

## CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DE RECUBRIMIENTOS NiCoCrAlYTa OBTENIDOS POR LÁSER COAXIAL Y POR REFUSIÓN LÁSER SOBRE AISI 316L

Juan Pereira<sup>1,2\*</sup>, Juan Candel<sup>1</sup>, José Amado<sup>3</sup>, Vicente Amigó<sup>1</sup>

1: Instituto de Tecnología de Materiales, Universidad Politécnica de Valencia, España.

2: Centro de Investigaciones en Mecánica, Universidad de Carabobo, Venezuela.

3: Departamento de Ingeniería Industrial II, Universidade da Coruña, Campus Ferrol, España.

\*Contacto: jpereira@uc.edu.ve

### RESUMEN

En este estudio se ha evaluado la microestructura de recubrimientos NiCoCrAlYTa depositados mediante la técnica de *laser cladding* coaxial, y en recubrimientos obtenidos por proyección térmica de alta velocidad (HVOF) y refundidos por láser, ambos sobre láminas de acero inoxidable AISI 316L. Se ha analizado la microestructura, variación de microdureza y composición química, mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (MEB) y microanálisis por espectroscopía de energía dispersiva (EDS). Los recubrimientos obtenidos no presentan macro defectos importantes y existe una buena unión metalúrgica con el sustrato; no obstante, existe una estructura dendrítica columnar no homogénea que depende del procesado láser. Los análisis evidencian la disolución y mezcla de elementos químicos relevantes con el Ni-Cr que generan una variación gradual entre sustrato y recubrimiento que influye en el endurecimiento observado en la intercara del recubrimiento. Se logra la densificación de los recubrimientos HVOF eliminando la porosidad inicial y mejorando su acabado superficial, diferencias en la disolución de elementos químicos han sido encontradas para las dos técnicas utilizadas, debido al espesor del recubrimiento obtenido y los parámetros láser utilizados.

**Palabras Clave:** *NiCoCrAlYTa, Proyección láser, Refusión láser, HVOF, Recubrimiento*

### ABSTRACT

In this study the microstructure of NiCoCrAlYTa coatings deposited by coaxial laser cladding technique, and laser remelted coatings obtained previously by high velocity oxy fuel thermal spraying (HVOF), both on sheets of stainless steel AISI 316L, were evaluated. Optical microscopy, scanning electron microscopy, and energy dispersive spectroscopy microanalysis have been used to analyze the chemical composition, microstructure, and microhardness. A coatings without cracks or macro pores and a good metallurgical bond with the substrate through the dilution zone was obtained; yet there is no a homogeneous columnar dendrite structure that depends of laser processing parameters. The analysis evidenced the dilution and mixing of relevant chemical elements such as Fe, Co, Al and Ta with Ni-Cr, generating a gradual variation between substrate and coating which influence the hardening observed at the interface of the coating. The densification is achieved by removing HVOF coating initial porosity and improving the surface finish, differences in the chemicals components dissolution have been found for the two techniques employed, influence by the thickness coating and by the laser parameters.

**Keywords:** *NiCoCrAlYTa, Laser cladding, Laser glazing, HVOF, Coating*

## **1 INTRODUCCIÓN**

Los componentes aeronáuticos se protegen con capas barrera de aleaciones MCrAlY (donde M=Ni, Co, Fe o combinaciones entre ellas). Las superaleaciones base níquel del tipo NiCoCrAlY son ampliamente usadas como recubrimiento de piezas y como capa de unión entre sustrato y recubrimientos cerámicos, principalmente en componentes mecánicos dentro de los modernos motores de turbina de gas [1]. La aleación NiCoCrAlYTa está constituida por grandes cantidades de Cr y Co con pequeñas adiciones de Ta, que proporcionan el endurecimiento por solución sólida, provocando la resistencia a termofluencia típica de estas aleaciones [2]. El *laser cladding* (LC) es una técnica de manufactura flexible que permite depositar cordones y también recubrimientos densos, capa a capa sobre superficies complicadas [3], con la finalidad de realizar reparaciones en componentes de alto coste, así como también incrementar la vida en servicio de componentes sometidos a desgaste o a altas temperaturas. En el proceso de deposición por láser coaxial, el polvo metálico se inyecta en una piscina de masa fundida por un haz láser de alta intensidad. Por otra parte, el proceso HVOF permite obtener recubrimientos densos con adecuado espesor, en un proceso rápido, por lo que su utilización se ha incrementado en los últimos años, sin embargo, se generan porosidades debido a falta de fusión de partículas, y una microestructura no homogénea, que disminuye su resistencia a la oxidación a alta temperatura [4].

