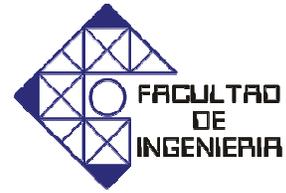




UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



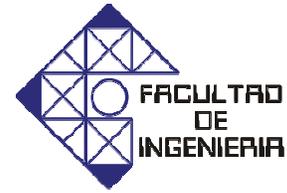
Evaluación de la Tenacidad de Impacto del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 expuesto al Ácido Nítrico (HNO₃ con 65% de concentración en ebullición)

Jean P. Martin D.
Juan A. Medina M.

Naguanagua, 11 de Noviembre de 2010



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



Evaluación de la Tenacidad de Impacto del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 expuesto al Ácido Nítrico (HNO₃ con 65% de concentración en ebullición)

*Trabajo especial de grado presentado ante la Ilustre Universidad de Carabobo para
optar al título de Ingeniero Mecánico*

Jean P. Martin D.
Juan A. Medina M.

Naguanagua, 11 de Noviembre de 2010

Universidad de Carabobo



Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Mecánica
Departamento de Materiales y Procesos de Fabricación

Pg 35 2/2009.

FORMATO TG-2 DEL JEFE DEL DPTO. AL CONSEJO DE ESCUELA

Valencia, 01 de febrero del 2010

Ciudadano
Director-Presidente y demás Miembros
Consejo de Escuela de Ingeniería Mecánica
Presente -

De acuerdo a lo establecido en el Art. 11 del Reglamento de Trabajo Especial de Grado, se presenta para su información y fines consiguientes la exposición de motivos, objetivos a desarrollar y Plan de Trabajo a cumplir por el (los) Br.(s):

Jean Paul Martín Demoor C.I. 18.361.567. v Juan Ali Medina Méndez C.I. 18.764.4259.

En la realización del tema: "EVALUACIÓN DE LA TENACIDAD DE IMPACTO DEL ACERO INOXIDABLE DÚPLEX SAF 2507 EXPUESTO AL ACIDO NITRICO (HNO3 CON 65% DE CONCENTRACION EN EBULLICION)".

Bajo la guitura del profesor: Ing.

Prof. Celia



Jefe del Departamento
Prof. Ing. Sandra Cabello

Recibido en Consejo de Escuela el día 09/02/2010

FORMATO TG-3: APROBACIÓN DEL TEMA EN CONSEJO DE ESCUELA

El Consejo de Escuela en su reunión ordinaria No. 01 del día 26 FEB 2010, de acuerdo a lo establecido en el Art. 12 del Reglamento respectivo y en atención a la notificación del Departamento correspondiente, aprueba como tema de Trabajo Especial de Grado con las modificaciones que se hayan indicando, el arriba señalado, el cual deberá ser concluido y presentado dentro del plazo que señala el Art. 21 del mencionado Reglamento.

Valencia, 26 de FEB 2010

Ing. Eleazar Díaz

Prof. Ing. Carmelo Torres
Director-Presidente



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 Tenacidad de Impacto del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 expuesto al Ácido Nítrico (HNO_3 con 65% de concentración en ebullición)*”, presentada por los bachilleres: **Jean Paul Martin Demoor** y **Juan Alí Medina Méndez**, portadores de la Cédula de Identidad N°: **18.361.567** y **18.764.425**, respectivamente; hacemos constar que hemos revisado y aprobado el mencionado trabajo.

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

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

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

En Naguanagua a los 11 días del mes de Noviembre de 2010

Agradecimientos

Queremos expresar, en primer lugar nuestro agradecimiento a Dios por permitirnos culminar el trabajo de grado. En segundo lugar, a nuestra familia por el apoyo incondicional brindado durante todos los momentos del trabajo y de nuestra vida cotidiana. En tercer lugar, agradecemos a los Profesores Alfredo Castillo, Donato Romanello, Eleazar Díaz, Juan Carlos Pereira, Gruber Caraballo, Leida Escalona, Luis Sidorovas y Olga Martínez por su asesoría y ayuda prestada durante diversos momentos de la realización de este trabajo de investigación. De igual manera, queremos agradecer a nuestra tutora, la Profesora Laura Sáenz, por sus consejos, guiatara y sugerencias oportunas durante el desarrollo de este trabajo de investigación. Aprovechamos la oportunidad brindada para agradecer también al personal de trabajo del Departamento de Materiales y Procesos de Fabricación de la Facultad de Ingeniería UC, Centro de Investigaciones Químicas de la Universidad de Carabobo, CIMBUC, Manufacturas de Aluminio I, C.A., Servicio Autónomo CINCATESA, Corporación Labtrade y Unión Química S.A. por la ayuda suministrada en términos de utilización de equipos y materiales necesarios para el desarrollo de la investigación. Por último, pero no con menor importancia, queremos agradecer a la empresa Sanven Steel, C.A. filial nacional de Sandvik Steel, por la donación del material para estudio, indispensable para el desarrollo de esta investigación.

Resumen

Con la finalidad de dar respuesta al acelerado desarrollo de nuevos materiales y establecer parámetros de diseño confiables que optimicen la utilización de los materiales se llevo a cabo este trabajo de investigación, donde se presentó un estudio experimental realizado al Acero Inoxidable Duplex SAF 2507 expuesto a ataques corrosivos en un medio de ácido nítrico HNO_3 al 65% de concentración en ebullición por tres (3) periodos (48, 96 y 144h respectivamente), utilizando un universo de quince (15) probetas de impacto, ocho (8) probetas de tracción y diferentes muestras micrográficas, con la finalidad de evaluar los efectos del medio corrosivo sobre la tenacidad de impacto de dicho acero. En esta investigación se realizaron ensayos de tracción, impacto, microdureza Vickers y metalografía óptica y electrónica, sobre las muestras expuestas a diferentes periodos de exposición al ácido, todas con un tratamiento previo de sensibilización de una hora a 675°C. Los resultados obtenidos dieron muestra de una reducción de aproximadamente un 50% en la energía absorbida por impacto de la condición sensibilizada y un progresivo aumento de la misma (“Recuperación”) conforme aumentaron los periodos de exposición al ácido nítrico, permaneciendo en todo momento con un mecanismo de fractura dúctil e invariable en sus propiedades mecánicas a carga estática; esto fue atribuido a la presunta aparición de las fases sigma y austenita secundaria durante el tratamiento de sensibilización y la posterior remoción de la fase sigma por efecto de la corrosión generalizada sufrida por el material en el medio ácido, traduciéndose en la invariabilidad de la tenacidad de impacto del material por efecto de la exposición al ácido nítrico al 65% de concentración en ebullición.

Índice general

Índice general	i	
Índice de figuras	v	
Índice de tablas	ix	
CAPÍTULO 1	Introducción	1
1.1	Situación problemática	2
1.2	Objetivos	3
1.2.1	<i>Objetivo General</i>	3
1.2.2	<i>Objetivos Específicos</i>	3
1.3	Justificación	4
1.4	Alcance	5
1.5	Limitaciones	6
CAPÍTULO 2	Bases Teóricas	7
2.1	Antecedentes	7
2.1.1	<i>Chai y Nyström</i>	7
2.1.2	<i>Moura, et al</i>	9
2.1.3	<i>Wei, et al</i>	9
2.1.4	<i>Topolska y Labanowski</i>	10
2.1.3	<i>Felipa y García</i>	11
2.2	Bases Teóricas	12
2.2.1	<i>Clasificación del Acero</i>	12
2.2.2	<i>Acero Inoxidable</i>	13
2.2.3	<i>Aceros Inoxidables Dúplex</i>	15
2.2.4	<i>Elementos de Aleación en los Aceros Dúplex</i>	18

	2.2.5 Metalurgia y Transformaciones de Fase de los Aceros	20
Dúplex	2.2.6 Propiedades Mecánicas y Físicas de los Aceros Dúplex	21
	2.2.7 Fenómeno de Corrosión	23
	2.2.8 Corrosión en los Aceros Dúplex	24
	2.2.9 Principales Aplicaciones de los Aceros Inoxidables Dúplex	28
	2.2.10 Propiedades Físicas y Químicas del Ácido Nítrico	32
	2.2.11 Lineamientos de Seguridad para el Manejo del Ácido	34
Nítrico	2.2.12 Aplicaciones del Ácido Nítrico	35
	2.2.13 Tenacidad de Impacto	35
	2.3 Glosario de Términos	38
CAPÍTULO 3	Metodología	41
	3.1 Nivel de la Investigación	41
	3.2 Diseño de la Investigación	42
	3.2.1 Revisión Bibliográfica Exploratoria	42
	3.2.2 Adquisición del material para Ensayos	42
	3.2.3 Adquisición de los Reactivos Químicos para Ensayos	44
	3.2.4 Elaboración de Probetas para Ensayos	45
	3.2.5 Identificación y Registro de Probetas para Ensayos	49
	3.2.6 Selección de Equipos a Emplear para Realización de los	50
Ensayos	3.2.7 Preparación y Pesaje de las Probetas previa a la	57
Exposición al Ácido Nítrico	3.2.8 Determinación del Volumen de Reactivo a Emplear para la	59
Exposición al Medio Corrosivo	3.2.9 Exposición al Medio Corrosivo	59
	3.2.10 Procedimiento Experimental para Ensayo de Tracción	62
	3.2.11 Procedimiento Experimental para Ensayo de Impacto	64
	3.2.12 Preparación y Examen Metalográfico de la Superficie de	66
las Muestras	3.2.13 Evaluación Microestructural y de Superficie de Fractura	68
por Microscopía Electrónica de Barrido	3.2.14 Procedimiento Experimental para Ensayo de Microdureza	69
Vickers	3.2.15 Evaluación de la Tenacidad de Impacto	70
CAPÍTULO 4	Resultados	71
	4.1 Exposición al Medio Corrosivo	71
	4.2 Ensayo de Tracción	77
	4.3 Ensayo de Impacto Charpy	84
	4.4 Evaluación Metalográfica	88
	4.4.1 Condición Original del Material	88
	4.4.2 Condición Tratamiento Térmico de Sensibilización	89

4.4.3 Condición 48 horas de Exposición al HNO ₃ en ebullición	91
4.4.4 Condición 96 horas de Exposición al HNO ₃ en ebullición	92
4.4.5 Condición 144 horas de Exposición al HNO ₃ en ebullición	93
4.5 Evaluación de Superficie de Fractura	94
4.5.1 Condición Original del Material	94
4.5.2 Condición Tratamiento Térmico de Sensibilización	94
4.5.3 Condición 48 horas de Exposición al HNO ₃ en ebullición	95
4.5.4 Condición 96 horas de Exposición al HNO ₃ en ebullición	97
4.5.5 Condición 144 horas de Exposición al HNO ₃ en ebullición	97
4.6 Ensayo de Microdureza Vickers	98
4.7 Tenacidad de Impacto	101
CAPÍTULO 5 Discusión y Análisis	105
5.1 Discusión sobre resultados de la exposición al medio corrosivo	105
5.2 Discusión sobre resultados del Ensayo de Impacto y fractografías de muestras de Impacto	107
5.3 Discusión sobre resultados del Ensayo de Tracción, fractografías de muestras de Tracción y comparación entre propiedades a carga estática e instantánea	109
5.4 Discusión sobre resultados de microdureza y evaluación metalográfica (deterioro microestructural)	111
5.5 Evaluación de la Tenacidad de Impacto según los resultados obtenidos	115
CAPÍTULO 6 Conclusiones y Recomendaciones	119
6.1 Conclusiones	119
6.2 Recomendaciones	121
Referencias	123
Anexos	127

Índice de figuras

2.1 Cambio en la microestructura del material debido a la adición de Ni en la composición química	17
2.2 Sección del diagrama de fases Fe-Cr-Ni a 68% Fe para un DSS	18
2.3 Diagrama de Transformación Isotérmica para Acero Dúplex 2205, 2304 y 2507	22
2.4 Capas protectoras en aceros al C y aceros inoxidable	24
2.5 Picaduras y fisuras en aceros inoxidable	26
2.6 Efecto de la Temperatura y la Velocidad de carga en el factor de intensidad de esfuerzo crítico	37
3.0 Diseño de la investigación	43
3.1 Esquema para corte de probetas de impacto y tracción a partir de la barra de material original	46
3.2 Dimensiones de probeta de impacto Charpy	47
3.3 Dimensiones de probeta de Tracción	48
3.4 Esquema para corte de probetas metalográficas a partir de probeta de Tracción	49
3.5 Esquema para corte de probetas metalográficas a partir de probeta Charpy	49
3.6 Perfilómetro para verificar dimensiones de probeta Charpy	50
3.7 Horno eléctrico para tratamiento térmico de sensibilización	51
3.8 Balanza analítica para pesaje de probetas antes y después de la exposición al ácido nítrico HNO ₃	52
3.9 Planchas de calentamiento empleadas para el desarrollo de los ensayos	52
3.10 Máquina para ensayo de impacto Charpy	53
3.11 Máquina para ensayo de Tracción	54
3.12 Cortadora metalográfica	54
3.13 Prensa para embutir	55
3.14 Banco de pulido	55

3.15 Microscopio óptico	55
3.16 Microscopio Electrónico de Barrido	56
3.17 Microdurómetro Vickers	56
3.18 Dimensiones requeridas para cálculo de área de Probeta Charpy	58
3.19 Dimensiones requeridas para cálculo de área Probeta de Tracción	59
3.20 Probetas de Tracción e Impacto colocadas dentro de los matraces Erlenmeyer	60
3.21 Montaje experimental para la exposición al Medio Corrosivo	60
3.22 Determinación del esfuerzo de fluencia por el método Offset	63
3.23 Patrón para estimar porcentaje de corte en fractura	66
4.1 Probetas de Tracción e Impacto previas a la exposición al ácido y posteriores al tratamiento térmico de sensibilización	74
4.2 Probetas de Tracción e Impacto posteriores al período de 96h en HNO ₃	74
4.3 Representación gráfica de la Velocidad de Corrosión en cada uno de los períodos de exposición	77
4.4 Curva Esfuerzo vs Deformación de la Probeta N°8 (48h de exposición)	78
4.5 Curva Esfuerzo vs Deformación de la Probeta N°6 (96h de exposición)	78
4.6 Curva Esfuerzo vs Deformación de la Probeta N°4 (96h de exposición)	79
4.7 Curva Esfuerzo vs Deformación de la Probeta N°3 (144h de exposición)	79
4.8 Curva Esfuerzo vs Deformación de la Probeta N°1 (144h de exposición)	80
4.9 Curva Esfuerzo vs Deformación de la Probeta N°2 (144h de exposición)	80
4.10 Gráfica comparativa del comportamiento Esfuerzo vs Deformación para los diferentes períodos de exposición al ácido ensayados	81
4.11 Probetas de Tracción representativas de cada uno de los períodos de exposición	82
4.12 Determinación del esfuerzo de fluencia por el método Offset al 2%	82
4.13 Representación gráfica de la Energía Absorbida por Impacto de las diferentes condiciones ensayadas	86
4.14 Probetas representativas de cada una de las condiciones ensayadas	86
4.15 Superficie de fractura macro de probeta en condición original	87
4.16 Superficie de fractura macro de probeta con tratamiento térmico de sensibilización	87
4.17 Superficie de fractura macro de probeta expuesta 48h en HNO ₃	87
4.18 Superficie de fractura macro de probeta expuesta 96h en HNO ₃	87
4.19 Superficie de fractura macro de probeta expuesta 144h en HNO ₃	87
4.20 Micrografía Sección Transversal Condición Original	89
4.21 Micrografía Sección Longitudinal (Superficial) Condición Original	89
4.22 Micrografía Control Longitudinal de sensibilización a 400x	90
4.23 Micrografía Control Longitudinal de sensibilización a 1000x	90
4.24 Micrografía Control Transversal de sensibilización a 400x	90
4.25 Micrografía Control Transversal de sensibilización a 1000x	90
4.26 Micrografía Control Longitudinal 48h al HNO ₃ a 400x	91
4.27 Micrografía Control Longitudinal 48h al HNO ₃ a 1000x	91
4.28 Micrografía Control Transversal 48h al HNO ₃ a 400x	91
4.29 Micrografía Control Transversal 48h al HNO ₃ a 1000x	91

4.30 Micrografía Control Longitudinal 96h al HNO ₃ a 400x	92
4.31 Micrografía Control Longitudinal 96h al HNO ₃ a 1000x	92
4.32 Micrografía Control Transversal 96h al HNO ₃ a 400x	92
4.33 Micrografía Control Longitudinal 144h al HNO ₃ a 100x	93
4.34 Micrografía Control Longitudinal 144h al HNO ₃ a 400x	93
4.35 Micrografía Control Transversal 144h al HNO ₃ a 100x	93
4.36 Micrografía Control Transversal 144h al HNO ₃ a 400x	93
4.37 Superficie de Fractura Probeta de Impacto Control de sensibilización (500x)	95
4.38 Control de sensibilización superficie de fractura Probeta de Impacto (500x)	95
4.39 Superficie de fractura de Probeta de Impacto control de 48h al HNO ₃ (500x)	96
4.40 Superficie de fractura de Probeta de Impacto control de 48h al HNO ₃ en zona de transición de labio de corte y zona plana de fractura (500x)	96
4.41 Superficie de fractura de Probeta de Tracción de control de 48h al HNO ₃ (35x)	96
4.42 Superficie de fractura de Probeta de Tracción control de 48h al HNO ₃ (500x)	97
4.43 Superficie de fractura de probeta de Tracción de control 48h al HNO ₃ en la zona de encuellamiento atacada (500x)	97
4.44 Representación gráfica del comportamiento de la dureza (HV) para la sección transversal en cada una de las condiciones de ensayo	100
4.45 Representación gráfica del comportamiento de la dureza (HV) para la sección longitudinal en cada una de las condiciones de ensayo	100
4.46 Comportamiento del K _{IC} en función de los diferentes períodos de exposición al ácido	102
4.47 Gráfico comparativo del comportamiento de K _{IC} y K _{ID} en función de los diferentes períodos de exposición al ácido y la Temperatura	103
5.1 Diagrama causa-efecto de variables asociadas a la Tenacidad de Impacto del Acero Dúplex SAF 2507 expuesto a ácido nítrico en ebullición 65% v/v	117

viii Evaluación de la Tenacidad de Impacto del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 expuesto al Ácido Nítrico (HNO_3 con 65% de concentración en ebullición)

