

Diseño de experimentos para mejorar los parámetros de proyección de recubrimientos de YSZ mediante proyección por plasma atmosférico

Design of Experiments to enhance spraying parameters for YSZ coatings via Atmospheric Plasma Spraying

Jhonattan de la Roche¹  Alexander Arboleda¹  Lina María Chica²  Alejandro Toro² 

¹ 1Tribology and Surfaces Group, Universidad Nacional de Colombia. Medellín, Colombia

² GICI, Universidad de Medellín. Medellín, Colombia

¿Cómo citar?

De la Roche J, Arboleda A, Chica LM, Toro A. Diseño de experimentos para mejorar los parámetros de proyección de recubrimientos de YSZ mediante proyección por plasma atmosférico. Ingeniería y Competitividad, 2025, 28(1)e-20114980

<https://doi.org/10.25100/iyc.v28i1.14980>

Recibido: 16/06/25

Revisado: 15/09/25

Aceptado: 26/01/26

Online: 5/02/26

Correspondencia

jdey@unal.edu.co

Resumen

Objetivos: Implementar la metodología de Diseño de Experimentos (DOE) para obtener los parámetros de proyección en la deposición de circonia estabilizada con ítria (YSZ) sobre Inconel 625 mediante proyección térmica por plasma atmosférico (APS).

Metodología: Se implementó un diseño factorial 3² con tres repeticiones, en el cual los factores fueron la corriente eléctrica y el flujo de hidrógeno. Las variables respuesta fueron la velocidad media y la temperatura de las partículas en vuelo. La calidad de los recubrimientos se evaluó en función del porcentaje de fase tetragonal, la porosidad y el espesor.

Resultados: Las muestras depositadas entre 430 A y flujos de H₂ de 7 y 9 NLPM exhibieron las características más sobresalientes. La muestra depositada a 430 A y 7 NLPM de H₂ fue sometida a pruebas de choque térmico.

Conclusiones: La muestra depositada a 430 A y 7 NLPM de H₂ demostró un rendimiento superior al de recubrimientos similares documentados en la literatura científica.

Palabras clave: recubrimientos de YSZ, APS, parámetros de proyección, Diseño de experimentos

Abstract

Objectives: To implement the Design of Experiments (DOE) methodology to obtain the projection parameters for the deposition of yttria-stabilized zirconia (YSZ) on Inconel 625 by atmospheric plasma spraying (APS).

Methodology: A 3² factorial design with three repetitions was implemented, in which the factors were the electrical current and the hydrogen flow rate. The response variables were the mean particle velocity and the particle temperature in flight. Coating quality was evaluated in terms of tetragonal phase content, porosity, and coating thickness.

Results: The samples deposited at 430 A and hydrogen flow rates of 7 and 9 NLPM exhibited the most outstanding characteristics. The sample deposited at 430 A and 7 NLPM of H₂ was subjected to thermal shock tests.

Conclusions: The sample deposited at 430 A and 7 NLPM of H₂ demonstrated superior performance compared to similar coatings reported in the scientific literature.



Keywords: YSZ coatings, APS, Spraying parameters, Design of Experiments

¿Por qué se realizó este estudio?

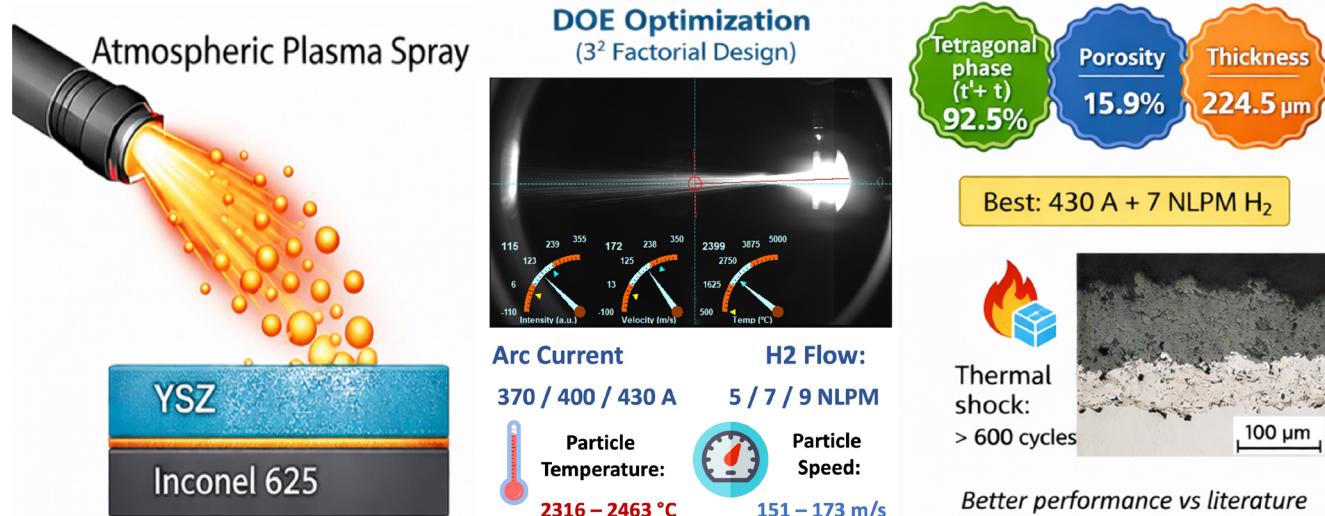
Este estudio se realizó como parte de un proyecto más amplio con Empresas Públicas de Medellín (EPM) para apoyar la implementación de la tecnología de pulverización de plasma atmosférico (APS) para la reparación y protección de componentes de la trayectoria de gas caliente en turbinas de gas termoeléctricas. En este contexto, fue necesario optimizar los parámetros de deposición de los recubrimientos de barrera térmica (TBC) de YSZ sobre Inconel 625, garantizando condiciones adecuadas de partículas en vuelo y logrando recubrimientos con características microestructurales y de fase idóneas para el servicio a alta temperatura.

¿Cuáles fueron los hallazgos más relevantes?

Los hallazgos más relevantes fueron que un enfoque de Diseño de Experimentos (DOE) identificó con éxito las condiciones de pulverización de APS que produjeron la mejor calidad de recubrimiento. La combinación de caudales de 430 A y H₂ dentro del rango de 7-9 NLPM resultó en recubrimientos con características favorables, incluyendo un alto contenido de fase tetragonal (92,5%), porosidad controlada (15,9%) y un espesor adecuado (225 µm). Además, el estudio estableció una clara relación entre la temperatura de las partículas en vuelo (2310–2470 °C) y la velocidad (150–172 m/s) y los resultados clave del recubrimiento, como la microestructura, el espesor, la porosidad y la composición de la fase cristalina. Finalmente, la condición de recubrimiento optimizada (430 A + 7 NLPM H₂) demostró un excelente rendimiento en las pruebas de choque térmico, soportando más de 600 ciclos, superando así el rendimiento de recubrimientos similares descritos en la literatura.

¿Qué aportan estos hallazgos?

Estos hallazgos aportan una metodología sistemática y transferible para la optimización de parámetros de APS, que permite a los investigadores y a la industria vincular eficientemente los parámetros del proceso y los diagnósticos en vuelo con las propiedades finales del recubrimiento requeridas para aplicaciones específicas. La estrategia propuesta, basada en el DOE, proporciona un marco práctico para diseñar recubrimientos robustos de YSZ para aplicaciones de barrera térmica, lo que contribuye a un mejor rendimiento y fiabilidad en componentes de alta temperatura, como las piezas de la ruta de gas caliente de turbinas de gas.



