

## RESISTENCIA A LA CORROSIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE YSZ DEPOSITADAS EN ALEACIONES AERONÁUTICAS

J. Y. Achem Calahorra<sup>1</sup>, H. E. Esparza Ponce<sup>2</sup>, P. Zambrano Robledo<sup>1</sup>, J. A. Cabral Miramontes<sup>1</sup>, F. Almeraya Calderón<sup>1</sup>, C. Gaona Tiburcio<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> Universidad Autónoma de Nuevo León (UANL), Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica (FIME), Centro de Investigación e Innovación en Ingeniería Aeronáutica (CIIIA). Aeropuerto Internacional del Norte. Carretera a Salinas Victoria Km. 2.3, Apodaca, N.L., México.

<sup>2</sup> Centro de Investigación en Materiales Avanzadas S.C. (CIMAV), Av. Miguel de Cervantes #120, Complejo Industrial Chihuahua. Chihuahua, Chih., México

\*E-mail: jamnie.achem@gmail.com

### RESUMEN

Aleaciones de uso aeronáutico como el Ti-6Al-4V y el Incoloy 800H/HT son materiales utilizados en las secciones calientes del turborreactor debido a su alta resistencia al desgaste y buenas propiedades contra la corrosión, sin embargo esta resistencia se ve disminuida rápidamente si el componente no se protege antes de ser colocado en el motor. En este estudio fueron depositadas películas delgadas de itria estabilizada con circonia (YSZ) sobre sustratos de Ti-6Al-4V e Incoloy 800H/HT y se evaluó su respuesta a la corrosión en un medio ácido de HCl 0.1N. Los resultados observados demuestran que la aleación de titanio tiene una resistencia mayor a medios ácidos en comparación con la superaleación base níquel.

**Palabras Clave:** Recubrimientos, Superaleaciones, Corrosión.

## 1. INTRODUCCIÓN

Las superaleaciones y aleaciones de titanio combinan resistencia a elevadas temperaturas y resistencia a la degradación que no tienen comparación con otros materiales metálicos. Las superaleaciones son los materiales principales que se utilizan en las partes calientes de motores de turbinas, tales como las palas, álabes y cámaras de combustión, que constituyen más del 50% del peso del motor [1]. Mientras que las aleaciones de titanio se utilizan para los trenes de aterrizaje, partes estructurales en el ala y partes estáticas y rotatorias de las turbinas [2]. Sin embargo, estos materiales se encuentran sometidos a ambientes agresivos [3]; sumando a lo anteriormente mencionado la creciente preocupación de la durabilidad del fuselaje y otras estructuras de las aeronaves, ya que la vida de muchos de ellos, tanto comerciales como militares, se está extendiendo mucho más allá de sus vidas previstas para las cuales fueron diseñadas, es por esto que se busca proteger el material base mucho antes de que sea expuesto a efectos perjudiciales.

En la actualidad el uso de recubrimientos de barrera térmica (thermal barrier coatings TBC's) son considerados como los materiales más aplicables en el diseño general de componentes de turborreactores, ya que su uso ofrece varias ventajas como su mejor desempeño a altas temperaturas, por lo tanto un mejor rendimiento de la turbina y durabilidad de los componentes [4]. Para este trabajo se empleó itria estabilizada con circonia (YSZ) ya que es uno de los materiales de propagación avanzado más generalizada, debido a que se puede utilizar en diversos campos: en la microelectrónica, en medicina como material biocompatible, y como recubrimientos de barrera térmica (TBCs) como protector dado a su comportamiento termo-mecánico superior a alta temperatura en el álabe de turbina o de otros componentes del motor, incluso como sensor de gas para aplicaciones de escape de automóviles.

Los procesos de fabricación más extendidas de películas YSZ pueden ser producidos por procesos de película delgada, tales como deposición de vapor física o química (physical vapor deposition PVD, Chemical vapor deposition CVD), o el método sol-gel, pero la composición química y la cristalinidad del recubrimiento están en función de las condiciones de deposición [5].