Índice de tablas

2.1 Fases secundarias en los DSS a temperaturas superiores a 500°C	21
2.2 Propiedades Físicas de algunos aceros inoxidable y dúplex	23
3.1 Composición Química del material obtenido	44
3.2 Información del Registro de identificación de las probetas	49
3.3 N° de Probeta a ensayar según período de exposición	61
3.4 Tabla ejemplo de resultados del Ensayo de Tracción	64
3.5 Tabla ejemplo de resultados del Ensayo de Impacto Charpy	66
4.1 Información preliminar del registro de probetas de Tracción	72
4.2 Información preliminar del registro de probetas de Impacto	72
4.3 Pérdida de peso y velocidad de corrosión (Probetas de Tracción)	75
4.4 Pérdida de peso y velocidad de corrosión (Probetas de Impacto)	75
4.5 Pérdida de peso y velocidad de corrosión promedio (Probetas de Tracción)	76
4.6 Pérdida de peso y velocidad de corrosión promedio (Probetas de Impacto)	76
4.7 Propiedades mecánicas obtenidas del Ensayo de Tracción	83
4.8 Promedios de propiedades mecánicas obtenidas	83
4.9 Resultados del Ensayo de Impacto	84
4.10 Promedios de Energía Absorbida por Impacto	85
4.11 Propiedades microestructurales condición original	89
4.12 Propiedades microestructurales en muestra de control de sensibilización	90
4.13 Propiedades microestructurales en muestra de control 48h en HNO ₃	92
4.14 Propiedades microestructurales en muestra de control 96h en HNO ₃	93
4.15 Propiedades microestructurales en muestra de control 144h en HNO ₃	94
4.16 Resumen de características observadas en fractografías	98
4.17 Resultados del Ensayo de microdureza Vickers	99
4.18 Valores de K _{IC} y ΔT para las diferentes condiciones evaluadas	102
5.1 Comparación final entre la condición original del material y la condición más crítica de exposición al ácido nítrico (144h HNO ₃ ebullición)	118

X *Evaluación de la Tenacidad de Impacto del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 expuesto al Ácido Nítrico (HNO₃ con 65% de concentración en ebullición)*

CAPÍTULO 1

Introducción

El Diseño en la Ingeniería Mecánica ha contemplado desde sus inicios herramientas de carácter empírico, donde el diseñador realiza una selección de materiales y un dimensionamiento de los mismos según el proyecto a desarrollar y todas las variables posibles que pueden afectar dicho proyecto. Entre éstas variables se cuentan desde algunas muy tradicionales como la fatiga, corrosión, sobreexigencia del material y variables económicas hasta las menos generales como incidencia sobre la vida humana ó la contaminación ambiental. El problema del Diseño en Ingeniería Mecánica como se le conoce, es entonces exactamente la consideración de todas estas variables a la hora de realizar los mencionados procesos de selección y dimensionamiento de materiales. No obstante a todas las variables que pueden afectar al mencionado proyecto de diseño, se agrega a ésto el continuo avance tecnológico y desarrollo que consigue actualmente la humanidad a pasos agigantados. Se descubren ó crean nuevos materiales a una tasa de desarrollo acelerada, tratando de brindar nuevas soluciones a un mundo cada vez más exigente.

1.1 Situación problemática

Una óptica del problema del diseño en Ingeniería Mecánica como ya se ha planteado, es el estudio de la variable de la corrosión de los materiales. Como el estudio de la corrosión depende a su vez de tres factores que pueden combinarse aleatoriamente, (los cuales son el medio corrosivo, las condiciones del medio corrosivo y el tipo de material expuesto al medio corrosivo) no resulta tan fácil de evaluar y degenera en otro sin número de casos de estudio, debido a que afecta a su vez a diferentes propiedades mecánicas del material. Dentro de esta óptica, es importante destacar que en aplicaciones industriales, militares y agrícolas, se ha comenzado a incrementar el uso del Ácido Nítrico, por sus propiedades altamente reactivas, que lo convierten en un componente idóneo de explosivos, fertilizantes, como catalizador y/o elemento de tratamiento, pero al mismo tiempo, en un ácido fuertemente corrosivo.

Siguiendo el mismo orden de ideas, existe una situación dinámica donde se desarrollan nuevos materiales que brindan mayor seguridad contra la influencia de la variable de corrosión en el diseño y en este sentido, la tecnología ha permitido la invención de los Aceros Inoxidables, capaces de brindar las características resistivas de los aceros y características químicas anti-corrosivas atribuibles a las aleaciones de las que están formados. Los Aceros Inoxidables Dúplex sustituyen hoy en día a los pioneros Aceros Inoxidables Austeníticos (vanguardistas en su momento), debido a la dinámica cambiante de la industria, cada vez más exigente. Aunque muy recientes, algunos estudios de estos aceros (Dúplex) dan muestra de sus propiedades mecánicas y químicas superiores respecto a la corrosión bajo efectos de cargas estáticas, sin embargo, aún se desconocen los efectos que tienen sobre éstos aceros las cargas instantáneas en condiciones corrosivas, situación sumamente crítica desde el punto de vista del Diseño Mecánico

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo General

Evaluar la Tenacidad de Impacto del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 expuesto al Ácido Nítrico, con 65% de concentración en ebullición.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Exponer muestras de Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 al Ácido Nítrico (HNO_3) con 65% de concentración en ebullición y diferentes períodos de exposición, de acuerdo a las normas ASTM A262-02 y ASTM G4-01.
- Determinar la energía de absorción de impacto en probetas de Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 intergranularmente atacadas por efecto del Ácido Nítrico (HNO_3), por medio de la realización de un Ensayo de Charpy de acuerdo a la norma ASTM E23-02.
- Determinar las propiedades mecánicas asociadas a efectos de cargas estáticas y microestructura, de muestras de probetas de Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 intergranularmente atacadas por efecto del Ácido Nítrico (HNO_3), obtenidas según un Ensayo de Tracción y Ensayo de Microdureza Vickers, de acuerdo a la normas ASTM E8M-04 y E92-82 respectivamente.
- Evaluar el deterioro microestructural de las muestras de Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 intergranularmente atacadas por efecto del Ácido Nítrico (HNO_3), aplicando para ello técnicas de análisis metalográfico y microscopía electrónica de barrido (según norma ASTM E3-01).
- Evaluar la Tenacidad de Impacto de los Aceros Inoxidables Dúplex SAF 2507 intergranularmente atacados por efecto del Ácido Nítrico (HNO_3 , al 65% de concentración en ebullición y con diferentes períodos de exposición), sintetizando los resultados del ensayo de impacto con los resultados de los ensayos de microdureza y tracción, así como de metalografía y microscopía electrónica de barrido realizados sobre las muestras de acero dúplex.

1.3 Justificación

Dado el acelerado desarrollo tecnológico logrado en cuanto a descubrimiento ó creación de nuevos materiales, como es el caso de los Aceros Inoxidables Dúplex, los cuales intentan mejorar el rendimiento de los Aceros Inoxidables Austeníticos en cuanto a propiedades mecánicas y anti-corrosivas, existe un déficit de información que resulta importante abarcar con este trabajo de investigación. A nivel mundial, las características de los Aceros Inoxidables Dúplex han permitido incrementar el nivel de confiabilidad y la vida útil de las piezas fabricadas, reduciendo el sobredimensionamiento y el mantenimiento preventivo exagerado, especialmente en la industria petroquímica, donde la aplicabilidad de estos aceros es mayor (Dupoiron et al, 1994). Sin embargo, no se cuenta con una caracterización completa del comportamiento de los Aceros Inoxidables Dúplex que permitiría incrementar aún más, tanto el nivel de confiabilidad del acero (reduciendo el sobredimensionamiento y por tanto costos) como el nivel de receptividad de las empresas respecto al uso de éstos nuevos materiales y su implementación. Entre las variables del diseño que deben estudiarse para la caracterización del comportamiento de los Aceros Dúplex, se considera sumamente importante el estudio de la influencia de la variable de la corrosión en el diseño mecánico, debido a que es la variable crítica que mejora el desempeño de los Aceros Dúplex respecto a sus antecesores; la influencia de la corrosión es crítica en el caso de los Aceros Dúplex por la amplia utilización de éstos en la industria petroquímica y química, para fabricación de tuberías de flujo, tanques químicos, reactores y recipientes a presión, donde se encuentran expuestos a medios sumamente agresivos. En este sentido, el gran déficit de información asociado a la influencia de la corrosión en la resistencia del material bajo cargas instantáneas (donde podrían incluirse condiciones como explosiones) da cuenta de la importancia de este trabajo de investigación, todo con el propósito de ir brindando progresivamente con este y futuros estudios, una caracterización completa de las propiedades de los Aceros Dúplex bajo exposición a medios corrosivos en función de variables cuantificables (en este caso, el tiempo de exposición al medio corrosivo).

Surge la necesidad específica de estudiar el comportamiento de la Tenacidad de Impacto del conjunto de los Aceros Inoxidables Dúplex en interacción con el Ácido Nítrico, debido a las numerosas aplicaciones de este ácido en industrias alimenticias, petroquímicas, químicas y militares, y debido a que su naturaleza altamente reactiva lo convierte en un potencial agente explosivo (de hecho es usado en la fabricación de explosivos), hecho que aunado a otras razones, expresa claramente la justificación de esta investigación. En base a éstas razones, se ha planteado el objetivo general de este estudio, el cual pretende evaluar la Tenacidad de Impacto de los Aceros Inoxidables Dúplex bajo la influencia de la corrosión del ácido nítrico, valiéndose para ello de resultados cuantitativos directamente vinculantes como los ensayos de impacto, tracción y dureza, así como de resultados cualitativos respecto a la microestructura y su deterioro por efecto del medio corrosivo

1.4 Alcance

En el alcance de esta investigación se considera como material a estudiar el Acero Inoxidable SAF 2507 (Dúplex). Asimismo, el medio corrosivo con el cual se estará trabajando, será de Ácido Nítrico (HNO_3) al 65% de concentración en ebullición, según lo establecido en la norma ASTM A262-02 (Práctica C), (norma definida para aceros inoxidables austeníticos y aceros de elevado contenido de Molibdeno y Cromo, como los Aceros Inoxidables Dúplex). En cuanto a las condiciones corrosivas a las cuales serán sometidas las probetas de impacto y tracción a ensayar; dichas condiciones están estipuladas en la normas ASTM A262-02, donde se fijan tres (3) períodos de exposición al Ácido Nítrico, a intervalos de 48, 96 y 144 horas para las muestras de Acero Dúplex. La población de muestras a ensayar, para alcanzar una precisión de resultados acorde a los lineamientos de las normas E23-02, E8M-04 y E92-82 y satisfacer la disponibilidad de material, será de cinco (5) probetas de impacto Charpy, tres (3) probetas de Tracción y cinco (5) muestras para microscopía electrónica (una para cada período de exposición, una representativa del tratamiento térmico de sensibilización mencionado en la norma ASTM A262-02 y una

representativa de la condición original, de las cuales se obtendrán las muestras de dureza), de Acero Dúplex por cada período de exposición al Ácido Nítrico.

Las propiedades mecánicas del material a evaluar por efecto de este trabajo de investigación corresponden a aquellas bajo efectos de cargas instantáneas ó dinámicas, Energía de absorción por impacto, % de corte a fractura, tipo de fractura (dúctil ó frágil) y como consecuencia la Tenacidad de Impacto; sin embargo, como patrón de comparación y análisis se evaluarán también algunas propiedades mecánicas bajo efectos de cargas estáticas como esfuerzo de fluencia, resistencia a la tracción, factor de intensidad de esfuerzo crítico a carga estática, así como propiedades de la microestructura del material como microdureza, forma y tamaño de grano (estas dos últimas únicamente con propósito comparativo y de aproximación visual).

1.5 Limitaciones

Las limitaciones que pueden presentarse en el desarrollo de este trabajo de investigación son las siguientes:

- Acceso a laboratorios provistos de equipos e instrumentos necesarios para la realización de los ensayos mecánicos.
- Disponibilidad nacional de los reactivos químicos (Ácido Nítrico y reactivos adecuados para ataque metalográfico, entre otros) necesarios para la realización de los ensayos.
- Dificultad en el manejo del Ácido Nítrico por su peligrosidad en cuanto a toxicidad y reactividad.

CAPÍTULO 2

Bases Teóricas

Es de vital importancia el fundamento teórico que avala las prácticas de ensayos de materiales realizadas en la rama de Ingeniería de Materiales. Respecto a éstos, es fundamental conocer la mecánica del material en cuanto a propiedades, composición química, estructura atómica y cristalina, entre otros factores considerados a veces como variables independientes de estudio, los cuales pueden relacionarse con otro tipo de variables para brindar análisis más complejos del comportamiento del material. En este capítulo se cubre el basamento teórico correspondiente a los procesos de obtención, más comunes, para luego abordar todo lo referente a los Aceros Inoxidables Dúplex, siguiendo esta misma tónica. Una vez hecho esto, se estudia el fenómeno de corrosión, y las consecuencias de éste hasta ahora estudiadas sobre los aceros dúplex; se estudian también las propiedades del ácido nítrico como importante medio corrosivo, y las aplicaciones de éste y de los aceros dúplex, enfatizando las aplicaciones comunes de ambos.

2.1 Antecedentes

2.1.1 Chai y Nyström (2000)

Según los ensayos realizados por estos autores, pertenecientes a la empresa Sandvik, respecto a las propiedades mecánicas de los grados dúplex, se obtuvieron los siguientes resultados:

1.- Propiedades a carga estática: La prueba de resistencia a la fluencia a 0,2% de los grados dúplex, está entre 2 y 3 veces el valor de los grados austeníticos, Adicionalmente los grados dúplex mantienen una ductilidad satisfactoria como resultado del grano fino, tamaño de fase y endurecimiento de solución sólida por los elementos aleantes, especialmente por las grandes cantidades de nitrógeno en los grados dúplex.

2.- Efecto de la deformación en frío en la resistencia de los grados dúplex: La estructura de deformación desarrollada en los aceros dúplex depende de las fases individuales, la fase ferrita se deforma por movimientos de dislocación de borde con la formación de una muy desarrollada estructura de celdas de dislocación a elevados niveles de deformación, la fase austenita se deforma por dislocación de borde y helicoidal.

3.- Dureza: La dureza del acero dúplex 2507 (alrededor de 290 HV) y el 2205 (alrededor de 260 HV), es más elevada que la de los grados austeníticos 304 y 316 (alrededor de 155 y 160 HV)

4.- Tenacidad de impacto: La tenacidad de los aceros dúplex puede ser atribuida a la presencia de grandes cantidades de austenita, la cual retarda la fractura frágil (clivaje) y la estructura de grano fino que incrementa la resistencia y ductilidad. La tenacidad de impacto del 2507 es mucho mayor a 100 J a -50°C, esto permite que este grado dúplex pueda ser considerado para el servicio en diferentes aplicaciones.

5.- Resistencia a la corrosión: Respecto a la corrosión general ó uniforme, la aleación de Sandvik SAF 2507 es altamente resistente a la corrosión por ácidos orgánicos (ácido fórmico y acético); también en ácido contaminado, el SAF 2507 permanece resistente. En el ámbito de corrosión por fisuras y picaduras, el valor mínimo PRE para el SAF 2507 es de 41 (igual para ambas fases); en este mismo orden de ideas, una de las pruebas más severas de corrosión por picaduras y fisuras que se pueden aplicar para aceros inoxidables es la exposición a 6% de FeCl₃ con y sin fisuras; en esta prueba el SAF 2507 obtuvo un valor de casi 80°C de CPT y 50 °C de

CCT. Respecto a la corrosión por tensiones SCC, no hay señales de ésta hasta una concentración de 1000 ppm de Cl^- a 300°C y 10000 ppm de Cl^- a 250°C . Así mismo no hay señales de corrosión intergranular de acuerdo a la práctica E de la norma ASTM A262 (Prueba de Strauss, con Cu, CuSO_4 y H_2SO_4) debido a que la composición química del SAF 2507 esta balanceada para otorgar una rápida reestructuración de la austenita en la zona de soldadura afectada por el calor a altas temperaturas, en el caso del material destinado para la elaboración de tubos sin costura.

