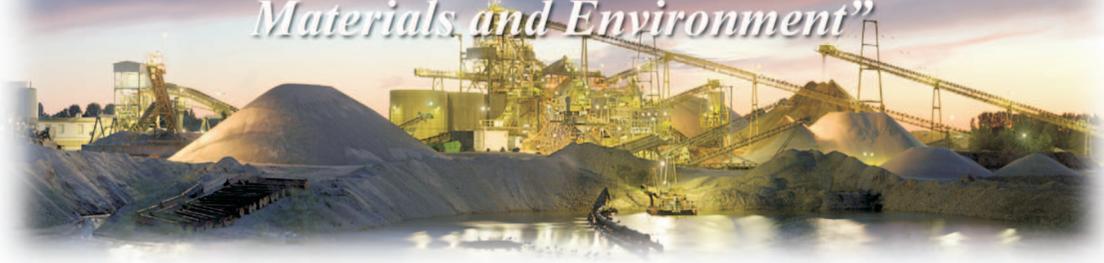




# **XIX** International Conference on Extractive Metallurgy

*“Recent Developments in Metallurgy,  
Materials and Environment”*



**PAPER 36**

## **EFFECTS OF HVOF PROCESS PARAMETERS ON THE PROPERTIES OF THE Fe-Cr-Mo COATINGS AND THEIR EFFECT ON CORROSION PROPERTIES**

*Carlos Alberto Guevara Chávez, Jorge Leobardo Acevedo Davila, Mario Francisco Trejo Aguirre, Francisco Cepeda Rodriguez.*

CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES

SALTILLO, COAHUILA, MÉXICO  
MAY 18-21, 2010

## **EFFECTS OF HVOF PROCESS PARAMETERS ON THE PROPERTIES OF THE Fe-Cr-Mo COATINGS AND THEIR EFFECT ON CORROSION PROPERTIES**

CARLOS ALBERTO GUEVARA CHÁVEZ\*, JORGE LEOBARDO ACEVEDO DAVILA, MARIO FRANCISCO TREJO AGUIRRE, FRANCISCO CEPEDA RODRIGUEZ.

Corporación Mexicana de Investigación en Materiales., Ciencia y Tecnología  
# 790, Fracc. Saltillo 400. Saltillo, Coahuila, C.P. 25290, Fax 52+844  
4113210,  
[carlosguevara@comimsa.com](mailto:carlosguevara@comimsa.com)

### **ABSTRACT**

This investigation examined the influence of the parameters of the processing on a coating structure Dimalloy 1008 (Fe-Cr-Mo mixing alloy) applied by high velocity oxy-fuel (HVOF), on tool grade steel samples D2. This type of coating is used as protection against corrosion and wear, but it has the capacity of rebuild worn areas, which is the case of the tooling used by the automotive stamping. A statistical design of experiments identified the velocities of fuel and oxygen flow, as well as the spraying distance, the more influential parameters controlling the characteristics of the dust particles when it is being sprayed (“on track”), before its impact. The defects of these parameters at the level of porosity, oxide content, and microhardness of the coatings were investigated in greater detail. Metallographic tests are used to evaluate the quality of material deposited; the SEM technique is used to evaluate the porosity of the material in adherence of the substrate.

**Keywords:** HVOF, Corrosion, Tooling.

### **RESUMEN**

Esta investigación examina la influencia de los parámetros de procesamiento sobre la estructura de un recubrimiento Diamalloy 1008 (Fe-Cr-Mo aleación de mezcla) aplicado por oxi-combustible de alta velocidad (HVOF) sobre muestras de acero grado herramienta D2. Este tipo de recubrimiento se usa normalmente como protección contra el desgaste y corrosión, pero tiene la capacidad de reconstruir zonas desgastadas el cual es el caso de los herramientas usados para el estampado automotriz. Un diseño estadístico de experimentos identificó las velocidades de combustible y flujo de oxígeno, así como la distancia de pulverización, como los parámetros más influyentes que controlan las características de las partículas del polvo cuando éste está siendo rociado (“en trayectoria”), antes de su impacto. Los efectos de estos parámetros en el nivel de porosidad, contenido de óxido, y microdureza de los recubrimientos se investigaron a mayor detalle. Pruebas Metalográficas son usadas para evaluar la calidad de adhesión del material depositado, la

técnica de MEB es utilizada para evaluar la porosidad del material en la adhesión del sustrato y el mecanismo de daño presente en el herramental.