Introducción

La generación de energía es una actividad industrial exigente que implica una búsqueda constante de mayores eficiencias y mejoras en la durabilidad de los componentes para satisfacer los requisitos del mercado. En el caso de la generación termoeléctrica, las mejoras implementadas en los últimos 30 años en el diseño y fabricación de componentes críticos han permitido aumentos significativos en las temperaturas de funcionamiento de las turbinas de gas. Entre estas mejoras se encuentran la formulación de nuevas aleaciones, el progreso en los procesos de fundición (componentes con solidificación direccional y monocristalina) y la implementación de canales de refrigeración internos en los componentes (1–3). Sin embargo, la mayor contribución a la eficiencia se hizo incorporando recubrimientos de barrera térmica (TBCs) en componentes expuestos a altas temperaturas, como la cámara de combustión, los revestimientos y los perfiles aerodinámicos de la primera etapa, permitiéndoles operar a temperaturas superiores al punto de fusión del material base (superaleación a base de níquel), que es aproximadamente 1300°C (4,5).

Un TBC está compuesto por 3 capas: la primera se llama capa de unión (BC), que generalmente es una aleación MCrAlY (donde M=Ni, Co o Ni+Co) se aplica directamente sobre el sustrato. La segunda capa es el óxido térmicamente cultivado (TGO), que se forma durante la oxidación del BC y proporciona una mayor resistencia térmica, barrera al oxígeno y adhesión a la capa superior (6,7). Finalmente, la capa superior (TC) es la capa en contacto con el entorno exterior a altas temperaturas. La circonia estabilizada por yttria (YSZ) con concentraciones entre el 7 y el 8 % en peso (4-4,5% en moles) se utiliza típicamente como TC debido a sus propiedades térmicas y mecánicas a altas temperaturas (8,9). Entre los procesos para depositar el TC, el Spray de Plasma Atmosférico (APS) es uno de los más utilizados para componentes de turbinas de generación termoeléctrica debido a su versatilidad y bajo coste (10). Además, la microestructura tipo splat y las características intrínsecas (poros y grietas) del proceso de pulverización de plasma proporcionan múltiples propiedades deseables requeridas para los componentes de las turbinas de gas, como menor conductividad térmica (es decir, 1,2 y 1,8 Wm^{-1K⁻¹}) (5), alto coeficiente de expansión térmica (~11x10⁻⁶ °C⁻¹), alta compasión y tolerancia a la deformación (11,12). Sin embargo, si el número de defectos es demasiado alto, las propiedades mecánicas del recubrimiento se ven afectadas, lo que lo hace susceptible a la delaminación por mecanismos como la erosión producida por daños por objetos extraños (FOD), comprometiendo la integridad de los componentes (13).

El número de defectos en un TC debe controlarse para mantener un equilibrio entre buenas propiedades térmicas, mecánicas y termomecánicas, asegurando la durabilidad del sistema TBC. Existen varios métodos para controlar los defectos de microestructura y TC, entre ellos el tipo de morfología de la materia prima (triturada o esferoida) y los parámetros de pulverización como la mezcla de gases (Ar + He o H₂), el flujo de gas y la velocidad de alimentación en polvo (14). Además, puede utilizarse un proceso alternativo de deposición llamado pulverización de plasma en suspensión (SPS) para obtener una microestructura columnar, y un proceso post-deposición como el acristalamiento láser que ayuda a controlar la cantidad de defectos a lo largo del TC, aumentando las propiedades termomecánicas y la resistencia a la corrosión en caliente producidas por CMAS o V₂O₅ (15–19). Sin embargo, estas alternativas requieren equipos especiales y costosos, un mayor control de los parámetros del proceso y la manipulación de reactivos especiales,

peligrosos o corrosivos, lo que requiere una gran inversión en tiempo y dinero para que la industria de los recubrimientos los implemente fácilmente para la pulverización de un componente o en investigaciones por parte de científicos dedicados a la pulverización de sistemas TBC.

Por otro lado, emplear sensores que midan la temperatura y la velocidad de partículas durante la pulverización es una opción viable tanto técnica como económicamente para un control preciso de los parámetros de pulverización, así como de la vida útil de los componentes de la pistola de pulverización. En este trabajo, se aplicó sistemáticamente la metodología de diseño de experimentos (DOE) para optimizar los parámetros de deposición de recubrimientos de Zirconia Estabilizada por Yttria (YSZ) sobre Inconel 625 utilizando el proceso de Pulverización de Plasma Atmosférico (APS). Este enfoque riguroso permitió la exploración exhaustiva de la corriente de arco eléctrico y el caudal de hidrógeno, midiendo los cambios en la temperatura y velocidad de las partículas, determinando sus efectos individuales y colectivos sobre las propiedades del recubrimiento, como la morfología, defectos (poros y grietas), estructura cristalina y resistencia al choque térmico.

Detalles experimentales

Se utilizaron polvos YSZ (Metco 204 NS-G, Oerlikon Metco) y NiCoCrAlY (Amdry 386-2.5, Oerlikon Metco) para aplicar el TC y el BC, respectivamente, sobre el sustrato de Inconel 625. La distribución del tamaño de partículas de los polvos se determinó utilizando un analizador Malvern Master Sizer 2000 y se muestra en la Figura 1. Las partículas de polvo de Amdry 386-2,5 (Figura 1a) presentan morfología esferoidal con irregularidades características del proceso de atomización gaseosa, con una distribución de tamaño de partículas de $d(0,1) = 28,18 \mu\text{m}$, $d(0,5) = 40,07 \mu\text{m}$, $d(0,9) = 56,65 \mu\text{m}$. Por otro lado, el polvo Metco 204 NS-G (Figura 1b) está compuesto por pequeñas partículas dentro de una cáscara esférica. La distribución de tamaño de la cáscara se describe por los fabricantes $d(0,1) = 21,71 \mu\text{m}$, $d(0,5) = 53,31 \mu\text{m}$, $d(0,9) = 94,26 \mu\text{m}$

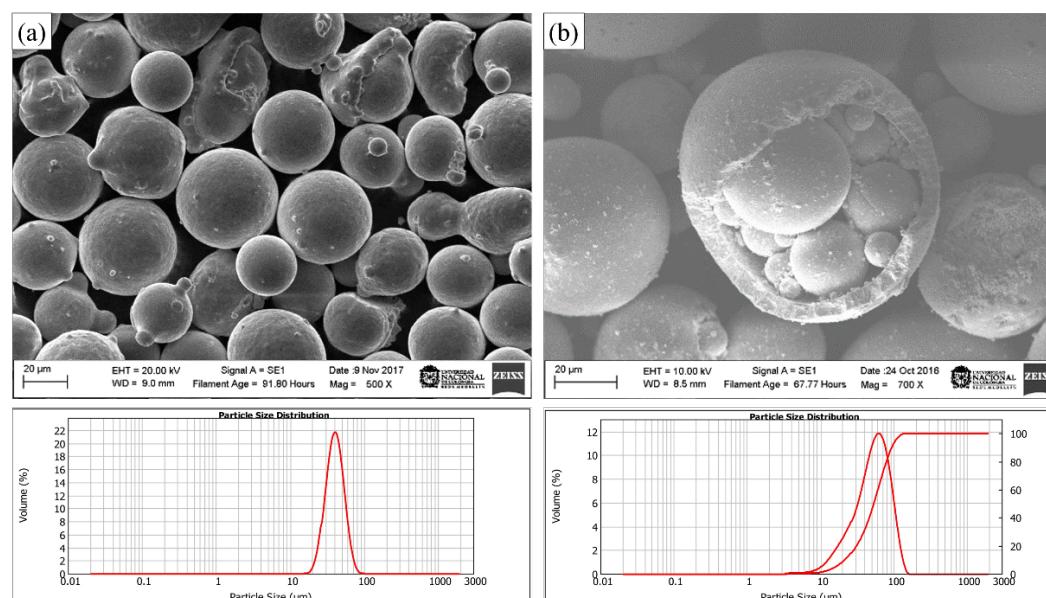


Figura 1. Morfología y distribución del tamaño de partículas de los polvos utilizados para la pulverización de BC y TC. a) BC: Amdry 386-2.5, b) TC: Metco 204 NS-G. SEM.