La refusión láser permite mejorar el comportamiento de los recubrimientos obtenidos por HVOF, ya que controlando el proceso de refusión, se logra la disminución significativa de las porosidades y una microestructura de solidificación dendrítica columnar adecuada [5,6]. La microestructura y microdureza obtenida en recubrimientos láser de aleaciones NiCoCrAlY sobre sustratos de Ti-6Al-4V y sobre superaleaciones de base níquel han sido estudiados [7,8], encontrándose una microestructura con matriz austenítica  $\gamma$ -Ni y dendritas celulares de otra fase, la cual depende de la composición química del polvo empleado. Para lograr un adecuado recubrimiento mediante láser se deben controlar diversos parámetros en el proceso, tales como: potencia, velocidad de avance, caudal de polvo y gas de protección. Estas variables influyen en la geometría y calidad del recubrimiento, la adherencia con el sustrato y la dilución de los elementos presentes, por esto, la finalidad de este estudio es analizar la influencia del procesado sobre la microestructura de recubrimientos obtenidos por láser coaxial y por refusión láser.

## **2 PARTE EXPERIMENTAL**

### **2.1 Materiales y equipos usados en los recubrimientos**

Se ha empleado como sustrato un acero inoxidable austenítico del tipo AISI 316L laminado en frío de 3 mm de espesor. El polvo NiCoCrAlYTa empleado es un material prealeado, suministrado por Sulzer Metco (Amdry 997), que se compone principalmente de Ni con 23% de Co, 20% Cr, 8,5% Al, 4,5% Ta y 0,6% Y. Con tamaño de partícula de  $-38 \mu\text{m}$ . Los recubrimientos se han obtenido con una fuente láser de estado sólido Nd:YAG en modo continuo con una potencia máxima de 2,2 kW y una longitud de onda de 1064 nm. La distancia al plano de trabajo se fijó en 10 mm y el diámetro del haz sobre la pieza es de 3 mm (láser coaxial) y de 3,5 mm (refusión láser). El movimiento X-Y-Z se consigue mediante un robot con 6 grados de libertad. Para depositar el polvo, se cuenta con un cabezal coaxial dotado con boquilla anular. Como gas de protección y aporte se ha empleado helio (20 l/min). Para la pre-deposición de

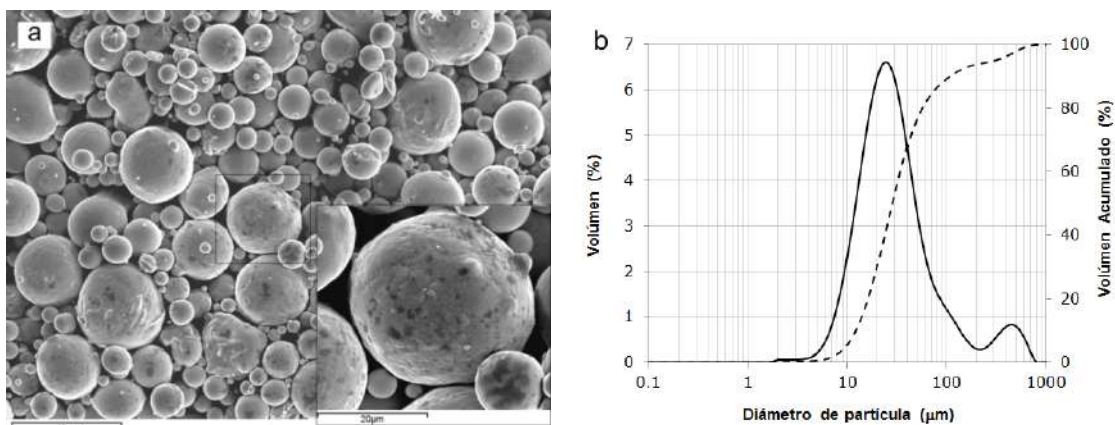
recubrimientos por HVOF se ha empleado una pistola Sulzer Diamond Jet, como combustible se ha usado gas propano ( $C_3H_8$ ), velocidad del gas de 2000 m/s y velocidad del polvo de 500 m/s.

