



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



**EVALUACIÓN DE LA SUSCEPTIBILIDAD AL ATAQUE
INTERGRANULAR EN ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX 2507
Y AUSTENÍTICO 316L SOMETIDOS A SULFATO FÉRRICO –
ACIDO SULFÚRICO AL 96,5% DE CONCENTRACIÓN A 30°C,
45°C Y EBULLICIÓN**

Ossa Q., José G.

Villasana T., Carlos A.

Naguanagua, Noviembre de 2010



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



**EVALUACIÓN DE LA SUSCEPTIBILIDAD AL ATAQUE
INTERGRANULAR EN ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX 2507
Y AUSTENÍTICO 316L SOMETIDOS A SULFATO FÉRRICO –
ACIDO SULFÚRICO AL 96,5% DE CONCENTRACIÓN A 30°C,
45°C Y EBULLICIÓN**

Trabajo Especial de Grado Presentado ante la Ilustre:
UNIVERSIDAD DE CARABOBO
Para Optar al Título de:
INGENIERO MECÁNICO

Tutor académico:
Laura Sáenz. *Ing. MSc.*

Autores:
Ossa Q., José G.
Villasana T., Carlos A

Naguanagua, Noviembre de 2010



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



CERTIFICADO DE APROBACIÓN

Quienes suscriben, Miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Mecánica para examinar la Tesis de Pregrado titulada **“Evaluación de la susceptibilidad al ataque intergranular en aceros inoxidables dúplex 2507 y austenítico 316L sometidos a sulfato férrico – ácido sulfúrico al 96,5% de concentración a 30°C, 45°C y ebullición”**, presentada por los bachilleres: **Ossa Q., José G.; Villasana T., Carlos A.** y portadores de la Cédula de Identidad N°: **18.264.428** y **18.901.309**, respectivamente; hacemos constar que hemos revisado y aprobado el mencionado trabajo.

Prof. Laura Sáenz, *Ing. MSc.*
Presidente del jurado

Prof. Donato Romanello, *Ing. MSc.*
Miembro del jurado

Prof. Eleazar Díaz, *Ing. MSc.*
Miembro del jurado

Naguanagua, Noviembre de 2010

Dedicatoria

A dios Todo Poderoso por siempre estar junto a mí a lo largo de toda mi vida, ayudándome a vencer cualquier obstáculo que se me presentara, por darme la inteligencia y sabiduría para saber hacer las cosas. GRACIAS Jesús para ti este y todos mis logros.

A María Santísima Madre de dios por cubrirme con su sagrado manto, por ser mi amiga y compañera. Para ti este triunfo.

A mis padres Jesús María Ossa Arango y María Trinidad Quintero Lozada, por darme la vida, por hacer de mi una persona de bien, por enseñarme que con esfuerzo y dedicación se pueden alcanzar los sueños, y que solos no podemos hacerlo sino con la ayuda de dios. Por ser quienes son los amo infinitamente. Gracias!!!!

A mis hermanos Sarai, Gerson y Marianela, por ser los mejores hermanos que dios me pudo regalar. Sarai gracias por ser divertida espontanea y alegre, Marianela con tu carácter de igual manera me has sabido enseñar muchas de las cosas que me hacen lo que soy. Gerson gracias por ser como mi segundo padre, así te considero, y que dios te pague todo lo que has hecho por todos nosotros, jamás lo olvidare.

A mi tía Isabel por ser mi segunda madre y por brindarme todo su amor y esto también es para ti Chabela.... Besos.

A mi tía Auxiliadora, Tío Ernesto y Kemberly, por ser mi segunda familia, gracias por todo el apoyo que me brindaron durante mi carrera, dios sabe que los recompensare algún día. Los quiero!!!

A mi novia melina por ser mi fuente de alegría, mi apoyo, mi compañera incondicional. Gracias por todo tu amor y comprensión. Te amo pesiosita.

A todos mis amigos y demás familiares por siempre estar ahí al pie del cañón, apoyándome en los momentos buenos y malos... siempre los llevare conmigo...

José G Ossa 2

Dedicatoria

En primer lugar a dios por darme la vida y llenarme de paciencia y sabiduría para seguir adelante en todo momento.

Indudablemente a mis padres, quienes me apoyaron incondicionalmente en mi carrera universitaria e hicieron que esto fuera posible. Te amo mamá! Papá Eleazar creo que valió la pena todos los consejos y las clases de matemática!!!

A mis hermanos Adrian y Mariely con quienes crecí y viví momentos de alegría... y rabia, pero hermanos al fin! Gracias por su colaboración y comprensión.

A mi novia bella por brindarme apoyo, ánimo y alegrías durante este arduo camino.

A todos mis amigos que de alguna u otra manera pusieron su granito de arena.

Es el fin de un sueño, y el comienzo de otro!

Carlos A. Villasana T.

Agradecimientos

Esta tesis de grado, si bien ha requerido de nuestro esfuerzo y dedicación, así como del apoyo de nuestra tutora, la Prof. : Laura Sáenz .Ing.Msc., no hubiese sido posible su finalización sin la cooperación desinteresada de todas y cada una de las personas que a continuación mencionamos y muchas de las cuales han sido un fuerte soporte en momentos de angustia y desesperación.

Primero y antes que nada, darle las gracias a dios, por estar con nosotros en cada paso que damos, por fortalecer nuestros corazones e iluminar nuestras mentes.

Al personal del Centro de Investigaciones Químicas (C.I.Q) de la Universidad de Carabobo, y en especial a Margarita Borusiak por su colaboración durante la realización de los experimentos. Te queremos!

A la técnico del Laboratorio de Materiales de la Universidad de Carabobo Yosmary Pérez. Gracias por tu paciencia.

Al personal técnico y docente del laboratorio de ambiente de la Universidad de Carabobo, por su valiosa colaboración en los prestamos de materiales y equipos.

A la Sra. Alicia y Grisbel por su excelente gestión administrativa.

A la Sra. Sira por brindarnos su ayuda en la Biblioteca Rental de la Escuela de Mecánica. Gracias.

EVALUACIÓN DE LA SUSCEPTIBILIDAD AL ATAQUE INTERGRANULAR EN ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX 2507 Y AUSTENÍTICO 316L SOMETIDOS A SULFATO FÉRRICO – ACIDO SULFÚRICO AL 96,5% DE CONCENTRACIÓN A 30°C, 45°C Y EBULLICIÓN

Ossa Q., José G.
Villasana T., Carlos A

Tutor Académico: *Prof. Laura Sáenz, Ing. Msc.*
Universidad de Carabobo. Facultad de Ingeniería. Escuela de Mecánica.
Dpto. de Materiales y Procesos de Fabricación. Año 2010.

El propósito de la siguiente investigación consistió en evaluar la susceptibilidad al ataque intergranular en aceros inoxidable dúplex 2507 y austenítico 316L sometidos a sulfato férrico – ácido sulfúrico al 96,5% de concentración a 30°C, 45°C y ebullición, aplicando estrategias de investigación documental y experimental. Para la realización del estudio se utilizaron 18 probetas de acero inoxidable austenítico 316L y 18 probetas de acero inoxidable dúplex 2507. Posteriormente se realizaron análisis por pérdida de peso, microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, espectroscopía de energía dispersa de rayos X y Microdureza Vickers. La evaluación arrojó un comportamiento progresivo de pérdida de peso en función al aumento de temperatura para el acero austenítico 316L de 3,26% y en el acero dúplex 2507 de 13,12%. Visualmente el deterioro de la microestructura presentó picadura, pérdida de homogeneidad, pérdida de límite de grano, socavación del grano y separación intergranular, reflejando el mayor deterioro para el acero dúplex 2507, a través del análisis de espectroscopía de energía dispersa de rayos X se verificó la migración de cromo y níquel en ambos aceros.

Índice general

Índice general	i
Índice de figuras	iv
Índice de tablas	viii
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 1 El Problema	3
1.1 Situación problemática.....	3
1.2 Objetivos.....	5
1.2.1 Objetivo General.....	5
1.2.2 Objetivos Específicos.....	5
1.3 Justificación.....	5
1.4 Alcance.....	6
1.5 Limitaciones.....	7
1.6 Antecedentes preliminares.....	7
CAPÍTULO 2 Marco Teórico	11
2.1 El acero.....	11
2.1.1 Clasificación del acero.....	11
2.1.2 Elementos de aleación - Componentes.....	12
2.2 Aceros inoxidables.....	15
2.2.1 Clasificación de los aceros inoxidables.....	17
2.3 Aceros Inoxidables austeníticos.....	19
2.3.1 Clasificación de los aceros inoxidables austeníticos.....	20

2.3.2 Aplicación de los aceros inoxidables Austeníticos.....	23
2.4 Aceros inoxidables Dúplex.....	23
2.4.1 Clasificación de los aceros inoxidables dúplex.....	25
2.4.2 Dúplex 2507.....	25
2.4.2.1 Aplicaciones del acero dúplex 2507.....	26
2.5 La corrosión.....	27
2.5.1 Generalidades.....	27
2.5.2 El proceso electroquímico de la corrosión.....	28
2.5.3 Tipos de corrosión.....	30
2.6 Corrosión intergranular.....	36
2.6.1 Sensibilización.....	38
2.7 Corrosión en el acero inoxidable dúplex 2507.....	38
2.8 Evaluación de la corrosión.....	41
2.8.1 Evaluación por pérdida de peso en la pieza.....	41
2.9 Análisis Estadístico.....	43
2.9.1 Desviación Estándar.....	43
2.10 Corrosión en la industria química.....	44
2.11 Acido sulfúrico.....	44
2.11.1 Comportamiento de los aceros austeníticos dúplex en ácido sulfúrico.....	45
2.12 La Electroerosión.....	47
2.12.1 Principios de Funcionamiento.....	47
2.12.2 Equipos de Electroerosión.....	47
2.12. Electroerosión por Hilo.....	48
CAPITULO 3 Marco Metodológico	50
3.1 Nivel de la investigación.....	50
3.2 Diseño de la investigación.....	50
3.3 Metodología del Trabajo.....	51
3.3.1 Adquisición del material.....	52
3.3.2 Mecanizado del Material.....	52
3.3.3 Población y muestra.....	54
3.3.4 Sensibilización y pesaje inicial.....	55
3.3.5 Exposición al medio corrosivo.....	56
3.3.6 Preparación metalografica y pesaje final.....	60
3.3.7 Microscopia Óptica.....	63
3.3.8 Ensayo de Microdureza Vickers (HV).....	64
3.3.9 Microscopia de Barrido y EDX.....	65
CAPITULO 4 Resultados y Discusión	67
4.1 Evaluación de la pérdida de peso y la velocidad de corrosión para los aceros inoxidables expuestos a sulfato férrico- ácido sulfúrico al 96.5%.....	67

4.2 Evaluación de la microestructura a través de imágenes de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (MEB).....	79
4.2.1 Muestras del material original.....	79
4.2.2 Muestras sensibilizadas.....	81
4.2.3 Muestras de aceros inoxidable sometidos a 30°C.....	82
4.2.4 Muestras de aceros inoxidable sometidos a 45°C.....	83
4.2.5 Muestras de aceros inoxidable en ebullición.....	84
4.3 Resultados de los análisis de EDX.....	85
4.4 Resultado de los ensayos de microdureza Vickers (Hv).....	106
4.4.1 Comparación de la microdureza Hv para cada condición de los ensayos.....	108
4.4.2 Análisis General.....	108
CAPITULO 5 Conclusiones y Recomendaciones	110
5.1 Conclusiones.....	110
5.2 Recomendaciones.....	112
Referencias Bibliográficas	113
Anexos	115

Índice de figuras

2.1	Proceso de pasivación en el acero inoxidable.....	16
2.2	Familia de aceros inoxidable martensíticos.....	18
2.3	Familia de aceros inoxidable ferríticos.....	19
2.4	Familia de aceros inoxidable austenítico evolucionados a partir del AISI 304, para la obtención de determinadas propiedades.....	22
2.5	Estructura cristalina de las fases que componen al acero dúplex.....	24
2.6	Composición química de las distintas familias de aceros inoxidable..	27
2.7	Celda electroquímica.....	29
2.8	Corrosión galvánica en la camisa de un eje y en el prensa estopas de una bomba.....	31
2.9	Corrosión filiforme.....	32
2.10	Corrosión uniforme.....	33
2.11	Corrosión por picaduras.....	33
2.12	Corrosión por grietas.....	34
2.13	Corrosión por frotamiento.....	34
2.14	Corrosión por esfuerzos.....	35
2.15	Corrosión por erosión.....	36
2.16	Corrosión intergranular en acero 316.....	37
2.17	Diagrama de isocorrosión para el acero SAF 2507 en ácido sulfúrico en condiciones de estancamiento con 2000 ppm iones de cloruro (0.1mm/year, 4 mpy).....	39
2.18	Diagrama de isocorrosión en medio de ácido sulfúrico.....	46
2.19	Diagrama de isocorrosión en medio de ácido sulfúrico con 2000 ppm de cloruros.....	46
3.1	Flujograma de la metodología a seguir.....	51
3.2	Muestra para ensayo de corrosión.....	52
3.3	Maquina de electroerosión de hilo (inyección de agua).....	53

3.4 Código Alfanumérico utilizado en la identificación de las muestras.....	55
3.5 Balanza analítica digital.....	55
3.6 Montaje segundo experimento.....	57
3.7 Balones de vidrio utilizados en el experimento.....	58
3.8 Montaje del tercer experimento.....	59
3.9 Esquema del Montaje realizado en el tercer experimento.....	59
3.10 Banco de desbaste grueso.....	61
3.11 Banco de pulido.....	62
3.12 Microscopio óptico.....	63
3.13 Microdurómetro digital Vickers.....	65
3.14 Microscopio Electrónico de barrido.....	66
4.1 Curva de pérdida de peso y desviación estándar de las muestras de acero 316L expuestas a 30 °C.....	70
4.2 Curva de pérdida de peso y desviación estándar de las muestras de acero dúplex expuestas a 30 °C.....	70
4.3 Curva de pérdida de peso y desviación estándar de las muestras de acero 316L expuestas a 45 °C.....	73
4.4 Curva de pérdida de peso y desviación estándar de las muestras de acero dúplex expuestas a 45 °C.....	73
4.5 Curva de pérdida de peso y desviación estándar de las muestras de acero 316L expuestas a temp. de ebullición (137°C).....	76
4.6 Curva de pérdida de peso y desviación estándar de las muestras de acero dúplex expuestas a temp. de ebullición (137°C).....	76
4.7 Pérdida de peso promedio entre el acero Dúplex 2507 y acero 316L..	77
4.8 Velocidad de corrosión promedio entre el acero Dúplex 2507 y el acero 316L.....	78
4.9 Microscopía óptica acero austenítico 316L condición original a) 400X b) 1000X.....	80
4.10 Microscopía óptica acero Dúplex condición original a) 400X b) 1000X.....	80
4.11 Microscopía óptica austenítico 316L a 400X con tratamiento de sensibilizado.....	81
4.12 Microscopía óptica Dúplex 2507 a 400X con tratamiento de sensibilizado.....	81
4.13 a) Microscopía óptica 1000X y b) MEB 1500X, acero austenítico 316L sometido a 30 °C.....	82
4.14 a) Microscopía óptica 1000X y b) MEB 1500X, acero Dúplex 2507 sometido a 30 °C.....	82
4.15 a) Microscopía óptica 1000X y b) MEB 1500X, acero austenítico 316L sometido a 45°C.....	83
4.16 a) Microscopía óptica 1000X y b) MEB 1500X, acero Duplex 2507 sometido a 45°C.....	83
4.17 a) Microscopía óptica 1000X y b) MEB 1500X, acero austenítico 316L sometido a ebullición.....	84

4.18 a) Microscopia optica 1000X y b) MEB 1500X, acero Duplex 2507 sometido a ebullicion.....	85
4.19 Resultado de EDX para la muestra original de acero austenítico 316L en centro de grano.....	86
4.20 Resultado de EDX para la muestra original de acero austenítico 316L región socavada.....	86
4.21 Resultado de EDX para la muestra original de acero Dúplex 2507 sobre grano de austenita.....	87
4.22 Resultado de EDX para la muestra original de acero Dúplex 2507 sobre grano de ferrita.....	88
4.23 Resultado de EDX para la muestra sensibilizada de acero austenítico 316L centro del grano.....	89
4.24 Resultado de EDX para la muestra sensibilizada de acero austenítico 316L en borde de grano.....	89
4.25 Resultado de EDX para la muestra sensibilizada de acero Dúplex 2507 en fase austenita.....	90
4.26 Resultado de EDX para la muestra sensibilizada de acero Dúplex 2507 en fase ferrita.....	91
4.27 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L a 30°C en zona 1.....	92
4.28 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L a 30°C en zona 2.....	92
4.29 Resultado de EDX para la muestra de acero Dúplex 2507 a 30°C en fase austenita.....	93
4.30 Resultado de EDX para la muestra de acero Dúplex 2507 a 30°C en fase ferrita.....	94
4.31 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L a 45°C en centro de grano zona1.....	95
4.32 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L a 45°C en centro de grano zona 2.....	95
4.33 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L a 45°C zona 3.....	96
4.34 Resultado de EDX para la muestra expuesta a 45°C de acero Dúplex 2507.....	97
4.35 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L a 45°C.....	97
4.36 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L en ebullición zona 1.....	98
4.37 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L en ebullición zona 2.....	99
4.38 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L en ebullición zona 3.....	99
4.39 Resultado de EDX para la muestra de acero Dúplex 2507 zona austenita en ebullición.....	100

4.40 Resultado de EDX para la muestra de acero Dúplex 2507 zona ferrita en ebullición.....	101
4.41 Resultado de EDX para la muestra de acero Dúplex 2507 zona 1 en ebullición.....	102
4.42 Resultado de EDX para la muestra de acero Dúplex 2507 zona 2 en ebullición.....	102
4.43 Comparación de concentraciones cromo-níquel del acero austenítico 316L.....	104
4.44 Comparación de concentraciones cromo-níquel del acero Dúplex 2507.....	105
4.45 Comparación de concentraciones cromo-níquel del acero Dúplex 2507.....	106
4.46 Comparación del promedio de la Microdureza Vickers (Hv) para los aceros Dúplex 2507 y austenítico 316L.....	107

Índice de tablas

2.1 Composición química de los aceros austeníticos 316 y 316L.....	21
2.2 Composición química de los aceros dúplex 2205 y 2507.....	25
2.3 Clasificación de la velocidad de corrosión.....	43
3.1 Composición química del acero dúplex 2507.....	52
3.2 Composición química del acero 316L.....	52
3.3 Datos técnicos maquina de electroerosión.....	53
3.4 Cantidad y condición de las muestras ensayadas.....	54
3.5 Cantidad y condición de las muestras caracterizadas.....	54
3.6 Datos de placa de la balanza utilizada.....	56
3.7 Datos de placa de la desbastadora.....	61
3.8 Datos de placa microscopio óptico.....	63
3.9 Datos de placa del microscopio electrónico de barrido.....	66
4.1 Pérdida de peso promedio para el acero austenítico 316L y acero Dúplex 2507 expuestos a 30°C.....	68
4.2 Velocidades de corrosión promedio y desviación estándar para el acero austenítico 316L y Dúplex 2507 expuestos a 30°C.....	69
4.3 Pérdida de peso promedio para el acero austenítico 316L y acero Dúplex 2507 expuestos a 45°C.....	71
4.4 Velocidades de corrosión promedio y desviación estándar para el acero austenítico 316L y Dúplex 2507 expuestos a 45°C.....	72
4.5 Pérdida de peso promedio para el acero austenítico 316L y acero Dúplex 2507 expuestos a temp. de ebullición (137°C).....	74

ix Evaluación de la susceptibilidad al ataque intergranular en aceros inoxidable dúplex 2507 y austenítico 316L sometidos a sulfato férrico – ácido sulfúrico al 96,5% de concentración a 30°C, 45°C y ebullición.

4.6 Velocidad de corrosión promedio y desviación estándar para el acero austenítico 316L y Dúplex 2507 expuestos a temp. de ebullición (137 °C).....	75
4.7 Resultado del análisis EDX en los aceros Austeníticos.....	103
4.8 Resultado del EDX en los aceros Dúplex.....	104
4.9 Resultado del EDX en los aceros Dúplex en ebullición.....	105
4.10 Promedio de Microdureza Vickers para los aceros en estudio.....	107

INTRODUCCIÓN

Uno de los materiales de fabricación y construcción más versátil, más adaptable y más ampliamente usado es el acero. A un precio relativamente bajo, el acero combina la resistencia y la posibilidad de ser trabajado, lo que se presta para fabricaciones mediante muchos métodos. Además, sus propiedades pueden ser manejadas de acuerdo a las necesidades específicas mediante tratamientos con calor, trabajo mecánico, o mediante aleaciones.

Actualmente en Venezuela existe una gran variedad de aceros que le permite a la industria del sector alimenticio y petroquímico priorizar entre la resistencia a la corrosión o las propiedades físico-mecánicas (resistencia, tenacidad, dureza). Entre las alternativas se encuentra el acero ordinario, el cual se oxida y se forma óxido de hierro polvoriento en su superficie al quedar expuesto a elementos corrosivos. Otra alternativa son los aceros inoxidable, que de igual forma 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. Dentro de la familia de los inoxidable contamos con un novedoso acero denominado dúplex, que ofrece soluciones donde los aceros al carbono y austeníticos han fallado, para este estudio se tomara en cuenta la serie 2507, que es una aleación Cromo-

Níquel- Molibdeno que forman una mezcla de cantidades aproximadamente iguales de austenita y ferrita.

Este estudio pretende afianzar al sector empresarial y crear bases teóricas netamente nacionales, accesibles a cualquier sector del país que ayuden a futuras investigaciones.

CAPÍTULO 1

EL PROBLEMA

1.1 Situación Problemática.

Cuando un proyecto requiere el uso de aceros inoxidable se debe priorizar entre la resistencia a la corrosión o las propiedades físico-mecánicas (resistencia, tenacidad, dureza). Esta elección influirá directamente sobre el tamaño y espesor de las piezas y por lo tanto sobre los procesos constructivos, logística, instalación, mantenimiento y demás factores que hacen a la ecuación costo-beneficio.

Entre las alternativas se encuentra el acero ordinario, el cual se oxida y se forma óxido de hierro polvoriento en su superficie al quedar expuesto a elementos corrosivos. Si no se combate, la oxidación sigue adelante hasta que el acero esté completamente corroído. También los aceros inoxidable 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 inoxidable, 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. Sin embargo, en la misma familia de los aceros inoxidable la resistencia a la corrosión varía considerablemente de un tipo al otro.

El empleo de aceros inoxidable dúplex es otra opción que cada día cobra más importancia, dadas las excelentes propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión que.

Cuando los aceros inoxidable dúplex (DSS, Dúplex Stainless Steel) se comparan con los aceros austeníticos, se presentan varias ventajas; entre ellas, una más alta resistencia mecánica, una resistencia a la corrosión superior y bajo precio, debido a su bajo contenido de níquel. Algunas ventajas pudieron ser obtenidas del uso de DSS en ambientes donde los aceros austeníticos típicos eran inapropiados por presentar corrosión bajo tensiones.

Una de las nuevas aleaciones existentes en el mercado es el acero inoxidable dúplex 2507 que es una aleación Cromo-Níquel- Molibdeno que forman una mezcla de cantidades aproximadamente iguales de austenita y ferrita.

Este tipo de acero ofrece soluciones donde los aceros al carbono y austeníticos han fallado. Por otra parte la evaluación del acero inoxidable dúplex 2507 se considera necesaria para la industria petrolera, petroquímica y alimenticia, ya que permite la sustitución de los aceros inoxidable comerciales por aceros inoxidable dúplex, los cuales presentan menor costo, mayor resistencia a la corrosión y mejores propiedades mecánicas.

Sin embargo, la información bibliográfica existente hasta el momento sobre el comportamiento frente a la corrosión de aceros inoxidable dúplex es limitada, sobre todo teniendo en cuenta la importancia que este material está adquiriendo en el mercado. Es por esto, que surge la necesidad de realizar una evaluación de la susceptibilidad al ataque intergranular en aceros

inoxidables dúplex 2507 y austenítico 316L sometidos a sulfato férrico – ácido sulfúrico al 96.5 % de concentración a 30°C, 45 °C y ebullición.

1.2 Objetivos.

1.2.1 Objetivo General

Evaluar la susceptibilidad al ataque intergranular en aceros inoxidables dúplex 2507 y austenítico 316L sometidos a sulfato férrico – ácido sulfúrico al 96,5% de concentración a 30°C, 45 °C y ebullición.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar los especímenes a través de análisis metalográfico y ensayo de dureza para cada una de las condiciones de ensayo.
- Sensibilizar los especímenes (*).
- Someter las muestras a sulfato férrico – ácido sulfúrico al 96,5% de concentración a 30°C, 45 °C y ebullición. (*).
- Determinar la pérdida de peso y velocidad de corrosión en los especímenes (*).
- Comparar los resultados obtenidos con las condiciones iniciales de las muestras tratadas.

(*): Según norma ASTM A262.

1.3 Justificación

Actualmente existe una gran variedad de aceros inoxidables en el mercado que sirven como abanico de posibilidades a la hora de adquirir un acero, no obstante, la mayoría estos aceros cuando son sometidos a medios corrosivos brindan una vida útil que no satisface las expectativas de la industria moderna, ya que el óxido que se genera debido a estos agentes

agresivos es letal a corto plazo, produciendo agrietamientos, picaduras, desgaste intergranular, lo que se traduce en el deterioro continuo del material.

Últimamente se ha determinado que los aceros del tercer milenio, mejor conocidos como aceros dúplex, ofrecen mejores propiedades respecto a los mencionados anteriormente, al presentar una microestructura bifásica compuesta aproximadamente de la misma cantidad de austenita y ferrita, que les permite combinar unas excelentes propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión. Es por esta razón que las industrias petroquímicas, petroleras, del sector alimenticio, etc., de nuestro país, se han visto interesadas en reemplazar los aceros inoxidables austeníticos por estos aceros, en sus procesos productivos, con el fin de aumentar la eficiencia y aminorar costos de mantenimiento, sin embargo, este reemplazo para muchas empresas no suena muy alentador, ya que hoy día en Venezuela el acero dúplex es un material novedoso y no goza de un buen respaldo bibliográfico que le permita venderse a gran escala y precios accesibles; y sobretodo que garantice sus excelentes propiedades.

Ante esta situación surge la necesidad de realizar estudios relacionados al comportamiento del acero dúplex sometido a medios corrosivos, para afianzar al sector empresarial y crear bases teóricas netamente nacionales, accesibles a cualquier sector del país.

1.4 Alcance.

- Los ensayos se realizaran a aceros inoxidables dúplex 2507 y austenítico 316L.
- El número de especímenes por cada condición de ensayo será de 6 (*).
- Las muestras tendrán forma circular con un área superficial de 7 cm² y espesor de 2mm (*).

- Se realizarán los análisis para un total de 4 condiciones para cada acero (1 condición inicial y 3 condiciones de trabajo).
- La sensibilización de los especímenes se realizará a 675°C durante 1h (*).
- Se realizarán análisis de microscopía óptica.
- Los ensayos de dureza (10 indentaciones para cada condición), se realizarán para cada uno de los aceros.
- Los ensayos de corrosión se realizarán en una solución de sulfato férrico - ácido sulfúrico al 96,5% a 30°C, 45 °C y ebullición (*).

(*): Según norma ASTM A262.

1.5 Limitaciones.

- Disponibilidad de la campana extractora de gases perteneciente o no a la Universidad de Carabobo, para llevar a cabo los ensayos.
- Disponibilidad horaria de la persona capacitada y certificada para la asistencia técnica de los laboratorios.
- Obtención de las soluciones de ácido sulfúrico y sulfato férrico.
- Desconocimiento sobre la manipulación del ácido sulfúrico y sulfato férrico.

1.6 Antecedentes preliminares.

Gideon *et al*, en 2008, realizaron el estudio detallado de varias secciones de soldadura dentro de una tubería DSS (Dúplex Stainless Steel), como una función de la entrada de calor y el tipo de soldadura, en términos de la microestructura, composición y propiedades mecánicas, así como también midieron la susceptibilidad al ataque intergranular. En el proceso se utilizó la soldadura al arco con electrodo de Tungsteno y protección gaseosa (GTAW) para condiciones de entrada de calor altas y bajas. También emplearon dos

configuraciones de junta diferentes (*doble bisel en V y bisel simple en U*). Para análisis estructural utilizaron microscopía óptica de los especímenes soldados, determinaron los contenidos de ferrita, midieron la dureza Vickers, así como ensayos de impacto Charpy y pruebas de tracción transversales.

Para la determinación de la susceptibilidad al ataque intergranular utilizaron la norma ASTM A262 y el método de reactivación electroquímica potenciodinámica. La solución de electrolito usada fue 0.5M H₂SO₄ + 0.001 M TA (tioacetamida). La prueba se realizó a 60 °C, con un potencial comprendido entre -500 mV (SCE) a +200 mV (SCE) y por debajo de -500 mV (SCE) a razón de 1.67 mV/s. También se calculó la relación entre la carga de reactivación y la carga de pasivación. Finalmente se demostró que la región con material de aporte era la más susceptible al ataque intergranular para todas las condiciones de soldadura.

Por otra parte Ossa *et al*, en 2008, Evaluaron la resistencia a la corrosión por picadura e Intergranular de tres aceros inoxidable austeníticos, donde la resistencia a la corrosión se evaluó a través de ensayos electroquímicos y la corrosión intergranular a través de la práctica A (ASTM A262) y del método de reactivación electroquímica potenciodinámica, arrojando que la resistencia a la corrosión por picadura decrecía de la siguiente manera: P558-F1586-F138 y la resistencia a la corrosión intergranular de los materiales solubilizados fue buena, presentando grado de sensitización igual a cero; después del tratamiento de sensitización, solamente el acero P558 presentó sensitización.

Más tarde Grubb .J en 2008, realizó la comparación de las propiedades de corrosión del acero S32003 (ATI 2003 TM Lean Dúplex) con otros aceros inoxidable, para lo cual utilizó pequeñas muestras de 1 x 2" en medios de corrosión representativos. Las muestras fueron desengrasadas en acetona y limpiadas en una solución ácido nítrico al 20 % a 130°F durante 10 minutos

antes de las pruebas de corrosión. Las muestras duplicadas fueron probadas en cada medio. Las velocidades de corrosión de las muestras en soluciones en ebullición que contienen ácidos diferentes fueron determinados probando las muestras durante cinco períodos de 48 horas. El valor medio de los cinco períodos es mostrado. La velocidad de corrosión de la aleación de S32003 también es determinada en hidróxido de sodio y soluciones de sulfato de amonio. La temperatura crítica de picadura y agrietamiento de las muestras también fue determinada usando la norma ASTM G150 y ASTM G48 Practica B. Las muestras también fueron probadas para determinar su susceptibilidad al ataque intergranular usando la norma ASTM A262 Prácticas B, C y E. La corrosión por agrietamiento bajo tensiones S32003 LDSS fue estudiada en varias condiciones. Los experimentos adicionales fueron conducidos para determinar velocidades de corrosión uniformes de las muestras utilizando los procedimientos de la norma ASTM G157. El objetivo era determinar la temperatura crítica en la cual el rango de corrosión excedió 5 mpy (0.13mm/y).

Al final del estudio se concluyo que el acero S32003 LDSS puede ser usado para muchas aplicaciones debido a su resistencia de corrosión buena y gran fuerza. Esta aleación es una alternativa buena al tradicional 316L acero inoxidable debido a su fuerza y ventajas de resistencia de corrosión así como suministro de la ventaja de más abajo costado de materias primas, como níquel y molibdeno.

