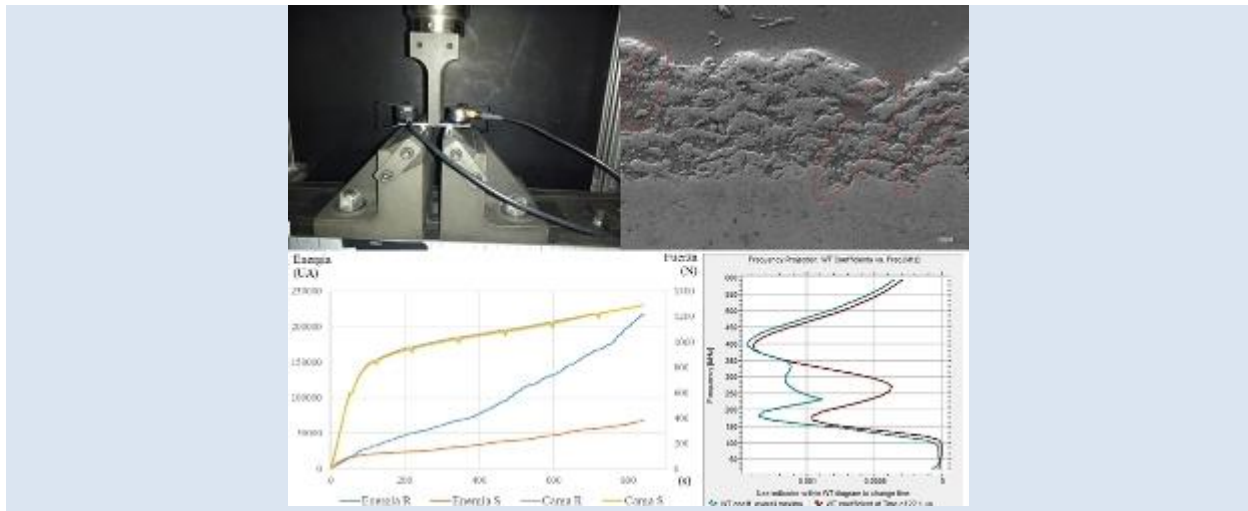


EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE BARRERAS TÉRMICAS MEDIANTE TÉCNICAS DE EMISIÓN ACÚSTICA

David Buquets, Carlos Bloem*, Amparo Borrell, M^a Dolores Salvador

Instituto de Tecnología de Materiales, Universitat Politècnica de Valencia, Camino de vera S/N Edificio 5E, 46022 Valencia España

* e-mail:cbloem@mcm.upv.es



RESUMEN

Para desarrollar turbinas más eficientes se requiere aumentar la temperatura de entrada y/o disminuir las pérdidas de temperatura dentro de esta, por eso, es necesario desarrollar materiales resistentes a mayores temperaturas y con coeficientes de transferencia de calor más bajos. Una solución tecnológica a este inconveniente es la implementación y mejoras de las barreras térmicas (TBC, Thermal Barrier Coating). La ZrO_2 estabilizada con Y_2O_3 (Y-TZP), es una de las cerámicas que se emplea como TBCs. Sin embargo, la fatiga termomecánica a la que están sometidas estas barreras hace que se deterioren formando grietas y/o delaminaciones. El Carburo de Silicio (SiC) se ha empleado como agente autosellante, gracias a su reactividad a altas temperaturas que conduce al sellado de estos daños por oxidación, alargando la vida útil de los componentes de la turbina. Este trabajo se centra en el estudio mediante emisión acústica, (EA) en el comportamiento mecánico de las TBCs por la adición del SiC en la suspensión de Y-TZP/ Al_2O_3 . Para ello, se ha realizado un análisis microestructural, ensayos mecánicos con EA y una simulación por elementos finitos de con el fin de cotejar resultados. Los recubrimientos se realizaron por proyección térmica por plasma de suspensiones (SPS) sobre planchas metálicas de 70x12x2 mm, en éstas, se depositó un intermetálico a modo de capa de anclaje y finalmente un recubrimiento de Y-TZP/ Al_2O_3 con y sin 15% en peso de SiC. Se realizaron ensayos a flexión a tres puntos con la finalidad evaluar la generación de grietas por EA, la cual resultó ser una herramienta fundamental en el estudio del comportamiento mecánico de las barreras térmicas. El uso de las transformadas de wavelet agiliza el estudio y análisis de los espectros de sonido registrados. Se comprobó que la generación de grietas sucede a niveles muy bajos de esfuerzo y se identificaron patrones de frecuencia asociados a los modos de fractura.

Palabras Claves: Emisión Acústica, Barreras Térmicas, Carburo de Silicio, Zircona, autosellado.

MECHANICAL BEHAVIOR APPRAISAL OF THERMAL BARRIERS THROUGH ACOUSTIC EMISSION TECHNIQUES

ABSTRACT

To develop more efficient turbines, it is necessary to increase the inlet temperature and / or decrease the temperature losses for these reasons it is necessary to develop materials resistant to higher temperatures and with lower heat transfer coefficients. A technological solution to this problem is the implementation and subsequent improvements of thermal barriers coating (TBC). In general, these TBCs are composed of a ceramic coating and an intermetallic layer that serves as a bond coat between the ceramic and the substrate to be protected. The Y_2O_3 stabilized ZrO_2 (Y-TZP), is one of the ceramics used as TBC. However, the thermomechanical fatigue to which these barriers are subjected causes them to deteriorate, forming cracks and / or delaminations. One way to counteract this effect is the addition of an agent that allows self-healing, that is, as a crack in the barrier occurs, at the same time, the recovery of this defect is generated as a result of temperature, diffusion and / or self-healing reaction. The aim of this work is the study by acoustic emission AE of the mechanical behavior of the TBCs with the addition of SiC in the suspension of Y-TZP / Al_2O_3 . In the same way, a microstructural analysis and a finite elements model was carried out in order to compare results. The coatings were made by Suspension Plasma Spray (SPS) on metal plates of 70x10x2 mm, an intermetallic was deposited as a bond coating and finally a coating of Y-TZP / Al_2O_3 with and without 15% wt SiC. The AE becomes a fundamental tool in the study of the mechanical behavior of thermal barriers. The use of wavelet transforms streamlines the study and analysis of recorded sound spectra. The cracks generation arises at very low stress levels.

Keywords: *Acoustic Emission, Thermal Barriers Coatings, Silicon Carbide, Alumina, Itria, Zirconia, self-healing.*

1. INTRODUCCIÓN

Hoy en día el mundo requiere de máquinas más eficientes y ecológicas, por lo que en los últimos años se han realizado grandes esfuerzos en esa línea. La tendencia se fundamenta en aumentar la presión o temperatura en motores y máquinas termomecánicas. En las turbinas, es frecuente aumentar la temperatura del aire de entrada, aumentando de esta manera la eficiencia del proceso Kristen et al [1], lo que implica que hay que desarrollar materiales más resistentes al calor o mejores aislantes térmicos.

Se han realizado muchos estudios en recubrimientos cerámicos que actúen como barreras térmicas, ya que estos tienen una doble función, un aislamiento térmico, que reduce la temperatura de los componentes y una mejora de la protección que evita su deterioro.

Las TBC están compuestas básicamente por cerámicos refractarios, generalmente, titanía, alúmina o mezclas de ellos; sin embargo, la circonia estabilizada con itria (Y-TZP) se presenta como el material idóneo debido a su excelente comportamiento a altas temperaturas, así como por su baja conductividad térmica, escasa reactividad química, baja probabilidad de transformaciones de fase y un elevado punto de fusión, entre otros Van der Zwaag et al [2].

Existen diferentes técnicas para producir TBCs, entre ellas el APS y SPS, la proyección por plasma atmosférico (APS) que se usa comúnmente debido a su viabilidad técnica y gran economía y la proyección térmica por plasma a partir de suspensiones (SPS) que permite depositar polvos muy finos o con baja fluidez [3, 4].

Hoy en día, las turbinas funcionan a temperaturas más altas para mejorar la eficiencia del motor; sin embargo, estas condiciones producen una tensión térmica en los alabes y rotores, aumentando la probabilidad de fallo mecánico por el desarrollo y crecimiento de grietas y delaminaciones Kristen et al [1]. Algunos investigadores han propuesto una nueva generación de TBCs con capacidad de autosellado, que resistirían las condiciones de trabajo de las turbinas y prolongarían su vida útil Wang et al [5]. A pesar de que se están investigando otros materiales, en la bibliografía el SiC parece ser el material más eficaz para generar autosellado, aunque presenta problemas por su oxidación en

antorcha antes de su deposición [5, 6].