## 2.2 Caracterización del polvo y microestructura de los recubrimientos

Se ha determinado la variación en el tamaño de partícula con un difractor láser Malvern Mastersizer 2000, empleando el método de intensidad de luz difractada por el haz láser con las partículas suspendidas en agua destilada. Para la caracterización microestructural se ha empleado un microscopio óptico Nikon LV100 y un microscopio electrónico de barrido Jeol JSM6300. Las muestras fueron atacadas con Glyceregia por 30s para su observación. Se ha realizado microanálisis por espectroscopía de energía dispersiva (EDS) utilizando un detector de rayos X Oxford Instruments instalado en el MEB, realizando barridos en una sección rectangular con área de  $12,5 \times 25 \mu m^2$ , en la sección transversal del recubrimiento y separadas entre sí 100  $\mu m$ .

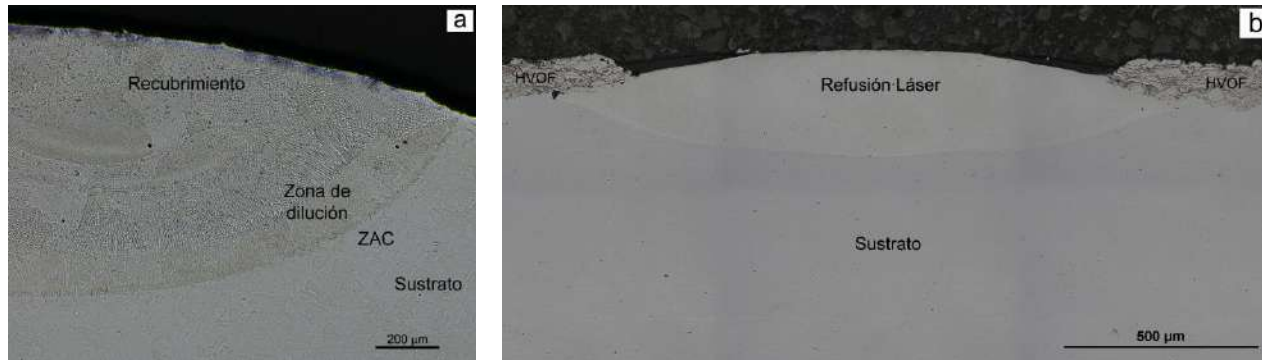
## 3 RESULTADOS

El polvo NiCoCrAlYTa utilizado posee una morfología esferoidal (Figura 1a), típica del proceso de atomización con gas, lo que permite su aplicación como material de recubrimiento con la técnica láser con cabezal coaxial, su granulometría también es adecuada para éste proceso así como también para la proyección a alta velocidad. El 10% en volumen de las partículas analizadas con un diámetro menor a 12,169  $\mu m$ , 50% en volumen de las partículas presentan un tamaño menor a 28,385  $\mu m$  y el 90% en volumen de las partículas analizadas tienen un tamaño menor 107,948  $\mu m$ . La distribución del diámetro de partícula presenta un comportamiento de tipo logarítmico normal con forma bimodal para los tamaños de partículas gruesos (Figura 1b).