2.1.2 Moura, et al (2007)

En el trabajo de investigación de estos autores se detalla como las variaciones microestructurales pueden afectar la resistencia a la corrosión de un DSS UNS S31803 en solución salina artificial. La resistencia a la corrosión por picadura en una solución al 3,5% de NaCl fue evaluada bajo pruebas de polarización cíclica en un entorno con temperatura ambiente y otro a 60°C y con la ayuda de un doble circuito electromecánico de reactivación potenciodinámica de prueba (DL-EPR) se pudo evaluar el grado de sensibilización que permite la precipitación de carburos de cromo en los límites de grano, dejando al acero inoxidable sensible a la corrosión intergranular de las fases terciarias tales como σ y Cr_2N . Haciendo esto se encontró que las estructuras que contenían la fase sigma eran las más susceptibles a la corrosión localizada, el Cr_2N sin embargo disminuía el potencial de picadura y no causa sensibilización. Las pruebas realizadas con el DL-EPR a temperatura ambiente detectaron sensibilización en una muestra con 28,1% de σ (Tratada térmicamente a 800°C por 2 horas) pero no la detectaron en una muestra con 4,7% de σ (Tratada térmicamente a 800°C por 15 minutos) adicional a esto las muestras que contenían Cr_2N no reportaron ningún grado de sensibilización.

2.1.3 Wei, et al (2008)

Estos autores encontraron que los aceros inoxidables austeníticos tienen buena resistencia a la corrosión y alta tenacidad, sin embargo presentan alta sensibilización

en ambientes clorados. Los aceros inoxidable ferríticos tienen buena resistencia a la corrosión pero presentan baja ductilidad. Los aceros Duplex, sin embargo se caracterizan por una estructura de doble fase con aproximadamente la misma fracción en volumen de ferrita y austenita, ofreciendo una atractiva combinación de resistencia a la corrosión con excelentes propiedades mecánicas. Aceros Duplex como es el caso del llamado 2205 son ampliamente usados en aplicaciones tales como industria petrolera y petro-química, así como también por los investigadores de propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión y soldabilidad. En este artículo los autores investigan tanto la microestructura, como las propiedades mecánicas y anticorrosivas del DSS 2101 y a su vez su esfuerzo de fluencia, energía de absorción por impacto y resistencia a la corrosión por picadura para que sea comparada con el acero austenítico inoxidable AISI 304. La microestructura y propiedad de un 2101 Duplex con composición química 21.4Cr-6Mn-1.5Ni-0.24N-0.6Mo arroja resultados experimentales de esfuerzo de fluencia de 490 MPa, siendo 2,5 veces el del AISI 304. La energía de absorción por impacto del 2101 a 20 °C es de 200 J en la dirección de laminación y disminuye a medida que haya un descenso de temperatura, al mismo tiempo la energía de absorción por impacto en la dirección longitudinal es 80 a 90 J menor al valor obtenido en la dirección de laminación. Los estudios de corrosión realizados muestran que la tasa de corrosión del cloruro en la ferrita del 2101 y el AISI 304 son 2,67 g/m²h y 4,61 g/m²h, respectivamente. La temperatura crítica de picadura por corrosión del 2101 está destinada a ser alrededor de los 20 °C, obviamente más alta que los 4,6 °C del AISI 304. Estos valores indican claramente que el 2101 va a tener siempre una mayor resistencia a la corrosión por picadura que el AISI 304 en entornos con Cl.

2.1.4 Topolska y Labanowski (2009)

El trabajo de investigación de estos autores se remite a evaluar el efecto de los tratamientos térmicos y cambios resultantes en la microestructura sobre las propiedades mecánicas, específicamente la tenacidad de impacto, de los grados comerciales de acero dúplex 2205 y 2507. En este trabajo, los autores sometieron a ambos aceros a tratamientos de envejecimiento en el rango de temperaturas de 500 a

900°C con tiempos de exposición de 6 minutos, 1 hora y 10 horas, y a continuación realizaron evaluaciones metalográficas con microscopía óptica, mediciones de dureza y ensayos de impacto. Los resultados obtenidos confirman la premisa de que deben evitarse temperaturas de servicio elevadas para los aceros dúplex. La precipitación de fases secundarias (principalmente la fase σ) deteriora de manera acentuada las propiedades mecánicas de los aceros, sin embargo, dependiendo de la aplicación del acero dúplex, pueden aceptarse determinados porcentajes de dichas fases. La caída en la resistencia al impacto por presencia de fase σ es tal, que para el caso del DSS 2205 y DSS 2507, dicha propiedad toma valor de casi 0J con un porcentaje de fase σ superior a 30%. Este estudio no toma en consideración la afectación de la resistencia a la corrosión por la presencia de fases secundarias.

2.1.5 Felipa y García (2009)

El trabajo de investigación de estos autores se remite a evaluar la susceptibilidad comparativa del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 y el Acero Inoxidable Austenítico AISI 316 respecto a la exposición en Ácido Nítrico al 65% de concentración en ebullición. Para la realización de este estudio se emplearon cantidades iguales de cupones de Acero Inoxidable Austenítico y Dúplex, expuestos por cinco períodos acumulativos de 48 horas cada uno, y se logró reportar una pérdida de peso en función de los períodos de exposición para el acero AISI 316 de 4,52% y para el acero dúplex SAF 2507 de 24,33%. El deterioro de la microestructura reportó la pérdida de límites de grano, separación intergranular, presencia de picadura y pérdida de la homogeneidad mucho mayores (por examen visual) para el caso del Acero Dúplex SAF 2507 que para el caso del Acero Inoxidable Austenítico; mediante el análisis de espectroscopia de energía de rayos X disperso se corroboró la migración de los elementos Cromo y Níquel ante el ataque corrosivo.

2.2 Bases teóricas

2.2.1 Clasificación del acero (Shackelford, 2005)

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

- **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.
- **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.
- **Aceros de baja aleación ultra resistente:** 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 debido a 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. Por ejemplo, los vagones de mercancías fabricados con aceros de baja aleación pueden transportar cargas más grandes porque sus paredes son más delgadas que lo que sería necesario en caso de emplear acero al carbono. En la actualidad se construyen muchos edificios con estructuras de aceros de baja aleación. Las vigas pueden ser más delgadas sin disminuir su resistencia, logrando un mayor espacio interior en los edificios.

- **Aceros inoxidable:** Los aceros inoxidable contienen cromo, níquel y otros elementos de aleación, que los mantienen brillantes y resistentes a la herrumbre y oxidación, a pesar de la acción de la humedad o de ácidos y gases corrosivos. Algunos aceros inoxidable son muy duros; otros son muy resistentes y mantienen esa resistencia durante largos periodos a temperaturas extremas. Debido a sus superficies brillantes, en arquitectura se emplean muchas veces con fines decorativos. El acero inoxidable se utiliza para las tuberías y tanques de refinerías de petróleo o plantas químicas, para los fuselajes de los aviones o para cápsulas espaciales. También se usa para fabricar instrumentos y equipos quirúrgicos, o para fijar o sustituir huesos rotos, debido a que resiste a la acción de los fluidos corporales. En cocinas y zonas de preparación de alimentos, los utensilios son a menudo de acero inoxidable, debido a que no oscurece los alimentos y pueden limpiarse con facilidad.
- **Aceros de herramientas:** Estos aceros se utilizan para fabricar muchos tipos de herramientas y cabezales de corte, así como 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.

2.2.2 Acero Inoxidable (UNT, 2006)

En metalurgia, el acero inoxidable se define como una aleación de acero con un mínimo de 10% de cromo contenido en masa. El acero inoxidable es resistente a la corrosión, dado que el cromo u otros metales que contiene poseen gran afinidad por el oxígeno y reacciona con él formando una capa pasivadora, evitando así la corrosión del hierro. Sin embargo, esta capa puede ser afectada por algunos ácidos, dando lugar a que el hierro sea atacado y oxidado por mecanismos intergranulares o picaduras generalizadas. Contiene, por definición, un mínimo de 10,5% de cromo. Algunos tipos de acero inoxidable contienen además otros elementos aleantes; los principales son el níquel y el molibdeno.

La resistencia a la corrosión de los aceros inoxidables se debe a una delgada película de óxido de cromo que se forma en la superficie del acero; como consecuencia del agregado de los elementos cromo, níquel, molibdeno, titanio, niobio y otros se producen distintos tipos de acero inoxidable, cada uno con diferentes propiedades. A pesar de ser sumamente delgada ésta película invisible fuertemente adherida al metal, lo protege contra los distintos tipos de corrosión, renovándose inmediatamente cuando es dañada por abrasión, corte, maquinado, etc. Aunque la mínima cantidad de cromo necesaria para conferir esta resistencia superior a la corrosión depende de los agentes de corrosión, el Instituto Estadounidense de Hierro y Acero ha elegido el 10 por ciento de cromo como la línea divisoria entre aceros aleados y aceros inoxidables, mientras que otros establecen ese límite entre el 10,5% y el 11%.

Las propiedades y composiciones de los aceros inoxidables se mantuvieron en secreto por los países beligerantes mientras duró la primera guerra mundial. Posteriormente, a partir de las pocas aleaciones experimentadas en 1920 y de un limitado número de grados comercialmente disponibles en 1930, la familia de los aceros inoxidables ha crecido en forma impresionante. En la actualidad se cuenta con un gran número de tipos y grados de acero inoxidable en diversas presentaciones, y con una gran variedad de acabados, dimensiones, tratamientos, etc. Atendiendo a la estructura predominante de cada tipo, los aceros pueden ser clasificados en tres grupos: Austeníticos, Martensíticos y Ferríticos.

Todos los aceros inoxidables contienen el cromo suficiente para darles sus características de inoxidables, muchas aleaciones inoxidables contienen además níquel para reforzar aún más su resistencia a la corrosión. Estas aleaciones son añadidas al acero en estado de fusión para hacerlo inoxidable en toda su masa, por este motivo, los aceros inoxidables no necesitan ser ni chapeados, ni pintados, ni de ningún otro tratamiento superficial para mejorar su resistencia a la corrosión. En el acero inoxidable no hay nada que se pueda pelar, ni desgastar, ni saltar o desprenderse. El acero ordinario, cuando queda expuesto a los elementos, se oxida y forma óxido de

hierro pulverulento en su superficie; si éste 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 con un espesor típico de 8 a 10 Ångstrom (1 Ångstrom = 10^{-8} cm) de óxido de cromo (que también contiene hierro y níquel) muy densa que constituye una coraza contra los ataques de la corrosión. Si por cualquier razón esta película de óxido de cromo que recubre los aceros inoxidable es eliminada, se vuelve a formar inmediatamente, al combinarse el cromo con el oxígeno de la atmósfera ambiente. Cuando dicha capa está limpia y adecuadamente formada, es bastante inerte bajo la mayoría de las condiciones ambientales o de proceso; se dice entonces que el acero inoxidable está en estado “pasivo”.

El empleo de acero inoxidable siempre estará bajo la dependencia de las características oxidantes del ambiente; si en un determinado proceso imperan condiciones fuertemente oxidantes, los aceros inoxidable 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.

2.2.3 Aceros Inoxidables Duplex

Como su nombre lo indica, los aceros inoxidable dúplex están constituidos microestructuralmente por dos fases: ferrita y austenita. Estos materiales tienen la ventaja poseer una elevada resistencia mecánica alcanzando valores de límite elástico entre 700-900 Mpa (el doble del límite elástico de los aceros inoxidable austeníticos) lo que representa en muchos casos un ahorro significativo en costos de material, por ejemplo, en la fabricación de tanques de almacenamiento para los buques de carga, donde el acero inoxidable dúplex ha mostrado tener una resistencia superior al acero inoxidable austenítico y ha permitido un ahorro significativo en peso de la estructura (Charles, 1997).

Los aceros inoxidables dúplex son conocidos desde los años treinta aunque, sin embargo, su utilización se encontraba poco extendida al presentar unas limitadas propiedades mecánicas junto con una fuerte tendencia a la aparición de fases intermetálicas. Es a partir de los setenta, y debido principalmente a las mejoras en los procesos de producción del acero inoxidable, cuando su empleo ha aumentado considerablemente. Los últimos avances en el conocimiento de la metalurgia de estos aceros han permitido obtener una familia de aleaciones que puede adaptarse a los requerimientos de la industria moderna, con unas excelentes propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión, además de una aceptable soldabilidad.

Fueron los dúplex 22Cr los que comenzaron a sustituir a los clásicos austeníticos, en la actualidad, y junto a los dúplex 22Cr y 23Cr, el empleo de las aleaciones súper dúplex, o dúplex de la tercera generación, está siendo cada vez más extendido, dadas sus excepcionales propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión (Charles, 1997).

En función de los rangos composicionales, podemos establecer tres grupos principales en los aceros inoxidables dúplex (Charles, 1997):

- Dúplex 2304: (23Cr-4Ni) (EN 1.4362) Constituye la aleación dúplex más básica. No incluyen al Mo en su composición, por lo que sus ventajas económicas son mayores.
- Dúplex 2205: (22Cr-5Ni-3Mo) (EN 1.4462) Se trata del acero inoxidable dúplex más comúnmente empleado.
- Dúplex 2507: (25Cr-7Ni-3.5Mo) (EN 1.4410) Está caracterizado por un PRE (“Pitting Resistance Equivalent” ó equivalente de resistencia a las picaduras) muy elevado. Son aceros conocidos como súper dúplex, y presentan unas propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión aún más elevadas que los anteriormente citados.

Se acepta generalmente que las propiedades favorables de los aceros inoxidables Dúplex pueden ser logradas por balances de fase en el rango de 30-70% de Ferrita y Austenita. Para obtener una estructura Dúplex estable que responda bien al procesamiento y maquinado, se debe tener cuidado de obtener los niveles correctos de las fases mencionadas anteriormente; además del balance de fases, hay una segunda prioridad con los aceros inoxidables dúplex y su composición química, la cual es la formación de fases intermetálicas perjudiciales para sus propiedades a elevadas temperaturas. Las fases “sigma” y “chi” se forman en aceros inoxidables de alto contenido de Cr y Mo y se precipitan generalmente en la ferrita (IMOA, 2001).

En una aleación de base de hierro, con la adición de Níquel, se promueve un cambio en la estructura cristalina del acero inoxidable de BCC (ferrítica) a FCC (austenítica, con mayor tenacidad) (Figura 2.1). las aleaciones ferríticas contienen poco ó nada de Ni, las dúplex entre 4 y 7% de Níquel y las austeníticas hasta 8% de Ni (Serie 300 austenítica de aceros inoxidables)

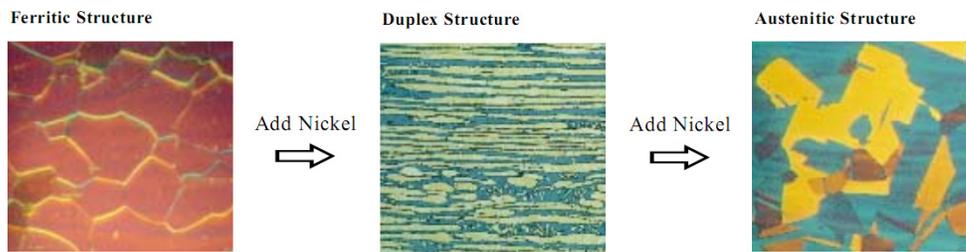


Figura 2.1: Cambio en la microestructura del material debido a la adición de Ni en la composición química (IMOA, 2001)

La solidificación de los dúplex ocurre en el campo ferrítico, y es durante el proceso de enfriamiento, cuando una parte de la ferrita se transforma en austenita. La microestructura dúplex lleva implícita la presencia de dos fases con composiciones químicas diferentes: la ferrita se encuentra lógicamente enriquecida en elementos con carácter alfégeno (tales como cromo, molibdeno o silicio), mientras que la austenita lo estará en elementos gammágenos (nitrógeno, níquel, carbono, etc.).

En los aceros inoxidable Dúplex, el Nitrógeno es adherido casi hasta su límite de solubilidad y la cantidad de Níquel es ajustada para lograr el balance deseado de las fases. Los formadores de ferrita, Cr y Mo, son balanceados por los formadores de austenita, níquel y nitrógeno para obtener la estructura dúplex.

