

ANÁLISIS DE MUESTRAS RECUBIERTAS PROVENIENTES DE PISTONES DE LA INDUSTRIA PETROLERA

B. Alderete¹; S. Brühl¹; L. Londra¹

¹Grupo de Ingeniería de Superficies - Universidad Tecnológica Nacional - Facultad Regional Concepción del Uruguay, Concepción del Uruguay Argentina. bruno.alderete06@gmail.com, sbruhl@gmail.com, leanlondra@gmail.com

Tópico: T07. Técnicas de caracterización. **Categoría:** C1. Estudiante de Grado.

Resumen

En la industria petrolera se utilizan bombas de fracturación hidráulica para el proceso de extracción. Estas bombean un fluido a elevada presión y caudal de forma que se fractura el reservorio. La pieza clave de estas bombas son los pistones, los cuales están sometidos a desgaste localizado producido por el ingreso de pequeños agentes abrasivos, que desgastan el pistón mientras este realiza su movimiento alternativo reduciéndose así la vida útil de los mismos. Anteriormente se usaban pistones hechos de acero de baja aleación, recubiertos con Spray Térmico. Sin embargo, esta técnica de fabricación presenta fallas que generan la necesidad de cambiar o realizar mantenimiento a los pistones frecuentemente. A causa de esto, la empresa Y-TEC, en conjunto de IONAR S.A., sugirió un cambio en el material base y el recubrimiento aplicado. Fue propuesto utilizar un acero de aleación media, que luego es nitrurado por plasma y recubierto con una capa de CrAlN mediante PVD. Se analizaron dos muestras, estas son: 1) muestra de los pistones tradicionales, 2) muestra de los pistones fabricados a partir del nuevo método de fabricación. A ambas muestras se les observó la superficie y la sección transversal bajo el microscopio electrónico, se estudió la estructura cristalina mediante difracción de RX, se obtuvo la composición química mediante EDX, y se midió la dureza de los recubrimientos y la dureza en profundidad. A partir de los estudios realizados se puede explicar el mejor rendimiento de los nuevos pistones, con respecto a los anteriores, presentando los nuevos tiempos en servicio 300% más largos.

Palabras clave: Recubrimiento PVD, Spray Térmico, Microestructura

Keywords: PVD Coating, Thermal Spray, Microstructure

1. Introducción

En la industria petrolera se utilizan bombas de fracturación hidráulica para la explotación de yacimientos de petróleo. Estas bombas son empleadas para fracturar las rocas reservorios, lo cual se efectúa bombeando un fluido determinado a presión elevada y con gran caudal. La pieza fundamental de cada bomba, son los pistones. Estos realizan un movimiento alternativo, durante el cual cada pistón está en contacto con dicho fluido. Este contiene pequeños agentes abrasivos (tales como arena y cerámicos) que producen un desgaste localizado sobre los pistones. El desgaste localizado se produce durante el ciclo debido al ingreso de estos agentes al huelgo existente entre el sello y la cara del pistón.

Este fenómeno reduce el tiempo en servicio de los pistones, lo que genera la necesidad de un mayor mantenimiento, o incluso del reemplazo frecuente de los pistones. El tiempo empleado para el mantenimiento y la sustitución de los pistones conlleva paradas de planta no deseadas y costos elevados. Por estas razones se buscó una alternativa de material y tratamiento, que alargue la vida útil de los pistones, de forma de evitar la parada reiterada de las bombas.

En este trabajo se presenta el análisis y la caracterización de dos sistemas material base-recubrimiento, destinados a la fabricación de los pistones.

2. Metodología

2.1. Técnica tradicional

Anteriormente, los pistones utilizados en las bombas se fabricaban de un acero de baja aleación, del tipo SAE/AISI 1020 [1]. A este material base se le aplicaba un recubrimiento mediante Spray Térmico. Sin embargo, este recubrimiento presenta fallas que son características del mismo, y además fallas debidas a la forma en la que se aplica. Las fallas presentes en este tipo de recubrimiento son: heterogeneidad química y microestructural, porosidad y adhesión deficiente entre el material base y el recubrimiento mismo.

