

## INCIDENCIA DE LA BURBUJA DEL LICOR LIXIVIADO EN EL DESGASTE POR CAVITACIÓN DE UNA BOMBA CENTRÍFUGA

Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

Autor: Yasser Joubert Figueredo

Tutor: Prof. Aux. Jorge Luis Reyes de la Cruz, Ms. C.

Moa – 2019

#### Declaración de autoridad

Yo: Yasser Joubert Figueredo

Autor de este trabajo de diploma, certifico su propiedad intelectual a favor de la Universidad de Moa "Dr. Antonio Núñez Jiménez", la cual podrá hacer uso del mismo con la finalidad que estime conveniente.

Yasser Joubert Figueredo

Ms. C. Jorge Luis Reyes de la Cruz

"La tarea más importante de todos nosotros es preparar el porvenir; nosotros somos, en esta hora de la patria, el puñado de semillas que se siembra en el surco de la **Revolución para** hacer el porvenir

# **Fidel** Castro

Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

Yasser Joubert Figueredo

## Agradecimientos

A todos mis profesores por los conocimientos transmitidos durante el desempeño de mi carrera.

A mi tutor por confiar en mí en la realizacion de este trabajo, el Ms. C. Jorge Luis Reyes de la Cruz.

A mis familiares que me apoyaron en los momentos de mi vida en que más lo necesitaba.

A mis amigos que siempre creyeron en mi.

A los que de una forma u otra me apoyaron y ayudaron en la realizacion de este trabajo.

A la revolucion, por darme la oportunidad de convertirme en profesional.

A todos

Muchas Gracias.

## Dedicatoria

Quiero dedicar este trabajo a mis familiares.

A mi madre: Luz Noris Figueredo Quintana,

por constituir la fuente de inspiración de todo lo que hago.

A mi padre: Israel Joubert Silot.

A mis hermanos: Luis Israel, Ubisleidis y Reidel.

A mis tíos (as): Liasnela, Dionicio, Orlando, Josefa, Eider, Irael y Mister los cuales me han dado aliento y motivo para seguir adelante.

A mis primos: Eddynson, Nayara, Dioni, Mara y Lari.

A mis sobrinos (Alejandro y Roxana) que espero que les sirva de ejemplo y a mi cuñada Arassay.

A mi familia de Moa: Doris, Aliuska, Mery, Keity, Edgar, Loren y a todos los que de una forma u otra han colaborado a que mi paso por esta etapa de la vida haya sido tan placentero.

A mis vecinos: Tania, Idelis, Clara, Carlos, Javier, Loren y a todos los que de una forma u otra me han apoyado en todo momento desde la distancia.

A mis amistades

que estuvieron a mi lado durante los cinco años de mi carrera y a los que me han acompañado desde la primaria y secundaria.

En especial a nuestra revolución por hacer posible nuestros nobles e incansables sueños, por las posibilidades que nos ofrece.

#### RESUMEN

El trabajo tiene como objetivo establecer la incidencia de las burbujas del licor lixiviado en el desgaste por cavitación de una bomba centrífuga. Se analizó los álabes del impulsor, fabricados de la superaleación Hastelloy C-276. Fueron cortadas ocho muestras, desde la parte superior del álabe, menos afectado por la implosión, hasta la punta del álabe, parte más dañada. Se empleó técnicas de microscopía óptica, electrónica de barrido (SEM) y difracción de rayos X (DRX). Para determinar la deformación de la red cristalina se tuvo en cuenta los planos difractantes (100), (200) y (320). La implosión de las burbujas provoca en la superficie la formación de picaduras, la ruptura de la capa pasiva, desmenuzamiento de la estructura, así como la corrosión intercristalina, originando el fenómeno de la cavitación. El ensanchamiento del pico de difracción, provoca un incremento de las tensiones desde 0,10040 nm hasta 0,36200 nm; lo cual introduce dureza por acritud en la superaleación Hastelloy C-276, que se incrementa desde 225 HV hasta 270 HV luego de retirada de servicio. En los difractogramas se observó la presencia de elementos químicos como el cloro (Cl), formador de iones cloruros, los cuales impiden la formación de capas estables de óxidos, provocan fragilización en esta superaleación y contribuyen de este modo a un incremento de las razones de desgaste por cavitación. Se analiza la valoración económica, así como la incidencia medioambiental del fenómeno de desgaste y del transporte de fluido como el licor lixiviado.

#### ABSTRACT

The objective of the work is to establish the incidence of lixiviated liquor bubbles in the cavitation wear of a centrifugal pump. We analyzed the impeller blades, manufactured from the Hastelloy C-276 superalloy. Eight samples were cut from the top of the blade, less affected by the implosion, to the point of the blade, which was the most damaged part. Optical microscopy, scanning electron (SEM) and X-ray diffraction (XRD) techniques were used. To determine the deformation of the crystal lattice, the diffraction planes (100), (200) and (320) were taken into account. The implosion of the bubbles provokes the formation of pitting on the surface, the rupture of the passive layer, crushing of the structure, as well as intercrystalline corrosion, originating the phenomenon of cavitation. The widening of the diffraction peak, cause an increase of the tensions from 0.10040 nm to 0.36200 nm; which introduces hardness for acrimony in the Hastelloy C-276 superalloy, which increases from 225 HV to 270 HV after withdrawal from service. In the diffractograms, the presence of chemical elements such as chlorine (Cl) was observed, forming chloride ions, which prevent the formation of stable layers of oxides, this is a cause for embrittlement in this superalloy and thus contribute to an increase in the ratios of wear by cavitation. The economic valuation is analyzed, as well as the environmental impact of the phenomenon of wear and fluid transport as lixiviated liquor.

## ÍNDICE

INTRODUCCIÓN	I
CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO. ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS	. 4
1.1. Introducción	.4
1.2. Generalidades sobre el desgaste	.4
1.2.1. Erosión por impacto de partículas sólidas de los materiales	.6
1.3. Resistencia a la corrosión de los aceros inoxidables	. 8
1.3.1. Desarrollo de las superaleaciones base níquel	10
1.4. Capa pasiva de los aceros inoxidables	12
1.5. Manejo del licor lixiviado en el proceso tecnológico carbonato amoniacal	15
1.6. Comportamiento de las burbujas en el transporte de fluidos	17
1.7. Influencia del licor lixiviado en los álabes del impelente	20
1.8. Corrosión por picadura	21
1.8.1. Corrosión intercristalina	23
1.9. Efecto del tamaño de grano en las superaleaciones	25
1.10. Conclusiones del capítulo 1	27
CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS	28
2.1. Introducción	28
2.2. Composición química del material empleado en la bomba centrífuga	28
2.3. Preparación metalográfica de las probetas	29
2.3.1. Corte de las muestras	29
2.3.2. Encapsulado de las muestras resina epoxi ROYAPOX – 5050	30
2.3.3. Operación de desbaste y pulido	31
2.3.4. Ataque químico de las muestras	31
2.3.5. Ensayo de dureza en las diferentes zonas	32
2.3.6. Microestructura patrón de la aleación	33
2.3.7. Microscopio óptico para el análisis de imágenes	34
2.3.8. Obtención del porciento de microconstituyentes	34
2.4. Microscopía Electrónica de Barrido	35

2.4.1. Medición de las tensiones por el método difractométrico	
2.4.2. Evaluación de las microdeformaciones	
2.5. Diseño de experimentos	
2.5.1. Determinación de los coeficientes de regresión	40
2.5.2. Cálculo de la varianza	41
2.6. Conclusiones del capítulo	
CAPÍTULO 3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS DE LOS ENSAYOS	43
3.1. Introducción	43
3.2. Análisis de la composición química de las muestras	43
3.3. Análisis microestructural	44
3.4. Resultados de la microscopía electrónica de barrido	45
3.5. Comportamiento de las macro y microdeformaciones	46
3.5.1. Análisis de la distancia interplanar no tensionada	47
3.5.2. Resultados de los miroconstituyentes	50
3.6. Análisis de la microdureza en las diferentes zonas	51
3.7. Análisis de la varianza	
3.8. Valoración económica	54
3.9. Impacto medioambiental	56
3.10. Conclusiones del capítulo	57
CONCLUSIONES GENERALES	
RECOMENDACIONES	

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

#### INTRODUCCIÓN

En la industria del níquel es frecuente la utilización de los equipos de transporte hidráulico, principalmente las bombas centrífugas, las cuales adquieren un costo elevado en el mercado mundial, son grandes consumidores de energía eléctrica y tienen un tiempo de vida útil relativamente pequeño. Los daños y frecuentes roturas en estas turbomáquinas se producen generalmente en los impelentes. Los mismos han estado ocasionado, debido a la presencia de cavidades y perforaciones en los álabes de los impelentes, donde es frecuente la destrucción de componentes debido al efecto de las características propias del fluido y la ocurrencia del fenómeno de cavitación (Reyes, 2015).

Este fenómeno de cavitación que se surge en las bombas centrífugas destinadas al transporte de licor lixiviado, es debido a la continua formación, crecimiento y colapso violento de cavidades o burbujas de aire o vapor dentro del líquido, sometido a grandes esfuerzos y velocidades considerables. El colapso violento de las burbujas contra la superficie es la responsable del proceso de erosión (Curran y Clyne, 2005).

En la teoría del desgaste de los álabes de las bombas centrífugas que trabajan en hidromezclas, existe fisuración sub-superficial, estimado como un desgaste deslizante. Se considera que hay una capa reblandecida por trabajo causada por el proceso de desgaste debido a que las dislocaciones cerca de la superficie son capaces de alcanzar la superficie libre, sin causar enmarañamiento o endurecimiento por trabajado. Sin embargo, a cierta profundidad debajo de la superficie las dislocaciones ya no son capaces de moverse a la superficie y en lugar de eso se enmarañan y entonces no transmiten la energía del proceso de desgaste hacia fuera de la superficie o dentro del material.

A esta profundidad los esfuerzos se incrementan y son eventualmente capaces de nuclear fisuras, especialmente en las interfases entre las partículas incoherentes de segunda fase y la matriz. Es posible que pudiera también aplicarse a la erosión por partículas sólidas donde las velocidades de deformación son mucho más grandes que la mayoría de los procesos de desgaste. Sin embargo, la alta concentración de dislocaciones debajo de la superficie ha sido asociada con impactos individuales y con condiciones de cavitación-erosión.

La dureza es una de las propiedades esenciales de la partícula en relación a la cantidad de desgaste efectuado. Partículas con mayor dureza a la de la superficie a impactar causarán mayor desgaste que aquellas partículas con menor dureza. El comportamiento se puede

explicar con el estudio de la mecánica de contacto entre la partícula y una superficie plana. Si la superficie del material fluye plásticamente una vez que su punto de cedencia es excedido, ocurrirá un flujo plástico en la superficie cuando la presión de contacto alcance alrededor de tres veces su esfuerzo de cedencia uniaxial.

#### Situación problémica

Dentro de las dificultades que se ha encontrado en el transporte del fluido en la industria minera es la resistencia de los materiales empleados en la fabricación de impelentes de las bombas centrífugas que le permita ser más resistente al fenómeno de la cavitación. Una aleación que garantiza la durabilidad de funcionamiento en estas turbomáquinas es la superaleación base níquel Hastelloy C-276, sin embargo, por las particularidades que presenta el licor lixiviado, mezcla multicomponente, que además del líquido, esta compuesto por gases y vapores, dañan todo el sistema, invalidando el trasiego, causado por el efecto de implosión de las burbujas. Al no garantizarse el funcionamiento de transporte se incurre en pérdidas, tanto en el orden económico, funcionales, así como las que se generan al medio, tales como el vertido de fluentes, el ruido y las constantes vibraciones.

#### Problema

Aunque se han realizados estudios relacionados con el comportamiento microestructural de la superaleación Hastelloy C-276 en condiciones de desgaste, aún no se precisan las variaciones que provoca la influencia de las burbujas del licor lixiviado en la cavitación de una bomba centrífuga, donde su impulsor es fabricado con este tipo de aleación.

#### **Objetivo general**

Determinar la incidencia de las burbujas del licor lixiviado en la cavitación del impelente de una bomba centrífuga fabricados de la superaleación Hastelloy C-276, a través de la micro y macrodeformación, la microdureza luego de ser retirado de servicio por el fenómeno del desgaste.

#### Hipótesis

La influencia de las burbujas del licor lixiviado en la superficie de la superaleación Hastelloy C-276, que provoca el fenómeno de la cavitación, puede ser determinada a través de la microscopía electrónica de barrido (SEM), la difracción por rayos X (DRX) y la microdureza, para determinar las causas que afectan la formación de grietas y poros. **Objeto de estudio:** impelentes de las bombas centrifugas fabricados de la superaleación Hastelloy C-276, afectados por la cavitación.

**Campo de acción:** la micro y macrodeformación, la microdureza de la superaleación Hastelloy C-276 expuesta al fenómeno de desgaste por cavitación.

#### **Objetivos específicos**

- Definir las particularidades de las superaleaciones base níquel expuestas a condiciones de fricción por efecto de un fluido multicomponente con presencia de gases, vapores y partículas abrasivas.
- Establecer el procedimiento metodológico para determinar las variaciones micro y macrodeformacionales, así como la microdureza de la superaleación Hastelloy C-276 afectada por la incidencia de la burbuja del licor lixiviado.
- 3. Determinar a partir de los parámetros establecidos como: distancia interplanar no tensionada y tensionada, dominio de la cristalita, el ancho del pico de difracción y la dureza, la incidencia de las burbujas en el impelente de la bomba centrífuga fabricado de la superaleación Hastelloy C-276.

#### Tareas del trabajo:

- 1. Establecimiento del estado del arte relacionada con el objeto de estudio.
- 2. Planificación y realización de experimentos.
- Análisis de los resultados derivados de la determinación de la micro y macrodeformación, así como de la microdureza de la superaleación Hastelloy C-276 afectada por la incidencia de las burbujas del licor lixiviado.
- 4. Fundamentación de los cambios físico metalúrgicos obtenidos de la incidencia de las burbujas del licor lixiviado en la superficie del alabe de la aleación Hastelloy C-276.
- Planteamiento de los efectos económicos, sociales y ambientales derivados del fenómeno del desgaste superficial de los álabes de la bomba centrífuga por efecto del licor lixiviado.

## **Capítulo 1: Marco teórico. Antecedentes investigativos**

#### CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO. ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS

#### 1.1. Introducción

La selección de materiales para el manejo de licor lixiviado exige una comprensión clara del comportamiento de este ácido, como agente corrosivo y conocimiento completo del sistema o problema particular respecto a concentración de ácido, presencia y concentración de otros iones, contaminantes, temperatura de operación, velocidad de flujo y presencia de sólidos en suspensión. No existe un único adecuado para todas las posibles situaciones.

En el presente capítulo se establece como objetivo realizar un análisis de la bibliografía existente que permita definir el estado del arte relacionado el fenómeno del desgaste en las superaleaciones base níquel.

#### 1.2. Generalidades sobre el desgaste

Es la perdida de material la que evidencia el fenómeno del desgaste y en la industria minera es un tópico importante que precisa estudio, debido a que las partes de estas máquinas se encuentran en constantemente contacto y movimiento con otros elementos. Por tal motivo, la selección de los materiales para la fabricación de este tipo de elementos debe ser precisa.

Según Hawk (1999), hay cuatro mecanismos de desgaste: por adherencia, abrasión, corrosión y triboquímica de la reacción (la combinación de corrosión con otro mecanismo de desgaste). El mismo autor también menciona otros tipos de pérdida, como la cavitación y la fatiga por contacto, los cuales son también causantes del deterioro de los materiales. Respecto a los tipos de mecanismos de desgaste, diferentes autores aprecian el estudio de los fenómenos de desgaste en dependencia de criterios propios y se presentan generalmente distintos esquemas de clasificación, siendo muy común encontrar la que los divide entre abrasión, adhesión, corrosivo-mecánico, fatiga superficial, cavitación y erosión (Ochoa y Macías, 2006).

Debido a las distintas variables implicadas en los diferentes mecanismos de desgastes, este trabajo hizo apenas un acercamiento a la abrasión, erosión, la adherencia y la cavitación, con énfasis en las particularidades del desgaste por erosión. En la figura 1.1 muestra en forma de esquema, los cuatro tipos de desgaste.



Figura 1.1. Tipos de desgaste: (a) abrasivo; (b) adhesivo; (c) erosivo d) cavitación. Fuente: Marques (2006).

De acuerdo con Hutchings (1992), los mecanismos de desgaste por abrasión pueden involucrar tanto la pérdida por deformación plástica, como la pérdida por fractura frágil. En algunas circunstancias, la deformación plástica suele ocurrir de una manera aislada; sin embargo, los dos tipos de mecanismos de desgaste por abrasión, normalmente ocurren simultáneamente. El desgaste abrasivo también es diferente cuando el contacto es entre dos cuerpos o cuando lo es entre tres cuerpos. De acuerdo con Marques (2006), la proporción del desgaste depende del grado de penetración del abrasivo en la superficie del material. Las pérdidas serán más grandes según la dureza del abrasivo sea mayor respecto a la superficie que está sufriendo el desgaste.

El desgaste adhesivo ocurre cuando dos superficies se deslizan una contra la otra con movimiento relativo, dando lugar a que los fragmentos de una superficie se adhieren a la otra. Este desgaste ocurre por las altas fuerzas de adherencia adquiridas cuando dos materiales entran en un fuerte contacto. El desgaste por adhesión normalmente ocurre cuando la lubricación es inadecuada y se produce la remoción de metal.

#### Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

#### Yasser Joubert Figueredo

#### 1.2.1. Erosión por impacto de partículas sólidas de los materiales

El desgaste de materiales es un problema en muchas industrias y en la mayoría de los casos, se debe principalmente a la abrasión y erosión causada por la arena presente en el fluido. Varios mecanismos de desgaste erosivo y varias ecuaciones semiempíricas han sido propuestos para modelar la tasa de desgaste, estas ecuaciones contienen en su expresión dos constantes características del material: su tenacidad de fractura y su dureza (Meng y Ludema, 1995; López-Cantera y Mellor, 1998).

El conocimiento de desgaste erosivo plantea Blau (1992) y Hutchings (2000), resulta esencial en la selección del material más económico y las condiciones de operación óptimas para el diseño de equipos tales como los hornos de cemento, las turbinas a gas, los gasificadores de carbono y los combustores, por lo que es importante entender la naturaleza y los mecanismos de pérdida erosiva para minimizar efectivamente sus efectos.

