



MINISTERIO DE EDUCACIÓN SUPERIOR
INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO DE MOA
"Dr. ANTONIO NÚÑEZ JIMÉNEZ"
FACULTAD METALURGIA Y ELECTROMECAÁNICA
DEPARTAMENTO DE METALURGIA Y QUÍMICA

Comportamiento microestructural de una superaleación base níquel Hastelloy C-276 expuesta a tratamiento térmico

Tesis presentada en opción al título de Ingeniero en Metalurgia y
Materiales

Autora: Sailis De la Cruz Molina

Moa /2019



MINISTERIO DE EDUCACIÓN SUPERIOR
INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO DE MOA
"Dr. ANTONIO NÚÑEZ JIMÉNEZ"
FACULTAD METALURGIA Y ELECTROMECAÁNICA
DEPARTAMENTO DE METALURGIA Y QUÍMICA

Comportamiento microestructural de una superaleación base níquel Hastelloy C-276 expuesta a tratamiento térmico

Tesis presentada en opción al título de Ingeniero en Metalurgia y
Materiales

Autora: Sailis De la Cruz Molina

Firma: _____

Tutor: Prof.Tit.Tomás Fernández Columbié,Dr.C

Firma: _____

Moa /2019

Declaración de autoridad

Yo: Sailis De la Cruz Molina

Autora de este trabajo de diploma, certifico su propiedad intelectual a favor del Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa “Dr. Antonio Núñez Jiménez”, el cual podrá hacer uso del mismo con la finalidad que estime conveniente.

Sailis De la Cruz Molina

Dr. C. Tomás Fernández Columbié

Pensamiento:

.....Y siempre mediremos por encima de todo, un técnico y un científico, no por su conocimiento, sino por el grado de humildad y modestia con que sea capaz de aportar sus conocimientos.

Fidel Castro Ruz.

Agradecimientos:

A lo largo de mi vida muchas personas me han brindado su apoyo incondicional en todo momento y han contribuido en mi formación para el desarrollo exitoso de mi carrera, a todos ustedes llegue mi más profundo agradecimiento:

A mi abuela Eloina por haberme acogido con tanto cariño y educado con gran satisfacción para el logro de mis metas. Te quiero.

A mi tía Odalis por ser como una madre para mí, haberme dado fuerzas en los momentos difíciles y por todos los consejos que con gran sabiduría supo inculcar en mí para el logro de todos mis objetivos.

A mi padre Ramón por estar presente en todos los momentos de mi vida y formar parte de ella.

A mi hermana Bethy por brindarme todo su cariño y ser una de las personas más importantes y especiales en mi vida: Te quiero mucho mi princesa.

A mi tía Deysis por sus palabras de comprensión en los momentos en los que la necesité. Muchísimas gracias.

A mis tíos Roberto, Chirino y Justo por todo su cariño y ser en mi vida muestras de respeto ante las circunstancias de la vida.

A mis primos Yosvany, Yady y Roberto por ser como mis hermanos y estar a mi lado compartiendo todos los momentos tanto de alegrías como de tristezas: Los amo mis tesoros.

A los pequeños Erika y Daniel por formar parte de mi familia.

A mis compañeros de la universidad y en especial a Lily por ser más que una amiga: una hermana y haber transitado y compartido junto a mí en estos seis años todos los momentos de esta carrera. Muchas bendiciones.

A mi tutor Tomás por todas sus sugerencias para el desarrollo exitoso de este trabajo. Muchas gracias por su apoyo incondicional.

Dedicatoria:

- Dedico este trabajo primeramente a mi Dios que me ha dado las fuerzas suficientes para levantarme cada día y ser mi fortaleza en medio de las adversidades.
- A mis abuelos: Eloina y Bacilides que han sido más que mis padres: fuente de inspiración y ejemplo en mi vida para el logro de todas mis metas.
- A mi tutor por dedicar largas horas de su tiempo en la realización exitosa de este trabajo.

A todos muchas

gracias,

Sailis.



RESUMEN

El trabajo tiene como objetivo determinar el comportamiento microestructural de una superaleación base níquel hastelloy C-276 expuesta a tratamiento térmico. Para el desarrollo del trabajo se realizó el análisis microscópico del cuerpo de una cuña, determinando que la misma para su funcionamiento se obtiene a través del método de forjado. Fueron preparadas muestras con dimensiones de 15 X 15, cortadas longitudinalmente del cuerpo de la cuña. Las mismas fueron sometidas a tratamiento térmico de austenizado a una temperatura de 1 050 °C, con tiempo de permanencia de una hora. Para revelar la estructura metalográfica se empleó la electrólisis, teniendo en cuenta las propiedades de esta aleación. Luego del tratamiento térmico, la estructura de austenita dendrítica obtenida por el proceso de forjado, se transformó a fases de austenita y martensita, con granos más pequeños, dispersos sobre la matriz, con un incremento de la dureza desde 235 HV para la muestra forjada, hasta 380 HV luego del tratamiento térmico, por la formación de martensítica hasta un 64,87 %, después del temple en agua. Se realizó la valoración económica relacionada con el procedimiento, así como la incidencia del proceso en el medio ambiente.



ABSTRACT

The work as at determining behavior microstructural of a host super-alloy nickel hastelloy C-276 exposed to heat treatment. The microscopic analysis of the body of a wedge, determining that the same for his functioning obtains itself through the method came true for the development of the work of forged. Signs with dimensions of 15 X 15 prepared, cuts longitudinally of the body of the wedge. The same were submitted to austenized heat treatment to a temperature of 1 050 °C, with time of permanence of an hour. Metallographic used the electrolysis itself in order to reveal the structure, taking into account this alloy property. Right after heat treatment, dendritic obtained by the process structures it of austenita of forged, 64.87 % were transformed to phases of austenita and martensitic, with smaller, dispersed grains on the womb with an increment of the hardness from 235 HV, for the sign forged, to 380 HV right after the heat treatment by martensitic formation, to one, after the character in water. The cost-reducing assessment related with the procedure, as well as the incidence of the process in the middle ambient came true.



TABLA DE CONTENIDOS	Pág.
INTRODUCCIÓN	1
1. MARCO TEÓRICO. ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS	4
1.1. Introducción.....	4
1.2. Desarrollo de las superaleaciones base níquel.....	4
1.2.1. Resistencia de las superaleaciones base níquel.....	8
1.2.2. Características de la superaleación hastelloy C-276.....	11
1.3. Tratamientos térmicos de las superaleaciones.....	13
1.3.1. Efecto del tamaño del grano en las superaleaciones.....	14
1.4. Procesos de conformado por forja.....	15
1.5. Determinación de la integridad de piezas por ultrasonido.....	17
1.5.1. Teoría del ultrasonido.....	18
1.6. Resistencia a la corrosión de los aceros inoxidable.....	19
1.7. Conclusiones del capítulo I.....	22
2. MATERIALES Y MÉTODOS	23
2.1. Introducción.....	23
2.2. Composición química de la superaleación base níquel.....	23
2.3. Selección de las muestras.....	24
2.3.1. Preparación de las muestras metalográficas.....	24
2.3.2. Desbaste y pulido.....	25
2.3.3. Paños para pulido.....	25
2.3.4. Pulidora metalográfica Montasupal.....	26
2.3.5. Ataque de las muestras para su examen microscópico.....	26
2.3.6. Comportamiento microestructural de las muestras.....	27
2.3.7. Microscopio óptico empleado.....	27
2.3.8. Ensayos de dureza aplicada a las muestras.....	28
2.3.9. Microscopio óptico para el análisis de imágenes.....	30
2.4. Horno empleado para el tratamiento térmico.....	31
2.5. Inspección mediante ultrasonido.....	31
2.6. Diseño de experimentos	33
2.6.1. Determinación de los coeficientes de regresión.....	34



2.6.2.	Cálculo de la varianza.....	34
2.7.	Conclusiones del capítulo 2.....	36
3.	ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS.....	37
3.1.	Introducción.....	37
3.2.	Análisis de la composición química.....	37
3.3.	Análisis microestructural antes del tratamiento térmico.....	38
3.4.	Análisis del tratamiento térmico de la aleación hastelloy C-276.....	39
3.4.1.	Comportamiento microestructural de las muestras tratadas térmicamente.....	40
3.4.2.	Determinación del porcentaje de microconstituyentes.....	41
3.5.	Análisis del tratamiento térmico de la superaleación hastelloy C-276.....	43
3.6.	Procesamiento estadístico de los datos.....	44
3.6.1.	Análisis de varianza.....	44
3.7.	Análisis por el método de ultrasonido.....	45
3.8.	Valoración económica.....	46
3.9.	Valoración del impacto medio ambiental.....	48
3.10.	Conclusiones del capítulo 3.....	50
CONCLUSIONES GENERALES		
RECOMENDACIONES		
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS		

INTRODUCCIÓN

En una era de aceleradas mejoras tecnológicas y de elevada competencia, eficiencia y ahorro de costos son las palabras en auge. Las exigencias que deben cumplir los materiales son múltiples: resistencia elevada a cargas cíclicas, a presiones extremas, a ambientes corrosivos, a elevadas temperaturas. Con frecuencia, estos requerimientos son contradictorios. Un material no puede ser muy dúctil y a su vez, poseer una resistencia al desgaste elevada. Asimismo, se pretende que éste sea económico, fácil de fabricar y de rápida disponibilidad.

Las nuevas tecnologías desarrolladas van encaminadas a una mejora constante de la calidad de vida de sus habitantes. La industria tiene el compromiso de enfocar sus productos y servicios hacia el beneficio de la sociedad. Para llevar a cabo este compromiso se les presenta el reto de crear, mejorar e innovar sus productos y esto lo realizan mediante la investigación constante y fructífera. Por más de veinte años nuevos avances se han presentado en las diferentes industrias. A lo largo de décadas se han mejorado muchos materiales y nuevos se han desarrollado los cuales cumplen con específicas funciones que permiten que estas industrias sean pilares elementales del desarrollo sostenible.

Actualmente se busca que todos los procesos sean más productivos con un bajo costo de producción especialmente en el sector industrial, en donde se utilizan diferentes tipos de maquinarias que están propensas a fallar por el desgaste de diferentes piezas, por tal motivo es de gran importancia crear nuevas ideas que ayuden a mitigar estos efectos ya que afectan claramente al resultado final, el costo económico e incluso el ambiental ya que usan materiales que esencialmente no son los más adecuados para cumplir distintas tareas.

Prácticamente todo material que es sometido a un trabajo por más mínimo que sea, presenta un tipo de desgaste que varía por las condiciones de trabajo a las cuales está sometido, por ende, tiende a perder sus características ya sean mecánicas o físicas (reducción de material, tolerancias) y que a la larga aumentan la frecuencia de mantenimiento de los componentes.

Las superaleaciones son materiales que mantienen sus propiedades de resistencia mecánica a elevadas temperaturas y tienen su mayor aplicación en la industria aeroespacial, energética y minera. Estas aleaciones son procesadas bajo diferentes condiciones térmicas y mecánicas, principalmente, buscando la mejora de sus propiedades finales que puedan resultar en mayor utilidad y vida del material.

Los rangos de aplicaciones para tales superaleaciones son utilizados para expandirse a muchas otras áreas de aplicación, incluyendo turbinas de gas, cohetes, industria química, plantas de petróleo. Estas en particular están situadas como una de las aplicaciones de mayor demanda por su habilidad de retener más su resistencia después de largas exposiciones de tiempo a temperaturas alrededor de los 650 °C. Su versatilidad se basa en el factor que combina su alta resistencia con su buena ductilidad a bajas temperaturas y excelente estabilidad superficial.

En la industria los materiales que están siendo sometidos a trabajar en ambientes altamente de desgaste, son materiales que en el proceso de mantenimiento ocupan un gran factor, por la necesidad de reemplazarlos es mucho más frecuente por las cargas que tienen que soportar. Por ende, la importancia de determinar específicamente las propiedades de los materiales, así poder estimar cual va a sufrir un desgaste prematuro y establecer cuáles de estos materiales son susceptibles a reemplazarlos más a menudo.

La **situación problémica** de la investigación la constituye.

La dependencia del tratamiento térmico en la superaleación hastelloy C-276 involucra un proceso termomecánico; las propiedades finales difícilmente son alcanzables, si los parámetros de temperatura no son controlados adecuadamente durante todo el proceso; por lo tanto, el control del tamaño de grano de la aleación, que presenta una matriz austenítica de gran solubilidad por otros elementos aleantes y fases únicas que proporcionan efectiva resistencia mecánica a la aleación, se convierten en elementos críticos para el desarrollo de las propiedades de servicio, producirán un material con la microestructura y propiedades no deseadas para su aplicación específica, lo cual provocaría afectaciones productivas y económicas, teniendo en cuenta que los tratamientos térmicos son altos consumidores de energía.

El **problema** a investigar lo constituye. La no caracterización en la formación de fases en una superaleación base níquel del tipo hastelloy C-276, luego de ser sometida a un tratamiento térmico de temple.

Como **objeto de la investigación** se establece: tratamiento térmico de la superaleación base níquel del tipo hastelloy C-276.

El **campo de acción** es: la microestructura y la dureza de la superaleación base níquel del tipo hastelloy C-276.

Sobre la base del problema a resolver se establece la siguiente **hipótesis**: con la aplicación de un tratamiento térmico de temple en horno a puerta cerrada, con un control de la temperatura a 1 050 °C, se producirá en la superaleación hastelloy C-276 una microestructura y propiedad mecánica para ser empleada en la industria minera.

A partir de la hipótesis planteada, se define como **objetivo del trabajo**.

Determinar los cambios de fases presentes en las propiedades mecanometalúrgicas en la aleación hastelloy C-276 como resultado de la temperatura, después del tratamiento térmico de temple.

Y se definen los **objetivos específicos** siguientes:

1. Caracterizar las condiciones de trabajo de las superaleaciones base níquel para ser empleadas en diferentes ambientes, así como su comportamiento ante la aplicación de tratamiento térmico.
2. Establecer las técnicas experimentales relacionadas con el proceso de tratamiento térmico de la superaleación base níquel hastelloy C-276, así como para la obtención de las propiedades mecanometalúrgicas y la dureza luego de aplicado el temple.
3. Analizar, luego del tratamiento térmico de temple, las variaciones metalúrgicas y las durezas obtenidas en la superaleación hastelloy C-276.