La velocidad de corrosión de la aleación de S32003 fue estudiada en muchos ambientes y encontrado ser alto en H₂SO₄ del 10 % y HCl del 1 %, sugiriendo límites para su aplicación. La velocidad de corrosión de S32003 era muy baja en todos los otros medios (oxálico, acético, sulfúrico y ácidos fosfóricos) estudiados.

S32003 también tiene mucha resistencia a la corrosión por agrietamiento bajo tensión en cloruros que los tipos 304 y 316. Este también tiene muy buena resistencia al agrietamiento en soluciones NaOH. En la prueba de

resistencia a la corrosión por agrietamiento bajo tensión en sulfito, el S32003 LDSS no se agrieta. S32003 demostró el nivel de resistencia SSC requerida del acero inoxidable dúplex 2205.

La temperatura crítica en la cual la velocidad de corrosión es más alta que 0.127 mm/a (5 mpy) fue determinada para cada solución.

CAPÍTULO 2

Marco Teórico

2.1 EL ACERO.

El Acero es básicamente una aleación o combinación de hierro y carbono (alrededor de 0,05% hasta menos de un 2%). Algunas veces otros elementos de aleación específicos tales como el Cr (Cromo) o Ni (Níquel) se agregan con propósitos determinados.

2.1.1 Clasificación del Acero.

Los diferentes tipos de acero se agrupan en cinco clases principales: aceros al carbono, aceros aleados, aceros de baja aleación ultrarresistentes, aceros de herramientas y aceros inoxidables.

a) Aceros al Carbono.

Más del 90% de todos los aceros son aceros al carbono. Estos aceros contienen diversas cantidades de carbono y menos del 1,65% de manganeso, el 0,60% de silicio y el 0,60% de cobre. Entre los productos fabricados con aceros al carbono figuran máquinas, carrocerías de automóvil, la mayor parte de las estructuras de construcción de acero, cascos de buques, somieres y horquillas o pasadores para el pelo.

b) **Aceros Aleados.**

Estos aceros contienen una proporción determinada de vanadio, molibdeno y otros elementos, además de cantidades mayores de manganeso, silicio y cobre que los aceros al carbono normales. Estos aceros se emplean, por ejemplo, para fabricar engranajes y ejes de motores, patines o cuchillos de corte.

c) **Aceros de Baja Aleación Ultrarresistentes.**

Esta familia es la más reciente de las cinco grandes clases de acero. Los aceros de baja aleación son más baratos que los aceros aleados convencionales ya que contienen cantidades menores de los costosos elementos de aleación. Sin embargo, reciben un tratamiento especial que les da una resistencia mucho mayor que la del acero al carbono.

d) **Aceros de Herramientas.**

Estos aceros se utilizan para fabricar muchos tipos de herramientas y cabezales de corte y modelado de máquinas empleadas en diversas operaciones de fabricación. Contienen volframio, molibdeno y otros elementos de aleación, que les proporcionan mayor resistencia, dureza y durabilidad.

2.1.2 Elementos de aleación en los aceros- Componentes.

- **Carbono (C):** El Carbón - Carbono es el elemento de aleación más efectivo, eficiente y de bajo costo. En aceros enfriados lentamente, el carbón forma carburo de hierro y cementita, la cual con la ferrita forma a su vez la perlita. Cuando el acero se enfría más rápidamente, el acero al carbón muestra endurecimiento superficial. El carbón es el elemento responsable de dar la dureza y alta resistencia del acero.

- **Cromo (Cr):** El Cromo es un formador de ferrita, aumentando la profundidad del endurecimiento. Así mismo, aumenta la resistencia a altas temperaturas y evita la corrosión. El Cromo es un elemento principal de aleación en aceros inoxidable, y debido a su capacidad de formar carburos se utiliza en revestimientos o recubrimientos duros de gran resistencia al desgaste, como émbolos, ejes, etc.
- **Níquel (Ni):** Es el principal formador de austenita, que aumenta la tenacidad y resistencia al impacto. El Níquel se utiliza mucho en los aceros inoxidable, para aumentar la resistencia a la corrosión. El Níquel ofrece propiedades únicas para soldar Fundición.
- **Manganeso (Mn):** El Manganeso es uno de los elementos fundamentales e indispensables, está presente en casi todas las aleaciones de acero. El Manganeso es un formador de austenita, y al combinarse con el azufre previene la formación de sulfuro de hierro en los bordes del grano, altamente perjudicial durante el proceso de laminación. El Manganeso se usa para desoxidar y aumentar su capacidad de endurecimiento.
- **Molibdeno (Mo):** El Molibdeno también es un elemento habitual, ya que aumenta mucho la profundidad de endurecimiento del acero, así como su resistencia al impacto. El Molibdeno es el elemento mas efectivo para mejorar la resistencia del acero a las bajas temperaturas, reduciendo, además, la perdida de resistencia por templado. Los aceros inoxidable austeníticos contienen Molibdeno para mejorar la resistencia a la corrosión.
- **Aluminio (Al):** EL Aluminio es usado principalmente como desoxidante en la elaboración de acero. El Aluminio también reduce el crecimiento del grano al formar óxidos y nitruros.

- **Azufre (S):** El Azufre se considera como un elemento perjudicial en las aleaciones de acero, una impureza. Sin embargo, en ocasiones se agrega hasta 0.25% de azufre para mejorar la maquinabilidad. Los aceros altos en azufre son difíciles de soldar pueden causar porosidad en las soldaduras.
- **Boro (B):** El Boro logra aumentar la capacidad de endurecimiento cuando el acero está totalmente desoxidado. Una pequeña cantidad de Boro, (0.001%) tiene un efecto marcado en el endurecimiento del acero, ya que también se combina con el carbono para formar los carburos que dan al acero características de revestimiento duro.
- **Cobalto (Co):** El Cobalto es un elemento poco habitual en los aceros, ya que disminuye la capacidad de endurecimiento.
- **Fósforo (P):** Fósforo se considera un elemento perjudicial en los aceros, casi una impureza, al igual que el Azufre, ya que reduce la ductilidad y la resistencia al impacto. Sin embargo, en algunos tipos de aceros se agrega deliberadamente para aumentar su resistencia a la tensión y mejorar la maquinabilidad.
- **Nitrógeno (N):** El Nitrógeno puede agregarse a algunos tipos de acero, para promover la formación de austenita.
- **Plomo (Pb):** El Plomo es un ejemplo de elemento casi insoluble en Hierro. Se añade plomo a muchos tipos de acero para mejorar en gran manera su maquinabilidad.
- **Titanio (Ti):** Básicamente, el Titanio se utiliza para estabilizar y desoxidar acero, aunque debido a sus propiedades, pocas veces se usa en soldaduras.

- Tungsteno (W): El Tungsteno se añade para impartir gran resistencia a alta temperatura.

2.2 ACEROS INOXIDABLES.

Los aceros inoxidable son aleaciones a base de hierro, cromo, carbono y otros elementos, principalmente, níquel, molibdeno, manganeso, silicio y titanio, entre otros, que les confieren una resistencia particular a algunos tipos de corrosión en determinadas aplicaciones industriales. Naturalmente, la presencia de cada elemento en determinadas porcentajes produce variaciones distintas de las características intrínsecas de los diversos tipos. Según la norma EN 10088 se define a los aceros inoxidable como aquellas aleaciones férricas que contienen cromo en una proporción mínima del 10.5 %.

Esta característica de buena resistencia a la corrosión se debe a la propiedad de estas aleaciones de pasivarse en un ambiente oxidante (pasivación).

Los metales que integran los aceros inoxidable tienen una gran capacidad de reacción con el medio ambiente. Los aceros inoxidable, que son aleaciones de esos metales, no reaccionan fácilmente con el medio ambiente debido a la habilidad que tienen algunos de esos elementos de aleación (principalmente el cromo) para formar una película fina, adherente, homogénea y resistente sobre la superficie del material, llamada película pasiva. Esta película está formada por óxidos e hidróxidos de hierro y cromo (un oxi-hidróxido) y se puede formar de manera espontánea en presencia del oxígeno y del agua (de la humedad del aire, por ejemplo). Dicha película pasiva se vuelve a reconstruir cuando se la daña si el ambiente es suficientemente oxidante manteniendo una protección permanente del acero. En la figura 2.1 se muestra como ocurre la pasivación.

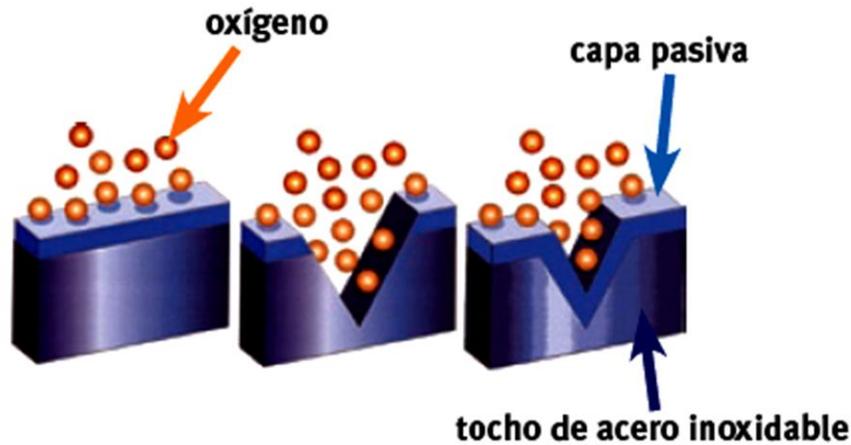


Figura 2.1. Proceso de pasivación en el acero inoxidable.

Fuente: Boletín técnico de Euro Inox.

La película pasiva depende de los elementos de aleación que participan en el acero inoxidable, del acabado del acero inoxidable, del medio que fue utilizado para formar la película en el proceso de fabricación. Los aceros inoxidables que contienen molibdeno forman películas más resistentes a los medios que tienen iones cloruro. El acabado, cuanto más fino sea, permite la formación de películas pasivas más homogéneas y adherentes. El medio en el cual se formó la película pasiva es muy importante. Los medios oxidantes ayudan a formar y a preservar las películas pasivas. Las películas formadas tratando el acero inoxidable con una solución de ácido nítrico 15 a 20% durante un tiempo de aproximadamente 30 minutos, son películas pasivas más resistentes.

La importancia de los aceros inoxidables, además de sus características mecánicas y su amplio uso en diferentes ramas de la industria que se extiende desde aplicaciones de la vida cotidiana hasta industrias muy complejas (química, petrolífera, nuclear, etc.), se debe a su alta producción a nivel mundial aparejado al desarrollo industrial después de la segunda guerra

mundial. Los aceros inoxidable forman ahora parte imprescindible en la vida cotidiana moderna en todos sus aspectos.

2.2.1 Clasificación de los Aceros Inoxidables.

El acero inoxidable puede ser clasificado en cinco familias diferentes; cuatro de ellas corresponden a las particulares estructuras cristalinas formadas en la aleación: austenita, ferrita, martensita y dúplex (austenita mas ferrita); mientras que la quinta son las aleaciones endurecidas por precipitación, que están basadas más en el tipo tratamiento térmico usado que en la estructura cristalina.

a) Aceros Inoxidables Martensíticos.

Son la primera rama de los aceros inoxidables simplemente al cromo. Representan una porción de la serie 400, sus características son:

- Moderada resistencia a la corrosión.
- Endurecibles por tratamiento térmico y por lo tanto se pueden desarrollar altos niveles de resistencia mecánica y dureza.
- Son magnéticos.
- Debido al alto contenido de carbono y a la naturaleza de su dureza, es de pobre soldabilidad.

Los Martensíticos son esencialmente aleaciones de cromo y carbono. El contenido de cromo es generalmente de 10.5 a 18% y el de carbono es alto, alcanzando valores de hasta 1.2%.

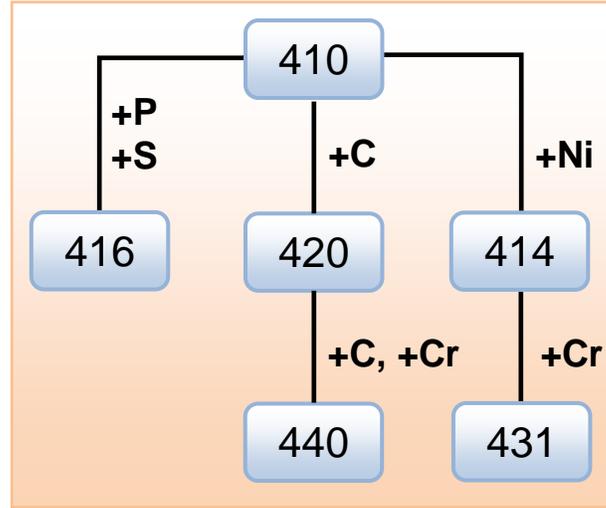


Figura 2.2. Familia de aceros inoxidables martensíticos.
Fuente: Boletín técnico nro.2 de FASTPACK Piping Products

b) Aceros Inoxidables Ferríticos.

Estos aceros inoxidables de la serie 400 AISI (American Iron & Steel Institute) mantienen una estructura ferrítica estable desde la temperatura ambiente hasta el punto de fusión, sus características son:

- Resistencia a la corrosión de moderada a buena, la cual se incrementa con el contenido de cromo y algunas aleaciones de molibdeno.
- Endurecidos moderadamente por trabajo en frío: no pueden ser endurecidos por tratamiento térmico.
- Son magnéticos.
- Su soldabilidad es pobre por lo que generalmente se eliminan las uniones por soldadura a calibres delgados.
- Usualmente se les aplica un tratamiento de recocido con lo que obtienen mayor suavidad, ductilidad y resistencia a la corrosión.
- Debido a su pobre dureza, el uso se limita generalmente a procesos de formado en frío.

Los ferríticos son esencialmente aleaciones con cromo. El contenido de cromo es usualmente de 10.5 a 30%, pero contenidos limitados de carbono del orden de 0.08%. Algunos grados pueden contener molibdeno, silicio, aluminio, titanio y niobio que promueven diferentes características.

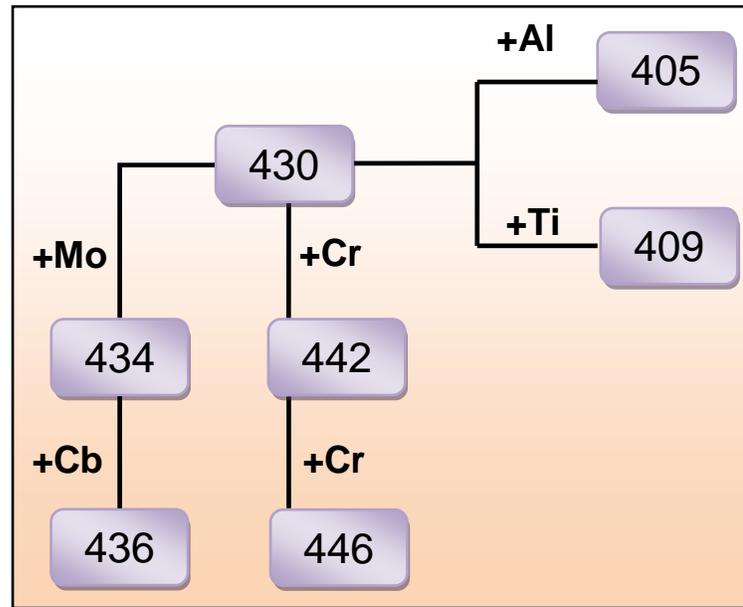


Figura 2.3. Familia de aceros inoxidable Ferríticos.
Fuente: Boletín técnico nro.2 de FASTPACK Piping Products

2.3 ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS.

Los aceros inoxidable austeníticos constituyen la familia con el mayor número de aleaciones disponibles, integra las series 200 y 300 AISI. Su popularidad se debe a su excelente formabilidad y superior resistencia a la corrosión. Sus características son las siguientes:

- Excelente resistencia a la corrosión.
- Endurecidos por trabajo en frío y no por tratamiento térmico.
- Excelente soldabilidad.
- Excelente factor de higiene y limpieza.

- Formado sencillo y de fácil transformación.
- Tienen la habilidad de ser funcionales en temperaturas extremas.
- Son no magnéticos.

Los Austeníticos se obtienen adicionando elementos formadores de austenita, tales como níquel, manganeso y nitrógeno. El contenido de cromo generalmente varía del 16 al 26% y su contenido de carbono es del rango de 0.03 al 0.08%. El cromo proporciona una resistencia a la oxidación en temperaturas aproximadas de 650° C en una variedad de ambientes.

2.3.1 Clasificación de los Aceros Inoxidables Austeníticos.

Serie 200 AISI.- Aleaciones cromo-manganeso-nitrógeno: Contiene menor cantidad de níquel. El contenido de manganeso es de 5 a 20%. La adición de nitrógeno incrementa la resistencia mecánica.

Serie 300 AISI.- Estos aceros inoxidables de tipo austenítico son los más difundidos en el mercado, mantiene alto contenido de níquel y hasta 2% de manganeso. El papel del níquel es básicamente estabilizar la estructura austenítica, se caracterizan por tener muy buena resistencia a los agentes atmosféricos, mayor resistencia a la acción corrosiva de los ácidos y tener además, en general, a elevadas temperaturas buena resistencia mecánica y muy buena resistencia a la oxidación. Se emplean para elementos decorativos, equipos e instalaciones de tipo sanitarias, elementos de hornos y calderas, y en general instalaciones industriales. Los más usados son, 304, 304L, 316, 316L, 317L, 310, 321.

- **AISI 316:** La adición de 1 a 2% de molibdeno al acero de tipo 304, sirve para mejorar su resistencia a la corrosión, sobre todo en condiciones desfavorables, como en el caso de altas presiones o elevadas temperaturas de trabajo. Este acero se emplea mucho para elementos de maquinaria e instalaciones dedicados a la industria de la pulpa y de

papel y da muy buenos resultados en contacto de altas concentraciones de ácido acético, fosfórico, tartárico, y otros ácidos similares.

- **AISI 316L:** La variante 316L con solo 0,035 de carbono, se diseño para ser soldada y usada sin necesidad de tratamiento térmico, a diferencia del 316 corriente que con 0,08% de carbono sufre el problema de sensibilización (y consiguiente corrosión intergranular) al ser calentado durante la soldadura.

La tabla 2.1 muestra la composición química de los aceros austeníticos 316 y 316L.

Tabla 2.1. Composición química de los aceros austeníticos 316 y 316L

GRADO	UNS	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	N
316	S31600	0.08	2	0.045	0.030	0.75	16 – 18	10 - 14	2 - 3	0.10
316L	S31603	0.030	2	0.045	0.030	0.75	16 – 18	10 - 14	2 - 3	0.10

Fuente: ASTM A240 / A240M – 04a

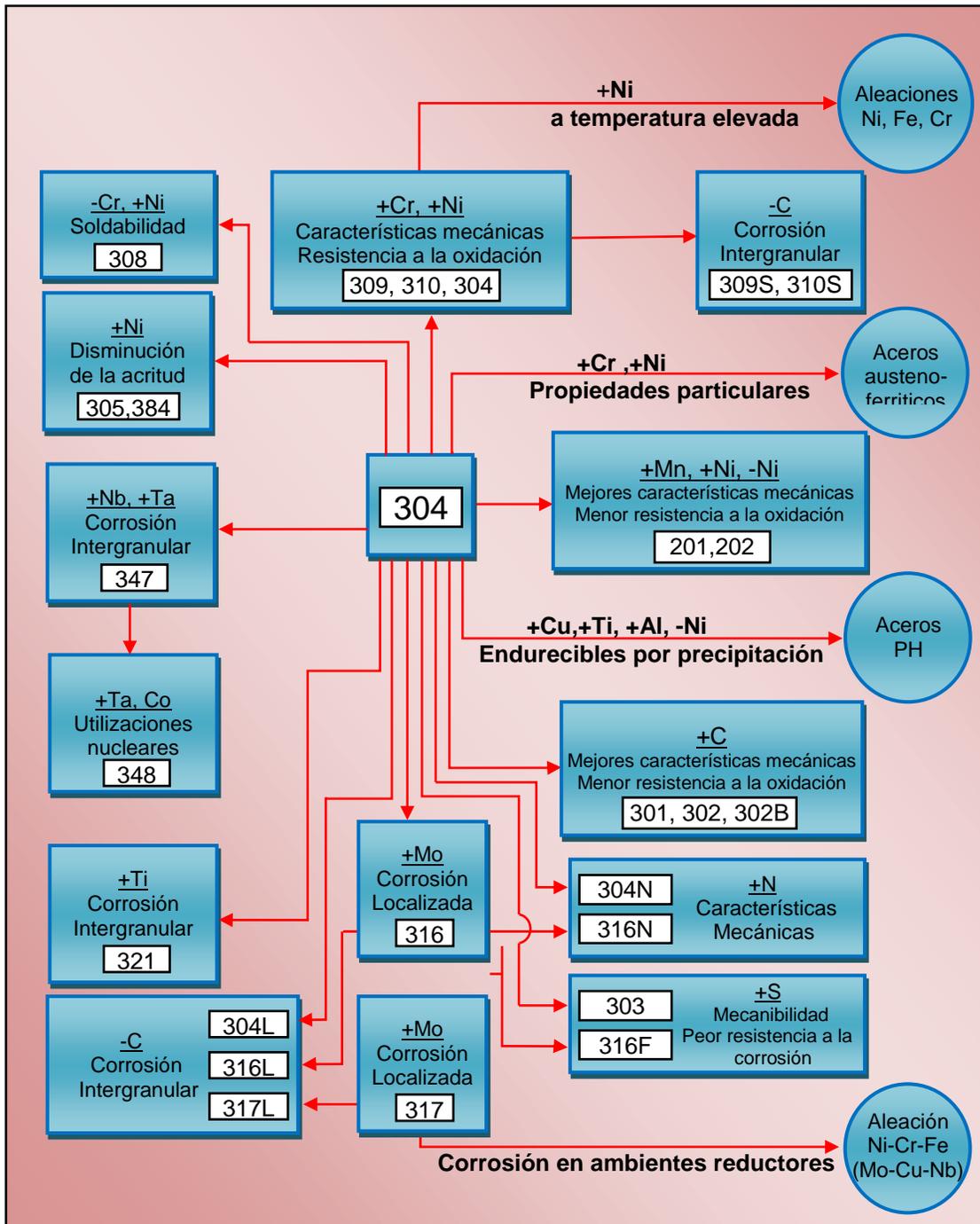


Figura 2.4. Familia de aceros inoxidable austeníticos evolucionados a partir del AISI 304, para la obtención de determinadas propiedades.

Fuente. Mohamed el Wahabi, Caracterización Termomecánica de aceros inoxidables Austeníticos AISI-304, Universidad Politécnica de Catalunya.

2.3.2 Aplicaciones de los Aceros Inoxidables Austeníticos.

Los aceros inoxidables austeníticos son los más universalmente usados ocupando cerca del 70% de la producción. Entre estos el grado 304, a veces referido 18-8, es el más común.

Son utilizados en la industria alimentaria, industria cervecera y bebidas gaseosas, industria química, arquitectura y aplicaciones que no involucren atmosferas o fluidos de alta corrosividad.

Tienen limitaciones de uso a temperaturas muy altas (800-900°C), concentraciones elevadas de cloruros (100 ppm para 304, 2000 ppm para 316 y 5000 ppm para 317) y aplicaciones que requieran un endurecimiento por tratamiento térmico.

2.4 ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX.

Son aleaciones base Hierro con Cr y Mo, con suficiente cantidad de estabilizadores de la Austenita, Ni y N para lograr el balance entre Ferrita y Austenita. El resultado es una adecuada combinación de estas dos fases, la Austenita confiere ductilidad y la Ferrita resistencia a SCC (Stress corrosión cracking). El Mo hace más resistente a la capa pasivante y mejora la resistencia a las picaduras. Los carburos de Cr tienden a precipitar en la interface ferrita-austenita pero obteniendo el Cr de la ferrita en donde la difusión es más rápida y la homogeneización del Cr en la misma es mayor que si fuese austenita y por lo tanto la disminución de la concentración de Cr en el borde de grano no es tan pronunciada impidiendo la corrosión intergranular. Consecuentemente los aceros dúplex son usados en las más severas condiciones de temperatura y contenido de cloruros donde los inoxidables austeníticos sufren SCC, picaduras y corrosión en grietas.

Recordemos que los aceros inoxidables totalmente ferríticos generalmente resisten la SCC mejor que los austeníticos. Pequeñas adiciones de Ni aumentan la susceptibilidad a SCC. Los Aceros inoxidables dúplex son aceros con más Cr para mantener la resistencia a la corrosión de los aceros austeníticos y menos Ni para aumentar el contenido de ferrita con el objeto de aumentar la resistencia a SCC en medios con cloruros a alta temperatura. Por lo tanto los aceros dúplex son más resistentes a SCC que los austeníticos pero no totalmente inmunes. Las propiedades de los aceros dúplex son muy sensibles a variaciones en la composición química especialmente de cromo, molibdeno, níquel y nitrógeno. El molibdeno y el nitrógeno son importantes en determinar la resistencia a la corrosión por picaduras y grietas.

Los Aceros inoxidables dúplex son aceros con una resistencia a SCC intermedia entre los austeníticos y los ferríticos, la que disminuye con el trabajado en frío. Estos Aceros tienen más tenacidad que los ferríticos, debido a ello se los consigue en forma de chapa que se suelen usar para fabricar la placa-tubo de los intercambiadores de calor. Como desventaja se observa que para contenidos similares de Cr y Mo su resistencia a la corrosión en grietas es algo menor que los aceros ferríticos o austeníticos.

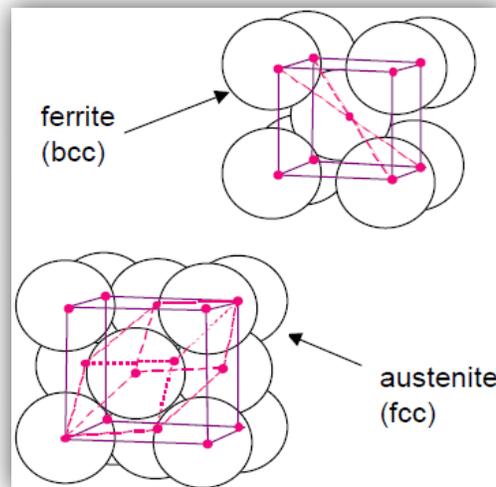


Figura 2.5. Estructura cristalina de las fases que componen al acero dúplex.
Fuente: Dúplex Stainless Steel, guide.

2.4.1 Clasificación de los Aceros Inoxidables Dúplex.

La familia de los aceros inoxidables dúplex se puede dividir en tres categorías:

Aceros **dúplex sin molibdeno**, aceros **dúplex 22Cr** (con 22% de cromo) y aceros **dúplex 25Cr** (con 25% de cromo). Los dúplex 22Cr han sido utilizados desde 1970 en las plataformas marinas, en la industria del petróleo. Desde la década del 80 los dúplex 25Cr (llamados superdúplex), de mayor resistencia mecánica, se han ido introduciendo gradualmente en ese campo.

La principal razón para evolucionar hacia los dúplex es el costo. Su menor porcentaje de níquel (un elemento caro) y una mayor resistencia mecánica, que permiten ahorrar hasta un 25% en peso, reducen el costo de una instalación. Otra razón es su superior resistencia a la corrosión localizada.

La tabla 2.2 muestra la composición química de los aceros dúplex 2205 y 2507.

Tabla 2.2. Composición química de los aceros dúplex 2205 y 2507.

Nombre	Cr	Ni	Mo	N	C	Mn	P	S	Si	Cu
2205	21 - 23	4.5 - 6.5	2.5 - 3.5	0.08 - 0.20	0.03	2	0.030	0.020	1	
2507	24 - 26	6 - 8	3 - 5	0.24 - 0.32	0.030	1.20*	0.035*	0.02*	0.8*	0.50

Fuente: Norma ASTM A479

2.4.2 Dúplex 2507

Pertenece al grupo de los aceros dúplex 25Cr o superdúplex con un 4% de molibdeno y un 0.27% de nitrógeno. El mayor contenido de cromo, níquel y molibdeno le confiere una mayor resistencia a la corrosión uniforme y corrosión por picadura y grietas, en ambientes de cloruro, con un número PREN = 42.5 superior al dúplex 2205, al 316 y 317. Su resistencia mecánica también es superior (S=108 ksi).

Si es recocido (1050-1125°C) y templado la aleación contiene 30-50% de fase ferrita y el resto es austenita. Los aceros dúplex son más susceptibles a la precipitación de carburos, entre granos de la aleación, que los aceros austeníticos. Sometido a un calentamiento de 700-1000°C puede haber formación de fase sigma y en el rango 325-520°C se puede tornar quebradizo. Sin embargo en las operaciones normales de soldadura y calentamiento la microestructura no forma ningún precipitado o fase que pueda producir fragilidad.

Se puede formar en caliente (1025-1200 °C) seguido de un recocido y templado. Para el formado en frío se requiere más esfuerzo que para los aceros austeníticos normales. Si una deformación en frío excede el 10% se recomienda un recocido. Un recocido para disolución de precipitados se debe aplicar como mínimo a 1050°C.

Tiene buena soldabilidad con las técnicas SMAW, TIG, PAW, SAW. Como material de relleno debe usarse un metal que preserve la estructura dúplex. [1]

2.4.2.1 Aplicaciones del Acero Dúplex 2507

- Plantas petroquímicas.
- Plantas desalinizadoras.
- Industria de petróleo y gas.
- Intercambiadores de calor.
- Estructuras en ambientes marinos.
- Equipos para purificación de gases de combustión.
- Sistemas de agua contra incendio en plataformas de perforación.

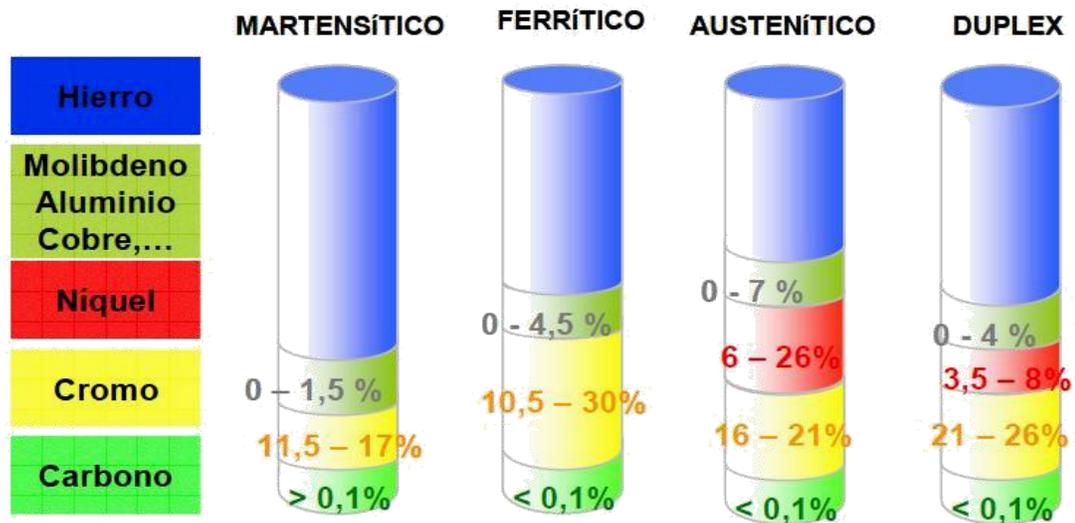


Figura 2.6. Composición química de las distintas familias de aceros inoxidables.
Fuente: Boletín técnico nro.1 de Arcelor Mirtal

2.5 LA CORROSIÓN

2.5.1 Generalidades

La corrosión puede definirse como el deterioro de un material o de sus propiedades, debido a la acción del medio ambiente que lo rodea. No obstante que otros materiales, además de los metales (madera, plásticos, etc.) pueden corroerse, el término se emplea especialmente al deterioro de metales. Algunas propiedades de los materiales pueden alterarse debido a la corrosión, lo cual suele ocasionar fallas inesperadas. Estos cambios pueden pasar inadvertidos en exámenes visuales y/o cambios de peso.