La pérdida de material por erosión depende de muchos factores interrelacionados que incluyen las estructuras y las propiedades de los materiales que actúan como blanco, las condiciones de micro y macroexposición y las características físicas y químicas de las partículas erosivas (Hutchings 2000; Hussainova y Schade 2008).

Los procesos de erosión y erosión - corrosión alcanzan velocidades de estado-estacionario en cortos períodos de tiempo que pueden ser extrapolados. De esta manera, es relativamente económico obtener datos específicos de ensayos que son adecuados para cada situación. La erosión ocurre sobre componentes expuestos en diferentes tipos de equipos aunados a otros mecanismos de degradación superficial como abrasión o corrosión, bien sea, en medios acuosos o de elevadas temperaturas (Hutchings 2000).

Hoppert (1989) ha referido que el choque de partículas duras y agudas a distintos ángulos cortará materiales dúctiles o blandos. La pérdida de material en el corte empieza cuando la partícula choca con la superficie. Para los ángulos normales de ataque, las partículas de cualquier forma o dureza provocarán la fatiga superficial del material alcanzado. Los materiales frágiles, como las cerámicas, tienen gran susceptibilidad a grietas y microfisuras, por consiguiente, son removidos preferencialmente por la interconexión de grietas que divergen del punto de choque de la partícula en la superficie.

En la figura 1.2 se muestra el mecanismo de desgaste de materiales frágiles, para ángulos próximos a  $90^{\circ}$ .



Figura 1.2. Mecanismo de desgaste. 1. Fatiga de la fase intergranular; 2. Microgrietas en el contorno de grano. 3. Inducción de microgrietas en el grano; 4. Desprendimiento del grano.5. Desprendimiento de fragmentos de granos. Fuente: Hoppert (1989).

Las partículas que causan el desgaste erosivo pueden estar en ambientes secos o húmedos, pudiendo actuar de formas muy variadas, tal como se muestra en la figura 1.2. Cuando el medio de trabajo es húmedo (por ejemplo, un medio con agua y partículas de arena), la erosión y la corrosión son fenómenos que actúan en forma sinérgica, provocando la degradación acelerada de los materiales (Zum Gahr, 1987).

La pérdida de material debido al fenómeno de erosión es dependiente de varios factores interrelacionados, donde influyen las propiedades físico-químicas de la partícula erosiva, las propiedades y las estructuras de los materiales erosionados y las condiciones del medio (Ball, 1986). En relación con lo anterior, según Finnie (1980), las variables que afectan la erosión pura puedan separarse en 3 tipos:

Tipo I- Variables que describe el flujo de las partículas;

Tipo II- Variables que describe la naturaleza de las partículas;

Tipo III- Variables que contemplan las propiedades de los materiales.

De acuerdo con Mesa y Sinatora (2003), el desgaste no sólo provoca la pérdida de eficiencia de los equipos, sino también grandes pérdidas económicas. Los daños ocasionados en el desgaste de piezas llevan al continuo recambio de partes de la maquinaria que provocan grandes tiempos de parada y por tanto de la producción. Es por esto que el estudio del desgaste, adoptando un adecuado método de trabajo, permite prever fallos en

equipos, conservando la productividad, la seguridad industrial y la disminución de costos relacionados con este tema. Incluso reduciendo la contaminación ambiental en algunos casos. Por ello las industrias, centros de investigación y universidades deberían emprender iniciativas con el fin de enfrentar este importante problema.

#### 1.3. Resistencia a la corrosión de los aceros inoxidables

Los aceros inoxidables austeníticos fueron desarrollados y utilizados a principios de los años 90. Inicialmente, algunas de las aleaciones fueron producidas solo como piezas de fundición y más tarde se desarrollaron las versiones forjadas. Desde entonces ha habido un progreso constante de diferentes o mejores aleaciones base níquel. Muchas de ellas encuentran su uso en la industria química para el servicio a la corrosión acuosa (Kotecki y Ogborn, 1995).

Las composiciones de muchas aleaciones forjadas base níquel pueden ser clasificadas como aleaciones de base de hierro-níquel, en las que el níquel es el elemento principal soluto, o base de níquel, en los que al menos el 50 % de níquel está presente. Las aleaciones de hierro-níquel se consideran complejas porque incorporan diferentes tipos de elementos (Costes *et al.*, 2007; Durán-Martínez y Fernández-Columbié, 2018).

Todos los aceros inoxidables contienen el cromo suficiente para darles sus características de inoxidables. Muchas aleaciones de este tipo contienen además níquel para reforzar aún más su resistencia a la corrosión. Estas aleaciones son añadidas al acero en estado de fusión para hacerlo "inoxidable en toda su masa". Por este motivo, estos aceros no necesitan recibir tratamiento superficial para mejorar su resistencia a la corrosión. Al analizar los resultados, se puede plantear que el material más resistente al medio corrosivo utilizado es el Hastelloy C-276, seguido del Inconel 625 y del AISI 316 como el de menor resistencia, este último es seriamente afectado por el ácido en las condiciones del ensayo, si se toma en cuenta la alta velocidad de corrosión (Hogmark,1978).

También los aceros inoxidables se oxidan, pero en vez de óxido común, lo que se forma en la superficie es una tenue película de óxido de cromo muy densa que constituye una coraza contra los ataques de la corrosión. Si se elimina esta película de óxido de cromo que recubre los aceros inoxidables, se vuelve a formar inmediatamente al combinarse el cromo con el oxígeno de la atmósfera ambiente.

El empleo de acero inoxidable estará bajo la dependencia de las características oxidantes del ambiente. Si imperan condiciones fuertemente oxidantes, los aceros inoxidables resultan superiores a los metales y aleaciones más nobles (Matos, 1987). Sin embargo, en la misma familia de los aceros inoxidables la resistencia a la corrosión varía considerablemente de un tipo al otro.

Un grupo importante de aleaciones para el servicio de corrosión y alta temperatura está basado en el elemento níquel. Uno de los atributos más importantes del níquel, con respecto a la formación de aleaciones resistentes a la corrosión, es su compatibilidad metalúrgica con otros metales tales como cobre, cromo, molibdeno y hierro. Las aleaciones de níquel son, en general, austeníticas; sin embargo, pueden estar sujetas a la precipitación intermetálica y a la formación de fases de carburo al someterse al envejecimiento.

De acuerdo con Vázquez (1994) y Kato (2003), una buena resistencia a la abrasión está determinada por una fase dura muy compacta. Si se requiere una matriz tenaz para condiciones de impacto y abrasión, es recomendable una estructura austenítica con elementos de aleación que formen carburos de mayor dureza. Aunque según Wu y Redman (1994), la actuación de una aleación de níquel se puede acercar a un comportamiento martensítico.

XuXiaolei*et al.* (2005) estudiaron el efecto del cromo molibdeno y wolframio en el endurecimiento del níquel a altas temperaturas y establecieron la dependencia que sigue el cambio de las propiedades mecánicas (termoresistencia y dureza en caliente) de las aleaciones al alear el níquel con elementos del grupo VIA. La sustitución del cromo en las soluciones de níquel por molibdeno (para iguales concentraciones atómicas) conlleva a un significativo aumento de la temoresistencia de las aleaciones y durante la sustitución del molibdeno por wolframio esta disminuye.

Hernández y Castellanos (2009) determinaron un conjunto de propiedades de las aleaciones de níquel que contenían 10 - 25 % de Cr; 0 - 35 % de W; 0,07 % de C; 0,004 % de B; 0,03 % de Zr luego de revenirlas a 900 y 1 000 °C durante 500 horas. El aumento del cromo hasta 25 % influye favorablemente sobre la resistencia prolongada. El valor máximo corresponde a 5 % atómico de Mo + W. A diferencia de emplear un solo componente, ya sea molibdeno o wolframio, en las aleaciones del sistema Ni-Cr-Mo-W, la aleación

conjunta con estos elementos influye enormemente en la sensibilidad a la aparición de grietas en caliente.

Refiere Esmailian (2010) que las aleaciones de níquel son, en general austeníticas, sin embargo, pueden estar sujetas a la precipitación de intermetálicos y fases de carburo cuando envejecen. Para aplicaciones de corrosión la precipitación de las segundas fases, por lo general, promueve ataque de corrosión. El problema difícilmente se encuentra porque las aleaciones se suministran en condición de recocidas y las temperaturas de servicio rara vez se acercan al nivel requerido para la sensibilización e inicio de la corrosión.

En general, la resistencia a la corrosión localizada de aleaciones se mejora por la adición de molibdeno. Sin embargo, el contenido de molibdeno por sí solo no resuelve el problema. Muchas superaleaciones, quizás entre el 15-20 %, han sido desarrolladas específicamente para aplicaciones resistentes a la corrosión (Hernández y Castellanos, 2009).

El Hastelloy C-276 es una superaleación de níquel-molibdeno-cromo con adición de tungsteno, diseñado para tener una excelente resistencia a la corrosión en un rango amplio de ambientes severos. El alto contenido de níquel y de molibdeno hace que este acero de aleación de níquel sea especialmente resistente a la picadura y a la corrosión de rendija en ambientes de reducción, mientras que el cromo lo hace resistente a medios oxidantes. El bajo contenido de carbón minimiza la precipitación de carburo durante el soldamiento para mantener la resistencia a la corrosión en las estructuras de ensamble (Rebak*et al.*, 2001).

#### 1.3.1. Desarrollo de las superaleaciones base níquel

El desarrollo de la tecnología moderna no habría sido posible sin el perfeccionamiento paralelo de nuevas aleaciones dotadas de propiedades especiales. Tal es el caso de las llamadas superaleaciones, las cuales exhiben una combinación de fuerza mecánica y resistencia a la degradación superficial (Floreen y Davidson, 1983).

Refieren Zadorozne*et al.* (2011) que los cambios en el abastecimiento y la demanda de una economía impulsada por los avances tecnológicos, han resultado en el desarrollo de un gran número de aleaciones comerciales de base níquel, este tipo de aleaciones es de vital importancia para la industria moderna, por su habilidad para resistir una extensa variedad de severas de operación, que involucran: ambientes corrosivos, altas temperaturas, propiedades mecánicas y la combinación de estos factores.

El níquel puro es dúctil y tenaz debido a su estructura cristalina cubica centrada en las caras (FCC), que lo hace tener una mayor solubilidad en el estado sólido para los elementos aleantes, lo que permite el diseño de una amplia variedad de aleaciones, de tal forma que pueden capitalizarse adecuadamente las propiedades de los elementos aleantes (Zadorozne*et al.*, 2011).

Ha sido planteado por Agarwal (2000) y Carranza *et al.* (2007) que estas aleaciones se desarrollaron a partir de los aceros inoxidables austeníticos, pero con contenidos de Ni mayores. Son aleaciones base Ni (tipo INCONEL serie 600 y 700), base Fe-Ni (tipo INCOLOY serie 800) y base Co (tipo STELLITE) que se usan generalmente a temperaturas mayores de 540 °C ya que poseen una excelente resistencia mecánica a elevadas temperaturas. Las superaleaciones consisten en una matriz austeníticaγfcc más una variedad de fases secundarias.

Las condiciones de operación, método usado en la soldadura, tratamientos térmicos inapropiados y temperaturas de operación en el intervalo de 482-816 °C promueven la precipitación de carburos de cromo y el consecuente empobrecimiento de cromo en los bordes de grano, promoviendo, de esta manera la sensibilización de la estructura metálica.

Refiere Rebak*et al.* (2001) y Esmailian (2010), que la fase austenítica les brinda excelente solubilidad para algunos aleantes, excelente ductilidad y características favorables para la precipitación de fases endurecedoras (aleaciones base Fe-Ni y base Ni). Las fases secundarias de valor en el control de las propiedades son los carburos MC, M<sub>23</sub> C<sub>6</sub>, M<sub>6</sub>C y  $M_7C_3$  (raro) en todos los tipos de superaleaciones y en las aleaciones base Ni y Fe-Ni, los compuestos intermetálicos $\gamma$ fcc Ni<sub>3</sub> (Al, Ti),  $\gamma$ bct (bodycentered tetragonal) Ni<sub>3</sub>Nb,  $\eta$  hexagonal Ni<sub>3</sub>Ti,  $\delta$  ortorrómbica Ni<sub>3</sub>Nb.

Ha sido expuesto por Rebak (2001) que todas las superaleaciones tienen agregados variables de Al, Cu, Mo, Nb, Ti y V que promueven endurecimiento por precipitación de carburos y de intermetálicossubmicroscópicos. Su resistencia mecánica se debe a endurecedores por solución sólida y fases precipitadas. Las principales fases precipitadas endurecedoras son  $\gamma y \gamma'$ . Los carburos proveen un aumento de la resistencia mecánica limitado de forma directa (a través de endurecimiento por dispersión) o más comúnmente indirecta (estabilizando bordes de grano frente a esfuerzos excesivos). Las fases  $\delta y \eta$  son útiles (junto con  $\gamma$ ) en el control de la estructura en superaleaciones trabajadas durante el

procesado. El grado en el cual contribuirán al aumento de la resistencia mecánica dependerá de la aleación y del tipo de procesado.

Estas aleaciones se emplean, al igual que los aceros inoxidables endurecibles por precipitación, cuando los requerimientos de resistencia a la termofluencia y a la oxidación/corrosión son los más exigentes: industria aeroespacial, turbinas de gas, reactores nucleares (Mishra y Frankel, 2008).

Plantean Mishra y Frankel (2008) que una superaleación de níquel, normalmente se fabrica fundiendo níquel y agregando cromo, y pequeñas cantidades de otros elementos, como el aluminio o el titanio, para formar la fase gamma prima. El cromo protege el producto final de la corrosión, mientras que otros metales como titanio y wolframio, incrementan la dureza. Después la mezcla liquida se enfría, apareciendo una masa de fase gamma de níquel-aluminio.

#### 1.4. Capa pasiva de los aceros inoxidables

En la superficie de todos los aceros inoxidables y en presencia de un ambiente oxidante crece una capa rica en óxido de cromo llamada capa pasiva. Lankford (1985); Calvo, (1971) Casanovas y Alemán (2002) consideran que la resistencia a la corrosión del acero inoxidable se debe a una película «pasiva» de un óxido complejo rico en cromo, que se forma espontáneamente en la superficie del acero. Este es el estado normal de las superficies de acero inoxidable y se conoce como «estado pasivo» o «condición pasiva».

Zhang (2001) plantea que esta capa superficial es de espesor nanométrico (entre 10 y 50 nanómetros), su composición todavía no está muy clara, pero se sabe que está basada en mezclas de óxido de hierro y cromo, poseyendo una excelente plasticidad así como una gran capacidad de regeneración (figura 1.3). Los aceros inoxidables se auto pasivarán espontáneamente cuando una superficie limpia se exponga a un entorno que pueda proveer de suficiente oxígeno para formar la capa superficial de óxido rico en cromo.



Figura 1.3. Corte transversal de un acero inoxidable.

Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

Yasser Joubert Figueredo

Fuente: Di Caprio (1999).

Menthe y Rie (1999) exponen que esto ocurre automática e instantáneamente, siempre que haya suficiente oxígeno disponible en la superficie del acero. No obstante, la capa pasiva aumenta de grosor durante algún tiempo después de su formación inicial. Ciertas condiciones naturales, como el contacto con el aire o con agua aireada, crearán y mantendrán la condición pasiva de la superficie frente a la corrosión, de este modo los aceros inoxidables pueden mantener su resistencia a la corrosión, incluso si se hubiesen producido daños mecánicos (rasguños o mecanización) y contar así con un sistema propio auto reparador de protección a la corrosión.

Sorell (1997) plantea que en la actualidad se acepta que la resistencia a la corrosión de los aceros inoxidables (que contienen siempre un elevado % de cromo), es producto a la formación de una capa superficial de óxido de cromo muy fina, que impide que la corrosión de los aceros penetre del exterior hacia el interior. Para que un acero sea inoxidable, es necesario que estén presentes los factores de composición, estado del material y medio de ataque, convenientes para que se forme la capa de óxido protector.

Bleich (1952) refiere que, cuando actúan sólo los agentes atmosféricos, la presencia del 12 % de cromo es suficiente para que se forme la capa de óxido que impide la corrosión producida por aire ambiente y la acción de agentes corrosivos débiles. Al aumentar la intensidad del ataque, para que se pueda formar una capa de óxido suficientemente protectora, es necesario mayor porcentaje de cromo, pero esto ocurre hasta un cierto límite a partir del cual ya no se aumenta la resistencia a la corrosión y es necesario adicionar otros elementos como níquel, molibdeno, titanio, según sea el caso.

Verdeja (1994); Pero-Sanz (1994); Dogan y Hauk (1997), consideran que el cromo aumenta además la templabilidad, la resistencia a elevadas temperaturas, así como las temperaturas de temple, recocido y normalizado, disminuye ligeramente la tendencia al sobrecalentamiento y la ductilidad no siendo así para contenidos superiores al 1,5 %. En los aceros de baja aleación, en presencia de Ni y Mo, aumenta la templabilidad. Este elemento forma un óxido de alta temperatura de fusión y de difícil eliminación, reduce la velocidad de temple, disminuye el crecimiento del grano y retarda la descarburación periférica, dando mayor profundidad de temple.

El cromo de los aceros inoxidables es el principal responsable de los mecanismos de autopasivación. A diferencia de los aceros al carbono o estructurales, los aceros inoxidables deben tener un contenido mínimo de cromo del 10,5 % en peso y un máximo del 1,2 % de carbono. Ésta es la definición de acero inoxidable dada en la norma europea EN 10088 - 1. La resistencia a la corrosión de estos aceros al cromo puede mejorarse con la adición de otros elementos de aleación como níquel, molibdeno, nitrógeno y titanio (o niobio). Esto proporciona una gama de aceros resistentes a la corrosión para un amplio espectro de condiciones de trabajo y además, potencia otras propiedades útiles como son la conformabilidad, la fuerza y la resistencia térmica (al fuego).

Según Guitar *et al.* (2003), los aceros inoxidables no pueden ser considerados como resistentes a la corrosión en todas las condiciones de trabajo, dependiendo del tipo de acero, habrá ciertas condiciones en las que se pierda el «estado pasivo» y no pueda recomponerse, en ese caso la superficie se convierte en «activa», y se produce la corrosión. Pueden darse condiciones activas en zonas pequeñas privadas de oxígeno de los aceros inoxidables, tal como en uniones mecánicas, esquinas compactas o en soldaduras incompletas o mal acabadas. El resultado puede ser formas «localizadas» de grietas o picaduras.