Para lograr el cumplimiento del objetivo propuesto, se plantean las **tareas de trabajo** siguientes:

1. Establecimiento del estado del arte relacionada con el objeto de estudio.
2. Planificación, diseño y realización de experimentos.
3. Ejecución experimental relacionada con el proceso de tratamiento térmico aplicado en la superaleación hastelloy C-276.
4. Análisis de los resultados relacionados con el comportamiento microestructural y la dureza que se originan por el efecto del tratamiento térmico en la superaleación base níquel.
5. Planteamiento de los efectos económicos, sociales y ambientales del proceso de tratamiento térmico.

1. MARCO TEÓRICO. ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS

1.1. Introducción

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 propiedad para resistir una extensa variedad de severas operaciones, que involucran: ambientes corrosivos, altas temperaturas, propiedades mecánicas y la combinación de estos factores. El desarrollo de la tecnología moderna no habría sido posible sin el perfeccionamiento paralelo de nuevas aleaciones dotadas de propiedades especiales, como de las llamadas superaleaciones, las cuales exhiben una combinación de fuerza mecánica y resistencia a la degradación superficial.

En el presente capítulo se establece exponer las características fundamentales de las superaleaciones base níquel, así como su comportamiento al ser expuesta a tratamiento térmico.

1.2. Desarrollo de las superaleaciones base níquel

El níquel puro es dúctil y tenaz debido a su estructura cristalina cúbica 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).

Los aceros inoxidable 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).

Refiere Esmailian (2010) que las aleaciones de níquel son, en general, todas aleaciones 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.

El término "superaleación" fue utilizado por primera vez poco después de la Segunda Guerra Mundial, para describir a un grupo de aleaciones desarrolladas para su uso en turbinas y motores de aeronaves de alto rendimiento que requiere su uso a temperaturas elevadas. La gama de aplicaciones para las que se utilizan las superaleaciones se ha extendido a muchas otras áreas y ahora incluye aviones y turbinas de gas, motores de cohetes, plantas químicas y de petróleo. Son especialmente adecuadas para estas aplicaciones exigentes debido a su capacidad de conservar sus propiedades mecánicas, incluso después de largos tiempos de exposición por encima de los 650 °C. Su versatilidad se atribuye al hecho de que combinan esta alta resistencia con buena ductilidad a baja temperatura y excelente estabilidad superficial (Salah y Engin, 2010).

Las propiedades de las superaleaciones pueden ser controladas por ajustes en la composición química y en el proceso de fabricación (incluyendo tratamientos térmicos), obteniendo productos finales con un excelente desempeño a elevadas temperaturas.

Ha sido planteado por Agarwal (2000) y Carranza *et al.* (2007) que las superaleaciones se desarrollaron a partir de los aceros inoxidable 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 austenítica y fcc más una variedad de fases secundarias.

Las superaleaciones de níquel presentan buen comportamiento mecánico a temperaturas cercanas a los 1 000 °C según lo han establecido Bhadeshia (2003) y Blaine *et al.* (2010). 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, $M_{23}C_6$, M_6C y M_7C_3 (raro) en todos los tipos de superaleaciones y en las aleaciones base Ni y Fe-Ni, los compuestos intermetálicos y fcc Ni_3 (Al, Ti), y bct (body centered tetragonal) Ni_3Nb , η hexagonal Ni_3Ti , δ ortorrómbica Ni_3Nb .

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 intermetálicos submicroscópicos. Su resistencia mecánica se debe a endurecedores por solución sólida y fases precipitadas. Las principales fases precipitadas endurecedoras son γ y γ' . 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 δ y η son útiles (junto con γ) 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.

La termofluencia es solo uno de los fenómenos que presentan en general los metales y se debe tomar en cuenta en las distintas aplicaciones que dependan de la carga y temperatura, así como deben ser obtenidas todas las demás propiedades tales como el punto de cedencia, fatiga cíclica, punto de ruptura, dureza, tensión, módulo de elasticidad. En la figura 1.1 se muestra el esfuerzo de ruptura de las superaleaciones.

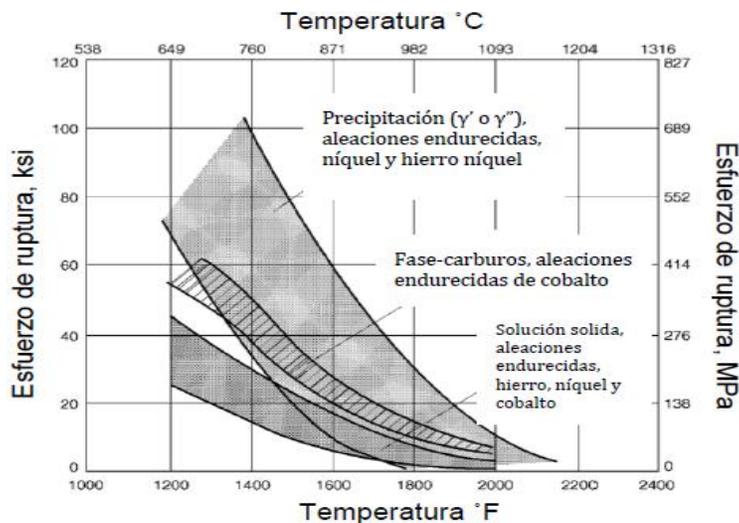


Figura 1.1. Esfuerzos de ruptura (stress-rupture strength) de las superaleaciones.

Fuente: Chester (1972).

Estas superaleaciones se emplean, al igual que los aceros inoxidable 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). 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 como titanio y wolframio, incrementan la dureza. Después la mezcla líquida se enfría, apareciendo una masa de fase gamma de níquel-aluminio.

El resultado de la disminución de la energía en el límite de grano está asociado con el mejoramiento de la resistencia a la termofluencia y a la ductilidad cuando el mecanismo de falla involucra poca cohesión en el grano. Además de la resistencia a la termofluencia y a la corrosión es importante considerar dos propiedades adicionales para la selección de una aleación, estas son estabilidad y resistencia a la fatiga térmica. La resistencia a la fatiga térmica es parcialmente controlada por la composición, pero es solo afectada significativamente por el área del límite de grano y la relativa alineación para aplicar esfuerzos (Aperador *et al.*, 2012).

El desarrollo metalúrgico de las superaleaciones está ligado fuertemente a la evolución que los motores de turbina de avión tuvieron antes y durante la segunda guerra mundial, aunque su uso también estaba ligado a la industria de generación de energía y a otras aplicaciones que requerían altas temperaturas (Blaine *et al.*, 2010). La tabla 1.1 muestra la evolución de las superaleaciones en conjunto con algunas aplicaciones a elevadas temperaturas.

Tabla 1.1. Evolución e historia de las superaleaciones

Año	Descripción
1800	Primera turbina de vapor bajo el ciclo termodinámico Brayton (John Barber, 1791)
1904	Turbina de gas usada para generación de energía eléctrica en Europa
1905	Interés de Estados Unidos por las turbinas de gas
1910 – 1915	Descubrimiento y desarrollo de los aceros inoxidables austeníticos. El campo de la austenita toma relevancia. Los avances en el entendimiento de la teoría aerodinámica ayudaron a desarrollar nuevas tecnologías aplicadas a las turbinas de avión.
1929	Bedford, Pilling y Merica agregan pequeñas cantidades de Ti y Al (80/20 aleación de Ni – Cr. Endurecimiento fluencia.
1930	A pesar de la inhabilidad para observar las estructuras en las aleaciones, en Inglaterra, Estados Unidos y Alemania se crearon aleaciones base níquel y hierro y aleaciones base cobalto endurecidas por carburos.
1937	Vuelo con el motor de turbina de Hans von Ohain, Alemania.
1939	Vuelo con el motor de turbina de Whittle, Inglaterra.
1940	Bradley y Taylor descubren la fase γ' .
1940	La segunda guerra mundial provoca cambios y desarrollos para las turbinas de gas. Se propician mejoras y desarrollos de nuevas composiciones de superaleaciones, así como, de procesos industriales para su producción y aplicación.
1950 – hoy en día	Creación, desarrollo, mejoras y nuevas aplicaciones de las superaleaciones. Aumento en investigación de sus propiedades y características.

De acuerdo con el criterio de Zadorozne *et al.* (2011), la metalurgia física de las superaleaciones quizás sea las más compleja de las aleaciones en general debido a la cantidad de elementos aleantes presentes en las mismas, cada uno de estos elementos aleantes juega un papel importante

y se debe controlar la cantidad a medida de no alterar las propiedades y características necesarias para la aplicación en cada una de ellas.

1.2.1. Resistencia de las superaleaciones base níquel

La resistencia en las superaleaciones, es un término relativo, definido por el tipo de resistencia que se requiera. Muchas piezas requieren resistencia a la tensión a alta temperatura o resistencia a la ruptura a alta temperatura (propiedades a corto plazo), mientras que otras requieren resistencia a la termofluencia (propiedades a largo plazo). Siendo más específicos, para algunas aplicaciones que sólo requieren resistencia a la tensión, con un endurecimiento por solución sólida se pueden alcanzar las propiedades requeridas, en cambio, en aplicaciones más exigentes como las secciones que se encuentran a altas temperaturas en las turbinas de los aviones, se requiere fortalecer la aleación por precipitación (Salah y Engin, 2010).

El proceso industrial para el endurecimiento de superaleaciones se da por tres métodos distintos: por solución sólida (átomos sustitucionales que interfieren con la deformación), por endurecimiento de procesado (energía almacenada por deformación traducida en dislocaciones) y por endurecimiento por precipitación (precipitados que interfieren con la deformación). Además, la producción de carburos en una distribución favorable de fases secundarias que interfieren con la deformación, aumenta la dureza del material, especialmente en superaleaciones base cobalto, así mismo el tamaño de grano también afecta las propiedades mecánicas, por ejemplo, la dureza se incrementa al disminuir el tamaño de grano.

La mayoría de las aleaciones base níquel contienen entre un 10 - 20 % Cr, hasta 8 % de Al y Ti, Co 5 - 10 % y pequeñas cantidades de B, Zr, y C. Otras adiciones comunes son Mo, W, Ta, Hf y Nb. El Al y el Ti, endurecen la matriz austenítica a través de la precipitación de $Ni_3(Al, Ti)$ y un ordenamiento de componentes FCC conocidos como gamma prima. Cuando se presenta un exceso de titanio, Ni_3Ti , se forman componentes precipitados conocidos como fase eta (η), como la fase γ' es más coherente con la matriz tiene un efecto de brindarle mayor resistencia a la aleación que la fase η .

En adición a la resistencia otorgada por los precipitados de γ' , el endurecimiento por solución sólida es conferido por la adición de elementos refractarios y el endurecimiento en el límite de grano es debido a la adición de elementos tales como el boro, zirconio, carbono y el hafnio. El hafnio realza la ductilidad en el límite de grano.

En la figura 1.3 se muestran los elementos que comúnmente se utilizan en las superaleaciones base níquel y los efectos que pueden producir en esta familia de aleaciones:

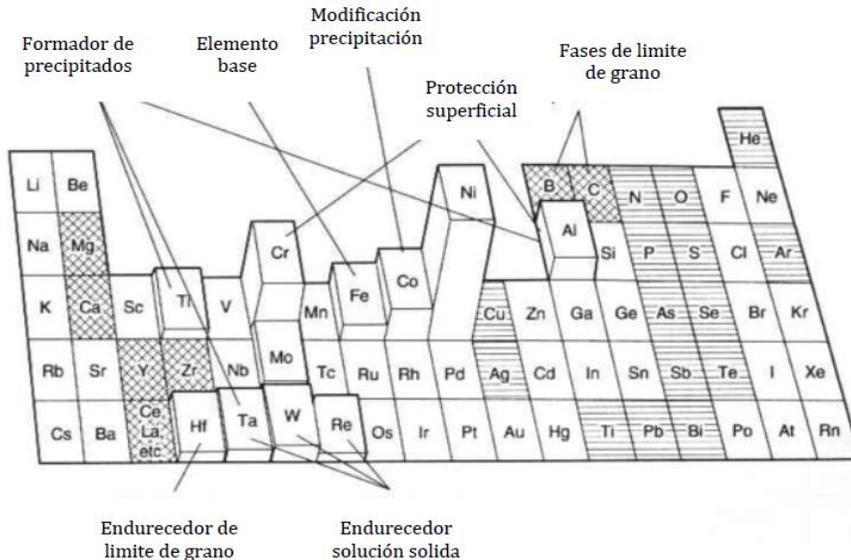


Figura 1.3. Elementos de aleación utilizados en superaleaciones base níquel. Elementos benéficos menores están marcados con líneas cruzadas, mientras que los elementos perjudiciales menores están marcados con líneas horizontales. Fuente: Salah y Engin (2010).

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 δ y η son útiles (junto con γ') 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 (Mitchell *et al.*, 2006).

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.

Xu Xiaolei *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 termoresistencia de las aleaciones y durante la sustitución del molibdeno por wolframio esta disminuye.

Al final de los años 20 se presentó un importante período de desarrollo de procesos mecánicos y térmicos utilizados en el tratamiento, desarrollo y creación de superaleaciones. Durante este período se mejoró el entendimiento de la relación composición química – propiedades – proceso termomecánico para estos materiales. La figura 1.4 muestra las fases físicas detectadas a partir de los años 40 relacionadas con la resistencia de las superaleaciones, así como con su deterioro (Reed, 2006).

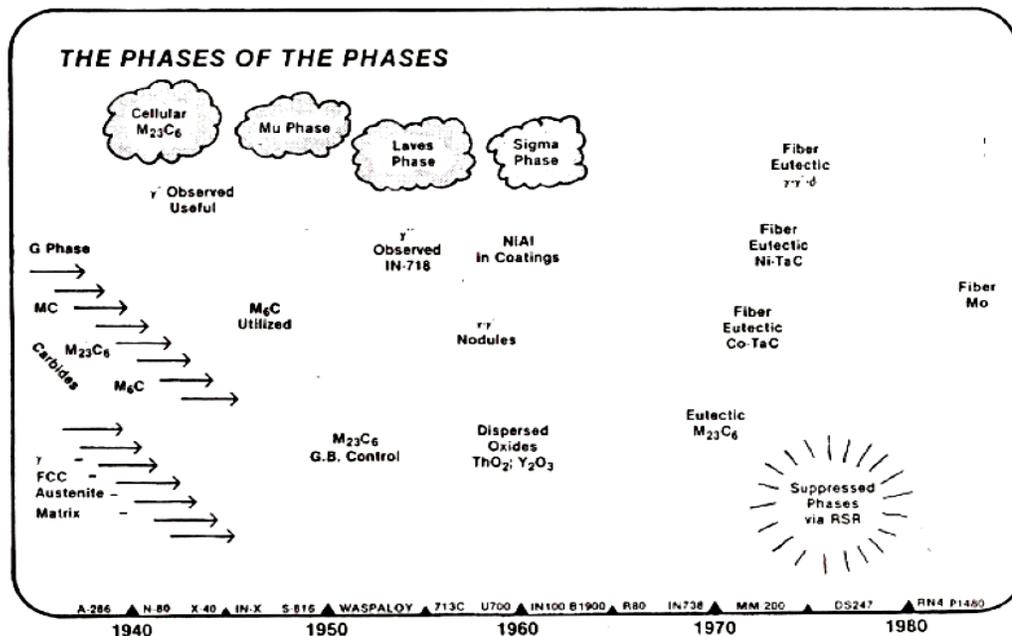


Figura 1.4. Fases útiles y dañinas en superaleaciones, hasta los años 80. Fuente: Reed, (2006).