Los dúplex presentan una alta tendencia a la precipitación de compuestos intermetálicos por tratamientos térmicos, a temperaturas comprendidas entre 300 y 1000°C. Este hecho es debido al elevado contenido de los dúplex en elementos que favorecen la citada precipitación, como son el cromo y el molibdeno. Además, y dado que dichos elementos se concentran principalmente en la ferrita, esta fase será especialmente susceptible a tal transformación. Estos precipitados tienen efectos perjudiciales tanto en las propiedades mecánicas como en las de resistencia a la corrosión. Es por ello que estos materiales son aplicables únicamente a temperaturas de hasta 250 a 300°C, como se puede apreciar en el diagrama de fases ternario Fe-Cr-Ni (Figura 2.2), donde a bajas temperaturas, no hay cambios en el equilibrio de las fases, mientras que los microconstituyentes permanecen presentes (Charles, 1997)

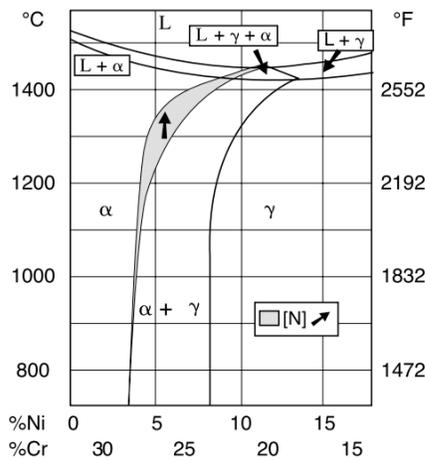


Figura 2.2: Sección del diagrama de fases Fe-Cr-Ni a 68%Fe para un DSS (Obsérvese la estabilización de las fases a medida que disminuye la temperatura y la presencia de fases austenita y ferrita) (IMOA, 2001)

2.2.4 Elementos de Aleación en los Aceros Dúplex (IMOA, 2001)

- Cromo (Cr): El Cromo es un formador de ferrita, aumentando la profundidad

del endurecimiento. Asimismo, aumenta la resistencia a altas temperaturas y evita la corrosión (inclusive, la resistencia a la corrosión aumenta proporcionalmente a la cantidad de cromo hasta un determinado límite). Un mínimo de alrededor de 10,5% de Cr es necesario para formar una capa pasiva y estable de Cr que es suficiente para proteger al metal contra la corrosión atmosférica. A mayor cantidad de Cr es necesaria mayor cantidad de Ni para formar un acero austenítico Dúplex. Sin embargo, niveles más elevados de Cr fomentan la formación de fases intermetálicas, debido a eso existe usualmente un 18% de Cr en los aceros austeníticos y 22% en los aceros dúplex.

- Molibdeno (Mo): El Mo actúa para ayudar al Cr, otorgándole resistencia a la corrosión por cloruros en los aceros inoxidable. Cuando el contenido de Cr es de al menos 18%, las adiciones de Mo se vuelven cerca de tres veces más efectivas que las adiciones de Cr contra corrosión por picaduras y fisuras en entornos con presencia de cloruros. El Mo también aumenta la formación de ferrita y contribuye a la formación de fases intermetálicas desfavorables (por lo que está restringido a un 7,5% en aceros inoxidable austeníticos y un 4% en aceros dúplex). También se considera un elemento muy habitual debido a que aumenta la resistencia al impacto. El Molibdeno es el elemento más efectivo para mejorar la resistencia del acero a las bajas temperaturas, reduciendo, además, la pérdida de resistencia por templado.
- Nitrógeno (N): El N aumenta la resistencia a la corrosión por fisuras y picaduras en los aceros austeníticos y dúplex. Esto también permite aumentar sustancialmente su resistencia, debido a que es un elemento endurecedor por solución sólida. Debido a su elevada resistencia, la adición de N en los aceros inoxidable permite aumentar también la tenacidad del acero. El N retrasa la formación de fases intermetálicas, permitiendo el procesamiento y conformado de los grados dúplex. El N se añade a aceros inoxidable dúplex con elevado contenido de Cr y Mo para retrasar su tendencia de formación de fase “sigma”. El N es un fuerte formador de austenita y puede reemplazar algo de Ni en las

aleaciones inoxidables austeníticas.

- Níquel (Ni): Es un estabilizador de austenita; la adición de Ni retrasa la formación de fases intermetálicas desfavorables en los aceros inoxidables austeníticos pero es mucho menos efectivo que el N en esta labor en los aceros dúplex.

2.2.5 Metalurgia y transformaciones de fase de los Aceros Dúplex (IMOA, 2001)

La fase Sigma se forma por el enfriamiento de una aleación dúplex alrededor de los 1000°C, donde la austenita vuelve a formarse a partir de la ferrita y origina la precipitación de la fase. La fase Alfa prima también es una fase estable en las aleaciones dúplex, formándose en la fase ferrita alrededor de los 525°C. La fase alfa prima es la responsable de la pérdida de tenacidad a temperatura ambiente en los aceros inoxidables ferríticos después de exposiciones prolongadas en el rango de temperaturas de 475°C (Efecto conocido como fragilización a 475°C).

Las fases sigma, alfa prima, carburos y nitruros, son desfavorables y pueden formarse en cuestión de minutos a ciertas temperaturas. En consecuencia, los tratamientos térmicos requeridos para el conformado y la fabricación, así como los ciclos de servicio, deben tener en cuenta las cinéticas de formación de fase para asegurar las propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión que se deseen obtener. Los aceros dúplex han sido desarrollados tomando en cuenta éstos principios.

Debido al empleo de N como elemento aleante, estos aceros pueden poseer en su microestructura bordes de grano con presencia de nitruros de cromo, los cuales, formados en suficiente cantidad y bajo condiciones adecuadas, pueden actuar en decremento de la resistencia a la corrosión del acero.

La tendencia a la precipitación se ve fuertemente afectada por el contenido de elementos aleantes y varía entre los diferentes grados de aceros. La precipitación es más pronunciada en los aceros inoxidables superdúplex y metales soldados debido a su contenido más elevado de elementos aleantes. Las fases secundarias más importantes

durante el trabajado y soldado en los aceros dúplex son σ (sigma), χ (chi), austenita secundaria (formada en conjunto con la fase sigma por la descomposición eutectoide de la ferrita y la difusión de nitruros de cromo) y nitruros de cromo, todos formados en temperaturas superiores a 500°C (Karlsson, 1999). Una lista de estas fases puede apreciarse en la siguiente Tabla 2.1

Tabla 2.1: Fases secundarias en DSS a temperaturas superiores a 500°C (Karlsson, 1999)

Tipo de Precipitado	Fórmula Química Nominal	Rango de temperatura (°C)
Ferrita (α)	-	-
Austenita (γ) / Austenita Secundaria (γ_2)	-	- / 600-1000
σ	Fe-Cr-Mo	600-1000
Nitruro de Cromo	Cr ₂ N	700-900
Nitruro de Cromo	CrN	-1000
χ	Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀	700-900
R	Fe-Cr-Mo	550-800
π	Fe ₇ Mo ₁₃ N ₄	550-600
τ	-	550-650
M ₇ C ₃	-	550-650
M ₂₃ C ₆	-	

2.2.6 Propiedades Mecánicas y Físicas de los Aceros Dúplex (Charles, 1997)

Los aceros dúplex poseen, a temperatura ambiente, el doble de esfuerzo de fluencia que los aceros inoxidable austeníticos (Serie 300). Las propiedades mecánicas de éstos aceros son altamente anisotrópicas y pueden depender en un grado elevado de la orientación de los granos; esta anisotropía es causada por los granos elongados y la estructura cristalográfica que resulta del rolado en caliente ó en frío. Mientras que la estructura de solidificación del dúplex es altamente isotrópica (Debido al efecto retardante de la formación de carburos por el N, como puede observarse en el Diagrama de Precipitación Isotérmica, Figura 2.3), éste es rolado ó forjado y subsecuentemente tratado con ambas fases presentes.

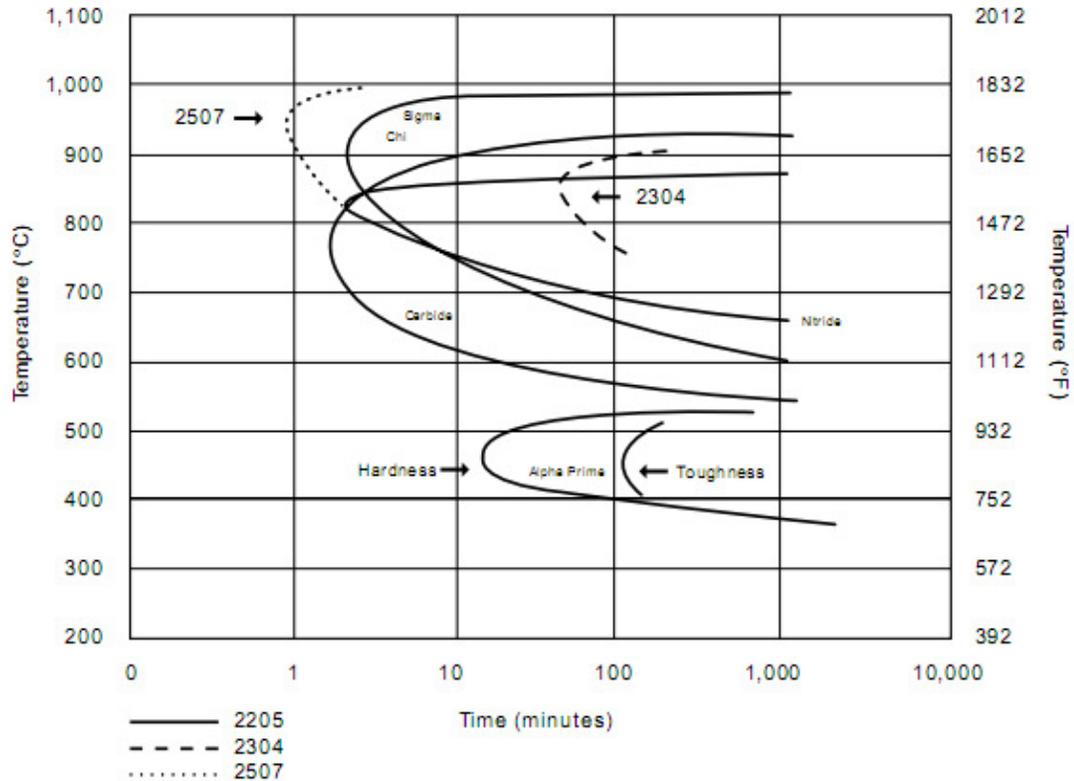


Figura 2.3: Diagrama de Transformación Isotérmica para Acero Dúplex 2205, donde se muestran también las precipitaciones que pueden ocurrir para los aceros 2304 y 2507 a modo de comparación (IMOA, 2001)

A pesar de la elevada resistencia de los aceros inoxidables dúplex, éstos muestran también una elevada ductilidad y tenacidad. Comparados con los aceros ordinarios al carbono y los aceros inoxidables ferríticos, la transición dúctil-frágil es más gradual. Los aceros inoxidables dúplex mantienen buena tenacidad incluso en bajas temperaturas (p.ej. -40°C), sin embargo, la ductilidad y la tenacidad del acero inoxidable dúplex es más baja que la de los aceros inoxidables austeníticos. Los aceros inoxidables austeníticos no muestran, por lo general, una transición dúctil-frágil y mantienen excelente tenacidad bajo temperaturas criogénicas.

Debido a su elevada resistencia, la deformación plástica de estos aceros DSS requiere de mayores esfuerzos para llevarse a cabo. Asimismo, debido a su elevada dureza, el acero inoxidable dúplex reduce la vida de la herramienta en las operaciones

de maquinado ó requiere el aumento de los tiempos de mecanizado, en comparación a los aceros inoxidable austeníticos. Pueden ser necesarios ciclos de recocido en procesos de formado ó doblado debido a que la ductilidad en el acero dúplex se reduce mucho más rápidamente que en los aceros inoxidable austeníticos.

Estos materiales presentan un bajo coeficiente de expansión térmica, lo que permite que sean susceptibles de aplicarse en condiciones en las que existan ciclos térmicos. La conductividad térmica de los dúplex es mayor que la de los austeníticos, lo que asociado a su bajo coeficiente de expansión térmica y la posible reducción en el espesor (debido a su mayor resistencia mecánica), hace que estas aleaciones puedan ser utilizadas en intercambiadores de calor. El fuerte comportamiento magnético, dado por la presencia de un 50% de ferrita, permite el empleo de sujeciones magnéticas durante el mecanizado.

En la Tabla 2.2 pueden apreciarse algunas propiedades físicas (a modo de comparación) de aceros al carbono, aceros inoxidable austeníticos y aceros dúplex.

Tabla 2.2: Propiedades físicas de algunos aceros inoxidable y Dúplex (IMOA, 2001)

Denominación	Densidad (g/cm ³)	Calor Específico (J/kgK)	Resistividad eléctrica (μΩ-m)	Módulo de Young (GPa)
Aceros al C	7,64	447	0,1	207
AISI 304	7,98	502	0,73	193
AISI 316	7,98	502	0,75	193
SAF 2304	7,85	482	0,8	200
SAF 2205	7,85	482	0,8	200
SAF 2507	7,79	485	0,8	200

2.2.7 Fenómeno de Corrosión (Shackelford, 2005)

La corrosión se define como el deterioro de un material a consecuencia de un ataque electroquímico por su entorno. De manera más general, puede entenderse como la tendencia general que tienen los materiales a buscar su forma más estable o de menor energía interna. Siempre que la corrosión esté originada por una reacción electroquímica (oxidación), la velocidad a la que tiene lugar dependerá en alguna medida de la temperatura, de la salinidad del fluido en contacto con el metal y de las

propiedades de los metales en cuestión. Otros materiales no metálicos también sufren corrosión mediante otros mecanismos.

2.2.8 Corrosión en los Aceros Dúplex

Un acero “normal” en un medio relativamente oxidante se oxida y forma óxido de hierro en su superficie. Si esta capa se queda en la superficie, el fenómeno de oxidación sigue avanzado hasta que el acero sea totalmente corroído. Los aceros inoxidable también se oxidan, pero la capa que se forma es particular, en el sentido que es una fina película de óxidos (el principal es el de cromo), muy densa, que protege el material contra la oxidación continua (Figura 2.4), si se elimina esta capa protectora del acero inoxidable, se forma otra inmediatamente luego, al combinarse el cromo y los otros elementos con el oxígeno de la atmósfera (Mateo, 2005).

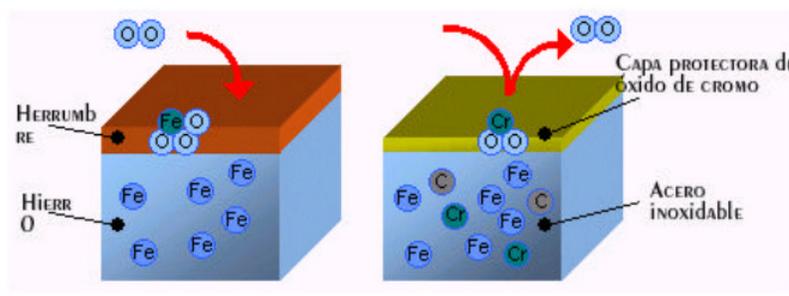


Figura 2.4: a) (Izquierda) Capa pasivadora de óxido de hierro protectora en un acero al carbono; b) Capa protectora de óxido de Cromo de un acero inoxidable (Mateo, 2005)

a) Corrosión intergranular

La Corrosión ó ataque intergranular se refiere a un ataque preferencial de los bordes de grano ó de las áreas inmediatamente adyacentes a los bordes de grano en un material expuesto a un ambiente corrosivo, con poca ó casi ninguna afectación de los granos en sí. El ataque intergranular ocurre debido a que los bordes de grano son lugares de precipitación y segregación, que los hacen química y físicamente diferente de los granos en sí, por la diferencia de potencial existente entre el borde de grano y cualquier precipitado, fase intermetálica ó impureza contenida en éste (Phull, 2003).

La microestructura austenita-ferrita les da a los aceros dúplex una resistencia natural contra este tipo de ataque. El bajo contenido en carbono, las diferentes

concentraciones de carbono y cromo, así como las distintas velocidades de difusión de estos elementos en ambas fases, explican este particular buen comportamiento. La mayor parte del cromo del carburo lo aporta la ferrita, por ello, la zona empobrecida en cromo en la cara ferrítica es mucho más ancha que en la cara austenítica. Esta estrecha zona de la austenita es la responsable de la sensibilización, y, dado su pequeño tamaño, puede rápidamente recuperar el contenido en cromo por difusión desde el interior del grano austenítico (Bernhardson, 1991).

b) Corrosión localizada (Por picaduras y fisuras)

La corrosión localizada aparece frecuentemente cuando los materiales se encuentran en contacto con soluciones que contienen *cloruros*, pudiendo ocasionar ataque por picaduras o en intersticios. La resistencia a la corrosión localizada de los inoxidable en tales medios depende tanto de su composición química como de la presencia de "puntos débiles" en la capa pasiva (por ejemplo, los asociados a la presencia de inclusiones). Los elementos que son considerados como los más eficaces para limitar la iniciación de la corrosión localizada son cromo, molibdeno y nitrógeno. El índice PRE (Pitting Resistance Equivalent) ($PRE = \%Cr + 3.3\%Mo + 16\%N$) es a menudo empleado para comparar aleaciones en función de su resistencia a la corrosión localizada. Hay que hacer notar que el PRE no incluye el efecto beneficioso en determinadas condiciones de ciertos elementos como Cu y W. El índice PRE tampoco considera el efecto perjudicial de elementos residuales, como el azufre o el fósforo, ni la presencia de precipitados de fases intermetálicas, que pueden disminuir drásticamente la resistencia. Por tanto, la utilización de fórmulas como la del PRE debe hacerse con cautela (Bernhardson, 1991). En la figura 2.5 se muestran ejemplos de superficies afectadas por corrosión localizada (ASM, 2003)

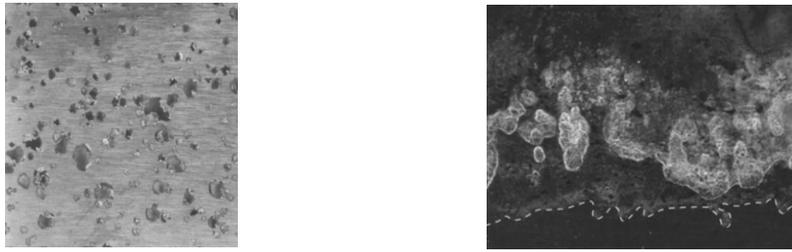


Figura 2.5: a) (Izquierda) Picaduras profundas en un metal; b) (Derecha) Corrosión por fisuras de un acero inoxidable 304 luego de aplicada técnica de polarización. La boca de la fisura se encuentra en el borde inferior de la fotografía, el borde del material es la línea blanca segmentada y el área afectada es la región iluminada sobre la línea segmentada

c) Corrosión Generalizada

La corrosión generalizada en medio acuoso (a temperaturas bajas) se refiere principalmente a la degradación del metal ó aleación (pérdida de peso) (Silverman, 2003). El sulfúrico es un medio complejo, con carácter reductor a bajas concentraciones (hasta el 50%) y oxidante a altas concentraciones (de más del 80%). Estos límites pueden variar con la temperatura. En estos medios es importante la acción de las posibles impurezas presentes:

- Las impurezas oxidantes y la aireación normalmente aumentan la resistencia a la corrosión.
- Las impurezas reductoras y depasivantes, tales como los cloruros, bajan drásticamente la resistencia a la corrosión.
- Los dúplex se comportan bien en medio sulfúrico excepto en el intervalo de concentraciones 40-80%. La resistencia a este tipo de corrosión aumenta mediante la adición de cromo, molibdeno y cobre. Se ha observado un buen comportamiento en concentraciones por encima de 95%, típicas de plantas de producción de ácido sulfúrico.