## 2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

### 2.1. Recubrimiento

Para la obtención de los recubrimientos se empleó un equipo Intercovamex V3, como blanco se utilizó YSZ al 8%, como sustrato para los recubrimientos se utilizaron muestras de la superaleación Incoloy 800H/HT y la aleación de titanio Ti-6Al-4V de 1x0.5x1cm. Para obtener las condiciones de limpieza apropiada, las muestras a recubrir fueron preparadas superficialmente con lijas de carburo de silicio hasta grado 2400, para favorecer la adhesión mecánica entre el sustrato y las partículas. En la Figura 1 se presentan dos muestras con recubrimiento aplicado por sputtering. Las condiciones de depositación utilizadas para realizar el recubrimiento se incluyen en la Tabla 1. Para la caracterización microestructural de los recubrimientos se realizó un corte transversal a las muestras recubiertas. La microestructura del polvo y los recubrimientos se estudiaron mediante microscopía electrónica de barrido, empleando un microscopio JEOL JSM 6510V.

**Tabla I.** Condiciones de depositación por Sputtering.

Condición	
Tiempo pre-sputtering	120 min
Temperatura	100 °C
Potencia	50 W
Flujo de Argón	10 cm <sup>3</sup> /min
Fuente	RF
Tiempo de Crecimiento	60 min
Rotación	1 rpm

### 2.2. Ensayos Electroquímicos

Una vez obtenidos los recubrimientos se procedió a realizar ensayos electroquímicos los cuales fueron resistencia a la polarización lineal (RPL) y las curvas potenciodinámicas, en contacto con una solución acuosa de ácido clorhídrico (HCl) en concentración de 0.1N y agua destilada, ambas soluciones a temperatura ambiente, utilizando un arreglo de tres electrodos: electrodo de referencia de Calomel (SCE), electrodo auxiliar de platino y electrodo de trabajo. Las pruebas electroquímicas se realizaron con un potenciostato/galvanostato Gill-8 AC, bajo las normas ASTM G59 [7] con parámetros de operación de  $\pm 20$ mV, con respecto al potencial de

corrosión ( $E_{corr}$ ), a una velocidad de barrido de 10mV/min para RPL, mientras que para las curvas potenciodinámicas, se iniciaron con un potencial de  $\pm 1600$ mV, a una velocidad de barrido de 60 mV/min .

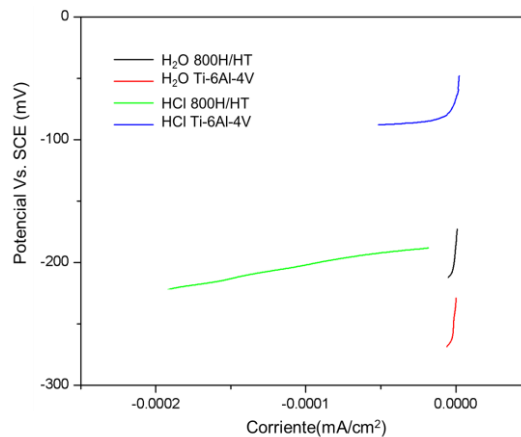
### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación se muestran los valores obtenidos como resultado de los ensayos de resistencia a la polarización lineal para los recubrimiento de YSZ con sustratos de Incoloy 800H/HT y Ti-6Al-4V.

**Tabla II.** Resistencia a la polarización lineal (RPL), densidad de corriente de corrosión ( $j_{corr}$ ) y velocidad de corrosión de la prueba de resistencia a la polarización lineal.