Cuando estas superaleaciones son muy duras, también son bastante frágiles. Esto significa que al obtener estos materiales se separan las fases, ya que las fuerzas de cohesión no son muy altas. Un 0,02 % de B en las superaleaciones base níquel mejora la mecanización y se pasa de frágil a dúctil. La resistencia máxima se consigue a 850 °C y la resistencia mecánica es útil hasta los 1 000 °C.

1.2.2. Características de la superaleación hastelloy C-276

El nombre registrado Hastelloy se deriva del nombre de la empresa Haynes Stellite Alloys que en 1920 desarrolló la aleación de Níquel, Hastelloy 8, la cual 50 años después fue utilizada en los vehículos Viking I y II que llegaron a Marte. Luego se creó el Hastelloy C de gran utilización en la industria de procesos químicos, industria petroquímica, farmacéutica y de energía. La familia más

versátil dentro de las aleaciones de base níquel es la familia Ni-Cr-Mo o aleaciones tipo C, las cuales proporcionan excelente resistencia a la corrosión tanto en ácidos reductores como oxidantes (Rebak, 2003 y Rodríguez, 2004).

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 decarburación argón-oxígeno, que se utiliza para reducir la cantidad de carbono y otras impurezas, tales como el silicio (Si) en la masa fundida.

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; Durán-Martínez y Fernández-Columbié, 2018).

La superaleación hastelloy C-276 tiene una excelente resistencia a la corrosión de muchos medios. Esta resistencia, 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 algunos investigadores (Bruschi *et al.* 2004; Bedolla-Jacuinde, Arias y Hernández, 2003) el cromo, desde un 5 % en peso, aumenta la resistencia a la oxidación del hierro en atmósfera seca; por eso, para un satisfactorio comportamiento en atmósferas oxidantes, a temperaturas de hasta 750 °C, los aceros utilizados suelen poseer un alto contenido en cromo y simultáneamente, contenidos crecientes de cromo, en solución sólida en el hierro, disminuyen la conductividad térmica de él y, por tanto, le confieren refractariedad.

La microestructura original de las aleaciones Ni-Cr-Mo es una solución sólida con estructura cristalina fcc, obtenida por tratamiento térmico de solubilizado en fábrica (*Solution Annealing* o MA: *Mill Annealing*). Las temperaturas de solubilizado se hallan en el rango de 1 050 - 1 200 °C. Cuando estas aleaciones se someten a tratamientos térmicos, ocurren diferentes transformaciones de fase,

de acuerdo al rango de temperaturas considerado. En el rango de 300 - 650 °C ocurre una transformación de ordenamiento de largo alcance (LRO: *Long Range Ordering*).

Esta reacción es homogénea, sin nucleación preferencial en borde de grano o de maclas. La composición química de la fase ordenada es similar a la composición de la matriz, por lo cual no se produce una disminución de las propiedades frente a la corrosión, pero si origina un aumento de la resistencia mecánica y una moderada pérdida de la ductilidad (Pike y Klarstrom, 2004).

1.3. Tratamientos térmicos de las superaleaciones

Los procesos de trabajado se pueden definir como un conjunto de actividades que utilizan las características de los materiales frente a su deformación plástica; los tres aspectos que definen el trabajado son el mecánico, definido por los esfuerzos aplicados, el metalúrgico, definido por los cambios microestructurales inherentes a la tensión y a la temperatura y el aspecto tecnológico, definido por los costos económicos, aspectos ambientales y de utilidad real del material Weaver y Semiatin (2007).

Según Weaver y Semiatin (2007) el efecto de la microestructura en las propiedades mecánicas, debido a la precipitación de γ' . Las propiedades a elevadas temperaturas de las superaleaciones base Ni, son dependientes de la naturaleza y distribución de la fase γ' , de la composición de la aleación y del tratamiento empleado para precipitar la fase γ' . El alto contenido en Cr garantiza la elevada resistencia a la corrosión y a la oxidación a altas temperaturas y asimismo su buen comportamiento frente a gases sulfurantes que pueden dar lugar al fenómeno de corrosión catastrófica o por sales fundidas.

Ha sido referido por Reed-Hill (1972) que las superaleaciones base-níquel de fundición y forja son endurecidas por un tratamiento de solución y envejecimiento para servicio a altas temperaturas. Los ciclos de tiempo y temperatura pueden variar considerablemente, dependiendo de las características metalúrgicas de la aleación y del tipo y magnitud del esfuerzo residual desarrollado por los procesos previos de fabricación. Las fundiciones son normalmente tratadas térmicamente, antes de entrar en servicio. Las propiedades mecánicas de aleaciones de forja son alteradas por trabajo en caliente, así como por deformación en frío (Reed-Hill, 1972).

Al efecto del tratamiento térmico, corresponde un cambio en las propiedades mecánicas. El envejecimiento usualmente aumenta significativamente las propiedades mecánicas a temperatura ambiente y produce un incremento en resistencia a fluencia y ruptura a elevada temperatura.

1.3.1. Efecto del tamaño de grano en las superaleaciones

El tamaño de grano final de las superaleaciones forjadas y tratadas térmicamente, tiene 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.

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 Pittler 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 prevalentes 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 y¹, en una fundición policristalina convencional Whittenberger 1977 y por un proceso de fundición direccional controlada (solidificación direccional).

1.4. Procesos de conformado por forja

Consideran Monsalve y Gutiérrez (2000); Polmear (2006), Chirino (2015), que es un proceso de conformado mecánico de compresión directa, como se muestra en la figura 1.5, mediante este proceso se puede dar formas útiles a los metales, el trabajo manual de forja se ha sustituido por el forjado mecánico, que es más rápido, más cómodo y más económico, este se realiza en martinets, prensas y máquinas forjadoras o estampadoras. La fuerza principal es de compresión.

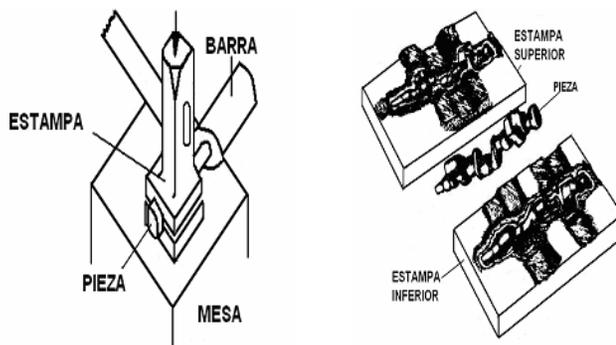


Figura 1.5. Proceso de conformado mediante forja.

En los procesos de conformado plástico de metales como son los de forja, un elemento simple es deformado plásticamente entre dos matrices hasta obtener la configuración final deseada. Este tipo de conformado es clasificado usualmente en dos categorías: por un lado, aquellas operaciones que deforman piezas masivas y por otro las que se denominan como conformado de chapa para formas de espesor reducido. En ambos tipos de procesos, las superficies del metal y las herramientas están

en contacto, teniendo el rozamiento existente entre ellos una influencia capital en la fluencia del material (Semiatin, 1988).

El método, ya iniciado en su estudio por trabajos clásicos (Johnson, 1970), se extiende a configuraciones geométricas no limitadas por superficies de las matrices paralelas entre sí, sino que es aplicable a superficies de la estampa que representen un perfil de mayor complejidad.

Otros métodos que contemplan de una forma más precisa el fenómeno de la deformación plástica son el del campo de líneas de deslizamiento, abordable, con una complejidad moderada, sólo para casos de deformación plana. En los años cincuenta y sesenta se han desarrollado diferentes campos de líneas de deslizamiento para casos de compresión sin rozamiento (Green, 1951, de extrusión Green, 1954), de compresión con rozamiento por deslizamiento (Alexander, 1955), así como de procesos de conformado por deformación, recogidos por Johnson (Johnson, 1970).

Según Ruiz-Navas *et al.* (2006), en los procesos de conformado por deformación plástica, tanto la deformación interna del material como el rozamiento entre pieza y herramienta contribuyen a una generación de calor que se traduce en un aumento de la temperatura del proceso. Plantea Birkholz (2006) que cuando en las aleaciones se les aplica fuerza externa, como es el proceso de deformación, provoca alta densidad de dislocaciones, lo cual favorece el aumento del límite elástico, además las dislocaciones lograrán endurecerlo y aumentar su resistencia a la deformación plástica.

Ha sido reportado por Pitler (1965) que 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.

Por otro lado, es del criterio Pitler (1965) que, 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. 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.

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 (Sullivan y Donachie, 1967). Las propiedades mecánicas de aleaciones de forja son alteradas por trabajo en caliente, así como por deformación en frío (Robert, 1972).

1.5. Determinación de la integridad de piezas por ultrasonido

Las investigaciones realizadas sobre la utilización del sonido para la detección de heterogeneidades, se basaron en la medición de la caída de la intensidad acústica del haz ultrasónico cuando éste atraviesa zonas del material con presencia de discontinuidades.

Los métodos de ultrasonido utilizan haces de ondas de sonido (vibraciones) de longitud de onda corta y alta frecuencia que se transmiten desde una sonda y son detectados por la misma sonda u otras. La pantalla de un osciloscopio con una base de tiempo muestra el tiempo que tarda en viajar un impulso ultrasónico a un reflector (una falla, la superficie trasera u otra superficie libre). La altura del impulso reflejado se relaciona con el tamaño de la falla, tal como se ve desde la sonda del transmisor

Los ultrasonidos (UT) como se muestra en la figura 1.6 fueron introducidos como una técnica NDT para la inspección de soldaduras en la década de los 60 (Ditchburn *et al.*, 1996). Desde entonces, la técnica ha experimentado un amplio desarrollo y ganado cada vez mayor aceptación. De hecho, en comparación con el resto de métodos NDT, se trata de la técnica de ensayo no destructivo con mayor y más rápido crecimiento en los últimos tiempos (López, 2008; Wu y Ume, 2012). Consecuentemente, los UT son en la actualidad el medio más eficaz para detectar discontinuidades físicas a lo largo del espesor de los metales (Lu, 1992).

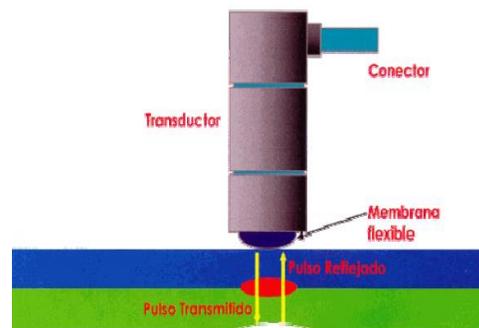


Figura 1.6. (a) Equipo de ultrasonido; (b) esquema general del proceso.

El problema con este enfoque, para testear la calidad de un objeto, se necesita una imperfección relativamente grande para causar un cambio significativo en el sonido capaz de ser detectado por el oído humano. Esto es debido a que el factor determinante es la longitud de onda del sonido que se encuentra con la imperfección en relación con el tamaño de dicha discontinuidad. La longitud de onda, a su vez, depende de la velocidad del sonido en el objeto y de la frecuencia, o tono, de la onda de sonido. Dentro de la gama humana de frecuencias sonoras audibles (Wu y Ume, 2012).

El palpador o transductor como se muestra en la figura 1.7, es una parte muy importante del instrumento de ultrasonido, es el que contiene el elemento piezoeléctrico que convierte la señal eléctrica en vibraciones mecánicas (emisión) y las vibraciones mecánicas en energía eléctrica (recepción). Algunos factores, como la construcción mecánica y eléctrica, afectan el comportamiento del palpador (Wu y Ume, 2012).

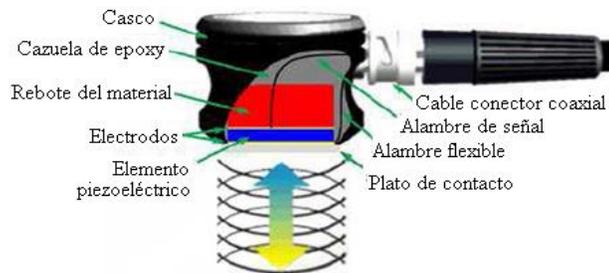


Figura 1.7. Palpador ultrasónico. Fuente: Martín *et al.* (2007).

Existen seis parámetros muy importantes para seleccionar un palpador que tiene que ver con la frecuencia del mismo, entre ellos se encuentran la longitud de onda, sensibilidad, resolución, eficiencia, ancho de banda y campo de radiación. La frecuencia central define las capacidades del palpador, frecuencias bajas, del orden de 0,5 a 2,25 MHz proveen mayores energías y penetración en el material, mientras que, para cristales de altas frecuencias, del orden de 15 a 25 MHz se reduce la penetración, pero poseen gran sensibilidad para detectar pequeñas discontinuidades.

1.5.1. Teoría del ultrasonido

Dentro de la aplicación de los ensayos no destructivos al control de calidad de este proceso, se plantea la inspección por ultrasonidos, en la que las ondas son generadas a través de los transductores que se encargan de transformar la energía eléctrica en mecánica y viceversa. El impulso eléctrico procedente del generador, excita el cristal emitiendo este un tren de ondas ultrasónicas que, al encontrar un obstáculo en su recorrido, se refleja y llega al receptor el cual genera un impulso eléctrico que se muestra en pantalla. Si el obstáculo es menor que la sección de

haz emitido por el cristal, entonces la porción de haz no reflejada seguirá su camino hasta reflejarse en la superficie opuesta y volver al receptor (Kurz *et al.*, 2010).

En la representación en pantalla de la señal recibida, la distancia de los ecos con el origen de la base de tiempos es proporcional al camino recorrido por el haz y su altura es proporcional a la presión acústica reflejada en el obstáculo, de forma que parámetros como el número de ecos, posición, atenuación, darán idea de la calidad del elemento inspeccionado. El estudio y análisis de las diferentes señales (Ambroziak *et al.*, 2011), es la base que debe servir para encontrar unos valores de referencia para clasificar y parametrizar cada tipo de defecto.