Son del criterio Smith *et al.* (1970) que los materiales sometidos a tensiones repetidas o fluctuantes fallan a una tensión mucho más baja que la necesaria para producir la misma falla bajo una carga constante. Por ende, esta falla suele ocurrir a un menor nivel de tensiones que el límite elástico del material. El deterioro se manifiesta a través de la formación de grietas en la superficie del componente que se propagan a través de este hasta que la sección remanente intacta es incapaz de sostener los esfuerzos impuestos y se produce la fractura súbita.

Según Aráujo y Nowell (2002), el daño que se sufre durante el proceso de fatiga es acumulativo y generalmente irrecuperable, debido a que los períodos de descanso no producen ninguna recuperación medible. La velocidad de la grieta depende del material y de las condiciones ambientales. El último objetivo de las teorías y modelos de degradación de los materiales sometidos a cargas cíclicas, es obtener una aproximación racional de la vida de un elemento estructural. Es decir, un valor esperado del tiempo, durante el cual este elemento, cumplirá con la función para el que ha sido concebido.

Plantean Dinda y Kujawski (2004) que cuando, a lo largo del servicio del componente, cualquiera de ellas disminuya colocándose por debajo de unos valores admisibles se habrá llegado al fin de su vida útil. De todas formas, el estudio de la degradación de un material podría generalizarse al seguimiento de la evolución de cualquier otra característica, sea o no estructural, aunque ésta no es una práctica demasiado habitual.

Johansson y Olsson (2000) afirman que los aceros al cromo se deforman bien en caliente, se mecanizan y son adecuados para endurecimientos parciales o por inducción. Los aceros con cierto contenido de carbono y Cr, forman carburos de gran resistencia al desgaste, con porcentajes hasta de 5,5 %, confiere al acero propiedades de conservar la dureza del revenido, aún a elevadas temperaturas.

Refieren Chungen (1999); Hussainova y Schade (2008) que los recubrimientos de carburos de cromo (cromo-hierro), generalmente poseen una menor capacidad de resistir la acción de diferentes medios agresivos que los carburos formados por otros elementos químicos (titanio, vanadio). Esta situación ha motivado que, como alternativa, se haya desarrollado una tendencia a la aleación de las capas de carburos de cromo con elementos tales como boro, vanadio, titanio, circonio y silicio.

#### 1.5. Manejo del licor lixiviado en el proceso tecnológico carbonato amoniacal

En la empresa "Comandante Ernesto Che Guevara", en el proceso metalúrgico, para la obtención del sinter de níquel como producto final, se utilizan sustancias o fluidos que son trasladados a las diferentes etapas de la producción mediante la utilización de bombas centrífugas. En la etapa de lixiviación, para la obtención de producto final, se maneja el fluido que contiene los licores lixiviado a diferentes concentraciones, desde su vertimiento en los tanques de contacto hasta la salida en la Unidad Básica de Producción (UBP) de Recuperación de Amoniaco y Cobalto,

Carón (1950) lo caracteriza como un mezclado de agua y amoniaco, con la presencia de sólidos disueltos y en suspensión, que se trasiega a temperaturas desde 20 hasta 64 °C. Esta solución según el principio de Gibbs, es una mezcla de tres componentes (agua, amoniaco y partículas sólidas) y en estado de saturación puede presentarse como una función de tres variables, como: la temperatura de saturación, la concentración de amoniaco y la concentración de partículas, que les corresponde un único valor de presión de saturación que varía de acuerdo con las concentraciones (Osseo-Asare, 1975 y Miranda, 2002).

#### Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

#### Yasser Joubert Figueredo

Según Colectivo de autores de 1987, la UBP de Recuperación de Amoniaco y Cobalto tiene la función de recuperar el licor fuerte de amoniaco (NH<sub>3</sub>)y el CO<sub>2</sub> del licor, así como recibir los desechos lixiviados (colas) proveniente de la etapa de Lixiviación, donde se obtiene como producto final de esta UBP, la pulpa de carbonato de Ni. El licor lixiviado es bombeado de los turboareadores a los filtros de prensa Modelo 1500, sobre el que se depositan los sólidos de Fe y Mg, entre otros, considerados principales impurezas y contaminantes para el proceso. En dicho proceso el material filtrado disminuye los sólidos, presentes en la suspensión, de 360 a 20 ppm, las partículas sólidas filtradas se encuentran en un rango de 100 a 200 mesh (70 - 150  $\mu$ m), elementos considerados como la máxima eficiencia que alcanza el mencionado proceso de filtración.

Si se compara el licor lixiviado con el agua, en relación al efecto que provocan durante su transportación, en la formación de cavidades en las bombas centrífugas, se constata que el primero presenta mayor posibilidad de formar burbujas que inciden en la ocurrencia de la cavitación, debido, primordialmente a que a una misma temperatura la presión de saturación del licor lixiviado es menor que en el agua, por la presencia de amoniaco, que se transforma de su estado líquido al estado gaseoso (Reyes, 2015).

Para justificar lo anteriormente expuesto, Reyes (2015) experimentó con diferentes fluidos (agua y licor lixiviado), los cuales le permitieron predecir el comportamiento de la formación de burbujas para disímiles condiciones y medir las presiones a la entrada y a la salida de la voluta en la instalación experimental que trasiega fluidos por medio del funcionamiento de una bomba centrífuga.

Observó, que los valores que experimentan los cambios de presión, permanecen por debajo de cierto valor límite, establecido como valor de la presión de saturación y que las burbujas formadas, no se identifican por un nuevo cambio de fase de vapor a líquido dentro de la bomba, y que presumiblemente, algunas implosionan y otras, se mantienen hasta salir de la arista de los álabes del impelente y la voluta de la bomba, observada en el oscilador de burbujas que se forma en la tubería de descarga.

En otro trabajo Reyes (2016) en relación con el fenómeno de la formación de burbujas en el licor lixiviado y a partir del modelo de Romo (2013), argumenta que las burbujas se forman cuando la presión del fluido en movimiento alcanza valores inferiores a la presión de

saturación correspondiente a su temperatura y que realizan cambio de fase de líquido a vapor como el mostrado en la figura 1.1.



Figura 0.1. Formación de burbujas por variación en las presiones. Fuente: Romo (2013)

En la figura se muestra el cambio de fase que origina la formación de las burbujas en el fluido por las variaciones que experimentan las presiones en las diferentes secciones del medio confinado, donde coexiste el fluido en la fase líquido + vapor. Consideran Reyes (2010), Finley y Clinton (2014) y Xiao *et al.* (2016)que el estudio de la teoría de los patrones de flujos, se fundamenta en columnas de burbujeo de forma vertical. Estos patrones se reflejan a través de su esquematización, pero se tiene como dificultad, la imposibilidad de tomar imágenes que reflejen el comportamiento en instalaciones experimentales o industriales que les permitan observar estas variaciones por lo que para investigar la cavitación hay que usar cámaras ultrarrápidas.

Con respecto al empleo de instalaciones experimentales para evaluar el comportamiento del licor lixiviado en el interior de la tubería, Reyes (2010) expone que la determinación de los campos de velocidad y de presión, el transporte y las propiedades de mezclado tales como la caída de presión, la retención de las distintas fases, las áreas interfaciales y los coeficientes de transferencia de calor y masa, dependen en gran medida del mecanismo teórico del régimen de flujo predominante.

Durante la búsqueda bibliográfica relacionada con el licor lixiviado y su influencia en el efecto de la cavitación, se pudo constatar que, en las literaturas consultadas, excepto en los trabajos de Reyes (2015), no se precisa que durante el transporte de esta mezcla exista mayor posibilidad de formación de burbujas en comparación con otros fluidos debido a la presencia de gas, sólido y líquido y muy en particular la presencia de amoniaco.

#### 1.6. Comportamiento de las burbujas en el transporte de fluidos

En la evaluación del comportamiento de los fluidos existen modelos para la determinación de la formación de burbujas en una sustancia, los cuales parten, según Ramírez y Giraldo(2013) y Xue *et al.* (2014), de la relación existente entre el crecimiento de una

burbuja típica en el fluido y con algunas propiedades del flujo como el campo de velocidad, la presión del fluido y la presión de saturación de la sustancia.

Cuando en una región, según el flujo, la presión en el interior de la burbuja Pb y la presión de vapor del fluido Pv alcanzan valores iguales o menores y las burbujas adquieren el radio máximo con respecto al radio inicial, se mueve a una zona de presión más alta, entonces ocurre el colapso en función del tiempo en dependencia de las oscilaciones que se presentan en el radio. Consideraciones de estos autores (Ramírez y Giraldo, 2013 y Xue *et al.*, 2014), exponen que luego de la ocurrencia de la cavitación, se puede evidenciar el efecto de un campo de presión dependiente del tiempo, que es un indicio de la influencia de la presión sobre la frontera de la burbuja.

Autores como Deckwer y Schumpe (1993) y Sha y Liu (2014) coinciden al plantear que los regímenes de flujo dependen, del crecimiento de la tasa de flujo de gas, del diámetro de columna y en los mismos tienen diferentes clasificaciones. Así se puede encontrar el flujo burbuja, régimen que se caracteriza por tener uniformidad en el tamaño de las burbujas con igual distribución radial; el flujo revuelto turbulento o régimen heterogéneo, caracterizado por las altas velocidades de gas, la dispersión homogénea y un flujo inestable ocurre, este patrón de flujo se caracteriza por su heterogeneidad.

Deckwer y Schumpe (1993) hacen referencia al flujo intermitente y expresan que su ocurrencia está asociada con diámetros pequeños de columna y altos flujos de gas. Las burbujas grandes pueden ser estabilizadas por efecto de la pared y formar burbujas pistón. Estas pueden tener hasta un diámetro menor de 0,15 m.

Al estudiar los patrones de flujo en una columna de burbujas en un evaporador, Shah *et al.* (1982) manifiestan que las mismas representan una secuencia aproximada de patrones como la observada en la figura 1.2.



Figura 0.2. Patrones de flujos en columnas de burbujas. Fuente: Shah et al. (1982)

En los ensayos realizados por Shah*et al.*(1982), Hewitt (1978) y Hewitt *et al.* (1986), coinciden en plantear que las tasas de flujos son concurrentes y que, de forma general, se observa la intensidad de formación de cavidades y existe la formación de un oscilador de burbujas (patrón interrumpido de las burbujas) que desciende en la tubería de impulsión para la parte interior de la voluta de la bomba.

Los patrones flujo de burbujas y revuelto turbulento se observan en la tubería de succión y aparecen indistintamente, pero dependen, de forma fundamental, del control del gasto que se realiza a través de la válvula de regulación de flujo. Se produce un patrón revuelto turbulento al normalizar el flujo a un gasto menor, lo que se manifiesta de forma perceptible en la caída de presión en la máxima intensidad de la cavitación. Mientras que el patrón de flujo burbuja se produce cuando se normaliza el flujo a un gasto menor.

Según Delhaye (1983),Hewitt*et al.* (1986) y Fukaya (2014), en estas condiciones, el flujo de gas se convierte en burbujas de Taylor. Estas presentan forma alargada, similar a una bala; presentan un diámetro casi igual al de la tubería; ascienden uniformemente y son separadas por tapones de líquido que contienen pequeñas burbujas.

Según Triszcz*et al.* (2009) y Luo*et al.* (2014), entre la burbuja de Taylor y la pared de la tubería, el líquido desciende en forma de una película delgada y forma un flujo batido, muy similar al flujo intermitente; pero mucho más caótico, espumoso y desordenado. Esta burbuja se comienza a reducir y su forma se destruye. El tapón de líquido que separa a estas burbujas se deforma repetidamente por una alta concentración de gas y se reduce la separación (Beritto 2008).

Existe una amplia diversidad de mapas de patrones de flujo para tuberías verticales y horizontales en relación con la diversidad de estos. Hewitt (1978) y Song*et al.* (2014) plantean que estos mapas proponen los límites de transición en un sistema de dos coordenadas dimensionales o adimensionales y son determinados de forma experimental.

Los autores Taitel*et al.* (1980), Delhaye (1983) y Fu*et al.* (2013) plantean que se aceptan cuatro tipos de patrones de flujo para sistemas multifásicos gas - líquido en tuberías verticales: el flujo burbuja, el flujo intermitente, el flujo turbulento y el flujo anular.

Con respecto al primero, consideran que la fase de gas es más uniforme en relación con la fase continua líquida; con respecto al intermitente, expresan que las dos fases se redistribuyen axialmente y en cuanto a los dos últimos, coinciden con el criterio de los

autores mencionados anteriormente. De manera que, en cualquier sección transversal, las tasas de flujo varían con el tiempo.

La característica del flujo batido es que el líquido es oscilatorio o la dirección de su movimiento es alternativo, es decir, ascendente y descendente. En cambio, un flujo anular, se caracteriza por la continuidad en la dirección axial de la fase gas a lo largo del centro de la tubería. La fase líquida asciende en parte como película ondulada y parcialmente ingresa por el centro en forma de gotas (Wallis 1969).

#### 1.7. Influencia del licor lixiviadoen los álabes del impelente

Almaguer (2010) y Alcántara *et al.* (2016) exponen que la pulpa lixiviada caliente es la fuente que origina tensiones en las capas superficiales de los elementos mecánicos diseñados y manufacturados de la aleación Alloy 20, lo cual trae como consecuencia la aparición del fenómeno de la fatiga superficial; el cual es similar a la rotura por fatiga volumétrica de los cuerpos sólidos. La fatiga que se origina desde una grieta subsuperficial, ocurre debido a alta concentración de tensiones en puntos o planos defectuosos, esta grieta se propaga paralela a la superficie hasta brotar en la misma.

Correa-Suárez (2012) plantea que la pulpa lixiviada caliente al pasar por el cambio de sección de la válvula sufre una diferencia de potencial, la cual origina una turbulencia acompañada de un proceso electrolítico, en donde la serpentina que se introdujo en el proceso con 9,32 % de sílice en forma de cristales con múltiples aristas cortantes y el cromo con 2,06 %, presenta según (Pérez, 2004)una dureza Mosh 9, ángulos críticos de 20 - 30° y granulometría de 0,01 - 1,5 mm, las mismas al transportarse por el fluido ocasionan ralladuras y microporos en la capa protectora de dióxido de titanio (TiO<sub>2</sub>), dando lugar a que el licor lixiviado que se inyecta en mayores proporciones por el alto contenido de magnesio de la serpentina se inocule y ataque la matriz y produzca una corrosión por picadura y con ello perforaciones en un corto período de incubación, además los iones cloruros presentes de 7,8 mg/l, valor que coincide con Webber y Thurman (1991).

También provoca un ataque generalizado como consecuencia del efecto de la pulpa. La corrosión provoca una amplia zona atacada por las picaduras en la zona de contacto e incluso, en aquellas en las que no existe contacto entre los cuerpos. En la zona donde tiene lugar el contacto entre la pulpa y el impelente, la afectación es más severa, como resultado de los procesos de desgaste, de cavidades y surcos producto de una adhesión profunda.

Fernández (2016) plantea que en la aleación Hastelloy C-276 la microdureza aumenta en las zonas donde incide esta pulpa, aunque se desgasta producto del deslizamiento de las partículas abrasivas, a la vez se endurece por el fenómeno de la acritud.

Esta variación, presumiblemente, puede estar asociada a la resistencia que ofrece la capa pasivadora del cromo durante la fricción deslizante en las deformaciones en esta zona de contacto. Vale decir que el deslizamiento de la pulpa lixiviada caliente sobre el material provoca el efecto de la deformación plástica, manifestándose el mecanismo de endurecimiento por deformación.

Como consecuencia de las características del fluido que circula por la línea de tubería ocurre la erosión del material debido a la existencia de partículas abrasivas. Los principales factores que ocasionan desgaste por erosión son la velocidad y el bajo impacto, cuando el movimiento es paralelo a la superficie. Por lo general este desgaste depende de la dureza de las partículas y en muchas ocasiones también de los filos que estas presentan. Las partículas abrasivas pueden estar suspendidas o conducidas por un fluido (agua o aire) o pueden fluir por su propio peso (canal de arena) (Durán-Martínez y Fernández-Columbié, 2018).

A diferencia de la abrasión, en la erosión el elemento abrasivo (en este caso la gravilla) es proyectado por la pulpa contra la superficie del material y de esa manera parte de la energía cinética es absorbida por la pieza, causando deformación elástica o remanente de esta en función del grado de tenacidad del metal y la otra es absorbida por el abrasivo, ya sea como velocidad de rebote o energía que lleva a la partícula a fracturarse (Alcántara*et al.*, 2016).

#### 1.8. Corrosión por picadura

La corrosión es un proceso electroquímico que comprende una reacción anódica implicando la oxidación del metal (reacción de corrosión) y una reacción catódica basada en la reducción de especies químicas (Aperador *et al.*, 2012). La corrosión por picadura es una corrosión localizada cuyo mecanismo puede presentar una cierta analogía con el de la corrosión intersticial. Como todos estos tipos de corrosión, ésta es particularmente agresiva y peligrosa, pues actúa en profundidad en pequeñas áreas muy circunscritas y fáciles de escapar a un control visual, incluso cuidadoso, pudiendo dejar fuera de servicio una instalación porque progresa hasta perforar la parte atacada.

La picadura puede presentarse en una sección transversal, y ser o bien de tipo penetrante, o bien de tipo cavernoso. El progreso de la perforación sigue normalmente el de la gravedad,

tanto que para cambiar la dirección de propagación del picado en el interior de una pared es suficiente a veces cambiar su inclinación con respecto a la vertical.

La corrosión por picadura se desarrolla partiendo, de la superficie del acero y se inicia en correspondencia con puntos de la superficie en los que resulta más difícil una condición de pasividad estable. Para que se desarrolle un ataque de corrosión por picadura deben coexistir diversas causas, como el tipo de ambiente en el que se encuentra inmerso el acero inoxidable y la presencia de zonas favorables de ataque, como por ejemplo la junta de grano (Di Caprio, 1999).

El ambiente está constituido generalmente por soluciones diluidas de carácter oxidante débil en las que están presentes iones específicos, como los iones cloro y bromo. Las condiciones para que se desarrolle la picadura son que la mayor parte de la superficie se encuentre en estado pasivo y sólo algunas zonas muy pequeñas de la misma en estado activo (Durán-Martínez y Fernández-Columbié, 2018).