El proceso de deposición se realizó utilizando un cañón Simplex Pro APS (Oerlikon Metco). Antes de la deposición, la superficie del sustrato fue arenada con óxido de aluminio (corindón F24), obteniendo valores medios de rugosidad de $R_a = 4,58 \pm 0,51 \mu\text{m}$, $R_q = 5,78 \pm 0,73 \mu\text{m}$ y $R_z = 34,85 \pm 3,43 \mu\text{m}$. Después, las muestras se limpiaban por ultrasonidos con alcohol isopropílico y se secaban con aire caliente. Los parámetros de pulverización para el NiCoCrAlY BC se presentan en la Tabla 1. Se obtuvo un espesor medio de 120 μm utilizando argón y helio como gases de plasma principal y secundario, respectivamente.

Tabla 1. Parámetros de pulverización para el anticonceptivo NiCoCrAlY.

Parámetro	Unidad de medida	Valor
Corriente de arco eléctrico	(A)	400
Caudal principal de gas plasmático (Ar)	(NLPM)	80
Caudal secundario de gas plasmático (He)	(NLPM)	70
Distancia de pulverización	(mm)	113
Velocidad de pulverización	(mm/min)	1000
Caudal de polvo	(g/min)	21

Para determinar los mejores parámetros de deposición del TC, se utilizó un diseño factorial 3 2 con 3 réplicas. La corriente de arco eléctrico y el caudal del gas plasmático secundario (H_2) fueron los factores considerados en el experimento, mientras que el resto de parámetros se mantuvo constante. La secuencia experimental y los niveles de los factores se observan en la Tabla 2, donde las variables de respuesta consideradas en el experimento fueron la temperatura y la velocidad de las partículas en vuelo.

Tabla 2. Factores y niveles utilizados en el diseño factorial para la deposición del TC. Se mantuvieron constantes los siguientes parámetros: caudal principal de gas plasmático (Ar)=50 NLPM, distancia de pulverización=105 mm, velocidad de pulverización=1000 mm/min, caudal de polvo=20 g/min.

Orden de Carrera	Corriente de arco eléctrico [A]	Caudal H_2 [NLPM]
M1	370	9
M2	430	7
M3	370	5
M4	400	5
M5	370	9
M6	400	7
M7	370	7
M8	370	5
M9	430	7

M10	400	9
M11	430	9
M12	430	9
M13	400	9
M14	430	5
M15	400	7
M16	430	9
M17	400	9
M18	370	5
M19	370	7
M20	430	7
M21	430	5
M22	400	5
M23	430	5
M24	400	7
M25	370	9
M26	400	5
M27	370	7

Las variables de respuesta se midieron con la ayuda de un sistema AccuraSpray (Tecnar) con una precisión del 97,5% para la temperatura y del 99,5% para la velocidad. Los datos obtenidos del equipo se procesaban con el software Minitab 17. La Figura 2 muestra la interfaz del sistema Accuraspray utilizada para capturar datos de las partículas en vuelo. Las líneas rojas sobre el chorro de plasma mostradas en la Figura 2a determinan la región en la que se realizó la medición de la temperatura y velocidad de las partículas. Esta región se fijó en todos los experimentos para asegurar que las mediciones fueran útiles para establecer correlaciones con la morfología y microestructura de los recubrimientos. La línea roja de la Figura 2a también se utiliza para ajustar el ángulo del chorro de plasma. Este ángulo se produce por el flujo del gas portador de pólvora y la masa de las partículas que entran radialmente en el chorro en el cañón SimplexPro.

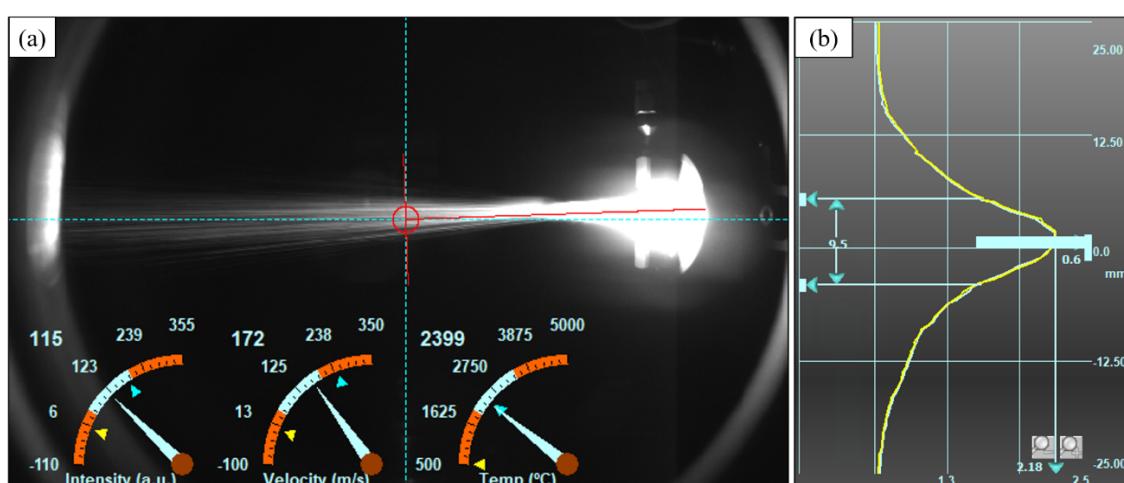


Figura 2. Adquisición de datos sobre la temperatura y velocidad de las partículas en vuelo.
Parámetros de pulverización: 430 A y 5 NLPM de H₂. a) Vista de medición de partículas en vuelo, b)
Gráfico de intensidad del chorro de plasma.

La figura 2b muestra el perfil de intensidad a lo largo de una sección del chorro. El perfil de intensidad permite determinar el tamaño del punto del chorro de plasma para una condición específica de pulverización, que se define como el área que presenta el 70% de la intensidad máxima registrada. Para las condiciones de pulverización mostradas en la Figura 2, el chorro de plasma impacta en el sustrato con un tamaño de punto de diámetro de 9,6 mm. El perfil de intensidad del proceso de pulverización, representado por la curva azul, se solapa con el perfil de referencia en amarillo. Este estado se alcanzó para las repeticiones de cada una de las condiciones de pulverización evaluadas; de este modo, se garantizó la repetibilidad del procedimiento experimental.