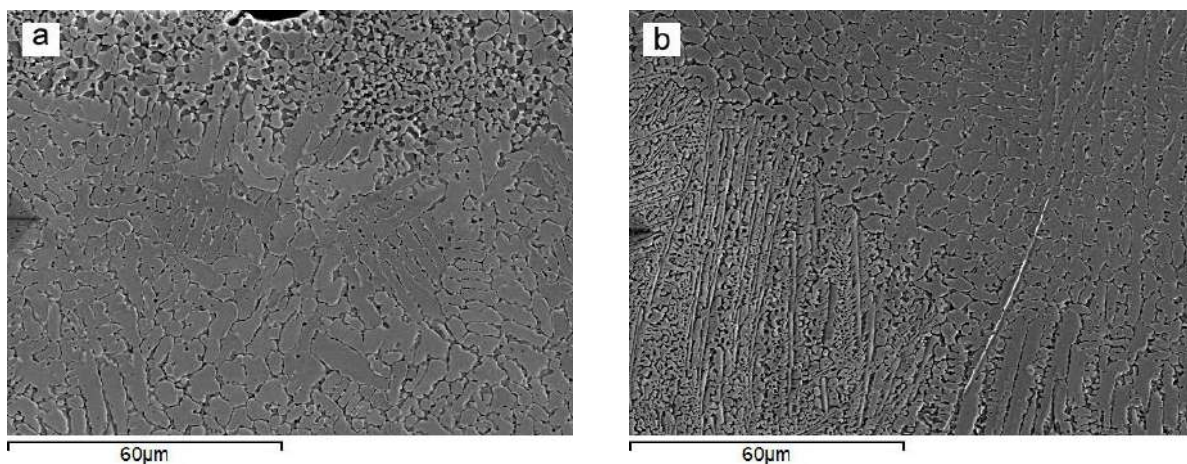
**Figura 1.** Caracterización del polvo NiCoCrAlYTa a) detalle de la morfología del polvo en MEB b) distribución de tamaño de partículas medida con el difractor láser.

El estudio de los parámetros de procesado láser coaxial empleado ha sido publicado en trabajo previo [9], por lo que a continuación se analizará la microestructura obtenida con una ventana de parámetros reducida. Los recubrimientos proyectados por láser como en los obtenidos por refusión de recubrimientos HVOF se pueden visualizar en la Figura 2, donde se tiene una zona afectada por el calor (ZAC), una zona de dilución, y la zona de crecimiento dendrítica columnar no homogénea dentro del recubrimiento.



**Figura 2.** Micrografía óptica de recubrimientos **a)** proyectado por láser y **b)** refusión láser.

En la Figura 3 se observan las microestructuras obtenidas en el recubrimiento láser, las cuales han sido observadas por otros autores también [8,10]. En la superficie se forma una microestructura dendrítica celular de dos fases (Figura 3a) una fase oscura y una fase clara, que corresponden a  $\beta$ -NiAl y  $\gamma$ -Ni respectivamente, en la zona interna del recubrimiento se obtienen microestructuras dendríticas columnares  $\gamma/\beta$  con direcciones de crecimiento diferentes (Figura 3b) y espacios interdendríticos de diferente grosor, siendo menor el espaciado en recubrimientos proyectados a mayor velocidad. La zona de dilución muestra una microestructura de crecimiento dendrítico incipiente debido a la dilución y mezcla de elementos.