Como el recubrimiento se aplica mediante Spray Térmico, este es ajeno al material base. Se trata de un segundo material que se aplica sobre el sustrato, por lo que existe una interfaz de unión entre ambos materiales. Esta interfaz es una gran desventaja cuando la adhesión existente no es lo suficientemente buena. A su vez, por la forma de aplicación del material de aporte, existen poros y burbujas en el recubrimiento. Estos poros y burbujas también dan a una heterogeneidad química y de la estructura misma del recubrimiento.

El recubrimiento que se aplicó al acero base en el caso de estudio fue Colmonoy© 6 debido a su composición química.

Esta es la clasificación que da la corporación Wall Colmonoy a las aleaciones duras, con base de níquel y que contienen boruros de cromo símil diamante. Estos materiales son extremadamente resistentes al desgaste, más aún cuando están en ambientes corrosivos. Además, estos poseen un bajo coeficiente de fricción.

2. 2. Tecnología alternativa

Como reemplazo de la técnica anterior, la empresa Y-TEC en conjunto con IONAR S.A. propusieron la utilización de un método que elimine la presencia de la interfaz de dureza entre el recubrimiento y el sustrato. Para llevar esto a cabo se realizaron tres cambios esenciales: 1) cambio del acero base, 2) nitruración del nuevo acero, 3) aplicación de un nuevo recubrimiento mediante PVD.

Se sustituyó el acero SAE/AISI 1020 por un acero de media aleación. El acero que se escogió es el acero DIN 34CrAlNi7 [2]. Este, al ser un acero de media aleación, es más apto para tratamientos superficiales, alcanzando durezas superiores que las alcanzables con aceros de baja aleación. A su vez, este acero, por sí solo, es más duro que el 1020, teniendo una dureza superficial que ronda los 350 HV.

El acero DIN 34CrAlNi7 se denomina comercialmente V820 por el fabricante austríaco Böhler. Este es un acero de nitruración con aplicaciones especiales para componentes de sección transversal relativamente grandes, que a su vez requieren de superficies muy duras y con gran resistencia al desgaste. Dentro de las descripciones del acero, el fabricante especifica que es para aplicaciones en componentes para bombas de inyección, como también diversas otras aplicaciones.

A este acero base se le practicó nitruración iónica, mediante la cual se logró endurecer la superficie del mismo. Así, se obtuvo como resultado una superficie de dureza elevada que disminuye gradualmente hacia el seno del material. Esta región del acero que posee dureza cada vez menor se denomina zona de difusión. A través de la nitruración iónica se obtienen espesores aproximados de 100 micrones para la zona de difusión, con valores de dureza que llegan a valores cercanos a los 1100 HV.

Luego de la nitruración la pieza es rectificada, de forma que se elimina casi por completo la capa blanca formada durante la nitruración. Una vez hecho esto, se aplicó un recubrimiento de CrAlN mediante la técnica PVD [3]. Este recubrimiento aplicado es de pequeño espesor (próximo a los 5 micrones) y de gran dureza que puede llegar hasta valores de 3000 HV. Es fabricado y vendido por Oerlikon Balzers, y el recubrimiento se denomina comercialmente "Balinit Alcrona Pro". Es un recubrimiento de altas prestaciones formado por nitruro de cromo y con aluminio en forma de solución sólida. Según las especificaciones del fabricante, este presenta muy buena resistencia al desgaste, tanto en seco como sumergido en líquidos, soportando los choques térmicos y manteniendo su dureza aun a temperaturas elevadas.

2.3. Caracterización

Para el análisis de las muestras se utilizaron las siguientes técnicas: 1) difracción de RX, 2) microscopía electrónica de barrido y EDX, 3) microdureza, 4) microscopía óptica. Se estudió la estructura cristalina, la composición química, se

midieron los espesores de recubrimiento, se observó la interfaz existente entre el sustrato y el recubrimiento y se midió la dureza en superficie y en profundidad.