La capacidad de autosellado consiste en rellenar las grietas de los TBCs, simultáneamente a su creación, durante el servicio, por acción de gases calientes y las altas temperaturas presentes. El proceso de autosellado se debe, al aumento de volumen de las partículas presentes en los bordes de las grietas, que se oxidan durante su funcionamiento rellenando la grieta generada Drozdov et al [6].

Sin embargo, la funcionalidad de autoreparación en las TBCs apenas se está desarrollando y en el caso de SiC, es más problemático porque no se puede depositar fácilmente por proyección térmica por plasma, ya que éste se oxida en la antorcha antes de depositarse Stavrakasa et al [7].

El SPS es un proceso relativamente nuevo de deposición térmica en el cual el polvo a depositar es reemplazado por una suspensión base acuosa. Una de las ventajas es la posibilidad de depositar polvos muy finos o de fluidez deficiente, aunque gran parte de la energía del plasma se destina a la evaporación del disolvente (agua) [3, 4, 8].

En la literatura es bastante común el empleo de técnicas de termografía y EA para monitorizar la evolución de las grietas Eleni et al [9]. La técnica de EA es un método no destructivo y permite seguir la iniciación, crecimiento y propagación de grietas, mediante un análisis adecuado de sus parámetros.

Algunos investigadores, como Wang et al [5] sugieren que existe una banda de frecuencia para cada fenómeno de agrietamiento y que está asociada a las características del material. Otros, como Ma et al [10], toman en cuenta efectos como el recuento de eventos, el tiempo de rampa, *rise time*, o la configuración de onda asociada a la evolución de la grieta.

En este trabajo se plantea evaluar la posibilidad de emplear la EA como una herramienta en la evolución mecánica de una TBC de zircona estabilizada con itria, durante su agrietamiento, con y sin la adición de SiC como posible agente sellante. El estudio se realizó mediante un ensayo a flexión a tres puntos monitorizado simultáneamente con un sistema de registro de EA. Se realizaron diversos cronogramas de ensayo de flexión de para ajustar el procedimiento de ensayo y poder descifrar la contribución de la adición de SiC en el comportamiento de la barrera.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1 Probetas

Las muestras se obtienen por SPS sobre planchas metálicas de acero inoxidable AISI 304 de 70x12x2 mm, empleando una antorcha de plasma (F4-MB, Sulzer Metco, Switzerland) dirigida por un robot de seis ejes (IRB 1400, ABB, Switzerland), a las que previamente se les realizó una limpieza mecánica por granallado para generar una superficie con una rugosidad de $2.1 \pm 0.2 \mu\text{m}$, Posteriormente, se limpiaron con etanol. Sobre éstas empleando APS, se depositó una capa de intermetálico NiCoCrAlTaY (Amdry997) como anclaje con espesores de $100 \pm 13\mu\text{m}$, la composición del intermetálico y los parámetros de proyección se recogen en las tablas 1 y 2 respectivamente.

Tabla 1. Composición

Amdry 997	Ni	Co	Cr	Al	Ta	Y
% en peso						
43,9	23	20	8,5	4	0,6	

Tabla 2. Condiciones de proyección

	APS	SPS
Flujo de Ar (lpm)	65	37
Flujo de H ₂ (lpm)	8	8
Diámetro del inyector (mm)	1,5	0,15
Velocidad de la antorcha (m s ⁻¹)	1	1,25
Corriente (A)	650	700
Distancia de proyección (mm)	145	40
Pre calentamiento (°C)	150	300
Número de pasadas	1	5
Flujo de polvo (g s ⁻¹)	40	-
Flujo de suspensión (ml s ⁻¹)	-	0,36
Sólido en suspensión (% en peso)	-	35

Posteriormente sobre esta capa intermedia, empleando SPS, se depositó un recubrimiento de Y-TZP/Al₂O₃ con espesores entre 115~147 μm para las muestras de la serie R, sin la adición SiC y en el caso de las probetas de la serie S, con adición del 15% en peso de SiC, obteniéndose en este caso espesores entre 87~161μm, las condiciones de proyección así como la composición de la suspensión se recogen en las tablas 2 y 3

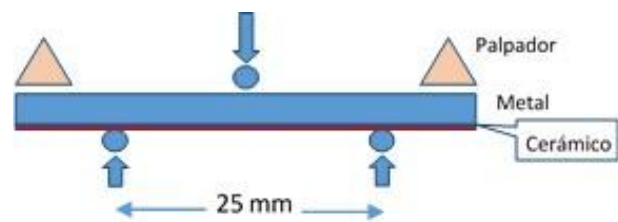
respectivamente.

Tabla 3. Composición del recubrimiento (% en peso)

Serie	Al ₂ O ₃	Y-TZP*	SiC
R	59,6	40,4	0
S	50,6	34,4	15

2.2 Ensayo de flexión

Con la finalidad de generar grietas en los recubrimientos se realizaron ensayos a flexión a tres puntos, por ser uno de los métodos más extendidos en la bibliografía para este fin, [5~7]. La configuración se presenta en la figura 1.



a)



b)

Figura 1. Ensayo de flexión (a) esquema de disposición, (b) ensayo.

Para conocer el estado tensional en un instante dado durante el ensayo a flexión a tres puntos se emplea la ecuación 1.

$$\sigma = \frac{3 * P * L * y}{b * h^3} \tag{1}$$

En donde **P** es la carga aplicada en un instante, **L** la distancia entre apoyos, **y** es la distancia desde la línea neutra hasta la línea sobre la cual se va a evaluar el esfuerzo, **b** la base y **h** la altura de la sección transversal de la probeta.

El ensayo de flexión a tres puntos se llevó a cabo en una máquina universal de ensayos Shimadzu modelo AG X plus 100KN, con una distancia entre apoyos de 25 mm tal como se aprecia en la figura 1 b), empleando dos diferentes protocolos de ensayo, que se sintetizan en las tablas 4 y 5.

Tabla 4. Pasos del ensayo de flexión 1.

Acción	↓	↑	paro
límite	F	D	T
	(N)	(mm)	(s)
límite	650	origen	5
3 Ciclos			

Tabla 5. Pasos del ensayo de flexión 2.

Acción	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓
	paro	paro	Paro	paro				
límite	F	T	D	T	D	T	D	T
	(N)	(s)	(mm)	(s)	(mm)	(s)	(mm)	(s)
Valor	600	5	0,2	5	0,3	5	0,4	5
5 ciclos								

Dónde: F es la fuerza, T el tiempo y D el desplazamiento

2.3 Emisión Acústica

La adquisición de datos por EA, durante el ensayo de flexión, se realizó en un equipo Vallen AMSY-5 con palpadores VS 150 M con sensibilidad pico a 150 kHz y VS 700 D con picos de ganancia a 350 kHz, 600 kHz y 750 kHz y sensibilidad limitada a 500 kHz. Esta se realizó en dos canales, con un Threshold 45,2 dB y Ganancia de 34 dB con una velocidad de muestreo de 3,333 MHz y 1024 muestras por grupo de registro de transitorios. Se realizaron más de treinta ensayos previos para conocer los ruidos generados por la máquina universal de ensayos, los propios del metal base y del metal base más sustrato de anclaje. Posteriormente se ensayaron seis muestras de cada serie, promediando los valores o agrupándolos en patrones repetitivos en todas las muestras.

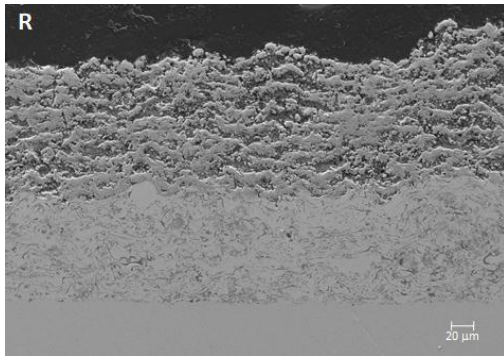
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Caracterización microestructural

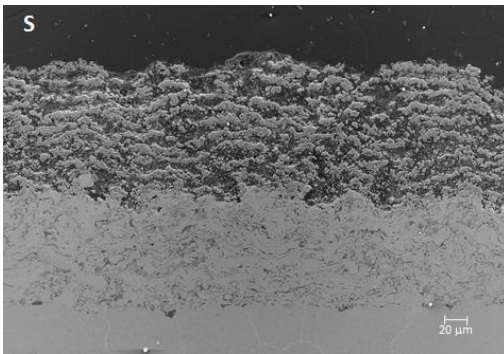
La caracterización microestructural se llevó a cabo en un FESEM (Ultra 55, Zeiss, Alemania) en superficie y sección transversal con 10 kV mediante detección de electrones secundarios. Las muestras fueron preparadas con un pulido de hasta 0,25 µm. Se realizó un microanálisis por energía dispersiva de rayos X (Oxford Instrumental, Reino Unido) acoplado al FE-SEM que permite realizar un análisis químico en diferentes zonas del recubrimiento.