La causa de que un metal se corroa depende de la cantidad de energía que se le aplica a su mineral base para transformarlo en un metal comercial. La energía calorífica necesaria para extraer los metales de sus compuestos químicos naturales se almacena en el propio metal. Durante el proceso de corrosión, el metal revierte el proceso artificial para regresar a su estado natural. La velocidad de regreso del metal a su estado natural como mineral

es directamente proporcional a la cantidad de energía almacenada por él mismo. La cantidad de energía que se requiere y almacena varía de un metal a otro; es relativamente alta en metales como el magnesio, aluminio y hierro; y baja en metales como la plata y el oro; de ahí que la vulnerabilidad a la corrosión es más alta para el magnesio, aluminio y hierro, que para la plata y el oro.

El hierro es un buen ejemplo de este ciclo. La fuente más común de hierro es la hematita (óxido de hierro Fe_2O_3). El producto que resulta de la corrosión del hierro es el óxido; el cual tiene la misma composición química que la hematita. La energía que se requiere para convertir el hierro natural al hierro metálico, se revierte cuando el hierro se corroe para formar el mismo compuesto. Lo único que cambia es la velocidad de la liberación de la energía.

2.5.2 El Proceso Electroquímico de la Corrosión

La corrosión metálica puede clasificarse en dos grandes categorías: corrosión seca y corrosión húmeda. La seca tiene lugar con la ausencia de una etapa líquida, o abajo del punto de humedad del ambiente. En este caso, el metal reacciona con los vapores de gases naturales, usualmente a altas temperaturas, formando óxidos secos o escamas.

En la corrosión húmeda, el metal reacciona con soluciones acuosas. La corrosión por humedad es la causa de la mayor cantidad del deterioro de materiales. Se ha establecido perfectamente que la corrosión húmeda es regularmente una reacción electroquímica. En la Figura 2.7 se presentan los elementos que forman la celda electroquímica. La reacción electroquímica se define como la reacción química que requiere de transferencia de electrones o que requiere de un proceso de oxidación y reducción.[2]

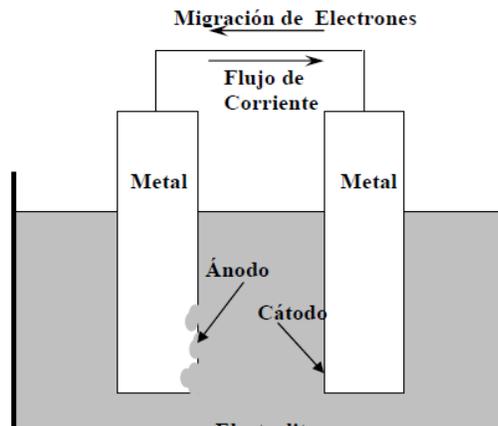
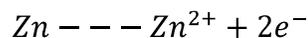


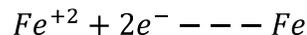
Figura 2.7. Celda electroquímica.

Fuente: Publicación técnica nro. 287 del IMT.

Reacción de Oxidación (Reacción Anódica): La reacción de oxidación consiste en producir electrones a partir de un metal que tiene electrones libres. Por ejemplo:

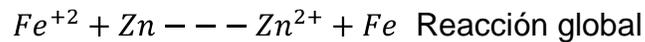


Reacción de Reducción (Reacción Catódica): La reacción de reducción consiste en el consumo de los electrones generados en la reacción de oxidación. Por ejemplo:



Reacción Global: La reacción de oxidación que es en la cual se generan electrones y la reacción de reducción que es en la cual se consumen, deben de ocurrir al mismo tiempo y al mismo nivel para que se lleve a cabo la reacción electroquímica. Por ejemplo:





Durante el proceso de corrosión, hay un flujo de electricidad desde ciertas áreas de la superficie del metal a otras áreas, a través de una solución (un electrolito) capaz de conducir electricidad. Los electrolitos conducen la electricidad debido a la presencia de iones, los cuales son átomos o grupos de átomos cargados positiva o negativamente en una solución. El término ánodo describe la superficie del metal desde la cual la corriente deja el metal para entrar a la solución; y ésta es el área donde la corrosión o disolución del metal se lleva a cabo.

El cátodo es la superficie del metal en la que la corriente deja la solución, y regresa al metal; no hay disolución del metal en el cátodo. El circuito se completa a través del metal mismo o afuera de la solución, mediante un conductor que une dos piezas del metal.

La oxidación o reacción anódica está marcada por el incremento en la valencia o en la producción de electrones. La disminución de la carga de valencia o el consumo de electrones significa una reducción, o reacción catódica. Las dos reacciones ocurren simultáneamente y a la misma velocidad en la superficie del metal. La velocidad de oxidación equivale a la velocidad de la reducción (producción y reducción de electrones). En algunas reacciones corrosivas, la oxidación se produce uniformemente en la superficie; mientras que en otros casos, ésta es localizada (ocurre en un área específica).[2]

2.5.3 Tipos de Corrosión.

Es conveniente clasificar la corrosión por las formas en la cual se manifiesta, las bases para esta clasificación será la apariencia del metal corroído.

a) Corrosión Galvánica o de Dos Metales:

Este es un tipo de corrosión electroquímica. Generalmente existe una diferencia de potencial entre dos metales diferentes cuando están sumergidos en una solución conductora o corrosiva. Si esos metales son puestos en contacto (mediante un conductor), esta diferencia de potencial produce un flujo de electrones entre ellos.

El metal menos resistente se corroe, actúa de ánodo y el más resistente hará de cátodo corroyéndose muy poco.



Figura 2.8. Corrosión galvánica en la camisa de un eje y en el prensa estopa de una bomba.

Fuente: <http://www.flickr.com>

b) Corrosión Filiforme.

Aunque no es inmediatamente visible, es un tipo especial de corrosión asociado a condiciones de estancamientos, grietas, hendiduras, etc. En la mayoría de los casos ocurre debajo de capas protectoras y por esta razón se les conoce también como corrosión bajo-capa. Es quizás el tipo más común de corrosión y se les encuentra frecuentemente en superficies esmaltadas, ó laqueadas de los envases de bebidas y alimentos que han sido expuestos a la atmosfera. No debilita o destruye a los componentes metálicos así como

tampoco contamina a los productos enlatados, ya que solo afecta a la apariencia superficial.

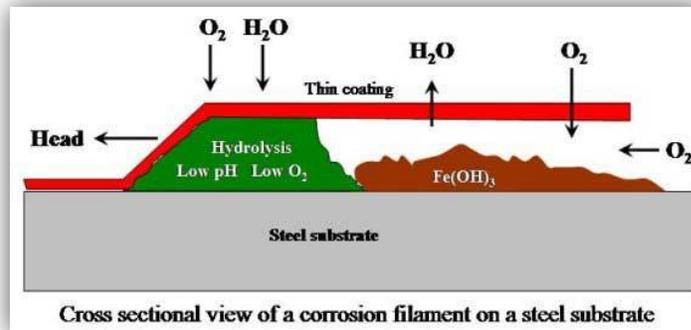


Figura 2.9. Corrosión Filiforme.
Fuente: <http://www.corrosionclinic.com>

c) Corrosión Uniforme.

El ataque uniforme es una de las formas más comunes de corrosión. Se caracteriza generalmente por una reacción química o electroquímica que procede uniformemente sobre la superficie total expuesta ó sobre una gran área de la misma.

El ataque uniforme sobre todas las formas de corrosión, representa la forma más destructiva para los materiales metálicos, en cuanto a consumo de material se refiere, sin embargo no es de gran preocupación desde el punto de vista técnico, porque la vida del equipo puede ser exactamente estimada, en base a comparaciones con simples ensayos.



Figura 2.10. Corrosión Uniforme.
Fuente: Indian Institute of Technology, Bombay.

d) Corrosión por Picaduras.

Esta es una forma de ataque extremadamente localizada que provoca huecos en el metal. Estos huecos pueden ser pequeños ó grandes en diámetro, pero en la mayoría de los casos son relativamente pequeños y algunas veces aislados ó muy estrechos semejando en este caso a una superficie rugosa.

Las picaduras generalmente crecen en la dirección de la gravedad. La mayor parte de ellas se desarrollan y crecen hacia abajo en dirección perpendicular de las superficies horizontales.



Figura 2.11. Corrosión por Picaduras.
Fuente: <http://ingenieriapro.blogspot.com>

e) **Corrosión en Grietas y en Condiciones estancadas.**

Es un tipo de corrosión intensamente localizado y frecuentemente ocurre dentro de grietas y otras áreas en superficies metálicas expuestas a corrosivos. Este tipo de ataque generalmente está asociado con pequeños volúmenes de soluciones estancadas causadas por grietas, huecos, depósitos superficiales, etc.



Figura 2.12. Corrosión por grietas.
Fuente: <http://materialsperts.com>

f) **Corrosión por Frotamiento.**

Es el tipo de corrosión que ocurre en áreas de materiales en contacto bajo carga sometidos a vibraciones y deslizamientos. Aparece el ataque como picaduras o surcos en el metal, rodeados por los productos de corrosión. Este ataque que es llamado también oxidación por fricción, oxidación aparente, escoriación y falso Brinell.



Figura 2.13. Corrosión por frotamiento.
Fuente: <http://materialsperts.com>

g) Corrosión por Esfuerzos.

Este tipo de corrosión se presenta cuando el material está sometido a cierto esfuerzo en un ambiente corrosivo, lo que ocasiona que el material se rompa o se fracture. Una vez que aparece este tipo de corrosión las únicas formas de prevenirla es degradando los esfuerzos sobre el material, controlando las condiciones del ambiente o aplicar una protección catódica.

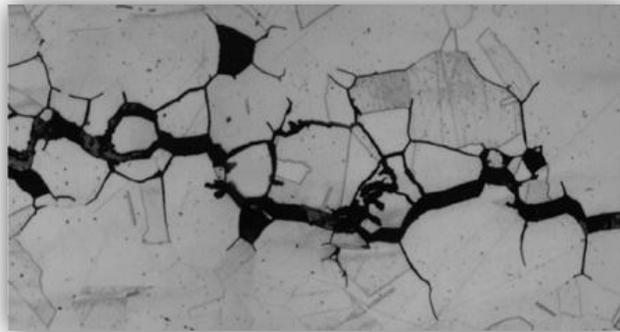


Figura 2.14. Corrosión por esfuerzos.

Fuente: <http://jolisfukyu.com>

h) Corrosión Selectiva.

Este tipo de corrosión tiene como principal característica, que solo uno de los elementos que forman la aleación es atacado preferencialmente. Algunas de las características con las que se pueden observar este tipo de corrosión son: Cambio de color de la aleación, se presenta porosidad y en algunas ocasiones se empieza a picar. La protección catódica se recomienda para prevenir la corrosión por ataque selectivo.

i) Corrosión por Erosión.

Es el incremento en la velocidad del ataque en un metal debido al movimiento relativo, entre el fluido corrosivo y la superficie del metal. En la mayoría de los casos este movimiento es muy rápido envolviendo efectos de aspecto mecánico o de abrasión. El metal es removido de la superficie en

forma de iones disueltos, o en forma de productos de corrosión sólidos, los cuales son mecánicamente arrastrados de la superficie del metal. Esta es caracterizada por la aparición de muescas, formas de canal, huecos redondeados, etc. que generalmente exhiben un modelo direccional.



Figura 2.15. Corrosión por erosión.
Fuente: <http://www.pairodcspro.com>

2.6 CORROSIÓN INTERGRANULAR.

La corrosión intergranular es un tipo de corrosión localizada que ocurre en las fronteras de grano del material. En condiciones normales, si un metal sufre de corrosión uniforme, las fronteras de grano solo serán un poco más reactivas que la matriz, pero bajo otras condiciones, las fronteras de grano pueden ser muy reactivas, lo que resultaría en una corrosión intergranular que traería como consecuencias la pérdida de resistencia del material e incluso la desintegración de las fronteras de grano. Este tipo de corrosión ocurre principalmente en aquellas aleaciones que en algún momento de un proceso al que sean sometidas, obtengan la oportunidad de formar carburos que precipiten en las fronteras de grano (sensibilización), la principal causa de esta precipitación es la temperatura. Para prevenir este tipo de corrosión se debe tener cuidado en los procesos que requieran de un cambio de temperatura.

El desorden relativo en las fronteras de grano proporciona una ruta rápida difusión, que es reforzada por exposición a temperaturas elevadas.

Por lo tanto, una variedad de cambios químicos pueden producirse preferentemente en las zonas de frontera de grano como la segregación de determinados elementos o compuestos, el enriquecimiento de un elemento de aleación o el agotamiento de un elemento cuando se precipita de la matriz y crecen preferentemente en esta región.

Cuando el ataque es grave, todo el grano puede ser desplazado por el deterioro completo de sus fronteras. Cuando una aleación se encuentra en la corrosión intergranular, su velocidad de pérdida de peso puede acelerar con el tiempo. Como el límite de grano se disuelve, los granos no afectados se ven socavados y se caen, lo que aumenta la velocidad de pérdida de peso.

La susceptibilidad a la corrosión intergranular no puede tomarse como una indicación general de una mayor susceptibilidad a otras formas de corrosión, como picaduras corrosión uniforme, etc. Así mismo, las pruebas de susceptibilidad al ataque intergranular no deben considerarse equivalentes a la evaluación de la resistencia a la corrosión generalizada y localizada.

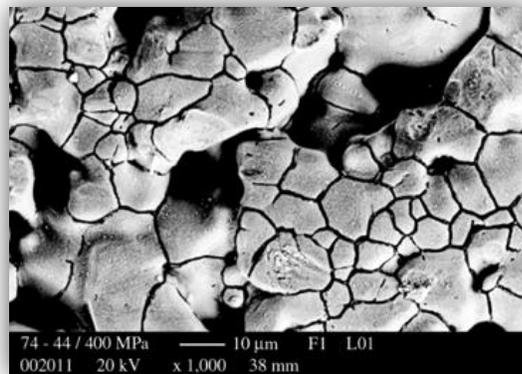


Figura 2.16. Corrosión intergranular en acero 316.

Fuente: <http://www.scielo.br>

2.6.1 Sensibilización.

Cuando los aceros inoxidables son sometidos a temperaturas entre 425°C y 850°C, el carbono y el cromo se combinan y precipitan como carburo de cromo (Cr₂₃C₆). Esta precipitación ocurre preferencialmente en los límites (contornos) de grano del material, lo que provoca un empobrecimiento de cromo en las regiones adyacentes a los mismos. El fenómeno es conocido como sensibilización y un material sensibilizado puede quedar con cantidades de cromo en solución sólida, en las adyacencias de los contornos de granos, tan bajas que esas regiones ya no tendrán resistencia a la corrosión de los aceros inoxidables. Los materiales sensibilizados, cuando están en contacto con determinados medios, en particular medios ácidos, sufrirán corrosión.

Este fenómeno es importante en soldadura ya que durante el ciclo térmico de soldado parte del material es mantenido en la franja crítica de temperaturas por lo tanto las zonas térmicamente afectadas por operaciones de soldado son particularmente sensibles a la corrosión.

2.7 CORROSIÓN EN EL ACERO INOXIDABLE DÚPLEX 2507.

a) Corrosión Uniforme.

Tiene excelente resistencia a la corrosión por ácidos inorgánicos y ácidos orgánicos como ácido fórmico y ácido acético. En ácido sulfúrico diluido, contaminado con 2000 ppm de cloruro, el dúplex 2507 tiene mayor resistencia a la corrosión (hasta 20% de ácido) que el acero 904L especialmente diseñado para el ácido sulfúrico puro y es superior al acero 254SMO, hasta 17% de ácido, como se ilustra en la curva de isocorrosión a 0.1 mm/año adjunta.

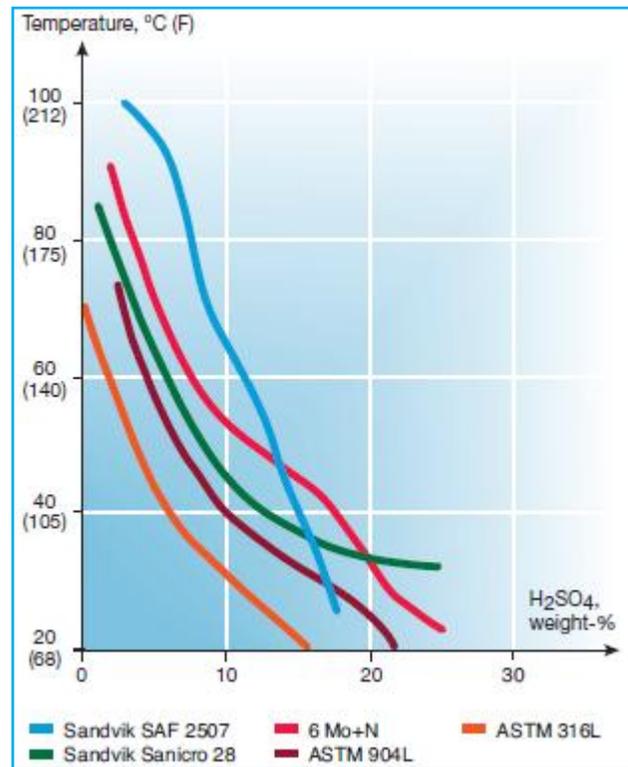


Figura 2.17 Diagrama de isocorrosión para el acero SAF 2507 en ácido sulfúrico en condiciones de estancamiento con 2000 ppm iones de cloruro (0.1mm/year, 4 mpy)

Fuente: Sandvick Dúplex Stainless steel

b) Corrosión por Picadura.

En pruebas con una disolución agresiva de 58.5 g/L de cloruro de sodio, la temperatura crítica de picadura CPT es para el acero 2507 (igual que para el acero 254SMO) superior a los 60°C del 904L, 50°C del 2205 y 18°C del 316L. Esta mayor resistencia a las picaduras por cloruro se debe al mayor nivel de cromo, molibdeno y nitrógeno.

c) Corrosión por Grietas.

En pruebas con una disolución de cloruro férrico 10% la temperatura crítica de corrosión por grieta CCT es para el acero 2507 de 43°C (igual que

para el acero 254SMO) superior a los 25°C del 2205, 18°C del 904L y 0°C del 316L.

d) **Corrosión Bajo Tensión.**

El cloruro puede producir corrosión bajo tensión especialmente a alta temperatura en los aceros inoxidables austeníticos. El acero 2507 por su estructura dúplex es mucho más resistente a este tipo de ataque que un acero austenítico. Las pruebas de laboratorio someten la muestra de material mantenida a 100°C y tensionada, a un constante goteo y evaporación de una disolución de cloruro de sodio. Aquél valor de tensión (L) que produce una falla del material a las 500 horas se registra y expresa como un porcentaje de la tensión de ruptura a 200°C del acero. En estas pruebas el 2507 resulta muy superior al acero 2205 (L=41%), al acero 316L (L=8%) y del mismo orden que el 904L (L=75%).

e) **Cracking por Sulfuro.**

La combinación de cloruro con sulfuro de hidrógeno es especialmente agresiva y conduce a corrosión bajo tensión o cracking en los aceros ferríticos y en ciertos aceros austeníticos. Este tipo de ambiente se encuentra en la producción de petróleo y gas natural. El acero dúplex 2507 tiene suficiente resistencia a este tipo de ataque si se cumplen ciertas condiciones: estado recocido hasta disolución, dureza por debajo de 32 HRC (Rockwell escala C), temperatura por debajo de 232°C y presión de sulfuro de hidrógeno por debajo de 1.5 psi (100 mbar). [1]

2.8 EVALUACIÓN DE LA CORROSIÓN.

Se ha demostrado que la mejor forma de evaluar la resistencia a la corrosión con la que cuenta un elemento, es aquella en la se expone a su ambiente de trabajo y después de un tiempo se evalúa la cantidad de corrosión que se genero. Desgraciadamente, este tipo de prueba no se utiliza ya que la inversión y el tiempo que se requiere es muy elevado, por lo tanto, se han generado diversos tipos de pruebas que requieren dependiendo de la prueba, una menor inversión y un período de tiempo menor. Entre estas técnicas se encuentran las siguientes:

- Cambio en las dimensiones de la pieza.
- Pérdida de peso en la pieza.
- Cantidad de resistencia eléctrica.
- Determinación de las características electroquímicas.

2.8.1 Evaluación por Pérdida de Peso en la Pieza.

Este tipo de prueba es la más utilizada en la actualidad debido a su gran eficacia y a la sencillez para realizarla. Esta técnica consiste en exponer la pieza en un ambiente de prueba por cierto período de tiempo y después evaluar la cantidad de material que se pierde por la corrosión. El tiempo que se expone la pieza, la pérdida de peso, el área de la pieza y la densidad del material, son los parámetros que se consideran para realizar esta prueba y obtener la cantidad de corrosión con la que cuenta la aleación.

Con el paso del tiempo, la forma de expresar la cantidad de corrosión que adquiere un elemento en un cierto período de tiempo se ha ido desarrollando. En el año 1945 Fontana y Green propusieron la expresión de milésimas de pulgada de penetración por año, que es una de las mayormente usadas hasta ahora. Así tenemos:

$$W = w_i - w_f \quad (1)$$

Donde:

W: Pérdida de peso en gramos (g).

w_i : Peso inicial en gramos (g).

w_f : Peso final en gramos (g).

$$mpy = \frac{534 \cdot W}{D \cdot A \cdot T} \quad (2)$$

En donde:

mpy: Milésimas de pulgada por año.

D: Densidad de la muestra en gramo/cm^3 .

A: Es el área de la muestra en pulgadas^2 .

W: Pérdida de peso gramos

T: Tiempo de exposición en horas.

Por otra parte la norma ASTM A-262 en su práctica B calcula la velocidad de corrosión por medio de la siguiente ecuación:

$$\text{milímetros por mes} = \frac{7290 \times W}{a \times t \times d} \quad (3)$$

En donde:

t: tiempo de exposición en horas (h).

A: área en cm^2 .

W: Pérdida de peso gramos (g).

d: Densidad en g/cm^3 .

La tabla 2.3 muestra la clasificación de la velocidad de corrosión.

Tabla 2.3. Clasificación de la velocidad de corrosión

Clasificación de la velocidad de corrosión	
Velocidad de Corrosión	Ejemplos
< 2mpy	Industria de alimentos, medicina, que requieran alto grado de pureza(mínima formación de óxidos formados)
2-5 mpy	Productos de alto control
5-10 mpy	Baja velocidad de corrosión
10-50 mpy	Especificaciones de ingeniería en relación al costo
>50 mpy	Elevada velocidad de corrosión. Inaceptable

Fuente: V.J. Guanipa, 2007

2.9 ANALISIS ESTADISTICO

2.9.1 Desviación Estándar.

Esta medida nos permite determinar el promedio aritmético de fluctuación de los datos respecto a su punto central o media. La desviación estándar nos da como resultado un valor numérico que representa el promedio de diferencia que hay entre los datos y la media. Para calcular la desviación estándar basta con hallar la raíz cuadrada de la varianza, por lo tanto su ecuación sería:

$$(\delta)^2 = \sum_{i=1}^n X_i^2 - nX^{-2} \quad (4)$$

En donde:

δ : Desviación estándar (g)

X_i : Pérdida de peso de la muestra (g)

n: Cantidad de muestras.

X: Promedio de la pérdida de peso.

2.10 CORROSIÓN EN LA INDUSTRIA QUÍMICA.

La mayoría de los problemas de corrosión que a diario se encuentran, deben su influencia ó implican de algún modo a los ácidos minerales ó a sus derivados. El uso general de los mismos los coloca en una posición importante con respecto a los costos y la destrucción por corrosión.

En algunos casos la corrosión aumenta ó disminuye con la concentración del ácido. Por esta razón es de interés tener conocimientos sobre el comportamiento de estos ácidos como fuentes de corrosión.

2.11 EL ACIDO SULFÚRICO.

Es el ácido de mayor producción en escala mundial. Usado directa ó indirectamente en casi todas las industrias y de consumo vital en la economía de cualquier país. La mayor parte del ácido producido es hecho llegar al consumidor en las concentraciones de 78%, 93% y Óleum (ácido sulfúrico al 104%).

Es un medio complejo, reductor a bajas concentraciones (por debajo del 50%) y oxidante a altas concentraciones (mayores del 80%), cambiando estos límites con la temperatura. Es importante destacar la influencia de impurezas como:

- Las impurezas oxidantes (Fe^{3+} , Al^{3+} , ...) y la aireación aumentan, en general, la resistencia a la corrosión de los aceros.
- Las impurezas reductoras y despasivantes, como los iones cloruro, producen disminuciones drásticas de la resistencia a la corrosión.

Los usos principales son:

- Para la producción de ácido clorhídrico.
- Para la producción de otros reactivos y sus derivados.

- Depurador de acero y otros metales.
- En la producción de fertilizantes.
- En la producción de tinturas.
- En la producción de Drogas.
- En la producción de pigmentos.
- En la producción de explosivos.
- En refinerías de petróleo, etc.

2.11.1 Comportamiento de los Aceros Austeníticos y Dúplex en Acido Sulfúrico.

En la figura 2.18 se muestra el diagrama de isocorrosión para varios aceros inoxidable austeníticos en medio sulfúrico puro. Los aceros inoxidable superaustenítico 254 SMO y 654 SMO presentan una buena resistencia en este medio, aunque a concentraciones del 96 % de ácido, estos aceros presentan una resistencia a la corrosión limitada y la velocidad de corrosión excede 0.1 mm/año a una temperatura aproximada de 303 K (30W).

El diagrama de isocorrosión para ácido sulfúrico con 2000 ppm de cloruros se muestra en la figura 2.19 Se aprecia como el acero inoxidable superaustenítico 654 SMO es el más resistente, a pesar de que su resistencia, en este medio, ha disminuido y la diferencia entre los diferentes aceros inoxidable austeníticos con los que se compara es más pronunciada.

En ensayos realizados con concentraciones del 95% de ácido (condiciones que se producen en las plantas productoras de ácido sulfhídrico), a temperaturas de 363 K (900C), el acero inoxidable superdúplex UR 52N4 es comparado con aceros inoxidable austeníticos (25% de Cr, 22% de Ni, 2% de Mo) mostrando a esta temperatura un comportamiento similar.

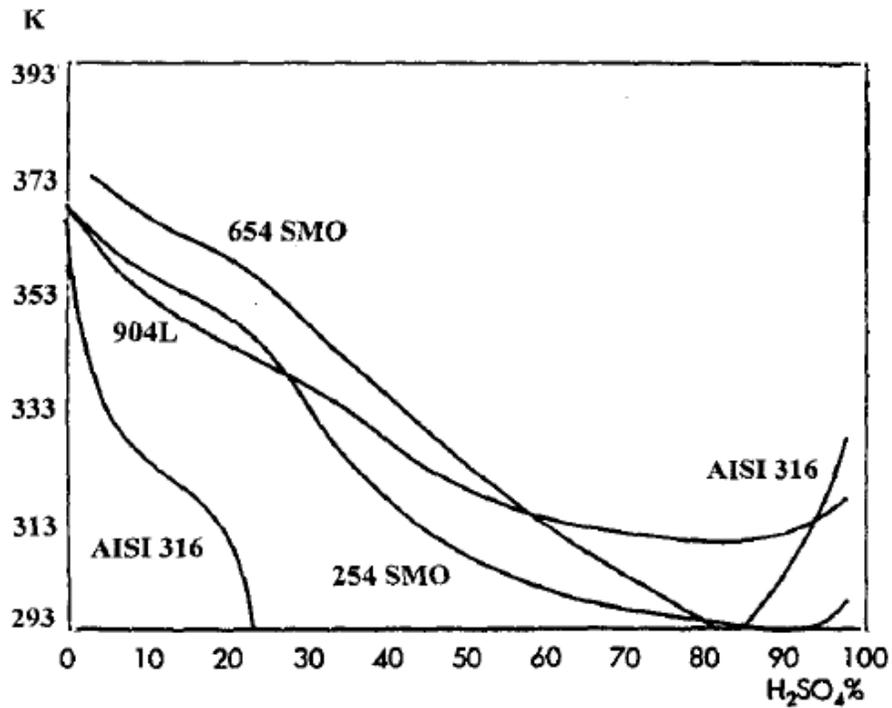


Figura 2.18. Diagrama de isocorrosión en medio de ácido sulfúrico.
Fuente: María López, tesis doctoral, Universidad Complutense de Madrid.

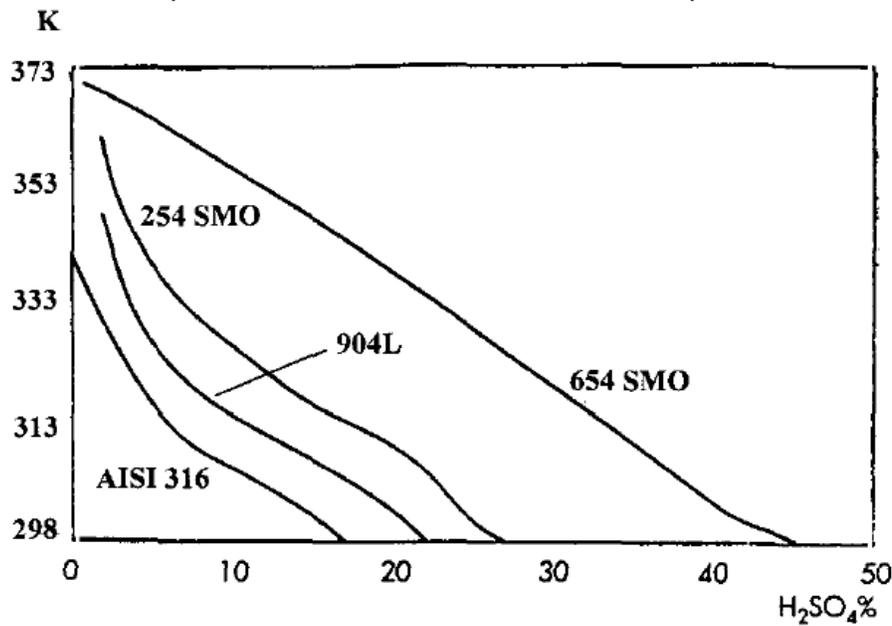


Figura 2.19. Diagrama de isocorrosión en medio de ácido sulfúrico con 2000 ppm de cloruros.
Fuente: María López, tesis doctoral, Universidad Complutense de Madrid.

En general, tanto en medio de ácido sulfúrico puro como en ácido sulfúrico contaminado con cloruros, los aceros inoxidable superaustenítico presentan la mayor resistencia a la corrosión, mientras que los aceros inoxidable superdúplex presentan un comportamiento superior a los aceros inoxidable austeníticos convencionales. [3]

2.12 LA ELECTROEROSION.

2.12.1 Principios de Funcionamiento

Se podría definir la electroerosión como un proceso de mecanizado que utiliza la energía suministrada a través de descargas eléctricas entre dos electrodos para eliminar material de la pieza de trabajo, siendo ésta uno de los electrodos. Al electrodo que hace las funciones de herramienta se le suele denominar simplemente electrodo mientras que al electrodo sobre el cual se desea llevar a cabo el arranque se le conoce como pieza de trabajo.

La posibilidad de mecanizar piezas utilizando como herramienta un hilo conductor en movimiento continuo cae dentro de la denominada electroerosión por hilo. Si el movimiento del hilo está controlado por un sistema de control numérico con cinco grados de libertad, las posibilidades de mecanización de geometrías complejas aumentan.

2.12.2 Equipos de Electroerosión

Los equipos de electroerosión tienen una serie de componentes básicos que a grandes rasgos, podrían encuadrarse en:

- Electrodo.
- Pieza de trabajo.

- Fluido dieléctrico.
- Sistema de filtrado y bombeo de dieléctrico.
- Generador de corriente eléctrica.
- Sistema de movimiento del electrodo o mecanismo de avance.