**Palabras Clave:** HVOF, Corrosión, Herramental, Recubrimiento

## INTRODUCCIÓN

Las aleaciones Fe-Cr-Mo son usadas en recubrimientos para la protección de los componentes sometidos al desgaste y corrosión [1]. Los recubrimientos de rociado térmico a alta velocidad (HVOF) en aleaciones Fe-Cr-Mo han sido reportados con buenos resultados en el campo de las proyecciones para los aceros grado herramienta para trabajado en frío [2].

El HVOF es un método atractivo para aplicar soldadura de revestimiento y recuperar diámetros. Nuevas superficies pueden ser provistas sin el material de distorsión causado por soldadura [3]. Para aquéllos materiales que son sensibles al agrietamiento y cambios en la composición debidos a la formación de fases muy duras y al alto contenido de carbono, debido a las condiciones del proceso, las cuales combinan una relativamente baja temperatura de flama con un bajo tiempo de exposición [4]. Este método emplea una alta presión de un combustible (propileno, acetileno, propano o gases de hidrógeno) para producir temperaturas del gas superior a los 3029 °K y para generar una supersónica o hipersónica velocidad del gas, de aproximadamente 2000 m/s, más de cinco veces la velocidad del sonido [5].

La microestructura y las propiedades físicas de los recubrimientos están determinadas por las propiedades físicas y químicas de las partículas impregnadas en los sustratos, la cual a su vez es dependiente de un gran número de parámetros como el diseño de la pistola, la relación combustible/oxígeno, la posición relativa del sustrato con respecto a la pistola, el método de inyección, tamaño de partícula y su forma, entre otras. [6].

El presente estudio considera la aplicación del rociador térmico a componentes sometidos a procesos en donde la corrosión es un parámetro importante en los cuales se presenta un desgaste por efecto de las condiciones de servicio a las cuales están sometidas y examinar el efecto de dos importantes parámetros del proceso, la relación combustible/oxígeno y la distancia al sustrato, en las propiedades microestructurales y dureza de recubrimientos de Fe-Cr-Mo. [7].

Actualmente, solo un muy pequeño número de estudios han sido reportados en la literatura enfocados en las relaciones entre los parámetros del proceso HVOF y las propiedades de Fe-Cr-Mo en aleaciones similares. Por lo tanto, el objetivo técnico de este trabajo es definir los efectos de los parámetros críticos en las microestructuras de los recubrimientos, los cuales pueden ser

usados como una guía para la optimización del comportamiento del recubrimiento de esta aleación bajo condiciones de corrosión.

### Desarrollo Experimental

La selección de un material revestido adecuado envuelve más que la elección de las propiedades deseadas del depósito, la consideración de este debe ser dada a las condiciones, así como la función del revestimiento y el servicio del entorno, en suma a las propiedades físicas y químicas del revestimiento y del sustrato.

Para la reparación de la muestra mediante la técnica de soldadura de HVOF el espécimen fue maquinado, desgrasado y erosionado con arena de óxido de aluminio inmediatamente antes del rociado del recubrimiento, el material a reparar fue precalentado en un rango de temperatura de 250 a 350 °C usando flama de la pistola de HVOF para reducir la diferencia de expansión térmica entre el rociado del material depositado y el sustrato. Posteriormente fue cubierto con el material reparador en toda la cara superior de la muestra hasta espesores en el rango 500 a 700µm. El proceso de rociado fue llevado a cabo de acuerdo a los parámetros de rociado listados en la tabla 1.

**Tabla 1.** Condiciones experimentales para el proceso HVOF.

Variable	Nivel Bajo	Nivel Medio	Nivel Alto
Relación combustible/oxígeno	0,30	0,40	0,50
Distancia (mm)	200	225	250

### Materiales y Aplicación de HVOF

El polvo comercial de gas atomizado Fe-Cr-Mo proveído por la empresa (Sulzer Metco Inc.) fue usado para su estudio. La composición química y el tamaño de la partícula son mostrados en la tabla 2. El equipo Sulzer Metco DJ 2700 Diamond Jet Gun fue usado para la aplicación del polvo, inyectando un gas propileno. Polvo fue alimentado mediante la inyección de nitrógeno con un caudal de 47 g/min.

