

MEMORIA TÉCNICA DEL PROYECTO (Convocatoria PTA 2022 – Categoría PTA PYMES)

“**SUS**titución definitiva del **CROM**o duro hexavalente en el sector aeronáutico (Acrónimo: SUSCROM)”



Actividad 5: Validación en entorno relevante

CONSORCIO			
Coordinador	Socio Participante	Socio Participante	Socio Participante
 electroless hard coat, s.a.	 CHEMPLATE MATERIALS, S.L.	 SURTECH ENGINEERING	 Egile
ELECTROLESS HARD COAT, S.A. (ELHCO)	CHEMPLATE MATERIALS, S.L. (CHEMPLATE)	SURTECH ENGINEERING, S.L. (SURTECH)	EGILE MECHANICS, S.L. (EGILE)

1. Participantes:

Líder: EGILE. Resto participantes: ELHCO, CHEMPLATE y SURTECH

2. Objetivo:

Escalado de los procesos de cromado y niquelado a planta piloto, utilizando las mejores condiciones derivadas del desarrollo de la Actividad 4. Validación de los recubrimientos en un banco de ensayos diseñado y fabricado para la evaluación en un entorno relevante de los prototipos obtenidos. Monitorización y control de los electrolitos de forma continua y remota.

3. Tareas:

Tarea 5.1. Escalado de los nuevos procesos e incorporación de los prototipos de regeneración (Líder: Surtech)

En esta tarea, todos los socios llevarán a cabo el escalado de los procesos de deposición estudiados a nivel de laboratorio. Se contemplan tres subtareas:

Subtarea 5.1.1. Planta piloto (electro)química

En esta subtarea se trabajará en la adaptación de la planta piloto que CIDETEC posee en sus instalaciones. Se colocarán los utillajes necesarios (filtración, aire, movimiento catódico...), se adquirirán los ánodos más adecuados para la química de los electrolitos y se optimizarán las distancias entre electrodos teniendo en cuenta la geometría de la cuba, la densidad de corriente utilizada y las dimensiones de los prototipos. En caso de ser necesaria una separación de compartimentos electródicos, se realizarán además las modificaciones necesarias en las cubas. Adicionalmente, se acondicionarán las cubas necesarias para el pretratamiento y el aclarado de las piezas en la planta piloto.

Además, se llevará a cabo la incorporación del prototipo de sistema de regeneración de los electrolitos a la planta piloto.

Subtarea 5.1.2. Fabricación de prototipos

Se desarrollará tanto la preparación de los paneles como los prototipos de geometría más compleja definidos en la Actividad 1. Los paneles a utilizar serán muestras planas de los materiales y dimensiones seleccionados previamente.

De cara a evaluar los recubrimientos obtenidos en otro tipo de aplicaciones, se aplicarán los procesos estudiados sobre piezas con geometría irregular obtenidos por fabricación aditiva, que serán validados a escala de laboratorio en esta actividad.

Considerando los resultados de la Actividad 4, se diseñarán los demostradores sobre los que se aplicarán los distintos recubrimientos seleccionados con el objetivo de validar las propiedades de estos.

Estos demostradores deberán cumplir con las especificaciones de la tarea T1.3. y deberán poder ser ensayados en el banco de ensayos desarrollado en las tareas T1.4 y T5.3.

Se proponen dos aplicaciones en demostradores tipo en los que las condiciones de aplicación de los recubrimientos y los modos de funcionamiento serán diferentes.

La fabricación de los mismos se llevará a cabo desde la lógica del sector aeronáutico aplicando los estándares de calidad propios del sector. Esto implica control sobre la materia prima y tratamientos, definición de proceso de mecanizado controlados por GFCs (Gamas de Fabricación y Control), controles de calidad en cada operación y control final de proceso, trazabilidad de la documentación, empleo de operaciones especiales calificadas, etc.