La sección transversal de cada muestra se preparó siguiendo la norma ASTM E1920 (Guía Estándar para la Preparación Metalográfica de Recubrimientos Pulverizados Térmicamente). La cuantificación de porosidad se realizó mediante análisis de imagen digital siguiendo la norma ASTM E2109 (Métodos de Prueba Estándar para Determinar el Porcentaje de Porosidad en Porosidad de Área en Recubrimientos Pulverizados Térmicos) y utilizando el software ImageJ. Las imágenes para el procesamiento digital de imágenes se adquirieron utilizando un microscopio Nikon eclipse LV 1000. Se utilizó la Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) para la caracterización morfológica de las muestras. Los microscopios utilizados fueron el Carl Zeiss EVO MA10 equipado con un EDS X-Act (Oxford Instruments), un detector de estado sólido de 129 eV (área nominal 10 mm²) con ventana SATW y el JEOL JSM-5910LV equipado con un detector EDS Pentafet 7324 (Oxford Instruments), 133 eV (área nominal 10 mm²) con ventana ATW2. La caracterización microestructural se logró mediante difracción de rayos X utilizando un equipo Panalytical EMPYREAN con geometría Bragg-Brentano, radiación Cu-K α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) y un rango de medición entre 20 y 80° con paso de 0,01°. La cuantificación de fase se realizó mediante el método Rietveld utilizando el software Xpert High Score Plus. La información cristalográfica para llevar a cabo el refinamiento se obtuvo de los gráficos ICDD números 01-082-1241 y 01-078-0047 para la fase tetragonal y la monoclínica, respectivamente. El fondo se ajustó usando polinomios de Chebyschev y los perfiles de picos se ajustaron mediante una convolución de un Pseudo-Voigt y una función de asimetría. En todos los casos, los datos ajustados se ajustaron a valores de Chi² por debajo de 3.

Las pruebas de choque térmico cíclico se realizaron utilizando un horno eléctrico que operaba en atmósfera de aire. Cada ciclo consistía en calentar las muestras y mantenerlas durante 5 minutos a 1020°C, seguido de un enfriamiento directo en agua a temperatura ambiente. El criterio de fallo adoptado fue el desprendimiento de más del 20% del recubrimiento YSZ de la superficie.

Resultados y discusión

Temperatura y velocidad de las partículas en vuelo durante la fabricación de recubrimientos superiores

Las suposiciones de normalidad y varianza constante para la velocidad y temperatura de las partículas en vuelo se verificaron mediante los gráficos de probabilidad normal y los gráficos

de residuos frente a valores predichos. El gráfico de probabilidad normal para las partículas en velocidad de vuelo se presenta en la Figura 3a. Los residuos encajan en línea recta, lo que valida la suposición de distribución normal para el experimento. Además, el gráfico de residuos frente a predichos muestra una dispersión aleatoria de los residuos con un valor medio proximalmente cero, lo que valida la suposición de varianza constante de los experimentos. Estos hechos también se verificaron en los gráficos de probabilidad normal y residuos frente a los predichos para la temperatura de las partículas en vuelo (Figura 3b). A continuación, se verificó la correcta aleatorización de las pruebas y la ausencia de sesgos operativos en el plan experimental.

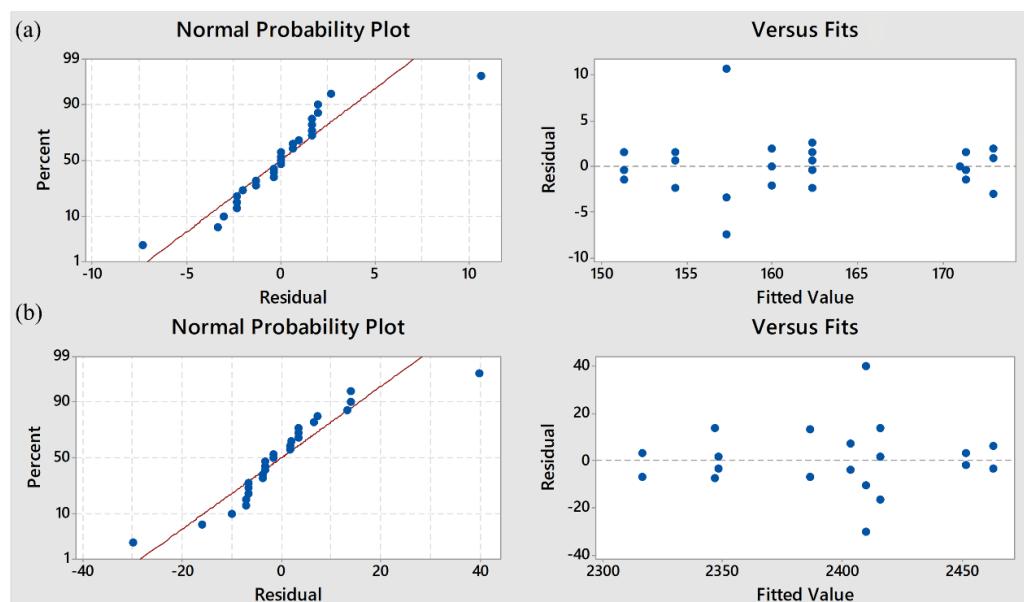


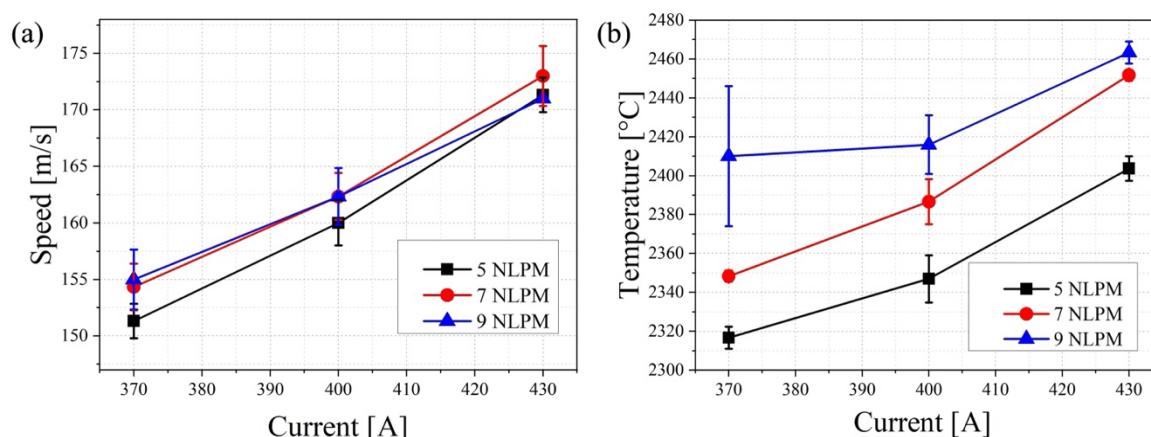
Figura 3. Probabilidades normales y gráficos de valores ajustados para la velocidad (a) y la temperatura (b) de las partículas en vuelo.

El análisis factorial de la varianza por diseño (ANOVA) de las dos variables de respuesta se muestra en la Tabla 3. Se observa un valor $p < 0,05$ para la influencia de la corriente de arco eléctrico sobre la velocidad y temperatura de las partículas en vuelo, lo que indica que este factor tiene un efecto importante en ambas variables de respuesta. Por otro lado, se observa un valor $p < 0,05$ para la influencia del caudal de hidrógeno en la temperatura de las partículas en vuelo, y un valor $p = 0,266$ para la influencia del caudal de hidrógeno en la velocidad de las partículas. Estos resultados indican que el caudal de hidrógeno solo tiene un efecto sustancial sobre la temperatura de las partículas y no presenta un efecto significativo en su velocidad durante el proceso de pulverización térmica en la región experimental evaluada en este trabajo. También debe señalarse que el efecto combinado del caudal de hidrógeno y la corriente de arco eléctrico no representó un efecto importante en la velocidad y temperatura de las partículas en vuelo, ya que se obtuvieron valores $p > 0,05$.