Las características de cada uno de estos componentes dependen directamente del equipo al que van destinados y del tipo de pieza a mecanizar. Se distinguen básicamente tres grandes grupos de máquinas de electroerosión, las que tienen un electrodo sólido que entra dentro del material para mecanizarlo, que se denominan máquinas de penetración o electroerosión por penetración. Las que utilizan un electrodo de hilo, que atraviesa el material a mecanizar de forma similar a como lo haría una sierra, que forman el grupo de máquinas de electroerosión por hilo, y las rectificadoras por electroerosión donde se ha sustituido la muela de la rectificadora por un electrodo.

Las cualidades que se buscan en el material de la herramienta son:

- Alta conductividad eléctrica.
- Alta conductividad térmica.
- Alto punto de fusión.
- Facilidad de mecanizado.
- Coste bajo.

2.12.3 Electroerosión por hilo

Como ya se ha indicado, una posibilidad de electroerosión es la que utiliza un hilo metálico móvil como electrodo, de forma similar a como funcionan las sierras de hoja continua. El hilo puede estar realizado con cobre, cobre aleado, molibdeno o wolframio, y típicamente tiene un diámetro de 0,25

o 0,5 mm. La relación de desgaste no tiene ningún valor puesto que el hilo se utiliza solamente una vez y avanza a una velocidad comprendida entre 2,5 y 150 mm/s.

La electroerosión por hilo es más parecida a un proceso de corte con sierra: la velocidad de arranque del material es área de la superficie cortada por unidad de tiempo. Los valores típicos para corte por hilo oscilan en torno a 43 mm²/min.

Las máquinas más modernas están incrementando la velocidad de corte. Cuando se utilizan máquinas de electroerosión, las tolerancias dimensionales están en el rango de 10⁻³ mm. La electroerosión por hilo se utiliza frecuentemente para el pulido o acabado final de aparatos de medida de tolerancias dimensionales. Es un proceso que industrialmente se denomina de superacabado. En estas condiciones, lógicamente, las máquinas deben trabajar en condiciones muy ajustadas de temperatura y humedad.

CAPÍTULO 3

Marco Metodológico

3.1 NIVEL DE LA INVESTIGACIÓN.

El siguiente trabajo de grado comprende la evaluación descriptiva y experimental del comportamiento microestructural y mecánico de los aceros inoxidable dúplex 2507 y austenítico 316L en medio ácido a diferentes temperaturas, para lo cual se debe seguir una serie de pasos lógicos que contribuyan al cumplimiento de los objetivos propuestos. Para su desarrollo se requiere de revisión bibliográfica proveniente de tesis, boletines informativos, páginas web etc., relacionados con el área de materiales y corrosión, que ayuden a sustentar las bases teóricas de la investigación.

3.2 DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN.

Aplicando estrategias de investigación documental y experimental se realizara la evaluación de dos aceros inoxidable (Dúplex 2507 y Austenítico 316L) sometidos a un medio corrosivo a diferentes temperaturas, a través de ensayos de laboratorio relativamente cortos (120h) que permitirán establecer conclusiones en función a su comportamiento microestructural y mecánico.

3.3 METODOLOGÍA DEL TRABAJO.



Figura 3.1. Flujograma de la metodología a seguir.

3.3.1 Adquisición del material

El acero dúplex 2507 , comercialmente es presentado en distintas formas; en este caso, la adquisición del mismo fue en barra cilíndrica de 30 mm de diámetro por una longitud de 2 metros y el austenítico 316L en plancha de 50x50x2mm.

Tabla 3.1 Composición química del acero dúplex 2507

Cr	Mo	Si	Mn	P	S	Ni	N	C	Cu
25,15	3,91	0,33	0,77	0,017	0,0006	6,96	0,282	0,014	0,11

Fuente: Certificate No. A/06-060956. SANDVIK

Tabla 3.2 Composición química del acero austenítico 316L

C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	N
0.030	2	0.045	0.030	0.75	16 – 18	10 - 14	2 - 3	0.10

Fuente: ASTM A240 / A240M – 04a

3.3.2 Mecanizado del Material

A partir de la barra de acero dúplex 2507 y la plancha de acero austenítico 316L se elaboraran las muestras, las cuales tendrán forma circular con un área superficial de 7 cm² y 2mm de espesor de acuerdo a lo establecido en las normas ASTM G04 y ASTM A262, ver figura 3.2.

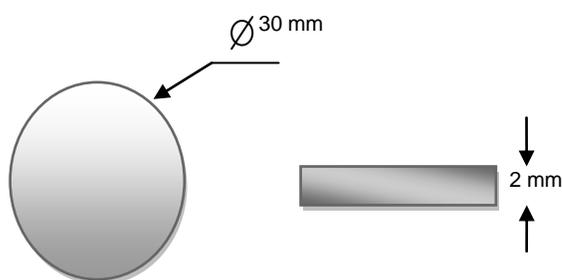


Figura 3.2 Muestra para ensayo de corrosión

53 Evaluación de la susceptibilidad al ataque intergranular en aceros inoxidable dúplex 2507 y austenítico 316L sometidos a sulfato férrico – ácido sulfúrico al 96,5% a 30°C, 45°C y ebullición

El corte de las mismas será efectuado a través de electroerosión o Mecanizado por Descarga Eléctrica “EDM” (Por su nombre en ingles, (*Electrical Discharge Machining*), con el equipo mostrado en la figura 3.3, llamado ROBOFIL 290, cuyos datos técnicos se describen en la tabla 3.3.

Tabla 3.3 Datos técnicos Máquina de electroerosión

Dimensiones externas máquina	1800 x 1600 x 2180 mm
Peso máquina	2190 Kg
Recorridos	X400 Y250 Z200 U400 V250 mm
Dimensiones máxima pieza	850 x 500 x200 mm
Peso máxima pieza	500 Kg
Tipo de C.N.C	CSL2 (PC integrado)

Fuente: Promecor 2, C.A.



Figura 3.3 Máquina de electroerosión de hilo (inyección de agua)

Fuente: Promecor 2, C.A.

3.3.3 Población y Muestra

Para la realización de los ensayos se contó con una población de 36 muestras en total, dieciocho (18) dúplex 2507 y dieciocho (18) austenítico 316L, en concordancia con la norma ASTM A 262. Ver tabla 3.4

Tabla 3.4 Cantidad y condición de las muestras ensayadas

Temp.(°C) \ Acero	Dúplex	Austenítico
30	6	6
45	6	6
Ebullición	6	6

Para la caracterización se utilizaron 2 muestras de cada acero como se puede observar en la tabla 3.5:

Tabla 3.5 Cantidad y condición de las muestras caracterizadas

Condición \ Acero	Dúplex	Austenítico
Sin sensibilizar	1	1
Sensibilizado	1	1

La identificación de las mismas se realizó a través de un código alfanumérico ubicado en la parte externa de cada balón o vaso de precipitado (vicker) según fuese el ensayo, con la finalidad de evitar marcas en la muestra que pudieran afectar los resultados. Ver figura 3.4.

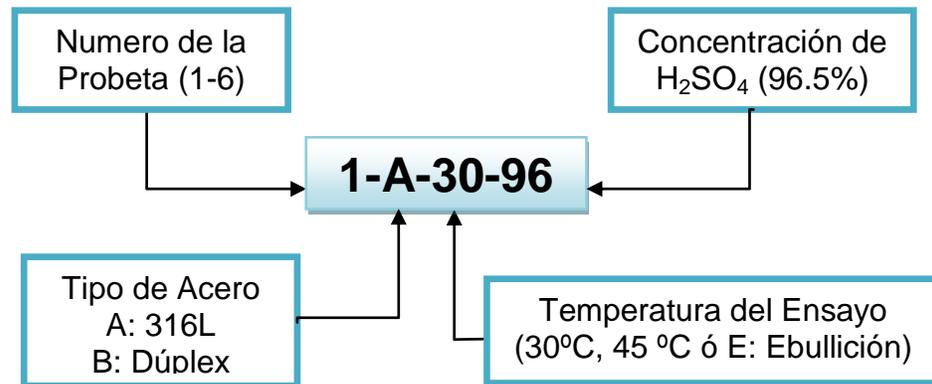


Figura 3.4. Código Alfanumérico utilizado en la identificación de las muestras.

3.3.4 Sensibilización y Pesaje inicial

Según lo establecido en la norma ASTM A262-02, se realizó un tratamiento térmico de sensibilizado para hacer el material más vulnerable, de manera que precipiten los carburos de cromo en el borde de grano. Este tratamiento consiste en calentar en un horno a 675°C durante 1h las muestras a ensayar. Dicho tratamiento se realizó en un horno eléctrico marca LINN ELECTRO THERM con una máxima de operación de 1100°C. (Ver figura 3.5).

Previo a la exposición al medio se pesaron todas las muestras a ensayar, para ello se realizó un desbaste grueso de la superficie con lija 180 con el propósito de quitar cualquier impureza que presentara el material.

Por cada pesaje se calculo un tiempo de cinco a diez segundos de manera que se estabilizara el valor arrojado por la balanza mostrada en la figura 3.5:



Figura 3.5 Balanza analítica digital
Fuente: www.laspectra.com

La tabla 3.6 muestra los datos de la balanza utilizada para realizar el pesaje de las muestras.

Tabla 3.6 Datos de placa de la balanza utilizada

Marca	Modelo	Capacidad	Sensibilidad
METTLER	AE160	65g	0,0001

3.3.5 Exposición al Medio Corrosivo

El medio corrosivo estuvo formado por 1200ml de solución de ácido sulfúrico-sulfato ferrico al 96,5% de concentración, preparado según norma ASTM A262 como sigue:

- Se midieron 800ml de agua destilada en un graduado de 1000ml y se introdujeron en un matraz Erlenmeyer.
- Luego se midieron 472ml de ácido sulfúrico de grado reactivo (96,5% de concentración), en un graduado de 500ml; se añadieron lentamente al agua en el Erlenmeyer para evitar la ebullición brusca por el calor desprendido.
- Por otra parte se pesaron 50g de sulfato férrico de grado reactivo (contiene aproximadamente el 75% $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ tres) y se le agregó a la solución de ácido sulfúrico, de esta manera se preparó toda la solución necesaria para la realización de los tres experimentos, desarrollados de la siguiente manera:

3.3.5.1 1er Experimento: Exposición de doce probetas, 6 Dúplex y 6 Austenítico 316L en H_2SO_4 a 96,5% de concentración y 30°C durante 120h.

Se utilizaron 2 vickers de 500ml con su respectivo vidrio de reloj y se le agregó 200ml de solución con agitación constante para promover un ataque uniforme sobre la superficie.

57 Evaluación de la susceptibilidad al ataque intergranular en aceros inoxidables dúplex 2507 y austenítico 316L sometidos a sulfato férrico – ácido sulfúrico al 96,5% a 30°C, 45°C y ebullición

- Tipo de Acido: Sulfúrico H_2SO_4
- Concentración del acido: 96.5%
- Volumen de Acido utilizado P/Vicker: 74.2138 ml
- Volumen de agua destilada utilizada P/Vicker: 125.7861 ml
- Cantidad de Sulfato Férrico utilizado P/Vicker: 7.861 g
- Cantidad y tipo de recipiente Utilizado: 2 Vickers de 500 ml
- Cantidad de Vidrio de reloj utilizados: 2
- Temperatura de la solución: 30°C

3.3.5.2 **2do Experimento:** Exposición de doce probetas, 6 Dúplex y 6 Austenítico 316L en H_2SO_4 a 96,5% de concentración y 45°C durante 120h

Se utilizaron 4 vickers de 200ml con sus respectivos vidrios de reloj, cada uno con 75ml de solución, para el calentamiento de la solución se utilizo una plancha eléctrica. ver figura 3.6

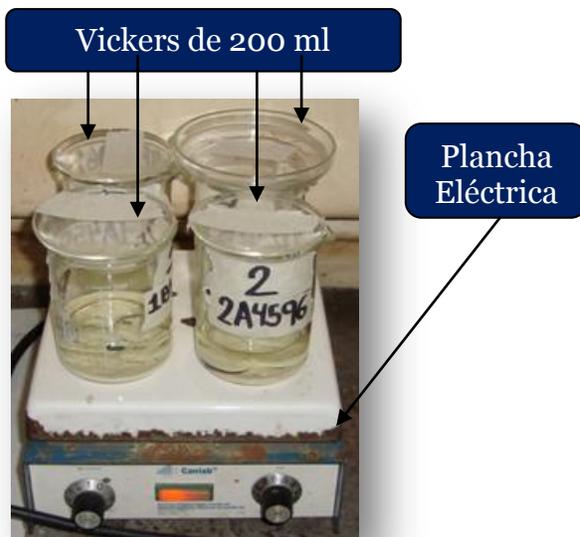


Figura 3.6 Montaje segundo Experimento

- Tipo de ácido: Sulfúrico H_2SO_4
- Concentración del ácido: 96.5%
- Volumen de Ácido utilizado p/vicker: 27,8301 ml
- Volumen de agua destilada utilizada p/vicker: 47,1698 ml
- Cantidad de Sulfato Férrico utilizado p/vicker: 2,9481 g
- Cantidad y tipo de recipiente Utilizado: 4 Vickers de 200 ml
- Cantidad de Vidrio de reloj utilizados: 4
- Temperatura de la solución: 45°C

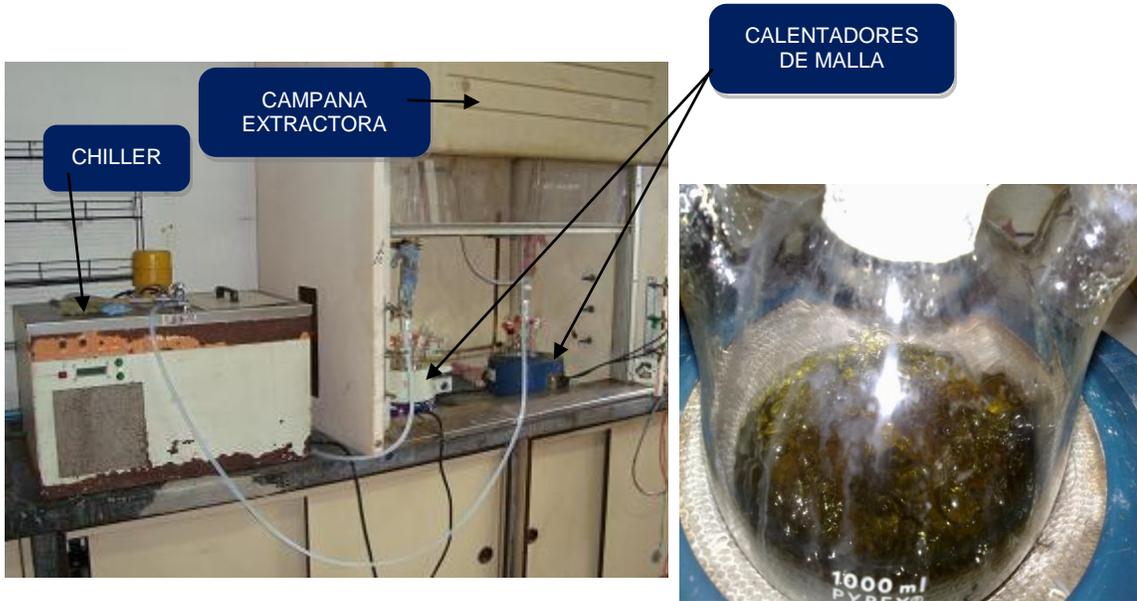
3.3.5.3 Tercer Experimento: Exposición de doce probetas, 6 Duplex y 6 Austenítico 316L en H_2SO_4 a 96,5% de concentración en ebullición durante 120h.

Se utilizaron 2 balones de vidrio (1000ml y 500ml) para depositar la solución ácida, 2 tubos refrigerantes para controlar el volumen de la solución, 2 calentadores tipo malla y 1 chiller para proporcionar agua fría para los tubos refrigerantes. Ver figuras 3.7 y 3.8



Figura 3.7 Balones de vidrio utilizados en el experimento

La cantidad de solución por balón fue 250ml y la temperatura de enfriamiento del sistema fue de 8°C.



Montaje

Solución en ebullición

Figura 3.8 Montaje del tercer experimento.

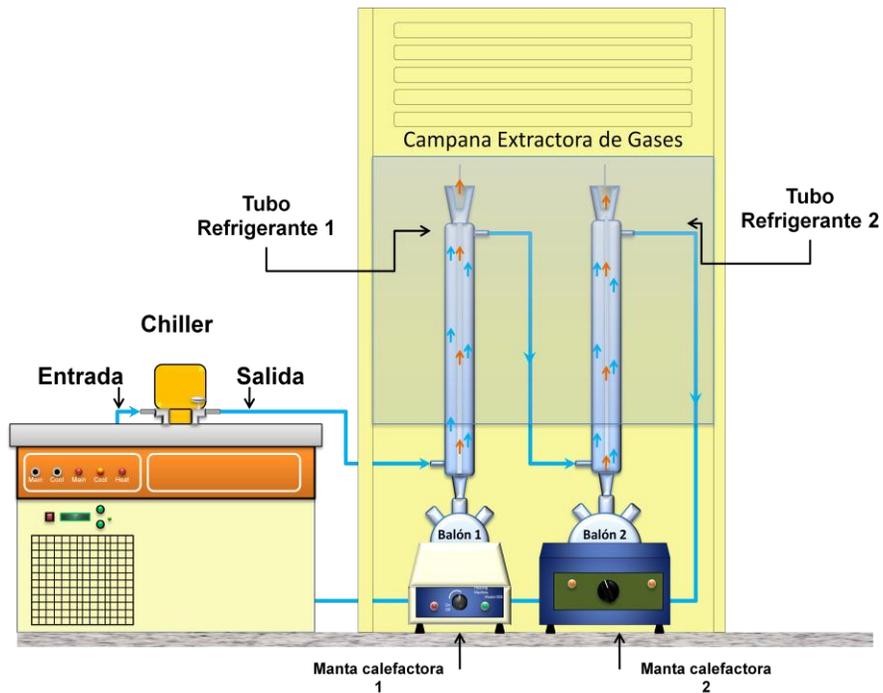


Figura 3.9 Esquema del Montaje realizado en el tercer experimento.

Éste tercer experimento fue una adaptación (si consideramos los requerimientos de la norma ASTM A262), ya que no se contaba con ciertos materiales de vidrio. Sin embargo resultó más eficiente debido a que la pérdida de solución acida producto de la evaporación fue despreciable y no hubo necesidad de reponer solución como lo indica la norma. Esta adaptación consistió en la sustitución del solhlex por un tubo refrigerante y el vicker por un balón de destilación, además se utilizaron mallas eléctricas para el calentamiento en vez de planchas eléctricas.

Luego de transcurridas las 120 horas de cada ensayo se procedió a sacar las probetas de la solución para realizarles una limpieza química según la norma ASTM G 1-90.

Esta limpieza química consiste básicamente en sumergir las probetas por un tiempo determinado en un reactivo que ataque la zona corroída, es considerado como un simple lavado, previo a la preparación metalográfica y que ayuda a remover la corrosión superficial del material. El reactivo en cuestión es una mezcla de 1000ml de agua destilada, 100ml de ácido nítrico y 20ml de ácido fluorhídrico, preparados en el mismo orden. Este ataque se realizó por diez minutos y luego se agregó etanol y se secó cada una de las muestras.

3.3.6 Preparación Metalográfica y Pesaje final.

Idealmente la superficie de la muestra a ensayar debería ser idéntica a la superficie real que se va a poner en uso, sin embargo esto es casi imposible ya que las superficies de los metales comerciales varían según sean producidas y manipuladas, de tal manera que es necesario preparar la superficie para remover impurezas, óxidos o cualquier raya que presente el material, este proceso es conocido como preparación metalográfica y en nuestro caso se ejecuto en tres pasos: desbaste grueso, desbaste medio y desbaste fino o pulido final.

En el primer paso se utilizó papel de lija 240, 320, 400 y 600 (en ese mismo orden) aplicando agua como lubricante y por un tiempo de cinco minutos (5 min) por papel, todo esto con la ayuda del banco de desbaste que se muestra en la figura 3.10



Figura 3.10 Banco de desbaste grueso

Tabla 3.7 Datos de placa de la debastadora

Marca	Modelo
Buelhler	ECOMET II

Luego se procedió a la ejecución del desbaste medio, en éste paso se busca eliminar las rayas y la deformación producida por los desbastes con lija. Se utilizó alúmina 0.05 micras y paño de seda por un tiempo de 5 minutos por probeta.

Finalmente se procedió a realizar el pulido final, en este paso se eliminan por “completo” las rayas, y las deformaciones de la superficie. Aquí se logra un acabado óptimo para el análisis de la muestra. En nuestro caso se utilizó un paño de pelo corto (mastermex o microcloth) con alúmina de 0.05 micras por un tiempo de 5 minutos por probeta. Los desbastes medios y finos

se realizaron con la ayuda del banco de pulido que se observa en la figura 3.11.



Figura 3.11 Banco de pulido

En los dos últimos pasos los paños eran limpiados con agua después de cada pulido, para impedir que la siguiente probeta se rayara por los residuos dejados en el desbaste anterior.

Posterior a cada pulido la probeta se rociaba con etanol y se secaba inmediatamente para ser colocada en un desecador con el fin de evitar la oxidación por la atmosfera.

De esta manera las probetas quedaron listas para pesarlas y realizarles el ataque químico que ayudo a revelar la microestructura y así poder realizar los análisis respectivos.

La solución utilizada para el ataque del acero dúplex fue Bisulfito de sodio para el acero dúplex (*50ml de H₂O destilada+15ml de HCL+ 1g Na₂S₂O₅*) y agua regia (*15ml de HCL+5ml de HNO₃*) para el austenítico, los tiempos de ataque para el acero dúplex y austenítico fueron de 8s y 20s respectivamente.

Una vez atacada la muestra se procedía a observarla en el microscopio para verificar que el ataque fuera uniforme y que estuviera revelada la

63 Evaluación de la susceptibilidad al ataque intergranular en aceros inoxidables dúplex 2507 y austenítico 316L sometidos a sulfato férrico – ácido sulfúrico al 96,5% a 30°C, 45°C y ebullición

microestructura completamente. En algunos casos se sobre ataco la superficie, de tal manera que fue necesario regresar al banco de pulido para realizar el proceso nuevamente. Para el pesaje final se utilizo la misma balanza digital Marca: METTLER.

3.3.7 Microscopia Óptica

El proceso de observación de la microestructura de las muestras se llevo a cabo con el microscopio que se observa en la figura 3.12:



Figura 3.12 Microscopio óptico

Tabla 3.8 Datos de placa microscopio óptico.

Marca	Modelo	Capacidad	Año	Fecha de verificación
Unión	MC 86267	50-1000x	1994	Marzo 2009

Fuente: Elaboración propia.

Se tomaron cuatro fotos por probeta, con resoluciones de 100x, 200x, 400x y 1000x, considerando las zonas con mayor detalle para la caracterización y las más afectadas para los análisis de corrosión.

3.3.8 Ensayo de Microdureza Vickers (HV)

El ensayo de microdureza Vickers (método especificado en la norma ASTM 384-89), emplea como cuerpo penetrador, un diamante con forma de pirámide equilátera con ángulo diedro de 136°, el cual es presionado sobre el material bajo una determinada carga (valores entre 25 y 1000 gramos-fuerza).

La dureza Vickers HV ha de considerarse como una dureza plástica ya que se ha determinado a partir de la huella permanente o residual, es decir sobre la deformación plástica, obtenida en la superficie del material después de la penetración.

Los ensayos de dureza Vickers se realizaron tanto en las muestras corroídas como en las muestras originales, utilizando una carga de 25g durante 5s.

Para los aceros austeníticos se realizó un promedio de 5 indentaciones por muestras, en algunos casos hubo que realizar un par de indentaciones más, ya que se obtenían valores muy dispersos. De igual manera se hizo con los aceros dúplex, pero considerando que éste tiene dos fases (austenita-ferrita), hubo que realizarles 5 indentaciones por zona. En resumen se obtuvieron 10 indentaciones para el acero dúplex y 5 para el acero austenítico, valores que sirvieron para promediar y comparar.

La realización de los ensayos se llevó a cabo mediante el Microdurómetro marca BUEHLER, modelo Indentamet 110, que se observa en la figura 3.13



Figura 3.13 Microdurómetro digital Vickers.

3.3.9 Microscopia de barrido y EDX

Esta evaluación nos permite observar con mayor detalle la microestructura de los aceros, así como también obtener información relacionada a la composición química. Para este estudio se utilizó un microscopio Philips de alta resolución perteneciente al Instituto Universitario de Tecnología (I.U.T), ubicado en Los Teques Edo. Miranda, el mismo posee detectores acoplados de electrones secundarios (se), electrones retrodispersados (bse), difracción de electrones retrodispersados (ebsd) y espectroscopía de rayos x por dispersión de energía (edx). Dicha evaluación se realizó en todas las probetas (incluyendo las condiciones originales), obteniendo un promedio de 4 fotos por condición y considerando las zonas más afectadas por el ácido, ver figura 3.14



Figura 3.14. Microscopio Electrónico de barrido.
Fuente: Instituto Universitario de Tecnología (I.U.T)

Tabla 3.9 Datos de placa del microscopio electrónico de barrido.

Marca	Modelo	Resolution at optimum condition	Accelerating voltage
Philips	<i>XL30 S FEG Scanning Electron Microscope</i>	<i>1.5nm</i>	<i>200 V – 30 kV</i>
Magnification range		Working distance	Tilt range
<i>X 80 - X 800,000</i>		<i>1-50mm</i>	<i>-10° to + 45°, EDX</i>
Energy resolution		Element analysis range	
<i>130eV</i>		<i>B-U</i>	

Fuente: Instituto Universitario de Tecnología (I.U.T)

CAPÍTULO 4

RESULTADOS Y DISCUSION

En esta sección se pretende comentar y discutir los resultados obtenidos una vez que las muestras de acero austenítico 316L y acero Dúplex 2507 fueran sometidas al tratamiento térmico de sensibilización y luego expuestas a las temperaturas de 30°C, 45°C y ebullición, durante 120h en sulfato férrico – ácido sulfúrico al 96,5% de concentración.

4.1 Evaluación de la pérdida de peso y la velocidad de corrosión para los aceros inoxidable expuestos a sulfato férrico – ácido sulfúrico al 96.5%

Con el propósito de obtener una medición cuantitativa del comportamiento de las muestras ensayadas, y así poder evaluar la pérdida de peso, se utilizó la ecuación número tres (1).

De igual manera se calculó la velocidad de corrosión para las muestras de ambos aceros por medio de la ecuación número (3).

Las tablas 4.1 a la 4.6 presentan los pesos iniciales y finales de las muestras evaluadas, así como la pérdida de peso y velocidades de corrosión obtenidas para cada uno de los ensayos realizados. También se muestran los

valores de desviación estándar de la pérdida de peso y velocidad de corrosión para cada uno de los ensayos con el fin de precisar si los valores promedios obtenidos son una muestra representativa de los mismos, dicha desviación fue calculada a partir de la ecuación cuatro (4):

Tabla 4.1. Pérdida de peso promedio para el acero austenítico 316L y acero Dúplex 2507 expuestos a 30°C

Tipo de Acero	Código	Peso Inicial (g)	Peso Final (g)	Pérdida de Peso (g)	Pérdida de Peso Promedio (g)
Austenítico 316 L	1A3096	11,3963	11,3633	0,0330	0,0329
	2A3096	11,4006	11,3566	0,0440	
	3A3096	11,3617	11,3243	0,0374	
	4A3096	11,3695	11,3325	0,0370	
	5A3096	11,3804	11,3565	0,0239	
	6A3096	11,3867	11,3645	0,0222	
Dúplex 2507	1B3096	10,9556	10,8815	0,0741	0,0803
	2B3096	10,9745	10,8976	0,0769	
	3B3096	10,9536	10,8643	0,0893	
	4B3096	10,9746	10,8852	0,0894	
	5B3096	10,9310	10,8567	0,0743	
	6B3096	10,9689	10,8912	0,0777	
Área inicial de la probeta en cm ²	Desviación Estándar de la pérdida de peso del acero 316L		Desviación Estándar de la pérdida de peso del acero dúplex		Tiempo de Exposición (h)
7,068583471	0,0084		0,0072		120

En la tabla 4.1 se observa que las muestras de acero dúplex 2507 presentan una mayor pérdida de peso durante la exposición a 30 °C en comparación con las muestras de acero 316L. Siendo la pérdida de peso promedio de estos 0,0803 g y 0,0329 g respectivamente, es decir 0.0474 g de diferencia.

Considerando que la velocidad de corrosión es una función de la pérdida de peso del material, se verifica mediante la tabla 4.2 que el acero dúplex tiene mayor velocidad de corrosión promedio que el austenítico 316L.

Tabla 4.2. Velocidad de corrosión promedio y desviación estándar para el acero austenítico 316L y Dúplex 2507 expuestos a 30°C

Tipo de Acero	Código	Velocidad de Corrosión (mm/mes)	Velocidad de Corrosión Promedio (mm/mes)	Desviación Estándar
Austenítico 316 L	1A3096	0,0179	0,0179	0,0045
	2A3096	0,0239		
	3A3096	0,0203		
	4A3096	0,0201		
	5A3096	0,0130		
	6A3096	0,0120		
Dúplex 2507	1B3096	0,0403	0,0436	0,0038
	2B3096	0,0418		
	3B3096	0,0485		
	4B3096	0,0486		
	5B3096	0,0404		
	6B3096	0,0422		

En las figuras 4.1 y 4.2 muestran las curvas de comportamiento de la pérdida de peso para el acero austenítico 316L y dúplex 2507 sometidos a 30°C. La desviación estándar de la pérdida de peso para el acero austenítico 316L es $\sigma=0,0084$ g y $\sigma=0,0072$ g para el dúplex 2507. Se puede apreciar

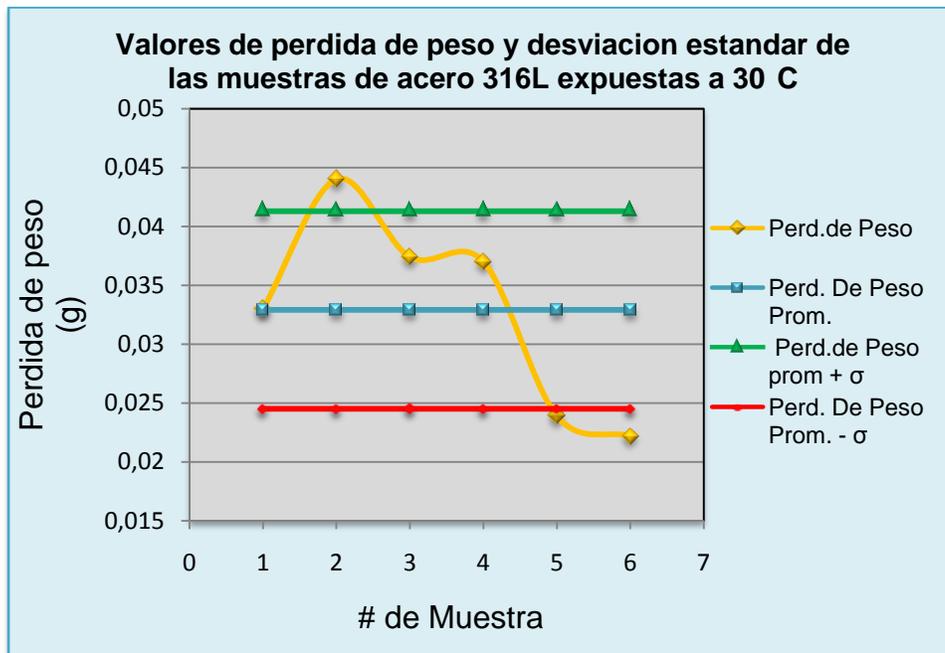


Figura 4.1. Curva de pérdida de peso y desviación estándar de las muestras de acero 316L expuestas a 30 °C.