Las ondas acústicas ultrasónicas, Kurz *et al.* (2010), son de igual naturaleza que las ondas sonoras y se diferencian de ellas, únicamente, en que las oscilaciones son tan rápidas que el oído humano no es capaz de percibir las (frecuencias mayores a 20 kHz).

Las partículas de los cuerpos que poseen una estructura cristalina (átomos y moléculas están ordenados siguiendo un patrón que se repite en las tres dimensiones espaciales), como es el caso de los sólidos, pueden ser desplazadas de su posición de equilibrio, describiendo oscilaciones con trayectorias diversas en función del tipo de energía mecánica aplicada y originando diferentes formas de ondas.

Según el principio del control ultrasónico de materiales a través de ensayos no destructivos, se basa en la capacidad de los sólidos de conducir ondas sonoras. Estas se reflejan en las interfaces debido a cambios de impedancia acústica y, por lo tanto, de velocidad de propagación del sonido. Se emplean ondas longitudinales y transversales de frecuencias entre 20 kHz y 100 MHz aproximadamente, aunque se utilizan más comúnmente frecuencias entre 500 kHz y 20 MHz.

1.6. 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 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.

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).

Según algunos investigadores (Bruschi *et al.* 2004; Bedolla-Jacuinde, Arias y Hernández 2003) el cromo, desde un 5 % en peso, aumenta la resistencia a la oxidación del hierro en atmósfera seca; por eso, para un satisfactorio comportamiento en atmósferas oxidantes, a temperaturas de hasta 750 °C, los aceros utilizados suelen poseer un alto contenido en cromo y simultáneamente, contenidos crecientes de cromo, en solución sólida en el hierro, disminuyen la conductividad térmica de él y, por tanto, le confieren refractariedad.

Por su parte, Dogan, Hauk y Laird (1997) y Callister (1999) plantean que la presencia del cromo en los aceros, además de formar una película superficial de su óxido, modifica la posición del hierro en la serie electroquímica, así el hierro, que sin cromo es anódico, pasa a comportarse catódicamente en medios acuosos cuando el porcentaje de cromo es superior al 12 % en peso.

En la superficie de todos los aceros inoxidable y en presencia de un ambiente oxidante crece una capa rica en óxido de cromo llamada capa pasiva. Algunos investigadores (Moreno *et al.* 2005) considera 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.

Por su parte, Zhang, Kelly y Gates (2001) plantean que esa capa superficial es de espesor nanométrico (entre 10 nm y 50 nm); su composición todavía no está muy clara, pero se sabe que se basa en mezclas de óxido de hierro y cromo, que posee una excelente plasticidad, así como una gran capacidad de regeneración.

Sin embargo, Guitar *et al.* (2003) opina que los aceros inoxidables no pueden ser considerados como resistentes a la corrosión en todas las condiciones de trabajo: dependiendo del tipo (composición) de la aleación 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.

1.9. Conclusiones del capítulo

- ✚ 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.
- ✚ El método de ensayos no destructivos como el de ultrasonido se emplea para detectar e indicar discontinuidades como porosidad, falta de penetración, falta de fusión, inclusión de escoria, socavación, defectos que invalidan la continuidad metalúrgica del material.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Introducción

Los tratamientos térmicos se refieren a una amplia gama de operaciones llevadas a cabo a elevadas temperaturas, con las cuales se transforman las propiedades de los metales y de las aleaciones para poder trabajarlos eficientemente o para conferirles determinadas características mecánicas o tecnológicas. Desde el momento en el que un material entra en la fabricación, la mayoría de los objetos metálicos sufre por lo menos un tratamiento térmico en alguna fase de su producción, puede considerarse que este tratamiento es parte importante de la moderna tecnología industrial. Son operaciones de calentamiento y enfriamiento a temperaturas y en condiciones determinadas, a que se someten los aceros (y otros metales y aleaciones), para darles características más adecuadas para su empleo; estos no modifican la composición química, pero si otros factores como su constitución, estructura y estado mecánico.

El objetivo del capítulo es establecer el procedimiento metodológico del tratamiento térmico de la superaleación base níquel, así como los métodos, procedimientos y condiciones en la que se realizarán los experimentos.

2.2. Composición química de la superaleación base níquel

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.

Tabla 2.1. Composición química del hastelloy C-276

C-276	Ni	Cr	Mo	Fe	W	Mn	C	V	Co
Mín.	Resto	14,0	2	5	3	0,9	0,01	0,30	2,0
Máx.		16,0	2,5	5,25	3,5	1,0		0,35	2,5

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 diseñado para tener una excelente resistencia a la corrosión en un rango amplio de ambientes severos.

Un tratamiento térmico inadecuado del acero inoxidable puede producir una red de carburos en los aceros con más del 0,03 % de carbono o sin adición de titanio o de columbio. El metal que

contenga tal redícula es susceptible de corrosión intergranular que podrá ser causa de fracaso en condiciones muy corrosivas y reducir la duración útil en muchos servicios relativamente ligeros. Que el acero sea susceptible de corrosión intergranular no significa que será atacado por ella.

2.3. Selección de las muestras

El material empleado para aplicarle el tratamiento térmico pertenece a una cuña de la válvula empleadas en la línea de pulpa lixiviada, como se puede observar en la figura 2.1 tienen forma cilíndrica, se obtienen por el proceso de forjado y luego son maquinadas, del cuerpo de esta cuña se seleccionaron tres muestras, teniendo en cuenta que las dimensiones son un diámetro de 203 mm y el espesor de 32 mm.

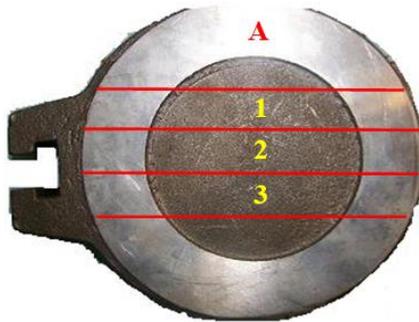


Figura 2.1. Área para selección de las muestras en la cuña.

Para seccionar la cuña se utilizó una fresadora vertical, 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. Las muestras 1,2 y 3 se sometieron a tratamiento térmico, la seleccionada con la letra A se consideró muestra patrón, a la cual se le realizó análisis microestructural y dureza.

2.3.1. Preparación de las muestras metalográficas

Se utilizó las técnicas metalográficas para identificar las fases presentes en las microestructuras de los materiales. Estas fases que constituyen el agregado metálico son, generalmente, de tamaño microscópico y para su observación y estudio, es preciso preparar debidamente la probeta.

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 una serie de pasos consecutivos los cuales fueron, según la norma NC 10 - 56:86 y ASTM E3 - 95.

1. Selección de la muestra.
2. Toma o corte de la muestra.
3. Montaje y preparación de la probeta.
4. Ataque químico de la probeta.
5. Análisis microscópico.
6. Obtención de micrografías.
7. Equipo para el tratamiento térmico.

Se realizó la operación de corte, teniendo en cuenta que las muestras utilizadas eran excesivamente grandes, las cuales fue necesario reducirlas a un tamaño con dimensiones de 15 x 15 x 32 (Norma ASTM E 92). Para ello se empleó el mismo procedimiento de corte, una fresadora vertical, sujetando la muestra con las mordazas y empleando abundante refrigerante para evitar el calentamiento excesivo de la pieza y no provocara transformaciones de fase por efecto de la acritud. Las superaleaciones base níquel requieren 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.

2.3.2. Desbaste y pulido

En el pulido se emplearon papeles abrasivos del tipo No. 320, 400 y 800, a las cuales les corresponden el mismo número en granos de partículas abrasivas por mm^2 según (ISO 9001). La superficie a pulir, primero se desbastó, deslizándola sucesivamente por papeles con abrasivos de granos cada vez más fino. Se comenzó con lijas de grano 320, pasando sucesivamente por las de 400 y 800. Los papeles de lija se apoyaron sobre una superficie plana (en este caso se utilizó una desbastadora de cinta) y las probetas se apoyaron sobre ellos por la cara a desbastar, frotándola en una dirección hasta que se observó en su superficie marcas de desbaste correspondientes al papel que se había utilizado.

2.3.3. Paños para pulido

La textura superficial de los paños de pulir varía desde la que no tienen pelo, como la seda natural y el tejido empleado para cubrir las alas de aeroplanos, hasta aquellos con pelo relativamente largo, como el terciopelo y la pana, que son de aplicación muy general.

Una vez pulidas las probetas se lavan con agua destilada, se secan con papel de filtro y finalmente se vuelven a lavar con tetracloruro de carbono para evitar cualquier vestigio de grasa y pastas de pulir. El tipo de abrasivo y el paño se seleccionó en dependencia del material, el utilizado como abrasivo fue la pasta GOI para el pulido grueso y en el caso del segundo pulido, como paño, se utilizó el fieltro. Los paños, siempre se mantuvieron húmedos y con suficiente abrasivo, se sujetaron a unos discos giratorios, para realizar el pulido se empleó una pulidora marca MONTASUPAL.

2.3.4. Pulidora metalográfica Montasupal

Ubicada en el laboratorio de Ciencia de los Materiales del ISMM. Tiene como características que es una debastadora de cinta rotativa sobre papeles abrasivos de diferentes grados, colocados sobre discos giratorios, se utilizó para lograr una superficie lisa y pulida libre de impregnación de impurezas o ralladuras. Las características de la máquina son: tensión de 250 V, intensidad de 2,5 A; frecuencia de rotación de 300 - 1 000 r/min y una potencia del motor de 3,72 kW. La dirección de desbaste se giró 90° al pasar de un papel al siguiente, con previo lavado de la probeta con un chorro de agua, con el que se eliminó las posibles virutas y los restos de granos de la última lija utilizada.

2.3.5. Ataque de las muestras para su examen microscópico

Antes del ataque químico se procedió al desengrasado y limpieza de las muestras. Para revelar la estructura de las muestras, con alto contenido en cromo y níquel se realizó por electrólisis. El electrolizador empleado se encuentra ubicado en el laboratorio de química del departamento de Metalurgia del ISMMM, tiene una capacidad de intensidad de corriente de hasta 10 A y una escala de tensión desde 0 hasta 12 V. En la figura 2.2 se muestra el equipo empleado y el modo de ataque de las muestras.



Figura 2.2. Modo de ataque de las muestras por electrólisis.

El tiempo de duración del ataque fue de siete minutos, la disolución empleada fue ácido sulfúrico en una proporción del 50 %, la tensión de corriente de la máquina fue de 9 V, con una intensidad de 3 A. Como material auxiliar se utilizó una placa de grafito. En el proceso del ataque, la disolución se calentó, donde sufrió cambio de coloración, primero de color amarillo y luego pasó a coloración verdosa, logrando la oxidación, tanto del hierro como del níquel. Se controló durante el proceso de corrosión, la emisión de gases tóxicos como el SO_2 y el SO_3 , lo cual se logró mediante el encapsulado por una campana de extracción de gases.

2.3.6. Comportamiento microestructural de las muestras

Para establecer las variaciones microestructurales en la superaleación hastelloy C-276 se procedió a determinar la microestructura de una muestra patrón de esta aleación, según estado de entrega y establecida por la ASTM y la SAE, como se muestra en la figura 2.3 y de esta manera compararla con las muestras obtenidas de la cuña.

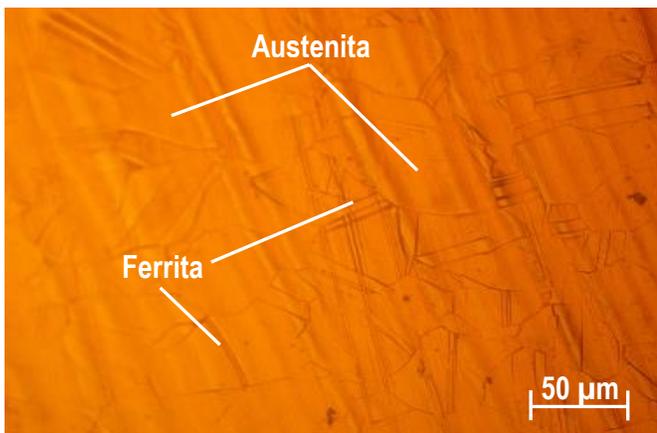


Figura 2.3. Estructura metalográfica de la superaleación hastelloy C-276.

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 A_{c1} . 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 empleado

Para la observación de las microestructuras se empleó un microscopio óptico binocular marca NOVEL modelo NIM – 100 (figura 2.4) ubicado en el laboratorio de Ciencia de los Materiales del ISMM de Moa, está dotado de una cámara instalada mediante el hardware IMI.VIDEOCAPTURE.exe que refleja la fotografía en el computador. Para colocar las probetas en el microscopio y evitar una

observación distorsionada de las imágenes, se montaron en un dispositivo con plastilina que permitió la nivelación adecuada de estas.



Figura 2.4. Microscópio óptico NOVEL modelo NIM - 100.

El análisis microestructural consistió en la observación de una muestra patrón de la superaleación, la magnificación empleada fue de 50 μm , esta selección se consideró para la identificación de las fases y la revelación de la estructura del grano a pesar de que los aceros inoxidables son de difícil grabado en comparación con otros materiales. Las muestras se examinan empleando normalmente iluminación normal (campo claro).

2.3.8. Ensayos de dureza aplicada a las muestras

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 (figura 2.5) que tiene acoplado un objetivo acromático, con compensación libre trinocular de tubo inclinado a 30°.



Figura 2.5. Microscopio utilizado para el ensayo de microdureza.

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

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

$$\text{Diámetro medio; } \bar{d} = \frac{(d_1 + d_2) + (d_3 + d_4)}{2} \quad (2.2)$$

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

Donde:

1,854 - constante,

P - peso; N

El número de dureza VHN , se determinó por el tamaño de las huellas, como se muestra en la figura 2.6. 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.

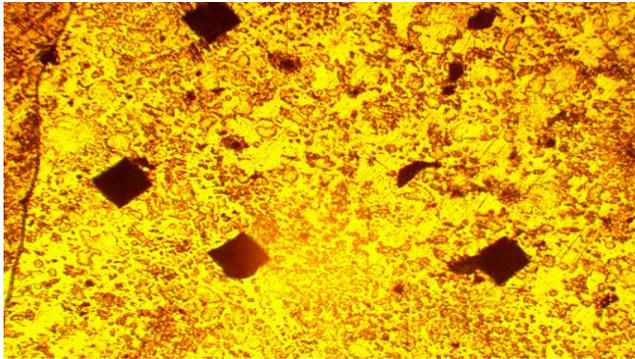


Figura 2.6. Medición de dureza en la muestra.