Los recubrimientos de Y-TZP/Al₂O₃, como se observan en la figura 2, muestran una estructura laminar formada por placas de splats fundidos y áreas de partículas parcialmente fundidas, con capas de bajo espesor entre 7 y 15 µm tal y como es habitual en los recubrimientos SPS Carnicer et al [8]. Además, las zonas parcialmente fundidas presentan una forma alargada y se localizan entre los splats fundidos formando una estructura intercalada.

En la figura 3 se aprecian las diferentes fases de un recubrimiento de Y-TZP/Al₂O₃. Las zonas claras corresponden a regiones ricas en Y-TZP mientras que las zonas oscuras corresponden a poros y regiones ricas en Al₂O₃. En las zonas parcialmente fundidas se aprecian las partículas de Y-TZP y de Al₂O₃ mientras que en las zonas fundidas la mayor parte corresponde una región gris con mezcla de AlO₂ y Y-TZP deduciéndose que se ha producido una mezcla eutéctica.



a)



b)

Figura 2. Sección transversal de recubrimientos diferentes: a) Y-TZP/ Al_2O_3 ; b) SiC-reforzando Y-TZP/ Al_2O_3 .

En la figura 4, se muestra el nivel de partículas parcialmente fundidas tanto de la Al_2O_3 y la Y-TZP, de aquí se puede inferir que estas partículas parcialmente fundidas son las responsables de la separación de capas observadas en la figura 2.

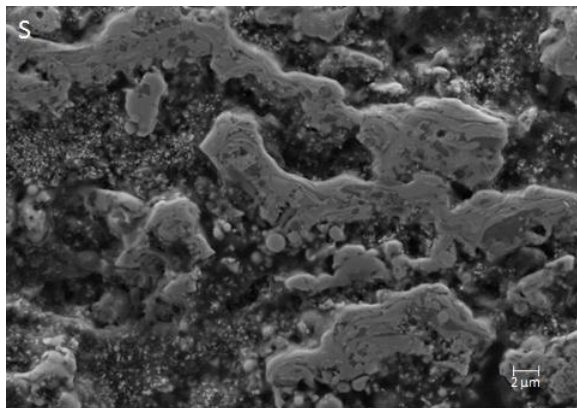


Figura 3. Micrografía FE-SEM 2500x de un recubrimiento de Al_2O_3 /Y-TZP.

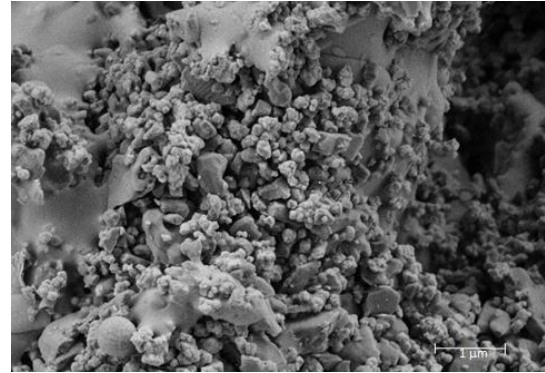


Figura 4. Micrografía FE-SEM a 15000x de Y-TZP/ Al_2O_3 .

3.2 Análisis por eventos de EA

En la gráfica de la figura 5 se puede apreciar un amortiguamiento sustancial de la cantidad de eventos en cada nuevo ciclo de carga, considerando que se está flexionando fundamentalmente en el rango elástico del metal base y el sustrato de anclaje, sin embargo se generan grietas en la barrera térmica, de ahí su constante generación de eventos acústicos, tanto en la serie R como en la S.

Llama la atención que durante la descarga también se generan eventos de EA, que se identifican por el patrón de frecuencias asociados a grietas Modo I y Modo II, este fenómeno, Eleni et al [9] lo atribuyen a la separación y deslizamiento del refuerzo en su material y que en este caso puede ser debido a un reacomodo de las superficies fracturadas ya que aún no hay presentes procesos de delaminación.

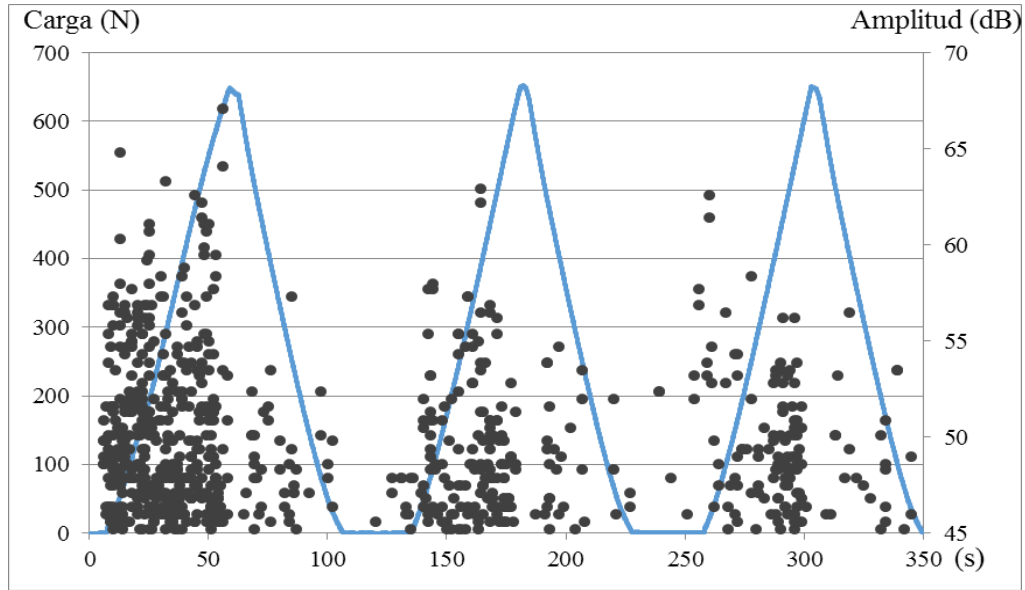


Figura 5. Superposición de amplitud de eventos y Fuerza vs tiempo probeta R1A.

Para evaluar este fenómeno se planteó la opción del ensayo 2, tabla 5, en donde en el ensayo no se descarga la probeta, sino que se le da un tiempo de relajación de 5 s y luego se sigue cargando hasta una deformación determinada, ya en el rango plástico del metal base, y un período de relajación, esto con la finalidad de evaluar una posible condición de trabajo y tratar de evaluar el fenómeno acústico

antes descrito.

En la gráfica de la figura 6 se representan los primeros 160 s del ensayo, en este se visualiza una gran concentración de eventos en los primeros 40 s, es decir a fuerzas inferiores a los 470 N, empleando la ecuación 1, se obtiene que, para una carga de 470 N el esfuerzo en la capa de barrera térmica es de 330 MPa.

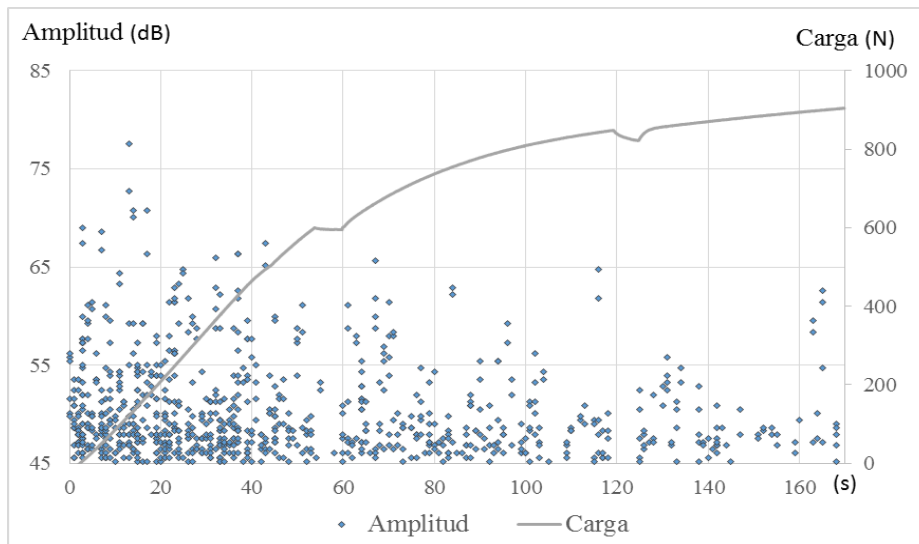


Figura 6. Superposición de amplitud de eventos y fuerza Vs tiempo probeta R1B.