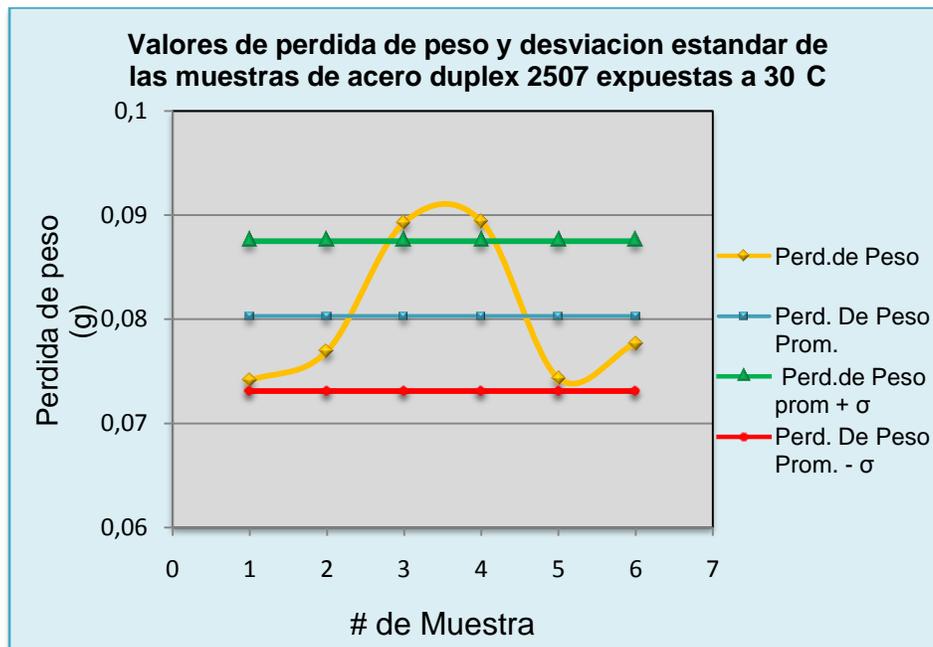


Figura 4.2. Curva de pérdida de peso y desviación estándar de las muestras de acero dúplex expuestas a 30 °C.

Tabla 4.3. Pérdida de peso promedio para el acero austenítico 316L y acero Dúplex 2507 expuestos a 45 °C

Tipo de Acero	Código	Peso Inicial (g)	Peso Final (g)	Pérdida de Peso (g)	Pérdida de Peso Promedio (g)
Austenítico 316 L	1A4596	11,3532	11,2301	0,1231	0,1129
	2A4596	11,3354	11,2152	0,1202	
	3A4596	11,3179	11,2178	0,1001	
	4A4596	11,3440	11,2325	0,1115	
	5A4596	11,3286	11,2165	0,1121	
	6A4596	11,3450	11,2345	0,1105	
Dúplex 2507	1B4596	10,9667	10,8385	0,1282	0,1285
	2B4596	10,9758	10,8532	0,1226	
	3B4596	10,9574	10,8343	0,1231	
	4B4596	10,9710	10,8318	0,1206	
	5B4596	10,9524	10,8267	0,1257	
	6B4596	10,9710	10,8391	0,1319	
Área inicial de la probeta en cm ²	Desviación Estándar de la pérdida de peso del acero 316L		Desviación Estándar de la pérdida de peso del acero dúplex		Tiempo de Exposición (h)
7,068583471	0,0081		0,0042		120

En la tabla 4.3 se observa que las muestras de acero dúplex 2507 presentan una pérdida de peso ligeramente superior a la del acero 316L durante la exposición a 45 °C, pero a su vez la pérdida de peso para ambos aceros es mayor comparado con el ensayo anterior. El acero dúplex tiene una velocidad de corrosión promedio de 0.0681 mm/mes y el acero 316L 0,0614 mm/mes. Ver tabla 4.4

Tabla 4.4. Velocidad de corrosión promedio y desviación estándar para el acero austenítico 316L y Dúplex 2507 expuestos a 45°C

Tipo de Acero	Código	Velocidad de Corrosión (mm/mes)	Velocidad de Corrosión Promedio (mm/mes)	Desviación Estándar
Austenítico 316 L	1A4596	0,0669	0,0614	0,0044
	2A4596	0,0653		
	3A4596	0,0544		
	4A4596	0,0606		
	5A4596	0,0609		
	6A4596	0,0601		
Dúplex 2507	1B4596	0,0697	0,0699	0,0022
	2B4596	0,0666		
	3B4596	0,0669		
	4B4596	0,0656		
	5B4596	0,0683		
	6B4596	0,0717		

En las figuras 4.3 y 4.4 se muestra el comportamiento de los valores de pérdida de peso para el acero 316L y acero dúplex 2507 respectivamente, para el ensayo a la temperatura de 45°C.

La desviación estándar para el acero austenítico 316L es $\sigma=0,0081$ y $\sigma=0,0042$ para el dúplex 2507, de igual manera que el ensayo anterior los valores se mantienen dentro de los límites de pérdida de peso, lo que significa que son valores representativos.

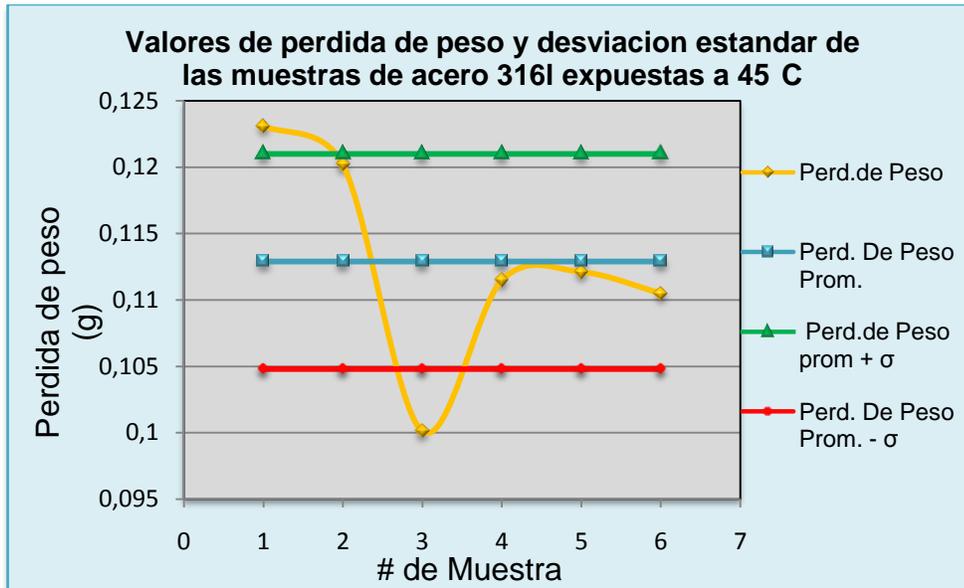


Figura 4.3 Curva de pérdida de peso y desviación estándar de las muestras de acero 316L expuestas a 45 °C.

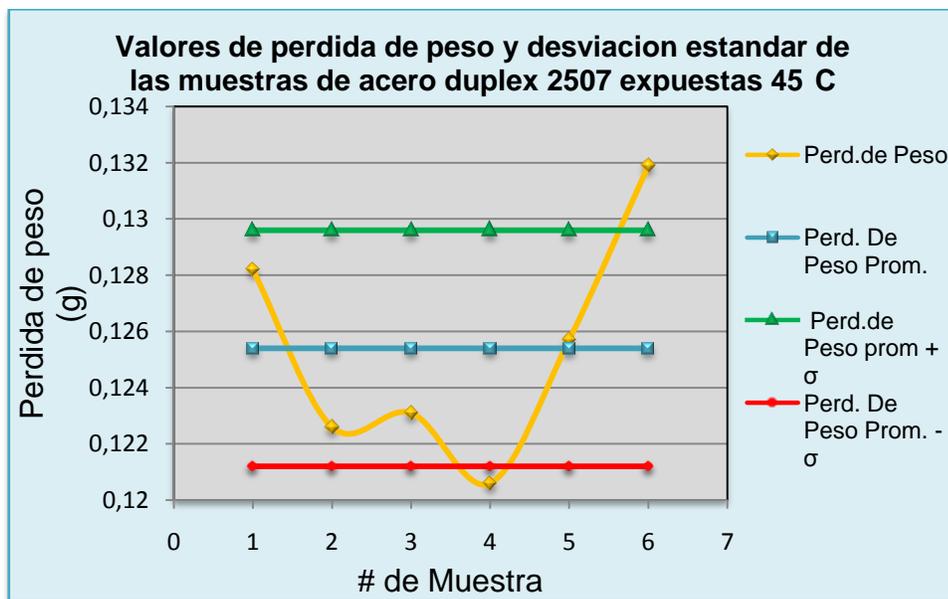


Figura 4.4. Curva de pérdida de peso y desviación estándar de las muestras de acero dúplex 2507 expuestas a 45 °C.

Tabla 4.5 Pérdida de peso promedio para el acero austenítico 316L y acero Dúplex 2507 expuestos a temp. de ebullición (137°C)

Tipo de Acero	Código	Peso Inicial (g)	Peso Final (g)	Pérdida de Peso (g)	Pérdida de Peso Promedio (g)
Austenítico 316 L	1AE96	11,3356	10,9856	0,3500	0,3703
	2AE96	11,3218	10,9900	0,3318	
	3AE96	11,3476	10,9200	0,4276	
	4AE96	11,3445	10,9823	0,3622	
	5AE96	11,3623	10,9734	0,3889	
	6AE96	11,3289	10,9677	0,3612	
Dúplex 2507	1BE96	10,9644	9,5034	1,4610	1,4370
	2BE96	10,9590	9,5345	1,4245	
	3BE96	10,9439	9,5167	1,4272	
	4BE96	10,9483	9,5078	1,4405	
	5BE96	10,9267	9,4934	1,4333	
	6BE96	10,9582	9,5228	1,4354	
Área inicial de la probeta en cm ²	Desviación Estándar de la pérdida de peso del acero 316L	Desviación Estándar de la pérdida de peso del acero dúplex	Tiempo de Exposición (h)		
7,068583471	0,0337	0,0131	120		

En la tabla 4.5 se observa que las muestras de acero dúplex 2507 presentan una mayor pérdida de peso durante la exposición a la temperatura de ebullición de 137 °C en comparación con las muestras de acero 316L. Siendo la pérdida de peso promedio de estos 1.4370 g y 0,3703 g respectivamente, lo que significa una diferencia de 1.0667g. Por su parte la velocidad de corrosión sigue siendo mayor en el acero dúplex.

Tabla 4.6. Velocidad de corrosión promedio y desviación estándar para el acero austenítico 316L y Dúplex 2507 expuestos a temp. de ebullición (137 °C)

Tipo de Acero	Código	Velocidad de Corrosión (mm/mes)	Velocidad de Corrosión Promedio (mm/mes)	Desviación Estándar
Austenítico 316 L	1AE96	0,1903	0,2014	0,0183
	2AE96	0,1804		
	3AE96	0,2325		
	4AE96	0,1970		
	5AE96	0,2115		
	6AE96	0,1964		
Dúplex 2507	1BE96	0,7947	0,7816	0,0071
	2BE96	0,7748		
	3BE96	0,7763		
	4BE96	0,7835		
	5BE96	0,7796		
	6BE96	0,7807		

Las figuras 4.5 y 4.6 muestran el comportamiento de los valores de pérdida de peso para el acero 316L y acero dúplex 2507 respectivamente para el ensayo a la temperatura de ebullición (137°C.)

Para ambos casos la desviación estándar es mínima, $\sigma=0,0337$ para el acero 316L y $\sigma=0,0131$ para el dúplex 2507, estando la mayor parte de los valores de pérdida de peso cercanos a los promedios. Por lo cual estos promedios representan el comportamiento de las muestras.

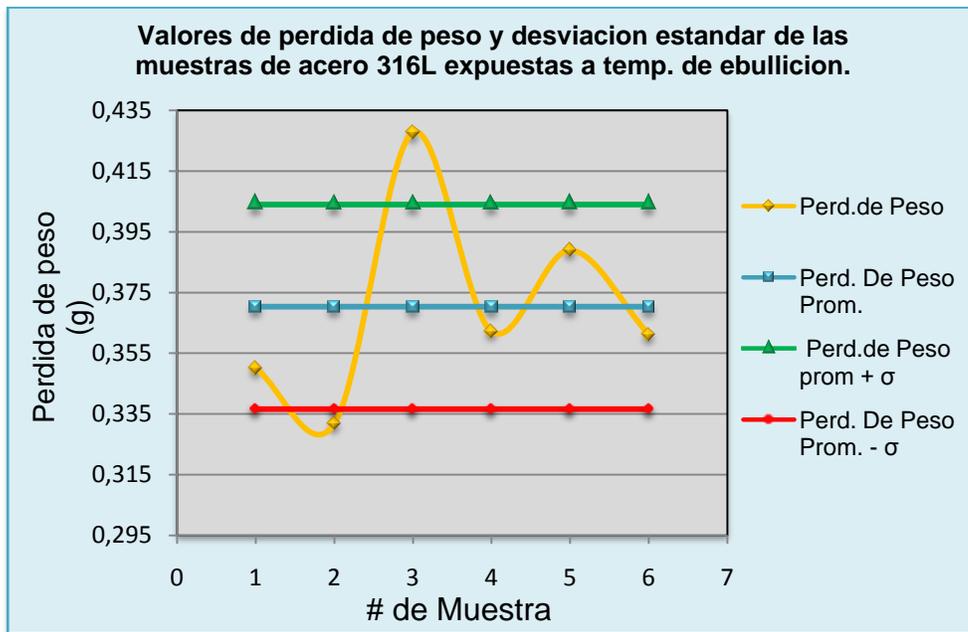


Figura 4.5. Curva de pérdida de peso y desviación estándar de las muestras de acero 316L expuestas a temp. de ebullición (137°C).

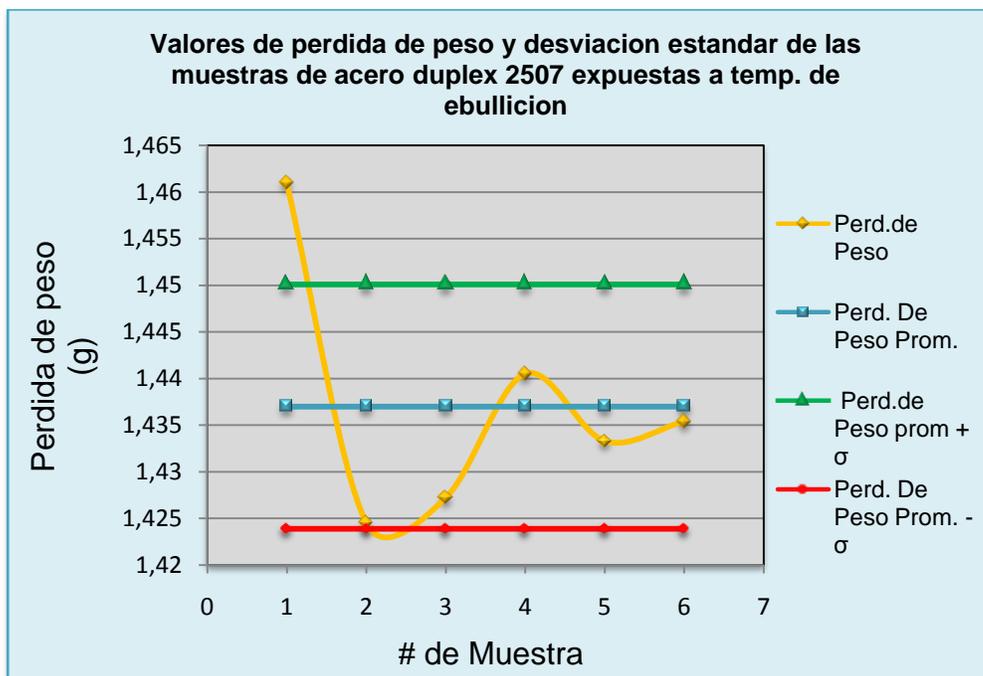


Figura 4.6. Curva de pérdida de peso y desviación estándar de las muestras de acero dúplex 2507 expuestas a temp. de ebullición (137°C).

De acuerdo a los datos presentados en las tablas anteriores se obtienen los gráficos comparativos de la pérdida de peso promedio y velocidad de corrosión promedio entre ambos aceros.

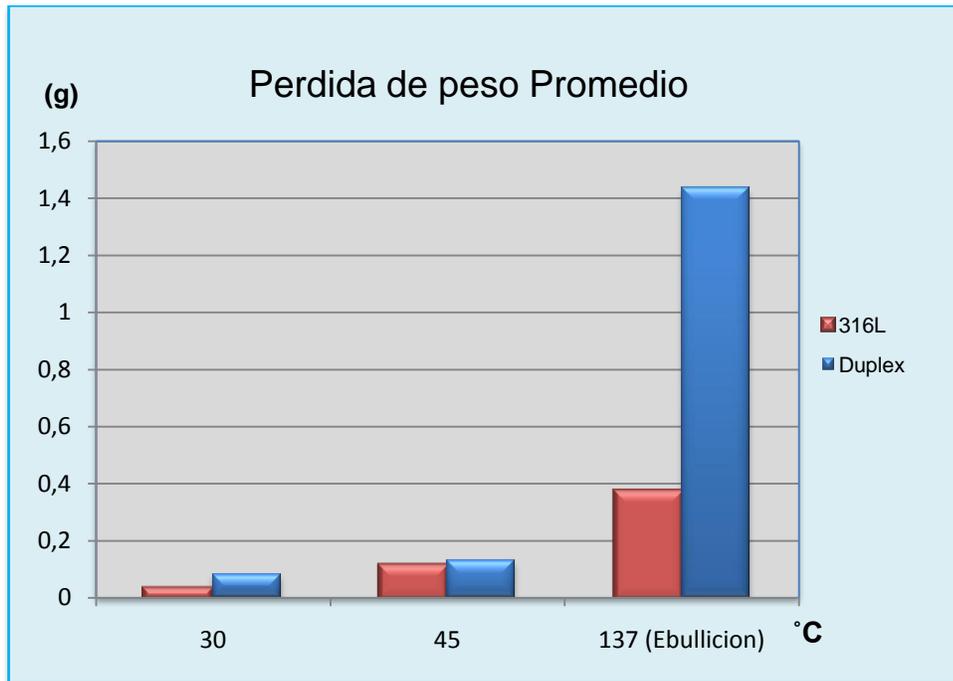


Figura 4.7. Pérdida de peso promedio entre el acero Dúplex 2507 y acero 316L.

Gráficamente se observa mejor como el acero dúplex en todo momento pierde más peso que el acero austenítico 316L

Por otra parte se puede calcular la pérdida de masa promedio en ambos aceros para la condición más crítica (temp. Ebullición), utilizando la ecuación cinco (5):

$$Perdida\ de\ masa\ prom.\ (\%) = \left(\frac{Prom.peso\ inicial\ (g) - Prom.peso\ finaln\ (g)}{Prom.peso\ inicial\ (g)} \right) \times 100 \quad (5)$$

Para el acero austenítico:

$$\text{Pérdida Prom. de masa(\%)} = \left(\frac{11,3401 - 10,9698}{11,3401} \right) \times 100$$

$$\text{Pérdida Prom. de masa(\%)} = \mathbf{3,26\%}$$

Para el acero Dúplex:

$$\text{Pérdida Prom. de masa(\%)} = \left(\frac{10,95 - 9,5131}{10,95} \right) \times 100$$

$$\text{Pérdida Prom. de masa(\%)} = \mathbf{13,12\%}$$

Como se observan en las expresiones anteriores, los valores de porcentaje de pérdida de masa promedio ratifican que el acero dúplex pierde mayor peso, con una diferencia de pérdida de masa porcentual de 10 puntos.

En la figura 4.8 se presentan los valores de velocidad de corrosión promedio para ambos aceros.

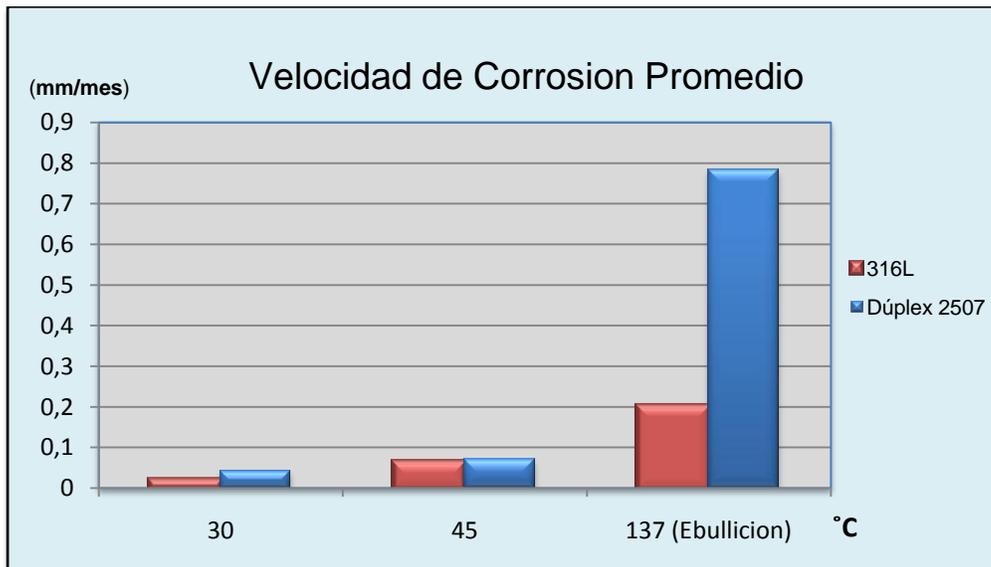


Figura 4.8. Velocidad de corrosión promedio entre el acero Dúplex 2507 y el acero 316L.

El parámetro que aporta mayor información en el tema de la corrosión es la pérdida de peso, ya que a partir de ella se calcula la velocidad de corrosión. En nuestro estudio se realizaron tres ensayos y la tendencia fue que a mayor temperatura mayor pérdida de peso, y que el acero dúplex perdió más peso en todo momento. *John F. Grubb* en 2008, obtuvo que el dúplex 2205 presentó, mayor resistencia a la corrosión que el austenítico 316L.

4.2. Evaluación de la microestructura a través de imágenes de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (MEB).

A fin de encontrar aspectos que pudieran diferenciar los aceros en estudio, se realizó un análisis microestructural detallado, a partir de imágenes de microscopía óptica y MEB de cada acero.

4.2.1 Muestras del material Original.

En primer lugar, en la figura 4.9 se muestra la microestructura del material original del acero 316L, en las cuales se comprueba la presencia de la fase austenítica típica de este material, también se observan claramente los planos de macla, propios del proceso de fabricación. Así mismo se observan granos de tamaño refinado y ausencia de carburos de cromo en los límites de grano.

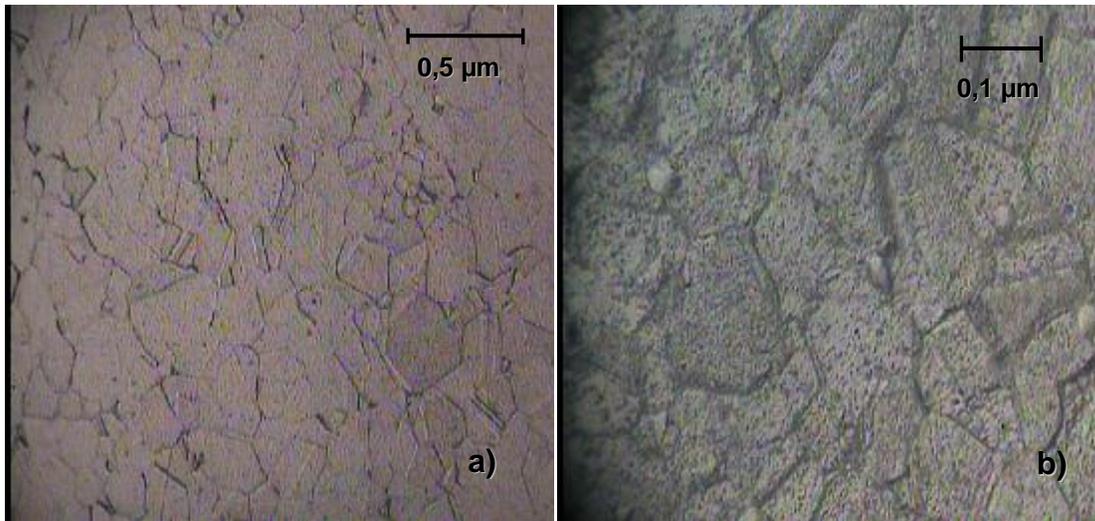


Figura 4.9 Microscopia óptica acero austenítico 316L condición original a) 400X b) 1000X.

Luego en la figura 4.10 se muestra la microestructura del material original del acero dúplex 2507, donde observa una morfología equilibrada de las dos fases componentes, esto es, ferrita (zonas oscuras) y austenita (zonas claras). Se puede observar también que los granos de ferrita, de menor tamaño ocupan los espacios disponibles entre la austenita.

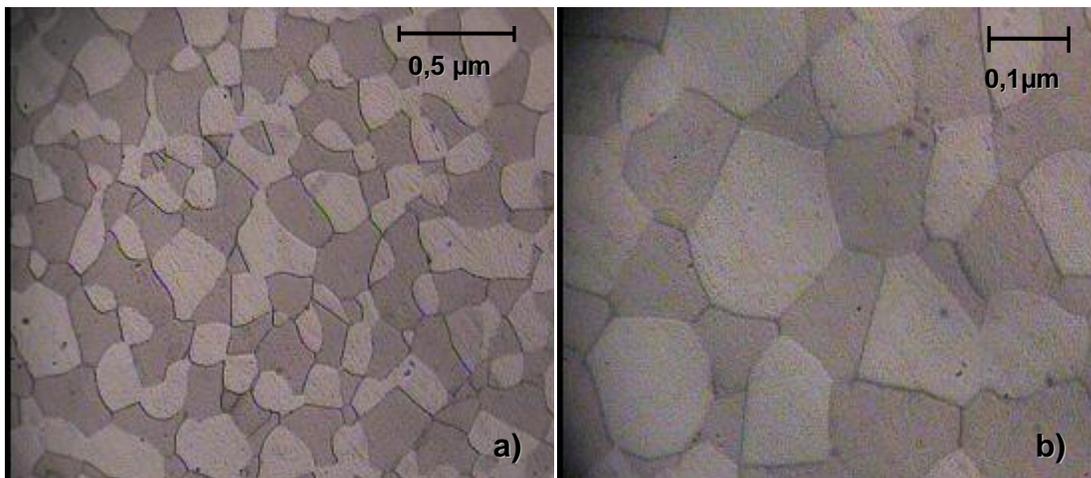


Figura 4.10 Microscopia óptica acero Dúplex condición original a) 400X b) 1000X.

4.2.2. Muestras sensibilizadas.

Con el objetivo de hacer el material mas vulnerable al medio corrosivo se realizo un tratamiento de termico de sensibilizado como se indico en el capitulo anterior, en las figuras 4.11 y 4.12 se pueden observar la presencia de posibles carburos de cromo en las frontera de grano.

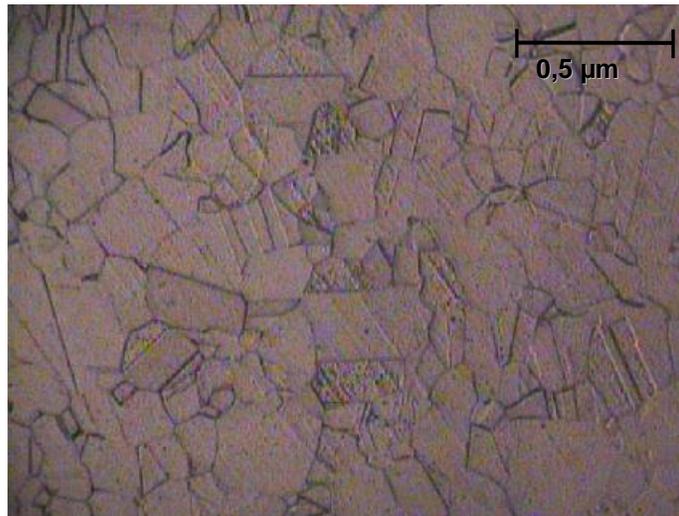


Figura 4.11 Microscopía óptica acero austenítico 316L a 400X con tratamiento de sensibilizado.

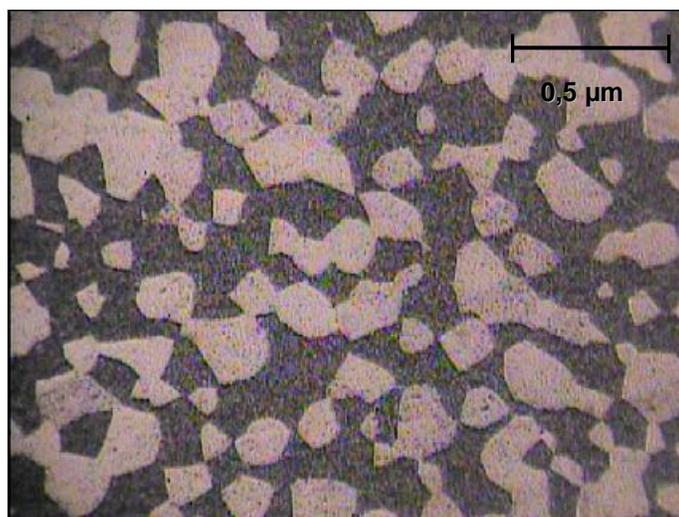


Figura 4.12 Microscopía óptica acero Dúplex 2507 a 400X con tratamiento de sensibilizado.

4.2.3. Muestras de aceros inoxidable sometidos a 30°C

En la figura 4.13 se observa una matriz de granos austenítico en perfectas condiciones, con tamaños de grano heterogeneos y gran cantidad de planos macla característicos de este material.

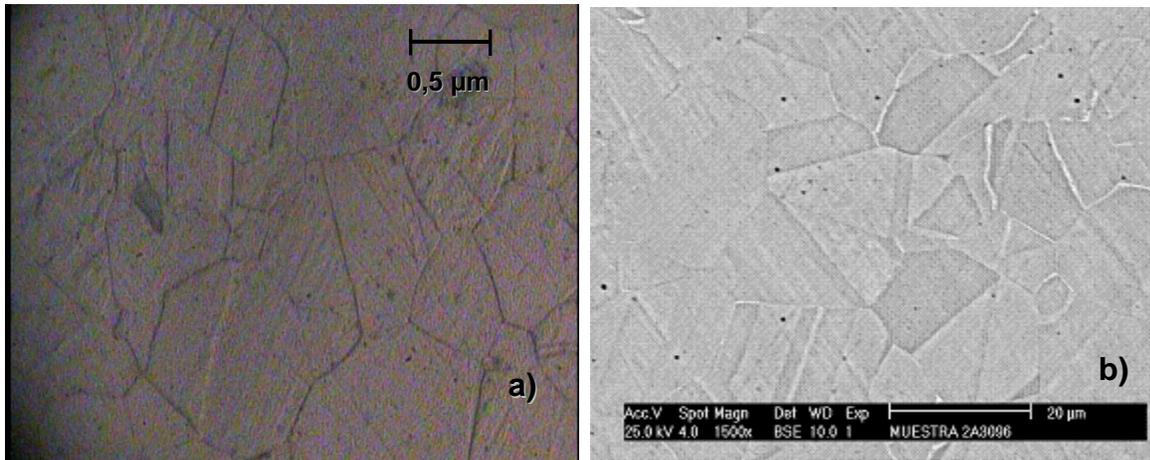


Figura 4.13 a) Microscopia optica 1000X y b) MEB 1500X, acero austenítico 316L sometido a 30 °C.