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 de la superaleación en diferentes lugares, las que se promediaron. En la tabla 2.2 se muestra los parámetros considerados para la determinación de la dureza.

Tabla 2.2. Parámetros considerados

No	Condición	Temperatura de TT (°C)	Etapas	Microestructura	Dureza (HV)
1	Establecida por norma	----	----	Austenita-Ferrita	217
2	Muestra de la cuña (A)	----	----	----	325
3	Tratamiento térmico (1)	1 050	1	----	X
4	Tratamiento térmico (2)	1 050	1	----	X
5	Tratamiento térmico (3)	1 050	1	----	X

Para establecer criterios de comparación, se considera la estructura establecida por la Norma ASTM - SAE para el hastelloy C-276, la estructura de la cuña luego del proceso de obtención, con lo cual se determina los posibles cambios que pudieran haber existido en ambas muestras y, por último, se consideran las tres muestras sometidas al tratamiento térmico.

2.3.9. Microscopio óptico para el análisis de imágenes

Para determinar los microconstituyentes en las muestras metalográficas, se empleó un microscopio óptico binocular reflexivo marca echoLAB, como se muestra en la figura 2.7. 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.

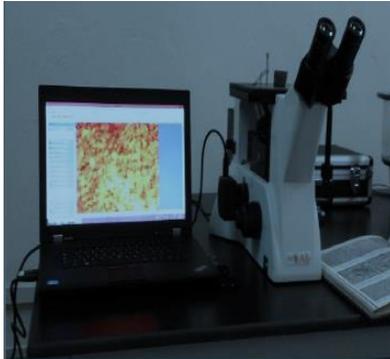


Figura 2.7. Microscopio óptico reflexivo.

Se realizó la reflexión de la luz de una probeta ya pulida con el objetivo de evaluar los microconstituyentes. Presenta 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 misma, aquí se evaluaron las fases, tamaño del grano, inclusiones, afectaciones en los granos, se elaboró un reporte técnico con estas características.

En este microscopio se determinó el comportamiento microestructural de las muestras de la superaleación, así como el conteo del por ciento de los microconstituyentes presentes. Funciona básicamente por medio de la combinación entre el sistema óptico y la iluminación. En la tabla 2.3 se muestra el procedimiento para el análisis de los microconstituyentes según la norma ASTM A 247.

Tabla 2.3. Procedimiento para el análisis de los microconstituyentes

Datos de la fase		
Microconstituyentes	Área	Área %
1	Área 1	Área 1
2	Área 2	Área 2
3	Área 3	Área 3

En este ensayo, cuando en la estructura, los granos presentan diferentes colores, indica la existencia de más de un microconstituyente. 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.

2.4. Horno empleado para el tratamiento térmico

El horno empleado para el tratamiento térmico de las muestras es un horno de mufla, en este horno se puede generar elevadas temperaturas y sirve para calentar materiales que son sometidos a distintos procesos de tratamiento térmico, el mismo se encuentra ubicado en el laboratorio de química del Instituto Superior Minero Metalúrgico. Es un horno eléctrico con aplicaciones de procesos de incineración, secado, disgregación, recocido, tratamientos térmicos con temperatura máxima de + 1 100 °C. Los hornos muflas calientan las probetas por acción directa o indirecta del flujo eléctrico, para el calentamiento se debe tomar en cuenta el tamaño, la forma y la temperatura de la probeta a ser tratada térmicamente. En la figura 2.8 se muestra dicho horno.



Figura 2.8. Horno de mufla.

Las características fundamentales del mismo es que tiene un recinto interior compuesto por placas de refractario ligero de alta calidad, de gran contenido en alúmina y exentas de amianto y óxido de hierro. Elementos calefactores distribuidos uniformemente con hilo especial de elevado punto de fusión y recocido por alta frecuencia asegurando una duración excepcionalmente larga. Excelente aislamiento térmico de fibrocéramica de baja densidad y conductividad térmica. Consumo reducido a máximo rendimiento.

2.5. Inspección mediante ultrasonido

Las muestras tratadas térmicamente fueron inspeccionadas ultrasónicamente con el empleo del haz direccionado o la técnica de ángulo de haz. Se realizó para determinar posibles defectos en todo el volumen de la pieza, a través del método de medida de velocidad ultrasónica, se empleó un equipo de ultrasonido marca KrautKramer, modelo USN 52L. Fue empleada la técnica de ángulo de haz, se escogió este método debido a que el transductor no tiene que ir en el lugar de superficie de la muestra, es colocado típicamente en la superficie lisa de la probeta.

Con la inspección de ángulo de haz, el ángulo es por lo general seleccionado para producir la esquila de ondas en la parte a inspeccionar en un grado y encontrar los defectos. En la figura 2.9 se muestra el equipo de ultrasonido empleado, el cual se encuentra ubicado en el laboratorio de ensayos metalográficos de la empresa “Comandante Gustavo Machín Hoed de Beche”.



Figura 2.9. Equipo de ultrasonido y esquema del palpador ultrasónico empleados.

Los tipos de defectos usualmente encontrados son: poros, escoria atrapada, penetración incompleta, fusión incompleta y fracturas, serios defectos, como las fracturas y fisión incompleta, usualmente se extienden longitudinalmente a lo largo de la soldadura y dan señal de limpieza especial cuando el haz de sonido golpea sus ángulos. Una porosidad esférica produciría una pequeña amplitud de eco, siempre y cuando el haz de sonido golpeé en el ángulo de la unión. Inclusiones de escoria pueden producir pasos de indicaciones, que son el ángulo máximo derecho a la orientación de la escoria. Una inclusión grande puede producir señales múltiples. En la tabla 2.4 se muestran las características del equipo de ultrasonido empleado.

Tabla 2.4. Características principales del equipo KrautKramer

Título	Parámetros	Título	Parámetros
Rango de medición (mm)	2,5 > 10 000	Modo de medición	Sencillo y doble
Error de linealidad vertical	≤ 3 %	Rechazar (%)	0 ~ 80
Sensibilidad de salida (dB)	57	Pulso desplazamiento	-20 + 3 400 m/s
Pulso de desplazamiento (dB)	32	Cero (m/s)	0,0 ~ 99,99
Poder de resolución	≥ 40	Tipo de puerto	BNC
Rango de frecuencia (MHz)	5	Temp de funcionamiento	- 20 ~ 50
Ganancia (dB)	0 ~ 110	L x H x A (mm)	240 x 180 x 50
Velocidad del material (m/s)	16 250 - 2 3 100	Peso (kg)	1,8

Para la determinación de la velocidad de onda longitudinal en la pieza, con un espesor de 10 milímetros, se empleó un cabezal angular de contacto directo a 45°, que utiliza una interfase en forma de cuña la cual genera un ángulo entre el haz emitido y la normal a la superficie analizada.

Esto introduce ondas refractadas de corte en el material al mismo tiempo que dichas ondas son reflejadas en las paredes de la pieza mejorando la detección de imperfecciones en la superficie y todo el volumen del material. También son utilizados para generar ondas de superficie para detectar defectos superficiales. La frecuencia empleada fue de 0,5 a 2,25 MHz ya que las frecuencias bajas proveen mayores energías y penetración en el material.

El procedimiento empleado en el ensayo de ultrasonido fue el de pulso-eco, designado también como procedimiento de pulsos reflejados ya que utiliza la porción reflejada del sonido para la evaluación de defectos. El oscilador piezoeléctrico funciona a la vez como emisor y como receptor. Como la energía recibida es mucho más débil que la emitida, aquí no puede operarse sobre la base del sonido continuo, empleándose exclusivamente impulsos de sonido.

2.6. Diseño de experimentos

De acuerdo con Vakili-Tahami y Ziaei-Asl (2013) consideran que el problema básico para la aplicación de un diseño de experimentos reside en decidir qué conjunto de pruebas permiten, con la menor cantidad de recursos, alcanzar el nivel de conocimiento deseado. En los procesos industriales es habitual que unos pocos factores sean responsables de la mayor parte de las variaciones de la respuesta, resultando el resto de factores responsables de variaciones de menor cuantía, indistinguibles del ruido experimental. Cuando esto ocurre los diseños factoriales fraccionales permiten estudiar de manera completa los efectos de las variables activas. En la tabla 2.4 se muestra la matriz de planificación de los experimentos.

Tabla 2.5. Matriz de planificación de los experimentos

No	Probeta sin TT (norma)			Probeta sin TT de la cuña				Probetas con TT a 1 050 °C			
	HV1	HV2	HV3	HV1	HV2	HV3	Prom	HV1	HV2	HV3	Prom
1	HV1 _{0,5}	HV2 _{0,5}	HV3 _{0,5}	HV1 _{0,5}	HV2 _{0,5}	HV3 _{0,5}	HVP _{0,5}	HV1 _{0,5}	HV2 _{0,5}	HV3 _{0,5}	HVP _{0,5}
2	HV1 ₁₅	HV2 ₁₅	HV3 ₁₅	HV1 ₁₅	HV2 ₁₅	HV3 ₁₅	HVP ₁₅	HV1 ₁₅	HV2 ₁₅	HV3 ₁₅	HVP ₁₅
3	HV1 ₃₀	HV2 ₃₀	HV3 ₃₀	HV1 ₃₀	HV2 ₃₀	HV3 ₃₀	HVP ₃₀	HV1 ₃₀	HV2 ₃₀	HV3 ₃₀	HVP ₃₀

Como se muestra en la tabla se realizó un barrido de dureza en las muestras, tanto para la probeta sin tratamiento térmico (según la norma), sin TT en la cuña y las que fueron sometidas a TT. El objetivo fue evaluar las variaciones de esta propiedad en toda la superficie (figura 2.10).

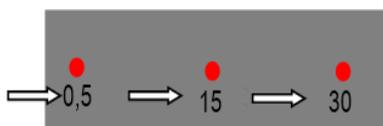


Figura 2.10. Barrido de dureza en la superficie del acero.

En las tres mediciones realizadas se inició a partir de un extremo, a una distancia de 0,5 mm, luego a 15 mm y por último a 30 mm, estos valores fueron promediados. El procedimiento fue el mismo para todas las muestras.

2.6.1. 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_i suelen ser controladas o elegidas de antemano por el investigador, a los factores también se les denomina variables explicativas, ellos en definitiva son los que explican el comportamiento de la variable dependiente (Box y Hunter, 1989). La regresión del diseño de experimentos se determina como:

$$Y_1 = b_0 + b_{1X_1} + b_{2X_2} + b_{12X_{12}} \quad (2.3)$$

Donde Y_1 es la dureza obtenida del ensayo en HV; X_1 es la muestra sin tratamiento térmico y X_2 las muestras con tratamiento térmico.

2.6.2. Cálculo de la varianza

Semiatin (1998), Vakili-Tahami y Ziaei-Asl (2013) 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 por la ecuación siguiente:

$$J_y^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n_o} J_{yi}^2}{N_o} \quad (2.4)$$

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 ($N - 1$).

Posteriormente se calcula la varianza por la ecuación siguiente:

$$J_{aj}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n_o} (y - y^{\text{mod } f})^2}{N_o - K_o - 1} \quad (2.5)$$

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

Por la ecuación 2.6 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:

$$F_{cal} = \frac{J_{aj}^2}{J_y^2} \quad (2.6)$$

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

Se consideró que la validación de las normas y procedimientos y el nivel de acreditación de los laboratorios y equipamiento que se utilizaron para desarrollar las mediciones, permiten una alta precisión con muy pocas posibilidades de que se introdujeran errores sistemáticos, lo cual implicaba el número mínimo de réplicas que garantizara la confiabilidad de los resultados.

2.7. Conclusiones del capítulo 2

- ✚ Se caracterizó los equipos y máquinas a emplear para determinar el comportamiento microestructural de la superaleación hastelloy C-276 luego de ser sometida a tratamiento térmico, considerando para ello ensayos no destructivos.
- ✚ La superaleación hastelloy C-276, en estado de suministro presenta una estructura de austenita y de ferrita en bordes de granos, sin embargo, el material empleado en la fabricación de la cuña se obtiene a través del proceso de forjado.
- ✚ Para determinar la dureza de las muestras se realizó un barrido a diferentes distancias, considerando muestras sin tratamiento térmico establecido por las normas, sin tratamiento térmico de la cuña y luego de tratada térmicamente.

3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

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 es realizar el análisis de los resultados relacionados con el comportamiento microestructural, la dureza de la superaleación base níquel hastelloy C-276 luego de ser sometida a tratamiento térmico.

3.2. Análisis de la composición química

El análisis químico se realizó empleando un Espectrómetro de Masa ESPECTROLAB 230 con electrodo de carbón bajo arco sumergido en atmósfera de argón en el Laboratorio del Taller de Fundición de la Empresa Mecánica del Níquel, "Comandante Gustavo Machín Hoed de Beche", Moa. En la tabla 3.1 se muestra la composición química resultante.

Tabla 3.1. Composición química del material de la cuña, % en masa

Ni	Mo	Cr	Fe	W	Mn
38	16,0	15,5	4,0	3,5	1,0
V	Si	Co	C	Nb	
0,35	0,08	2,5	0,02	0,15	

Según el análisis realizado y los resultados obtenidos, los elementos se encuentran en los rangos establecidos para establecer que los mismos están en correspondencia con lo de la superaleación base níquel del tipo hastelloy C-276.

La influencia de los elementos componentes en la aleación puede resumirse como sigue: el elemento Ni como base es un elemento austenitizante y proporciona resistencia al desgaste abrasivo y erosivo a la vez y conjuntamente con el Cr y el Mo aporta una gran resistencia a la

picadura. El carbono constituye la base preferente para la obtención de los precipitados de carburo de Cr (los carburos de mayor incidencia en la resistencia a desgaste son por este orden Cr, W, Mo y V (Hogmark *et al.*, 1978).

Tanto el Ni como el Mo favorecen las propiedades de antiagarramiento. Finalmente, el Nb favorece la formación de carburos y un estabilizador de la matriz austenítica, lo cual incrementa la resistencia al desgaste del material (Sagaró *et al.*, 2007).

El contenido de carbono en una superaleación base níquel varía de 0,02 a 0,2 % para aleaciones forjadas y hasta cerca de 0,6 para aleaciones de fundición, reportado por Aperador *et al.* (2012). Por lo que se puede considerar que el proceso de obtención de las cuñas de las válvulas top flow empleadas en la línea de pulpa lixiviada caliente, es forjada.