En medio nítrico y con concentraciones de hasta 50-60 %, los tipos sin molibdeno exhiben un excelente comportamiento. El ácido fosfórico no es corrosivo en estado puro, sin embargo, durante el proceso de fabricación o en su transporte, siempre contiene impurezas que lo pueden convertir en un producto muy corrosivo:

ácido fluorhídrico, ácido sulfúrico, cloruros, etc. Los aceros inoxidable dúplex y, especialmente, los súper dúplex presentan un buen comportamiento en medio fosfórico.

Las soluciones cáusticas no son agresivas para los inoxidables normalizados, a temperaturas inferiores a 80°C. Por encima de tal temperatura, puede aparecer corrosión generalizada y bajo tensiones, dependiendo de los tipos y la presencia de impurezas. Un aumento en el contenido de cromo y níquel mejora el comportamiento a la corrosión en este tipo de medio, mientras que el molibdeno es perjudicial (Bernhardson, 1991).

d) Corrosión por agrietamiento ambientalmente inducido (Corrosión bajo tensiones, SCC y daño por hidrógeno)

La corrosión bajo tensiones, “SCC”, es el resultado de una concentración de esfuerzos en defectos superficiales originados por la acción corrosiva. La “precorrosión” seguida por una carga en un ambiente inerte no resultará en una propagación de grieta apreciable, mientras que la exposición simultánea a un ambiente corrosivo y la aplicación de carga sí producirá una propagación de grieta dependiente del tiempo. Los esfuerzos necesarios para ocasionar una corrosión bajo tensiones son en magnitud inferiores al esfuerzo de fluencia y de tracción por naturaleza (Jones, 2003)

- Resistencia a la corrosión bajo tensiones en cloruros: La corrosión bajo tensiones en este tipo de medio es un fenómeno frecuente en numerosas industrias, especialmente en sistemas de calentamiento y enfriamiento que utilizan agua no tratada que contenga oxígeno y cloruros. También son susceptibles a este tipo de corrosión determinadas instalaciones de proceso (reactores). En este tipo de ambientes, la resistencia a la SCC disminuye al aumentar el nivel de oxígeno del medio, mientras que aumenta con el pH. El buen comportamiento de los dúplex frente a la SCC está en relación con su alta resistencia a la corrosión localizada, que en muchos casos inicia la SCC (Bernhardson, 1991).

- Resistencia a la corrosión bajo tensiones en sulfuros: Los mecanismos de la corrosión bajo tensiones en medio sulfuro (SSCC) que contenga H₂S, CO₂ y Cl no están bien entendidos hasta el momento. Los parámetros principales que afectan a este fenómeno son el pH, la presión parcial de H₂S, la temperatura y la concentración de cloruros. Normalmente, cuanto mayor sea el PRE, mayor será la resistencia a la SSCC, cualquiera que sea la microestructura del acero inoxidable, dúplex o austenítica (Bernhardson, 1991).

Los aceros inoxidables solamente presentan fragilización en ambiente hidrogenado, que es mucho más severa en presencia de muescas ó especímenes previamente agrietados. Esta fragilización ocurre durante la deformación plástica de aleaciones en contacto con gases hidrogenados ó por presencia de reacción corrosiva y por tanto es dependiente de la rata de deformación. Muchos compuestos intermetálicos son propensos a fragilización por hidrógeno, y aquellos compuestos que resultan inmunes a daño por hidrógeno generalmente presentan precipitación ó ataque intergranular (ASM, 2003).

e) Corrosión influenciada metalúrgicamente

Las aleaciones dúplex son ricas en Cr (22 a 27%) y Mo (2 a 4%). Como resultado de esto, éstas aleaciones son propensas a la formación de fases intermetálicas como σ y χ si no son enfriadas rápidamente en el rango de los 900 a 700°C. Éstas fases aún cuando degradan la resistencia a la corrosión del acero, tienen un efecto más drástico en las propiedades mecánicas, específicamente en la tenacidad de impacto. Si un acero dúplex posee propiedades de impacto satisfactorias, no experimentará una reducción apreciable en su resistencia a la corrosión (Fritz, 2003)

2.2.9 Principales aplicaciones de los Aceros Inoxidables Dúplex

a) Industria de la pulpa y el papel (Campo Díaz del, 2003)

La industria de la pulpa y el papel ha empleado los aceros inoxidables dúplex desde hace más de treinta años. Tales aplicaciones incluyen la preparación de astillas,

preparación química de la pulpa, blanqueo, preparación químico - termo - mecánica de la pulpa, máquinas de papel, tanques de licores, recuperación y plantas de vapor. En un principio, los dúplex eran seleccionados para reactores, gracias a las enormes ventajas económicas que suponen, incluyendo el ahorro asociado a la disminución en el peso del material, con incidencia directa en los gastos generales (estructuras de hormigón, tiempo de construcción, reducción en los costes de transporte, etc.). En la actualidad, los dúplex se emplean incluso en los elementos metálicos auxiliares como por ejemplo

- Tanques para la prevaporización de las astillas: Estos tanques suelen estar sometidos a condiciones de presión en dirección horizontal, trabajando habitualmente a 120 MPa. Las astillas de madera son empujadas a través del tanque por un tornillo transportador, recibiendo el vapor por medio de inyectoros situados en la base del tanque. En esta aplicación, los dúplex han sido empleados con éxito, si bien existen resultados contradictorios para los dúplex 22 Cr, dadas las condiciones tan agresivas a las que se enfrentan: pH 3 y 2000 ppm de Cl.
- Reactores para la pulpa: Se trata de tanques fabricados con revestimiento de chapas o directamente con inoxidables dúplex en todo su espesor. Tanto los dúplex 22Cr como los 25Cr han sido empleados con éxito en esta aplicación. Habitualmente se utilizan revestimientos con chapas de dúplex.
- Tambores de blanqueo con agua con alto contenido en cloruros y óxidos de cloro: Las condiciones típicas de servicio son pH 6-7, 70°C, 600 ppm de Cr o incluso más, 300 ppm de ClO₃ y 20-200 ppm ClO₂. En tales ambientes, los dúplex 2304 sufren severos ataques, mientras que los 2205 se comportan mejor, aunque aun se observan ataques por picaduras.
- Otras aplicaciones: En algunas industrias, los dúplex se emplean en tanques para la impregnación de oxígeno y depósitos para blanqueo de la pulpa. También se emplean en precalentadores de licores, tambores de filtrado, agitadores, tuberías, etc.

b) Equipos para el control de la polución (Campo Díaz del, 2003)

Para evitar la contaminación ambiental producida en calderas de combustibles fósiles (carbón, petróleo, etc.) se emplean unidades de desulfuración de gases. La tecnología más extendida consiste en limpiar el SO₂ de los gases mediante su paso a través de una suspensión de caliza en agua. Sin embargo, en ciertas partes de los limpiadores, la reacción de neutralización no es completa y se puede producir la condensación de ácido sulfúrico enriquecido, lo que, combinado con la temperatura y la presencia de cloruros y/o fluoruros, conduce a un medio muy agresivo. Condiciones típicas son: temperaturas de 40 a 80°C, pH entre 3 y 5, cloruros entre 0.1 y 0.5% y fluoruros hasta 500 ppm (dependiendo de la composición del combustible y del agua). Estas condiciones pueden hacerse aún más severas si se produce la formación de depósitos. En otros puntos de la instalación pueden aparecer fenómenos de abrasión - corrosión debidos a los precipitados resultantes de la reacción de neutralización.

c) Industria Química y Petroquímica (Dupouiron et al, 1994)

La industria química es conocida por su amplio abanico de condiciones corrosivas. Entre ellas, destacan las que se caracterizan por unas altas temperaturas junto a la presencia de cloruros en concentraciones medias o altas. Estos tipos de medios generalmente inducen el fenómeno de rotura por corrosión bajo tensiones. Entre las diferentes aplicaciones podemos destacar las siguientes:

- Columnas desmoldeadoras para PVC y cambiadores de calor: Condiciones típicas de servicio son pH de 2,8 a 3,5, 20 a 50 ppm de cloruros, y temperatura en torno a 105°C. La temperatura y el pH pueden variar a lo largo del proceso operativo, y la concentración de cloruros puede aumentar si se producen depósitos. Se han detectado problemas de corrosión en zonas de soldadura en las condiciones de servicio más severas.

- Recipientes a presión para productos orgánicos (derivados amónicos): El medio en el que se desarrolla el servicio es de carbonato sódico y cloruros. Se utilizan preferentemente los superdúplex, soldados mediante soldadura SMAW.
- Reactores para la producción de alcohol oxigenado: el ambiente está compuesto por definas, monóxido de carbono, hidrógeno y un catalizador ácido, a presiones elevadas y temperaturas entre 175 y 200°C. Se utiliza habitualmente el dúplex 2205, con requerimientos específicos de tenacidad y resistencia a la corrosión para el material laminado o soldado.

d) Tanques Químicos (Campo Díaz del, 2003)

Uno de los mercados más importantes para los aceros inoxidable dúplex es la fabricación de tanques y envases químicos. El número de productos transportados en tanques químicos aumenta continuamente. Dichos productos varían desde las soluciones muy agresivas, como el ácido fosfórico o el sulfúrico, hasta los compuestos más complejos como melazas, lubricantes, metanol o incluso vino. Algunos de estos productos se encuentran a temperaturas relativamente elevadas y pueden contener productos corrosivos como cloruros, fluoruros, etc., combinados con ácidos.

e) Industria del Gas y del Petróleo (Dupouiron et al, 1994)

Los dúplex presentan una combinación de propiedades que les hace ser muy atractivos para las aplicaciones en alta mar (offshore), donde los principales problemas a los que han de enfrentarse son la corrosión por picaduras y la rotura por corrosión bajo tensiones en sulfuros, debido a cantidades variables de cloruros y H₂S. Las aplicaciones offshore más importantes de los dúplex son en sistemas para la producción, procesado y transporte de gas y petróleo, húmedo y corrosivo. Se emplean tanto los dúplex 22Cr como los 25Cr, seleccionándose estos últimos en el caso de que se requiera una resistencia mecánica más elevada. Los usos más importantes de los dúplex en este campo son los siguientes:

- Tuberías de producción

- Sistemas "Árbol de Navidad": Los dúplex se emplean en esta aplicación principalmente cuando se precisa una buena soldabilidad.
- Colectores submarinos y tuberías de descarga: Además de los dúplex, éste tipo de instalaciones generalmente gozan de un revestimiento de protección catódica contra la corrosión.
- Sistemas de proceso de hidrocarburos en superficie: Esta aplicación incluye tuberías de proceso y componentes de la red de tuberías, como válvulas, aletas o empalmes, así como equipos de proceso como separadores, compresores, rascadores o bombas. Normalmente, estos materiales se seleccionan en casos en los que la máxima temperatura de operación es superior a 60°C, dado que el empleo de austeníticos del tipo 1.4401 no es recomendable debido al alto riesgo rotura por corrosión bajo tensiones debida a la presencia de cloruros en el exterior.

2.2.10 Propiedades Físicas y Químicas del Ácido Nítrico (Britannica, 2010)

El Ácido Nítrico es un líquido incoloro y corrosivo cuya fórmula química es HNO₃. El ácido nítrico se obtiene comercialmente por la acción del ácido sulfúrico sobre nitrato de sodio. También se puede preparar por oxidación catalítica del amoníaco. Es un ácido fuerte y un agente oxidante poderoso.

El ácido nítrico concentrado de uso comercial contiene un 71% de HNO₃ y el resto de agua. El ácido nítrico fumante, también empleado comercialmente, está compuesto de ácido nítrico y óxido de nitrógeno gas en solución. Presenta un color rojizo o pardo y es más activo que otras formas de ácido nítrico. Se emplean en síntesis químicas, en la nitración de materiales orgánicos para formar compuestos nitrogenados (compuestos que tienen un grupo NO₂) y en la fabricación de tintes y explosivos. El ácido nítrico tiene un punto de fusión de -42 °C y un punto de ebullición de 83 °C. Las sales del ácido nítrico se denominan nitratos. El nitrato de potasio, o salitre, y el nitrato de sodio son los nitratos más importantes comercialmente. Casi todos los nitratos son solubles en agua. Una de las excepciones es el subnitrato de bismuto, BiONO₃·H₂O,

utilizado en medicina para el tratamiento de trastornos intestinales. El amitol, un potente explosivo, es una mezcla de nitrato de amonio y trinitrotolueno (TNT). La reacción del ácido nítrico con compuestos orgánicos produce importantes nitratos, como la nitroglicerina y la nitrocelulosa. Los nitratos de calcio, sodio, potasio y amonio se emplean como fertilizantes que proporcionan nitrógeno para el crecimiento de las plantas.

a) Propiedades Físicas:

El ácido nítrico puro es un líquido viscoso, incoloro e inoloro. A menudo, distintas impurezas lo colorean de amarillo-marrón. A temperatura ambiente libera humos rojos o amarillos. El ácido nítrico concentrado tiñe la piel humana de amarillo al contacto, debido a una reacción con la cisteína presente en la queratina de la piel.

b) Propiedades Químicas:

El ácido nítrico es un agente oxidante potente; sus reacciones con compuestos como los cianuros, carburos, y polvos metálicos pueden ser explosivas. Las reacciones del ácido nítrico con muchos compuestos orgánicos, como de la trementina, son violentas, la mezcla siendo hipergólica (es decir, autoinflamable). Es un fuerte ácido: en solución acuosa se disocia completamente en un ion nitrato NO_3^- y un protón hídrico. A continuación se lista una serie de propiedades químicas del HNO_3 (Oxford University, 2010):

- Solubilidad en agua: Miscible en todas las proporciones
- Gravedad Específica: 2,12
- Punto de Ebullición: Entre 80-100°C para una concentración 50-70% v/v

2.2.11 Lineamientos de Seguridad para el manejo del Ácido Nítrico (Oxford University, 2010):

a) Peligros Principales:

El contacto con los ojos puede causar daño severo a largo plazo. Las soluciones concentradas son muy corrosivas y pueden causar daño severo a la piel. Los humos ó gases emanados del ácido nítrico son muy peligrosos si son inhalados.

b) Normas de Seguridad para la manipulación:

Todos los lineamientos de seguridad pueden encontrarse en la Hoja de Seguridad del Material (Anexo A2). Siempre use gafas protectoras. No permita que la solución del ácido, inclusive diluida haga contacto con su piel. Asegúrese de que existe una buena ventilación disponible, especialmente si emplea ácido concentrado.

c) Procedimientos de Emergencia:

- Contacto con los ojos: Lave y enjuague inmediatamente el ojo con abundante agua. Continúe con este procedimiento al menos durante 10 minutos y solicite inmediata atención médica.
- Contacto con la piel: Lave y enjuague la piel con abundante agua. Remueva cualquier indumentaria contaminada. Si hay irritación, solicitar auxilio médico.
- En caso de ser ingerido: Tome abundante agua y solicite auxilio médico inmediato.

d) Desecho

Pequeñas cantidades del ácido nítrico diluido pueden ser desechadas por cualquier tubería con una gran cantidad de agua, a menos que las regulaciones locales lo prohíban. Cantidades más grandes deben ser neutralizadas (Con Carbonato de Sodio, Hidróxido de Sodio ó Carbonato de Calcio) antes de ser desechadas.

2.2.12 Aplicaciones del Acido Nítrico (Britannica, 2010)

El HNO_3 es uno de los ácidos más importantes desde el punto de vista de vida industrial, pues se le consume en grandes cantidades en la industria de los abonos, colorantes, explosivos, fabricación del ácido sulfúrico, medicamentos y grabado de metales. Los explosivos modernos que han reemplazado a la antigua pólvora negra, son derivados de nitratos obtenidos por la acción del ácido nítrico sobre alguna sustancia orgánica: con el algodón forma Algodón Pólvora o nitrocelulosa y se usa para el colodión y celuloide. Con el Tolueno da lugar a la formación del Trinitotolueno (T.N.T.) o Trotyl. Es empleado para preparar Nitrobeneno, base de la anilina. Con la glicerina constituye la Nitroglicerina, que mezclada con tierra porosa constituye la Dinamita. Se prepara con el ácido piérico y Nitrato de Plata usado en la fotografía. Por su acción oxidante, se emplea en muchos procesos y por la acción nitrante en la industria de los colorantes. Forma con el ácido clorhídrico y con el ácido sulfúrico la terna de ácidos de mayor aplicación industrial.