3. Resultados

3. 1. Difracción de rayos X (XRD)

Mediante la difracción de rayos X se analizó la estructura cristalina de la muestra de los pistones hechos a partir del nuevo método de fabricación (muestra N4). En los resultados se observa la presencia de CrN y de CrAlN [4-5]. Estos compuestos detectados corresponden al recubrimiento de la muestra, que, como ya se explicó, está formado por nitruro de cromo con aluminio en forma de solución sólida. En el espectro no se observa la presencia de nitruros de hierro ya que, luego del proceso de nitruración, el metal base nitrurado es rectificado, lo cual elimina la capa blanca. De esta forma se obtiene una superficie más dura, con un gradiente de dureza hacia el seno del material, a la cual se le aplica el recubrimiento. El CrN que se detecta no se debe al proceso de nitruración, sino que éste forma parte del mismo recubrimiento aplicado. El espectro obtenido para la muestra N4 se puede ver en la figura 1.

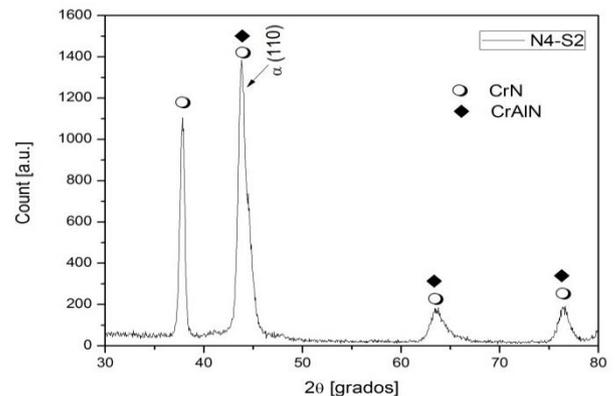


Figura 1. Difracción de rayos X muestra N4.

3. 2. Microscopio electrónico de barrido (SEM)

Se observaron dos muestras bajo el microscopio electrónico: una que corresponde a los pistones fabricados a partir del método tradicional (muestra ST) y la muestra de los pistones fabricados a partir de la nueva técnica (N4). Mediante el SEM se deseaba medir el espesor de los recubrimientos y observar la interfaz existente entre los recubrimientos y los sustratos.

Mirando la sección transversal de la muestra ST, es posible medir el espesor del recubrimiento. Este, debido a la heterogeneidad que existe entre el conjunto sustrato-recubrimiento, posee espesores muy variables a lo largo de la muestra. Sin embargo, se observó que el espesor del recubrimiento está comprendido entre 800 y 900 micrones. En la figura 2 se puede observar la gran cantidad de poros e irregularidades presentes a lo largo de todo el recubrimiento. Estas se forman cuando se deposita el material de aporte sobre la superficie del material base, lo cual, a su vez, genera una estructura cristalográfica variable. También, como se puede observar en la misma figura, la interfaz existente entre el sustrato y el recubrimiento es muy marcada e irregular.

Por otro lado, cuando se observó la muestra N4, se encontró que el espesor del recubrimiento nuevo es significativamente más delgado que el del recubrimiento tradicional, con valores que rondan los 4,5 micrones. Este recubrimiento, como ya se mencionó, se aplica mediante PVD, el cual copia la superficie del material base. Como la muestra N4 fue rectificada, la superficie es muy lisa, por lo que el espesor del recubrimiento es casi constante a lo largo de la muestra. Por esta misma razón, la interfaz existente entre el sustrato y el recubrimiento es una pequeña y delgada línea. Recorriendo la muestra se observó una muy buena zona de unión entre los distintos materiales, con pequeñas fallas puntuales. En la figura 3 se puede observar una fotografía de la sección transversal de la muestra N4.

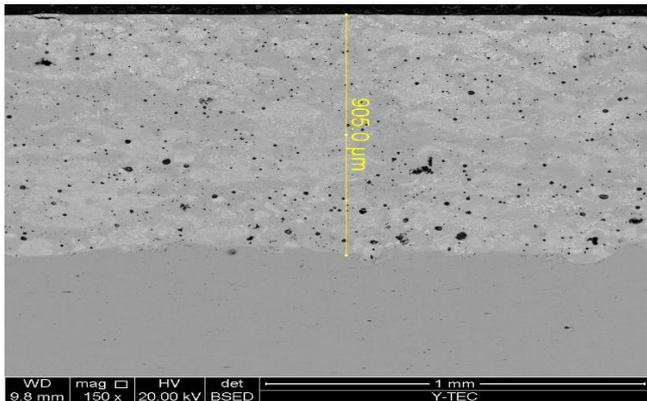


Figura 2. Espesor recubrimiento muestra ST.