3.3. Análisis microestructural antes del tratamiento térmico

Se realizó el análisis microestructural de la superaleación hastelloy C-276, se consideró para ello el material sin estar expuesto a condiciones de trabajo y otro retirado de servicio. En la figura 3.1 se muestra el comportamiento obtenido de las microestructuras.

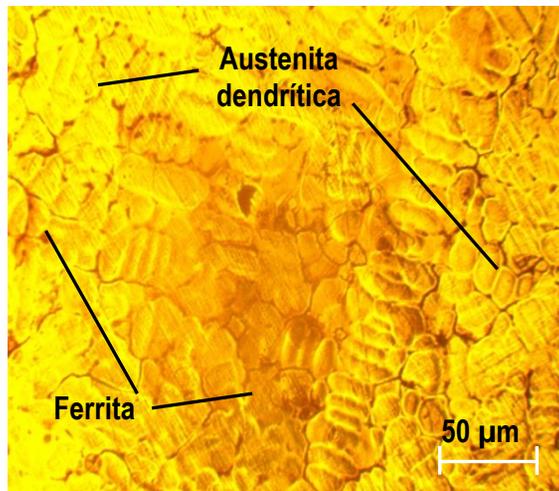


Figura 3.1a. Hastelloy C-276 sin afectación.

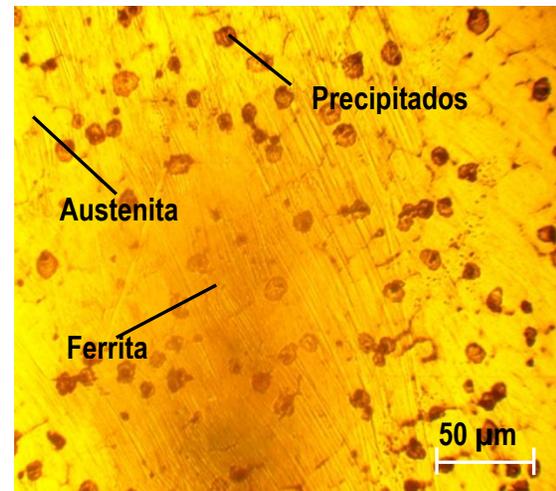


Figura 3.1b. Hastelloy C-276 con afectación.

En la figura 3.1a 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, obtenidas durante el proceso de forja, ya que la estructura dendrita se forma al existir gradientes de temperaturas y la misma se forman en dirección a este gradiente.

Luego de retirada de servicio (figura 3.1b) la estructura que se observa es una matriz de austenita con ferrita dispersa sobre esta matriz, las presencias de las dendritas se manifiestan de formas aisladas, también se han formado precipitados en diferentes zonas de la estructura. El cambio de

esta estructura puede ser atribuible a que, a niveles reducidos de tensión, el acero inoxidable sufre deformaciones más significativas, las características del fluido (% de elementos presentes en la concentración), la velocidad del mismo, pueden haber provocado que, por efecto de la fricción, hayan incidido en las variaciones de esta estructura.

En la realización de estas superaleaciones base-níquel de forja, el tamaño de grano final de las superaleaciones forjadas y tratadas térmicamente, tienen influencia 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 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.

3.4. Análisis del tratamiento térmico de la aleación hastelloy C-276

Los tratamientos térmicos determinan las propiedades básicas y se utilizan para propósitos específicos de servicio. Aparte de los tratamientos térmicos las variaciones en las propiedades mecánicas son causadas por cambios en limpieza y composición química, comportamiento de precipitación y recristalización, tamaño de grano, orientación del grano y cantidad de deformación. En la figura 3.2 se muestra el ciclo térmico aplicado a las muestras.

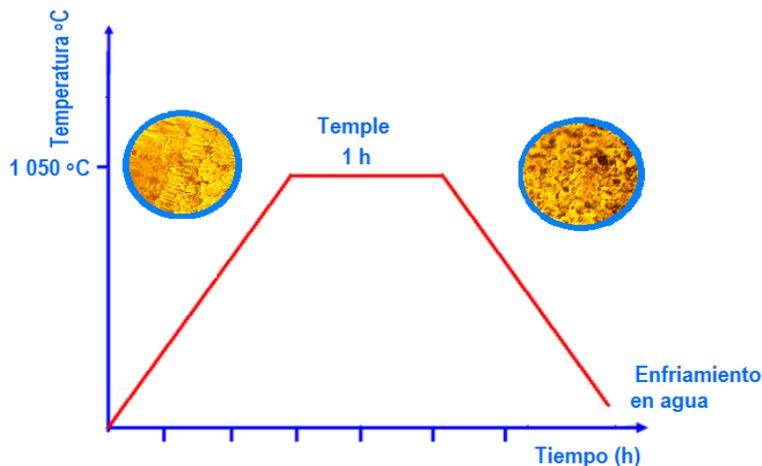


Figura 3.2. Ciclo de tratamiento térmico de la aleación hastelloy C-276.

El tratamiento térmico del hastelloy C-276 implicó un enfriamiento rápido a la región de dos fases (temperatura ambiente). La rapidez de este enfriamiento impide la formación de precipitados de equilibrio, creando así una solución sobresaturada. Al efecto del tratamiento térmico, corresponde un cambio en las propiedades mecánicas. El envejecimiento usualmente aumenta significativamente las

propiedades mecánicas a temperatura ambiente y produce un incremento en la resistencia a fluencia y ruptura a elevada temperatura, de acuerdo al criterio de Villalpando-Hernández (2014).

El propósito del templado de aleaciones resistentes al calor, es mantenerse a temperatura ambiente, la solución sólida supersaturada obtenida durante el tratamiento de solución. El templado produce una partícula fina de γ' y más altas propiedades a la tensión. El endurecimiento de la superaleación base níquel es principalmente obtenida por una precipitación coherente de la cantidad de esta fase en una matriz gama basada en níquel, según lo reportado por Zadorozne *et al.* (2011).

3.4.1. Comportamiento microestructural de las muestras tratadas térmicamente

Se determinó el comportamiento microestructural de las tres muestras sometidas a tratamiento térmico. La figura 3.3(a) es la muestra 1, la 3.3 (b) es la muestra 2 y la figura 3.3(c) es la muestra 3.

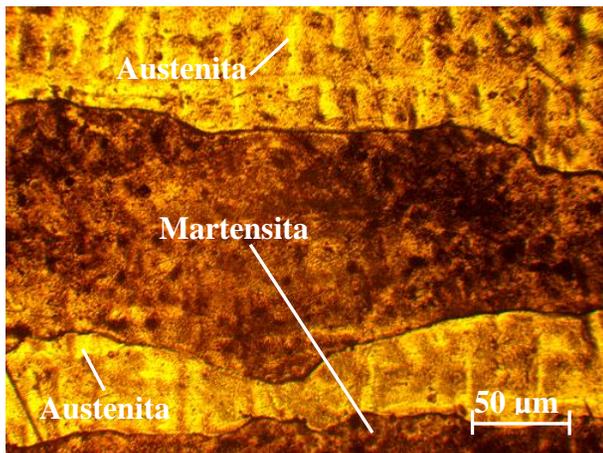


Figura 3.3(a). Muestra 1.

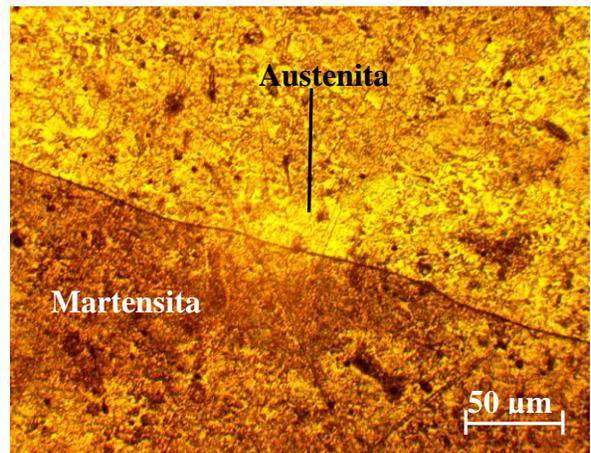


Figura 3.3 (b). Muestra 2.

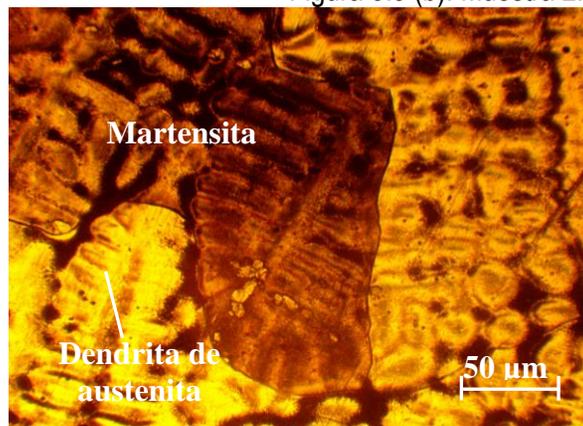


Figura 3.3(c). Muestra 3.

En las estructuras analizadas se puede observar que, luego del tratamiento térmico a una temperatura de 1 050 °C, con tiempo de permanencia de una hora, la estructura de austenita dendrítica lograda en el proceso de forjado, ahora está compuesta por los microconstituyentes de austenita y martensita, pero con la formación de granos más pequeños, dispersos sobre la matriz. La

presencia de la martensita es promovida por la presencia del elemento químico cromo. La aleación al enfriarse de su tratamiento térmico, ocurre la precipitación de la γ' secundaria en la región dendrítica, como se muestra en la figura 3.3(c).

La fuerza de la mayoría de los metales disminuye a medida que se aumenta la temperatura, debido a que, la asistencia de la activación térmica hace que sean más fáciles los desplazamientos y se puedan superar los obstáculos. Sin embargo, las superaleaciones base níquel contienen γ' , que básicamente es un compuesto intermetálico Ni_3 (Al, Ti), que los hace especialmente resistentes a la temperatura. El temple a rápida velocidad evita la formación de fases perjudiciales las cuales se forman entre 1 127 y 1 527 °C, según ha sido reportado por Salah y Engin (2010).

3.4.2. Determinación del porcentaje de microconstituyentes

El porcentaje de microconstituyentes determinado, permitió caracterizar la fase predominante en la superaleación hastelloy C-276 luego de ser tratada térmicamente. En las figuras 3.4(a), 3.4 (b) y 3.4(c) se muestran los resultados obtenidos de las tres muestras.

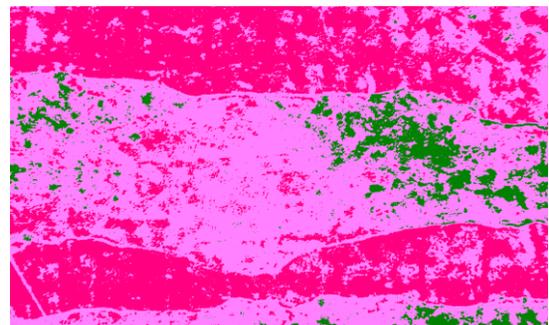
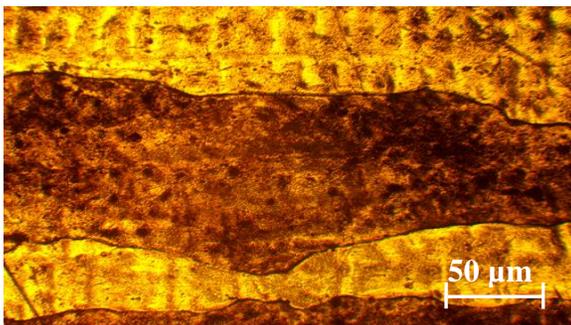


Figura 3.4(a). Muestra 1 con los microconstituyentes presentes.

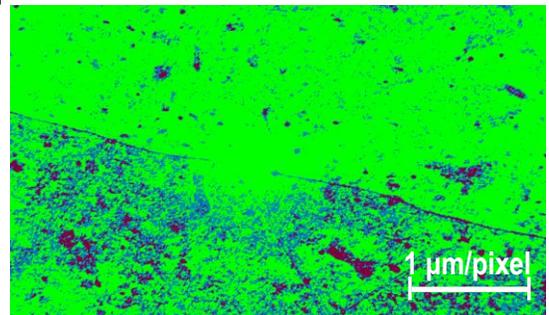
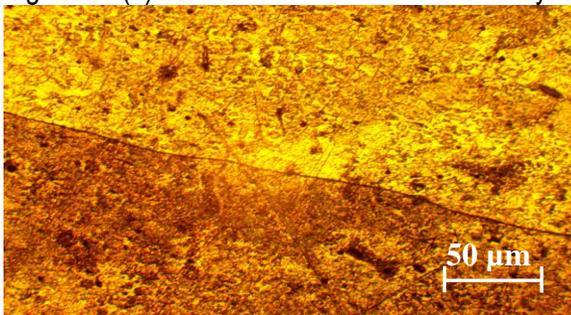


Figura 3.4 (b). Muestra 2 con los microconstituyentes presentes.

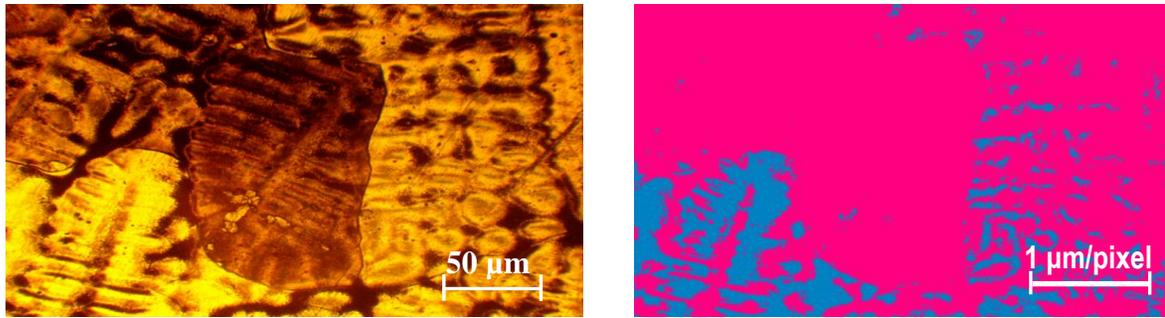


Figura 3.4(c). Muestra 3 con los microconstituyentes presentes.

La distribución de los microconstituyentes de cada una de las probetas tratadas térmicamente se muestra en las figuras 3.5(a), 3.5 (b) y 3.5(c).