Tabla 3. Análisis de la varianza de los datos experimentales

Parámetro	Velocidad	Temperatura
	valor p	valor p
Corriente de arco eléctrico	0.000	0.000
Caudal de H ₂	0.266	0.000
Corriente de arco eléctrico - caudal de H ₂	0.645	0.092

El efecto de la corriente eléctrica y el caudal de H₂ sobre la velocidad y temperatura de las partículas en vuelo se observa en la Figura 4. La Figura 4a muestra cómo un aumento de la corriente de arco eléctrico de 370 a 430 A produce un incremento en la velocidad de la partícula de 20 m/s manteniendo el caudal de hidrógeno en 5 NLPM, y de 16 m/s para un caudal de hidrógeno de 9 NLPM. La baja dispersión de los datos adquiridos es evidente por la ausencia de solapamiento de las barras de error para los tres niveles de corriente de arco eléctrico evaluados. Esto enfatiza la importancia de los efectos sugeridos por los valores p obtenidos mediante el análisis ANOVA (Tabla 3). El aumento observado en la velocidad de las partículas se debe a la reducción de la densidad del plasma con el incremento de la entalpía (20). Además, la influencia del caudal de H₂ y su efecto combinado con la corriente de arco eléctrico sobre la velocidad de las partículas no fue significativa, presentando una diferencia en los valores medios que no superaba los 5 m/s con el aumento del caudal de hidrógeno a un valor de corriente constante (Figura 4a).

**Figura 4.** Efectos del caudal de hidrógeno y la corriente de arco eléctrico sobre la velocidad (a) y la temperatura (b) de las partículas en vuelo.

En el caso de la temperatura de las partículas en vuelo, los factores evaluados tuvieron un efecto significativo en esta variable de respuesta, como se puede ver en la Figura 4b. Se produjeron aumentos de hasta 103°C para los diferentes caudales de H₂ y combinaciones de corriente eléctrica. Esto se debe a que la corriente de arco eléctrico aumenta la entalpía debido al aumento de la ionización. En el caso del caudal de H₂, la disociación de H₂ produce alta energía en forma de calor debido a su estado diatómico. Además, el aumento del contenido de H₂ conduce a una reducción de la conductividad eléctrica del plasma, incrementando el voltaje y la potencia del sistema (20).

Morfología y microestructura de YSZ

La Figura 5 muestra la sección transversal de los sistemas TBC pulverizados bajo diferentes condiciones. Durante la pulverización de BC, las partículas de polvo alcanzaron una velocidad de 320 m/s. El espesor del BC era de 123,13 ± 9,99 μm, la porosidad media era de 8,9 ± 3,7%, y el porcentaje de óxidos era del 4,6 ± 1,5%. La baja dispersión de los datos indica una alta repetibilidad del proceso de fabricación BC con los parámetros de pulverización implementados. La morfología de YSZ, por otro lado, varía significativamente con el caudal de H₂. Se observó un aumento en el grosor y una disminución de la porosidad de la capa cerámica cuando aumentaba el caudal de H₂. Valores más altos de corriente de arco eléctrico producían el mismo efecto sobre la porosidad y el grosor del TC como se muestra en la Figura 6.

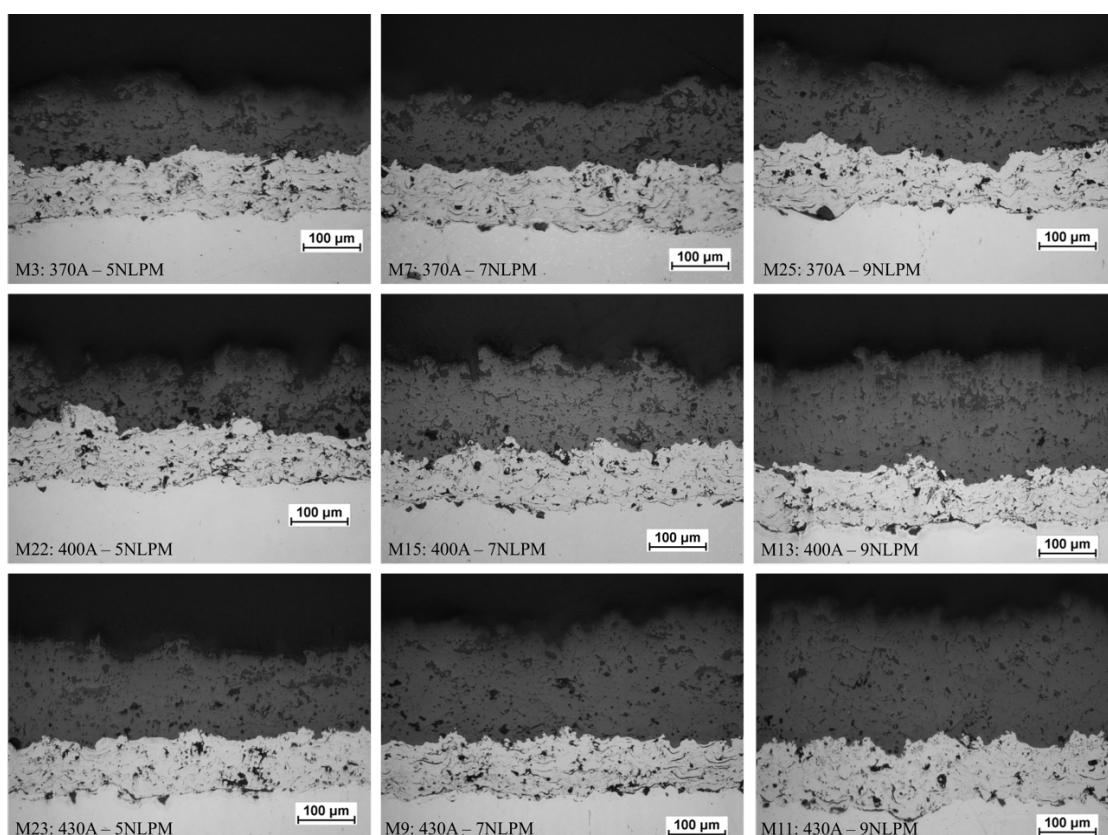


Figura 5. Microestructura BC (NiCoCrAlY) y TC (YSZ) para diferentes condiciones de pulverización. LOM.

Teniendo en cuenta las altas temperaturas producidas por estos parámetros de deposición, las partículas en vuelo estarán mayormente en estado fundido o semifundido. Esto tendrá un efecto mitigador que los efectos de rebote sobre el impacto del sustrato. En consecuencia, se deposita satisfactoriamente una mayor cantidad de partículas de polvo, lo que resulta en capas cerámicas más gruesas. Esta elevación de la temperatura de partículas en vuelo, junto con una velocidad media elevada, facilita la deformación de partículas al impactar el sustrato, fomentando la formación de salpicaduras más planas y, por tanto, reduciendo la porosidad.