2.2.13 Tenacidad de Impacto

Si bien los ensayos estáticos de tracción permiten conocer la capacidad de resistencia y deformabilidad de un metal cuando se lo somete a un esfuerzo progresivo, aplicado lentamente, estas propiedades pueden variar según la naturaleza de las cargas y condiciones de trabajo a que se halle sometido. Es por ello, que en muchos casos deben considerarse los factores que inciden en la destrucción de la pieza de acuerdo al empleo práctico del mecanismo o estructura a la que pertenece, por ejemplo, si el metal soporta tensiones dinámicas sucesivas (fatiga) o estáticas a elevadas temperaturas (creep), la fractura se origina al disminuir su resistencia, en cambio en elementos sometidos a efectos exteriores instantáneos o variaciones bruscas de las cargas, su falla se produce generalmente al no aceptar deformaciones plásticas o por fragilidad, aún en aquellos metales considerados como dúctiles. En estos casos, es conveniente analizar el comportamiento del material en experiencias de choque o impacto, debido a que las propiedades mecánicas de los materiales sometidos a efectos dinámicos de choque se ven sensiblemente modificadas, aunque los mecanismos de

deformación plástica presumiblemente no varían con el modo de aplicación de la carga (Ordoñez, 2006).

Los ensayos de impacto determinan la fragilidad o capacidad de un material de absorber cargas instantáneas, por el trabajo necesario para producir la fractura de la probeta de un solo impacto. Como ésta no es una propiedad definida del material, sino que constituye un índice comparativo de su plasticidad, con respecto a las obtenidas en otros ensayos realizados en idénticas condiciones, debe tenerse muy en cuenta los distintos factores que producen el efecto fragilizante (Ordoñez, 2006). El ensayo de impacto en conjunto con las propiedades mecánicas a carga estática permite evaluar la tenacidad a fractura del material calculando el factor de intensidad de esfuerzo crítico (K_I), el cual es una propiedad muy importante en el área de la mecánica de fractura. Ciertas relaciones empíricas entre los valores de la Energía Absorbida por Impacto y el factor de intensidad de esfuerzo crítico bajo un estado plano de deformación a carga estática (K_{IC} ; factor para evaluar la Tenacidad a fractura a carga estática) han sido propuestas en base a los resultados de diferentes investigaciones. El efecto de la temperatura y la velocidad de carga en los valores de EAI y K_{IC} es el mismo (Barson *et al*, 1986), lo cual sugiere la posibilidad de establecer ciertas relaciones empíricas entre los resultados de estos dos ensayos; la relación propuesta por Barson *et al* (1986) es la siguiente (Ecuación 2.1):

$$\left(\frac{K_{IC}}{\sigma_y}\right)^2 = \frac{5}{\sigma_y} \left(CVN - \frac{\sigma_y}{20}\right) \quad (2.1)$$

Donde: K_{IC} : Factor de intensidad de esfuerzo crítico bajo condiciones de estado de deformación plano y carga estática (ksi \sqrt{in})
CVN: Energía Absorbida por impacto (lbf*ft)
 σ_y : Esfuerzo de fluencia (ksi)

Para determinar el factor de intensidad de esfuerzo crítico en estado de deformación plana y carga instantánea (K_{ID} ; factor para evaluar la tenacidad a fractura a carga instantánea ó tenacidad de impacto), se deben trasladar los valores de K_{IC} un cierto rango de temperatura, debido a que la velocidad de la carga “traslada” de cierta

forma los valores de Tenacidad a fractura en carga estática hacia la derecha. Esto fue estudiado por Barson *et al* (1986), de manera que obtuvo resultados experimentales como los que se aprecian en la siguiente Figura 2.6

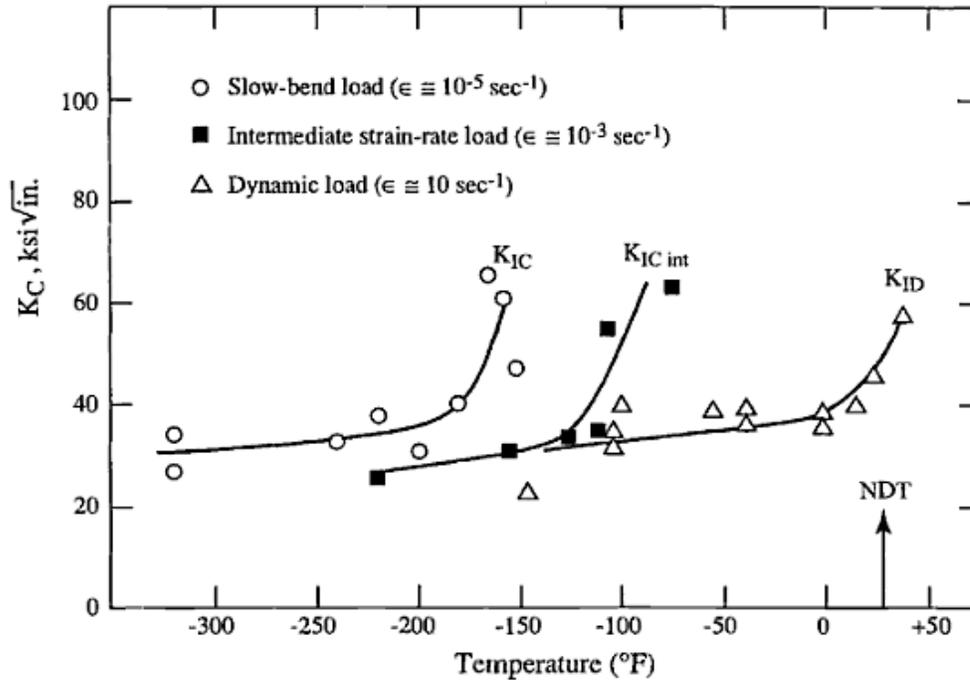


Figura 2.6: Efecto de la temperatura y la velocidad de carga en el Factor de Intensidad de Esfuerzo Crítico (Barson *et al*, 1986)

El cambio de temperatura entre carga estática (K_{IC}) y carga dinámica ó de impacto (K_{ID}) puede ser calculado como (según Barson *et al*, 1986):

$$\Delta T = 215 - 1,5\sigma_y, \text{ siempre y cuando } 36 \text{ ksi} < \sigma_y < 140 \text{ ksi} \quad (2.2)$$

$$\Delta T = 0, \text{ siempre y cuando } \sigma_y > 140 \text{ ksi} \quad (2.3)$$

Donde: ΔT : Cambio de Temperatura ($^{\circ}\text{F}$)

En el campo de la mecánica de fractura, el factor de intensidad de esfuerzo crítico puede permitir determinar más adelante el tamaño crítico de grieta que puede tolerar una pieza en servicio preagrietada. Los ensayos por impacto también son útiles para determinar la temperatura de transición de un material dúctil a frágil.

2.3 Glosario de términos

Aleación: sustancia metálica compuesta por dos o más elementos.

Austenita: fase cúbica centrada en las caras del hierro o el acero.

Corrosión: deterioro de un material como consecuencia de reacciones con el medio ambiente.

Dúplex (α/γ): aceros inoxidables con una microestructura formada por dos fases en cantidades similares, su principal característica es una muy alta resistencia a la corrosión. En inglés DSS (“Duplex Stainless Steel” por sus siglas en inglés)

Dureza: medida de la resistencia de un material a la deformación por indentación superficial o por abrasión.

Elementos gammágenos: elementos que favorecen la red FCC (entre ellos Ni, C, N, Mn).

Elementos alfégenos: elementos que actúan de la misma manera que lo hace el cromo (entre ellos Mo, S, Nb), es decir, favoreciendo y estabilizando la red BCC.

Tenacidad: medida de la cantidad de energía absorbida por un material al romperse luego de una deformación progresiva. Se determina por el área bajo la curva esfuerzo-deformación. La energía absorbida por un material al romperse luego de una carga instantánea se denomina Energía de Absorción de Impacto y está asociada a la Tenacidad de Impacto

Estructura cristalográfica/cristalina: modo en que los átomos o iones están ordenados en el espacio en los materiales cristalinos. Se define en términos de la geometría de las celdillas unidad y de la posición de los átomos dentro de la celdilla.

Fase: porción homogénea de un sistema con características físicas y químicas uniformes.

Fractura dúctil: tipo de fractura caracterizado por la excesivamente gran deformación plástica.

Fractura frágil: fractura que ocurre por propagación rápida de una grieta sin deformación macroscópica apreciable.

Fractura intergranular: fractura de materiales policristalinos por propagación de una grieta a lo largo de límites de grano.

Fractura transgranular (clivaje): fractura de un material policristalino por propagación de una grieta a través de los granos.

Fragilidad: propiedad de romperse con facilidad.

Grano: cristal individual en un metal policristalino o cerámica.

Límite de grano: intercara que separa dos granos vecinos con distintas orientaciones cristalográficas.

Microestructura: características estructurales de una aleación susceptibles de observación microscópica.

Precipitación: mecanismo de endurecimiento.

Rotura: fallo acompañado por significativa deformación plástica.

CAPÍTULO 3

Metodología

En concordancia con el método científico, todo trabajo de investigación debe estar orientado a la solución de problemas ó preguntas científicas mediante el seguimiento de un proceso metódico y sistemático. Para llevar a cabo este proceso es necesario definir claramente los objetivos del trabajo de investigación para su posterior ejecución; esta metodología del trabajo varía de acuerdo al tipo de investigación a realizar. En el nivel de la investigación se aborda la profundidad del tema a estudiar, mientras que en el diseño de la investigación se planifican y organizan las etapas y operaciones que deben ser realizadas con el fin de llevar a cabo el trabajo de investigación.

3.1 Nivel de la Investigación

El nivel de investigación de este trabajo inicia como uno de tipo descriptivo y posteriormente se fundamenta en uno tipo experimental, con la intención de cuantificar propiedades mecánicas del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 bajo condiciones corrosivas (Ácido Nítrico al 65% de concentración en ebullición) para más adelante evaluar la tenacidad de impacto del referido material con los resultados obtenidos. En este sentido, es importante destacar que los estudios descriptivos se encargan únicamente de evaluar “diversos aspectos, dimensiones o componentes del fenómeno ó fenómenos a investigar. La investigación descriptiva requiere considerable

conocimiento del área que se investiga para formular las preguntas específicas que busca responder” (Sampieri et al, 1991).

La investigación descriptiva para el caso de este trabajo, es a su vez de naturaleza experimental, ocupándose de la determinación de efectos más allá de las causas de éstos. En la investigación experimental se provoca una situación para introducir determinadas variables de estudio manipuladas, para controlar el aumento ó disminución de otras variables y su efecto en las conductas observadas, siempre bajo un ambiente controlado

3.2 Diseño de la Investigación

En la Figura 3.0 se muestra el esquema del Diseño de la Investigación

3.2.1 Revisión Bibliográfica Exploratoria

En esta etapa de la investigación, el trabajo se remite a la búsqueda de textos especializados en materia de corrosión, normas de ensayos mecánicos internacionales, publicaciones anteriores sobre el estudio de propiedades mecánicas y anticorrosivas de los Aceros Dúplex y cualquier información de importancia sobre el comportamiento anticorrosivo de los Aceros Inoxidables, así como propiedades del Ácido Nítrico y normas de seguridad relativas a manipulación.

3.2.2 Adquisición del Material para Ensayos

Esta etapa de la investigación, se comienza con una fase exploratoria de los diferentes usos de los Aceros Dúplex en el territorio nacional, en cuanto a los tipos que se utilizan y sus dimensiones. Según sus aplicaciones, se plantea una búsqueda del material con los principales proveedores ó empresas de manufactura de éstos aceros, requiriendo como condición conocer la historia metalúrgica del material provisto para garantizar la confiabilidad de los resultados de esta investigación.



Figura 3.0: Diseño de la Investigación

La empresa multinacional Sandvik de Venezuela, Sanven Steel C.A., importa y trabaja con barras de Acero Dúplex para el campo de la fabricación de herramientas de corte, por lo que fue seleccionada como proveedor del material a emplear en los ensayos.

- Material Obtenido:

Acero Inoxidable Dúplex SAF2507 trabajado en caliente, N° colada 507366, recocido y rectificado, torneado en bruto y pulido en barra de longitud 1m y diámetro 30mm, cuya composición química se muestra en la tabla 3.1 referida a continuación:

Tabla 3.1 Composición Química del material (Fuente: Sanven Steel, C.A.; Anexo A1)

Composición Química (% en peso)										
Acero	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	N
Dúplex SAF2507 N°507366	0,014	0,33	0,77	0,017	0,0006	25,15	6,96	3,91	0,11	0,282

3.2.3 Adquisición de los Reactivos Químicos para Ensayos

De acuerdo al material seleccionado, normativa internacional a emplear y trabajos de investigación anteriores, se localizarán los reactivos químicos para exposición corrosiva y preparación metalográfica.

De acuerdo al planteamiento del problema, este trabajo de investigación se limita al estudio de la corrosión por HNO₃ al 65% v/v. Para llevar a cabo el proceso de exposición al medio corrosivo, aún cuando no existe una normativa internacional específica relativa a estos ensayos para Aceros Inoxidables Dúplex, se trabajará con las normas ASTM A262-02 (sobre procedimiento de determinación de susceptibilidad a ataque intergranular en aceros inoxidable austeníticos y aceros con alto contenido de cromo y molibdeno, como es el caso del Acero Dúplex SAF2507 según la información obtenida en el aparte 3.2.2), ASTM G4-01 (realización de ensayos de corrosión en aplicaciones de campo) y ASTM G1-03 (sobre preparación, limpieza y evaluación de

muestras corroídas). La norma ASTM A262-02 especifica en este sentido, que los aceros a ser evaluados por corrosión intergranular debido al ácido nítrico, deben ser expuestos al medio corrosivo a una concentración del 65% en ebullición (ASTM, 2002). Debido a las características reactivas, tóxicas e inflamables del ácido nítrico, se desarrolla en esta etapa de la investigación, un estudio exploratorio el cual contempla dar respuesta a las inquietudes en cuanto a normas de seguridad para manipulación de los reactivos corrosivos; dichas normas pueden encontrarse en el Capítulo 2 de este trabajo de investigación

Los reactivos a emplear para el pulido de las muestras para posterior análisis metalográfico son Alúmina Gruesa (Al_2O_3) para el caso del pulido grueso y Alúmina Fina para el caso del pulido fino.

Los reactivos a emplear para análisis metalográfico se especifican en la norma ASTM E407-99, donde para aceros con contenido 15-30% Cr, 6-40% Ni, y >5% de otros elementos, puede usarse una solución de Bisulfito de Sodio (NaHSO_3), Ácido Clorhídrico (HCl) y Agua (H_2O) (ASTM, 1999). Asimismo, la norma ASTM A923-03 (ASTM, 2003) es mucho más específica para el caso de los aceros dúplex y detalla una solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) y Agua destilada con la finalidad de revelar fases intermetálicas en la microestructura.