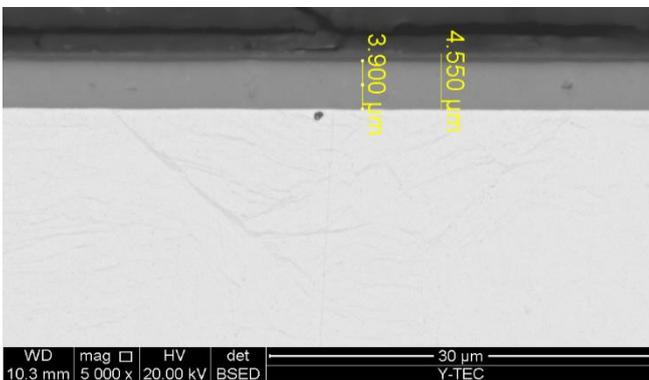


Figura 3. Espesor del recubrimiento PVD en la muestra N4.

3.3. Espectroscopia de energía dispersiva (EDX)

Para determinar la composición química de las muestras ST y N4 se les realizó espectroscopia de energía dispersiva a cada una.

Como ya se dijo, el recubrimiento de la muestra ST presenta una estructura cristalográfica sumamente variable, por lo que se estudió la composición química en tres zonas distintas. De esta forma se pudo obtener información acerca de la diferencia, en cuanto a la composición química, de una región con respecto a otra. En todas las zonas analizadas, se detectó gran presencia de níquel, lo cual es de esperar ya que el recubrimiento aplicado es en base Ni. Además, se detectaron concentraciones elevadas de cromo y tungsteno. Sin embargo, la concentración de estos dos varía significativamente entre una zona y otra. La concentración de tungsteno que se observó era elevada cuanto más clara era la zona observada, y, al ser la zona más oscura, la

concentración de tungsteno disminuye al mismo tiempo que la concentración de cromo aumenta. Esto significa que al aumentar la concentración de cromo, se detectó menor cantidad de electrones secundarios (ya que se usó el Everhart-Thornley Detector) En la figura 4 se muestran los resultados obtenidos de EDX para una zona “clara” del recubrimiento de Spray Térmico.

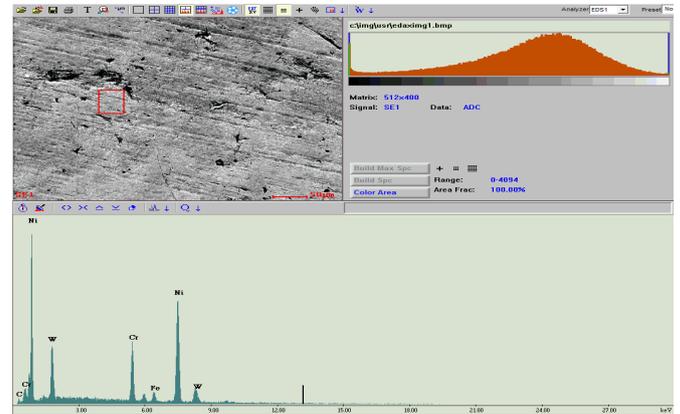


Figura 4. EDX muestra ST.

A diferencia de la muestra ST, la superficie de la muestra N4 es más regular, por lo que se realizó EDX sólo en dos regiones diferentes. Las dos regiones seleccionadas para el análisis se diferencian en el color observado con el detector de electrones secundarios (una zona es más oscura que la otra). Sin embargo, la composición química de ambas regiones es muy similar. Ambas poseen gran concentración de aluminio y cromo correspondiente al recubrimiento aplicado. La diferencia principal entre las dos zonas es que en la más clara se detectó la presencia de nitrógeno. Este nitrógeno puede ser proveniente de la capa de nitruración que no fue removida del sustrato cuando se rectificó la muestra. En la figura 5 se muestran los resultados obtenidos de EDX para la zona “clara” de la muestra N4.