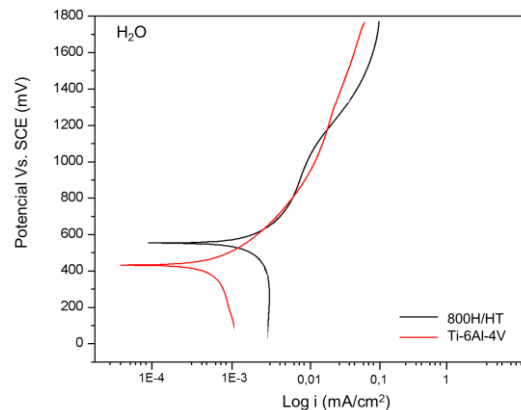
Material	Medio	RPL ( $\Omega\text{-cm}^2$ )	$j_{corr}$ (mA/cm <sup>2</sup> )	Vel. Corr (mm/año)
Ti-6Al-4V	<b>H<sub>2</sub>O</b>	1.016E+07	2.478E-06	2.156E-05
800H/HT		1.018E+07	2.474E-06	2.622E-05
Ti-6Al-4V	<b>HCl</b>	2301700	1.094E-05	9.52E-05
800H/HT		216720	1.162E-04	1.2319E-03

La Figura 1 presenta la resistencia a la polarización lineal de los recubrimientos expuestos a agua destilada y ácido clorhídrico, llegándose a observar que los recubrimientos en la solución de agua destilada tienen una ligera tendencia a la pasivación y en ambos sustratos los recubrimientos tienen una velocidad de corrosión en el mismo orden de magnitud; mientras que el comportamiento de los recubrimientos frente a la solución de ácido clorhídrico se vieron afectados debido a la acidez del medio, el recubrimiento en el sustrato de Incoloy 800H/HT reportó una mayor velocidad de corrosión, a diferencia del recubrimiento en el sustrato de Ti-6Al-4V que de acuerdo al gráfico se pasiva justo al finalizar del ensayo.



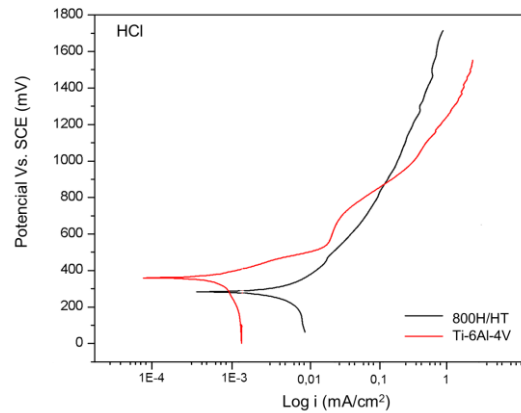
**Figura 1.** Resistencia a la Polarización Lineal.

En la Figura 2 se presenta las curvas de polarización para los ensayos realizados sobre los recubrimientos de YSZ en agua destilada, se puede observar una transición activo-pasivo. Esta zona para la aleación de Incoloy 800H/HT abarca un potencial que comprende alrededor desde los 100 mV, mientras que la aleación de Ti-6Al-4V no existe esta transición y el sistema se puede observar pasivado. Se observa también que en ambos recubrimientos se pasivan alrededor de un potencial de 800mV y ninguno de ellos presentó daño en las superficies ensayadas.



**Figura 2.** Curvas de polarización para agua destilada.

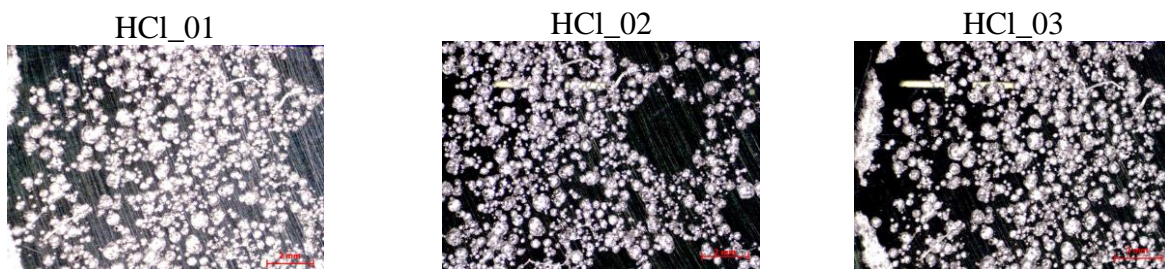
En la Figura 3 las curvas de polarización realizadas en la solución de HCl el recubrimiento con sustrato de Ti-6Al-4V tuvo un comportamiento más favorable frente a la resistencia a la corrosión que el recubrimiento de Incoloy 800H/HT, esto es consecuencia de la formación natural de una capa aislante propia, muy característica de las aleaciones de titanio [9], que pasivó el material antes de ser recubierto, además se puede observar que durante la mayor parte del ensayo esta capa mejoró la resistencia a la corrosión del recubrimiento, ya que incluso se observan zonas de transición activo-pasivo, y el recubrimiento no se vio afectado por el medio, aun y cuando el potencial fue aumentado 600 mV por encima intervalos empleados en trabajos anteriores [10], que muestran su comportamiento frente a la corrosión para soluciones de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NaCl y agua destilada.