**Tabla 2.** Especificación del polvo usado según el proveedor

Polvo	Composición (% en peso)							Tamaño de la partícula ( $\mu\text{m}$ ) nominal
	Cu	Cr	Mo	Mn	Si	B	Fe	
Fe-Cr-Mo	3	17	11	0.1	3	3	Bal.	-45 +/- 5,5 $\mu\text{m}$

Un diseño de experimentos del tipo Taguchi fue usado en el estudio para evaluar el efecto de los dos parámetros (relación flujo del combustible/oxígeno, y distancia de trabajo) sobre la trayectoria de las partículas en cuanto a la velocidad y la temperatura de la misma como se observa en la tabla 3.

**Tabla 3.** Diseño de experimentos tipo Taguchi.

Parametro Experimento	Flujo de Combustible (SLPM*)	Flujo de Oxígeno (SLPM)	Relación Combustible / Oxígeno	Distancia (mm)
1	85	240	0,30	200
2	85	240	0,30	225
3	85	240	0,30	250
4	85	210	0,40	200
5	85	210	0,40	225
6	85	210	0,40	250
7	85	170	0,50	200
8	85	170	0,50	225
9	85	170	0,50	250

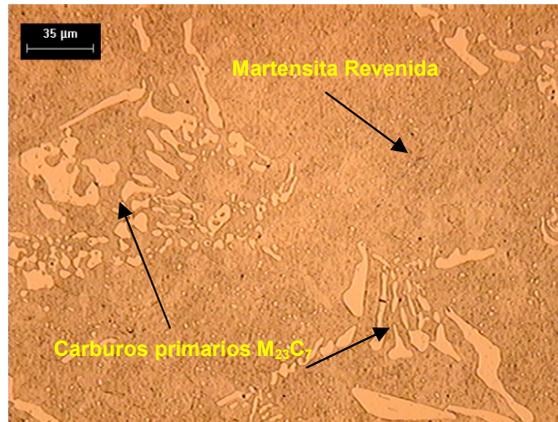
\*litros estándar por minuto

Una vez recubiertas las muestras fueron preparadas metalográficamente bajo la norma ASTM E-3. Las muestras pulidas a un acabado espejo fueron atacadas químicamente bajo la norma ASTM E-407. Con el fin de revelar la microestructura se empleo Picral y HCl al 4%, después se realizó en ensayo de dureza en el recubrimiento y en el metal base bajo la norma ASTM E-384/99, con penetrador de diamante con ángulo de 136°, en escala Hv500 con una carga de 500 grf. Con equivalencia a HRC. Por último, se realizó el análisis del depósito en el sustrato usando un microscopio electrónico de barrido marca Jeol y microanálisis en las zonas de disolución para observar los productos de corrosión.

## Resultados y discusiones

Se procedió a determinar las propiedades del material base para la selección del material reparador adecuado al uso, encontrándose lo siguiente:

El análisis metalográfico de acuerdo a la norma ASTM E-3, E-407 reveló una microestructura compuesta por una matriz de Martensita revenida con carburos de Cromo y Molibdeno  $M_{23}C_7$  dispersos en la matriz. Ver figura 1.



**Figura 1.** Carburos primarios dispersos en una matriz de Martensita revenida. atacada con Picral + HCl 3% 500X

Ensayo de dureza de acuerdo ASTM E-384/99 se realizó en el metal base con el fin de evaluar las propiedades finales del recubrimiento, los resultados obtenidos se muestran en la tabla 4.

**Tabla 4.** Dureza del metal base y su equivalencia de acuerdo a la especificación para un acero grado herramienta para trabajado en frío.