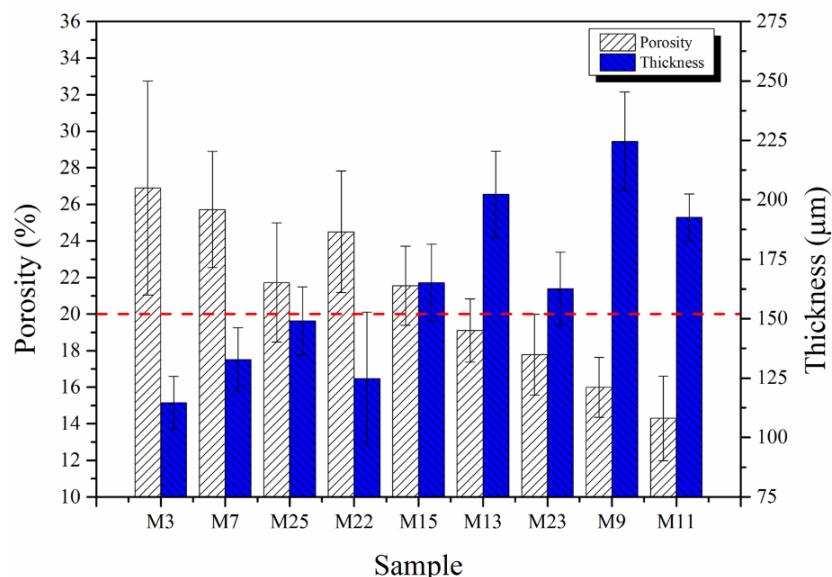


Figura 6. Porosidad y grosor de los recubrimientos tal como pulverizados

La Figura 6 indica que solo las muestras M9, M11, M13 y M23 tienen una porosidad media inferior al 20%. Estas muestras también presentaron un mayor espesor con valores de 224,5, 192,6, 202,3 y 162,5 μm , respectivamente. Se logra un gradiente de temperatura mayor durante la operación para un mayor grosor de la capa cerámica, lo que mejora la protección contra altas temperaturas de los componentes del camino de gas caliente de las turbinas termoeléctricas debido al aumento del efecto aislante del TC. Niveles de porosidad superiores al 20% (M3, M7, M22, M25 y M15) conducen a la disminución de las propiedades mecánicas, lo que compromete la integridad de la turbina en funcionamiento. En consecuencia, se descartaron muestras con porosidad superior al 20% para su caracterización posterior.

La Figura 7 muestra los resultados de difracción de rayos X para polvo YSZ, así como para muestras recubiertas con M9, M11, M13 y M23. Todas las muestras presentan una alta intensidad sin una variación sustancial del pico $2\theta = 30,1^\circ$ del plano (101) de las fases tetragonales t'-YSZ y t-YSZ. Estas fases también presentan picos en $2\theta = 73,2^\circ$ y $74,1^\circ$ que corresponden a los planos (004) y (400) de la fase t'-YSZ, así como al plano (004) de la fase t-YSZ en $2\theta = 74,4^\circ$ (21). Además, se observaron picos para los planos (11) y (111) de la fase monoclinica ($\text{m-ZrO}_2^{\frac{1}{2}}$) en ángulos $2\theta = 28,1^\circ$ y $31,4^\circ$, respectivamente. La cuantificación de fase mediante análisis de Rietveld (tabla 4) confirmó que todas las muestras tal como pulverizadas tienen más del 90 % en peso de fase tetragonal (t'-YSZ + t-YSZ), lo cual es deseable para aplicaciones de barrera térmica, ya que esta fase es responsable de las buenas propiedades termomecánicas del sistema TBC (22–24). Se

observó una reducción de la fase t'-YSZ tras la pulverización, lo que estabilizó una mayor cantidad de fase t-YSZ y redujo la cantidad de fase m-ZrO₂.

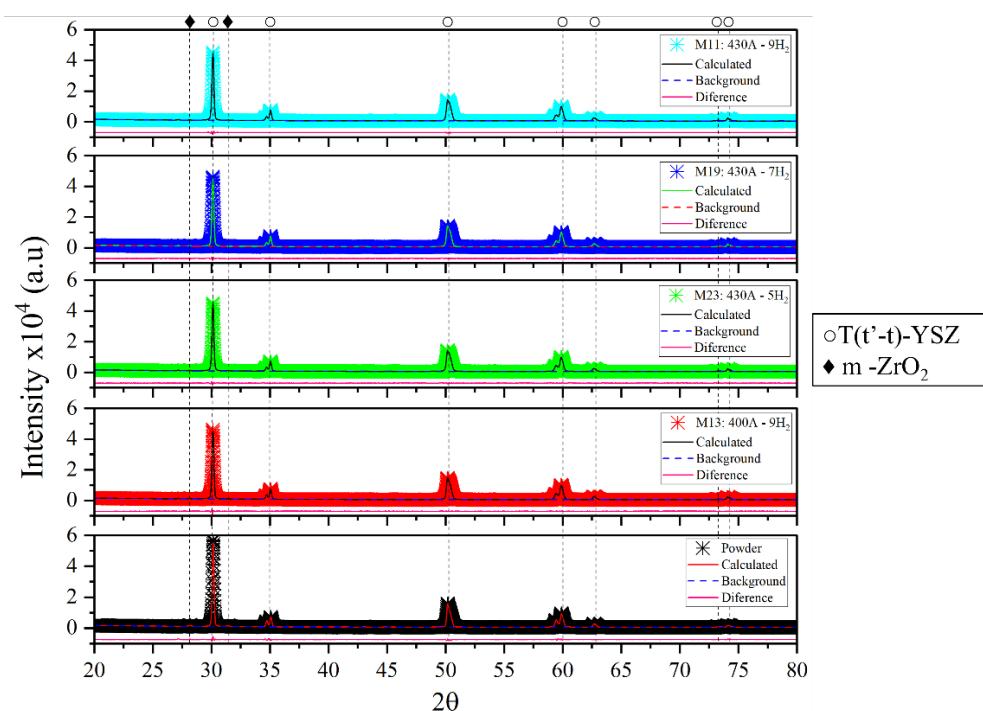


Figura 7. Difractogramas de rayos X para potencia, muestras M9, M11, M13 y M23.

Tabla 4. Porcentajes de fase usando el método de Rietveld.

Ejemplo	t'-YSZ	t-YSZ	m-ZrO2
Powder 204NS-G	84.4	4.89	10.7
M13: 400A-9 NLPM H2	82.5	10.1	7.5
M23: 430A-5 NLPM H2	81.5	10.4	8.1
M9: 430A-7 NLPM H2	81.6	10.9	7.5
M11: 430A-9 NLPM H2	82.3	10.6	7.1

Los resultados indicaron que la corriente de arco eléctrico y el caudal de H₂ tuvieron un impacto insignificante en la estructura cristalina de los recubrimientos YSZ. En todas las muestras, las proporciones de las fases t'-YSZ, t-YSZ y m-ZrO₂ se mantuvieron comparables, con variaciones relativas inferiores a 1 % en peso. Según estos resultados, las muestras cumplen con un porcentaje de fase tetragonal (T) superior al 90 % en peso.

Resistencia al choque térmico

Se evaluó la resistencia al choque térmico de la muestra M9 (430 A-7 NLPM H₂) ya que presentaba los mejores valores de grosor y porosidad. La Figura 8 muestra los cambios en la masa de la muestra M9 en función del número de ciclos de choque térmico.

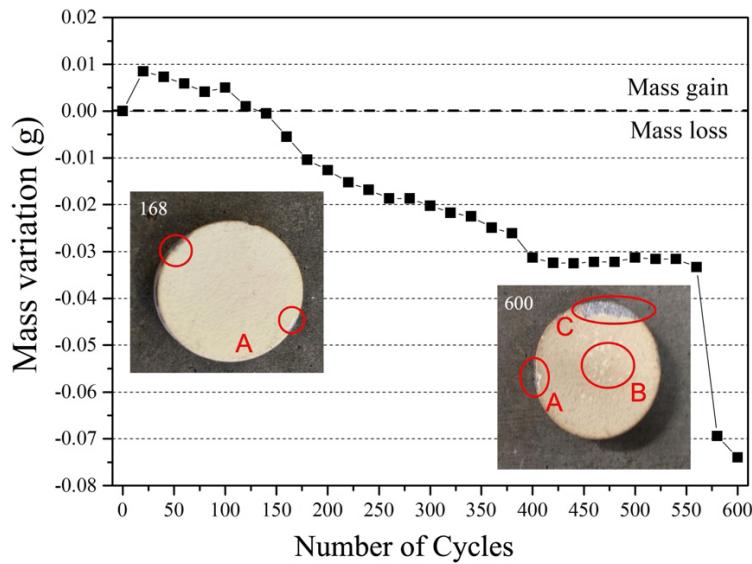


Figura 8. Variación de masa con el número de ciclos en experimentos de choque térmico. A = Delaminación de aristas, B = Exfoliación y C = Delaminación. Muestra M9 (430 A – 7 NLP H2).