**Figura 3.** Curvas de polarización para el ácido clorhídrico.

Mientras que finalizados los ensayos en la aleación de Incoloy 800H/HT hablando en términos de velocidad de corrosión, los recubrimientos presentan prácticamente el mismo comportamiento que la aleación de titanio, pero con una resistencia a la corrosión más pobre, a pesar de que gráficamente el recubrimiento se ve pasivado. Esta resistencia a la corrosión menor es consistente con los resultados de otros trabajos sobre diversos metales, tales como aceros inoxidable [11], otras aleaciones de titanio [12] y base níquel [13,15], no estudiadas en este trabajo; y se confirma nuevamente que la química de la aleación es un factor que afecta la resistencia a la corrosión de los materiales [16].

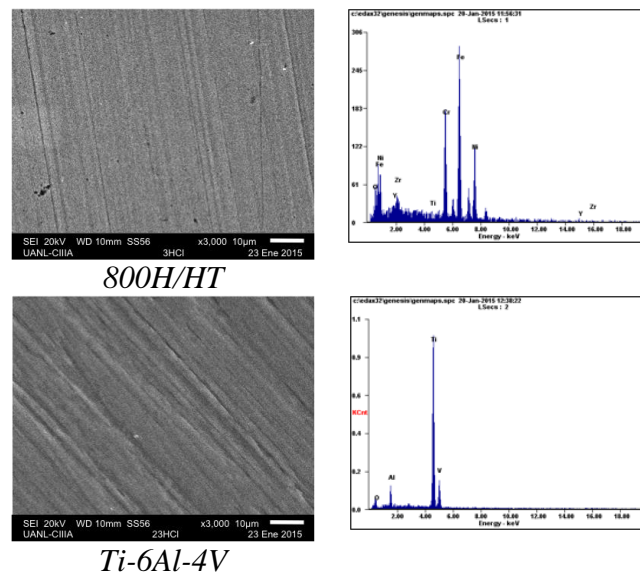
Las muestras presentaron daño severo en las superficies de prueba (Figura 4), observándose un cambio de coloración en el recubrimiento y señales de que este fue alterado o removido, lo cual se atribuye a una constante demanda de corriente, como se mostró anteriormente en la Figura 1 de los ensayos de resistencia a la polarización lineal.



**Figura 4.:** Micrografías del recubrimiento con sustrato de Incoloy 800H/HT, después de los ensayos electroquímicos de ácido clorhídrico. 20X.

Cabe mencionar que por el microanálisis realizado con el microscopio electrónico de barrido (JEOL JSM 6510V) en las zonas afectadas, se pudo apreciar que sólo la capa externa, es decir el recubrimiento, fue afectado por el ensayo de curvas potenciodinámicas, pero sin llegar a penetrar el sustrato, como lo sugieren las imágenes obtenidas en el estereoscopio. Para las muestras ensayadas en agua los recubrimientos no presentaron ningún ataque, lo cual se correlaciona a los valores tan bajos obtenidos de velocidad de corrosión, y se puede afirmar que los recubrimientos tienen buena resistencia frente a la corrosión en este medio en ambos sustratos.