Los iones alógenos (Cl y Br), de acción específica, consiguen finalmente romper la pasividad en la zona donde es más débil. La condición para que suceda la rotura del estrato pasivo en el punto débil está determinada por la combinación de cuatro parámetros que son, la resistencia intrínseca del acero inoxidable a este tipo de corrosión, la concentración de la solución agresiva, el tipo de iones agresivos y la temperatura superficial del acero inoxidable. Los ambientes típicos capaces de desarrollar la corrosión por picadura son el agua marina y en general las aguas que contienen iones cloro, sobre todo si están estancadas (Di Caprio, 1999).

Johansson y Olsson (2000) afirman que los aceros al cromo se deforman bien en caliente, se mecanizan y son adecuados para endurecimientos parciales o por inducción. Los aceros con cierto contenido de carbono y Cr, forman carburos de gran resistencia al desgaste, con porcentajes hasta de 5,5 %, confiere al acero propiedades de conservar la dureza del revenido, aún a elevadas temperaturas.

Gardner y Nethercot (2002), definen que a partir del 5 % de cromo, se nota determinada resistencia a la corrosión, para contenidos superiores al 12 %, se considera un acero inoxidable y termoestable, es el elemento fundamental en los aceros inoxidables y refractarios, causante de la resistencia a la corrosión debido a la formación de una película de óxidos de cromo es alfágeno. En estos aceros, debido a que tiene gran tendencia a

formar carburos, se limita el contenido de carbono o se añaden elementos de más afinidad que este por el carbono (Ti, Nb), conocidos como estabilizadores.

La superaleación Hastelloy C-276 tiene una excelente resistencia a la corrosión de muchos medios. Esta resistencia, que es similar a la de otras aleaciones de níquel-cromo, está en función de su composición. El níquel contribuye a la resistencia a la corrosión en muchos medios inorgánicos y orgánicos, otros fuertemente oxidantes, amplios rangos de compuestos ácidos y alcalinos. También es útil en combatir el agrietamiento por corrosión bajo tensión por cloruro iónico. El cromo imparte una capacidad de resistir el ataque por oxidación de los medios y compuestos de azufre. El molibdeno contribuye a la resistencia a la picadura en muchos medios (Alcántara *et al.*, 2016).

Según Agarwal (2000) la versión forjada de la aleación Hastelloy C, denominada C-276, fue desarrollada en el año 1960, utilizando nuevas técnicas de fundición como el proceso de descarburación argón-oxígeno, que se utiliza para reducir la cantidad de carbono y otras impurezas, tales como el silicio (Si) en la masa fundida.

#### 1.8.1. Corrosión intercristalina

La corrosión intercristalina es el desmenuzamiento o desmoronamiento de los granos del metal. Las formas de evitar o disminuir su aparición son: la adición de estabilizadores que pueden ser Nb (niobio) o Ti, bajo carbono < 0,08 % y tratamiento térmico de austenización completa. Este procedimiento consiste en calentar las piezas hasta 1 100-1 150 °C, la velocidad del incremento de la temperatura es de 100 a 150 °C y la retención una vez alcanzada la temperatura del tratamiento durante 2 horas antes de sacar del horno para proceder al enfriamiento por el aire del medio ambiente (Johansson y Olsson, 2000).

De esta forma se capturan el Cr y el carbono en la estructura cristalina del metal. Así se evita el mecanismo de formación de la corrosión intercristalina que consiste en la precipitación del Cr a los bordes de los granos donde reacciona con el carbono formando los carburos de cromo que son elementos de alta dureza y por tanto frágiles que se fracturan antes los esfuerzos mecánicos y se desmenuzan perdiendo la continuidad física que los elimina del uso.

La importancia práctica que presenta la corrosión bajo tensión, este tipo de corrosión da lugar a la fisuración y rotura del material y que viene provocada por la acción combinada de esfuerzos mecánicos estáticos y de un agente químico corrosivo. Los esfuerzos pueden

ser internos o superficiales o de ambos tipos conjuntamente, se ha comprobado que, para que se produzca este tipo de corrosión es preciso que el acero o material soporte esfuerzos de tracción, pues los de compresión no sólo no provocan el fenómeno, sino que, en ocasiones, puede ejercer una acción protectora (Rebak*et al.*, 2001).

Las tensiones causantes de la corrosión pueden ser de origen externo, es decir, aplicadas al material por cualquier medio, o bien inherentes al mismo, por ejemplo: residuales de operaciones de trabajado en frío o de tratamientos térmicos u operaciones de soldadura e incluso originadas en proceso de precipitación o de transformación estructural.

La corrosión bajo tensión puede darse tanto en materiales metálicos como no metálicos, es decir, que puede considerarse como una propiedad asociada al estado sólido. Con respecto a los aceros inoxidables, se puede afirmar que de modo general, en presencia de determinados agentes corrosivos resultan susceptibles a la rotura de carácter intergranular, cualquiera que sea su estructura: austenítica, ferrítica o martensítica (Veinthal*et al.*, 2013).

Las roturas de este tipo están relacionadas con los procesos, que convierten a los aceros en susceptibles a la corrosión intergranular. En cambio, las roturas de carácter transgranular se observa solamente en los aceros inoxidables con estructura austenítica (Hochmann, 1968). La velocidad de la corrosión general se mide en unidades de longitud (mm/año) y se divide en cinco grados y está reflejada en la tabla 1.1

Tabla 1.1. Velocidad de corrosión

Grados	Ι	II	III	IV	V
Velocidad de corrosión en mm/año	< 0,1	0,1-1	1-3	3-10	>10

Hay especies como el cloruro, que no solo modifican la velocidad de corrosión uniforme sino que además, producen otro tipo de corrosión conocida como picadura o "pitting", cuya velocidad es impredecible. Colombier y Hochmann (1955), consideran que en los aceros inoxidables puede haber tres tipos principales de destrucción por corrosión:

- 1. Corrosióngeneral, consiste en que la corrosión se propaga hacia dentro del metal de un modo uniforme por toda la superficie.
- 2. Corrosion intercristalina,
- 3. Agrietamientoporcorrosión.

Según Tabrett (2000), son los carburos eutécticos presentes en su microestructura los responsables de esta buena resistencia que además mejora al aumentar su porcentaje, sin

embargo, estos carburos influyen críticamente en el comportamiento a fractura y la tenacidad del material disminuye a medida que la fracción de carburos aumenta La matriz austenítica, martensítica o mezcla de las dos actúa de soporte de los carburos, previniendo la fractura y el desconche de los mismos.

Sare (1997), indicó que la matriz juega un papel fundamental en la tenacidad a fractura del material de las fundiciones blancas ya que dificulta la propagación de las grietas de unos carburos a otros. Varios investigadores han constatado que las fundiciones de matriz austenítica poseen mayor tenacidad a fractura que las fundiciones de matriz martensítica. También la matriz influye en la resistencia al desgaste abrasivo. Las matrices austeníticason las más resistentes a este tipo de desgaste ya que la austenita, inestable, se transforma en martensita a consecuencia de la fricción. Lo que no parece estar tan claro es la cantidad de austenita retenida que optimiza esa resistencia puesto que algunos autores estiman esa cantidad en torno a un 25 - 30 % de austenita (Avery, 1974) y otros mantienen que el óptimo estaría entre un 30 y un 50 % (Sare, 1997).

Afirman Radulovic (1994); Zum Gahr (1982); Kootsookos (1995), que las aleaciones con matriz austenítica poseen mayor tenacidad a fractura que las de matriz martensíticay además, cuanto mayor es la cantidad de austenita en la matriz, mayor es la tenacidad a fractura (Sare, 1997). La rotura normalmente transcurre a través de los carburos eutécticos que rompen bruscamente (Durman, 1970). Tanto en aleaciones con matriz austenítica como martensítica, la fractura progresa también alrededor de los carburos secundarios presentes en la estructura de ambas matrices por lo que estos carburos secundarios son perjudiciales para la tenacidad de los materiales (Pearce, 1984; Biner, 1985).

#### 1.9. Efecto del tamaño de grano en las superaleaciones

El tamaño de grano final de las superaleaciones forjadas y tratadas térmicamente, tienen una influencia importante sobre las propiedades mecánicas. Incrementando el tamaño de grano, la resistencia a la tensión, el esfuerzo de ruptura y la ductilidad, generalmente decrecen y los valores de la deformación son más erráticos. Un material que tiene un grano fino tiene, a temperatura ambiente, una dureza superior, así como mayor resistencia a la fatiga y resistencia al impacto, comparado con un material de grano grueso.

25

A elevada temperatura, las propiedades de fluencia son generalmente mejores para materiales de grano grueso, pero esta ventaja se puede equiparar con otras propiedades inferiores bajo otras condiciones de carga (Pitler, 1965).

La forma y aspecto del tamaño de grano, así como la orientación y dirección que tienen, resultado del tratamiento termomecánico (forja, laminación), afectan las propiedades bajo tensión y el esfuerzo inicial de fluencia. Las aleaciones endurecidas por una dispersión de óxidos, tienen mejores propiedades de esfuerzo inicial de fluencia y resistencia a la tensión cuando las pruebas se han realizado en la dirección paralela a la deformación 100, cuando la relación del tamaño de grano crece, aumentan las propiedades (Beattie y VerSnyder 1959), para una temperatura de 1 092 °C.

Un problema frecuentemente encontrado en materiales forjados, particularmente en grandes discos de forja, los cuales no son uniformemente trabajados, es un crecimiento anormal de grano, en donde algunos granos crecen a un tamaño extremo. La estructura resultante llamada dúplex no es deseable, porque el material posee una fragilidad con ambas condiciones de grano grueso y fino (Wagner y Hall, 1965; Sullivan y Donachie, 1967).

En sentido general, el proceso de fundición puede ser considerado como productor de una forma de estructura de grano, y el tiempo de forjado de tales estructuras producen otras. No solamente hay diferencia en el tamaño de grano, para los gradientes composicionales (con resultado de gradientes microestructurales), son más prevalecientes en fundición.

La estructura dendrítica de fundición, puede también ser una importante consideración en su realización. Está frecuentemente establecido que la fundición proporciona una propiedad superior en resistencia a la termofluencia, antes de ciertas temperaturas, pero, en muchos casos, la fundición y la forja no son comparados sobre una base similar.

En resumen, en forma general puede ser dicho que una aleación de fundición es superior en resistencia a termofluencia a su contraparte forjada. Sin embargo, otras propiedades, tales como resistencia a la tensión y resistencia a la fatiga, no necesariamente son superiores. La razón de superioridad de las fundiciones en resistencia a fluencia, es asociada con el tamaño de grano y microestructura peculiar de las heterogeneidades presentes de los elementos aleantes.

Desde un punto de vista práctico, se ha observado que un gasto extra en el forjado de superaleaciones, solamente sería justificado si tales procesos produjeran un aumento en
algunas propiedades específicas, las cuales fueron absolutamente esenciales para la realización de partes especiales. Varios de otros aspectos de estructura de grano han sido recientemente desarrollados por un control más estricto del tamaño de grano, porosidad y eutéctico  $y^1$ , en una fundición policristalina convencional (Whittenberger, 1977) y por un proceso de fundición direccional controlada (solidificación direccional).

## 1.10. Conclusiones del capítulo 1

- En las superaleaciones base níquel, de encontrarse presente un agente reductor fuerte, estos pierden su pasividad y sufren corrosión, la cual puede ser por picadura, por erosión o intercristalina.
- Las superaleaciones al estar expuestas a ambientes severos, pueden presentar un único tipo de daño, pero en general, la estructura es una combinación de dos o más tipos, donde el examen y la interpretación pueden ser bastante complejos, que va desde la deformación plástica hasta el daño superficial con pérdida de material, el desgaste.
- Se pudo determinar que el diseño de las superaleaciones base níquel están basadas en su buena resistencia a la corrosión tanto en medios ácidos y alcalinos, como oxidantes y reductores, su buena resistencia mecánica, su buen comportamiento a elevada temperatura y su resistencia al creep, sin embargo al dañarse la capa pasiva del cromo, pueden estar expuestas al efecto de la corrosión.

# **Capítulo 2: Materiales y métodos**

# **CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS**

# 2.1. Introducción

Una de las características peculiares de los aceros inoxidables y uno de los motivos de la continua generalización de su empleo es, su resistencia a la corrosión. Si bien es cierto que presentan buenas características de resistencia a los fenómenos corrosivos, por otra parte, no es menos cierto que, como cualquier otro material, no pueden hacer frente a cualquier tipo de agresión. Su resistencia a la corrosión depende de muchos factores, como sus condiciones intrínsecas (principalmente su composición química y estructural), el tipo de ambiente en el que se encuentran, el modo como se unen entre sí o con otros materiales, el proceso tecnológico al que están sometidos.

El objetivo del capítulo es establecer el procedimiento metodológico para la determinación del proceso de desgaste del impelente, así como los métodos, procedimientos y condiciones en la que se realizarán los experimentos.

## 2.2. Composición química del material empleado en la bomba centrífuga

La composición química estándar de esta aleación según Databook 1988, editada por la American Society for Metals y la designación adoptada por la AISI y SAE, las cuales, a su vez, coinciden con el sistema de numeración Unified Numbering System - UNS, de la American Society for testing Materials - ASTM y la SAE, se muestra en la tabla 2.1.

Ni	Мо	Cr	Fe	W	Со
Resto	15,0-17,0	14,5-16,5	4,0-7,0	3,0-4,5	2,5 máx
Mn	С	V	Р	S	Si
1,0 máx	0,01 máx	0,35 máx	0,04 máx	0,03 máx	0,08 máx

Tabla 2.1. Composición química del Hastelloy C-276, % en masa

A partir de los elementos relacionados anteriormente, la composición química está en correspondencia con la establecida para una superaleación del tipo Hastelloy C. El Hastelloy C-276 es una superaleación de níquel-molibdeno-cromo con adición de tungsteno, diseñada para tener una excelente resistencia a la corrosión en un rango amplio de ambientes severos. El alto contenido en Cr garantiza la elevada resistencia a la corrosión y a la oxidación a altas temperaturas y así mismo su buen comportamiento frente a gases sulfurantes que pueden dar lugar al fenómeno de corrosión catastrófica o por sales fundidas.

La composición de la aleación Inconel C-276, incluye cantidades sustanciales de níquel y cromo y de un alto grado de resistencia a la oxidación y carburización a elevadas temperaturas. Estos elementos, junto con el contenido de molibdeno, también permiten a la aleación soportar ambientes corrosivos húmedos.

Los principales problemas de la superaleación Hastelloy C-276, con los que se fabrican los impelentes de la bomba centrífuga, al estar en operación se dividen en dos grupos; el primero es la generación de daños superficiales tales como: corrosión, fatiga térmica, erosión, agrietamiento y fractura. El segundo, asociados a los daños internos: cavidades de termofluencia, crecimiento de carburos y de compuestos intermetálicos  $\gamma$ ', además de la precipitación de fases fragilizadoras. Lo anterior implica la necesidad de un conjunto de procesos con tolerancias en parámetros para su restauración.

## 2.3. Preparación metalográfica de las probetas

Dentro de los procesos de diseños, el corte de las muestras debe realizarse meticulosamente, tratando en lo posible de la selección adecuada de cada máquina, para ensayos microestructurales la no alteración de las propiedades de los materiales es de vital importancia, ya que el cambio de la misma refleja una imagen distorsionada de lo que queremos obtener. Usualmente, una soldadura se examina por medio de una sección transversal. En la preparación metalográfica se realizó un conjunto de operaciones como son: desbaste, pulido, desengrasado y lavado (ASTM E 3 - 95 y Norma NC 10 - 56: 86).

# 2.3.1. Corte de las muestras

Las superficies preparadas para observar las fases microscópicas fueron plana y debidamente pulida, teniendo en cuenta que la pequeña profundidad de foco de los sistemas ópticos de observación a grandes aumentos no permitiría enfocar la imagen simultáneamente en planos situados a distintos niveles y debidamente pulida para que sólo aparecieran en ellas detalles propios de su estructura y no de circunstancias ajenas a ella que pudieran enmascararla. Para conseguir ambos objetivos, se realizó unas series de pasos consecutivos los cuales fueron: corte, desbaste, pulido y ataque.

Se realizó la operación de corte, teniendo en cuenta que las muestras utilizadas eran excesivamente grandes, como se muestra en la figura 2.1, las cuales fue necesario reducirlas a un tamaño con dimensiones de 15 x 15 x 32 (Norma ASTM E 92). Para ello se utilizó una cortadora metalográfica, en la que, tras sujetar la muestra con las mordazas, se

procedió a seccionar las mismas, se empleó abundante refrigerante para evitar el calentamiento excesivo de la pieza y no provocara transformaciones de fase por efecto de la acritud. La superaleación Hastelloy C-276, requiere de estas condiciones de maquinado, las mismas se consideran como materiales de baja maquinabilidad (Outeiro *et al.*, 2006). Los regímenes de corte seleccionados fueron n = 150 r/min y S = 25 mm/rev.



Figura 2.1. Álabes de la bomba centrífuga dañada y corte de las muestras.

El corte se realizó de forma tal que se pudiera realizar un análisis en todas las áreas que son afectadas por efecto del fluido y luego a partir de las mismas poder establecer las variaciones mecánicas metalúrgicas que surgen en las mismas, su fácil manipulación y posterior nivelación, así como el ataque químico. Se tuvo en cuenta estas dimensiones ya que estas varían en cada caso, es suficiente, siempre que sea posible, disponer de secciones mínimas de 10 x 10 mm y no mayores de 25 x 25 mm y con probetas con altura de 20 mm (Sturla y Castellanos, 1951).

# 2.3.2. Encapsulado de las muestras resina epoxi ROYAPOX - 5050

Las muestras se encapsularon para poder realizar las operaciones de desbaste y pulido y garantizar el fácil manejo de las mismas. Cuando se va a realizar análisis microestructural en bordes de muestras deformadas, es importante conservar un ángulo de 90° en toda el área a observar, aspecto que no es posible, de no realizarse esta operación, ya que, durante las operaciones de desbaste y pulido, los bordes se distorsionan redondeándose, obteniéndose una falsa observación de la imagen. El encapsulado se realizó con resina epoxi ROYAPOX – 5050.