Se verificó un aumento en la masa de las muestras debido a la oxidación del sustrato y la BC (25). A partir del ciclo 168, la muestra presentó pérdidas de masa causadas por la delaminación en los bordes (véase el detalle A en la Figura 8). Al final de la prueba (600 ciclos), la muestra presentó un 6,6% de delaminación del recubrimiento y exfoliación (detalle B). Sin embargo, esto no fue motivo para descartar la muestra siguiendo el criterio del 20% del área delaminada. Otros sistemas YSZ TBC probados bajo las mismas condiciones (25,26) mostraron fallos descartables tras 220 y 417 ciclos, mientras que recubrimientos más resistentes a golpes, como los sistemas CYSZ TBC, fallaron en el ciclo 307 y los sistemas bicapa en el ciclo 60 (27,28). Esto indica que las condiciones seleccionadas de pulverización condujeron a una resistencia más alta, comparable a varios informes bibliográficos.

La Figura 9a muestra la superficie de la muestra M9 (430 A – 7 NLP H2) tras 600 ciclos, donde la exfoliación del recubrimiento se evidencia como resultado de la generación y propagación de grietas debido a defectos de TC que provocaron pérdida de grosor del recubrimiento. La sección transversal en la Figura 9b muestra que la delaminación del sistema TBC ocurrió en la interfaz BC/TC. Esto se debe a que las tensiones generadas por la diferencia entre los coeficientes de expansión térmica del BC y del TC producen grietas que se agrupan y, combinadas con las imperfecciones del recubrimiento, se propagan y producen la ruptura del TGO seguida de la delaminación y posterior fallo del sistema TBC (25,29). La Figura 9c muestra la formación de un TGO altamente ondulado con un espesor de $2,62 \pm 0,57 \mu\text{m}$, espinelas (óxidos Ni/Co/Cr - áreas gris claro cerca del TGO) (30) y el agotamiento de la fase β (AlNi). Esto último se debe a la difusión del aluminio hacia la superficie del BC debido a la exposición térmica, que reacciona con el óxido del entorno y forma el TGO (25). A medida que continúa la exposición térmica, más aluminio se difunde hacia la superficie, reduciendo la fase α interna del recubrimiento.

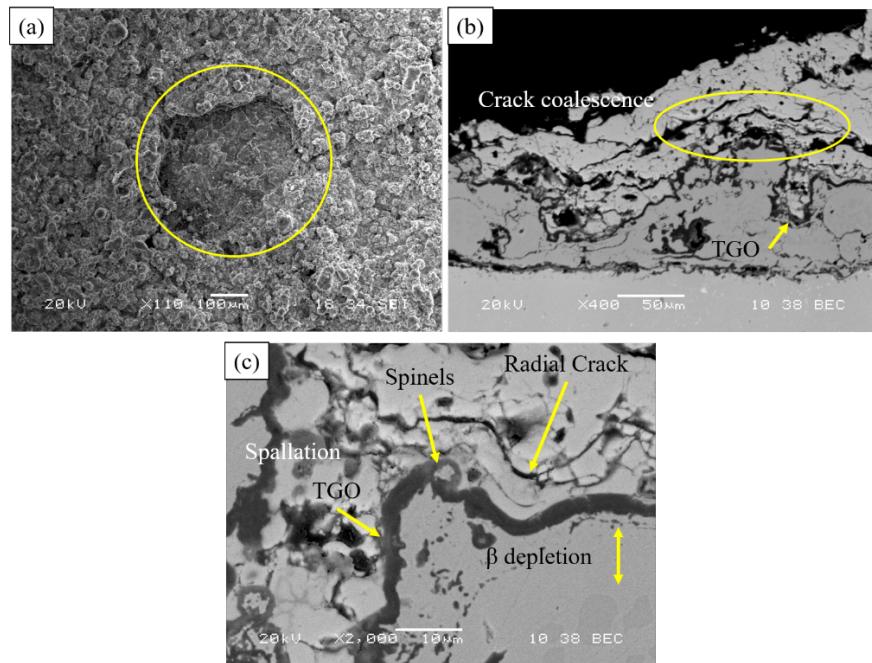


Figura 9. Muestra de M9 tras 600 ciclos de choque térmico. (a) Superficie exfoliada, (b) Sección transversal del área de fallo a 400X, (c) Sección transversal del área de fallo a 2000X. SEM

Conclusiones

Los parámetros de deposición de los recubrimientos YSZ aplicados sobre la aleación Inconel 625 mediante pulverización de plasma atmosférico se determinaron experimentalmente mediante una metodología de Diseño de Experimentos (DOE). La velocidad de las partículas en vuelo presentaba una alta dependencia de la corriente de arco eléctrico, pero no del caudal de hidrógeno. La temperatura de las partículas, en cambio, mostró una fuerte correlación con estas dos variables.

Los recubrimientos con las mejores características en términos de porcentaje de fase tetragonal (> 90 en peso), porosidad (15,9% y 14,3%) y espesor (224,5 y 192,6 μm) se obtuvieron con los parámetros 430 A - 7 NLPM H₂ y 430 A - 9 NLPM H₂, respectivamente.

La selección adecuada de parámetros de pulverización se vio respaldada por los resultados de pruebas de choque térmico realizadas con el recubrimiento obtenido con 430 A y 7 NLPM H₂, que mostraron un rendimiento notable en comparación con los informes de la literatura, presentando un área desprendida de solo el 6,6% del recubrimiento tras 600 ciclos.

Agradecimientos

Los autores agradecen a Empresas Públicas de Medellín – EPM y MINCIENCIAS por su apoyo financiero a través de los proyectos n. CW264699 y CT 167-2021, respectivamente.

Declaración de contribución de autoría de CreditT

Conceptualización - Ideas: Jhonattan de la Roche, José Alexander Arboleda, Lina María Chica Osorio y Alejandro Toro. Curación de datos: Jhonattan de la Roche y José Alexander Arboleda. Análisis formal: Jhonattan de la Roche, José Alexander Arboleda, Lina María Chica Osorio y Alejandro Toro. Investigación: Jhonattan de la Roche y José Alexander Arboleda. Metodología: Jhonattan de la Roche y José Alexander Arboleda. Dirección de Proyecto: Alejandro Toro. Recursos: Alejandro Toro. Supervisión: Lina María Chica Osorio y Alejandro Toro. Validación: Lina María Chica Osorio y Alejandro Toro. Redacción - borrador original - Elaboración: Jhonattan de la Roche y José Alexander Arboleda. Redacción - revisión y edición -Elaboración: Jhonattan de la Roche, José Alexander Arboleda, Lina María Chica Osorio y Alejandro Toro Financiamiento: no declara. Conflicto de intereses: no declara. Aspecto ético: no declara.