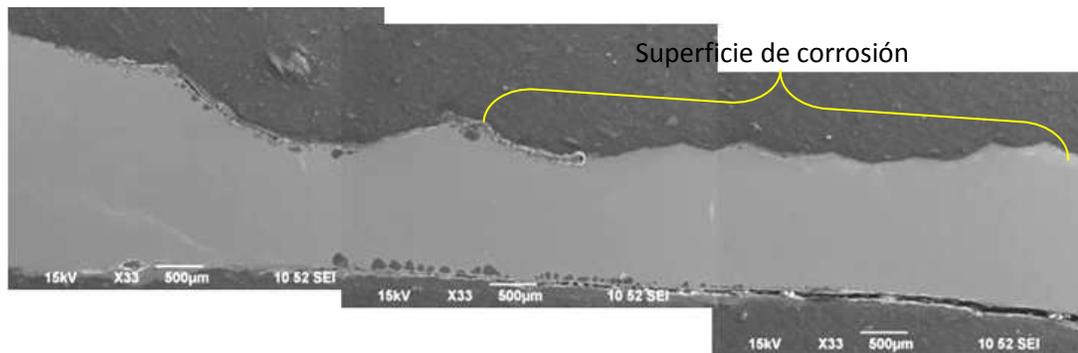
Muestra	Hv <sub>500</sub>						Promedio (H v <sub>500</sub> )	Equivalencia (HRC)
Metal base	696	686	684	694	688	670	686	59
AISI D2	<b>58-64 HRC</b>							

El análisis químico de acuerdo a la norma ASTM E-1019, E-1085 se realizó mediante la técnica de espectrometría de rayos X y la determinación de C y S por la técnica de detección y combustión infrarroja. Ver tabla 5.

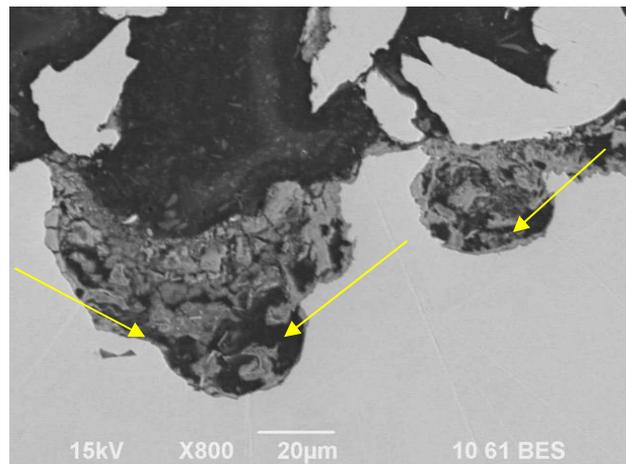
**Tabla 5.** Composición química del material base.

% Elemento						
Identificación	C	S	Mo	P	V	Cr
Metal base	1,56	0,017	0,96	0,011	0,84	11,53

En la figura 2. Corresponde a un mapeo del corte transversal a la zona de falla en la que se evidencia claramente la pérdida del espesor de diámetro por la disolución del material. La cual posteriormente se someterá a una reparación mediante la técnica de HVOF. Mediante un acercamiento en la zona del recuadro amarillo se logra evidenciar una gran cantidad de productos de corrosión alrededor de todo el contorno de la picadura. Ver figura 3. La utilización de sustratos como el acero grado herramienta para trabajado en frio, han sido reparadas usando también un polvo de composición química semejante al acero correspondiente (Fe-Cr-Mo).

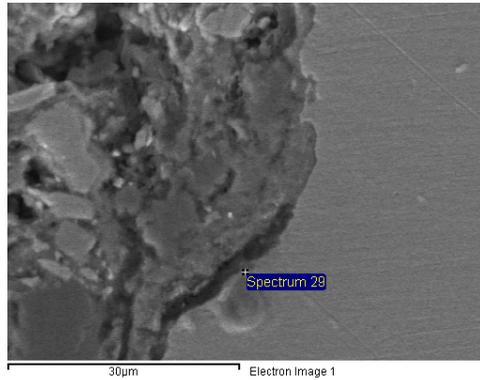


**Figura 2.** Aspecto superficial de la muestra antes de ser recubierta mediante la técnica de HVOF.

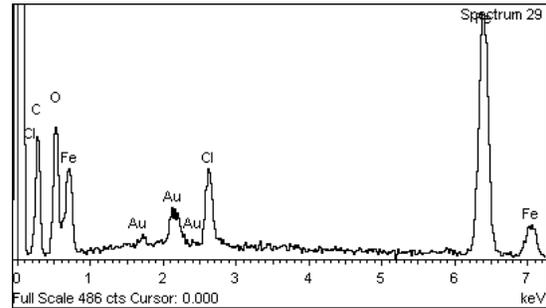


**Figura 3.** Vista cercana a superficie de frente de avance de cavidad, donde se nota claramente la disolución de material en forma de pequeñas picaduras (flechas amarillas), 800X (MEB).