Subtarea 5.1.3. Escalado de los procesos de Cr y Ni-P

Se formularán los electrolitos y las disoluciones de pretratamiento en las cubas de la planta piloto y se obtendrán los recubrimientos sobre los paneles y prototipos definidos en la Actividad 1 y fabricados en la Subtarea 5.1.2, utilizando las condiciones optimizadas en la Actividad 4. Se realizará la optimización de los parámetros que rigen el proceso (relación ánodo/cátodo, relación área pieza/volumen baño, diseño del bastidor, agitación, densidad de corriente, etc.) para obtener acabados homogéneos, sin quemados, con una buena adherencia y el espesor definido.

Una vez ajustadas las condiciones de los procesos, se obtendrá un lote de piezas con cada proceso estudiado. Se contempla trabajar sobre paneles planos y sobre piezas con geometrías semicomplejas (tubos, cuadros, bordes afilados, piezas con recovecos interiores, etc.) y así evaluar las condiciones de trabajo y parámetros seleccionados para conseguir un proceso óptimo, analizando factores como la capacidad de penetración del recubrimiento, asegurando así el escalado a prototipo. Se evaluarán las propiedades de los recubrimientos de estos lotes:

- Espesor de capa mediante XRF e inspección por microscopio de la sección del recubrimiento.
- Adherencia y continuidad de la capa con el sustrato mediante observación con microscopio de los recubrimientos en sección.

Morfología y microestructura mediante análisis por FE-SEM.

- Perfil de composición química en función del espesor de los recubrimientos mediante espectroscopia de emisión óptica por descarga luminiscente (GDOES).
- Resistencia a la corrosión mediante ensayo en cámara de niebla salina.
- Dureza mediante microindentación.
- Ensayos de fragilización por hidrógeno de acuerdo con las normas ASTM F519 y EN2832.
- Ensayos de resistencia a fatiga, de acuerdo con la norma EN 6072.

En función de los resultados obtenidos en la evaluación de los recubrimientos, se realizarán las optimizaciones necesarias para conseguir las propiedades funcionales buscadas, comparables al cromo duro (dureza 800-100 HV, 24h NSS).

Tarea 5.2. Estudio y optimización de recubrimientos de Ni-P multicapa con alta resistencia al desgaste o corrosión (Líder: Chemplate)

Durante el trabajo en planta piloto, incluyendo la validación, se llevará a cabo un control y mantenimiento continuo de los electrolitos de Cr(III) y Ni-P, tanto los recién formulados, como los ajustados y los que proceden del sistema de regeneración. Se trabajará a dos niveles:

Subtarea 5.2.1. Análisis de los electrolitos en el laboratorio

Se aplicarán los protocolos definidos en la Actividad 2, realizando las actuaciones indicadas (ajuste de pH, niveles de la cuba, limpieza, temperatura, filtraciones, pretratamiento adecuado, cambio de aguas de lavado, etc.), así como la recogida de muestra y análisis de electrolitos en función de la carga aplicada y el tiempo de deposición. Asimismo, se contempla el empleo de Célula Hull para decidir sobre los ajustes y adiciones necesarias.

Además de los baños, se analizarán los electrolitos regenerados, realizando los ajustes oportunos. Se llevará a cabo un seguimiento de estos electrolitos regenerados, teniendo en cuenta las características de los recubrimientos obtenidos. Asimismo, se realizará un estudio de la evolución de los electrolitos a medida que se va utilizando el sistema de regeneración.

Todos los datos y observaciones se registrarán en la tabla de control elaborada en la Actividad 2, con objeto de extraer conclusiones de la relación entre la composición de los electrolitos y las propiedades de los recubrimientos.

Subtarea 5.2.2. Monitorización en remoto del electrolito de níquel químico a escala de planta piloto

En esta subtarea, se llevará a cabo una monitorización automatizada del baño de Ni-P, utilizando sistemas de análisis en línea basados en colorimetría y medida de pH. Además, se registrarán de forma continua los valores de pH y conductividad de una o varias de las etapas de pretratamiento y aclarado.

Se registrarán vía remota los datos de los análisis realizados de forma automática y el sistema de control dará las órdenes oportunas de ajuste, de acuerdo con los límites de trabajo establecidos. En paralelo, se irán realizando análisis utilizando métodos convencionales en el laboratorio para comprobar que el equipo de medida está realizando los análisis de forma correcta y que el sistema de control está dando las órdenes convenientes para un adecuado mantenimiento de los baños. Este estudio permitirá evaluar la precisión y el rendimiento del prototipo de sistema remoto de monitorización y control. Los registros permitirán disponer de información sistemática y precisa de la evolución de los baños a escala de planta piloto con el tiempo de uso y con los ajustes realizados.