Está compuesta por dos componentes y una vez polimerizada a temperatura ambiente, forma una masa incolora, dura y algo flexible. Presenta buenas cualidades de resistencia a la humedad y buenas propiedades mecánicas y dieléctricas que conserva sus propiedades a

temperaturas comprendidas entre - 30 y 125 °C. Se suministra en dos componentes separados y predosificados. La relación de mezcla en peso (resina/endurecedor) es de 100/40 y puede utilizarse en la impregnación o relleno de pequeños componentes electrónicos, que requieran una protección contra la humedad y los cambios de temperatura.

### 2.3.3. Operación de desbaste y pulido

Se realizó variando la granulometría de los papeles abrasivos al ser aplicadas a la pieza de trabajo, desde la más gruesa a la más fina, del tipo No 180, 400 y 600 (ASTM E3 - 95). Las lijas fueron colocadas sobre una placa de vidrio, se cambó el sentido del lijado a 90° al pasar de un pliegue a otro, para eliminar la capa de material distorsionado y deslizado dejado por el anterior, esto permite obtener una superficie lisa y pulida, libre de impurezas o ralladuras, por último, las muestras se pulieron en una pulidora metalográfica marca MONTASUPAL, ubicada en el laboratorio de la Universidad de Moa. Las características de la máquina son:

Tensión 250 V Intensidad 2,5 A Número de revoluciones 300 - 1 000 r/min Potencia del motor 3,72 kW

Para el acabado se utilizó un paño de fieltro grueso, se usó como sustancia abrasiva el óxido de cromo. Una vez pulida las muestras se lavaron con agua destilada, secándose con papel de filtro, se volvieron a lavar con tetracloruro de carbono (Cl<sub>4</sub>C) para evitar cualquier vestigio de grasa y pasta de pulir.

### 2.3.4. Ataque químico de las muestras

Antes de atacar, la probeta se le realizó un desengrasado. En este caso, se empleó agua regia. En la tabla 2.2 se muestra el modo de preparación del reactivo químico empleado.

Tabla 2.2. Reactivo químico empleado.

Reactivo	Composición/uso
C-276	Mezcla de 10 mL de ácido nítrico (HNO <sub>3</sub> ) y 30 mL de ácido
Agua regia al 10 %	clorhídrico a temperatura ambiente y durante 30 s.

Preparado el reactivo, se vertió una porción en una cápsula en la que se introdujo la probeta unos instantes, mojando la superficie pulida. Se detuvo el ataque sumergiendo las mismas en el agua y luego se observó la superficie. La operación se repitió hasta que la superficie a

examinar estuvo bien atacada. El tiempo de ataque fue variable y sólo la práctica o la observación repetida de la probeta al microscopio dirán cuándo debe darse por terminado. Después del ataque se lavó la probeta de nuevo con abundante agua corriente, se secó con alcohol (absoluto) y secada al aire.

# 2.3.5. Ensayo de dureza en las diferentes zonas

En la medición de la microdureza se siguieron los procedimientos de la norma NC 10 - 56: 86, se utilizó un microdurómetro modelo PMT – 3 No 168, que tiene acoplado un objetivo acromático con compensación libre trinocular de tubo inclinado a 30°. Las superficies de las probetas se prepararon de la misma manera que para el análisis microestructural, el desbaste y el pulido, se efectuaron tres mediciones a las muestras en diferentes lugares, las que se promediaron. La figura 2.2 muestra las zonas donde se realizó el análisis de dureza, así como las muestras seleccionadas.



Figura 2.2. Medición de durezas en las diferentes zonas.

Para una longitud de 150 mm que presenta el álabe, seccionado en un total de 8 muestras, se seleccionó la No. 1, 3, 4, 6 y 8 para efectuar el barrido de dureza como se observa en la figura de la derecha. Se escogieron las mismas, teniendo en cuenta que, al implosionar las burbujas sobre los álabes, las mismas dañan diferentes partes.

La microdureza (VHN) se determinó teniendo en cuentas las ecuaciones siguientes:

$$HVN = 1,854 \cdot \frac{P}{\frac{-2}{d}}$$
(2.1)

Diámetro medio;  $\vec{d}_{...d}^{-2} = \frac{(d_1 + d_2) + (d_3 + d_4)}{2}$  (2.2)

Microdureza promedio; 
$$\overline{VHN} = \frac{\sum VHN_1 + VHN_2}{2}$$
 (2.3)

# **Donde:**

1,854 - constante,

P - peso; N

# Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

El número de dureza *VHN* se determinó por el tamaño de las huellas, como se muestra en la figura 2.3. La carga aplicada fue de 0,49 N, en un tiempo de 15 s. El indentador empleado fue el de pirámide de diamante, con un ángulo de 136° según la ASTM E 92 - 82.





Figura 2.3. Barrido de dureza en las muestras.

Las superficies de las probetas se prepararon en la misma condición que para el análisis microestructural, desbaste y pulido, se efectuaron tres mediciones en la superficie del acero en diferentes lugares, las que se promediaron. En la tabla 2.4 se muestran los parámetros considerados para la determinación de la dureza.

No. punto	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
1	M1	M2	M3	M4
2	M1	M2	M3	M4
3	M1	M2	M3	M4

Tabla 2.4. Parámetros considerados para la determinación de la dureza

Se realizó un barrido en toda la superficie con el objetivo de analizar la dureza y las microestructuras presentes. Para establecer criterios de comparación, se considera la dureza inicial establecida por la norma que, para la aleación Hastelloy C-276 es de 217 HV. Se tiene en cuenta cuatro muestras de las cincos analizadas, con lo cual se determinará los posibles cambios que pudieran haber existidos en la obtención de cada uno.

# 2.3.6. Microestructura patrón de la aleación

Se empleó un microscopio óptico binocular marca NOVEL modelo NIM – 100, ubicado en el Laboratorio de Ciencia de los Materiales del ISMM de Moa, que está dotado de una cámara instalada, el hardware IMI.VIDEOCAPTURE.exe (2006), que refleja la micrografía en el computador. La muestras de la figura 2.4, se corresponde con la estructura metalográfica de la muestra patrón de la superaleación Hastelloy C-276.



Figura 2.4. Estructura metalográfica de la superaleación Hastelloy C-276.

La microestructura que se corresponde con la aleación Hastelloy C-276, editada por las normas, está compuesta por una estructura de austenita y ferrita en bordes de grano. El contorno de los granos en la estructura es rectilíneo. La austenita es estable por encima de la temperatura crítica Ac1. Está formada por cristales cúbicos centrados en las caras (FCC). Su resistencia varía de 590 a 885 MPa. La austenita aparece como granos poligonales frecuentemente cuando sufre deformación plástica.

# 2.3.7. Microscopio óptico para el análisis de imágenes

Para el análisis de las imágenes de las muestras metalográficas se empleó un microscopio óptico binocular reflexivo marca echoLAB. Está ubicado en el laboratorio de Materiales de la empresa "Comandante Gustavo Machín Hoed de Beche", de Moa, dotado de una cámara instalada mediante el hardware que refleja la fotografía en el computador.

Realiza la reflexión de la luz de la probeta pulida, con una cámara digital acoplada, la cual va desde el microscopio hacia una laptop marca LENOVO, donde se encuentra un programa analizador de imágenes tomadas desde la cámara, se evalúan las fases, tamaño del grano, inclusiones, afectaciones en los granos, en la misma se elabora un reporte técnico con estas características. Se determinó el porciento de los microconstituyentes presentes en las muestras sometidas a la incidencia de las burbujas de licor lixiviado de la superaleación a base níquel Hastelloy C-276.

# 2.3.8. Obtención del porciento de microconstituyentes

El porciento de microconstituyentes se determinó en el microscopio reflexivo. Funciona básicamente por medio de la combinación entre el sistema óptico y la iluminación. En este ensayo los granos van a presentar colores diferentes, adicionalmente los átomos en los límites de grano son más reactivos durante el ataque químico y se disuelven en mayor cantidad que el grano mismo, por ello la reflexividad cambia y se acrecienta su visibilidad. En la tabla 2.5 se muestra el procedimiento para el análisis de los microconstituyentes según la norma ASTM A 247.

Tabla 2.5. Procedimiento	para el	análisis de	e los	microconstituventes.
	para er	ananono ac	100	mierocombenea y ences.

Datos de las fases						
Microconstituyentes	Área	Área %				
1	Área 1	Área 1				
2	Área 2	Área 2				
3	Área 3	Área 3				

El análisis de imagen fue necesario para estimar los porcentajes de los microconstituyentes presentes en las diferentes zonas analizadas y dañadas por el efecto del fluido, considerando que en cada una de las zonas, no se presenta el mismo comportamiento.

# 2.4. Microscopía Electrónica de Barrido

El examen metalográfico se realizó con un Scanning Electronic Microscopy (SEM) o Microscopio Electrónico de Barrido de Bajo Vacío LV-5600 (figura 2.5). El voltaje de aceleración del ánodo es de 20 kV, con modos de imagen por electrones secundarios (SEI) en modo "High-Vac" de hasta 3,5 nm y por electrones retrodispersados (BEI), siendo el aumento de 1000 X.



Figura 2.5. Microscopio Electrónico de Barrido de Bajo Vacío.

La emisión de rayos X se realizó, cuando el haz de electrones incidió sobre la muestra, con lo cual permitió analizar las áreas más pequeñas de muestras mayores, se empleó este método, teniendo en cuenta que, las técnicas convencionales de análisis no pueden lograr ésto. En el espectro de rayos X, la medida de la longitud de onda o energía, permitió determinar los elementos que están presentes en la muestra, es decir, realizar un análisis cualitativo.

Para realizar el mapeo se seleccionó el tamaño de la matriz, que generalmente es de 128X100. Por otro lado, para el barrido lineal, la muestra tuvo una configuración plana, para evitar confusiones en la cuantificación del elemento. Este barrido se realizó colocándose en la zona de interés. El barrido fue lento, indicándose los elementos a analizar, se ubicó una línea por cada uno de ellos sobre la imagen en la pantalla del analizador, los altos y bajos en esa recta, se observó si en la indicación, la cantidad del elemento aumentaba o disminuía.

## 2.4.1. Medición de las tensiones por el método difractométrico

Con el fin de conocer el estado tensional de las muestras en estudio se aplican técnicas de energía dispersa de Rayos X (EDAX), siguiendo las normas y procedimientos establecidos por Amelinckx *et al.*(1997) y Golstein *et al.*(1997).

El difractómetro utilizado fue una cámara de alta temperatura. La radiación fue la Ka del Cu, con longitud de onda de 1,5408 Å (0,15408 nm), a 20 kV y 30 mA, con un monocromador secundario curvado de grafito, con detector de centelleo, posee dos ventanas de divergencia de 1° y una de recepción de 0,15°. El rango angular de barrido fue de 27,04 hasta 45,51°, con un paso de 5 y 6° y un tiempo de medida de cinco segundos en cada paso de ángulo.

Para determinar la tensión en la red cristalina debe medirse para al menos dos orientaciones conocidas con precisión en relación a la superficie de la muestra. En la presente investigación, las líneas seleccionadas (Índices de Miller) fueron las de los planos (100), (200) y (320) de la fase austenita del acero. La selección de los tres tipos de planos, es un aspecto que indica cómo la deformación y la subdivisión de las cristalitas, se manifiesta en diferentes direcciones cristalográficas.

- El plano (100) en dos direcciones, x e y, es paralelo a z.
- El plano (200) en una dirección (x), es paralelos a y e z.

### Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

- El plano (320) espacialmente está en tres direcciones, corta los tres ejes cristalográficos. Se fundamenta la medición en la posición de la línea de difracción del plano (*hkl*) a medida que se varía el ángulo  $\varphi$  entre la normal a la superficie del material y la normal a la serie {*hkl*} difractantes. Las líneas seleccionadas fueron las de los planos (100); (200) y (320) en correspondencia con la estructura cristalina del tantalio que es cúbica centrada en las caras (FCC).

### 2.4.2. Evaluación de las microdeformaciones

Se considera el trabajo realizado por Fernández (2011) y se estiman las recomendaciones para los planos cristalográficos del acero y el valor de las tensiones principales del mismo. Por esta razón se procede a obtener las microdeformaciones a partir de los planos (100), (200) y (320), con la aplicación del método convencional de Williamson-Hall (Lamparter, 2000 y Birkholz, 2006). Para obtener los semianchos de línea instrumentales se emplea polvo de hierro.

De acuerdo con la Ley de Bragg (Jenkins y Zinder, 1996 y Zolotorevsky, 1996), la difracción ocurre en un ángulo 20 como sigue:  $n\lambda = 2d \cdot sen\theta$ , definida por la expresión de cálculo 2.1. La longitud de onda monocromática de los rayos X o profundidad de penetración de las ondas ( $\lambda$ ), en la subsuperficie, depende del ánodo usado, del tipo de material analizado y del ángulo de incidencia de la cara de la muestra y la medida es siempre próxima a la superficie de la misma. Para el estudio actual es constante y se fija en este caso con el valor de 0,154058 nm (ánodo de cobre).

El cálculo de 2 $\theta$  para cada línea de la difracción se calcula como:

$$sen\theta = \frac{n\lambda}{2d_{hkl}}$$
(2.4)

Donde:

 $\theta$  -ángulo de difracción para los planos (100), (200) y (320); grados.

n -orden de la difracción (número entero: 1; 2 ó 3). Para la difracción debido a los planos del cristal, convencionalmente se escribe n=1 (Moranchel, 2012).

 $d_{hkl}$  - distancia entre los planos de la red cristalina (100), (200) y (320); nm.

Para un pico de difracción  $2\theta$ , puede obtenerse mediante la ley de Bragg, el nivel de la distancia interplanar  $d_{hkl}$  (expresión 2.2), que depende del parámetro de red a, que en el sistema cúbico es proporcional a la distancia interplanar de la familia de planos (hkl) y que para el Hastelloy C-276 (caso de estudio) es igual a 0,362 nm.

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}; \,\mathrm{nm}$$
(2.5)

En la capa superficial expuesta, donde se desarrolla la medición de la tensión de difracción, se supone una condición de tensión plana. Es decir, una distribución de esfuerzos descrita por las tensiones principales  $\sigma_1$  y  $\sigma_2$ , existentes en el plano de la superficie y no se asume ninguna tensión perpendicular a esta, por lo que  $\sigma_3 = 0$ . Sin embargo, hay una componente de tensión que es perpendicular a la superficie  $\varepsilon_3$  como resultado de las contracciones de la relación de Poisson causadas por las dos tensiones principales (figura 2.6).



Figura 2.5. Orientación de los componentes de la deformación. Fuente: Monsalve *et al.* (2007).

En la dirección paralela a la superficie normal  $\psi = 0$ , la distancia interplanar depende de la suma de las tensiones principales y de cualquier tensión perpendicular, así como la suma de la tensión circunferencial, lo cual permite determinar el espacio interplanar de la muestra no tensionada ( $d_0$ ). Según Michael *et al.* (2002) se determina como sigue en la expresión 2.6.

$$d_0 = \frac{d(\psi = 0)}{1 - \left(\frac{\nu}{E}\right)(\sigma_A + \sigma_C)}; \text{ nm}$$
(2.6)

Aquí v y E, son el coeficiente de Poisson y el módulo Young de 1er género, con valores de 0,3 y 205 000 MPa respectivamente. Mientras que  $\sigma_A$  y  $\sigma_C$  son la tensión axial y

Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

circunferencial. Para el caso específico del Hastelloy C-276,  $\sigma_A = 758$  MPa y  $\sigma_C = 345$  MPa (ASTM A 108).

La posición de los picos de difracción depende directamente de la distancia interplanar de los planos que se encuentren paralelos al plano de difracción. Como cada material tiene una estructura cristalográfica diferente, un patrón de difracción de rayos X es único y característico para cada sustancia y permite, por tanto, identificar qué fases forman la muestra a estudiar. Por esta razón, en la presente investigación ha sido fundamental el empleo de la técnica y de métodos convencionales para la caracterización cristalina en las probetas.

El ancho integral a media altura del pico de difracción  $\beta$  a su máxima intensidad, también conocida como *FWHM* (*Full Width at Half Maximum*), expresado en radianes, puede conocerse la influencia en dos componentes, uno correspondiente al tamaño de partículas (d) y otro a su deformación estructural (tensiones existentes), ambas en función del ángulo de difracción ( $\theta$ ). A partir de la fórmula de Scherrer (Cullity, 1967), se determina la anchura a media altura del pico según la expresión 2.7.

$$\beta \cdot \cos \theta_{(hkl)} = \frac{k \cdot \lambda}{d} + \eta \cdot sen \theta_{(hkl)}$$
(2.7)

En esta expresión lineal, k es un factor de forma adimensional, con un valor cercano a la unidad (típicamente se toma 0,9).  $\eta$  es la pendiente que se relaciona con la deformación (defectos), es inversamente proporcional al tamaño de la partícula (d). Los estudios realizados por Smith (1955); Stokes y Looney (2004) y Voorwald *et al.* (2005), indican que el ancho de los reflejos varía con el ángulo de acuerdo con las teorías de las tensiones y no con el tamaño de las cristalitas. De aquí que el ancho integral a media altura del pico de difracción se calcule para cada plano a través de la expresión 2.8.

$$\beta = \frac{k \cdot \lambda}{d_{hkl} \cdot \cos \theta_{(hkl)}} + \eta \cdot \tan \theta_{(hkl)}$$
(2.8)

#### 2.5. Diseño de experimentos

El diseño de experimentos se puede definir como un conjunto de métodos que se utilizan para manipular un proceso con el fin de obtener información de cómo mejorarlo (Sánchez, 2009). El diseño de experimentos permitió analizar los datos mediante modelos estadísticos y observar la interacción entre las variables independientes y como afectan a la variable

dependiente. El diseño de experimentos que se consideró fue realizado con la ayuda del paquete office de Excel y el software STATGRAPHICS en su versión 1.5 en español. En la tabla 2.6 se muestra este diseño de experimentos.

No.	D	ureza (	HV)	Dist. (mm)	Espesor (µm)
1	HV1	HV1	HV1	D1	E1
3	HV3	HV3	HV3	D1	E3
4	HV4	HV4	HV4	D1	E4
6	HV6	HV6	HV6	D1	E6
8	HV8	HV8	HV8	D1	E8

Tabla 2.6. Diseño de experimentos

A las muestras seleccionadas se midió la distancia según la longitud del álabe y el comportamiento que presentaba el mismo luego de retirado de servicio. De igual manera se determinó la variación el espesor de los mismos. Para establecer el criterio de comparación, se parte de un elemento el cual no ha sido afectado por la influencia de las burbujas del licor lixiviado.