Lo que llama la atención es que los eventos de fallo aparecen desde el inicio del ensayo es decir a niveles de esfuerzo casi nulos, en contraposición a los valores presentados por Kondoh et al [11] en donde, para un material similar al empleado, obtienen esfuerzos de fluencia a tracción superior a los 700 MPa. M. Surgeon [12] encuentra eventos a niveles elevados de esfuerzo en BMAS (silicato de magnesio y bario). L Boatemaa [13] sugiere que la magnitud del esfuerzo residual en la barrera térmica depositada, depende del coeficiente de expansión térmica y del módulo elástico del material. Esto claramente indica que, la elevada densidad de discontinuidades, zonas parcialmente fundidas y porosidad son grandes concentradores de esfuerzo, ver figura 7 y, si a esta microestructura, se le adiciona las tensiones residuales producto del proceso de deposición y choques térmicos se tiene la razón de este comportamiento tan deficiente. Además, se puede apreciar como en los intervalos de relajación, tiempos estacionarios a un mismo desplazamiento, entre los segundos 54 al 59 o 119 al 124 aparece un silencio que, inmediatamente después que se reanuda el ensayo, aparecen nuevos eventos, lo que claramente revela que en el recubrimiento cerámico no hay ningún tipo de relajación o alivio de tensiones durante el período de distensión, esto se constata porque, por un lado, podría haber eventos durante el período de latencia y un posible reacomodo del cerámico y por el contrario, no presenta eventos y por el otro lado, que apenas comienza el desplazamiento, inician también los eventos acústicos. Así mismo, se puede notar que en el período de relajación, fundamentalmente

en la región de plasticidad de metal base por el simple hecho de detener el ensayo, el material muestra un claro descenso de tensiones desde 850 hasta 820 N casi un 4% de recuperación elástica, esta relajación es netamente del metal base ya que no genera eventos acústicos en el material.

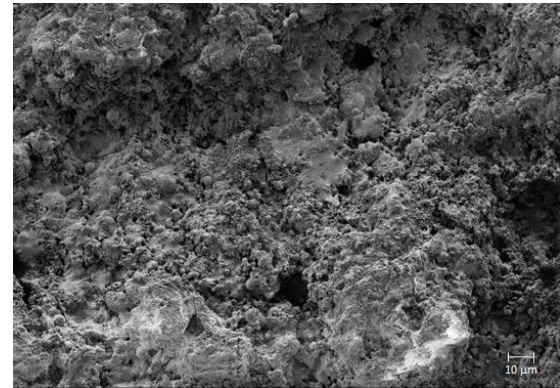


Figura 7. SEM x2500 superficie de la serie S

3.3 Análisis Energía Acumulada

En la figura 8 se representa el comportamiento promedio de la energía acumulada-cuentas Vs tiempo para las seis probetas de la serie R, sin adición de autosellante. Se aprecia que existen dos intervalos claramente identificados, el primero hasta los 400 s aproximadamente donde la energía y el número de cuentas son proporcionales entre sí con una relación de 3,21 y el segundo donde la relación energía-cuentas es ligeramente inferior con un valor de 3,02, ver tabla 6.

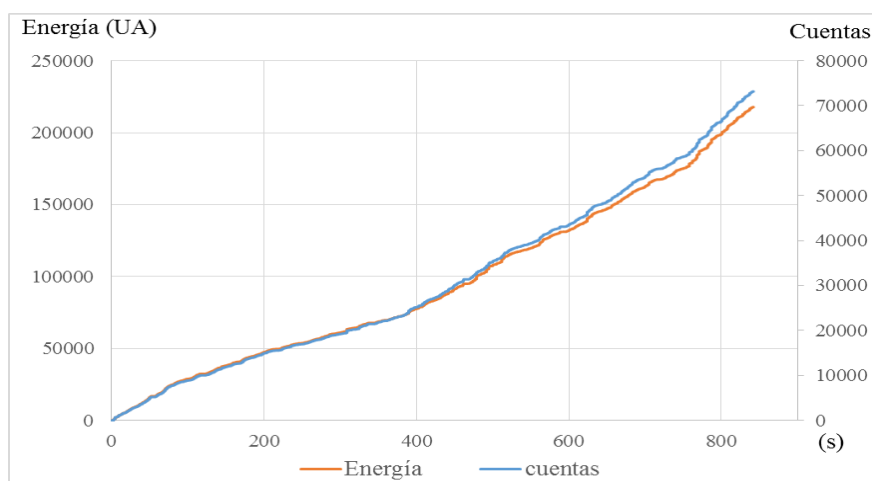


Figura 8. Gráfico energía acumulada-cuentas vs tiempo de la serie R.

En el caso de la figura 9 que representa el comportamiento promedio de la energía acumulada por eventos de las seis probetas de la serie S, probetas con agente sellante con 15% de SiC, se puede apreciar que se presentan tres intervalos definidos. El primero de 0 a 20 s donde la energía y el número de cuentas son proporcionales con un

factor de 3,23, una segunda región de 20 a 400 s donde la energía es ligeramente superior al número de cuentas con un factor de 3,32 y un tercer lapso que va desde los 400 hasta los 800 s donde las cuentas superan a la energía con un valor de 3,02, tal como se resume en la tabla 6.

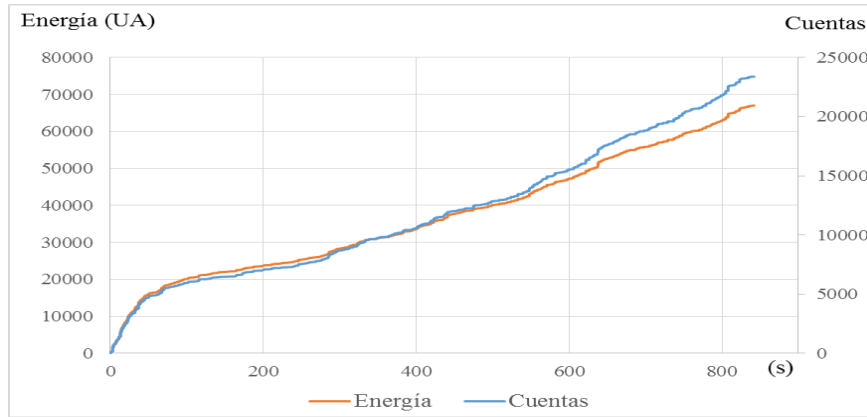


Figura 9. Gráfica de Energía acumulada, número de eventos vs tiempo de la serie S.

Tabla 6. Relación entre energía y eventos de las series R y S.

	0~20	20~400	400~800	Promedio total
Serie R	3,22±0,18	3,21±0,04	3,02±0,03	3,10±0,17
Serie S	3,23±0,17	3,32±0,07	3,02±0,09	3,18±0,18

En ambos casos, serie R y S, el primer intervalo 0~20 s, se atribuye a la formación de grietas Modo I en la cerámica, debido a esfuerzos normales en ésta, con una relación de energía/eventos de 3,22 para la serie S y 3,23 en la R. Estos valores similares indican que la generación de grietas y/o crecimiento de microgrietas en esta primera etapa, se debe fundamentalmente al mismo fenómeno, producto de las tensiones residuales en la capa cerámica. La adición de SiC, Serie S, no modifica el comportamiento en esta primera etapa.

La segunda etapa 20~400 s, pone de manifiesto que la adición de SiC en el recubrimiento (serie S), incrementa la relación de energía/eventos, en este caso con un valor más alto, 3,32 contra un 3,21 de la serie R, lo que claramente indica una mayor liberación de energía por evento. La adición de SiC en la matriz de Al₂O₃/Y-TZP actúa como un concentrador de tensiones que favorece la formación de grietas en Modo II liberando una mayor cantidad

de energía por evento.

