción de rayos X, análisis metalográfico mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (SEM).

XII Congreso Nacional de Tratamientos Térmicos y de Superficie . Tratermat

Pamplona: octubre 2010

Caracterización microestructural y mecánica de recubrimientos Ti + Ti B₂ mediante laser

I. Angarita¹, v. Amigó¹, j. J. Candel¹, d busquets¹ j. A. Ramos²

El proceso de recubrimiento por láser modifica la zona de la superficie de un material base adicionando polvos de otros materiales y produciendo cambios metalúrgicos como resultado de las variaciones en composición, temperatura y tiempos de transformación.

El adicionar partículas cerámicas de refuerzo en este caso de diboruro de titanio al titanio permite obtener recubrimientos con propiedades de dureza y resistencia al desgaste mejoradas, las

cuales son factores a tener en cuenta para las aplicaciones del titanio donde haya piezas sometidas a esfuerzos de fricción.

El objetivo de este trabajo fue la investigación de la influencia de los cambios de parámetros de procesos de recubrimiento por láser, específicamente la energía y la velocidad, sobre las propiedades mecánicas de los recubrimientos cerámicos de mezcla de polvos de Ti y de diboruro de titanio sobre Ti, buscando la adecuada combinación de parámetros de proceso y características del polvo, para mejorar las propiedades del Ti asociadas a una mejor resistencia al desgaste.

El recubrimiento por láser afecta de manera importante al metal base por lo que provoca transformaciones martensíticas en la ZAC que modifican las propiedades finales del producto. Sin embargo, estudios de nanoindentación indican una elevada dureza en el recubrimiento de acuerdo al contenido final de diboruro de titanio además de un incremento en la resistencia al desgaste.

Congreso Europeo de Pulvimetalurgia EURO PM2011

Barcelona: octubre 2011

INFLUENCE OF ALLOYING IN OBTAINING LASER CLADDING Ti - TiB₂ COATING

I. Angarita^{1,2}, J. J. Candel¹, J. A. SamPedro³, D. Busquets¹, V Amigo¹

¹Instituto de Tecnología de Materiales. UPV. Camino de vera s/n. 46022 Valencia. ²Universidad Nacional de Colombia, Ciudad Universitaria, Bogotá, Colombia ³AIDO, Parque Tecnológico de Valencia, C/ Nicolás Copérnico 7-13, Paterna, 46890, España.

Abstract.

The fabrication of Ti composite coatings reinforced with TiB₂ particles by means of laser cladding produces in most cases the melting and formation of reaction phases. Although the formation of these new phases depend on many factors (processing

parameters, powders used, etc), the composition of the substrate plays also an important role. Therefore, the present research focuses primarily on the influence of alloying elements of Ti-6Al-4V, namely Al and V, in the morphology, phases distribution and mechanical properties of Ti - TiB₂ composite cladding. By using a set of controlled laser parameters, a gradient analysis of the composition of different elements has been carried out from the surface region of the coating to the dilution zone in the substrate, whereas the effects of alloying on the final mechanical properties in different areas of the coating have been evaluated by microhardness and nanoindentation testing. Microstructural features have been correlated to the local mechanical properties.

Keywords: laser cladding, MMC, TiB₂, Titanium, gradient composition