3.2.4 Elaboración de Probetas para Ensayos

Las dimensiones y tolerancias para las diferentes probetas y muestras a ensayar se encuentran contenidas en las normas ASTM E23-02 (Ensayo de Impacto Charpy), ASTM E8M-04 (Ensayo de Tracción) y ASTM E92-82 (Ensayo de Microdureza Vickers). Adicionalmente, las probetas y muestras deben cumplir con las condiciones mínimas exigidas por los ensayos de corrosión estipulados en las normas ASTM G4-01 y ASTM G1-03. Cumpliendo con dichos requerimientos, el maquinado de las probetas se llevo a cabo en las siguientes etapas, en la Compañía Servicio Autónomo CINCATESA, ubicada en La Victoria, Edo. Aragua:

1. Fresado de la barra cilíndrica hasta obtener un perfil rectangular, como se muestra en la Figura 3.1

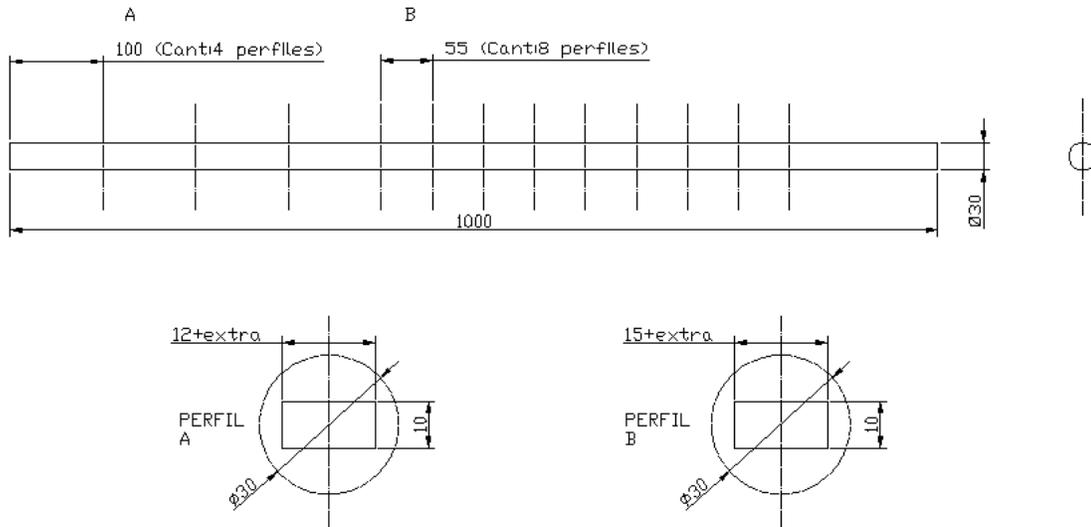


Figura 3.1: División de la S.T. de la barra de material suministrada para maquinado de probetas (Espesor de probetas para ensayo de Charpy de 7,5mm y espesor de probetas de Tracción de 6 mm; dos perfiles rectangulares a obtener, Perfil A para obtener dos probetas de tracción por corte y Perfil B para obtener dos probetas de impacto por corte)

2. Corte del perfil rectangular para obtener las respectivas secciones transversales de las probetas de tracción y de impacto.
3. Corte de cada una de las longitudes de cada probeta de tracción e impacto.
4. Fresado y maquinado de la geometría de las probetas.
5. Brochado de la entalla ó muesca en “V” de las probetas Charpy
6. Rectificado plano de las caras de las probetas

e) **Probetas para Ensayo de Impacto Charpy:**

Se emplearán cinco (5) probetas de ensayo Charpy entalladas con muesca en “V” (Tipo A), por cada uno de los tres (3) períodos de exposición del ensayo de corrosión (a 48, 96 y 144 horas de exposición), lo cual totaliza un número de quince (15) probetas de ensayo Charpy a ensayar y una probeta para cada una de las condiciones original y sensibilizada (Debido a la cantidad de material obtenido, este

número de probetas se redujo a catorce probetas para los tres períodos de exposición, 14, y las dos probetas para control de microestructura y propiedades de impacto en las condiciones original y sensibilizada). Las probetas a emplear serán de tipo “Subsize” para satisfacer la cantidad de material disponible, de 10mm por 7,5mm en la sección transversal, cuyas dimensiones se aprecian en la Figura 3.2, según lo establecido por la norma ASTM E23-02 (Dimensiones y Tolerancias pueden encontrarse en Anexo A3). La orientación de la Probeta según las especificaciones de la norma E23 es X-Y con flujo de grano axial y trabajado en dirección radial, lo que implica una propagación de la grieta en sentido transversal. Para cumplir los estrictos requerimientos de la dimensión de la muesca en “V” de la probeta (la cual puede ser un factor perjudicial a la resistencia corrosiva, generando y propagando microgrietas en toda la geometría de la probeta), se verificó que ésta cumpliera con el ángulo de 45° y la profundidad de 2mm con un perfilómetro.

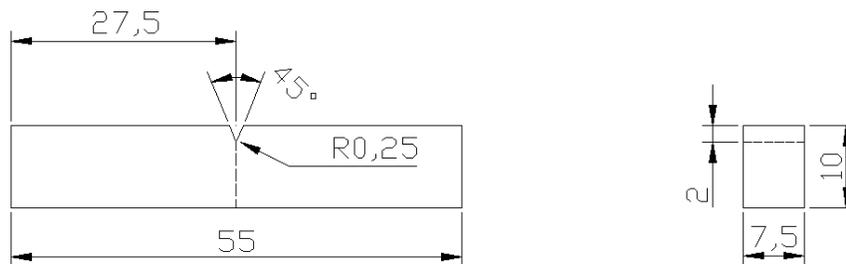


Figura 3.2 Dimensiones para Probeta Charpy Tipo A “Subsize”. Dimensiones en mm (ASTM, 2002). Propagación de fractura en sentido transversal

f) Probetas para Ensayo de Tracción:

Para la realización de los ensayos de tracción se emplearán tres (3) probetas de ensayo de tracción, por cada uno de los tres (3) períodos de exposición al medio corrosivo, totalizando un número de nueve (9) probetas de tracción a ensayar (debido a la limitación de la cantidad de material obtenido fue necesario reducir el número de probetas para ensayo a ocho, 8). Las probetas a emplear serán de tipo “Subsize” para satisfacer la cantidad de material disponible, cuyas dimensiones se aprecian en la

figura 3.3, según lo establecido por la norma ASTM E8M-04 (Dimensiones y tolerancias pueden encontrarse en Anexo A4):

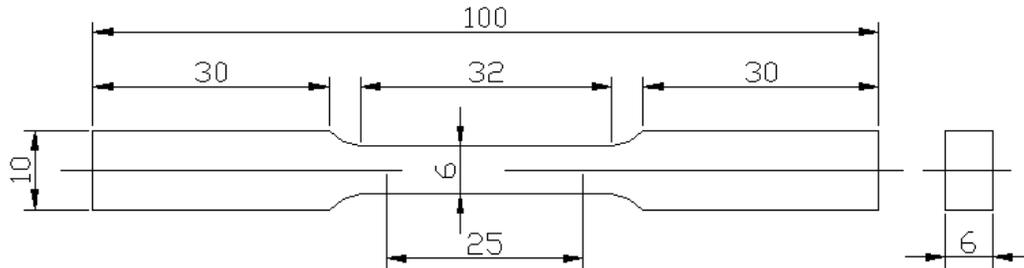


Figura 3.3 Dimensiones probeta para Ensayo de Tracción. Dimensiones en mm (ASTM, 2004)

g) Muestras para metalografía y ensayo de microdureza Vickers:

Para realizar el análisis metalográfico que permita relacionar el cambio de la microestructura con el cambio de las propiedades mecánicas del material se recurrirá a un estudio de fractografías y micrografías, caracterizados de la siguiente manera: seis análisis de la superficie de fractura (uno en cada tiempo de exposición tanto para las probetas de impacto como para las de tracción), y cinco micrografías (una por cada periodo de exposición, y condiciones original y sensibilizada) realizadas en las probetas de tracción a un centímetro de la superficie de fractura, con la finalidad de estudiar las fases y detectar la presencia de precipitados. Todas estas muestras serán obtenidas tanto de las probetas de impacto como de las probetas de tracción siguiendo las recomendaciones de las normas ASTM E3-01 (ASTM, 2001) y ASTM E92-82 (ASTM, 1982). Un esquema para el corte de dichas muestras puede apreciarse en las Figuras 3.4 y 3.5

Respecto al tamaño de las muestras para el ensayo de microdureza (las cuales son las mismas evaluadas durante el examen metalográfico), se seleccionó un espesor de aproximadamente 10 mm, según las recomendaciones de la norma ASTM E92-82. Éstas muestras son las propias muestras metalográficas, evaluando la microdureza en la condición de sensibilización, original y en cada uno de los periodos de exposición al ácido.

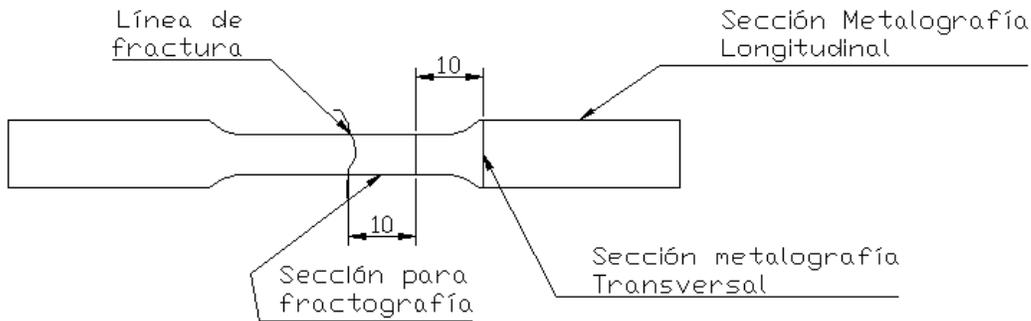


Figura 3.4: Esquema para corte de probetas metalográficas a partir de probeta de Tracción. Dimensiones en mm

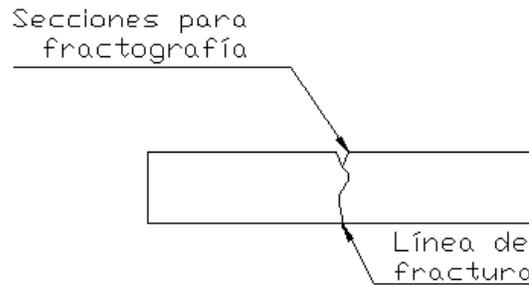


Figura 3.5: Esquema para corte de probetas metalográficas a partir de probeta Charpy

3.2.5 Identificación y Registro de Probetas para Ensayos

Según la norma G4-01 para procedimiento de ensayos corrosivos, se recomienda identificar cada uno de los especímenes de ensayo con un número que relacione el tiempo de exposición del espécimen, su área, peso inicial y final, entre otras características fundamentales para el ensayo. El número de identificación será estampado en la probeta luego de su maquinado (para lo cual se emplea un lápiz eléctrico) y el registro asociado a éste deberá contener información sobre el número de la muestra, el tiempo de exposición, sus dimensiones, el área inicial de la muestra y su peso inicial, como se muestra a continuación en la Tabla 3.2:

Tabla 3.2: Información del Registro de identificación de las probetas

# Muestra	Tiempo de exposición (h)	Dimensiones (mm)	Área total inicial (cm ²)	Peso inicial (g)
X	TT	D ₁ :D,DD (...)	Y,YY	Z,ZZZZ

3.2.6 Selección de Equipos a emplear para la Realización de los Ensayos

En esta sección se describen los equipos necesarios y disponibles para la realización de los ensayos, así como el lugar de realización de los mismos.

Verificación Preliminar de Probetas :

Antes de proceder a la exposición al medio, se debe verificar en el caso de las probetas de impacto Charpy, las correctas dimensiones del ángulo (45°) y profundidad de la muesca (2mm), asimismo, debe estamparse el número de identificación de las probetas y realizar las mediciones exigidas antes de la exposición.

- Perfilómetro: Marca MicroVu con posicionadores de desplazamiento neumático, ubicado en el Laboratorio de Metrología de la empresa Manufacturas de Aluminio I, C.A (Figura 3.6)



Figura 3.6: Perfilómetro para verificar dimensiones de Probetas Charpy

- Lápiz Eléctrico para identificación de probetas: Marca Electric Engraver Vibro-Graver. Modelo 74. Burgess Products
- Vernier con apreciación igual a $\pm 0,05\text{mm}$: Marca Scala.

Exposición al Medio Corrosivo:

La exposición al medio corrosivo debe realizarse en un laboratorio que permita una operación continua de la campana de extracción de gases, debido a que el tiempo más prolongado del ensayo será de 144 horas de exposición al ácido en ebullición.

- Horno eléctrico con rango de temperatura de operación superior a 700°C para realizar el tratamiento de sensibilización del acero previo a la exposición: Horno eléctrico marca Linn Electro Therm con temperatura máxima de operación de 1100°C ubicado en el Laboratorio de Materiales de la Facultad de Ingeniería UC (Figura 3.7)



Figura 3.7: Horno eléctrico para tratamiento térmico de sensibilización

- Campana de extracción de vapores tóxicos, para efectos de normas de seguridad durante la exposición del acero al medio corrosivo; ubicada en el Laboratorio de Química General de la Facultad de Ingeniería UC
- Balanza analítica con apreciación similar ó superior a $\pm 0,001$ g de acuerdo a los requerimientos de la norma A262-02 para el pesaje anterior y posterior a la exposición del acero al medio corrosivo: Balanza A&D Modelo HR-120, con capacidad máxima de 120g y apreciación de 0,0001g (Figura 3.8)



Figura 3.8: Balanza analítica para pesaje de probetas antes y después de la exposición al HNO₃

- Matraces de Erlenmeyer de 1 l de capacidad para permitir la exposición de las probetas al medio corrosivo, con juntas esmeriladas 24/40.
- Condensadores de reflujo rectos ó de bolas de 30cm, hechos de Pyrex, con juntas esmeriladas 24/40.
- Termómetro de Mercurio: Apreciación 1°C. Rango mínimo 0-100°C
- Planchas de calentamiento para calentar el reactivo químico corrosivo (HNO₃): Rango de calentamiento mínimo 0-100°C con regulación de temperatura (Figura 3.9).



Figura 3.9: Planchas de calentamiento empleadas para el desarrollo de los ensayos

- Esponja ó cepillo para limpieza
- Indumentaria de seguridad (Guantes, delantal y/o bata protectora, gafas de seguridad y mascarilla de respiración)

h) Ensayo de Impacto:

El ensayo de Impacto Charpy debe realizarse lo más inmediatamente posible luego de la exposición al medio corrosivo y la limpieza de la probeta.

- Máquina de Péndulo para Ensayo de Impacto Charpy: Marca Frank; péndulo de masa 15 kp con rango 0-15kpm y apreciación de 0,1 kpm. Ubicado en el Laboratorio de Materiales y Ensayos de la Facultad de Ingeniería UC (Figura 3.10).



Figura 3.10: Máquina para Ensayo de Impacto Charpy

i) Ensayo de Tracción

El ensayo de tracción debe realizarse lo más inmediatamente posible después de la exposición al medio corrosivo y la limpieza de la probeta.

- Máquina para Ensayo de Tracción automática: Marca Galdabini; de capacidad 20 TM, con software para ensayos de tracción de plataforma operativa MS-DOS (Figura 3.11). Ubicada en el Laboratorio de Materiales de la Facultad de Ingeniería UC



Figura 3.11: Máquina para Ensayo de Tracción

- Vernier de apreciación igual a $\pm 0,05$ mm: Marca Scala

j) Evaluación Metalográfica por Microscopía Electrónica de Barrido

- Cortadora Metalográfica para corte de probetas y elaboración de muestras metalográficas a embutir (Figura 3.12): Marca Buehler Ltd.; modelo Samplmet con entrada de refrigerante y bomba Buehler Ltd.



Figura 3.12: Cortadora Metalográfica

- Prensa para embutir las muestras con baquelita, necesario para la identificación de las muestras y su preservación: Marca Buehler Ltd., Modelo Simplimet II; con resistencia eléctrica y capacidad para embutir muestras en baquelita de 1, 1¼ y 1½ de diámetro (Figura 3.13).



Figura 3.13: Prensa para embutir

- Banco de lijado ó papeles de lija de numeración 120, 240, 320, 600 y 1000.
- Banco de pulido grueso y fino: Marca Buehler Ltd. Ubicado en el Laboratorio de Materiales de la Facultad de Ingeniería UC (Figura 3.14).



Figura 3.14: Banco de Pulido

- Microscopio Óptico para examen metalográfico: Marca Union. Modelo MC-86267, con lentes de visualización 100x, 200x, 400x y 1000x. Cámara digital Panasonic integrada modelo WV-CP230 y captura de imágenes en entorno Windows XP. Ubicado en el Laboratorio De Materiales de la Facultad de Ingeniería UC (Figura 3.15)



Figura 3.15: Microscopio Óptico

- Microscopio Electrónico de Barrido: Marca JEOL, Modelo JSM-5300, con capacidad de resolución máxima de 3000x para realizar el análisis fractográfico. Ubicado en el Laboratorio de Caracterización de Materiales de la Facultad de Ciencias y Tecnología – Física (Figura 3.16)



Figura 3.16: Microscopio Electrónico de Barrido

k) Ensayo de Microdureza Vickers

- Microdurómetro para medir dureza Vickers por fase, con indentador de punta de diamante (Figura 3.17): Marca Buehler, equipado con lentes de inspección 100x y 400x. Carga máxima de 1 kgf. Ubicado en el Laboratorio de Materiales de la Facultad de Ingeniería UC



Figura 3.17: Microdurómetro Vickers

3.2.7 Preparación y Pesaje de las Probetas previa a la Exposición al Ácido Nítrico

En referencia a la norma ASTM A262-02 (ASTM, 2002), debe realizarse un tratamiento térmico de sensibilización a todas las probetas a exponer al medio corrosivo para acelerar la precipitación de los carburos en la microestructura. El tratamiento térmico debe realizarse por un intervalo de tiempo de una (1) hora, en un rango de temperaturas entre 650 y 675°C (1200 a 1250°F), el cual es el rango de máxima precipitación de carburos. El procedimiento general para éste tratamiento térmico es el siguiente:

1. Precalentar el horno a 675°C
2. Introducir las probetas en el interior del horno, verificando que no estén en contacto unas con otras
3. Cerrar herméticamente el horno, esperar que se estabilice la temperatura interior a 675°C y esperar una (1) hora.
4. Transcurrida la hora de tratamiento, apagar el horno y dejar reposar las probetas dentro de éste hasta que estén aptas para ser extraídas de él.

En cuanto al acabado superficial de las probetas, una vez concluido el tratamiento térmico, y según las recomendaciones descritas en las normas ASTM A262-02 (ASTM, 2002), se especifica que sólo debe realizarse un acabado superficial especial en el caso de retratar fielmente la condición de servicio del material, caso contrario no es necesario ningún tipo de acabado. De cualquier manera, el acabado superficial de las muestras no tiene apreciables efectos significativos en ensayos corrosivos (especialmente tratándose de un ácido fuerte como el HNO₃), lo que busca es eliminar los óxidos remanentes en el material a ensayar. Basta con enjuagar las probetas con abundante agua destilada y de ser necesario, remover cualquier película de óxido presente con un cepillo de celdas suaves no metálicas.