El tercer lapso 400~800 s, con una relación más baja de energía que eventos, debido a que la propagación de las delaminaciones en las barreras térmicas, pueden generar diferentes modos de fractura Jiang et al [14]. En este caso se generan algunas delaminaciones con un relativo alto nivel energético y el colapso de muchas pequeñas grietas de corta longitud en Modo I y II con muy bajo nivel energético tal como lo describen Keshtgar y Modarres [15].

La figura 10 esquematiza la forma de las diferentes grietas que se presentan en la capa cerámica de la barrera térmica, así como su patrón evolutivo.

La figura 11 a) muestra una micrografía de una grieta superficial en Modo I y la figura 11 b) una delaminación.

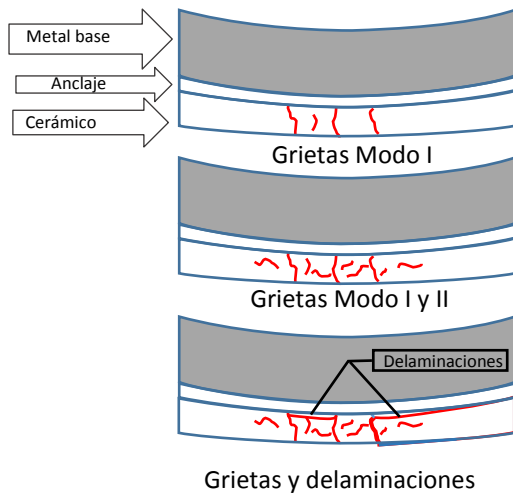


Figura 10. Esquema del modo de grietas.

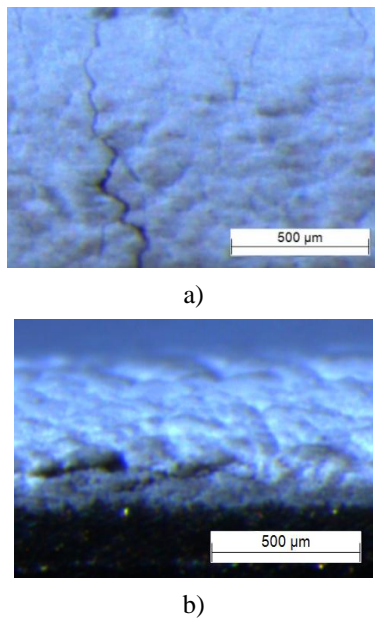


Figura 11. Esquema del modo de fallo a), fracturas Modo I, b), delaminaciones.

3.4 Análisis energía entre series

Tal como se observa en la tabla 6, a pesar de la diferencia microestructural, la relación energía/eventos de manera general está en torno a 3,10 para la serie R y 3,18 para serie S. De estos resultados se puede inferir que, en ambas series, cada evento que genera una grieta liberará aproximadamente la misma energía. Sin embargo, tal como se aprecia en la figura 12, se puede distinguir que en los primeros 20 s la relación energía liberada es similar.

El grado de porosidad, partículas parcialmente fundidas e inclusiones de SiC presente en la serie S no parece tener importancia en este primer lapso, lo que es acorde con lo expuesto por Berndt et al [16] quienes indicaron que la actividad de emisión acústica se debe al micro agrietamiento entre poros y de los “puentes” entre las láminas producidas por cúmulos de partículas bien fundidas tal como se aprecia en la figura 13 a y b respectivamente. Es evidente que la serie S se comporta como un material fundamentalmente fragmentado, en donde a lo largo de este primer lapso, se fractura la mayor parte de las conexiones entrelazadas entre las láminas continuas del material y de ahí la disminución sustancial de la pendiente de energía y de eventos en la serie S en el siguiente período.

Adicionalmente, se nota en la figura 12 que a partir de los 400 s en la serie R, se incrementa ligeramente la pendiente de energía, este fenómeno se justifica con la aparición de nuevos eventos, las delaminaciones que a su vez por liberación de tensiones y reorientación de la capa cerámica puede dar a lugar nuevas grietas Modo I, fundamentalmente por el menor nivel de poros y partículas parcialmente fundidas.

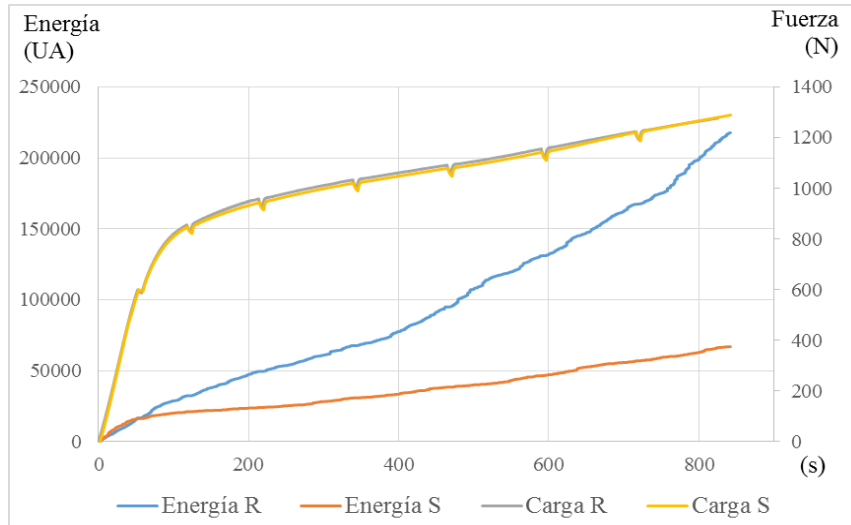
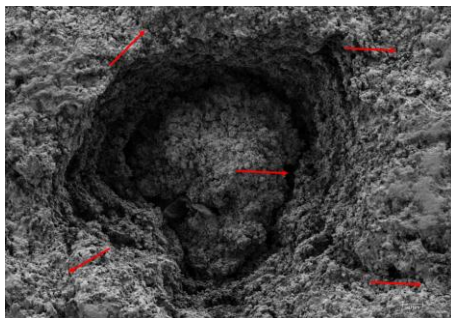
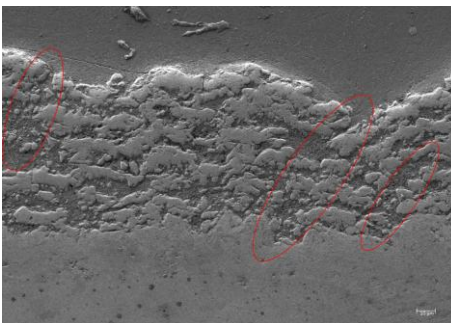


Figura 12. Grafica Fuerza-tiempo, Energía-tiempo.



a)



b)

Figura 13. a) SEM grietas superficiales Serie S X250 b) SEM corte transversal serie S x500.

3.5 Análisis número de eventos por series

Es importante destacar que ante el mismo ensayo las probetas de la serie R generan una mayor cantidad de eventos que las correspondientes a la serie S, como puede observarse en la figura 14. La razón de este comportamiento se debe fundamentalmente a la gran cantidad de partículas parcialmente fundidas que aunados al mayor nivel de porosidad tal como lo plantea Park et al [17], quienes exponen que la preexistencia de grietas, defectos e inclusiones de SiC, lo hacen fundamentalmente agrietado, de ahí su bajo nivel de eventos.