En la figura 3a. Se muestra un acercamiento a la zona de defecto “picadura” y la figura 3b. Corresponde a un microanálisis realizado sobre los productos de corrosión antes descritos, identificándose como principales especies químicas al Hierro (Fe), Cloro (Cl) y Oxígeno (O), El oro presente corresponde al recubrimiento depositado para su inspección en el MEB.

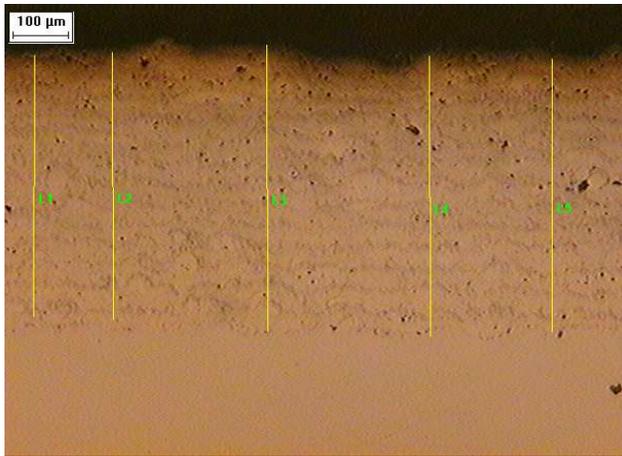


**Figura 3a.** Vistas cercanas del zona con productos de corrosión



**Figura 3b.** Espectro del microanálisis semicualitativo realizado sobre los productos de corrosión.

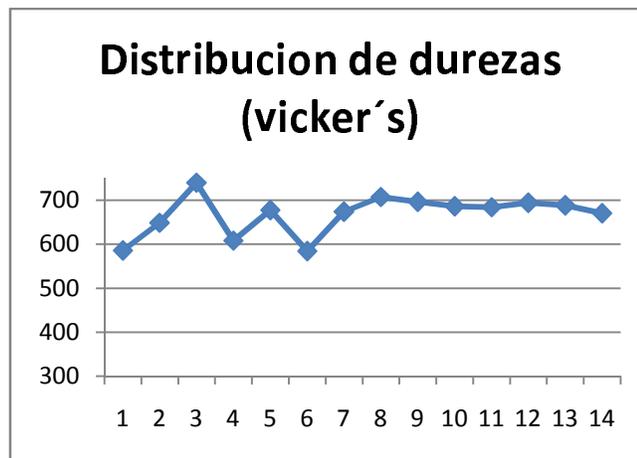
Una vez ajustados las condiciones de aplicación del HVOF, en la presente etapa se efectuaron 9 pruebas variando los diferentes parámetros de soldadura por proyección como se muestra en la tabla 1. En el presente trabajo se evaluó el efecto de la distancia con respecto a la unión del depósito en el sustrato y la adherencia del mismo, así como la cantidad de oxido presente en la interface del recubrimiento y el sustrato. En la figura 4 muestra la adherencia del depósito a una distancia de 200 mm con una relación de combustible/oxígeno de 0,30 encontrándose una buena deposición del material reparador en el sustrato de acero grado herramienta para trabajado en frío. Ver tabla 6. Encontrando una dureza en el depósito de 579 Hv como se muestra en la tabla 7. En la figura 5. Se observa que existe una pequeña cantidad de porosidad en el corte transversal del depósito lo cual es congruente con los parámetros utilizados por lo que la adhesión del material reparador al sustrato se puede considerar buena debido a que no existe una cantidad de óxidos considerables que puedan actuar como concentradores de esfuerzo y debiliten la unión.



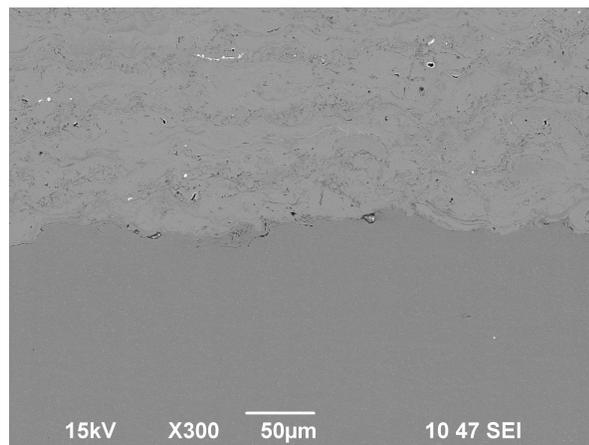
**Figura 4.** Aspecto superficial del recubrimiento. 50X