Tarea 5.3. Fabricación del banco de ensayos (Líder: Egile)

En esta tarea se realizará la fabricación, montaje y puesta a punto del banco de ensayos y se tomará como punto de partida el resultado de la T1.4 y finalizará con las primeras pruebas que validen el correcto funcionamiento del mismo dejando el banco preparado para el comienzo de la T5.5.

Para la fabricación del banco de ensayos se emplearán los procesos productivos propios y se subcontratarán las operaciones no internalizadas como pueden ser el pavonado o pintura. Del mismo modo, se procederá a la gestión de las compras de comerciales los cuales pueden incluir desde tornillería y elementos del sistema de lubricación (tubos, racores, juntas...) o sensores (temperatura, caudalímetro, acelerómetros, encoder...).

Tarea 5.4. Validación de paneles mediante ensayos bajo norma (Líder: Elhco)

Una vez optimizados los parámetros experimentales, se llevará a cabo el cromado y niquelado de una serie de paneles, de cara a validar las propiedades de los recubrimientos sobre piezas planas y evaluar la estabilidad y repetitividad de los procesos. Se aplicarán los procedimientos y ajustes de los baños definidos anteriormente y se realizará un trabajo semicontinuo para evaluar la variabilidad de las prestaciones de los recubrimientos en el tiempo.

Estas muestras serán caracterizadas con el fin de comprobar el grado de cumplimiento de los requerimientos indicados en la Actividad 1. Se llevará a cabo de acuerdo a normas de aeronáutica que se aplican para el cromo duro. En la Tabla 2 se muestra un resumen de los requerimientos indicados en varias normas representativas para el cromo duro.

Tabla 1. Resumen de normativas aeronáuticas para los recubrimientos de Cr duro y Ni-P

	AIPS 02-04-004: Airbus operations	I+D-P 110: Airbus military	AMS2406: Chromium hard deposit	AMS2438: thin Chrome	AMS2460: Chromium	ASTM B177
Adherencia	Sin separación del metal base	Sin separación del metal base	Test de doblado ASTM B571	Test de doblado ASTM B571	Test de doblado ASTM B571	Sin separación del metal base
Rugosidad	<0.8 µm (después de rectificado)	<0.8 µm (después de rectificado)				
Dureza	Transversalmente, a media profundidad: >700HV	Transversalmente, a media profundidad: >700HV Superficial: 700 – 1000 HV	>700 HV ASTM E384	>900 HV ASTM E384	>600 HV ASTM E384	No se especifica, pero es necesario realizar la prueba
Resistencia a la corrosión (NSS)	>750h	>750h		>50h		
Fragilización por hidrógeno	200h	200h	200h	200h	200h	
Detección de grietas	Mediante inspección por partículas magnéticas	Por inspección penetrante I+D-E-137			Agrietamiento lineal no aceptable	
Detección de quemados	Mediante inspección por ataque Nital	Por inspección penetrante I+D-E-137				
Porosidad	Test $K_3Fe(CN)_6$ < 5 puntos/2 dm ² Ø<0.8 mm	Test $K_3Fe(CN)_6$ < 15 puntos/9.5 dm ² Ø<0.8 mm < 5 puntos/2 dm ²			Test $K_3Fe(CN)_6$ < 15 puntos/9.5 dm ² Ø<0.8 mm < 5 puntos/2 dm ²	

Además de los ensayos contemplados en las normas, se llevará a cabo una caracterización de los recubrimientos que consistirá en:

- Análisis, mediante FE-SEM, tanto en superficie para evaluar la morfología y la presencia de poros y grietas, como en sección después de un ataque metalográfico para evaluar la microestructura y la profundidad de las grietas.
- Evaluación de las propiedades tribológicas mediante un equipo de *pin on disk* para obtener el coeficiente de fricción y la velocidad de desgaste.