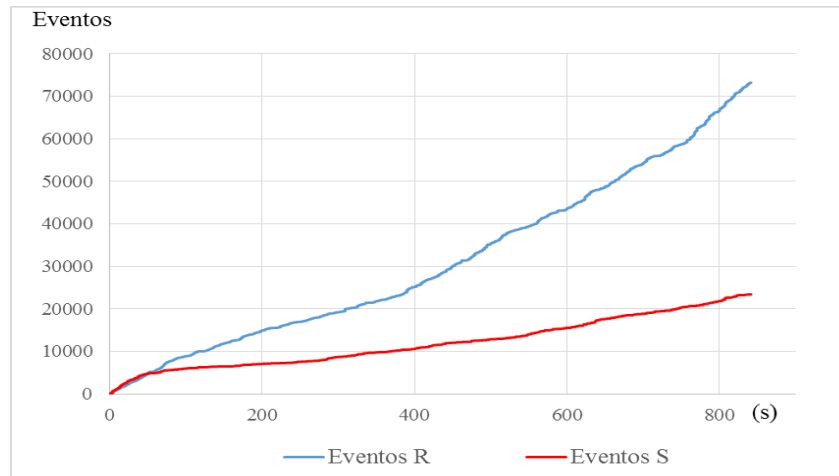


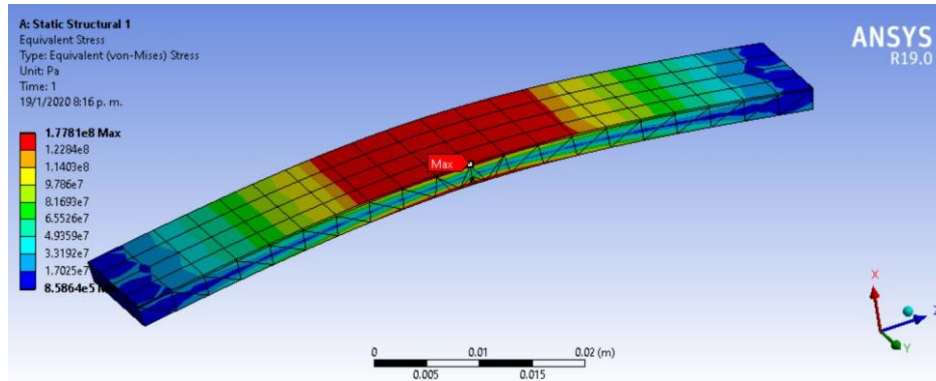
Figura 14. Comparación del número de eventos entre las series S y R.

3.6 Modelado por elementos finitos

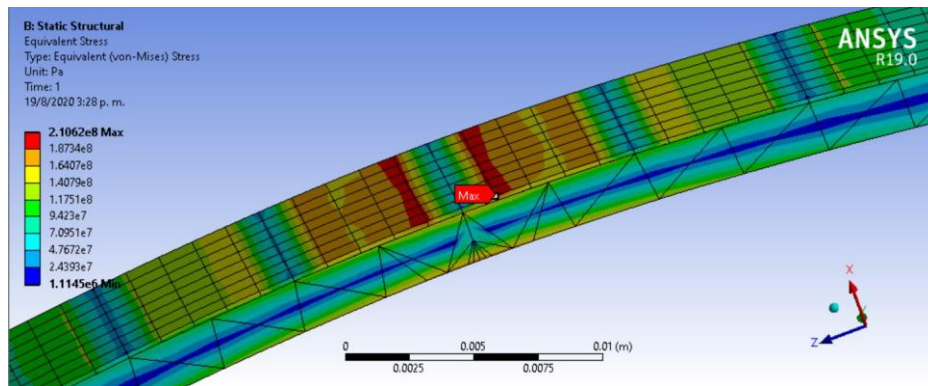
Para corroborar el planteamiento de material agrietado, se realizó una simulación por elementos finitos en ANSYS de un modelo con una barrera continua, figura 15 a), y otro con una barrera segmentada de 10 mm de longitud, figura 15 b), esta última emulando la fragmentación que se presenta en la serie S como se aprecia en la figura 13 b). Este modelado muestra que con solo seccionar el material en diez fragmentos, contrario a lo que podría esperarse, se presenta un ligero incremento en los esfuerzos en el recubrimiento cerámico, aproximadamente a un tercio de cada sección, figura 15 b). Esto sin duda justifica el incremento de energía que presenta la serie S respecto de la serie R en la segunda etapa, ya que sería el efecto desencadenante para fracturas en Modo I y II con mayor nivel energético, lo cual concuerda con lo reportado por C Palacio [18], quien señala que los vacíos y grietas en el recubrimiento representan discontinuidades en la estructura y, por lo tanto, facilitan el desarrollo de gradientes de esfuerzo

alrededor de dichas discontinuidades, por lo que se incrementa la sensibilidad al daño localizado en las zonas adyacentes a las discontinuidades presentes en el recubrimiento.

No obstante, esto no justifica la disminución de eventos que presenta la serie S en la segunda y tercera etapa, es decir a partir de los 20 segundos. Para ello se realizó un modelo en donde, en la zona central de la probeta, los segmentos son un poco mas pequeños en este caso, 1 mm, figura 16, acercandose un poco más a la realidad microestructural del recubrimiento a medida que se fracturan los puentes entre segmentos. Como se puede observar en este modelo, figura 16, la reducción de esfuerzos en la barrera cerámica es notoria, fenómeno que aclara la disminución de eventos en las zonas 2 y 3 observada en la figura 14.



a)



b)

Figura 15. Simulación por elementos finitos a) placa con recubrimiento continuo b) placa con recubrimiento segmentado.

1

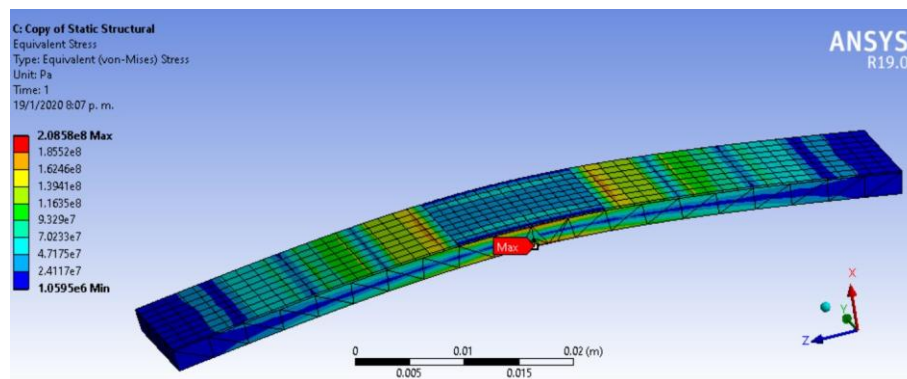


Figura 16. Simulación por elementos finitos de la reducción de esfuerzo debido a la fragmentación en segmentos de 1 mm

3.7 Análisis de frecuencias

Diversos autores infieren que el contenido de frecuencias de la onda es afectada por el tipo de grieta [5, 10, 19]. Wang et al [5] definen tres franjas de frecuencias de EA para el metal base-sustrato (superalloy-intermetálico), y cuatro para el conjunto

metal base-sustrato-recubrimiento en el rango de 125~175, 175~225, 225~300 y 300~400 kHz. Adicionalmente expresan que las frecuencias varían en función del metal base y/o tipo de recubrimiento. Por otro lado, Zhou [19] indica que la frecuencias de 140 kHz corresponde a deformación del sustrato,

220~250 kHz a grietas verticales y 80~100 kHz a delaminación interfacial.

Tal como referencia Wang et al [5] el rango de frecuencia entre 130~160 se atribuye al deslizamiento de las dislocaciones en el metal base y a la sensibilidad pico del sensor a la frecuencia (150kHz) que es de -64 dB. Comparando los resultados obtenidos con los dos sensores en este trabajo VS 150 M y VS 700 D, se puede advertir que ciertos patrones atribuidos a un fenómeno con un sensor, no aparecen, o son menos notorios, con el otro. Esto se pone de manifiesto con el análisis de las curvas de sensibilidad de los sensores, figura 17 [20]. El pico del sensor VS150 M a 150 kHz tiene 20 dB más que la sensibilidad del VS 700 D a la misma frecuencia, de igual manera la sensibilidad a 400 kHz el sensor VS 700 D tiene una sensibilidad 12 dB menor, sin embargo, a mayores frecuencias la sensibilidad del VS 700 D es mucho mejor.

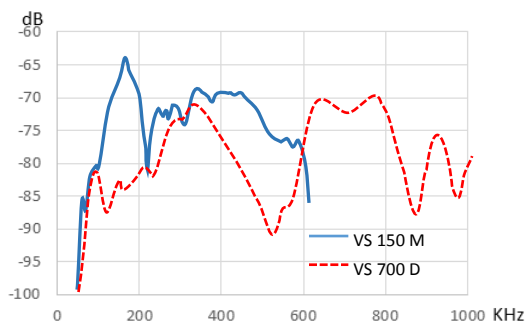


Figura 17. Comparación respuesta entre sensores.

Llevando a cabo las transformadas de wavelet en donde se puede obtener los coeficientes generales de wavelet en función de la frecuencia de cada evento tal como se puede apreciar en las figuras 18 a 21. Donde se obtiene información sobre cuál es la máxima energía de un evento en función de la frecuencia durante ese período (línea verde) y también la energía en un instante determinado con su correspondiente distribución de frecuencias (línea roja). Para discriminar los eventos y frecuencias asociadas al metal base y capa intermedia de anclaje se llevaron a cabo diversos ensayos con probetas de metal base + capa intermedia (AISI 304-Amdry 997) con ambos sensores, VS 150 M y VS 700 D. Se obtuvo que las frecuencias de 175 kHz sensor VS150M y sensor VS 700D es la frecuencia asociada al corrimiento de dislocaciones en este sustrato-intermedio.