Lecturas (μm)					Promedio (μm)
506	517	554	543	528	529,6

**Tabla 6.** Espesor de recubrimiento depositado en sustrato.

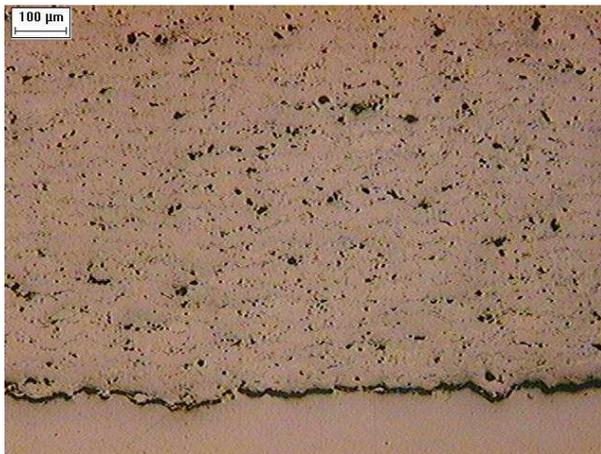


**Tabla 7.** Distribución de dureza Hv500 en el revestimiento del sustrato de acero grado herramienta para trabajado en frío.



**Figura 5.** Microscopia electronica de barrido, porosidad del deposito.

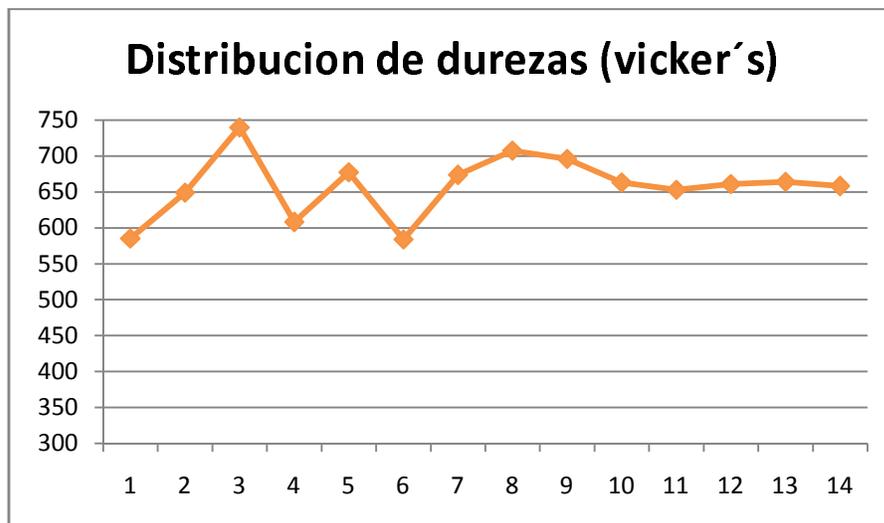
En la figura 6. Se muestra la adherencia del depósito a una distancia de 250 mm con una relación de combustible/oxígeno de 0,50 encontrándose una densidad de recubrimiento mayor que en caso anterior lo cual genera una deposición del material reparador. Ver tabla 8. Encontrando una dureza en el depósito de 661 Hv como se muestra en la tabla 9. En la figura 7. Se observa que existe una gran cantidad de porosidad en el corte transversal del depósito lo cual es congruente con los parámetros utilizados por lo que la adhesión del material reparador al sustrato es deficiente debido a la formación de una capa de óxido en la interface del material base y el material reparador, lo cual genera una zona de desprendimiento de los materiales haciendo susceptible a daño por corrosión.