A partir de los valores de la dureza obtenidos en cada una de las mediciones, se calculó el promedio (media) de estas de forma individual a través de la ecuación 2.9, teniendo en cuenta la cantidad de huellas realizadas en el experimento.

$$Media = \frac{\sum X_i}{n} = \frac{\sum_{i=1}^{n} HRC_i}{n}$$
(2.9)

Aquí,  $X_i$ es el valor de *i* medición; *HRC* representa el valor de dureza en  $kgf/mm^2$  y *n* el número de mediciones realizadas.

### 2.5.1. Determinación de los coeficientes de regresión

En los modelos de regresión la variable dependiente Y, es siempre una variable aleatoria, mientras que los factores o variables independientes son considerados como variables no aleatorias. Se argumenta en el hecho de que en las aplicaciones prácticas los valores de las X<sub>i</sub> suelen ser controladas o elegidas de antemano por el investigador, a los factores también se les denomina variables explicativas, ya que ellos en definitiva son los que explican el comportamiento de la variable dependiente (Box y Hunter, 1989). La regresión del diseño de experimento se determina como:

$$Y_1 = b_0 + b_{1X1} + b_{2X2} + b_{12X12}$$
(2.10)

### Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

Donde  $Y_1$  es la dureza obtenida del ensayo en N;  $X_1$  es la distancia considerada en el álabe, en mm y  $X_2$ , es el espesor luego de retirado de servicio el álabe, por el efecto del desgaste, en  $\mu$ m.

### 2.5.2. Cálculo de la varianza

Ostle (1975) y Sarache (2004), consideran que el ANOVA, como técnica estadística, permite el estudio de las características medidas u observadas, cuyos valores dependen de varias clases de efectos que operan simultáneamente, esta técnica se basa en la división de la variabilidad total de una característica medible en la variabilidad causada por diferentes factores que intervienen en el problema. Después de calcular los coeficientes de regresión se realiza el procesamiento estadístico de los datos, determinando la varianza como:

$$J_{y}^{2} = \frac{\sum_{i=1}^{n_{o}} J_{yi}^{2}}{N_{o}}$$
(2.11)

La significación de los coeficientes de regresión se comprueba por el criterio de t de student para una probabilidad de un 95 % o un intervalo de confianza de 0,05 y 15 grado de libertad  $(N_o - 1)$ .

Posteriormente se calcula la varianza por la ecuación siguiente:

$$J_{aj}^{2} = \frac{\sum_{i=1}^{n_{o}} \left( y - y^{\text{mod } f} \right)^{2}}{N_{0} - K_{0} - 1}$$
(2.12)

Donde  $N_o = j y K_o$ , son el número de coeficientes significativos.

Por la ecuación 2.13 se calcula el coeficiente de Fisher  $(F_{cal})$  y se compara con el Fisher tabulado  $(F_{tab})$  según los grados de libertad del numerador y del denominador:

$$F_{cal} = \frac{J_{aj}^2}{J_y^2} \tag{2.13}$$

Si el  $F_{cal} > F_{tab}$ , entonces la ecuación describe adecuadamente el campo de la experimentación.

### 2.6. Conclusiones del capítulo

- Se estableció que la superaleación Hastelloy C-276 que se emplea como material de un impelente perteneciente a una bomba centrífuga, independientemente de que está diseñada para resistir la corrosión y un amplio rango de ambientes severos, al estar expuesta a la pulpa lixiviada caliente sufren daños tanto superficiales como externos debido a las características del fluido.
- Se determinó que la superaleación Hastelloy C-276, en estado de suministro presenta una estructura de austenita y de ferrita en bordes de granos, sin embargo, para trabajar en ambientes agresivos, son sometidas a un posterior proceso de manufactura que presumiblemente sea el forjado.
- Se estableció el procedimiento para a través de la micro y macrodeformaciones determinar las incidencias del licor lixiviado en la superficie de la superaleación Hastelloy C-276 dañada por el fenómeno de desgaste por cavitación.

# Capítulo 3. Análisis de los resultados

# CAPÍTULO 3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS DE LOS ENSAYOS

# 3.1. Introducción

Los aspectos relacionados con la capacidad de trabajo de los sistemas tribológicos están íntimamente relacionados con la calidad superficial, caracterizada por los parámetros geométricos (macrogeometría, ondulaciones y rugosidad superficial), las propiedades físico química que determinan la interacción de campos de fuerza de los átomos superficiales con el campo de fuerza de las moléculas del medio exterior que se encuentran en contacto con la superficie del cuerpo sólido, las propiedades físico mecánicas (endurecimiento, tensiones residuales, profundidad de la capa endurecida) las cuales tienen una incidencia directa en los fenómenos superficiales que se producen debido a la fricción y el desgaste.

El objetivo del capítulo esrealizar el análisis de los resultados relacionados con el comportamiento microestructural, las micro, macrodeformaciones y la dureza de la superaleación base níquel Hastelloy C-276 empleada en bomba centrífuga afectada por efecto del desgaste.

# 3.2. Análisis de la composición química de las muestras

La composición química de las muestras analizadas se realizó en un espectrómetro de emisión óptica BAIRD, modelo DV-4, con un error del 5 %, ubicado en el laboratorio de materiales de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM).El equipo está normalizado según ASTM E – 485 OpticalVacuumEspectrometricAnalyse.En la tabla 3.1 se muestra la composición química de la aleación empleada.

Tabla 3.1. Composición química de la aleación Hastelloy C-276, % en masa

Mo	Cr	Fe	W	Co	Mn	С	V	Ni
15,0	16,0	4,0	3,8	2,5	0,9	0,01	0,35	57,44

En las superaleaciones base níquel los elementos químicos formadores de carburos son el C, Cr, Mo, W, Nb. El carbono añadido a los niveles de 0,05 - 0,2 %, se combina con elementos reactivos y refractarios como el titanio, el tantalio y el hafnio, para formar carburos como el  $M_{23}C_6$  y  $M_6C$  que tienden a formarse en el límite de grano durante el tratamiento térmico. Estos carburos tienen una estructura cristalina cúbica centrada en las caras (FCC). En las superaleaciones con los límites de grano, los carburos son beneficiosos para aumentar la fuerza de ruptura a alta temperatura.

La influencia de los elementos componentes en la aleación, el níquel como base, es un elemento austenitizante y proporciona resistencia al desgaste abrasivo y erosivo a la vez, conjuntamente con el cromo y el molibdeno, aporta resistencia a la picadura, este último favorece las propiedades antiagarramiento. Un 16 % de cromo, un 57.44 % de níquel, un 15 % de molibdeno, le confieren resistencia a la corrosión por agentes agresivos en cloruros y agentes reductores como ácido sulfúrico. Tiene gran resistencia a la corrosión por picaduras y a la corrosión bajo tensión producidas por cloruro.Esta aleación de níquel es resistente a la formación de grano limitado precipitado en la zona afectada por el calor.

## 3.3. Análisis microestructural

Se realizó el análisis microestructural de la superaleación Hastelloy C-276, se consideró para ello el material sin estar expuesto a condiciones de trabajo. Se considera que, por las características del fluido y los defectos macroestructurales observados en el álabe de la bomba centrífuga, en la matriz de la misma existan defectos por efectos del desgaste. La figura 3.1 se corresponde con dicha muestra.



Figura 3.1. Muestra patrón del álabe de la bomba centrífuga.

En la figura se observa una estructura de matriz austenita con la ferrita en borde de granos, la austenita es del tipo dendrítico, lo cual es indicativo de un tratamiento previo para su obtención. Estas fases son características de una estructura obtenida durante el proceso de fundición, ya que la estructura dendrita se forma al existir gradientes de temperaturas y la misma se origina en dirección a este gradiente.

En la elaboración de estas superaleaciones base-níquel mediante la fundición, el tamaño de grano final, tiene una influencia determinante sobre las propiedades mecánicas.

### Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

Incrementando el tamaño de grano, la resistencia a la tensión, el esfuerzo de ruptura y la ductilidad, generalmente decrecen y los valores de la deformación son más erráticos. Un material que presenta un grano fino tiene, a temperatura ambiente, una dureza superior, así como mayor resistencia a la fatiga y resistencia al impacto, comparado con un material de grano grueso, lo cual ha sido reportado por Alcántara *et al.* (2016); Durán-Martínez y Fernández-Columbié (2018).

# 3.4. Resultados de la microscopía electrónica de barrido

Para la toma de las microfotografías, se procedió a analizar las muestras del álabe cortadas a diferentes distancias. Se tuvo en cuenta la numeración otorgada a cada una de ella antes del corte. En este análisis las probetas fueron observadas con las irregularidades que presentaba cada una de ellas. La figura 3.2 muestra el comportamiento obtenido de la MEB. La figura 3.2a, se corresponde con la muestra 1, la 3.2b, con la muestra 3, la 3.2c, la muestra 4 y la 3.2d con la muestra 8.



Figura 3.2c. Muestra 4.

Figura 3.2d. Muestra 8.

En la muestra 1, que se corresponde con laparte superior del álabe y es donde existe menor contacto del fluido con la superficie de la superaleación Hastelloy C-276, de igual manera, menor incidencia de las burbujas durante su formación. Independientemente a estas condiciones, se observa la presencia de daños en la estructura como la formación de

Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

picaduras y la ruptura de la capa pasiva, existe presencia de carburos. En la muestra 2, que pertenece también a la parte más cercana al impulsor y el área donde inicia la formación de las burbujas para su implosión, se observa un ataque generalizado por efecto de la corrosión intercristalina, con la presencia de grietas a todo lo largo del borde de grano. Por ser esta zona donde da inicio el fenómeno de formación de las burbujas, se observa una línea de granos que muestran un desmenuzamiento, lo cual debilita la capa pasiva y la resistencia mecánica del material.

La muestra 4, zona donde existe el torbellino y el inicio de la implosión de las burbujas, el material muestra una superficie más deteriorada con la presencia de poros y grietas, existe una deformación de la fase dendrítica, se observa la presencia de carburos. En la muestra 8, correspondiente con la punta del álabe, la culminación de la implosión de la burbuja provoca una mayor afectación en el material. Se observa una matriz no texturizada con la presencia de poros. Se observa en las muestras 3, 4 y 8 una formación de tonalidad oscura, lo cual puede estar asociado a las incrustaciones del licor en los límites de granos, que deja susceptible a la superaleación, dando origen al fenómeno de la cavitación.

Como la ocurrencia del fenómeno está asociada con que, la presión en la salida del impelente cae por debajo de la presión de vapor, con esta temperatura se obtiene una mezcla de líquido y burbujas en la tubería de impulsión. Por otro lado, en la tubería de salida se forma una hilera de burbujas cuyo movimiento es oscilatorio, lo cual es un indicio de la aparición de cavitación. Los cambios del caudal de forma abrupta suceden porque el volumen específico del vapor es mayor que el volumen específico del líquido y al estar las dos fases presentes, el caudal suministrado por la bomba disminuye drásticamente, lo que ha sido reportado por Pérez (2004) y coincide con Reyes (2015).

### 3.5. Comportamiento de las macro y microdeformaciones

El análisis de las microdeformaciones se realizó para los índices de Miller *hkl100*; *hkl200* y *hkl320*, se consideró la longitud de onda y el coeficiente K para cada ángulo de difracción. De los resultados obtenidos del efecto del desgaste en el álabe, fabricado de la superaleación Hastelloy C-276, en los parámetros de las macrotensiones en las muestras analizadas, se pudo determinar que:

• Existen componentes de cizalladura no nulas que son mayores en las superficies tratadas.

• Los ángulos  $\alpha$  que forman la tensión principal  $\sigma_i$  con el eje analizado son significativos en los casos analizados, indicando que las direcciones principales del tensor no coinciden con los ejes del sistema de referencia seleccionado.

Para evaluar las microdeformaciones en las muestras analizadas, se tomó como referencia la muestra más dañada, por ser la muestra con mayor deformación. En la muestra libre de tensión, se pudo observar la ausencia de microdeformaciones y gran tamaño de cristalito o dominios coherentes.

### 3.5.1. Análisis de la distancia interplanar no tensionada

Para determinar el resultado de *sen* $\theta$  por la ecuación 2.4, se consideró los valores de los índices de Miller (*hkl*), obtenidos en la ecuación 2.5 para cada distancia interplanar, en relación con el parámetro de red *a* de las series de planos (100); (200) y (320). El valor de*dhkl100* = 0,36200 *nm*; *dhkl200* = 0,18100 *nm*y *dhkl320* = 0,10040 *nm*. El ángulo de difracción para los distintos planos es:

- a)  $\theta$ , plano 100: 12,28°
- b) *θ*, plano 200: 25,13°
- c) *θ*,plano 320: 48,39°

Al sustituir todos los resultados en la ecuación 2.4 tenemos que:

- a) Plano 100: sen  $\theta = 0,212$
- b) Plano 200: *sen*  $\theta$  = 0,425
- c) Plano 320: sen  $\theta = 0,766$

El cálculo de la distancia interplanar no tensionada se realizó por la ecuación 2.6, para lo que se consideró los resultados de la ecuación 2.5, el módulo de elasticidad de primer género (205 GPa), el coeficiente de Poisson (v = 0,3), la tensión axial (758 MPa) y la tensión circunferencial (345 MPa). Se tiene entonces que:

- a) Plano 100: *do* = 0,36259nm
- b) Plano 200: *do* = 0,18129nm
- c) Plano 320: *do* = 0,10056nm

De los resultados obtenidos se puede plantear que, en un material libre de tensiones, el valor dela distancia interplanar para una familia de planos, es independiente de sus orientaciones conrespecto a la muestra, en caso contrario la variación será función de la

Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

orientación del plano respecto a la tensión. En la tabla 3.2 se muestra los resultados de la distancia interplanar no tensionada, respecto a la tensionada.

Planos	$d_{hkl}$ (nm)	$d_o$ (nm)	$\Delta d(nm)$
100	0,36200	0,36259	0,00059
200	0,18100	0,18129	0,00029
320	0,10040	0,10056	0,00016

Tabla 3.2. Resultados de las distancias interplanares

De acuerdo con los resultados obtenidos de la distancia interplanar libre de tensiones y la tensionada se observa que, en el plano 100 existe una diferencia de 0,00059 nm; en el plano 200; es de 0,00029 nm y en el plano 320 es de 0,00016 nm; aspectos estos que permiten plantear que, por el efecto de la burbuja en la superficie de la superaleación Hastelloy C-276 existe un endurecimiento provocado por el fluido, el cual al ser una mezcla multicomponente, al estar en contacto con el material provoca el efecto de la acritud.

Por la ecuación 2.7 se determinó la anchura a media altura, considerando la constante K (0,9); la longitud de onda, el tamaño de las partículas y el *sen* $\theta$ , todos estos parámetros para los índices de Miller (*hkl*).

- a) Plano 100:  $\beta = 0,50382$  rad
- b) Plano 200:  $\beta = 0,76120$  rad
- c) Plano 320: β= 1,96692 rad

La variación obtenida permite plantear que, con el aumento del valor en el pico de difracción, existe una disminución del dominio cristalito. La magnitud de  $\beta$  muestra que, para la reflexión (320) se distancia de la tendencia seguida por el resto de las reflexiones, esto ocurre, cuando en la morfología exterior existe un apilamiento o acumulación de partículas unas sobre otras en una misma dirección, ofreciendo la misma cara al haz incidente de rayos X, que coincide con la familia del plano (320).

La altura del pico se incrementa desde 0, 50382*rad*, en la muestra libre de tensiones, hasta 1,96692 *rad* en la probeta 8, lo que provoca el ensanchamiento del pico de difracción. El pico se ensancha por el efecto del refinamiento de la microestructura (disminución del dominio cristalito) y por el aumento de la tensión residual (microdeformaciones). Ambos efectos están relacionados con la deformación en frío introducida por la acción de las burbujas sobre la superficie de la superaleación Hastelloy C-276. El ensanchamiento está influenciado, además, por la reducción del tamaño del grano y el aumento del trabajo de

deformación en frío del material, el cual provoca un aumento de la densidad de dislocaciones, defectos de apilamiento reticular y un incremento de las tensiones residuales de segundo género.

Los patrones SEM obtenidos en las diferentes muestras se observan en la figura 3.3. La 3.3a, se corresponde con la probeta 1 y la 3.3b es de la probeta 4. El ángulo de 45,51°fue el empleado para la obtención de los difractogramas.



Figura 3.3a. Resultados de la SEM para la muestra 1.



Figura 3.3b.Resultados de la SEM para la muestra 4.

Al realizar la observación en estas muestras para  $45,51^{\circ}$ se observa que, existe una variación en cuanto a los elementos químicos, en la medida que el fluido interactúa con la superficie de la superaleación Hastelloy C-276, los componentes de esta hidromezcla dejan susceptible al material al fenómeno de la corrosión, las burbujas ejercen una influencia en la durabilidad del impulsor. La presencia de pequeñas cantidades de sustancias oxidantes o reductoras, trazas de CO<sub>2</sub> y sustancias orgánicas en el seno de la solución pueden modificar este carácter y convertir los aceros en activos o pasivos. Existe un endurecimiento superficial producto de los sucesivos impactos de las ondas de choque que producen la aparición e implosión de las burbujas de vapor generadas por el proceso de cavitación, que

Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

favorece la transformación localizada con niveles bajos de esfuerzo (Akhihiro*et al.*, 1999; Mittag y Gabi, 2015).

En los dos difractogramas se muestran los elementos predominantes en la superaleación Hastelloy C-276, el níquel, el hierro, el cromo son elementos que caracterizan esta aleación, con el níquel, que es el elemento característico, forma la austenita como se puede observar en la figura 3.1, el cromo aumenta la capacidad de endurecimiento del material, por consiguiente, las propiedades mecánicas de este material como su dureza, tenacidad y límite elástico, hace que sea un material de muy buenas características y con buena resistencia al desgaste abrasivo y deformaciones plásticas.

Existe la presencia de cloro entre los elementos químicos, con respecto a esto ha sido reportado por Hussainova y Schade (2008) que, la aparición de iones cloruros, además de impedir la formación de capas estables de óxidos, provocan fragilización en esta superaleación y contribuyen de este modo a un incremento de las razones de desgaste, en similares condiciones de trabajo. Producto del sinergismo es posible que, en caso de estas aleaciones, el proceso de desgaste tienda a provocar continuamente la ruptura y a remover esta capa, deja al sustrato metálico expuesto a la acción del medio agresivo, provocándose de esta forma un daño de mayor consideración (Johansson y Olsson 2000).