Por su parte el acero dúplex presenta límites de grano bien definidos, con una posible precipitación de los carburos de cromo, como se observa en la figura 4.14

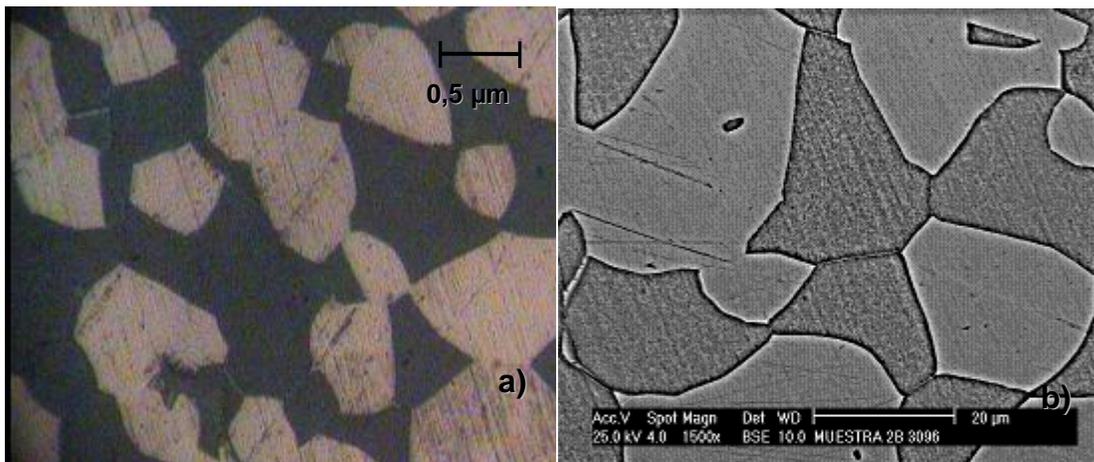


Figura 4.14 a) Microscopia optica 1000X y b) MEB 1500X, acero Dúplex 2507 sometido a 30 °C.

4.2.4. Muestras de aceros inoxidables sometidos a 45°C

Las figuras 4.15 y 4.16 muestran la microestructura del acero 316L, donde se aprecia muy bien la presencia de maclas de deformación en el interior de una matriz de granos austenítico heterogénea. Así mismo no se observa una precipitación de los carburos de cromo en los bordes de grano.

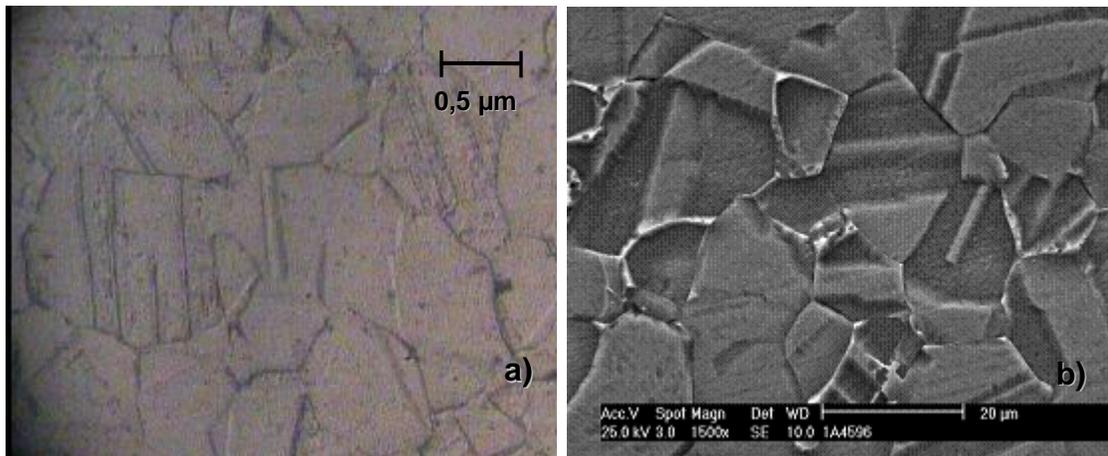


Figura 4.15 a) Microscopia optica 1000X y b) MEB 1500X, acero austenitico 316L sometido a 45°C.

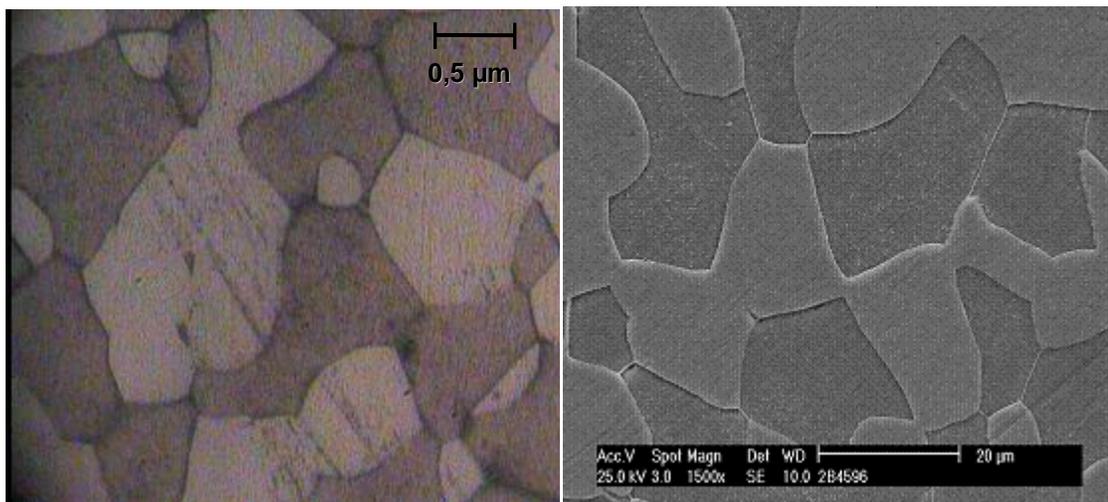


Figura 4.16 a) Microscopia optica 1000X y b) MEB 1500X, acero Duplex 2507 sometido a 45°C.

4.2.5. Muestras del acero inoxidable en ebullición.

El acero austenítico 316L, bajo la condición crítica, es decir, temperatura de ebullición, presenta granos de tamaños heterogéneos, con algunas porosidades y en general una microestructura en buenas condiciones como se observa en la figura 4.17.

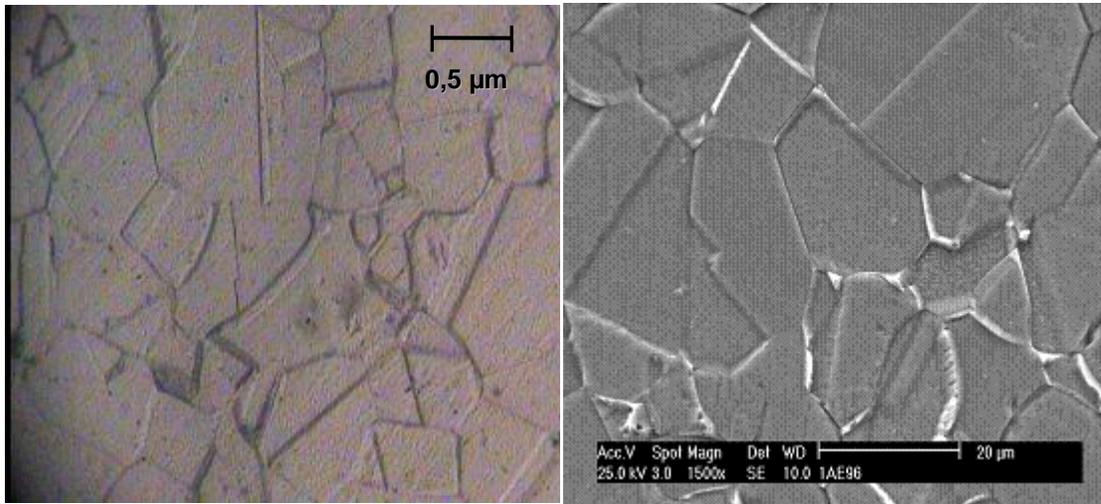


Figura 4.17 a) Microscopia optica 1000X y b) MEB 1500X, acero austenitico 316L sometido a ebullición.

El acero duplex 2507 en cambio presenta corrosión intergranular en zonas localizadas y la fase más afectada es la ferrita como se observa en la figura 4.18. Se presume la posible formación de carburos de cromo en los límites de grano.

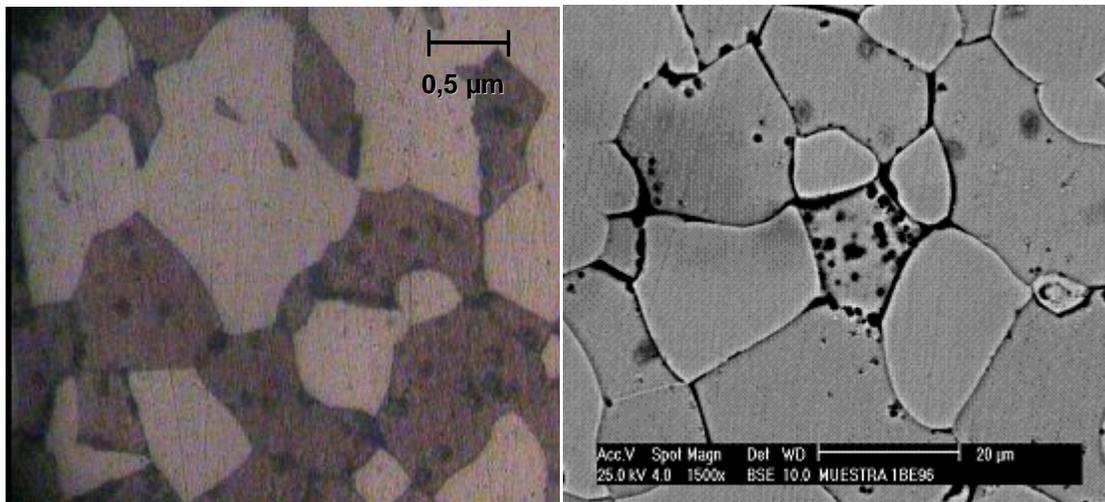


Figura 4.18 a) Microscopia optica 1000X y b) MEB 1500X, acero Duplex 2507 sometido a ebullicion.

4.3. Resultados de los análisis EDX

Las figuras 4.19 a la 4.42 muestran los resultados de los análisis EDX, revelando los valores de porcentaje en peso y porcentaje de área para cada elemento químico presente en la zona de estudio.

Las figuras 4.19 y 4.20 corresponden al análisis EDX de las muestras de acero austenítico en condición original. Los resultados muestran valores de porcentaje en peso y porcentaje de área de silicio, molibdeno, cromo y níquel acordes con la norma ASTM A240/A240M – 04a, por lo que queda demostrado la autenticidad del mismo.

Haciendo una comparación de las dos zonas de estudio, se observa que la zona de apariencia socavada o desgastada (figura 4.20) presenta contenidos de silicio, cromo y molibdeno similares a las zonas del centro de grano (figura 4.19), lo propio sucede con los contenidos de hierro y níquel.

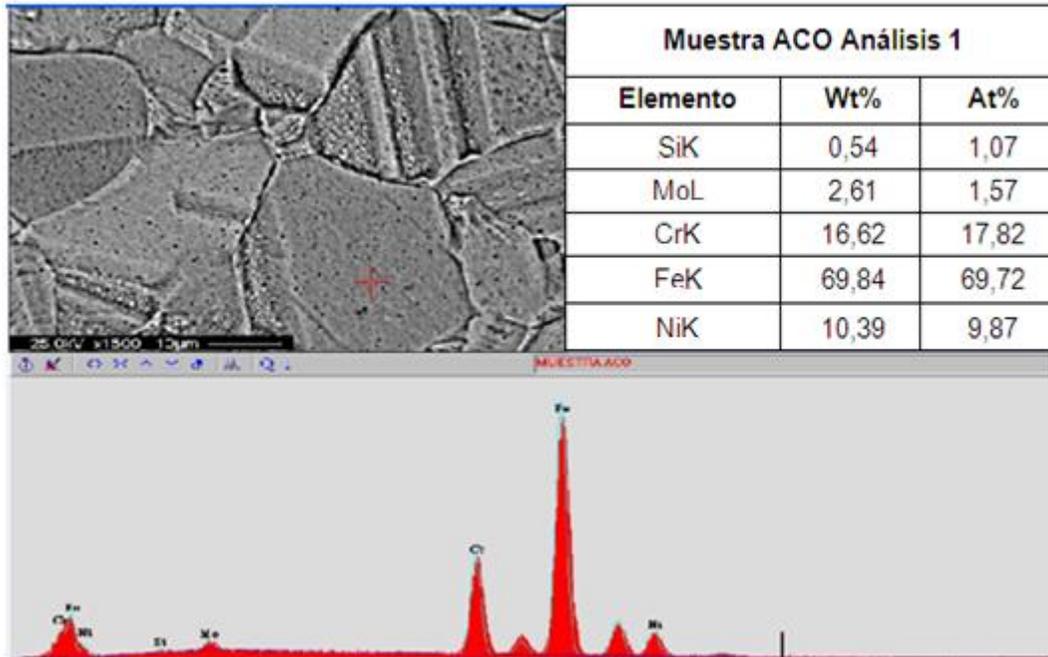


Figura 4.19 Resultado de EDX para la muestra original de acero austenítico 316L en centro de grano.

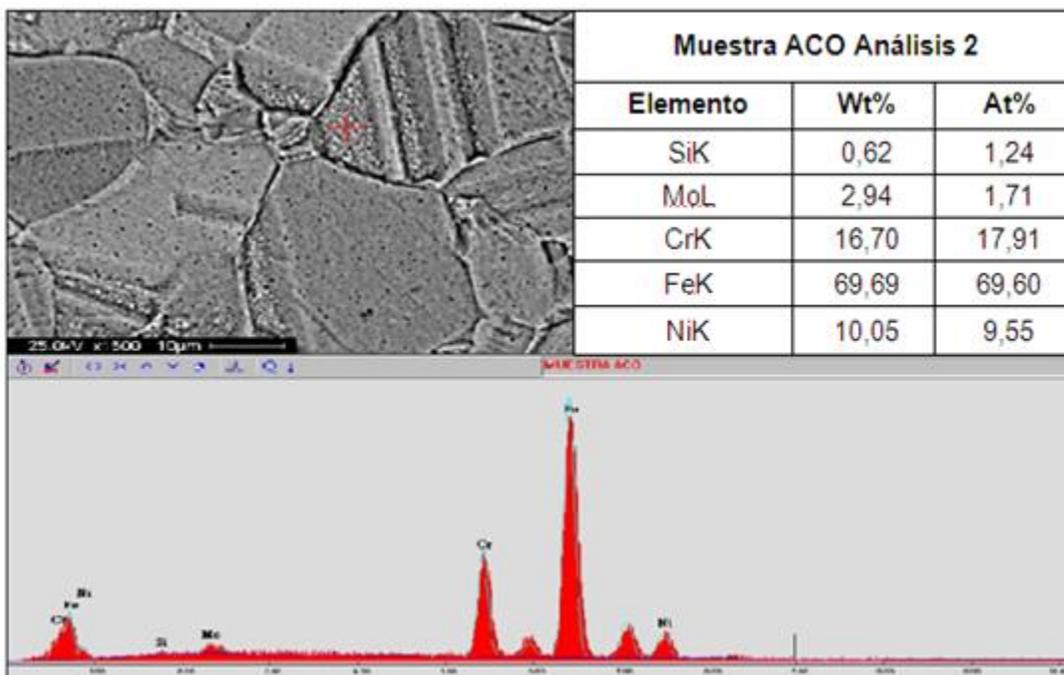


Figura 4.20 Resultado de EDX para la muestra original de acero austenítico 316L región socavada.

Por su parte las figuras 4.21 y 4.22 muestran los valores de porcentaje en peso y porcentaje de area para el acero duplex 2507 para la fase austenita y ferrita respectivamente. Se puede notar como los valores de porcentaje en peso de silicio, practicamente duplican lo estipulado en la norma ASTM A 479, de esta manera se puede decir que el acero duplex presenta alto grado de fragilidad, ya que el silicio se caracteriza por ser un elemento con altos valores de dureza.

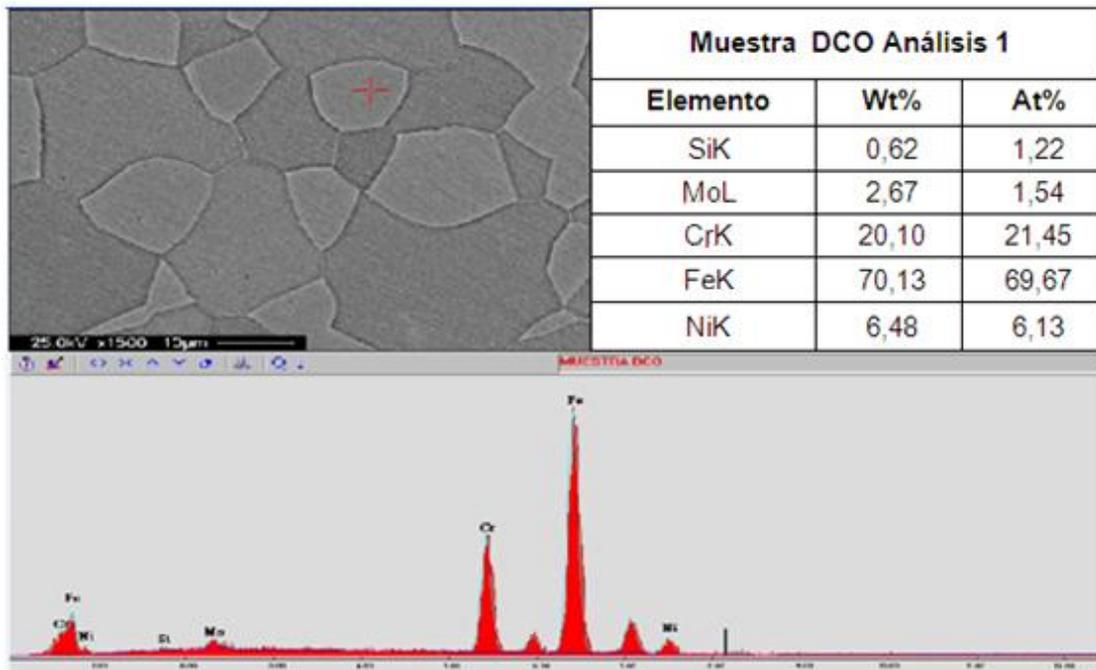


Figura 4.21 Resultado de EDX para la muestra original de acero Dúplex 2507 sobre grano de austenita.

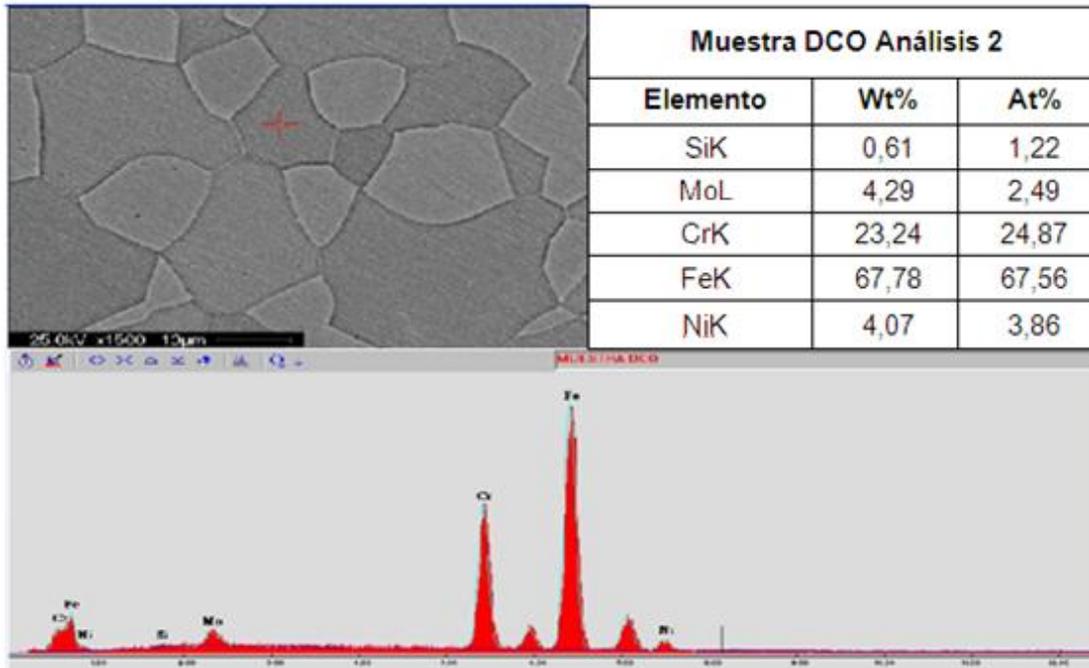


Figura 4.22 Resultado de EDX para la muestra original de acero Dúplex 2507 sobre grano de ferrita.

Las figuras 4.23 y 4.24 corresponden a las muestras de acero austenítico 316L sensibilizado, ambos análisis fueron realizados en el centro de grano, se observa una disminución en los valores de Cromo-Níquel y un aumento para el porcentaje en peso del molibdeno en comparación con la muestra en estado original, lo que quiere decir que el proceso de sensibilización produjo un endurecimiento del material debido a la migración de los elementos Cr-Ni y a las propiedades de dureza del molibdeno.

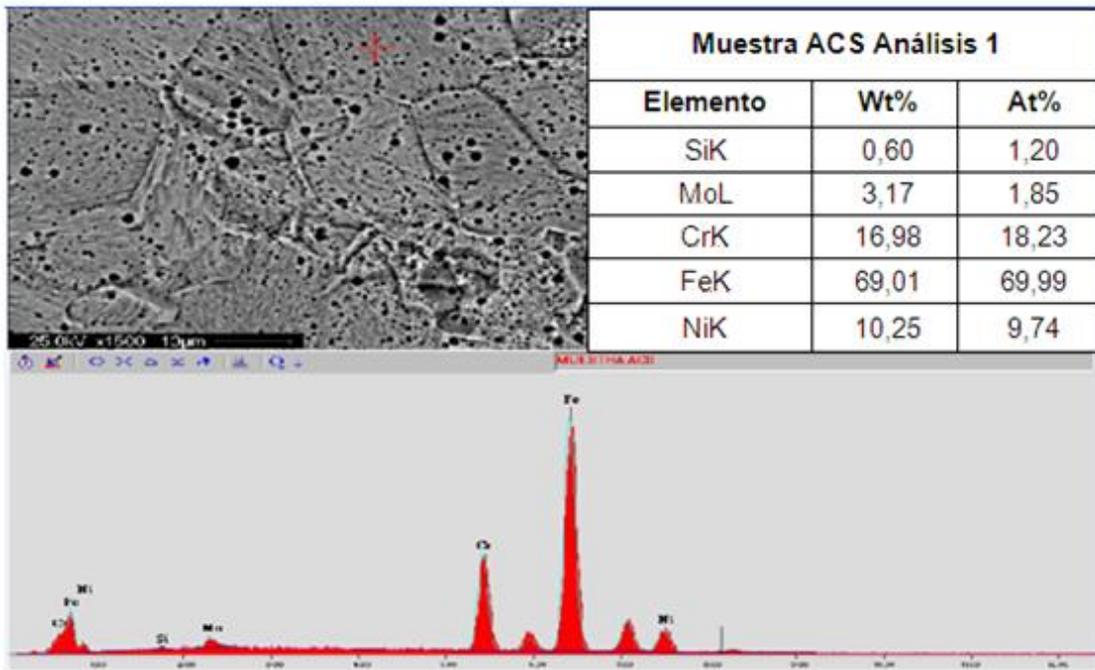


Figura 4.23 Resultado de EDX para la muestra sensibilizada de acero austenítico 316L centro del grano.

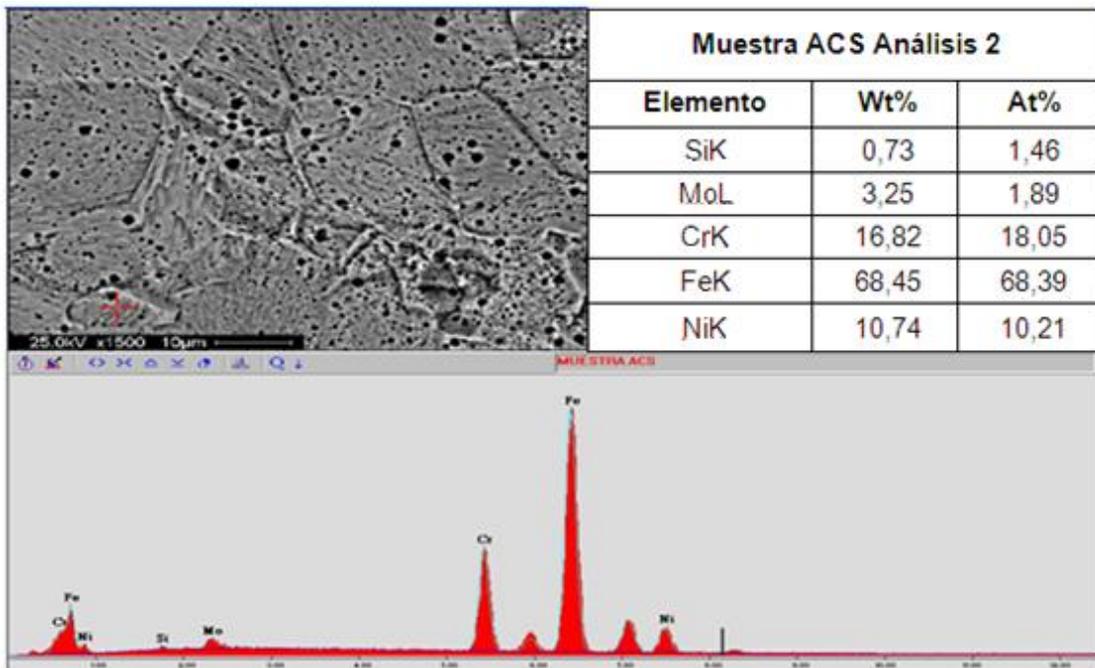


Figura 4.24 Resultado de EDX para la muestra sensibilizada de acero austenítico 316L en borde de grano.

En las figuras 4.25 y 4.26 se muestran los resultados de las muestras de acero dúplex 2507 con tratamiento de sensibilizado, en este caso el silicio en la fase ferrítica aumento su valor respecto a la condición original y lo disminuyo para la fase austenítica. Por su parte los valores Cr-Ni aumentaron en ambas fases al igual que el molibdeno, dejando así evidencia de un endurecimiento debido a este tratamiento.

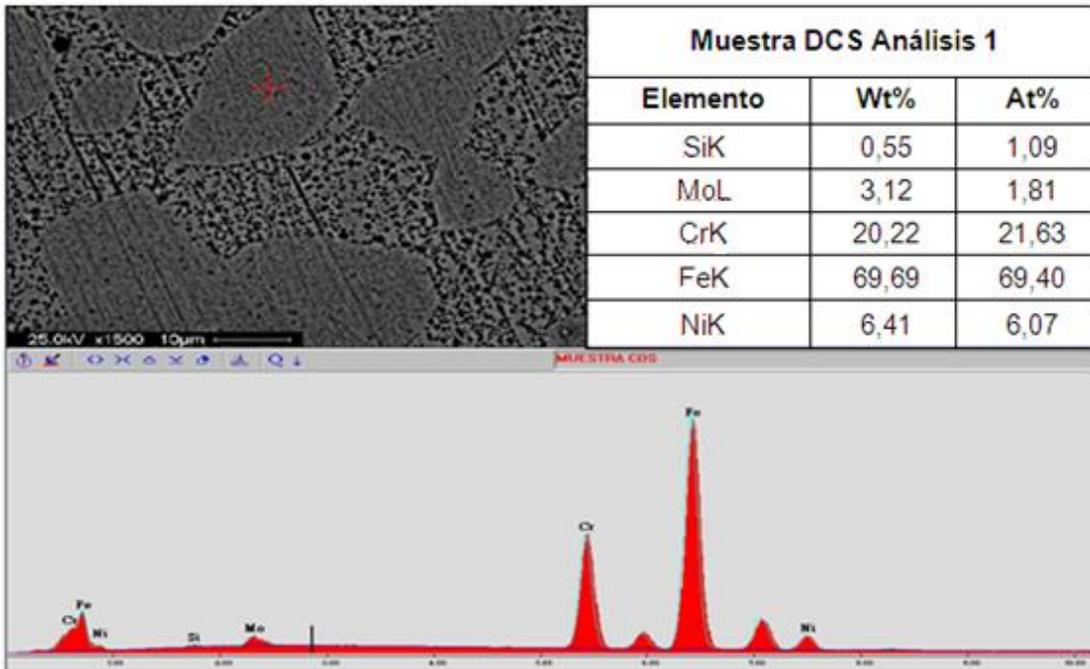


Figura 4.25 Resultado de EDX para la muestra sensibilizada de acero Dúplex 2507 en fase austenita.

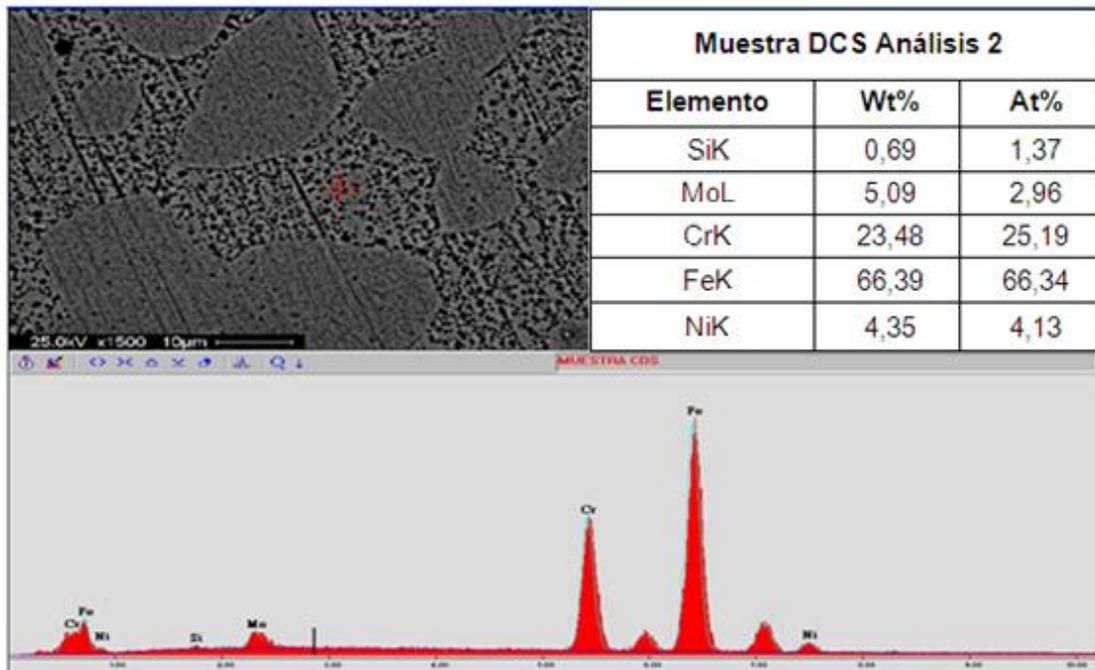


Figura 4.26 Resultado de EDX para la muestra sensibilizada de acero Dúplex 2507 en fase ferrita.

En las figuras 4.27 y 4.28 se muestran los resultados de EDX para el acero austenítico 316L en dos zonas de estudio, las cuales hemos llamado zona 1 y zona 2 respectivamente. La Zona 1 presenta un contenidos de silicio (Si), molibdeno (Mo) y Cromo (Cr) mayores respecto a la zona 2 mientras que los contenidos de hierro (Fe) y níquel (Ni) son menores a los de la primera.