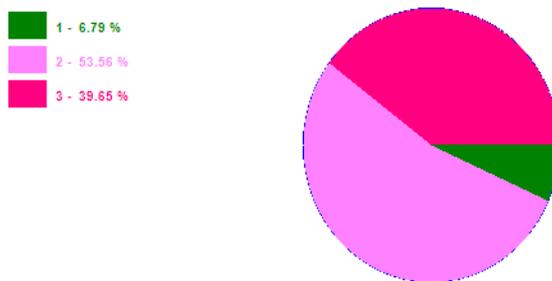


Figura 3.5(a). Muestra 1.

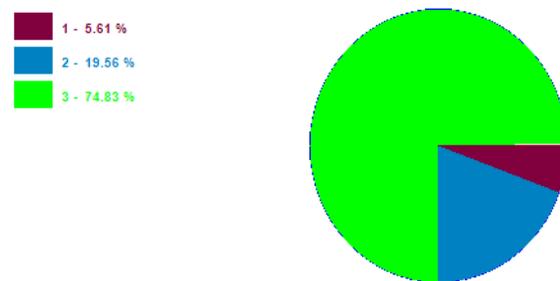


Figura 3.5 (b). Muestra 2.



Figura 3.5(c). Muestra 3.

Como se observa en la distribución de los microconstituyentes, hay una fase que, luego del tratamiento térmico es la que mayor incidencia tiene sobre la matriz, la cual es la que garantiza la resistencia de la superaleación hastelloy C-276.

En la tabla 3.2 se muestran los microconstituyentes con el área que ocupan en la microestructura.

Tabla 3.2. Datos de los microconstituyentes para las muestras

Datos de las fases muestra 1			Datos de las fases muestra 2		
Microconstituyentes	Área	Área %	Microconstituyentes	Área	Área %
Precipitados	57 161	6,79	Precipitados	47 222	5,61
Martensita	450 858	53,56	Martensita	164 600	19,56
Austenita	333 709	39,65	Austenita	629 906	74,83
Datos de las fases muestra 3					
Martensita	546 063	84,44			
Austenita	295 665	15,56			

Luego de caracterizados los microconstituyentes en cada una de las muestras tratadas, se observa que, de forma general, la fase predominante es la martensita, independientemente que en la muestra número 2 exista mayor presencia de la fase austenítica.

Al establecer el procedimiento se puede plantear que, al utilizar el microscopio, son granos los que se observan como microcomponentes del acero. Estos granos pueden ser de alguna de las fases, o mezcla de fases, que están presentes. Los granos, a su vez, están formados por agregados de cristales, los cuales van a determinar en gran medida las propiedades de la superaleación hastelloy C-276. Para la muestra 1 el tamaño del grano es de 4, la muestra 2 es de 3,5 y la 3 es de 2,5. El porcentaje de los microconstituyentes presentes en las microestructuras obtenidas, están en correspondencia con el análisis microestructural realizado en las muestras con tratamiento térmico.

El tamaño del grano en las tres muestras presenta una variación de 1,5 del número tres con relación a la uno, este comportamiento presumiblemente esté asociado a que, durante el tratamiento, la temperatura se traduce en un mayor almacenamiento de energía en las mismas, energía que se libera con el crecimiento de grano durante el envejecimiento (Blaine *et al.*, 2010).

3.5. Análisis del tratamiento térmico de la superaleación hastelloy C-276

Las propiedades y el comportamiento de las superaleaciones 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 tabla 3.3 se muestra el comportamiento de las durezas obtenidas según las microestructuras de cada una de las probetas.

Tabla 3.3. Parámetros considerados

No	Condición	Temperatura de TT (°C)	Etapas	Microestructura	Dureza (HV)
1	Establecida por norma	32	0	Austenita-Ferrita	217
2	Muestra de la cuña (A)	32	0	Austenita dendrita-Ferrita	325
3	Tratamiento térmico (1)	1 050	1	Martensita-austenita	380
4	Tratamiento térmico (2)	1 050	1	Austenita-martensita	350
5	Tratamiento térmico (3)	1 050	1	Martensita-austenita	370

En la dureza obtenida según las microestructuras de las muestras, se observa que existe una correspondencia entre la primera y la segunda, en la muestra número uno con estructura de martensita-austenita y un tamaño de grano 4, la dureza es de 380 HV, en la segunda hay que tener en cuenta la presencia de austenita, fase más tenaz, un tamaño de grano de 3,5 la dureza es de 350 HV y para la muestra 3 al existir mayor presencia de martensita, pero un tamaño de grano de 2,5

esta propiedad es de 370 HV. Independientemente que existe un refinamiento de grano en las muestras y que los mismos no son uniformes, el tratamiento térmico ha tenido influencia sobre la transformación de la estructura.

Para el estudio realizado se puede plantear que la temperatura de tratamiento térmico a 1 050 °C resulta en una transformación en el hastelloy C-276, ya que con la misma ocurre el fenómeno de crecimiento de grano, situación que se observa en las microestructuras obtenidas para cada muestra. La dureza alcanza un equilibrio en correspondencia con este comportamiento.

3.6. Procesamiento estadístico de los datos

A partir de los datos expuestos en el capítulo 2, epígrafe 2.5, para el diseño de experimentos, se determinó la variación de la dureza a diferentes distancias en cada una de las muestras. En la tabla 3.4 se muestran los resultados obtenidos.

Tabla 3.4. Comportamiento de la dureza respecto a la distancia.

No	Probeta sin TT (norma)			Probeta sin TT de la cuña				Probetas con TT a 1 050 °C			
	HV1	HV2	HV3	HV1	HV2	HV3	Prom	HV1	HV2	HV3	Prom
1	217 _{0,5}	217 _{0,5}	216 _{0,5}	325 _{0,5}	323 _{0,5}	325 _{0,5}	324 _{0,5}	378 _{0,5}	380 _{0,5}	381 _{0,5}	380 _{0,5}
2	216 ₁₅	217 ₁₅	217 ₁₅	322 ₁₅	327 ₁₅	325 ₁₅	324 ₁₅	351 ₁₅	350 ₁₅	350 ₁₅	350 ₁₅
3	216 ₃₀	216 ₃₀	217 ₃₀	324 ₃₀	324 ₃₀	323 ₃₀	324 ₃₀	370 ₃₀	368 ₃₀	370 ₃₀	370 ₃₀

Al establecer las variaciones de las durezas respecto a las diferentes distancias, se puede observar que en las diferentes condiciones en que se encuentre la aleación hastelloy C-276, esta propiedad varía, encontrándose los mayores valores luego del tratamiento térmico, independientemente que, de las tres muestras, se haya alcanzado en una un valor de hasta 30 HV con respecto a las otras dos. Elementos como el Mo, el Cr, el W y el manganeso favorecen notablemente el incremento de la dureza, cuando se somete esta superaleación tratamiento térmico.

3.6.1. Análisis de varianza

Se modeló estadísticamente a través del análisis de regresión, la influencia de la dureza con relación a la distancia. 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 3.5 se muestran los resultados del análisis de regresión.

Tabla 3.5. Análisis de regresión simple

Coeficientes			
	Mínimos Cuadrados	Estándar	Estadístico

Parámetro	Estimado	Error	T	Valor-P
Intercepto	371,662	19,0143	19,5465	0,0325
Pendiente	-0,329376	0,981783	-0,335487	0,7939

Análisis de Varianza

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Modelo	47,2105	1	47,2105	0,11	0,0000
Residuo	419,456	1	419,456		
Total (Corr.)	466,667	2			

R-cuadrado = 92,71 porcentaje

R-cuadrado (ajustado para g.l.) = 92,28 porcentaje

Error estándar de est. = 9,17469

Error absoluto medio = 5,36408

Estadístico de Durbin-Watson = 1,91561 (P = 0,1521)

Autocorrelación residual en Lag 1 = -0,241113

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

$$Dureza = 371,66 - 0,3293 \cdot Distancia$$

Dado que el p-valor en la tabla ANOVA es inferior a 0,01; existe relación estadística significativa entre las variables para un nivel de confianza del 95 %. El estadístico R-cuadrado indica que el modelo explica un 92,71 % de la variabilidad en Dureza. El estadístico R-cuadrado ajustado, que es más conveniente para comparar modelos con diferentes números de variables independientes, es de 92,28%. El error estándar de la estimación muestra la desviación típica de los residuos que es 9,17469. Este valor puede usarse para construir los límites de predicción de la incidencia de la dureza a diferentes distancias.

El error absoluto medio (MAE) de 5,36408 es el valor medio de los residuos. El estadístico Durbin-Watson (DW) examina los residuos para determinar si hay alguna correlación significativa basada en el orden en el que se han introducido los datos en el fichero. Dado que el p-valor es inferior a 0,05; hay indicio de autocorrelación serial en los residuos.

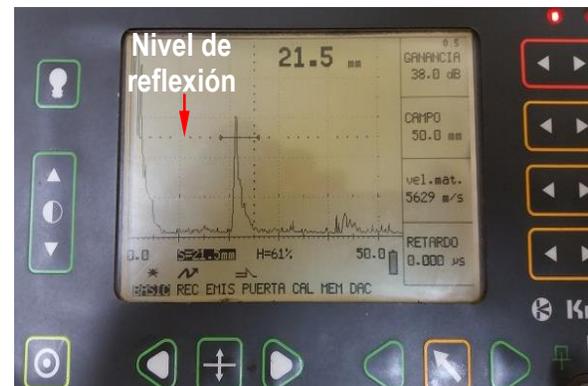
Al estimar el error del modelo experimental con el calculado existe diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las muestras para un nivel de confianza del 95,0 %. Los resultados expuestos demuestran que existe tendencia a mantenerse la dureza en diferentes distancias luego de aplicado el tratamiento térmico.

3.7. Análisis por el método de ultrasonido

La técnica de ultrasonido son en la actualidad el medio más eficaz para detectar discontinuidades físicas a lo largo del espesor de los metales (Lu, 1992) y, por lo tanto, para inspeccionar y validar la calidad de las estructuras. Para determinar posibles imperfecciones en las tres muestras tratadas térmicamente, el haz se dirigió de forma dinámica a través de diversos ángulos, distancias focales y tamaños de punto focal en una forma tal, que el palpador fuera capaz de examinar la superficie del material a través de una gama de diferentes perspectivas. En la figura 3.6 se muestran los resultados obtenidos del ensayo de ultrasonido en cada una de las muestras.



Muestra 1.



Muestra 2.



Muestra 3.

En el C-Scan se observa que, en cada una de las muestras a diferentes distancias, sobre el nivel de reflexión, se han obtenidos variaciones en cuanto a los picos. En la pantalla se observa que, en las muestras 1 y 3, la velocidad del sonido del material está en 6 435 m/s, para la primera y de 6 567 m/s en la tercera muestra, no siendo así en la muestra 2 donde la velocidad del sonido es de 5 629 m/s. Los resultados del ultrasonido tienen correspondencia con el análisis microestructural y la dureza. Donde para una velocidad del sonido del hastelloy C-276 de 5 900 m/s, este valor se incrementa en la 1 y la 3, no siendo así con la muestra 2, que es la que presentó menor dureza y una estructura de austenita.

3.8. Valoración económica

El estudio del proceso económico se realizó, siguiendo los lineamientos del costo, para esto se tuvo en cuenta todas las etapas del proceso, las actividades respectivas de cada una, así como los recursos empleados, como son: horas hombre, energía eléctrica, combustibles, que se utilizan durante el proceso, para luego calcular los costos por actividad y el total. En la tabla 3.6 se muestra la ficha de costo obtenida del proceso de tratamiento térmico.

Tabla 3.6. Ficha de costos del proceso de tratamiento térmico

Concepto de gastos	Total	Convertible
Materias prima y materiales	7.15	6.54
Materiales	0.00	0.00
Combustibles y lubricantes	0.06	0.06
Energía eléctrica	5.97	5.97
Útiles y herramientas	1.11	0.51
Sub total (gastos de elaboración)	58.19	12.64
Piezas método de gasto general	0.00	0.00
Otros gastos directos	21.41	3.79
Depreciación	5.23	0.00
Otros servicios productivos	15.07	2.95
Ropa y calzado (trabajadores directos)	1.11	0,85
Gastos de fuerza de trabajo	10.90	0.77
Salarios	9.99	0.00
Vacaciones 9,09 %	0.91	0.00
Estimulación en divisas	0.00	0.77
Gastos indirectos de producción	17.92	4.44
Depreciación	0.99	0.00
Materiales	0.91	0.78
Combustible y lubricantes	0.36	0.36
Energía eléctrica	0.60	0.60
Salarios	12.07	0.00
Otros gastos	2.99	2.69
Gastos generales y de administración	5.20	2.51
Materiales	0.21	0.13
Combustible y lubricantes	0.10	0.10
Depreciación	0.04	0.00
Energía eléctrica	0.04	0.04
Salarios	1.92	0.00
Otros gastos	2.89	2.24
Gastos bancarios	2.76	1.13
Gastos bancarios	2.76	1.13
Costos de producción	65.34	19.18

Impuestos y contribuciones	4.73	0.00
Contribución a la seguridad social	3.11	0.00
Gastos de seguridad social a corto plazo	0.37	0.00
Impuesto por la utilización de la fuerza de trabajo	1.24	0.00
Margen utilidad S/ base autorizada 20 %	11.64	0.00
Precio según lo establecido por el MFP	81.71	0.00
% sobre el gasto en divisas (hasta un 10 %)	0.00	1.92
Componente en pesos convertibles	0.00	21.10

En relación con las técnicas de inspección a utilizar, los métodos no convencionales de evaluación de defectos por ultrasonido son estudiados día a día, proponiéndose mejoras en su aplicación, así como la reducción de costos. Aunque la prevención de las roturas puede depender de la selección de los materiales, no deben perderse de vista los factores del tipo económico. En la selección de los materiales más adecuados, se consideró que, el material representara la mayor economía y que satisficiera los requisitos de las condiciones de servicio y las especificaciones de los códigos y reglamentos. En la tabla 3.7 se muestran los costos asociados a los ensayos no destructivos.

Tabla 3.9. Cálculo de los costos por ensayos no destructivos, en CUP

Descripción	Cantidad	Precio	Costo total
Equipo KrautKramer	1	50.00	50.00
Cámara fotográfica	1	10.00	10.00
Lentes	2	6.00	12.00
Iluminadores backlight	2	15.00	30.00
PC + monitor	1	25.00	25.00
Cableado	2	1.20	2.40
Fotocélula	1	3.50	3.50
Alcohol	1 l	0.10	0.10
Instalación y montaje		50.00	50.00
Sub total (1)			183.00
Limpiador	0,30 g	6,50	1.95
Penetrante	0,30 g	6,50	1.95
Revelador	0,75 g	9,00	6.75
Sub total (2)			10.65
Costo total (1+2)			193.65
Costo sobre el impuesto (12 %)			6.1
Costo total			199.75

Para un costo de 81,71 CUP empleado en el proceso de tratamiento térmico y con 199,75 CUP en los ensayos no destructivos, se incurre en un costo total de 281,46 CUP para establecer el comportamiento del tratamiento térmico de la superaleación hastelloy C-276.