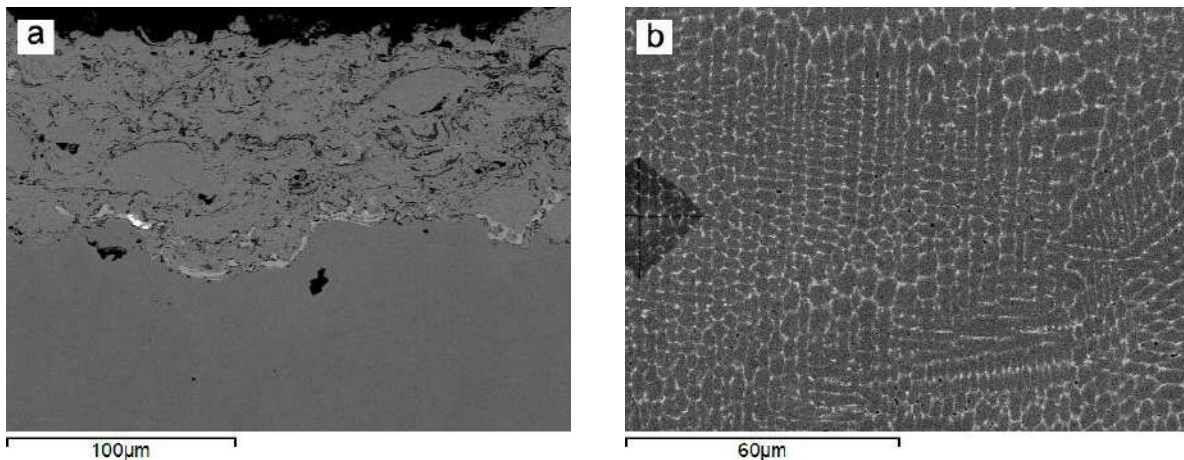


**Figura 3.** Microestructuras del recubrimiento láser coaxial, procesado a 600 mm/min, 50 mg/s y 1,0 kW **a)** Superficie de recubrimiento, **b)** centro del recubrimiento (450 μm del borde).

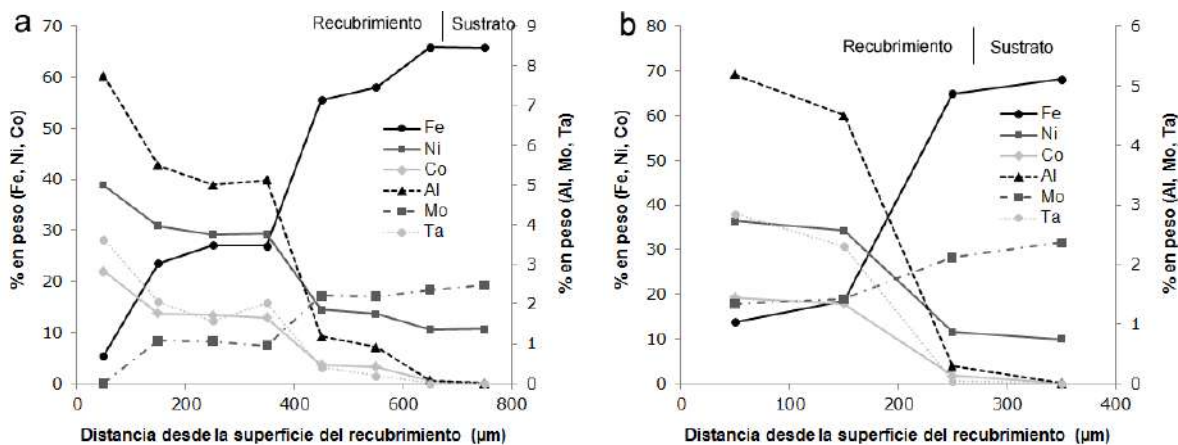
La microestructura obtenida en la refusión láser es similar a los recubrimientos obtenidos por laser coaxial, sin embargo, debido al menor espesor del recubrimiento HVOF y mayor velocidad del láser, diferencias microestructurales debido al cambio en la velocidad de solidificación pueden observarse, en la Figura 4 se detallan las microestructuras obtenidas, donde se aprecia una microestructura dendrítica columnar (Figura 4b), con menor cantidad de fase interdendrítica  $\beta$ -NiAl y dendritas de menor tamaño que las encontradas en laser coaxial. Se observa también una interfase de menor dilución con el sustrato, debido a que la energía aportada es menor.



Un mínimo de dilución es necesaria para garantizar buena unión metalúrgica entre recubrimiento y sustrato, una dilución excesiva no es deseable. La disolución del Fe, Mn y Mo en la zona del recubrimiento se debe a la difusión de estos elementos desde el sustrato hacia el recubrimiento durante la fusión y solidificación del polvo y parte del material base fundido [9], formando una solución sólida con el Ni, Cr, Co y Al luego de la solidificación. En las Figuras 5a y 5b se muestra la variación de composición química en los recubrimientos. A medida que disminuye el contenido de Al, Co y Ta se incrementa el Fe y Mn desde el borde, siendo éste fenómeno asociado a la disminución de fase  $\beta$  durante la solidificación. En la refusión se observa menor cantidad de Al lo que hace que se disminuya considerablemente la formación de fase  $\beta$ .