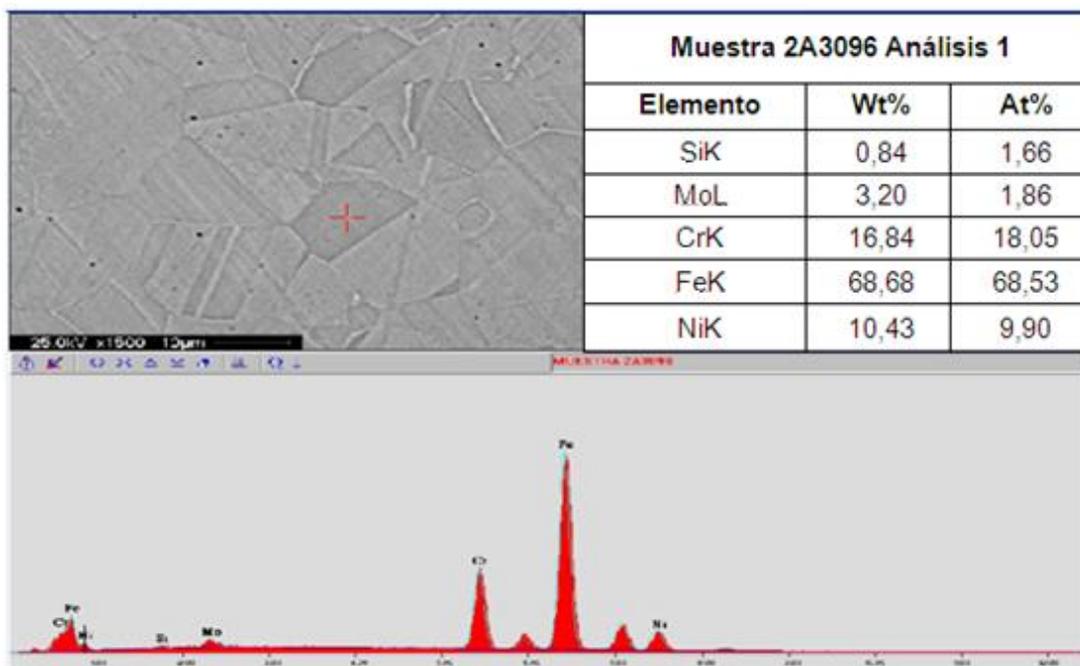


Figura 4.27 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L a 30°C en zona 1.

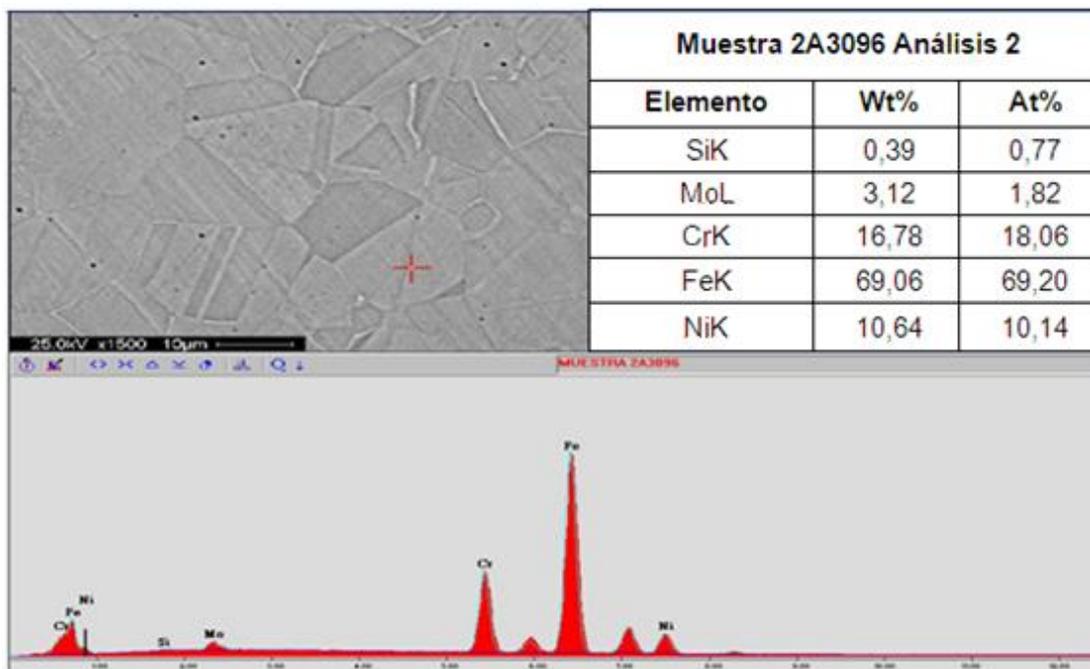


Figura 4.28 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L a 30° en zona 2.

En las figuras 4.29 y 4.30 se observa la distribución en porcentaje de peso de los elementos químicos presentes en ambas fases del acero dúplex 2507 a 30 °C. Al igual que en la condición sensibilizada las cantidades de Si, Mo y Cr son mayores en la ferrita y los de Cr y Ni menores que los de la fase austenítica.

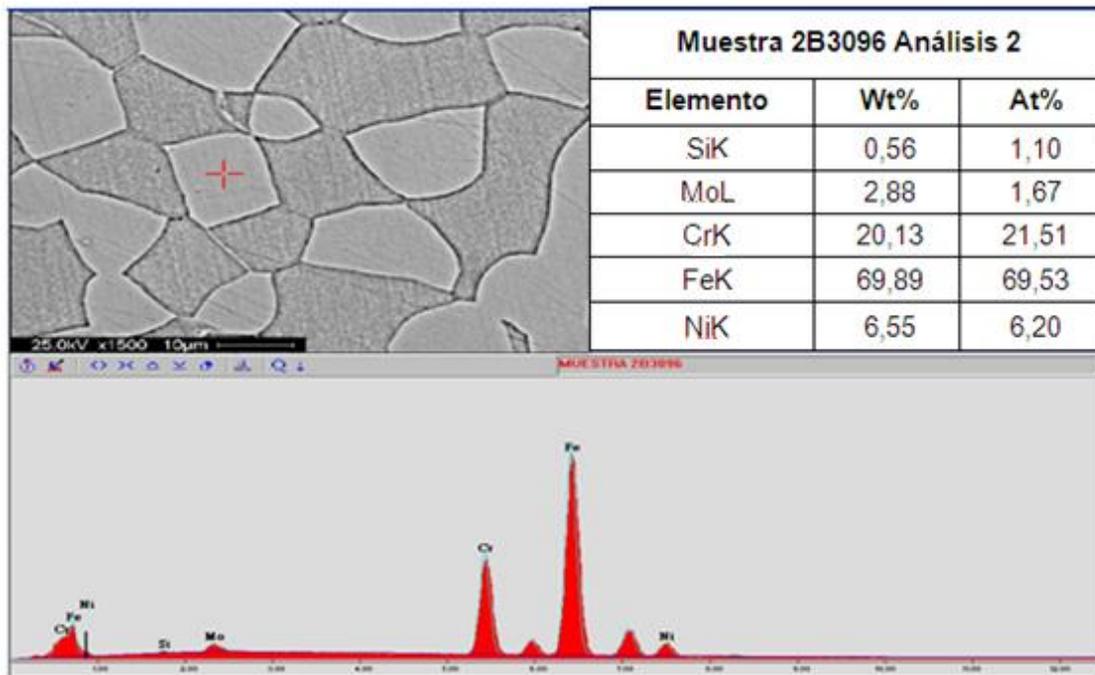


Figura 4.29 Resultado de EDX para la muestra de acero Dúplex 2507 a 30°C en fase austenita.

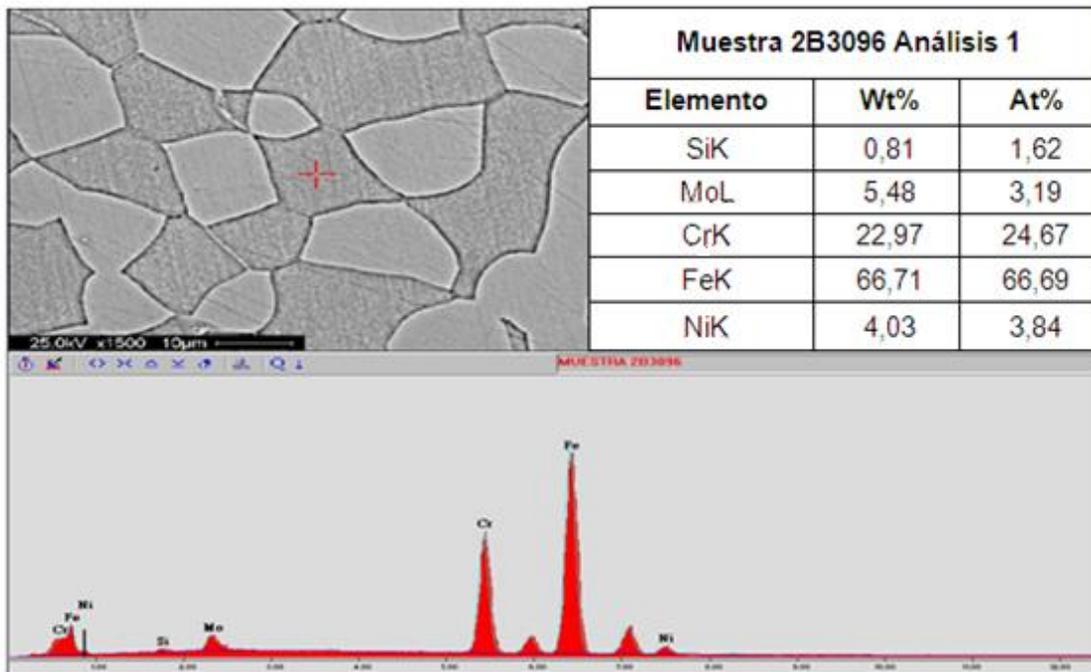


Figura 4.30 Resultado de EDX para la muestra de acero Dúplex 2507 a 30°C en fase ferrita.

Las Figuras 4.31 a la 4.33 muestran el análisis de EDX para el acero austenítico 316L a 45°C, comparando los contenidos de cada elemento en el centro de grano con los de la condición sensibilizada tenemos que el Si, Mo, Cr y Fe disminuyeron (Figuras 4.31 y 4.32) y el Ni aumento. Para la región del borde de grano (Figura 4.33) el Mo, Cr, Fe y Ni disminuyeron, al mismo tiempo que el Si aumento.

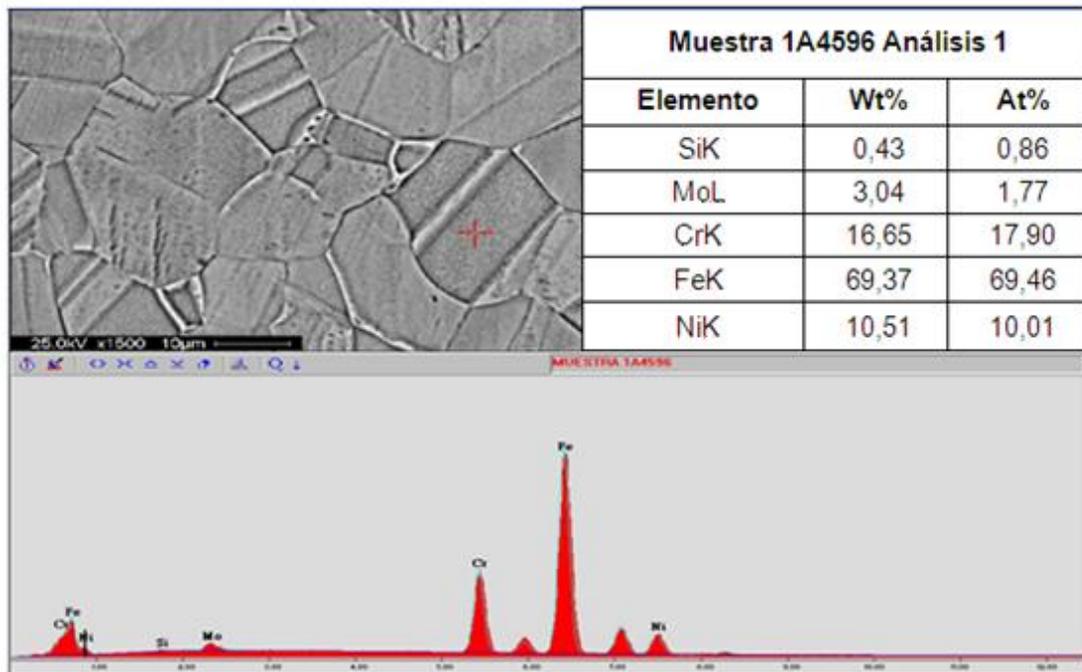


Figura 4.31 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L a 45°C en centro de grano zona1.

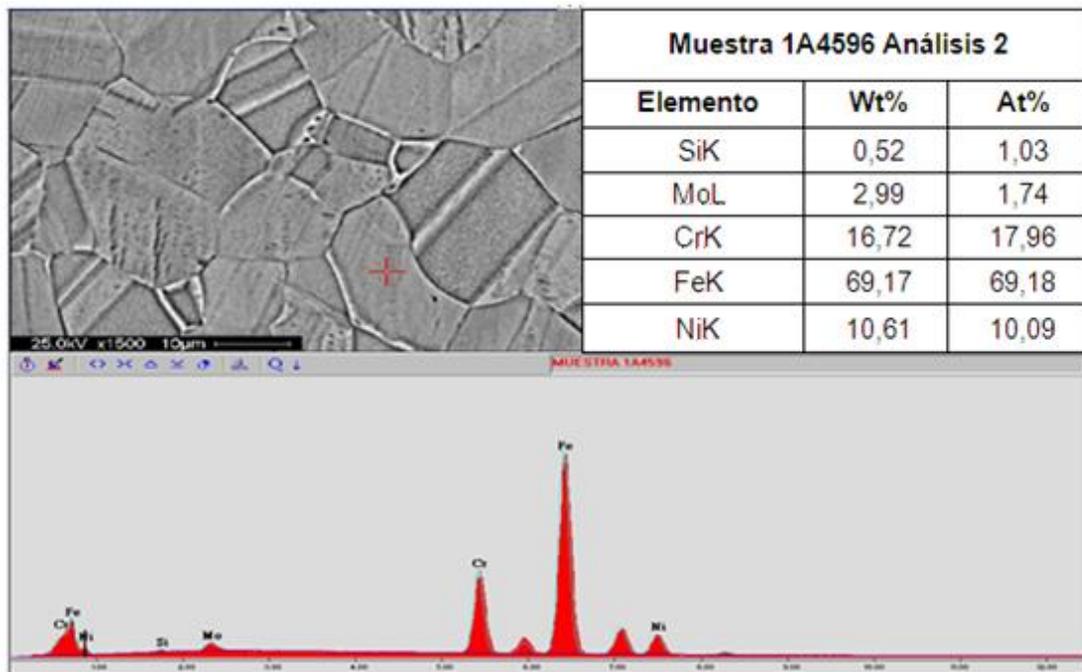


Figura 4.32 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L a 45°C en centro de grano zona 2.

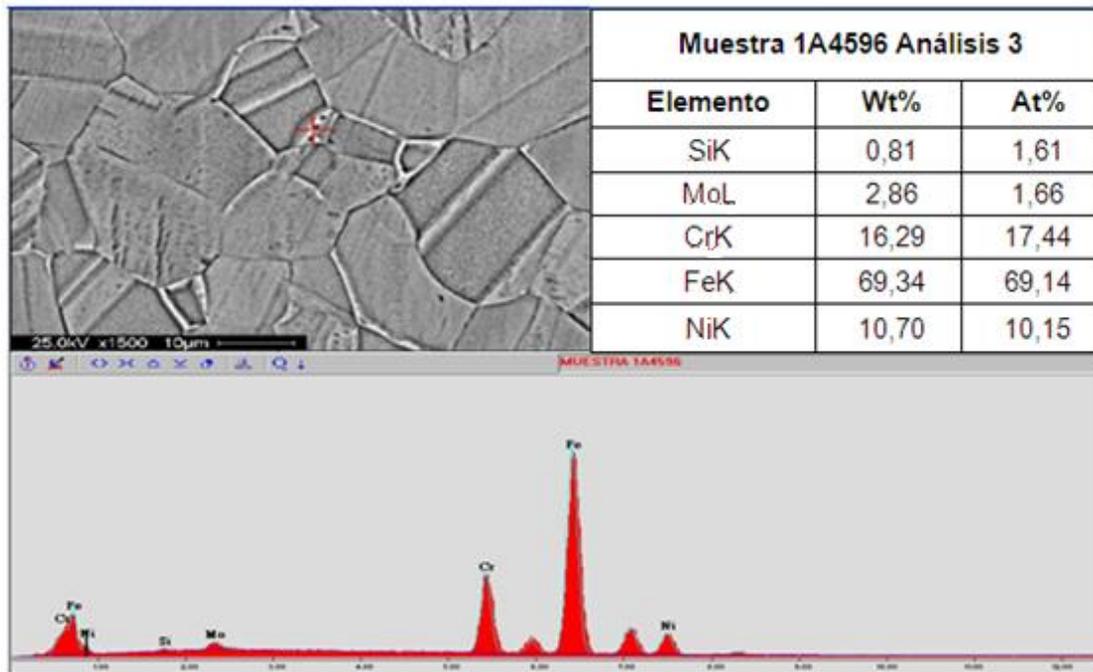


Figura 4.33 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L a 45°C zona 3.

Las figuras 4.34 y 4.35 muestran el análisis EDX para el acero dúplex 2507 sometido a 45°C, donde en comparación con la condición sensibilizada, la fase austenítica presenta menor contenido de Mo, Cr, Fe y un mayor contenido Si y Ni. Para la fase Ferrítica los contenidos de Si, Fe y Ni aumentaron y los de Mo y Cr disminuyeron.

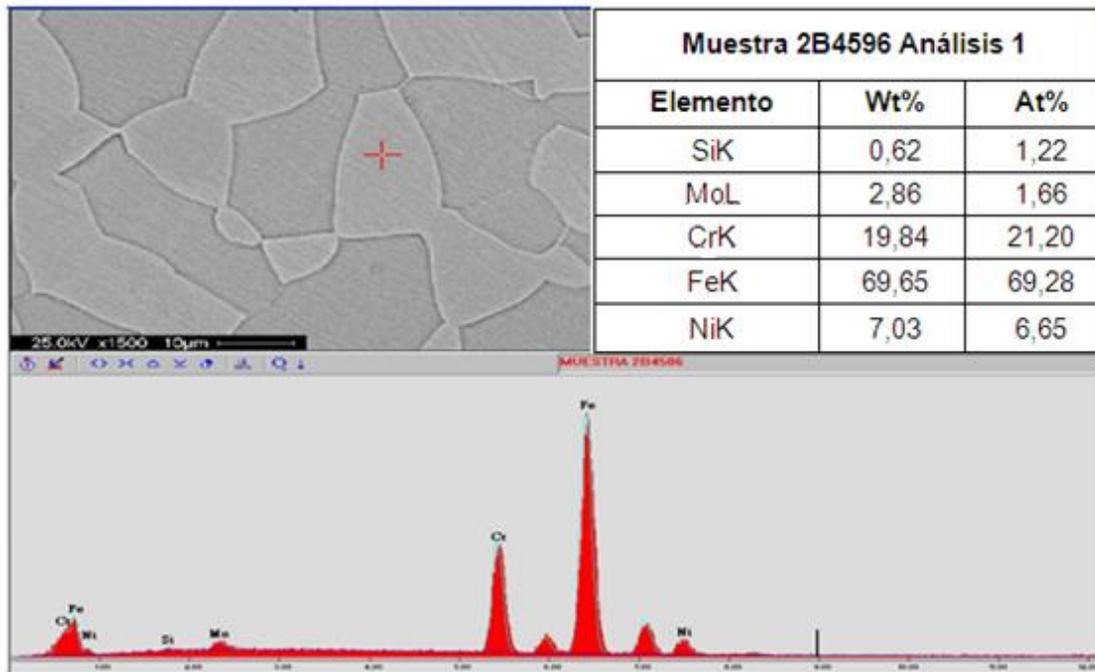


Figura 4.34 Resultado de EDX para la muestra expuesta a 45°C de acero Dúplex 2507.

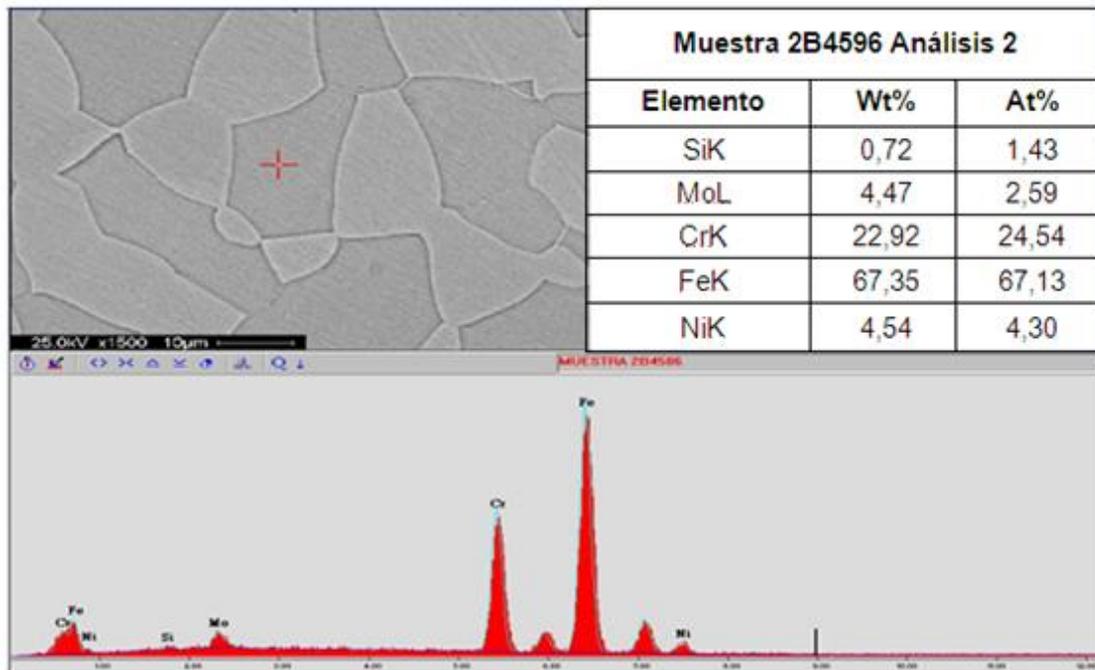


Figura 4.35 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L a 45°C.

Las figuras 4.36 a la 4.38 muestran el análisis EDX para el acero austenítico 316L sometido a ebullición, donde en comparación con la condición sensibilizada, presenta menor contenido de Si, Cr, Mo, Cr y un mayor contenido de Fe y Ni.

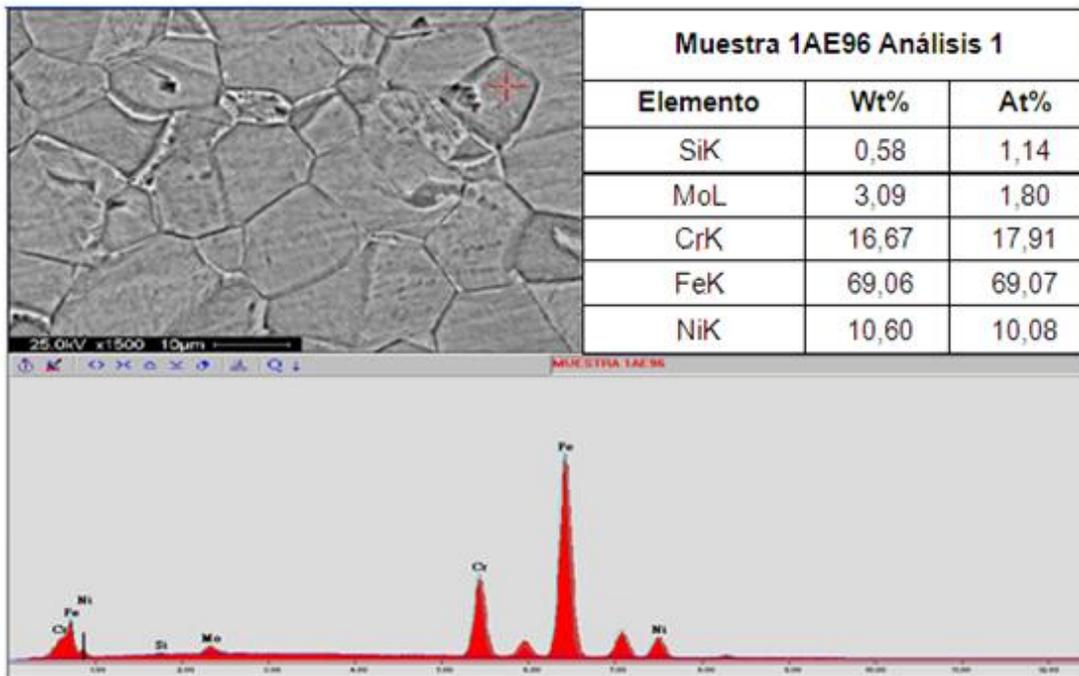


Figura 4.36 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L en ebullición zona 1.

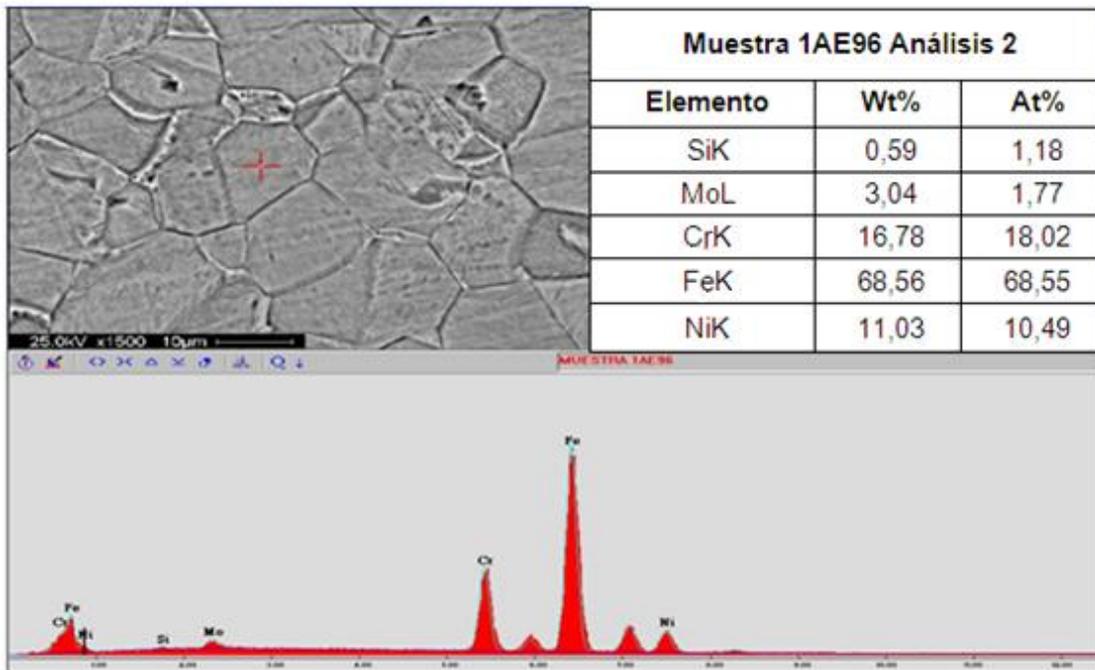


Figura 4.37 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L en ebullición zona 2.

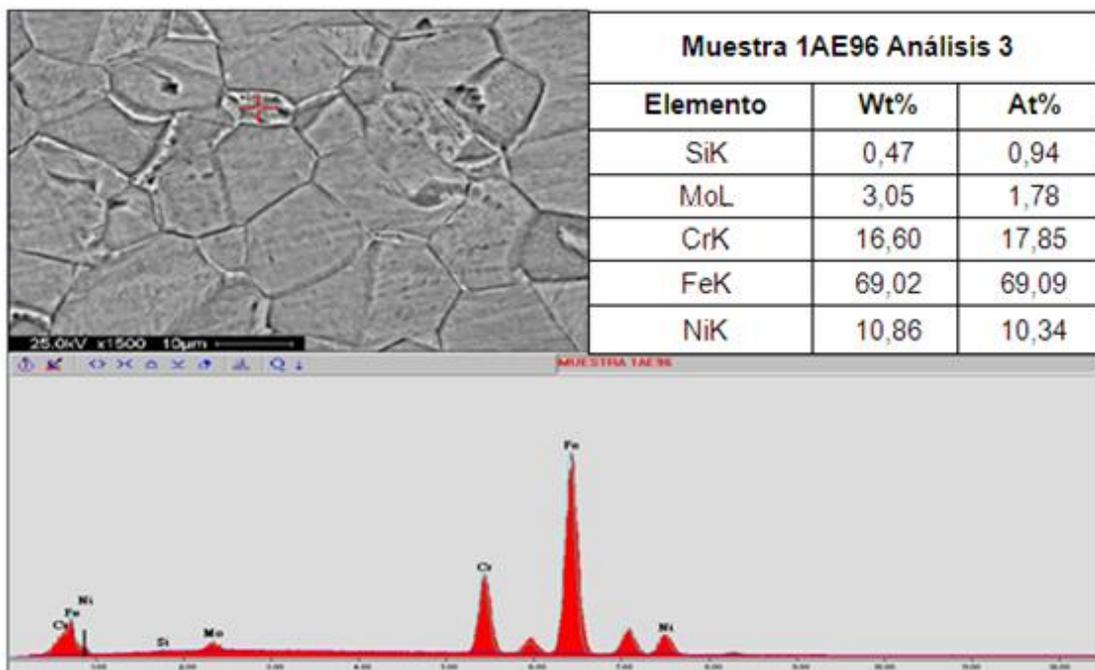


Figura 4.38 Resultado de EDX para la muestra de acero austenítico 316L en ebullición zona 3.

Las figuras 4.39 y 4.40 muestran el análisis EDX para el acero dúplex 2507 sometido a ebullición, donde en comparación con la condición sensibilizada, La austenita presenta menor contenido de Cr y Mo, y una mayor cantidad de Si, Fe y Ni. Por otro lado la ferrita presenta menores cantidades de Si, Mo, Cr y Ni. Y mayor contenido de Fe.

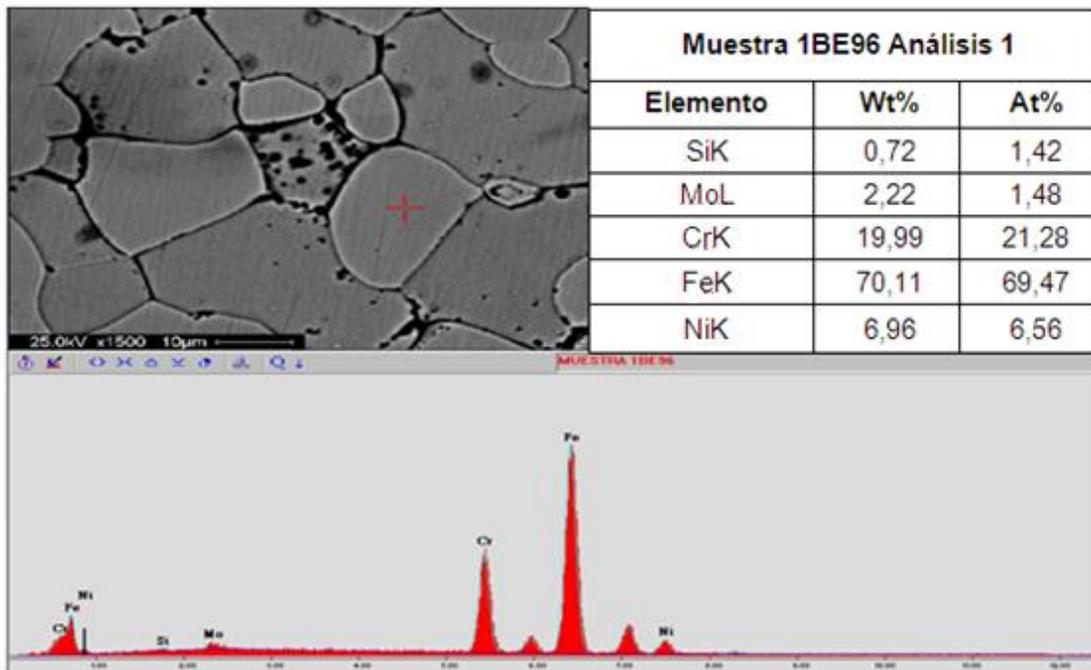


Figura 4.39 Resultado de EDX para la muestra de acero Dúplex 2507 zona austenita en ebullición.