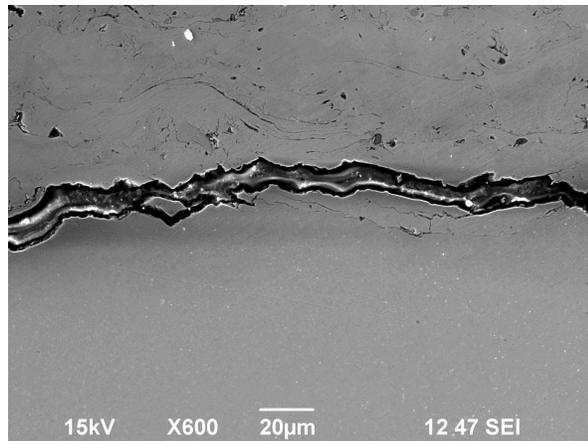
**Figura 6.** Aspecto superficial del recubrimiento. 50X

Lecturas (μm)					Promedio (μm)
669	653	661	664	658	<b>661</b>

**Tabla 8.** Espesor de recubrimiento depositado en sustrato.



**Tabla 9.** Distribución de dureza Hv500 en el revestimiento del sustrato de acero grado herramienta para trabajado en frío.



**Figura 7.** Microscopia electronica de barrido, porosidad del deposito.

## **Conclusiones**

El diseño de experimentos Taguchi identificó a el flujo de combustible, la distancia, y el flujo de oxígeno como los parámetros del proceso HVOF más importantes que afectan la deposición de la partícula que está “en trayectoria”, es decir, antes del impacto.

El análisis mediante la técnica de Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) mostró que el material reparador depositado en el sustrato contiene una baja cantidad de óxido debido a la relación de combustible/oxígeno usada fue la menor (0,30). Por lo tanto, dentro del rango explorado, la porosidad está más estrechamente relacionada con la relación estequiometría del combustible-oxígeno impactando en la densidad del recubrimiento depositado.

El contenido de óxido aumentó conforme la relación estequiometría del combustible fue mayor en su contenido de oxígeno, dicha oxidación afecta en la adherencia del material reparador en el sustrato, originando sitios concentradores de esfuerzos los cuales propician un desprendimiento del depósito cuando este es sometido a desgaste.

Este tipo de recubrimiento ha sido exitosamente adherido al material logrando una deposición entre los rangos de 500 a 700 micras. Lo cual en el caso específico de corrosión es de suma importancia ya que puede recuperar diámetros o espesores que se han perdido por algún mecanismo de disolución.

El mecanismo de daño presente en el instrumental de estudio, consiste en un mecanismo de corrosión localizada por picaduras atribuido al ataque de forma localizada por un medio con altos contenidos de cloro; el cual se desarrolla en la superficie del instrumental, lo que propicia el adelgazamiento

paulatino del espesor. Lo cual para funciones del herramental es de suma importancia ya que si el espesor disminuye produce piezas con defecto.

El ensayo de dureza en el recubrimiento demuestra que el polvo seleccionado para esta aplicación cumple con las propiedades originales del herramental además de proveer protección contra el medio al cual está presente en condiciones de trabajo.

## **Bibliografía**

- [1] R. Ebner, h. Leitner, f. Jeglitsch, d. Caliskanoglu (1999) "Tool Steels in the next century" 5th International Conference on Tooling pp. 56-59.
- [2] Cary, Howard B., (2004), Modern Welding Technologies. New Jersey. Third edition. Regents Prentice Hall. Pp 176-181.
- [3] Doyen, P.S.; Skrabec, Q. R.(1997) A new technique for welding tool steel. Welding Journal. (EUA) Vol 60, № .9 .pp. 25 – 28.
- [4] Losano, G.; Morgenfeld, J. (2001), Criterios para evaluar el riesgo de fisuración en caliente. Revista Soldadura volumen 4, No 11. pp 326-327.
- [5] M.B. Beardsley,( 1997). Think thermal barrier, coatings for diesel engines, vol. 6, number 2 pp. 181-186.
- [6] J. Saaedi, T. W. Coyle, J. Mostaghimi (2009). Effects of HVOF Process Parameters on the properties of Ni-Cr coatings. Centre for Advanced Coating Technologies, Department of Materials Science and Engineering University of Toronto, Toronto, Canada 196-199.
- [7] J.C Tan, L, looney (1991), Component repair using HVOF thermal spraying, materials processing research centre, volume 93, number 93 pp 203-208.
- [8] H. Berns (1992) "New Materials Processes Experiences for Tooling" International European Conference on Tooling Materials Interlaken pp. 113-117.
- [9] P. K. Ghosho P kaushal and K Sharma, (1992), Influence Tungsten Thermal of Heat Treatment Carbide Embedded Spray Process on the Nickel Properties Base of Coating Wear Resistant Produced by Gas, ISIJ International, Voi. 32, No. 2, pp. 250-256.