Tarea 5.5. Validación de prototipos en banco de ensayos (Líder: Egile)

Se aplicarán los conocimientos adquiridos previamente para recubrir al menos 6 prototipos con las mejores condiciones obtenidas anteriormente para cada proceso estudiado. Esto se llevará a cabo utilizando la mejor opción de pretratamiento y condiciones de metalizado a partir de los diferentes electrolitos seleccionados. En el caso de los procesos de cromado, se diseñarán y fabricarán uno o varios bastidores a medida de las geometrías complejas, asegurando así un contacto eléctrico adecuado y una buena distribución de corriente eléctrica durante el tratamiento.

Se llevará a cabo la caracterización de los recubrimientos obtenidos sobre los prototipos de piezas con geometría más compleja. Se realizará una evaluación completa de los recubrimientos, teniendo en cuenta las propiedades requeridas en el cromo duro. La caracterización de los recubrimientos se llevará a cabo mediante ensayos destructivos y no destructivos para verificar la distribución del espesor, adherencia, resistencia al desgaste, al impacto, la resistencia a la corrosión y otros parámetros que se consideren relevantes para la descripción de las propiedades de los recubrimientos desarrollados.

Asimismo, se realizarán ensayos de validación de los demostradores recubiertos. Para ello, se contempla instalar los demostradores de fabricación extractiva (ejes y elementos de bombas de lubricación) en el banco de ensayos desarrollado y realizar un estudio de funcionalidad y durabilidad del componente en uso. Por otro lado, el recubrimiento aplicado sobre los demostradores tecnológicos de geometrías complejas fabricados por fabricación aditiva será validado a nivel de laboratorio, dado el bajo nivel de desarrollo del recubrimiento en este tipo de geometrías complejas y por las limitaciones de la tecnología de fabricación aditiva para ser aplicada en componentes de alto ratio potencia/masa que se van a testear en el banco de ensayos.

Se evaluará tanto la calidad de los demostradores como la evolución de los recubrimientos aplicados. Los tiempos y condiciones específicos del ensayo serán los definidos en la Actividad 1. Asimismo, ELHCO contactará con sus clientes para poder realizar ensayos de funcionalidad y durabilidad sobre piezas de otros sectores. Se elegirán clientes que trabajen con diferentes materiales y diferentes productos y se evaluará el rendimiento de las piezas correspondientes, comparando los nuevos recubrimientos con las características de recubrimientos obtenidos a partir de procesos de cromo duro convencional.

4. Resultados esperados:

Análisis detallado de las propiedades finales de los recubrimientos en función de los requisitos definidos. Demostración y validación de los procesos de deposición sobre componentes de geometría compleja utilizados en el sector aeronáutico, en un entorno relevante mediante un banco de ensayos. Sistema de monitorización y control de los electrolitos vía remota.

5. Entregables:

- E5.1 Banco de ensayos
- E5.2 Informe sobre la capacidad y el rendimiento del prototipo de sistema de monitorización de los electrolitos vía remota
- E5.3 Informe de validación industrial: escalado de los procesos de deposición, características de los paneles y prototipos y resultados de ensayos de validación

6. Hitos:

- H5.1 Fabricar un banco de ensayos
- H5.2 Monitorizar y controlar de los electrolitos
- H5.3 Escalado y ensayos de validación sobre paneles y prototipos

7. Cronograma:

	LÍDER	Hito 2												Hito 3											
		Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Ago	Sep	Oct	Nov	Dic	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Ago	Sep	Oct	Nov	Dic
		2023												2024											
		M5	M6	M7	M8	M9	M10	M11	M12	M13	M14	M15	M16	M17	M18	M19	M20	M21	M22	M23	M24	M25	M26	M27	M28
Actividad 5. Validación en entorno relevante	Egile																								
T5.1. Escalado de los nuevos procesos e incorporación de los prototipos de regeneración	Surtech																								
T5.2. Monitorización y regeneración de los electrolitos a escala de planta piloto	Chemplate																								
T5.3. Fabricación del banco de ensayos	Egile																								
T5.4. Validación de paneles mediante ensayos bajo norma	Elhco																								
T5.5. Validación de prototipos en banco de ensayos	Egile																								
HITOS																									
ENTREGABLES																									