# **3.5.2. Resultados de los microconstituyentes**

Se determinó el porciento de microconstituyentes obtenidos en la zona termomecánicamente afectada. La figura 3.4(a) es la muestra analizada y la 3.4(b) son las fases obtenidas.



Figura 3.4(a). Muestra patrón.



Figura 3.4(b). Microconstituyentes.

Al evaluar el comportamiento de la distribución de los microconstituyentes se consideró la distribución de las fases como se muestra en la figura 3.5.



Figura 3.5. Porciento de microconstituyentes.

En la tabla 3.3 se muestra el área que ocupan los mismos en la estructura.

Tabla 3.3. Área de los microconstituyentes en la estructura

Datos de las fases					
Microconstituyentes	Área	Área %			
Austenita dendrítica	152364	18,1			
Austenita	661543	78,59			
Ferrita	27821	3,31			

En la distribución de las fases presentes, la mayor área está ocupada por la austenita con un 78,59 %, matriz de la superaleación C-276, luego la austenita dendrítica con un 18,1 %, fase formada durante el proceso de fundido de esta aleación y por último la ferrita con 3,31 %. El contenido de austenita está asociado al Ni, elemento mayoritario y ganmágeno, que convierte a la misma en una estructura con estas características.

### 3.6. Análisis de la microdureza en las diferentes zonas

Las propiedades y el comportamiento dela superaleación Hastelloy C-276 durante su manufactura y el desempeño durante su vida de servicio, dependen de su composición, estructura, historia de procesamiento y del tratamiento térmico al cual han sido sujetas. En la figura 3.6 se muestran los resultados del barrido de dureza, en las muestras del álabe retirada de servicio.



Figura 3.6. Comportamiento de la dureza vs el espesor.

Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

Al evaluar el comportamiento de la dureza en el álabe desgastado en relación al espesor que presenta el mismo a todo lo largo de la superficie de trabajo se puede observar que, para una dureza inicial de 217 HV en la superaleación Hastelloy C-276, la misma presenta un incremento hasta 225 HV en el extremo superior del álabe, zona que tiene poca afectación por el efecto de la implosión de las burbujas, sin embargo en la medida que se acerca al extremo inferior, esta propiedad va incrementando hasta llegar a 270 HV.

Existe una relación inversamente proporcional entre la dureza y el espesor, disminuye este último por efecto de la fricción del fluido sobre la superficie y provoca una disminución en el tamaño de granos por efecto de la acritud. Aspecto determinado a través de la distancia interplanar, donde se observó un incremento en el pico de difracción y disminución en el tamaño de la cristalita.

En la medida que existe una mayor implosión de las burbujas, se introduce más deformación en la superficie del material, el estado tensional es uniaxial con distribución homogénea de las tensiones, el flujo plástico queda confinado en esta zona, permaneciendo en estado de carga plástica, donde aparecen tensiones radiales y circunferenciales, que dan lugar a un estado de tensión no homogéneo en el material.

Se pudo determinar que, durante el proceso, existe un deslizamiento en los granos de la red cristalina, los cuales son producidos por los esfuerzos cortantes ( $\tau$ ) que actúan en la dirección de los planos cristalinos que fluyen, cuando su magnitud es mayor que la resistencia característica del cristal ( $\tau_c$ ). Todos estos comportamientos tienen como consecuencia final la formación de celdas de dislocaciones por aniquilación o recombinación para reducir la energía del sistema y que dan lugar a una estructura de subgranos, dentro del grano original, por tanto, una disminución del tamaño efectivo de la zona de coherencia cristalina. Por otro lado, el aumento de las tensiones residuales en el material viene originado por los campos de tensiones asociados a las dislocaciones y su multiplicación y al incremento de la densidad de dislocaciones.

# 3.7. Análisis de la varianza

Se modeló estadísticamente a través del análisis de regresión, la incidencia de las burbujas en la superficie de la superaleación, teniendo en cuenta el espesor y la dureza. Se realizó el análisis de varianza, según el método de Fisher para evaluar el nivel de significación de las variaciones provocadas por los diferentes experimentos. En la tabla 3.4 se muestran los resultados del análisis de regresión y en la tabla 3.5 el análisis de la varianza.

	Mínimos	Estándar	Estadístico	
	cuadrados			
Parámetro	Estimado	Error	Т	Valor-P
Intercepto	297,499	8,89161	33,4584	0,0001
Pendiente	-0,123601	0,0198544	-6,22537	0,0084

Tabla 3.4. Resultados del análisis de regresión

Tabla 3.5. Análisis de la varianza

Fuente	Suma de	Gl	Cuadrado	Razón-F	Valor-P
	cuadrados		Medio		
Modelo	1222,56	1	1222,56	38,76	0,0084
Residuo	94,6371	3	31,5457		
Total (Corr.)	1317,2	4			

Coeficiente de Correlación = -0,963407

R-cuadrada = 92,8153 porciento

R-cuadrado (ajustado para g.l.) = 90,4204 porciento

Error estándar del est. = 5,61656

Error absoluto medio = 3,33252

Estadístico Durbin-Watson = 2,31758 (P=0,4066)

Autocorrelación de residuos en retraso 1 = -0,175839

La salida muestra los resultados de ajustar un modelo lineal para describir la relación entre la dureza y el espesor. La ecuación del modelo ajustado es:

 $Dureza = 297,499 - 0,1236 \cdot espesor$ 

Puesto que el valor-P en la tabla ANOVA es menor que 0,05; existe una relación estadísticamente significativa entre la dureza y el espesor con un nivel de confianza del 95,0%.El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo ajustado explica 92,8153% de la variabilidad en la dureza. El coeficiente de correlación es igual a - 0,963407; indicando una relación relativamente fuerte entre las variables. El error estándar del estimado indica que la desviación estándar de los residuos es 5,61656. Este valor puede usarse para construir límites de predicción para nuevas observaciones, según el desgaste por efecto de la implosión de las burbujas sobre la superficie del álabe.

El error absoluto medio (MAE) de 3,33252 es el valor promedio de los residuos. El estadístico de Durbin-Watson (DW) examina los residuos para determinar si hay alguna

correlación significativa basada en el orden en el que se presentan en el archivo de datos. Puesto que el valor-P es mayor que 0,05; no hay indicación de una autocorrelación serial en los residuos con un nivel de confianza del 95,0%.

Se realizó la estimación para las durezas obtenidas en las diferentes muestras, aquellas que corresponden a la parte superior del álabe y en la punta del mismo. La figura 3.7 muestra la estimación para todas las durezas obtenidas. La función es del tipo:  $10+2 \cdot X + 3 \cdot Y - 10 \cdot X \cdot Y$ 



Figura 3.7. Estimación para las durezas obtenidas según el espesor.

Al estimar el error del modelo experimental con el calculado existe diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las muestras para un nivel de confianza del 95,0 %. Los resultados expuestos demuestran que se mantiene la tendencia a incrementar la dureza en la medida que disminuye el espesor en toda la longitud del álabe, siendo más significativa en la parte inferior del mismo por efecto de la culminación del radio de la burbuja.

# 3.8. Valoración económica

Para la estructura de costos se consideróun conjunto de elementos que permitieran reunir la información de los costos incurridos y los ingresos obtenidos de forma verificable, de manera de colaborar con la empresa en la organización y coordinación de las funciones de manufactura, distribución y administración. En la tabla 3.6 se muestran los gastos por concepto de materiales.

Tabla 3.6. Gastos por concepto de materiales

No	Materiales	Cantidad	Costos	Costos total
1	Impelente	15 kg	204,30	3 065,00
2	Empaquetadura	3 kg	157,33	472,00
Sub total			361,63	3 536,49

El sub total de los costos por concepto de materiales es de 3 536,49CUP. A estos costos se le añaden los gastos por concepto de mano de obra directa, que es tiempo real invertido en la ejecución de los procesos. La tabla 3.7 muestra estos costos.

Costos de mano de obra							
No	Especialidad	\$/horas	Horas trabaj	Costos total			
1	Mecánico taller "A"	12,08	4	48,32			
2	Instrumentista"A"	32,00	4	128,00			
3	Técnico de laboratorio	10,75	35	380,00			
			Sub total	556,32			

Tabla 3.7. Resultados de los costos de la mano de obra, en CUC

Estos costos se relacionaron con los costos directos, que incluyó la cantidad pagada por diseños, materiales, equipos, salarios directos, quedando identificadas las alternativas técnicas posibles, en función de las circunstancias materiales y de las tecnologías disponibles. El sub total de estos costos es de 556,32CUP.

Para establecer el cálculo de costos del proceso de preparación metalográfica se tuvo en cuenta que es la suma de varios costos, como son el costo de los materiales empleados, el costo de cada una de las operaciones ejecutadas, así como el de su montaje, los salarios pagados a los trabajadores que participen en el proceso de fabricación. En la tabla 3.8 se muestran estos costos de preparación.

No	Operación	Equipo y	Tiempo	Tarifa horaria	Importe
		materiales	(h)	(CUP)	(CUP)
1	Cortadora	C M 260	2,5	2,70	6,75
2	Encapsulado	Resina epoxi	2,0	2,70	5,40
3	Pulido	Lijas	1,50	2,66	3,99
4	Observación	Microscopio	3,00	2,54	7,62
5	MEB	JSM 5600 LV	4,00	-	250,00
6	DRX	JSM 5600 LV	4,00	-	90,00
	363,76				

Tabla 3.8.	Costos	de la	preparación	metalográfica
------------	--------	-------	-------------	---------------

Al realizar la valoración económica, donde se tuvo en cuenta los gastos por concepto de materiales, los costos de la mano de obra directa y el costo de la preparación metalográfica, se incurre en un costo total de 4456,57CUP. Todos los sistemas de costos incluyeron los elementos básicos de mano de obra, materiales y gastos generales. Se calculó el costo por hora de cada una de las operaciones. Se consideró el suministro de información por parte del área de contabilidad de la empresa.

Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

### 3.9. Impacto medioambiental

En las plantas de procesamiento de minerales se generan cantidades de residuales líquidos que contaminan las aguas. Cuba por ser una isla larga y estrecha hace que la contaminación que se produce en las cuencas hidrográficas se traslade rápidamente a la zona costera y por tanto estos también deben ser incluidos. Entre los impactos permanentes causados por la industria en los años de explotación se encuentra el amoníaco, que contamina el entorno y en muchos casos contienen material o componentes tóxicos.

La planta de Lixiviación permite laborar con seguridadpara los trabajadores, pero siempre está latente la posibilidad de riesgos para lavida, dentro de los cuales tenemos:amoníaco (NH<sub>3</sub>), hidrosulfuro de amonio (NH<sub>4</sub>HS) y sulfhidrato de sodio (NaHS) y floculante.El Amoníaco (NH<sub>3</sub>), se presenta bajo la forma de gas, es incoloro, de olorpenetrante, más ligero que el aire, se licua a la presión atmosférica a latemperatura de - 33,4 °C y se solidifica a - 77,7 °C. Provoca dolor intenso en laboca, el tórax y el abdomen, con tos, nausea y colapso, perforación del estómagoo esófago, por lo que aumenta el dolor abdominal, irritación de los ojos y víarespiratoria y enrojecimiento de la mucosa.

El efecto sobre el organismo, en concentraciones bajas de amoníaco puede cortarla respiración, pero sin provocar efectos nocivos. Las concentraciones mediaspueden causar decaimiento, irritación, congelación, hinchazón o entumecimiento delas membranas, mucosa de la nariz, ojos y garganta. El amoníaco líquido, producequemaduras graves parecidas a las quemaduras características y estas varían deacuerdo con las concentraciones del amoníaco y del tiempo que se permanezcaexpuesto al mismo.

Los efectos de la radiación X en los organismos biológicos dependen del valor de la dosis. En general, la exposición adosis bajas de rayos X, como las que se reciben durante una radiografía convencional, no son perjudiciales. Dosis más elevadas pueden producir los daños característicos de las radiaciones ionizantes. Las radiografías digitales y especialmente las tomografías computarizadas, junto a los estudios de tipo intervencionista (fluoroscopias, hemodinamias) implican en algunos casos dosis elevadas de radiación, por lo que deben seguirse estrictamente para ellos el principio básico conocido como ALARP («As Low As Reasonably Practicable», o, en español, «tan bajo como sea razonablemente factible»): los beneficios del estudio deben justificarse por del médico prescriptor y los técnicos intervinientes deben optimizar la dosis utilizada (Gregori,2015).

# 3.10. Conclusiones del capítulo

- La composición química de las muestras analizadas, determinadas con el empleo del espectrómetro de emisión óptica, permite plantear que los elementos químicos se encuentran entre los rangos establecidos por las normas para este tipo de superaleación.
- Se determinó las variaciones micro y macrodeformacionales de la superaleación Hastelloy C-276, afectada por efecto de las burbujas del licor lixiviado, donde por efecto de las pérdidas de elementos y la presencia de los iones cloruros, se fragiliza la misma, incrementando la razón de desgaste por cavitación.
- La presencia de elementos químicos predominantes como el níquel, el hierro y el cromo, en la superaleación Hastelloy C-276, garantizan propiedades mecánicas como su dureza, tenacidad y límite elástico, haciéndola una aleación de buenas características y con buena resistencia al desgaste abrasivo y deformaciones plásticas.

# **CONCLUSIONES GENERALES**

- La incidencia de las burbujas de licor lixiviado sobre la superficie de la superaleación Hastelloy C-276, provoca la formación de picaduras, la ruptura de la capa pasiva, desmenuzamiento de la estructura, así como la corrosión intercristalina, defecto que provocan el fenómeno de la cavitación.
- Por la ocurrencia del deslizamiento en el cristal, por efecto de las micro y macrodeformaciones en los planos (100), (200) y (320), las burbujas del licor lixiviado al deformar la red cristalina, provocan un incremento de las tensiones desde 0,10040 nm hasta 0,36200 nm, lo cual introduce dureza por acritud en la superaleación Hastelloy C-276.
- Se observó en los difractogramas la presencia de elementos químicos como el cloro (Cl), formador de iones cloruros, los cuales impiden la formación de capas estables de óxidos, provocan fragilización en esta superaleación y contribuyen de este modo a un incremento de las razones de desgaste por cavitación.
- Al estimar las incidencias económicas del efecto de la implosión de las burbujas sobre el álabe de la bomba centrífuga, donde se incluyó la cantidad pagada por diseños, materiales, equipos, salarios directos, este costo es de 4 456,57 CUP.

## RECOMENDACIONES

- Considerar la determinación de la deformación de la red cristalina, así como el ensanchamiento del pico de difracción en la superaleación Hastelloy C-276, teniendo en cuenta los sistemas de deslizamiento y otros planos cristalográficos.
- Someter a ensayo de desgaste con el empleo de un tribómetro la superaleación Hastelloy C-276 que permita evaluar la durabilidad de la misma expuesta a condiciones de trabajo bajo el efecto del licor lixiviado.
- Analizar a través de la mecánica de los fluidos el comportamiento del flujo en la línea que suministra esta hidromezcla a las bombas que realizan el transporte.

# **Referencias bibliográficas**
## **REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- Agarwal, D. Nickel and nickel alloys. In: Uhlig´s corrosión Handbook. R. Winston Revie (ed.). John Wiley & Sons, Inc., New York, p. 831-851, 2000.
- Akhihiro, Y., Matsuwaki, K., Matsumura, M. Critical Impact Velocity in the Solid Particles Impact Erosion of Metallic Materials. Wear, 233-235. 468-475. 1999.
- 3. Alcántara, D.; Fernández, T.; Rodríguez, I. Influencia de la pulpa lixiviada sobre el desgaste de una aleación Hastelloy C-276. Minería y Geología 32 (1): 93-105, 2016.
- 4. Almaguer, R. Efecto de la corrosión en la cuña de la válvula "top flow" fabricada de acero inoxidable. Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico. ISMMM. 2010.
- Amelinckx, D.; Van-Landoyt, J.; Van-Tedeloo, G. Handbook of microscopy, weinheim: Verlags gesellchaft Mbh, 1997.
- Aperador, W.; Vargas, A.; Betancur, J. Evaluation of passivation of the austenitic Fe-Mn-Al alloy. Revista Latinoaméricana de Metalurgia y Materiales. 32 (2): 236-243, 2012.
- Aráujo, J.; Nowell, D. The effect of rapidly varying contact stress fields on fretting fatigue. International Journal of Fatigue. 24 (7): 763-775, 2002.
- 8. Avery, H. Materials for de Mining Industry Climax Molybdenum Co. Vail, 43-77, 1974.
- Ball, A. The mechanisms of wear and the performance of engineering materials, J.S. Afr. Inst. Min. Metall. 86 (1): 1-10, 1986.
- Beattie, H.; VerSnyder, F. The influence of molybdenum on the phase relationships of a high temperature alloy, Trans. ASM. 429-883 (1959).
- Berrito, M. Estudio numérico del ascenso de burbujas de taylor en mini-conductos verticales de sección no-circular. Parte I, Revista de la Facultad de Ingenieria. Universidad Central de Venezuela, 23 (2): 27-36, 2008.
- 12. Biner, S.; Can, B., Metall. Q., 24 (7) 155-167, 1985.
- 13. Birkholz, M. Thin film analysis by X-Ray scattering. Wiley VCH, 2006.
- 14. Blau, P. Lubrication and wear technology, Glossary of Terms in ASM Handbook. Vol.18. Friction, printed in USA, p. 942, 1992.
- 15. Bleich, F., Buckling strength of metal structures. McGraw-Hill Book Company, New York. 1952.
- Box, G., Hunter, W., Hunter, J., Estadística para experimentadores. Editorial Reverté. Barcelona, 1989.