Referencias

1. Chen L, Li B, Feng J. Rare-earth tantalates for next-generation thermal barrier coatings. *Prog Mater Sci.* 2024;144:101265. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2024.101265>
2. Sezavar A, Sajjadi SA. A review on the performance and lifetime improvement of thermal barrier coatings. *J Eur Ceram Soc.* 2025;45:117274. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2025.117274>
3. Chen L, Li B, Feng J. Rare-earth tantalates for next-generation thermal barrier coatings. *Prog Mater Sci.* 2024;144:101265. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2024.101265>
4. Lokachari S, Leng K, Rincon Romero A, Curry N, Brewster G, Norton A, Hussain T. Processing-Microstructure-Properties of Columns in Thermal Barrier Coatings: A Study of Thermo-Chemico-Mechanical Durability. *ACS Appl Mater Interfaces.* 2024;16:10646-10660. <https://doi.org/10.1021/acsami.3c16681>
5. Mehboob G, Liu M-J, Xu T, Hussain S, Mehboob G, Tahir A. A review on failure mechanism of thermal barrier coatings and strategies to extend their lifetime. *Ceram Int.* 2020;46:8497-8521. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.12.200>
6. Leng K, Romero AR, Curry N, Hussain T. Multilayer GZ/YSZ thermal barrier coating from suspension and solution precursor plasma spray. *Ceram Int.* 2024;50:631-649. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.10.142>
7. Gómez JA, de la Roche J, Gómez P, Toro A. Influence of Iron Oxide Deposits on the Hot Corrosion Resistance of YSZ Thermal Barrier Coatings in Molten Vanadium Pentoxide. *Materials and Corrosion.* 2025; <https://doi.org/10.1002/maco.202414673>

8. Jiang C, Hao W, Liu C, Shi D, Song W. Thermal cycling performance of GYbZ/YSZ thermal barrier coatings with different microstructures based on finite element simulation. *J Alloys Compd.* 2025;1010:177185. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.177185>

9. Vagge ST, Ghogare S. Thermal barrier coatings: Review. *Mater Today Proc.* 2022;56:1201-1216. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.11.170>

10. Fu Y, Yao Z, Chen Y, Wang H, Li Y, Dong J. Progress in the Deposition Mechanisms and Key Performance Evaluation of Thermal Barrier Coatings for Turbine Blades: A Review. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*. 2025;38:177-204. <https://doi.org/10.1007/s40195-024-01799-6>

11. Clarke DR, Oechsner M, Padture NP. Thermal-barrier coatings for more efficient gas-turbine engines. *MRS Bull.* 2012;37:891-898. <https://doi.org/10.1557/mrs.2012.232>

12. Padture NP, Gell M, Jordan EH. Thermal Barrier Coatings for Gas-Turbine Engine Applications. *Science* (1979). 2002;296:280-284. <https://doi.org/10.1126/science.1068609>

13. Darolia R. Thermal barrier coatings technology: critical review, progress update, remaining challenges and prospects. *International Materials Reviews [Internet]*. 2013;58:315-348. <https://doi.org/10.1179/1743280413Y.0000000019>

14. Jiang XY, Hu J, Jiang SL, Wang X, Zhang LB, Li Q, Lu HP, Yin LJ, Xie JL, Deng LJ. Effect of high-enthalpy atmospheric plasma spraying parameters on the mechanical and wear resistant properties of alumina ceramic coatings. *Surf Coat Technol.* 2021;418:127193. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127193>

15. Lokachari S, Leng K, Rincon Romero A, Curry N, Brewster G, Norton A, Hussain T. Processing-Microstructure-Properties of Columns in Thermal Barrier Coatings: A Study of Thermo-Chemico-Mechanical Durability. *ACS Appl Mater Interfaces*. 2024;16:10646-10660. <https://doi.org/10.1021/acsami.3c16681>

16. Kebriyaei A, Rahimipour MR, Razavi M. Solution Medium Suspension Plasma Spray (SMSPS): A Microstructure and High-Temperature Properties Analysis of YSZ Thermal Barrier Coating. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2024;33:2395-2407. <https://doi.org/10.1007/s11666-024-01848-7>

17. Tsai PC, Hsu CS. High temperature corrosion resistance and microstructural evaluation of laser-glazed plasma-sprayed zirconia/MCrAlY thermal barrier coatings. *Surf Coat Technol.* 2004;183:29-34. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2003.08.090>

18. Pakseresht AH, Kimiyai A, Alizadeh M, Nuranian H, Faeghinia A. Microstructural study and hot corrosion behavior of bimodal thermal barrier coatings under laser heat treatment. *Ceram Int.* 2020;46:19217-19227. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.04.259>

19. Avci A, Karaba M, Akdoan Eker A, Akman E, Aslan C. Hot corrosion behavior of CYSZ thermal barrier coating with optimized laser surface modification. *Ceram Int.* 2023;49:31396-31404. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.07.087>
20. Schneider KE, Belashchenko V, Dratwinski M, Siegmann S, Zagorski A. Thermal Spraying for Power Generation Components. WILEY-VCH. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.; 2006. <https://doi.org/10.1002/3527609342>
21. Witz G, Shklover V, Steurer W, Bachegowda S, Bossmann H. Phase evolution in yttria-stabilized zirconia thermal barrier coatings studied by rietveld refinement of X-ray powder diffraction patterns. *Journal of the American Ceramic Society.* 2007;90:2935-2940. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2007.01785.x>
22. De la Roche J, Gómez PA, Alvarado-Orozco JM, Toro A. Hot corrosion and thermal shock resistance of Dense-CYSZ/YSZ bilayer thermal barrier coatings systems applied onto Ni-base superalloy. *J Eur Ceram Soc.* 2020;0-1. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.07.004>
23. De la Roche J, Alvarado-Orozco JM, Toro A. Hot corrosion mechanism of yttria-stabilized zirconia powder in the presence of molten Na₂SO₄ + V₂O₅ salts. *Rare Metals.* 2021;40:1307-1316. <https://doi.org/10.1007/s12598-020-01388-3>
24. De la Roche J, Alvarado-Orozco JM, Gómez PA, Cano IG, Dosta S, Toro A. Hot corrosion behavior of dense CYSZ/YSZ bilayer coatings deposited by atmospheric plasma spray in Na₂SO₄ + V₂O₅ molten salts. *Surf Coat Technol.* 2022;43:128066.. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.128066>
25. Khan AN, Lu J. Behavior of air plasma sprayed thermal barrier coatings, subject to intense thermal cycling. *Surf Coat Technol.* 2003;166:37-43. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(02\)00740-5](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(02)00740-5)
26. Jamali H, Mozafarinia R, Razavi RS, Ahmadi-Pidani R. Comparison of thermal shock resistances of plasma-sprayed nanostructured and conventional yttria stabilized zirconia thermal barrier coatings. *Ceram Int.* 2012;38:6705-6712. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.05.060>
27. Nejati M, Rahimipour MR, Mobasherpour I, Pakseresht AH. Microstructural analysis and thermal shock behavior of plasma sprayed ceria-stabilized zirconia thermal barrier coatings with micro and nano Al₂O₃ as a third layer. *Surf Coat Technol.* 2015;282:129-138. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.10.030>
28. Ahmadi-Pidani R, Shoja-Razavi R, Mozafarinia R, Jamali H. Improving the thermal shock resistance of plasma sprayed CYSZ thermal barrier coatings by laser surface modification. *Opt Lasers Eng.* 2012;50:780-786. <https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2011.12.007>

29. Evans AG, Mumm DR, Hutchinson JW, Meier GH, Pettit FS. Mechanisms controlling the durability of thermal barrier coatings. *Prog Mater Sci.* 2001;46:505-553. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(00\)00020-7](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(00)00020-7)

30. Rabiei A, Evans AG. Failure mechanisms associated with the thermally grown oxide in plasma-sprayed thermal barrier coatings. *Acta Mater* [Internet]. 2000;48:3963-3976. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00171-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00171-3)