Las micrografías superficiales y los análisis por energía dispersiva de rayos X de las muestras se presentan en la Figura 5. En general los recubrimientos no presentaron productos de corrosión ni en agua destilada ni en el ácido clorhídrico.



**Figura 5.** Micrografías a 3000X y análisis EDS de los recubrimientos.

#### 4. CONCLUSIONES

Los resultados muestran que el recubrimiento de YSZ presenta resistencia a la corrosión similar a la del sustrato utilizado. Los recubrimientos no forman productos de corrosión en los medios de prueba. En este trabajo se encontró que la corrosión del recubrimiento de YSZ se da a causa de los defectos, tales como poros, inclusiones y microgrietas, que dan como resultado la

exfoliación y desprendimiento laminar, lo cual contribuye con los valores de corrosión presentados.

Es importante señalar que debido a las propiedades mejoradas que presenta el recubrimiento, este no presenta velocidades de corrosión elevadas. Las curvas de polarización cíclicas mostraron que en todas las soluciones de prueba el recubrimiento tiene un comportamiento activo pasivo, sin embargo los parámetros de resistencia a la corrosión son menores que en el material utilizado como sustrato.

## 5. AGRADECIMIENTOS

Los autores externan su gratitud al CONACYT por el apoyo financiero otorgado para el desarrollo de esta investigación a través del financiamiento #361286.

## 6. REFERENCIAS

- [1] B. Cantor, H. Assender and P. Grant. "Aerospace Materials". Series in Materials Science and Engineering. University of Oxford, UK. 2001.
- [2] C. Ebach-Stahl, N. Eilers, Laska and R. Braun. *Surface & Coatings Technology* **223**, 24. 2013.
- [3] Federal Aviation Administration. (2008). FAA-H-8083-30. "Aviation Maintenance Technician Handbook". Chapter 6 Aircraft Cleaning and Corrosion Control.
- [4] C. Zhu, A. Javed, P. Li, F. Yangg, G.Y. Liang, P. Xiao. *Surface & Coatings Technology* **212**, 214. 2012.
- [5] H. Hidalgo, E. Reguzina, E. Millon, A.-L. Thomann, Mathias, C. Boulmer-Leborgne, T. Sauvage, and P. Brault. *Surface & Coatings Technology* **205**, 4495. 2011.
- [6] Jiang Xu, Linlin Liu, Zong-Han Xie, Paul Munroe. *Surface & Coatings Technology* **206**, 4156. 2012.
- [7] ASTM G59-97. "Standard Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements". 2014.
- [8] ASTM G5-13e2. "Standard Reference Test Method for Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements". 2013.
- [9] R. R. Boyer. *Materials Science and Engineering* **A213** 103. 1996.



- [10] J. Y. Achem Calahorra, J. A. Cabral Miramontes, F. Almeraya Calderón y C. Gaona Tiburcio. “Evaluación electroquímica de la aleación de titanio grado 5 en medios corrosivos para los componentes metálicos utilizados en la industria aeronáutica”. 36 Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales. pp. 461-469. ISSN: 2007-9540. Saltillo, México. (2014).
- [11] J. Kawakita, T. Fukushima, S. Kuroda, T. Kodama, Corrosion Science **44** 2561. 2002.
- [12] T. Valente and F. P. Galliano, Surface & Coatings Technology **127** 86. 2000.
- [13] A. H. Dent, A. J. Horlock, D. G. McCartney, S. J. Harris. Journal of Thermal Spray Technology **8** 399. 1999.
- [14] A. Neville, J. M. Perry, T. Hodgkiess, H. P. Chua. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials Design and Applications **214** 41. 2000.
- [15] D. Zhang, S. J. Harris, D. G. McCartney, Materials Science & Engineering. A, Structural materials: properties, microstructures and processing **344** (1-2) 45. 2003.
- [16] W. M. Zhao, Y. Wang, L. X. Dong, K. Y. Wu, J. Xue. Surface & Coatings Technology **190** 293. 2005.