Por otro lado, en la muestra N4, se observó una pequeña falla en el recubrimiento. Se le realizó EDX a esta falla para determinar su composición química y se encontraron altas concentraciones de aluminio, cromo y de hierro. Con esto se verifica que, en dicho punto, el recubrimiento es muy delgado y que la espectroscopia penetró hasta el material base.

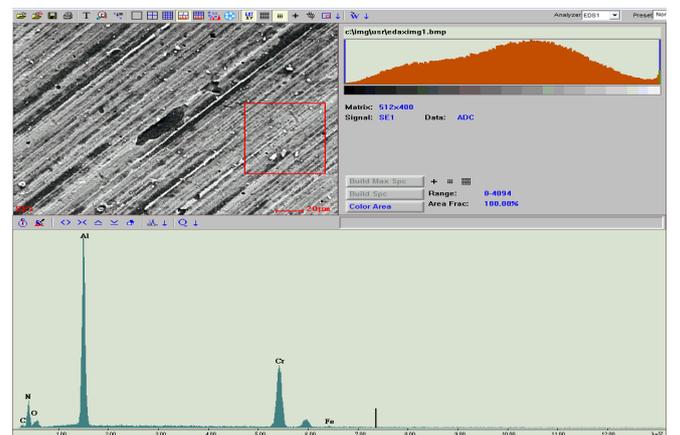


Figura 5. EDX muestra N4.

3. 4. Dureza en profundidad

Para trazar el perfil de dureza de la muestra ST y de la muestra N4 se utilizó un microdurómetro, con carga de 25g por 10 segundos, a lo largo de la sección transversal de ambas muestras.

En el perfil de dureza de la muestra ST, figura 6, se puede ver claramente la diferencia de dureza entre el recubrimiento y el sustrato. Cuando se avanza desde la superficie hasta una profundidad de aproximadamente 800 micrones, los valores de dureza son muy dispersos, pero se obtiene como promedio una dureza de 815 HV. En este punto, de 800 micrones, existe un salto de dureza significativo. Por lo que se puede estimar que el recubrimiento tiene un espesor cercano a los 800 micrones, lo cual concuerda con lo observado bajo el microscopio electrónico. Más allá de esta profundidad, los valores de dureza obtenidos corresponden a la dureza del material base. Estos valores también presentan pequeñas variaciones, pero se estima una dureza de 200 HV.

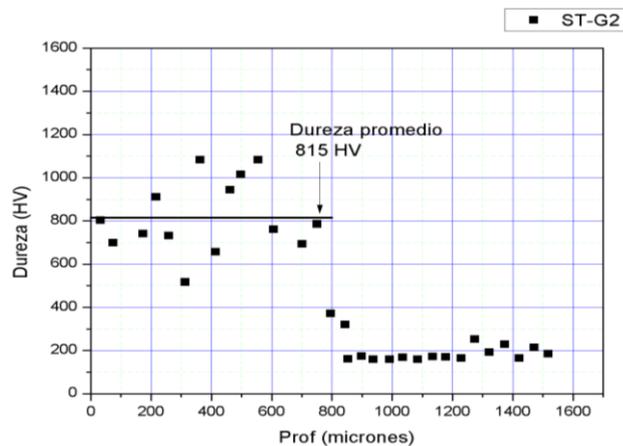


Figura 6. Perfil de dureza muestra ST.

Por otro lado, el perfil de dureza de la muestra N4, que se muestra en la figura 7, no presenta tantas variaciones como el de la muestra ST.