Tesis en opción al título de Ingeniero Mecánico

- 17. Calvo, F., Metalografía Práctica Ed. Alambra, 1971.
- Caron. M. Fundamental and practical factors in ammonia leaching of nickel and cobalt ores. Transactions of AIME, Journal of metal 188: 67-90, 1950.
- Carranza, R.; Rodríguez, M.; Rebak, R. Efecto del potencial sobre la corrosión en rendijas de la aleación C-22. Congreso SAM/CONAMET 2007, San Nicolás, 4 al 7 de septiembre de 2007.
- Casanovas, J.; Alemán, C. Introducción a la Ciencia de los Materiales, pp 313-315 Ed. Cálamo, Barcelona, 2002.
- 21. Chungen, Z. Deposition of aluminize and chromium–modified aluminize coatings on TiAl alloys using the allied activate pack cementation method. Chinese Journal of Aeronautics. 12 (1): 24-32, 1999.
- 22. Colombier, L.; Hochmann, J., Aciers inoxydables, aciers réfractaires. París 1955.
- Correa-Suárez. R, Comportamiento de la aleación de titanio Ti-6 Al-4 V empleado en la pulpa lixiviada caliente. Tesis en opción al título de Máster. 2012.
- 24. Costes, P.; Guillet, Y. Poulachon, G.; Dessoly, M. Mecanismos de desgaste y vida útil de las herramientas de CBN en el mecanizado de Inconel 718. International Journal of Machine Tools & Manufacture 47 (12): 1081-1087, 2007.
- Cullity, B. Elements of X-ray diffraction. Department of Metallurgical Engineering and Materials Science. University of Notre Dame. pp 514, 1997.
- Deckwer, W.; Schumpe, A. Improved tools for bubble column reactor design and scale-up. Chemical Engineering Science, 48 (5): 889-911. 1993.
- 27. Delhaye, J. Two-phase pipe flow. p. 385-410, 1983.
- 28. Di Caprio, G. Notas históricas y de producción sobre los aceros inoxidables. En: Los aceros inoxidables. Grupinox: Barcelona. 1999.
- 29. Dinda, S.; Kujawski, D. Correlation and prediction of fatigue crack growth for different ratios using parameters. Eng. Fract. Max Mech, 71 (12): 1779-1790, 2004.
- Dogan, O.; Hauk, J.; Laird II G. Solidification structure and abrasion resistance of high chromium white irons. Metallurgical and Materials Transactions A; 28A (12): 25-30, 1997.
- Durán-Martínez, W; Fernández-Columbié, T. Efecto del desgaste por corrosión en una superaleación expuesta a alta concentración de elementos en el fluido. Ciencia & Futuro. 8 (3): 20-31, 2018.
- 32. Durman, R., PhD. Thesis, University of Aston, UK, 1970.

- 33. Esmailian, M. The effect of cooling rate and austenite grain size on the austenite to ferrite transformation temperature and different ferrite morphologies in microalloyed steels. Iranian Journal of Materials Science & Engineering 7 (1): 7-14, 2010.
- 34. Fernández-Columbié, T. Mecanismos de endurecimiento del acero AISI 1045 deformado por rodadura. Tesis en opción al título de Dr. C.. Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa. pp. 147, 2011.
- 35. Fernández-Columbié, T.; Rodríguez-González, I.; Alcántara-Borges, D. Caracterización microestructural de uniones soldadas de acero AISI 316L en tuberías. Minería y Geología, 32 (1): 60-75, 2016.
- 36. Finley, C., Clinton, A. A novel method for testing the NPSHA level of a submerged centrifugal LNG pump. 7th Topical Conference on Natural Gas Utilization 2007, Held at the 2007. AIChE Spring National Meeting. 25 (4): 88-97, 2014.
- Finnie, I. The mechanisms of erosive wear in ductile metals. Corrosion-Erosion Behavior of Materials. pp. 118-126, 1980.
- Floreen, M.; Davidson, J. The effects of B and Zr on the creep and fatigue crack growth behavior of aNi-base superalloy, Metallurgical Transactions A. 14A (3): 895-901, 1983.
- 39. Fu, Q.; Yuan, S.; Zhu, R.; Wang, T.; Jiang, X. Cavitation characteristics for impeller of centrifugal charging pump of M310 nuclear power plants. Hedongli Gongcheng/Nuclear Power Engineering. 5 (2): 32-40, 2013.
- 40. Fukaya, M. Prediction of cavitations erosion and residual stress of material using cavitating flow simulation with bubble flow model. Fluid Mechanics and its Applications. 6 (2): 25-33, 2014.
- 41. Gardner, L.; Nethercot, D. Improved efficiency for stainless steel structures. Proceedings of the International Iron and Steel Institute World Conference 2002: Steel in Sustainable Constructions. Edited by Sansom, M. Luxemburg Congrèso Luxemburg. 75-80. 2002.
- 42. Golstein, J.; Newburry, D.; Echling, P.; Joy, D.; Roming (Jr), A.; Lymanc-Fiori, C.; Litshin, E. Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis: a text for biologists, materials scientist and geologists. 2 ed. N.Y.: *Plenum Press*, 1997.
- 43. Gregori, B (coord. Sociedad Argentina de Radioprotección). ICRP: Publicación 113. Capacitación y entrenamiento en protección radiológica para procedimientos diagnósticos e intervencionistas, 2015.

- 44. Guitar, M.; Duarte, M.; Montero, D. Comportamiento frente al desgaste y corrosión de un acero inoxidable AISI 304 nitrurado por plasma, In: Actas de las Jornadas SAM/ Congreso CONAMET/ Simposio Materia, pp. 722-725, Bariloche, Argentina, 2003.
- 45. Hawk, J. A. Laboratory abrasive wear tests: investigation of test methods and alloy correlation, Wear abrasive. 225 (22): 1031-1042, 1999.
- 46. Hernández, A.; Castellanos, L. Diseño de una aleación termoresistente. Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales S1 (2): 685-693, 2009.
- 47. Hewitt, G. Measurement of two phase flow parameters. 1978.
- 48. Hewitt, G.; Delhaye, J.; Zuber, N. Multiphase Science and Thechnology. 1986.
- 49. Hochmann, J. Aceros inoxidables, aceros refractarios. Ediciones URMO, España, 1968.
- 50. Hogmark, S.; Vingsbo, O. Mechanisms of dry wear of some martensitic steels. Source book on wear control technology. ASM Engineering bookshelf. American Society for metals. Metals Park, Ohio 44073, 1978.
- 51. Hoppert, S. Alumina ceramics: superior materials for protection against wear and corrosion. Alemania, Siegburg. 3-11, 1989.
- 52. Hussainova, I.; Schade, K. Correlation between solid particle erosion of cermets and particle impact dynamics. Tribology International, 41 (14): 323-330, 2008.
- 53. Hutchings I. Tribology: friction and wear of engineering materials. Oxford: Butterworth-Heinemann. 1992.
- Hutchings, I. Solid particle erosive wear testing, ASM Handbook. Mechanical Testing and Evaluation. 8 (5): 728-751, 2000.
- 55. Jenkins, R.; Zinder, R., Introduction to X-ray, Powder Diffractometry John Wilerand Sons, pp 47-94, 1996.
- 56. Johansson, B.; Olsson, A. Current design practice and research on stainless steel structures in Sweden, Journal of Constructional Research. 54 (21): 3-29, 2000.
- 57. Kato, H. Severe-mild wear transition by supply of oxide particles on sliding surface, Wear 255 (125): 426-429, 2003.
- 58. Klug, H. X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials. John Wiley and Sons, 1974.
- 59. Kootsookos, A.; Gates, J.; Eston, R., Cast. Met, 7, 239-246, 1995.
- Kotecki, D.; Ogborn, J. Abrasion resistance of iron based hard facing alloys. Welding Journal 74 (8): 269-278, 1995.

- Lamparter, P. Crystallite sizes and micro strains from X-ray diffraction line profile analysis. Metallurgical Transactions. 40 (11): 145-150, 2000.
- 62. Lankford, W. The making, shaping and treating of steel association of iron and steel engineers; USA, 1985.
- 63. López, E.; Mellor, B. Fracture toughness and crack morphologies in eroded WC –
   Co Cr thermally sprayed coatings. Materials Letters. 37 (23): 201-210, 1998.
- 64. Luo, Y.; Yuan, S.; Yuan, J.; Lu, J. Research on characteristic of the vibration spectral entropy for centrifugal pump. Advances in Mechan. Engineering. 5 (3): 9-18, 2014.
- 65. Marqués, C. Relação entre microestrutura e desgaste erosivo a frio e a quente em materiais cerâmicos à base de alumina. 2006. 170 f. Tese (Doutorado em Engenharia) Escola de Engenharia, UFRGS. 2006.
- 66. Matos, R. Introducción a la corrosión y protección de metales, La Habana, Ediciones ENPES, Cuba, 1987.
- 67. Meng, H.; Ludema K. Wear models and predictive equations: their form and content. Wear. 181 (183): 443-457, 1995.
- Menthe, E.; Rie, K. Further investigation of the structure and properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding. Surface and Coatings Technology. 116 (119): 199-204, 1999.
- 69. Mesa, D.; Sinatora, A. El desgaste de materiales enfrentarlo o dejarlo de lado y asumir riesgos, Scientia et Technica Año IX, No 22, 2003.
- 70. Michael, H.; Walter, E.; Herbert, G. Micro strain in HMX investigated with powder Xray diffraction and correlation with the mechanical sensitivity. JCPDS-International Centre for Diffraction, Advances in x-Ray Analysis. 45 (23): 212-217, 2002.
- 71. Miranda, L.; Miranda, G. Influencia de los parámetros tecnológicos y la composición químico-mineralógica de los minerales, en el proceso de extracción del cobalto en la tecnología carbonato-amoniacal. Revista Cubana de química. XIV (2): 3-7, 2002.
- 72. Mishra, A.; Frankel, G. Crevice corrosion repassivation of Alloy 22 in aggressive environments, Corrosion. 64 (11): 869-844, 2008.
- 73. Mittag, S., Gabi, M. Experimental and numerical investigation of centrifugal pumps with asymmetric in flow conditions. Journal of Thermal Science. 12 (4): 34-41, 2015.
- 74. Monsalve, M; Esperanza, M.; Vargas, F. Técnicas utilizadas para la medición de esfuerzos residuales en películas delgadas depositadas por PVD. Scientia et Technica. Año XIII (36): 769, 2007.

- 75. Moranchel, M. Análisis de la evolución microestructural del daño por irradiación neutrónica en la vasija de presión de un reactor nuclear de potencia BWR. Tesis de doctorado. Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de la Escuela Superior de Física y Matemática (ESFM). pp. 92, 2012.
- 76. Ochoa, A.; Macías, R. Aspectos teóricos sobre el desgaste abrasivo en los elementos de trabajo de las máquinas agrícolas en Cuba. 2006.
- 77. Osseo-Asare, K. Ammonia hydrometallurgy, thermodynamics of dissolition and adsorption phenomena in oxide systems. Ph.D. Thesis, universe of California, 1975
- 78. Ostle, B. Estadística Aplicada. Limusa Wiley, México, Cap. 10, 1975.
- 79. Outeiro, J.; Umbrello, D.; M'Saoubi, R. Experimental and numerical modelling of the residual stresses induced in orthogonal cutting of AISI 316L steel, International Journal of Machine Tools & Manufacture. 46 (6): 1786-1794, 2006.
- 80. Pearce, J., Trans. AFS, 92, 599 622, 1984.
- Pérez, R. Cavitación y materiales de construcción en las bombas centrífugas. Minería y Geología. 20 (3-4): 114-118, 2004.
- 82. Pero-Sanz, J.; Verdeja, J. Solidificación y transformaciones en el sistema Fe-C-Cr. Bases para el Diseño por Propiedades de sus Aceros y Fundiciones Ternarias RDM Revista de Minas, 1994.
- Pitler, R. Precipitation from iron base alloys, Eds. Gilbert R. Sperch and John B. Clark, Gordon and Breach, New York, pp. 129, 1965.
- Pitler, R. Precipitation from iron base alloys, Eds. Gilbert R. Sperch and John B. Clark, Gordon and Breach, New York, pp. 129, 1965.
- 85. Radulovic, M.; Fiset, M.; Peev, K.; Tomovic, M., Mater. Sci., 29, 5085-5094, 1994.
- 86. Ramírez, R.; Jácome, M.; Giraldo, A. Solución de la ecuación de Rayleigh-Plesset por medio del método del elemento finito. Ingeniería y Ciencia. 10 (2): 23-31, 2013.
- 87. Rebak, R.; Dillman, J.; Crook, P.; Shawber, C. Corrosion behavior of nickel alloys in wet hydrofluoric acid. Materials and corrosion 52 (4): 289-297, 2001.
- Reyes, J. Dinámica de las burbujas de cavitación en fluidos amoniacales trasegados con bombas centrífugas. Minería y Geología. 32 (3): 128-146, 2016.
- Reyes-Cruz, J. Presión de saturación del licor amoniacal y su relación con el fenómeno de cavitación en bombas centrífugas. Minería y Geología. 31 (1): 45-54, 2015.
- 90. Reyes-Cruz, J. Un experimento de enseñanza e investigación de la cavitación en bombas centrífugas. Asoc. Americ. de Prof. de Física. 4 (1): 2-18, 2010.

- 91. Romo. A. Evaluación de la resistencia a erosión por cavitación de superficies texturizadas. Departamento de Materiales y Minerales. Medellín, Colombia, 2013.
- 92. Sarache, L. Diseño de experimentos y análisis multifactorial aplicado a la industria. Facultad de Ingeniería, Revista Ingeniería Industrial. 4 (5): 585-590, 2004.
- 93. Sare, I. Abrasion resistance and fracture toughness of white cast irons. Metals Technology 412-419; November 1997.
- 94. Sha, Y.; Liu, X. Numerical calculation on gas-liquid two-phase hydrotransport and flow field measurement in volute with probes for vortex pump. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering. 4 (3): 25-33, 2014.
- 95. Shah, Y., Kelkar, B., Godbole, S., y Deckwer, W. Desing parameters estimations for bubbles column reactor. p. 353-379, 1982.
- 96. Smith, J. Beljers. Philips Res. Rep. 10, 113, 1955.
- 97. Smith, K.; Watson; P.; Topper, T. A stress-strain functions for the fatigue of metals. Journal of Materials, 5 (4): 767-778, 1970.
- 98. Song, L.; Chen, P.; Wang, H. Automatic decision method of optimum symptom parameters and frequency bands for intelligent machinery diagnosis: Application to condition diagnosis of centrifugal pump system. Advances in Mechanical Engineering. 4 (3): 18-24, 2014.
- 99. Sorell, G. The role of chlorine in high temperature corrosion in waste to energy plants, Materials at High Temperatures. 14 (3): 137-150, 1997.
- 100. Stokes, J.; Looney, L. Residual stress in HVOF thermally sprayed thick deposits. Surface and Coatings Technology. 177 (178): 18-23, 2004.
- Sturla, A., Castellano, E. Metalografía microscópica: guía práctica de metalografía microscópica y macrografía. Buenos Aires: Alsina, pp. 278, 1951.
- 102. Sullivan, C.; Donachie, M. Some effects of microstructure on the mechanical properties of nickel-base superalloys. Metals Engineering Quarterly, Feb. 1967.
- 103. Tabrett, C.; Sare, I. Fracture toughness of high-chromium white irons: influence of cast structure. Journal of Materials Science. 3 (2): 2069-2077, 2000.
- 104. Taitel, Y.; Dukler, A. Modelling ow pattern transitions for steady upward gas-liquid ow in vertical tubes. AIChE Journal. 26 (3): 345-354, 1980.
- 105. Triszcz, J.; Porta, A.; García, E. Effect of operating conditions on iron corrosion rates in zero-valent iron systems for arsenic removal. p. 431-443. 2009.

- 106. Vázquez, J. Elementos de control de desgaste. Universidad Central de Venezuela.1994.
- 107. Veinthal, R.; Sergejev, F.; Zikin, A.; Tarbe, R.; Hornung, J. Abrasive impact wear and surface fatigue wear behaviour of Fe–Cr–CPT Aoverlays. Wear 301. 102-108, 2013.
- 108. Vives, R.; Gaffet, H.; Meunier, X.; Klug, O. Energetic Crystal in Mat. Res. Sot. Symp. Proc. Structure and Lattice Dependent Response, Properties of energetic Materials. 296 (148): 765-770, 2004.
- 109. Voorwald, H.; Souza, R.; Pigatin, W. & Cioffi, M. Evaluation of WC 17 Co and WC
  10 Co 4 Cr thermal spray coatings by HVOF on the fatigue and corrosion strength of
  AISI 4340 steel. Surface and Coatings Technology. 190 (4): 155-164, 2005.
- 110.Wagner, H.; Hall, A. Physical Metallurgy of Alloy 718, D Mic Report 217, 1965.
- 111. Wallis, G. One-dimensional Two-phase Flow. 1969.
- 112. Warren, B. X-ray diffraction. Addison-Wesley Publishing Company, 1969.
- 113.Whittenberger, D. Creep and tensile properties of several oxide dispersion strengthened nickel base alloys. Metallurgical Transactions A, Volume 8A, July 1977.
- 114. Wu, J.; Redman, J. Welding J. 73, 9. 1994.
- 115. Xiao, L.; Li, Y.; Liu, Y.; Bi, Z.; Zhao, W. Effect of wear-ring clearance on cavitation flow and performance of centrifugal pump with inducer Journal of Drainage and Irrigation Machinery Engineering. 2016.
- 116. Xu, X.; Wang, L.; Yu, Z.; Hei, Z. A comparative study on microstructure of the plasma-nitrided ayers on austenitic stainless steel and pure Fe. Surface and Coatings Technology. 192 (43): 220-224, 2005.
- 117. Xue, H., Li, Z., Wang, H., Chen, P. Intelligent diagnosis method for centrifugal pump system using vibration signal and support vector machine. Shock and Vibration. 2 (10): 842-847, 2014.
- 118. Zadorozne, N.; Carranza, R.; Giordano, C.; Ares, A.; Rebak, R. Effect of the composition of nickel alloys on the anodic behavior in aqueous solutions of chloride and bicarbonate, Vol. 1475, XXXV International Symposium. Scientific Basis for Nuclear Waste Management. Materials Research Society, Buenos Aires, Argentina, October 2-7, 2011.
- 119. Zhang, M.; Kelly, P.; Gates, J. The effect of heat treatment on the toughness, hardness and microstructure of low carbon white cast irons. Journal of Materials Science. 36 (15): 3865-3875, 2001.

- 120. Zolotorevsky, J. Elementary Dislocation Theory, Oxford University Press, 1996.
- 121. Zum-Gahr, K. Formation of wear debris by the abrasion of ductile metals, Wear 74, págs. 353-373, 1980-1982.
- 122. Zum-Gahr, K. Microstructure and wear of materials. Amsterdam. Elsevier. 1987.