**Figura 4.** Microestructuras (MEB 20 kV, BSE, 1000X, sin ataque) del recubrimiento HVOF y refusión láser a 2400 mm/min, y 1,0 kW **a)** HVOF sin refusión, **b)** centro del recubrimiento.



**Figura 5.** Evolución de la composición química, **a)** Recubrimiento láser coaxial (600 mm/min, 50 mg/s y 1,2 kW) y **b)** Recubrimiento por refusión láser (2400 mm/min, y 1,0 kW).

El mayor contenido de aluminio y tantalio se ha encontrado en la fase  $\beta$  en la zona cercana al borde del recubrimiento obtenido por láser coaxial, en el caso del recubrimiento obtenido por

refusión láser, el contenido de Al y Ta en la zona próxima a la superficie es menor que el registrado en el láser coaxial, por ello se observa menor cantidad de fase  $\beta$ .

#### **4 CONCLUSIONES**

Se ha obtenido recubrimientos de NiCoCrAlYTa sobre acero inoxidable AISI 316L sin macro defectos importantes. Se ha evaluado la microestructura y la dilución de elementos químicos en la intercara del recubrimiento asociada al endurecimiento gradual observado desde el sustrato hasta la superficie, aunque, en las condiciones de trabajo se ha obtenido una dilución elevada.

Los parámetros del procesado láser influyen en la microestructura obtenida en los recubrimientos NiCoCrAlYTa, la cual consiste en dendritas columnares y celulares de fase  $\gamma$  con orientaciones no homogéneas, y crecimiento de fase  $\beta$  entre las dendritas  $\gamma$ , en las cuales se ha encontrado la disolución de elementos químicos como el Fe, Mo y Mn propios del sustrato.

Con el proceso de refusión láser se ha logrado la densificación del recubrimiento HVOF, obteniéndose una microestructura dendrítica columnar. A medida que disminuye el contenido de Al, Co y Ta se incrementa el contenido de Fe y Mn, siendo éste fenómeno asociado a la disminución de la formación de la fase  $\beta$  durante la solidificación.

#### **5 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. Pomeroy M., "Coatings for gas turbine materials and long term stability issues", *Materials and Design*, 26, 223–231, 2005.
2. Tancret F., Bhadeshia H., "Design of a creep resistant nickel base superalloy for power plant applications: Part 1 - Mechanical properties modeling", *Mater. Sci. Technol.*, 19, 283–290, 2003.
3. Steen W. M., "Laser Material Processing", 4ta Ed., London-Berlin Heidelberg, Springer-Verlag, pp. 320-329, 2010.
4. Zhao L., Parco M., Lugscheider E., "High velocity oxy-fuel thermal spraying of a NiCoCrAlY alloy", *Surface and Coatings Technology*, 179, 272–278, 2004.
5. Zhu C., Li P., Javed A., Liang G., Xiao P., "An investigation on the microstructure and oxidation behavior of laser remelted air plasma sprayed thermal barrier coatings", *Surface & Coatings Technology*, 206, 3739–3746, 2012.
6. Wu Y., Zhang G., Zhang B., Feng Z., Liang Y., "Laser remelting of laser sprayed NiCrAlY and NiCrAlY-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings", *J. Mater. Sci. Technol.*, 17(05), 525-528, 2001.
7. Meng Q., Geng L., Ni D., "Laser cladding NiCoCrAlY coating on Ti-6Al-4V", *Materials Letters*, 59, 2774–2777, 2005.
8. Bezençon C., Schnell A., Kurz W., "Epitaxial deposition of MCrAlY coatings on a Ni-base superalloy by laser cladding", *Scripta Materialia*, 49, 705–709, 2003.
9. Pereira J. C., Candel J. J., Amado J. M., Amigó V., "Análisis geométrico y microestructural de recubrimientos de NiCoCrAlYTa proyectados por láser sobre láminas de acero inoxidable AISI 316L", *Rev. LatinAm. Metal. Mat.*, 34 (2), 2014, *In Press*.
10. Partes K., Giolli C., Borgioli F., Bardi U., Seefeld T., Vollertsen F., "High temperature behaviour of NiCrAlY coatings made by laser cladding", *Surf. Coat. Tech.*, 202, 2208–2213, 2008.