En los ensayos a las probetas de la serie R y S aparecen un abanico de frecuencias que se asocian a diferentes tipos de fallo. Tomando como punto de partida la división de etapas expuesta en el apartado 3.3 en el primer lapso 0~20 s, los esfuerzos generados en las probetas en el ensayo de flexión, solo se crean o propagan grietas perpendiculares a la superficie, Modo I, con eventos acústicos de frecuencias relativamente bajas, un cúmulo en torno a 100~120 kHz en ambos sensores. En la figura 18 se puede apreciar, como en un instante dado 25 μ s, línea roja, aparece un pico sobre los 100 kHz asociado a una fractura en Modo I y otro pico sobre los 175 kHz que se relacionan con el corrimiento de dislocaciones en el metal base.

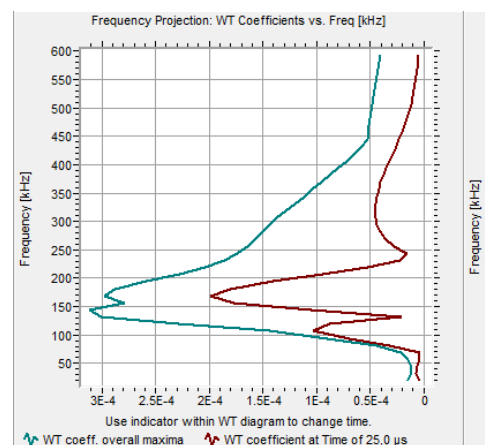
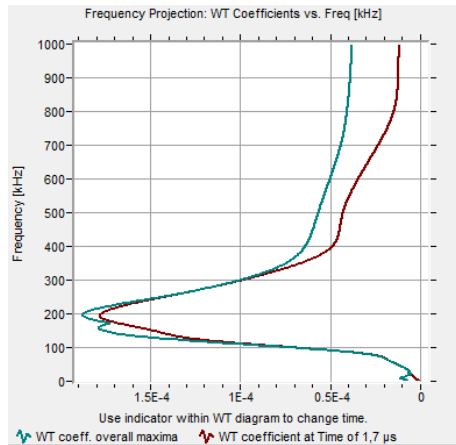


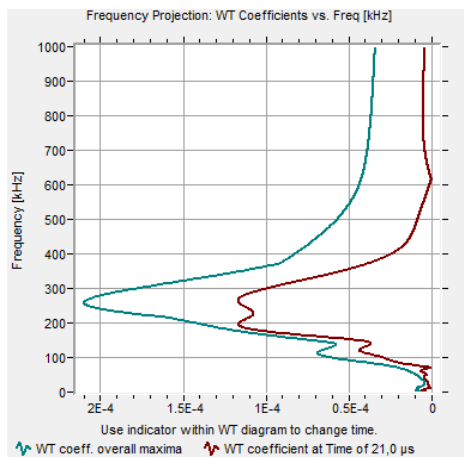
Figura 18. Wavelet correspondiente a 13 s Serie R

En la segunda etapa 20~400 s empiezan a aparecer eventos a mayores frecuencias de hasta 300 kHz. En el caso de la serie S en donde la adición del SiC genera concentradores de esfuerzos y discontinuidades incrementando la fragilidad, que favorece la generación de fallos Modo II los cuales se asocian a frecuencias entre los 250~325 kHz, con un elevado nivel energético con más de 0,0012 unidades siendo esta la razón de la mayor relación energía/cuentas como se señaló en la figura 9.

La figura 19 a) correspondiente al segundo 48 y la figura 19b) correspondiente al segundo 65, donde se aprecia un pico a 200 kHz con un coeficiente de Wavelet mayor a $1,5 \times 10^{-4}$ en el primer caso figura 19 a) y en la figura 19 b) un pico a 275 kHz con un coeficiente mayor a 1×10^{-3} , sustancialmente un elevado nivel energético, patrones de frecuencia que se asocian a fracturas en Modo II.



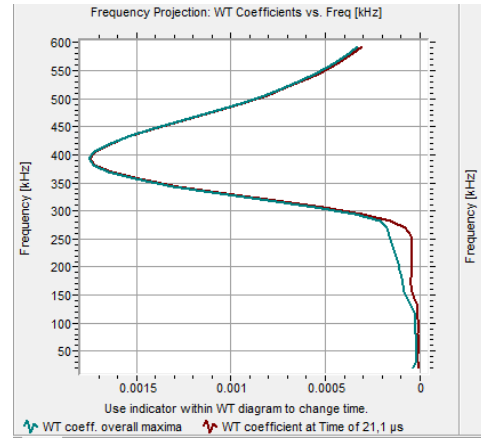
a)



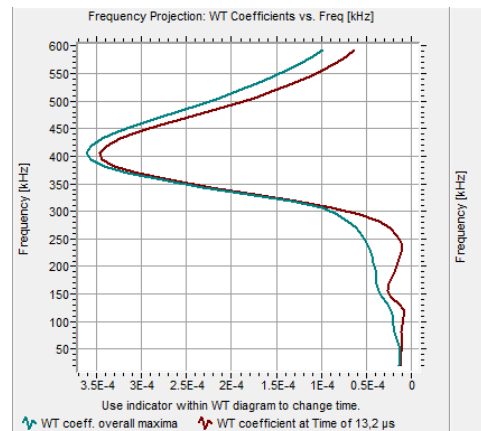
b)

Figura 19. Wavelet correspondiente a la serie S a) 65 s (VS 150M), b) 48 s (VS 700 D) correspondiente a la zona 2.

La zona III 400~800 s se caracteriza por procesos de delaminación que se confirma por la aparición de eventos acústicos de alta frecuencia 400 kHz como se aprecia en la figura 20, en esta etapa la generación de delaminaciones sustrato-metal base y grietas Modo II y Modo III, con un nivel muy alto de energía, esta evidencia no concuerda con la relación energía acumulada/cuentas acumuladas de 3,02 (tabla 5). Esta aparente incongruencia se puede explicar cómo la suma de unas escasas delaminaciones, con gran energía, y un gran conglomerado de eventos por el colapso de pequeñas grietas Modo I con baja energía. Este fenómeno se confirma por una relación de más de 40 eventos de baja frecuencia por cada evento de delaminación en la serie R y 20 en la serie S.



a)

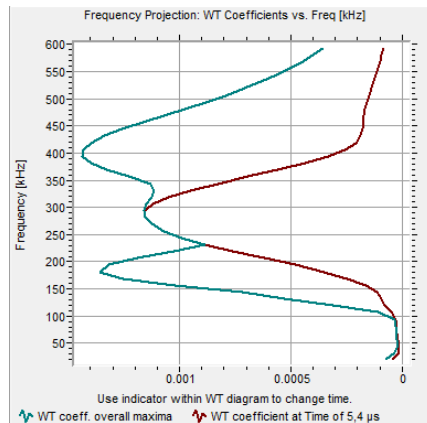


b)

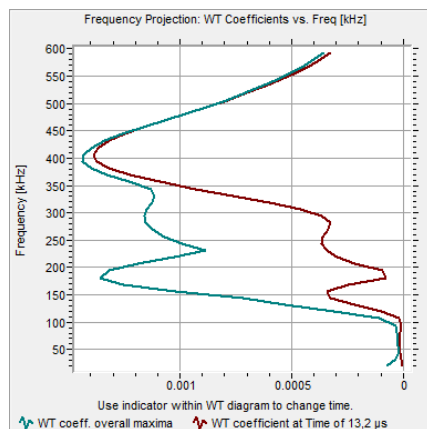
Figura 20. Wavelet correspondiente a un evento de delaminación a) Serie R, b) Serie S.

En las muestras de las series R y S los eventos de delaminación se corresponden con la aparición de eventos acústicos de 400 kHz con palpadores VS 150 M y 400, 700 u 800 kHz con palpadores VS 700 D, eventos que solo aparecen a partir de un esfuerzo en el cerámico de 785 MPa en la serie S y 845 MPa en las muestras de la serie R.