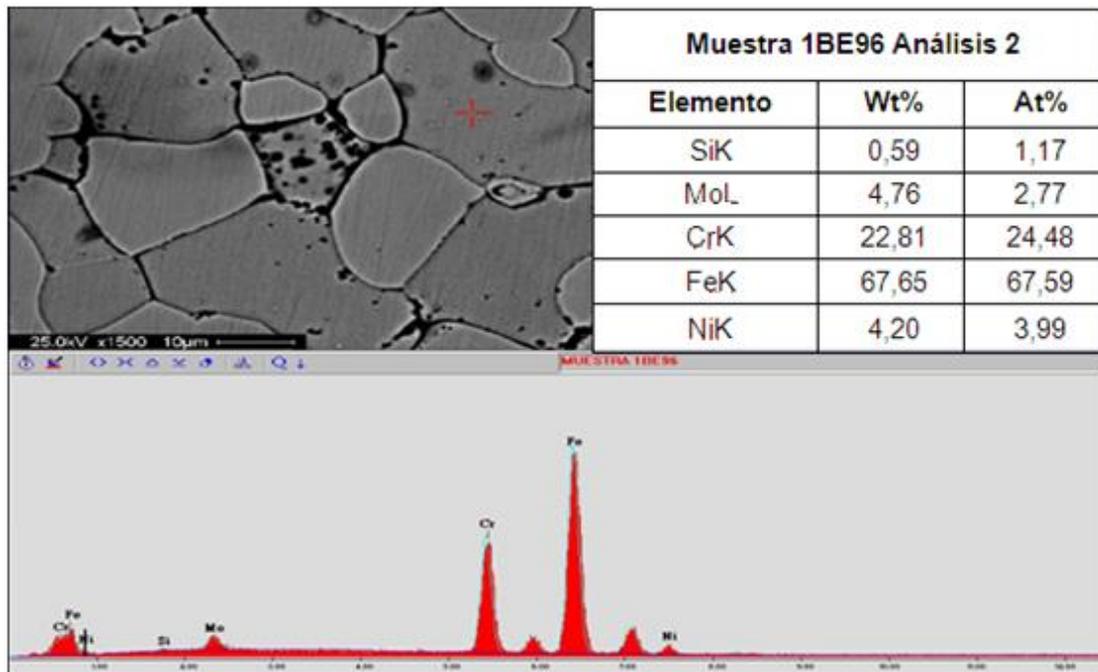


Figura 4.40 Resultado de EDX para la muestra de acero Dúplex 2507 zona ferrita en ebullición.

La figura 4.41 muestra el análisis de EDX para el acero dúplex 2507 en una zona oscura en la ferrita donde el contenido de Si, Mo, Fe y Ni es mayor al de la condición sensibilizada y el de Cr es menor.

La figura 4.42 muestra el análisis de EDX para el acero dúplex 2507 en medio de una zona oscura en el límite de grano donde el contenido de Si, Cr y Fe menor al de la condición sensibilizada, y los contenidos de Mo y Niquel relativamente iguales a la condición sensibilizada.

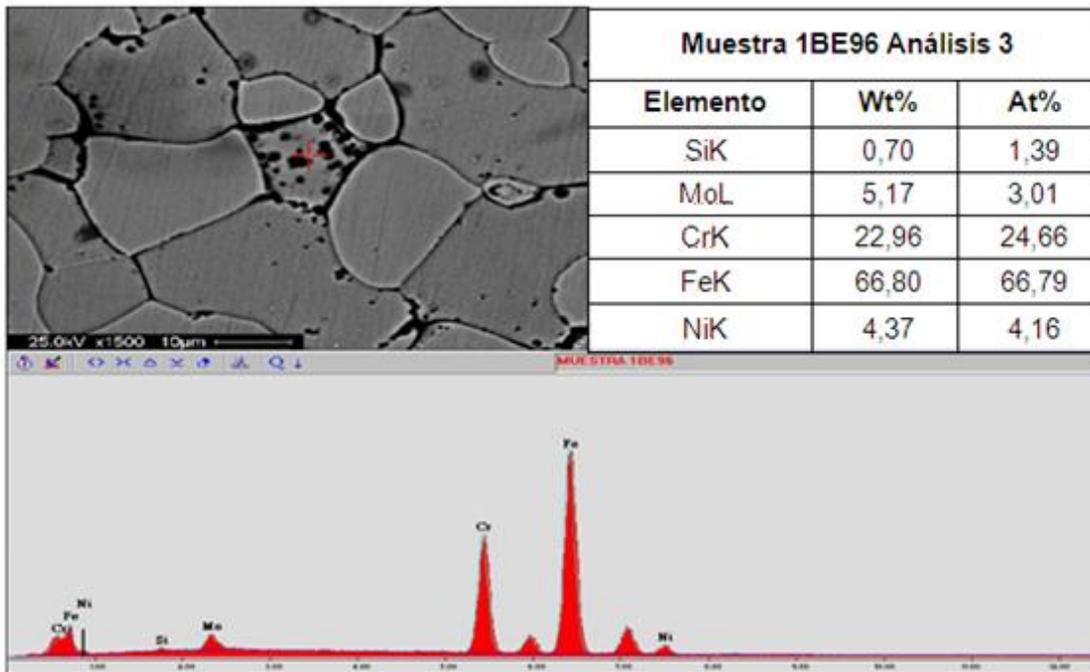


Figura 4.41 Resultado de EDX para la muestra de acero Dúplex 2507 zona 1 en ebullición.

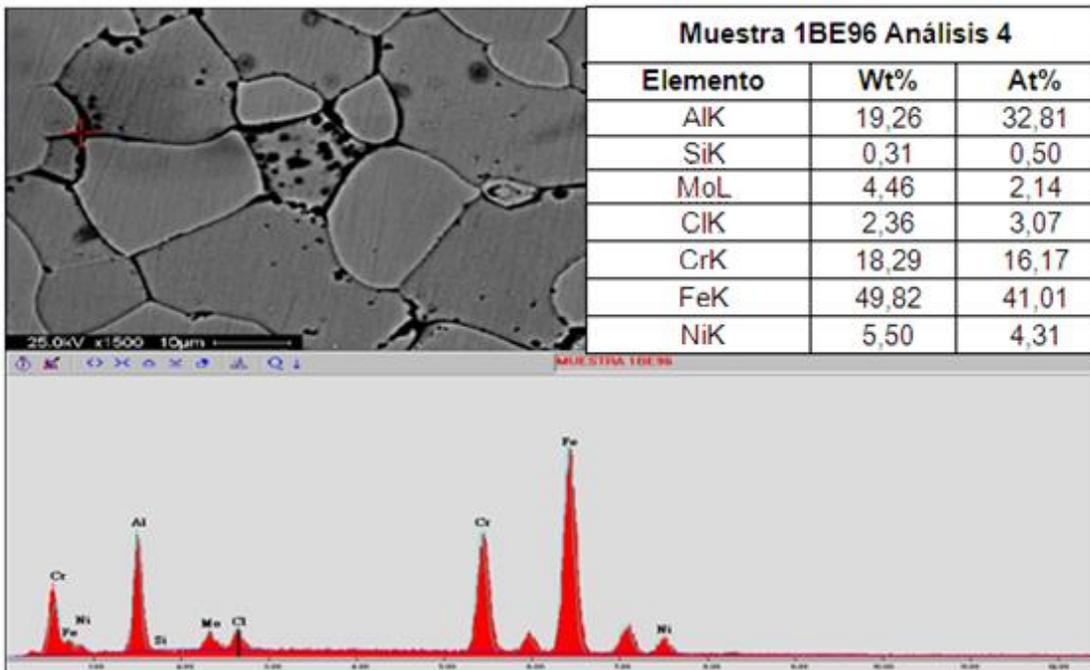


Figura 4.42 Resultado de EDX para la muestra de acero Dúplex 2507 zona 2 en ebullición.

En líneas generales la mayoría de los análisis se realizaron en el centro de grano y en algunos casos se considero evaluar el límite y las zonas más afectadas, como es el caso de la figura 4.34 la cual muestra una ganancia de porcentaje en peso de cromo y un empobrecimiento de níquel en la zona afectada, esto se podría traducir en una precipitación de carburos de cromo.

El porcentaje de molibdeno en todas las muestras se mantiene por debajo del 6% (Obteniendo los valores más bajos el acero austenítico), y el porcentaje de hierro en un rango de 60% a 71%, sin evidenciar ninguna tendencia en particular.

En las tablas 4.7 y 4.8 se pueden apreciar los valores promedio de cromo-níquel en el centro de grano y más abajo la representación grafica de estos valores.

Tabla 4.7 Resultado del análisis EDX en los aceros Austeníticos.

Muestra	Concentración Promedio (%)	
	CrK	NiK
ACO	16,66	10,22
ACS	16,90	10,49
2A3096	16,81	10,53
1A4596	16,55	10,60
1AE96	16,68	10,83

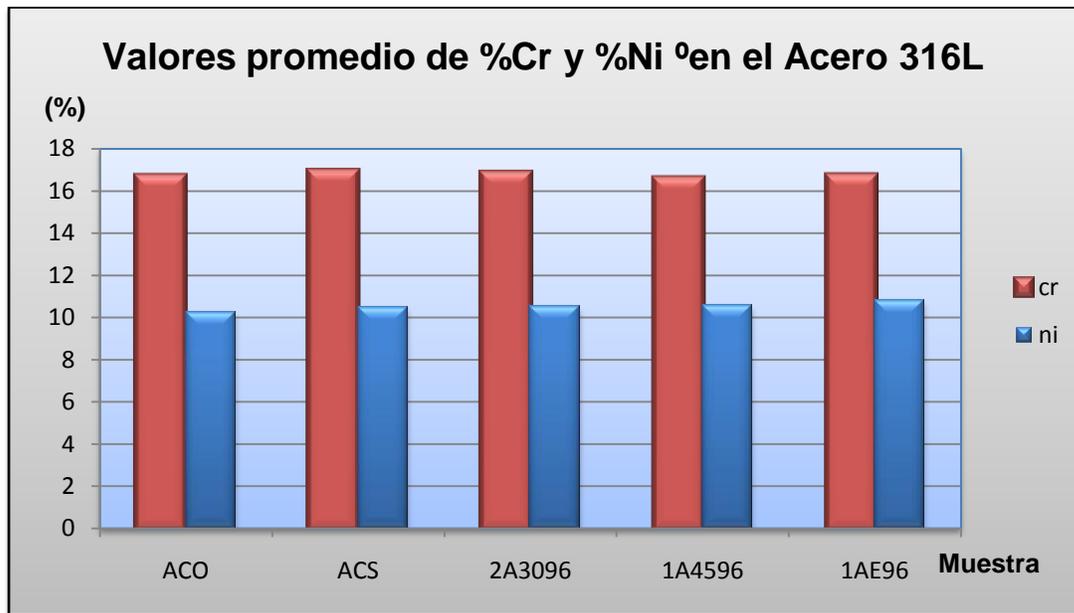


Figura 4.43. Comparación de concentraciones cromo-níquel del acero austenítico 316L.

Tabla 4.8 Resultado del EDX en los aceros Dúplex.

Muestra	Concentración Promedio (%)			
	Ferrita		Austenita	
	Cr	Ni	Cr	Ni
DCO	23,24	4,07	20,10	6,48
DCS	23,48	4,35	20,22	6,41
2B3096	22,97	4,03	20,13	6,55
2B4596	22,92	4,54	19,84	7,03
1BE96	22,81	4,20	19,99	6,96

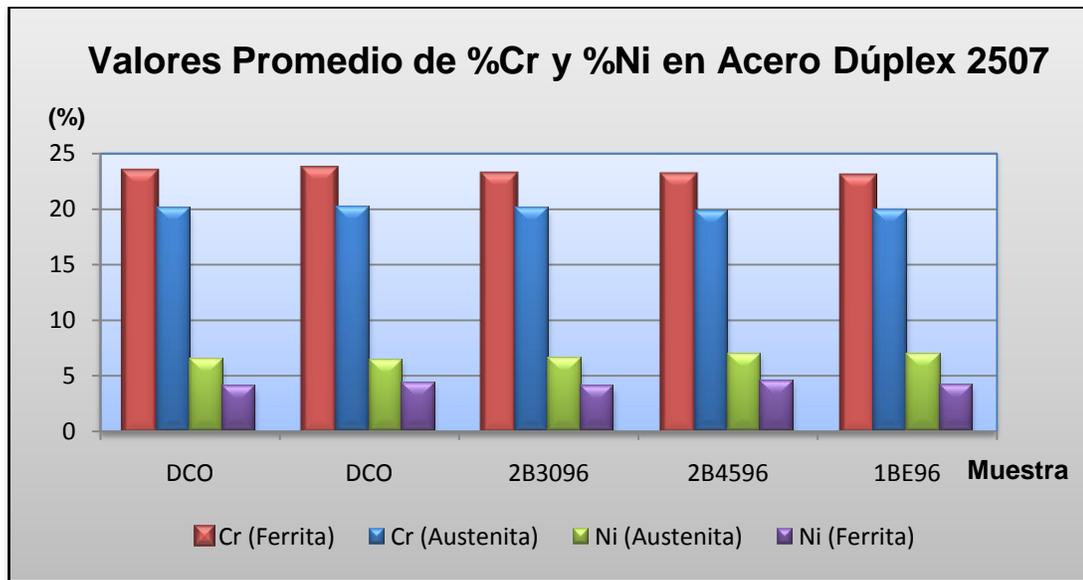


Figura 4. 44 Comparación de concentraciones cromo-níquel del acero Dúplex 2507.

Como se observa en las graficas 4.9 Y 4.10 el porcentaje promedio de Cr para ambos aceros varia apenas 2% y el porcentaje promedio de Ni 8%.

En la tabla 4.9 se aprecian los valores de porcentaje Cr-Ni para el acero dúplex en condición crítica.

Tabla 4.9 Resultado del EDX en los aceros Dúplex en ebullición.

Muestra 1AE96	%Cr	%Ni
Análisis 1	18,99	6,96
Análisis 2	22,81	4,20
Análisis 3	22,96	4,37
Análisis 4	18,29	5,50

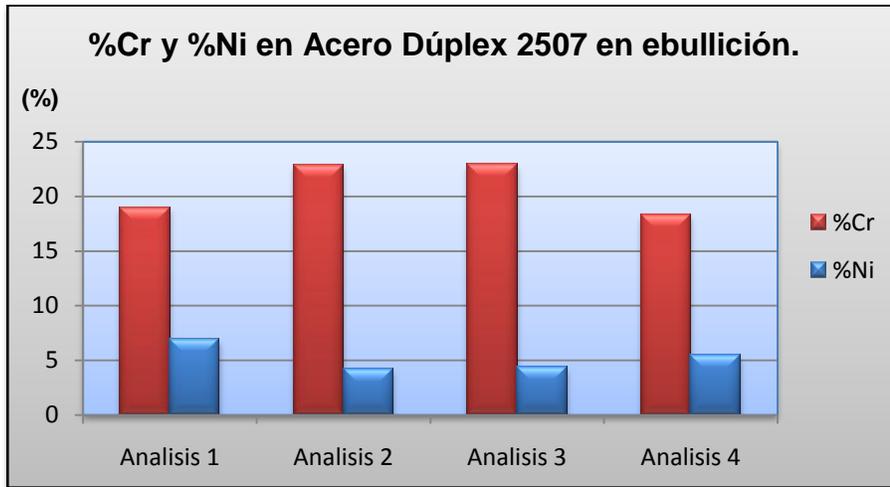


Figura 4.45. Comparación de concentraciones cromo-níquel del acero Dúplex 2507.

El porcentaje de Cr en el acero dúplex 2507 varía en 20% y el porcentaje de Ni en 40%, de tal manera que se evidencia la mayor migración de estos elementos a la temperatura de ebullición.

4.4. Resultado de los ensayos de microdureza Vickers (Hv)

En la tabla 4.10 aparecen los valores de microdureza vickers para los aceros en condición original, los sensibilizados y los expuestos al medio corrosivo respectivamente, considerando para ambos aceros una carga de 25g durante 5s y además tomando en cuenta un número de indentaciones de 5 para el acero austenítico 316L y 10 para el dúplex 2507 (5 en cada fase). Luego en la gráfica 5 se muestra la comparación de la microdureza Vickers para ambos aceros.

Tabla 4.10. Resultado del promedio de la Microdureza Vickers (Hv) para los aceros Duplex 2507 y austenítico 316L.

Condición	Prom. HV 316L	Prom. HV Dúplex	
	Austenita 316L	Austenita	Ferrita
CO	168,25	192,02	217,30
CS	161,82	201,14	203,58
30	165,22	237,12	226,4
45	154,77	236,18	223,82
Ebullicion	158,43	208,56	217,60
Desviacion Estandar	5,34	20,61	8,84

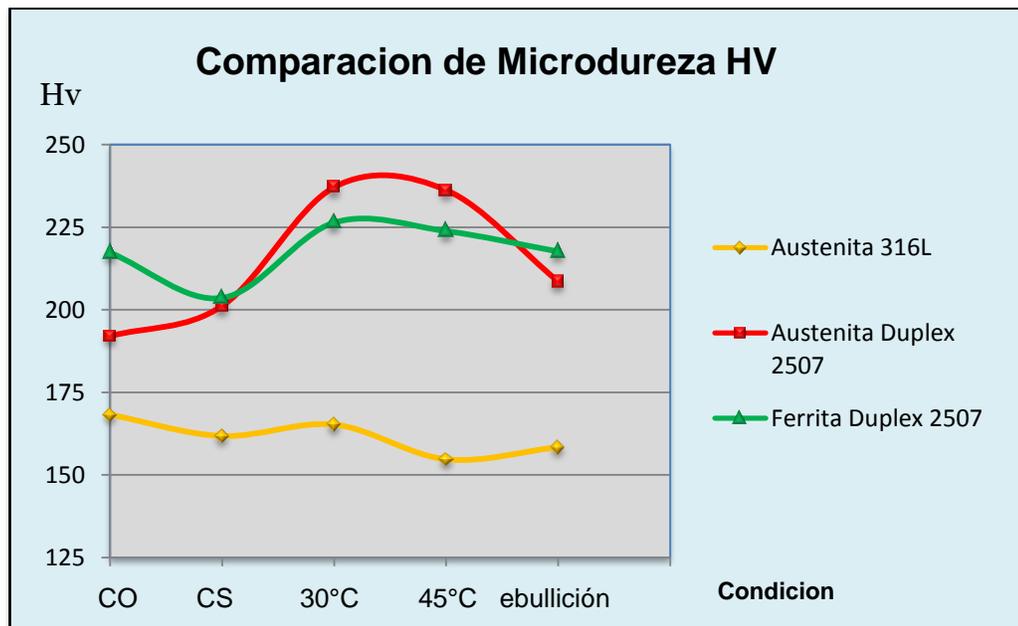


Figura 4.46. Comparación del promedio de la Microdureza Vickers (Hv) para los aceros Dúplex 2507 y austenítico 316L.

4.4.1. Comparación de la microdureza Hv para cada condición de los aceros

La figura 4.46 refleja una disminución en la microdureza para el acero austenítico desde 168 Hv hasta 158Hv, es decir una variación de 9%, a diferencia del acero dúplex donde se observan comportamientos diferentes en ambas fases, ya que en la fase ferrítica los valores oscilan entre 203 a 227Hv, comportamiento que se atribuye a la variación de la temperatura durante los ensayos y que ayuda a la posible formación de la fase sigma en las caras intergranulares y puntos triples, fragilizando de esta manera al material. Por su parte la fase austenítica del dúplex mantiene y aumenta sus valores hasta la temperatura de 30°C desde 192 a 237Hv y luego disminuye hasta 208Hv en la temperatura de ebullición, con una variación de 20%.

En líneas generales el acero austenítico y la fase austenítica del acero dúplex se consideran más estables ya que tienen un comportamiento similar al aumentar sus valores de microdureza, a diferencia de la fase ferrítica que en ningún momento refleja un comportamiento en particular.

4.4.2 ANALISIS GENERAL

La naturaleza de los ensayos propone la aparición de la corrosión intergranular, debido a la sensibilización y exposición en un medio corrosivo a distintas temperaturas, las cuales son dos variables fundamentales para definir este tipo de corrosión (Véase sección 2.6). Los análisis MED y EDX confirman esta teoría debido a que las imágenes muestran el deterioro localizado en las fronteras de grano del material, por ejemplo en las imágenes 4.39 a la 4.42 se observa separación intergranular. La evaluación de la microdureza en el acero austenítico 316L presenta una variación de apenas 9%. Por su parte el acero dúplex 2507 varía su Microdureza un 20% sin mostrar ninguna tendencia en particular. En todo momento el acero dúplex

2507 experimento una mayor pérdida de peso en comparación al acero austenítico 316L, ver figura 4.7.

En resumen, basados en los comentarios de la norma ASTM A262-02 practica B, tabla 3, nota 1, la rápida susceptibilidad al ataque intergranular se debe a la posible formación de la fase Sigma no visible tanto para el acero asutenitico 316L como para el acero dúplex 2507.

CAPÍTULO 5

Conclusiones y Recomendaciones

5.1 Conclusiones

- El acero dúplex 2507 sometido a ebullición (137°C) en sulfato férrico-acido sulfúrico al 96,5% de concentración durante 120 horas presento una pérdida de peso promedio de 1,4370 g, obteniendo una pérdida de masa porcentual de 3,26%. Por otra parte el acero austenítico 316L obtuvo una pérdida de peso promedio de 0,3703 g y una pérdida de masa porcentual de 13,12%. Al comparar los resultados anteriores se evidencia la mayor pérdida de peso promedio y pérdida de masa porcentual en el acero dúplex 2507. Para las temperaturas de 30°C y 45°C el acero dúplex también perdió mayor porcentaje de masa y peso promedio que el acero austenítico 316L.
- Bajo el mismo medio corrosivo mencionado en el primer punto, la velocidad de corrosión promedio del acero dúplex 2507 en ebullición es de 0,7816 mm/mes (0,74 m.p.y), y para el acero austenítico 316L es 0,2014 mm/mes (0,19 m.p.y), lo que se traduce como una mayor velocidad de corrosión para el acero dúplex 2507. Para las temperaturas de 30°C y 45°C el acero dúplex presento mayor velocidad de corrosión que acero austenítico 316L.

- Tanto para el acero austenítico 316L como para el acero dúplex 2507 sometidos a sulfato férrico-ácido sulfúrico al 96,5% de concentración, el deterioro de la microestructura es progresivo a medida que se aumenta la temperatura, esto se sustenta visualmente a través de las imágenes de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (MEB), y se corrobora mediante el análisis químico arrojado por la espectroscopia de energía dispersa de rayos X (EDX), el cual refleja una migración de los elementos cromo y níquel, es decir una precipitación de los carburos de cromo, presentando un mayor deterioro el acero dúplex 2507 respecto con el austenítico 316L.
- Los valores de microdureza Hv en el acero austenítico 316L, tanto para las condiciones de ensayo, como la original y la sensibilizada se mantienen en un rango de 154-168 Hv, es decir una variación de tan solo 8%. Por otra parte los valores de microdureza Vickers en la austenita y ferrita del acero dúplex 2507 no manifiestan un comportamiento en particular, presentando a la temperatura de 30°C el mayor grado de fragilización en ambas fases y oscilando entre 192Hv y 237Hv con una variación del 19%.
- Considerando el análisis de pérdida de peso, velocidad de corrosión, microscopía óptica y electrónica de barrido, así como también el análisis químico, se concluye que para un medio de ácido sulfúrico-sulfato férrico al 96,5% de concentración el acero austenítico 316L posee mejores propiedades de resistencia a la corrosión que el acero dúplex 2507.

5.2 Recomendaciones

- La migración de los elementos cromo níquel garantiza la precipitación de los carburos de cromo, sin embargo un estudio más profundo por microscopia electrónica de transmisión y/o difracción de rayos X permitiría visualizar la formación de la fase sigma no visible en esta investigación.
- Realizar ensayos de tracción y fatiga para conocer el comportamiento mecánico de los aceros austenítico 316L y dúplex 2507 sometidos a sulfato férrico-acido sulfúrico al 96,5% de concentración.
- Someter ambos aceros al mismo medio corrosivo a temperaturas comprendidas entre 45°C y ebullición.
- Realizar los experimentos con concentraciones de sulfato férrico -acido sulfúrico entre 30% y 80%, concentraciones en las cuales este medio es mas inestable.

Referencias bibliográficas

- [1] Aceros Dúplex, Fastpack Piping Products, Boletín Técnico No 4
- [2] Torres. A, J. Pérez, A. Ramírez, M. Martínez, 2006, Estudio de la Corrosión en Barras de Acero Inoxidable en concreto contaminado por cloruros cuando se le aplican esfuerzos residuales, Publicación Técnica del instituto mexicano de transporte No. 287.
- [3] Lopez.D, 1998, Resistencia a la corrosión de aceros inoxidable de última generación en medios que contienen cloruros y mezclas cloruro-fluoruro, Tesis doctoral, Universidad Complutense de Madrid.
- [4] Mohamed El Wahabi, 2002, Caracterización Termomecánica de aceros inoxidable Austeníticos AISI-304, Tesis doctoral, Universidad Politécnica de Catalunya, ASTM A262, 2002a, *Standard Practices for Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels*.
- [5] ASTM G4, 2001, *Standard Guide for Conducting Corrosion Tests in Field Applications*.
- [6] Gideon. B, L. Ward and G. Biddle, 2008, *Duplex Stainless Steel Welds and their Susceptibility to Intergranular Corrosion, Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering, Vol. 7, No.3, pp 247-263*.
- [7] Grubb. J, J. Dunn, 2008, Corrosion Property Comparisons of S32003 (ATI 2003™ Lean Duplex) to other Stainless Steels, Technical Report from *ATI Allegheny Ludlum, an Allegheny Technologies company*.
- [8] Ossa. C, N. Falleiros, A. Tschiptschin, 2003, Estudio de la Resistencia a la Corrosión de Aceros Inoxidable Austeníticos Usados en Implantes Quirúrgicos, *Scientia et Technica*, Vol. 4, No.23, pp. 29-33.
- [9] Covenin 98-79, Acido Sulfúrico y Óleum para Uso Industrial (1ra Revisión)

[9] ASTM A-240, 2004, Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications.

[10] ASTM A-479, 2004, Standard Specification for Stainless Steel Bars and Shapes for Use in Boilers and Other Pressure Vessels.

[11] ASTM G1-03, 2003, Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens.

ANEXOS

Página 1 de 2



CERTIFICATE No. A/06-060956 Rev 00
Page 1/2

INSPECTION CERTIFICATE acc to
EN 46757/53

SANVEN STEEL, C.A.
AVENIDA FRANCISCO DE MIRANDA
TORRE LA PRIMERA.PISO 4 OFC 4A
CAMPO ALEGRE/CARACAS 1060
VENEZUELA

Customer References		Sandvik References								
SMT-2006	Customer order 2006-06-03	Order No. ABSMT No.	Subs No. C.Code	ABSMT Dispatch note 757/5						
610-32003	SANVEN	84-72430	72							
Material description		Steel/material Designations								
HOT WORKED STAINLESS BAR STEEL		Sandvik SS								
ANNEALED & STRAIGHTENED		SAF 2507 2328								
PEEL TURNED AND POLISHED		UNS EN no S32750 1.4410								
Steel making process										
Electric furnace										
Technical requirements										
EN 10088-3:-2005										
EXTENT OF DELIVERY										
It	Product designation	Heat	Lot	Pieces	Kg					
01	MBR-SAF2507-20 MA-3200-	5073	32003	14	154.0					
				Total	14 154.0					
TEST RESULTS										
Chemical composition (weight%)										
Heat	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo		
5073	0.014	0.33	0.77	0.017	0.0006	25.15	6.96	3.91		
	Cu	N								
5073	0.11	0.282								
Tensile test at room temperature										
Lot	Yield strength		Tensile strength	Elongation	Red.of Area					
	MPa	MPa				MPa	%	%		
32003	Rp0.2	Rp1.0	Rm	A	Z	629	707	867	36	67
Hardness test										
Lot	Min	Max								
	HRC	HRC								
32003	22.0	23.0								
Quality assurance - Ulf Svensson/QA-manager Primary Products MTC Service / Certificates										



CERTIFICATE No. A/06-060956 Rev 00

Page 2/2

Following controls/tests have been satisfactorily performed:

- Material Identification.
- Visual inspection and dimensional control.

Heat Treatment:

1100 degrees C/30 min. Quenched in water.

The delivered products comply with the specifications and requirements of the order.

The material is manufactured according to a Quality system, approved and registered to ISO 9001.

The certificate is produced with EDP and valid without signature.

Anexo 1 y 2. Certificación del acero Dúplex 2507

SINOPSIS DEL PROYECTO DE GRADO

TITULO DEL TRABAJO

“EVALUACIÓN DE LA SUSCEPTIBILIDAD AL ATAQUE INTERGRANULAR EN ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX 2507 Y AUSTENÍTICO 316L SOMETIDOS A SULFATO FÉRRICO – ACIDO SULFÚRICO AL 96,5% DE CONCENTRACIÓN A 30°C, 45°C Y EBULLICIÓN.”

FECHA DE APROBACIÓN DEL TG-II:

FECHA DE EX. FINAL:

FECHA DE ENTREGA DE EJEMPLARES DEFINITIVOS A DIRECCIÓN DE ESCUELA:

El propósito de la siguiente investigación consistió en evaluar la susceptibilidad al ataque intergranular en aceros inoxidable dúplex 2507 y austenítico 316L sometidos a sulfato férrico – ácido sulfúrico al 96,5% de concentración a 30°C, 45°C y ebullición, aplicando estrategias de investigación documental y experimental. Para la realización del estudio se utilizaron 18 probetas de acero inoxidable austenítico 316L y 18 probetas de acero inoxidable dúplex 2507. Posteriormente se realizaron análisis por pérdida de peso, microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, espectroscopía de energía dispersa de rayos X y Microdureza Vickers. La evaluación arrojó un comportamiento progresivo de pérdida de peso en función al aumento de temperatura para el acero austenítico 316L de 3,26% y en el acero dúplex 2507 de 13,12%. Visualmente el deterioro de la microestructura presentó picadura, pérdida de homogeneidad, pérdida de límite de grano, socavación del grano y separación intergranular, reflejando el mayor deterioro para el acero dúplex 2507, a través del análisis de espectroscopía de energía dispersa de rayos X se verificó la migración de cromo y níquel en ambos aceros.

CEDULA DE IDENTIDAD

NOMBRES

FIRMA

18.264.428

Ossa, José

17.172.839

Villasana, Carlos

PROFESOR GUÍA: Ing. Laura Sáenz.

JURADO: Ing. Donato Romanello

JURADO: Ing. Eleazar Díaz