3.9. Valoración del impacto medio ambiental

Actualmente, la correcta selección de los materiales es un factor clave en el éxito de los procesos industriales, por el gran impacto económico de seguridad ambiental que pueden ocasionar las fallas de los componentes metálicos en servicio. En este caso, la aleación hastelloy C-276 cumple con los requerimientos de resistencia al desgaste en medio abrasivo.

Entre los impactos permanentes causados por la industria en los años de explotación se encuentran los desechos sólidos y líquidos, que contaminan el entorno y en muchos casos contienen material o componentes tóxicos. Por otra parte, los tratamientos térmicos generan emisiones de gases y productos tóxicos, así como el consumo energético de derivados fósiles. Por todo ello, una medida para este impacto se considera que es el incremento de los estudios y aplicación de los procesos de tratamiento en este tipo de material.

En las tareas de decisión y solución de los problemas generados por la contaminación se requiere emplear técnicas participativas de la comunidad y de las entidades implicadas en su generación y de ello, aparece la recomendación de la preparación de profesionales y el desarrollo de acciones para aplicar el manejo integrado de las zonas costeras, las cuencas hidrográficas y las zonas protegidas, en las zonas susceptibles de ser impactadas por el desecho de este material.

Los principales problemas de la superaleación hastelloy C-276 al estar en operación es que se dividen en dos grandes grupos. El primero es la generación de daños superficiales tales como: corrosión, fatiga térmica, erosión, agrietamiento y fractura. El segundo lo conjunta los daños internos: cavidades de termofluencia, crecimiento de carburos y de compuestos intermetálicos, además de la precipitación de fases fragilizadoras. Lo anterior implica la necesidad de un conjunto de procesos con tolerancias en parámetros muy cerradas para su restauración confiable y de esta forma no pasen a formar parte de los desechos.

En el proceso de maquinado se produce gran cantidad de desechos sólidos, estos desechos en forma de virutas al ser depositados en un lugar específico alteran el equilibrio de ese pequeño ecosistema, ya que en su composición poseen elementos que pueden ser lixiviables, bajo la acción de las temperaturas altas y las lluvias, pasan a las aguas subterráneas contaminándolas. Además, en el taller se consume una gran cantidad de energía eléctrica, la cual se toma de la red nacional convirtiéndose en gasto de combustible y contaminación atmosférica debido al proceso de combustión para generar energía.

3.10. Conclusiones del capítulo 3

- ✚ Se determinó que la fabricación de la cuña, con la superaleación hastelloy C-276, se obtiene por el proceso de forjado para mejorar sus propiedades mecánicas y garantizar la resistencia al desgaste en correspondencia con la función que realiza.
- ✚ El tratamiento térmico aplicado a la superaleación hastelloy C-276 incrementó significativamente las propiedades mecánicas, así como la transformación de la estructura inicial de diseño.
- ✚ Se determinó el porcentaje de microconstituyentes por los cuales está constituida la superaleación hastelloy C-276 luego del tratamiento térmico, así como el comportamiento de la dureza en correspondencia con los diferentes estados de suministro de dicha aleación.

CONCLUSIONES GENERALES

- ✚ Al aplicar tratamiento térmico a la superaleación hastelloy C-276 a una temperatura de 1 050 °C, con tiempo de permanencia de una hora, la estructura de austenita dendrítica obtenida por el proceso de forjado, se transformó a fases de austenita y martensita, con granos más pequeños, dispersos sobre la matriz.
- ✚ Se determinó que en la superaleación hastelloy C-276, la dureza se incrementa desde 235 HV para la muestra forjada, hasta 380 HV luego del tratamiento térmico, lo cual está asociado a la formación de la estructura martensítica obtenida después del temple en agua.
- ✚ La aplicación del tratamiento térmico de temple a una temperatura de 1 050 °C, seguida de un enfriamiento en agua, generó la estructura martensítica hasta un 64,87 %, elevando la dureza en la superaleación hastelloy C-276, así como la no presencia de grietas determinado a través del ensayo de ultrasonido.
- ✚ Al estimar las incidencias económicas donde se tiene en cuenta el tratamiento térmico y el ensayo de ultrasonido, por concepto total en gastos de materiales, mano de obra directa e indirecta, energía eléctrica es de 281,46 CUP.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Agarwal, D. Nickel and nickel alloys. In: Uhlig's corrosion Handbook. R. Winston Revie (ed.). John Wiley & Sons, Inc., New York, p. 831-851, 2000.
2. Alexander, J. The effect of Coulomb friction in the plane strain compression of a plastic-rigid material, J. Mech. Phys. Solids., 3, 233, 1955.
3. Alcántara, D.; Fernández, T.; Rodríguez, I. Influencia de la pulpa lixiviada sobre el desgaste de una aleación del tipo Hastelloy C 276. Minería y Geología 32 (1): 93-105, 2016.
4. A. Ambroziak, R. G. Maev, M. Korzeniowski and P. Kustroń. Ultrasonic quality control methods for spot-welded joints. 2011
5. Aperador, W.; Vargas, A.; Betancur, J. Evaluation of passivation of the austenitic FeMnAl alloy. Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales. 32 (2): 236-243, 2012.
6. Beattie. H.; VerSnyder, F. The Influence of Molybdenum on the Phase Relationships of a High Temperature Alloy, Trans. ASM. 429 (1959) 883.
7. Bedolla-Jacuinde, A.; Arias, L.; Hernandez, B. Kinetics of secondary carbides precipitation in a high-chromium white iron. Journal of Materials Engineering and Performance. 12 (4) 371-382, 2003.
8. Bhadeshia, H. Nickel based superalloys. Cambridge University, (2003). Consultado el 10 enero, 2019 desde, <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/Superalloys/superalloys.html>
9. Birkholz, M. Thin film analysis by X – Ray scattering. Wiley VCH, 2006.
10. Blaine, G.; Hugo, L.; Xiao, H. Superalloys, alloying and performance, pp. 17-44: ASM International, USA. 2010.
11. Bruschi, S.; Poggio, S.; Quadrini, F. & Tata, M: Workability of Ti-6 Al-4 V alloy at high temperatures and strain rates. Materials Letters 58(12): 3 622-3 629, 2004.
12. Callister, W. Ciencia e Ingeniería de los Materiales I. Ed. Reverté, S.A., 1999.
13. 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.
14. 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: 1081-1087, 2007.
15. Chester T. Sims. The Superalloys. Ed. John Wiley & Sons, Inc. 1972.
16. Chirino-Rodríguez, A. Aleaciones de aluminio de las series AA 2218, AA 5050 y AA 6082 para la fabricación de casquillos de eslingas, 2015.

17. Ditchburn, R.; Burke, S.; Scala, C. NDT of welds: state of the art, NDT & E International. 29 (2): 111-117, 1996.
18. Dogan, Ö; 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.
19. 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.
20. 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.
21. Green, K. A theoretical investigation of the compression of a ductile material between smooth flat dies, phil. Mag., 42-900, 1951.
22. Green, K. On symmetrical extrusion in plane strain, J. Mech. Phys. Solids., 3 189, 1954.
23. 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 2003, pp. 722 – 725, Bariloche, Argentina, 2003.
24. Hernández, A.; Castellanos, L. Diseño de una aleación termoresistente. Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales S1 (2): 685-693, 2009.
25. 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.
26. Jena, A.; Chaturvedi, M. Review the role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys”, Journal of materials science 19 (1984), 3121-3139.
27. Johnson, W. Plane-Strain slip-line fields: Theory and bibliography, Edward Arnold, London, 1970.
28. Kato, H. Severe-mild wear transition by supply of oxide particles on sliding surface, Wear 255 (125): 426-429, 2003.
29. Kotecki, D.; Ogborn, J. Abrasion resistance of iron based hard facing alloys. Welding Journal 74 (8): 269-278, 1995.
30. Kurz, J.H.; D. Cioclov; G. Dobmann; C. Boller. 2010. Quantitative integration of NDT whit probabilistic fracture mechanic for the assessment of fracture risk in pipelines. AIP Conference proceedings 1211(1): 1941-1948.
31. López, B. "Weld inspection with EMAT using guided waves," The e-Journal of Nondestructive Testing, vol. None, p. None, Mayo 2008.

32. Lu, Y. Real time defect detection in welds by ultrasonic means. PhD thesis, Department of Materials Technology, Brunel University, 1992.
33. Martín, C.; González, R.; Giacchetta, R.; Moreno, E. ULTRASCOPE TOFD: un sistema compacto para la captura y procesamiento de imágenes TOFD. IV Conferencia Panamericana de END Buenos Aires – Octubre 2007.
34. Matos, R. Introducción a la corrosión y protección de metales, La Habana, Ediciones ENPES, Cuba, 1987.
35. Mishra, A.; Frankel, G. Crevice corrosion repassivation of Alloy 22 in aggressive environments, Corrosion. 64 (11): 869-844, 2008.
36. Mitchell R. J., Preuss M., Hardy M. C., Tin. S. Influence of composition and cooling rate on constrained and unconstrained lattice parameters in advanced polycrystalline nickel–base superalloys. Materials Science and Engineering A 423, pp. 282–291(2006).
37. Monsalve, A.; Gutiérrez I. Application of a modified rigid plastic model to the outplane fracture of “easy open cans”, Int. Journal of Fracture. 102 (56): 323-339, 2000.
38. Moreno, E ;Martín, C.; González, R.; Giacchetta, R.; . ULTRASCOPE TOFD: un sistema compacto para la captura y procesamiento de imágenes TOFD. IV Conferencia Panamericana de END Buenos Aires – Octubre 2005
39. 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, 1786-1794, 2006.
40. Pike and D. L. Klarstrom. A new corrosion-resistant Ni-Cr-Mo Alloy with high strength, Paper 04239, Corrosión 2004, Nace Intl., 2004.
41. Pitler, R. Precipitation from iron base alloys, Eds. Gilbert R. Sperch and John B. Clark, Gordon and Breach, New York, 1965, p. 129.
42. Polmear, I. Light Alloys, From traditional Alloys to Nanocrystals. Ed. Elsevier, 2006.
43. Rebak, R.; Dillman, J.; Crook, P. & Shawber, C. Corrosion behaviour of nickel alloys in wet hydrofluoric acid. Materials and corrosion 52(4): 289-297, 2001.
44. Rebak, R. Metallurgical effects on the corrosion behavior of nickel alloys, ASM Metals Handbook, Vol. 13A, Corrosion: Fundamental, Testing, and Protection, pp 279-286, ASM International, 2003.
45. Reed. Roger C. The Superalloys Fundamentals and Applications. Cambridge University Press (2006), pag. 1 – 29.
46. Robert E. Reed-Hill. "Principios de Metalurgia Física", Editorial CECSA. Noviembre 1972.

47. Rodríguez, M. Aleación C-22: una Barrera frente a la corrosión en contenedores de residuos nucleares de alta actividad. Tesis de Doctorado, Instituto de Tecnología. Universidad Nacional General San Martín, Argentina, 2004.
48. Ruiz-Navas, E.; Delgado, M.; Torralba, J. Based MMCs: properties improvement by (TiCN) p and trace additions, *Journal of Materials Science* 41 (6): 3735-3741, 2006.
49. Sagaró, R.; Gómez, J.; Espinosa, L.; Carvajal, H., Rodríguez, C. Mecanismo de desgaste de materiales metálicos para martillos de molinos debido a la acción de partículas erosivas. *Tecnología Química* Vol. XXVII (2) 41 - 47, 2007.
50. Salah, N.; Engin, S. Machining conditions impact on the fatigue life of Waspaloy-Impact of grain size", 7th International Symposium on superalloy 718 and derivatives, TMS, 2010.
51. Semiatin, S. Introduction to forming and forging processes. ASM Handbook, vol 14 Forming and forging 1988.
52. Sullivan, C and M.J, Donachie, Jr. "Some Effects of microstructure on the Mechanical. Properties of Nickel-Base Superalloys". *Metals Engineering Quarterly*, Feb. 1967.
53. Vakili-Tahami and A. Ziaei-Asl. "Numerical and experimental investigation of T-shape fillet welding of AISI 304 stainless steel plates". *Materials and Design*. Vol. 47, pp. 615-623. 2013
54. Vázquez, J. Elementos de control de desgaste. Universidad Central de Venezuela. 1994.
55. Villalpando-Hernández, S. Efecto de la temperatura y tiempo en la disolución de las fases γ' y carburos en dos aleaciones waspaloy. Tesis en opción al título de Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales. Universidad de Nuevo León, 2014.
56. Wagner, H.J and A.M. Hall. *Physical Metallurgy of Alloy 718*, D Mic Report 217 (1965).
57. Weaver D. S., Semiatin S. L., Recrystallization and grain-growth behavior of a nickel-base superalloy during multi-hit deformation. *Scripta Materialia* 57, pp.1044-1047 (2007).
58. Whittenberger, Daniel: "Creep and Tensile Properties of Several Oxide Dispersion Strengthened Nickel Base Alloys", *Metallurgical Transactions A*, Volume 8A, July 1977.
59. Wu, J.; Redman, J. *Welding J.* 73, 9. 1994.
60. Wu, T.Y and I. C. Ume, "Prediction and experimental validation of penetration depth of butt welds in thin plates using superimposed laser sources," *NDT & E International*, vol. 50, no. 0, pp. 10-19, 2012.
61. Xu Xiaolei, Wang Liang, Yu Zhiwei, Hei Zukun: A comparative study on microstructure of the plasma-nitrided layers on austenitic stainless steel and pure Fe; *Surface and Coatings Technology*; 192 (43): 220-224, 2005.



62. 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.
63. 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.



RECOMENDACIONES

- ✚ Durante el proceso de enfriamiento de la superaleación hastelloy C-276, realizar el control de las condiciones y parámetros que gobiernan el proceso, que permitan realizar los ajustes necesarios y evitar transformaciones indeseadas.
- ✚ Analizar, considerando técnica de mayor resolución como la microscopía electrónica de barrido (MEB) la posible presencia de carburos en la aleación hastelloy C-276, los cuales tienen incidencias en las propiedades mecánicas.