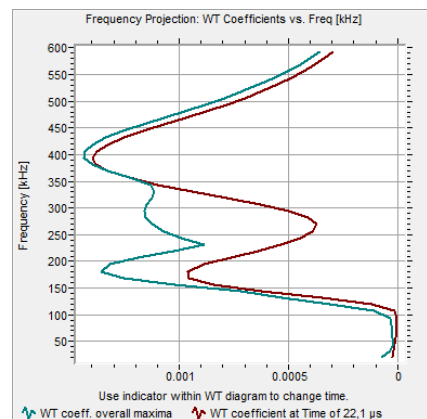
Se puede apreciar como en el mismo evento existe una evolución de las frecuencias producto del desarrollo de eventos en función del tiempo, al instante 5,4 μ s, figura 21 a), se distingue en la curva roja (275 kHz) correspondiente a una grieta Modo II que desencadena en el instante 13,2 μ s, fig 21 b) un desplazamiento de la curva a (400 kHz) que denota una delaminación y en el instante 22,1 μ s, figura 21 c), un par de picos a 400 kHz y 175 kHz correspondiente a la continuidad de la delaminación (400 kHz) y un evento de corrimiento de dislocaciones del metal base (175 kHz).



a)



b)



c)

Figura 21. Evolución de fallos en un evento, a) instante 5,4 μ s, b) instante 13,2 μ s, c) instante 22,1 μ s.

4. CONCLUSIONES

Del estudio realizado se puede concluir que la emisión acústica es una herramienta de gran utilidad en el estudio del comportamiento mecánico de las barreras térmicas. La selección adecuada del sensor de EA facilita la discriminación de frecuencias y su

análisis. El análisis mediante las transformadas de wavelet facilita el estudio y análisis de los espectros de sonido registrados, pese a la elevada densidad de defectos microestructurales, porosidad y partículas parcialmente fundidas que combinado con las tensiones térmicas en la propia barrera hacen que el efecto Káiser y el factor de felicidad no puedan emplearse en este sistema.

En el ensayo a flexión, la generación de grietas se detecta a niveles muy bajos de esfuerzo, así como un elevado índice de eventos en las barreras térmicas estudiadas.

La adición del SiC disminuye sustancialmente la tenacidad de la barrera, asociada a su capacidad de agrietamiento, ya que se registran hasta tres veces menos eventos con esfuerzos mayores a 300 MPa, no obstante, para esfuerzos inferiores a los 300 MPa ambas barreras poseen un comportamiento mecánico similar.

Se han detectado e identificado tres patrones de frecuencia asociados al modo de agrietamiento de la barrera térmica. Se distingue un patrón de 100~120 kHz para fracturas tipo Modo I, otro patrón de 250~325 kHz para fracturas Modo II, III y por último un patrón de 400, 700 y 800 kHz para delaminaciones.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el aporte financiero del Ministerio de Economía, Industria y Competitividad del Gobierno de España, (MINECO), por el proyecto MAT2015-67586-C3, y RTI 2018-099033-C3. A. Borrell al proyecto RyC-2016-20915

6. REFERENCIAS

- [1]. Marino K. A., Hinnemann B. y Carter E. A, "Atomic-scale insight and design principles for turbine engine thermal barrier coatings from theory" En: Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America Vol. 108, No. 14 (2011), pp. 5480-5487
- [2]. Van der Zwaag S, Van Dijk N, Jonkers H, Mookhoek S, Sloof W. Philantropical Transactions of the Royal Society. 2009; 367 A: 1689–1704
- [3]. Bekas D, Tsirka G, Baltzis D, Paipetis A. Composites. 2016; 87 B: 92-119.
- [4]. Ouyang T, Fang X, Zhang Y, Liu D, Wang Y, Feng S, Zhou T, Cai S, Suo J. Surface & Coatings Technology. 2016; 286: 365–375.
- [5]. Wang L, Ni J, Shao F, Yang J, Zhong X, Zhao H, Liu C, Tao S, Wang Y, Li D, Journal of Thermal

- Spray Technology. 2017; 26 (1–2): 116–131
- [6]. Drozdov A, Galenko V, Gogotsi G, Swain M, Journal of the American Ceramic Society. 2005; 74: 1922 – 1927
- [7]. Stavrakasa I, Triantisa D, Kourkoulisb S, Pasioub E, Dakanalib I, Latin American Journal of Solids and Structures. 2016; 13(12): 2283-2297
- [8]. Carnicer V, Orts M, Moreno R, Sánchez E, Ceramics International. 2018; 44: 12014-12020
- [9]. Eleni T, Livitsanos G, Remy O, Aggelis D, “Damage assessment of novel pre-fabricated concrete elements based on acoustic emission measurements and kaiser/felicity effect analysis” En: 14th International Conference titled “Application of Contemporary Non-destructive testing in Engineering (2017)
- [10]. Ma X, Cho S, Takemoto M. Surface and Coatings Technology. 2001; 139(1): 55-62
- [11]. Kondoh J, Shiota H, Kawachi K, Nakatani T, Journal of Alloys and Compounds 2004; 365: 253–258.
- [12]. Surgeon M, Vanswijgenhoven E, Wevers M, Van Der Biest O, Composites. 1997; 28A: 473-480
- [13]. Boatemaa L, Self-healing Al₂O₃ ceramics: Selection and testing of novel healing particles PhD Thesis Delft University of Technology, Delft, Países Bajos (2018)
- [14]. Jiang P, Fan X, Sun Y, Li D, Li B, y Wang T Materials & Design.2017; 132: 559-566
- [15]. Keshtgar A, Modarres M, Chemical Engineering Transactions V. 33, (2013): 547-552.
- [16]. Berndt C, Lin C, Leigh S-H. Journal of Thermal Spray Technology. 1998; 7(3): 334-336
- [17]. Palacio C. Revista Chilena de Ingeniería. 2011; 19(3):323-335
- [18]. Park J, Kim J, Lee K. Journal of Materials Processing Technology. 2007; 187: 537-541
- [19]. Zhou M., Yao W, Yang X, Peng Z, Li K, Dai C, Mao W, Zhoua Y, Lu C. Surface and Coatings Technology. 2014; 240: 40-47
- [20]. <https://www.vallen.de/sensors/> consultado 16-10-2019

7. MINIBIOGRAFÍA DE AUTORES



DAVID JERÓNIMO BUSQUETS MATAIX Catedrático de Universidad en el Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales, en el Área de Materiales de la UPV. Desarrolla su actividad investigadora en el Instituto de Tecnología de Materiales (ITM). Sus líneas de trabajo se centran en aleaciones ligeras, espumas, materiales compuestos y cerámicas avanzadas. Lidera un Grupo de investigación focalizado en el desarrollo de cerámicas funcionales y en procesos de consolidación avanzados. (ORCID: 0000-0002-0473-5093 X, SCOPUS: 7005353589)



CARLOS BLOEM profesor titular jubilado de la Universidad de los Andes en Venezuela, institución donde recibió el título de Ingeniero Mecánico; y posteriormente obtuvo su Doctorado en Ingeniería Industrial en la Universitat Politècnica de Valencia España, donde trabaja actualmente como investigador en el Instituto de Tecnología de Materiales. Sus trabajos abarcan temas relacionados con: aleaciones ligeras, fenómenos de fatiga, procesos de endurecimiento, materiales compuestos y materiales cerámicos, entre otros. (ORCID: 0000-0003-1169-3255)



AMPARO BORRELL investigadora en la Universitat Politècnica de València (España). Doctora en Ciencia de Materiales por el Centro de Investigación en Nanomateriales y Nanotecnología CINN-CSIC. Su investigación se centra en la síntesis y caracterización de materiales cerámicos avanzados de alto valor añadido para aplicaciones industriales. Su actual línea de investigación abarca la utilización de técnicas de sinterización convencionales y no-convencionales (Spark Plasma Sintering, Flash Sintering y Microondas). (ORCID: 0000-0003-4292-4538. www.upv.es/ficha-personal/ABORRELL)



MARIA DOLORES SALVADOR Catedrática de Universidad en el Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales, en el Área de Materiales de la UPV. Desarrolla su actividad investigadora en el Instituto de Tecnología de Materiales (ITM). Sus líneas de trabajo se centran en aleaciones ligeras, materiales compuestos y cerámicas avanzadas. Lidera un Grupo de investigación focalizado en el desarrollo de cerámicas funcionales y en procesos de consolidación avanzados. (ORCID: 0000-0002-4242-478X, SCOPUS: 35196898700)