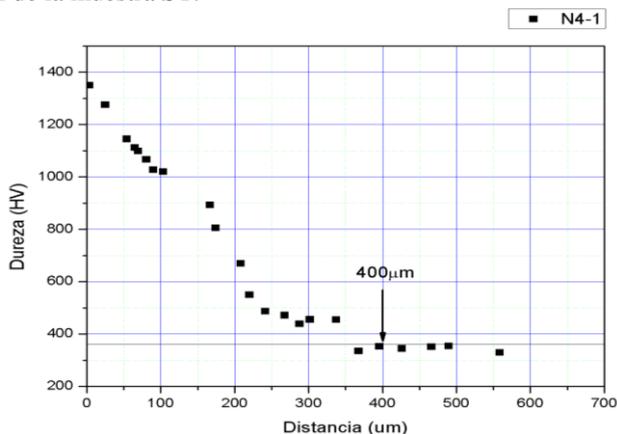


Figura 7. Perfil de dureza muestra N4.

Aquí, se obtienen valores muy elevados próximos a la superficie, que decrecen gradualmente al avanzar hacia el seno del material. La dureza decrece hasta una profundidad de 400 micrones, aproximadamente. A partir de ese punto,

se puede considerar que la dureza medida pertenece a la del sustrato. Por lo tanto, se deduce que el sistema recubrimiento-capas de nitruración posee una penetración próxima a los 400 micrones.

Por otro lado, se midió la dureza superficial del recubrimiento con una carga de 100 g y resultó de 2646 HV. Este valor de dureza no corresponde únicamente al recubrimiento ya que la profundidad afectada por el microindentador supera el espesor del recubrimiento. La dureza medida es una combinación entre la dureza propia del recubrimiento y la dureza del material base.

4. Conclusiones

La nueva técnica de fabricación de los pistones presentó una gran mejora en cuanto al tiempo en servicio, cuando se compara con los pistones fabricados a partir de la técnica tradicional. Se logró extender la vida en servicio de los mismos más de 300% del tiempo que duraban los anteriores. Luego de los análisis llevados a cabo de ambas muestras, esta mejora en la vida en servicio no es difícil de explicar. Si bien el recubrimiento nuevo es sumamente delgado comparado con el recubrimiento tradicional, el primero posee una dureza muy elevada, dada su naturaleza cristalina, en oposición al Spray Térmico que es de base amorfa. Además, la sustitución del material base de un acero de baja aleación, a un acero de aleación media, más el proceso de nitruración, proporciona una base significativamente más dura para el recubrimiento. A su vez, la adhesión entre el recubrimiento nuevo y el sustrato es superior a los tradicionales.

El recubrimiento tradicional no es tan duro como el recubrimiento nuevo, pero el primero posee espesores muy superiores. Esto se debe a que, al ser un recubrimiento blando, estaba pensado para que el mismo se desgaste hasta el punto en el que fuera necesaria la sustitución. Sin embargo, la nueva técnica de fabricación se diseñó con la idea de que los pistones no requieran la sustitución frecuente, utilizando una base dura, a la cual se le adiciona un recubrimiento delgado, pero con una dureza sumamente elevada, y resistente a la abrasión.

Agradecimientos

Los autores les agradecen a las investigadoras del Grupo de Ingeniería de Superficies: Eugenia Dalibon y Laura Vaca, de la Facultad Regional Concepción del Uruguay, por su ayuda durante el desarrollo del presente trabajo. También a Pablo Cirimello de la empresa Y-TEC por su ayuda y por la obtención de EDX y de SEM de las distintas muestras.

Referencias

- [1] P. Cirimello, L. Aguirre, W. Lafit, A. Cabo, G. Carfi, *Y-TEC Desafíos*, (2016), 28-35.
- [2] C. Blawert, B. Mordike, U. Huchel, S. Strömke, G. Collins, K. Short, J. Tendys. *Surf. Coat. Technol.* **98** (1998), 1181-1186.
- [3] B. Tlili, N. Mustapha, C. Nouveau, Y. Benlatreche, G. Guillemot, M. Lambertin. *Vacuum.* **84** (2010), 1067-1074.
- [4] D. Jianxin, W. Fengfang, L. Yunsong, X. Youquiang, L. Shipeng. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* **35** (2012), 10-16.
- [5] Y. Lv, L. Ji, X. Liu, H. Li, H. Zhou, J. Chen. *Surf. Coat. Technol.* **206** (2012), 3961-3969.