Posterior a la limpieza de las muestras, según las mismas normas ASTM A262-02 y G1-03, debe realizarse previo al ensayo de exposición, el pesaje de las probetas, con un equipo de apreciación igual ó superior a 0,001g. El equipo empleado para el

pesaje de las probetas, previamente calibrado, debe mantenerse con éstas mismas condiciones al momento de realizar el pesaje posterior a la exposición al medio corrosivo. También deben medirse nuevamente las dimensiones de las probetas, con el objetivo de calcular el área total inicial expuesta al medio corrosivo (incluyendo las entallas en la probeta Charpy, agujeros, etc...)

Para calcular el área total expuesta de las probetas Charpy, debe emplearse la siguiente ecuación 3.1, que considera la geometría de la probeta:

$$A = 2HL + 2HB + 2LB - (L - 2C)(H - 2)$$

$$A = \frac{HL + 2CH + 2HB + 2LB + 2L - 4C}{100} \quad (3.1)$$

Donde: A: Área total expuesta de la probeta (cm²)
 H, C, L, B: Dimensiones (mm) según se especifica en la figura 3.18

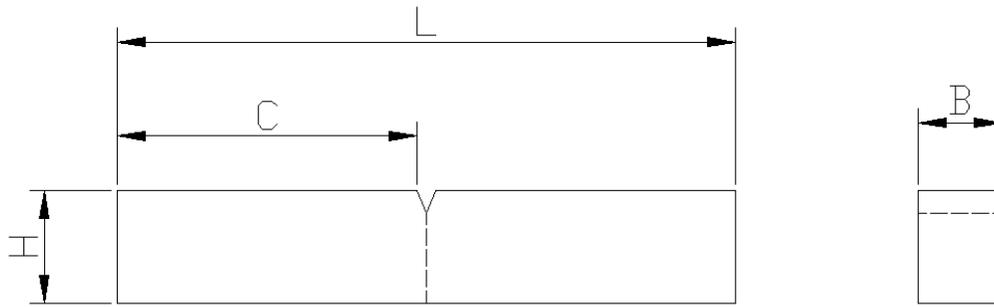


Figura 3.18: Dimensiones requeridas para cálculo de área de Probeta Charpy

Para calcular el área total expuesta de las probetas de Tracción, debe emplearse la siguiente ecuación 3.2, que considera la geometría de la probeta (simplificada):

$$A = 2 \left\{ 2HE + DC + 2 \left[\frac{(H - D)}{2} \right] \frac{(L - 2E - C)}{2} + HB + LB \right\}$$

$$A = \frac{4HE + 2DC + HL - 2EH - CH - DL + 2DE + CD + 2HB + 2LB}{100} \quad (3.2)$$

Donde: A: Área total expuesta de la probeta (cm²)

H, E, D, C, B, L: Dimensiones (mm) según se especifica en la figura 3.19

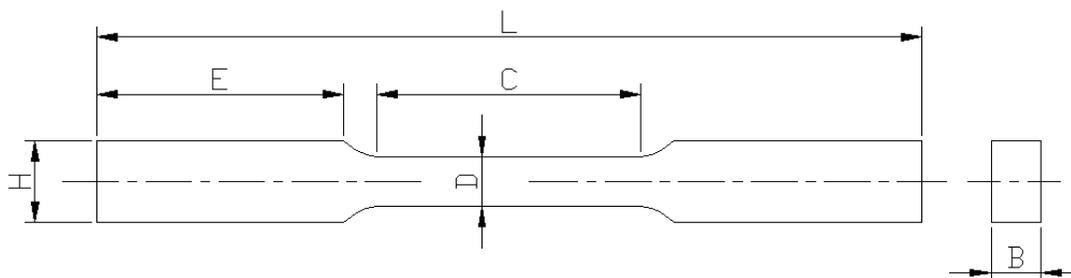


Figura 3.19: Dimensiones requeridas para cálculo de área de Probeta de Tracción

3.2.8 Determinación del Volumen de Reactivo a emplear para la Exposición al Medio Corrosivo

De manera específica, la norma ASTM A262-02 (ASTM, 2002) exige que la solución de Ácido Nítrico a emplear sea de $65 \pm 0,2\%$ en peso.

Según el procedimiento descrito en la norma ASTM A262-02, la cantidad de ácido a emplear en la exposición debe ser tal que cubra los especímenes y que provea al menos un volumen de 20 ml/cm^2 de superficie de los especímenes. Según esta misma norma, se recomienda emplear un recipiente particular para cada probeta o espécimen a ser ensayada, sin embargo, de acuerdo a trabajos de investigación previos (Felipa y García, 2009), se trabajó con recipientes capaces de albergar hasta dos (2) especímenes. En este trabajo de investigación, se utilizaron recipientes Erlenmeyer de 1l, los cuales permitían albergar hasta cinco (5) probetas de impacto Charpy ó tres (3) probetas de tracción. El volumen de reactivo necesario para cubrir los especímenes fue de alrededor de 200ml únicamente.

3.2.9 Exposición al Medio Corrosivo

La exposición al medio corrosivo debe realizarse en campanas de extracción de gases, con los instrumentos detallados en la sección 3.2.6. Es importante destacar que los procedimientos sucesivos a la exposición al medio corrosivo descrita en este aparte

(procedimientos 3.2.10 a 3.2.12) deben realizarse lo más inmediatamente posible después de la exposición. El procedimiento general a seguir es el siguiente:

1. Colocar tres (3) probetas de tracción ó cinco (5) probetas de impacto en cada recipiente ó matraz a utilizar y cubrir con el volumen de ácido descrito en la sección 3.2.8 (200 ml). La figura 3.20 muestra la forma correcta de colocar las probetas dentro de los matraces.



Figura 3.20: Probetas de Tracción e Impacto colocadas dentro de los Matraces Erlenmeyer

2. Permitir la circulación de flujo de agua por las mangueras conectadas al condensador y encender las planchas de calentamiento; esperar a que el reactivo ebulle. El montaje realizado puede observarse en la siguiente Figura 3.21



Figura 3.21: Montaje experimental para exposición al medio corrosivo. Conjunto de Matraces y Condensadores de reflujo ubicados sobre las planchas de calentamiento. Dos (2) frascos representan un período de exposición, conteniendo cada uno cinco (5) probetas de impacto y tres (3) probetas de tracción respectivamente

3. Comenzar a contar el tiempo de exposición una vez que el reactivo haya entrado en ebullición (Tiempo acumulado en ebullición). En este punto es importante aclarar que en el Laboratorio donde se realizó el ensayo (Laboratorio de Química General de la Facultad de Ingeniería UC), los equipos no podían permanecer encendidos de manera continua, de manera que se trabajó con un horario de 13h/día en ebullición, de 7:00 am a 8:00 pm durante doce (12) días laborables (organizando adecuadamente los tiempos de exposición para terminar simultáneamente una vez finalizadas las 144h)
4. Retirar las probetas debidamente identificadas, según la sección 3.2.5, en los períodos de tiempo de 48, 96 y 144 horas, como se muestra en la Tabla 3.3

Tabla 3.3: N° de Probeta a ensayar según período de exposición

N° Probeta Charpy	Exp. a 48 h	Exp. a 96 h	Exp. a 144 h	N° Probeta Tracción	Exp. a 48 h	Exp. a 96 h	Exp. a 144 h
1			X	1			X
2			X	2			X
3			X	3			X
4			X	4		X	
5			X	5		X	
6		X		6		X	
7		X		7	X		
8		X		8	X		
9		X					
10		X					
11	X						
12	X						
13	X						
14	X						
Control Sensibilizado (0-1)							
Control Original (0-0)							

5. Al finalizar el ensayo, medir la temperatura de ebullición del ácido, colocando una pequeña cantidad de ácido en un recipiente y esperando a que éste ebulle para registrar la temperatura.
6. Para cada probeta retirada del medio ambiente corrosivo, ésta debe ser limpiada y pesada inmediatamente. La norma ASTM G1-03 (ASTM, 2003), establece que

debe realizarse un procedimiento de limpieza iterativo, con varios ciclos de limpieza, estimando el peso de cada probeta entre cada ciclo. Cada uno de los ciclos de limpieza debe ser realizado con un cepillo de cerdas suaves ó goma para evitar remover parte del material ó rayar la superficie del metal. Alcanzado un número de ciclos de limpieza donde el pesaje final sea aproximadamente constante, debe reportarse este valor.

7. Para cada probeta previamente limpiada y pesada, debe estimarse la velocidad de corrosión, de acuerdo a lo establecido en la norma ASTM A262-02 (Ec. 3.3):

$$mpm \left(\frac{mm}{mes} \right) = \frac{7290 * W}{A * d * t} \quad (3.3)$$

Donde: t: Tiempo de exposición (h)
A: Área inicial de la superficie de la probeta expuesta (cm²)
d: densidad del material (g/cm³)
W: Pérdida de peso (g)

8. Tabular los resultados obtenidos, en cuanto a resultados de pérdida de peso y velocidad de corrosión de cada probeta, así como la velocidad de corrosión promedio por período de exposición para las probetas de impacto y tracción

3.2.10 Procedimiento Experimental para Ensayo de Tracción

Como se explicó anteriormente en el aparte 3.2.9, el procedimiento para realizar el Ensayo mecánico de Tracción debe realizarse lo más inmediatamente posible luego de la exposición al medio corrosivo (y subsecuente limpieza y pesaje de la probeta), para no desvirtuar los resultados a obtener. Al igual que en el ensayo de impacto, no se considerará en este caso a la temperatura como variable de afectación, siendo ésta una temperatura ambiente estándar para un rango de 20 ± 5°C. Las propiedades mecánicas derivadas del ensayo de tracción se evaluarán siguiendo los lineamientos de la norma ASTM E8M-04 (ASTM, 2004), donde se especifica el siguiente procedimiento general:

1. Determinar el área de la sección transversal de la probeta en la sección reducida, considerando para ello al menos tres (3) lecturas en la sección reducida con una dispersión igual ó inferior al 1% y de apreciación igual ó superior a 0,02mm.
2. Marcar con tinta sobre la sección reducida de las probetas, la longitud entre marcas (25 mm), con una apreciación igual ó superior a 0,05mm
3. Calibrar el cero (0) de la máquina de ensayo
4. Sujetar la probeta en la máquina de ensayo, ajustando los soportes ó mordazas respectivas.
5. Establecer y registrar la velocidad del ensayo de la máquina. Según la norma ASTM E8M-04, la velocidad del ensayo para determinar propiedades de fluencia puede ser estimada como 0,05 m/m de la sección de área reducida /min (resultando, para el caso de las probetas “Subsize” a ensayar, una velocidad de 1,5 mm/min)
6. Obtener el comportamiento Esfuerzo-Deformación del ensayo
7. Determinar el esfuerzo de fluencia por el método de Offset al 0,2% ó 2% según las características de la curva, a partir del comportamiento Esfuerzo-Deformación, como se especifica en la figura 3.22

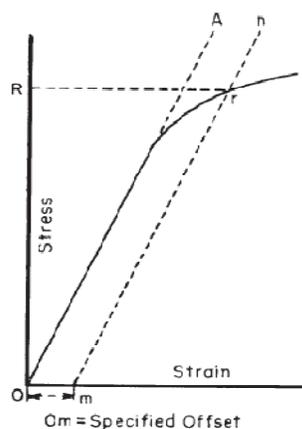


Figura 3.22: Determinación del Esfuerzo de Fluencia. Método Offset (ASTM, 2004)

8. Calcular la Resistencia a la Tracción de la probeta como la división entre la máxima fuerza registrada sobre la probeta durante el ensayo y el área original de la sección transversal (Ec. 3.4)

$$\sigma_{UTS} = \frac{F_{max}}{A_{STinicial}} \quad (3.4)$$

Donde: σ_{UTS} : Resistencia a la Tracción (MPa)

F_{max} : Fuerza máxima registrada en el ensayo (N)

$A_{STinicial}$: Área original ST de la probeta (mm²)

9. Unir las partes fracturadas de la probeta y medir la longitud final entre marcas después del ensayo con una apreciación igual ó superior a 0,05 mm y reportar el porcentaje de deformación a fractura con apreciación de $\pm 0,2\%$
10. Unir las partes fracturadas de la probeta para determinar el área final en la sección reducida como el producto del menor espesor y ancho en la menor sección transversal de la probeta fracturada. Registrar el porcentaje de reducción de área.
11. Redondear los resultados obtenidos para esfuerzo de fluencia y resistencia a la tracción a una apreciación de 1 MPa siempre y cuando los valores de la prueba no superen los 500 MPa; redondear con apreciación de 5 MPa para valores de la prueba entre 500 y 1000 MPa y redondear con apreciación de 10 MPa para valores de la prueba superiores a 1000 MPa.
12. Reportar los resultados obtenidos como se muestra en la Tabla 3.4
13. Promediar y reportar los resultados obtenidos en cada período de exposición.

Tabla 3.4: Tabla ejemplo de resultados del Ensayo de Tracción

Acero Dúplex SAF2507						
Tipo y tamaño de la Probeta: Probeta rectangular de Tracción, 6mm de ancho						
Velocidad del Ensayo: 1,5 mm/min						
Nº Probeta	Tiempo de Exposición (h)	Esfuerzo de Fluencia (MPa) (Offset al 0,2% ó 2%)	Deformación en el Punto de Fluencia (mm/mm)	Resistencia a la Tracción (MPa)	Deformación a fractura (%)	Reducción de Área (%)
X	TT	YY	E,EEEE	UU	F,F	A,A

3.2.11 Procedimiento Experimental para Ensayo de Impacto

Como se explicó anteriormente en el aparte 3.2.9, el procedimiento para realizar el Ensayo mecánico de Impacto Charpy debe realizarse lo más inmediatamente posible luego de la exposición al medio corrosivo (y subsecuente limpieza y pesaje de la probeta), para no desvirtuar los resultados por la afectación del ácido. Debido a que el

objetivo de este trabajo de investigación se refiere únicamente a la evaluación de la tenacidad de impacto por efecto de la exposición a un medio ambiente corrosivo, no se considerará la variable de temperatura en la realización del Ensayo de Impacto Charpy, evaluándose las propiedades de resistencia al impacto del material a la Temperatura Ambiente. La norma ASTM E23-02 (ASTM, 2002) especifica el siguiente procedimiento general para la realización de estos ensayos:

1. Examinar visualmente el péndulo del equipo a emplear, para detectar cualquier tipo de daño ó desgaste.
2. Para verificar que las pérdidas por fricción a causa del aire se encuentran dentro de las tolerancias recomendadas, levante el péndulo hasta la posición de “estancamiento” de la máquina, examine el medidor de energía y libere el péndulo, permitiendo que realice cinco (5) ciclos de oscilación (un balanceo hacia delante y hacia atrás se consideran como un ciclo completo); después del sexto balanceo hacia delante del péndulo, tomar la lectura de energía indicada, dividirla entre 11, dividirla entre el máximo valor de la escala del instrumento y multiplicarla por 100. Las pérdidas por fricción aerodinámica no deben exceder el 0,4% del rango de la escala del instrumento.
3. Verificar que la temperatura del espécimen y del ambiente de prueba sean similares, en un rango recomendado de $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$.
4. Posicionar la probeta en el soporte previamente designado para ello en la máquina de impacto.
5. Levantar el péndulo hasta la posición de cierre de la máquina
6. Liberar el péndulo y permitir que la probeta sea impactada por éste.
7. Si una probeta no se separa en dos partes, debe ser reportada como tal (Las probetas enteras después del impacto, con una energía absorbida registrada inferior al 80% del rango de la máquina, pueden ser promediadas con el resto de las probetas, si la energía absorbida supera el 80% del rango de la máquina, éstas probetas no deben promediarse con el resto). Si una probeta permanece entera luego del impacto y hace detener al péndulo, debe reportarse que ésta excedió la

capacidad de la máquina, si el espécimen no fractura pero permite el paso del péndulo, el valor debe reportarse como aproximado (y no debe promediarse). Ninguna probeta debe ser impactada más de una vez en el ensayo.

8. Reportar la Energía Absorbida por Impacto como la diferencia de energía entre el instante en que la probeta es impactada y el remanente de energía luego de romper la probeta. Este valor debe ser corregido según el valor obtenido de resistencia aerodinámica. La precisión deseada, según norma, para un conjunto de cinco (5) especímenes ensayados bajo las mismas condiciones debe ser de 2,4 a 8,3 J, dependiendo de si el espécimen se cataloga como de baja ó alta energía.
9. Reportar el porcentaje de corte en fractura comparando las regiones de fractura plana y en relieve (labios de corte) con las imágenes del patrón de la Figura A6.1 de la norma ASTM E23-02. (Figura 3.23)



Figura 3.23: Patrón para estimar porcentaje de corte en fractura (ASTM, 2002)

10. Para cada una de las probetas ensayadas, reportar los resultados obtenidos como se muestra en la tabla 3.5

Tabla 3.5: Tabla ejemplo de resultados del Ensayo de Impacto Charpy

Temperatura de la Prueba: 20 ± 5°C				
Tipo y tamaño de la Probeta: Tipo A, 10 mm x 7,5 mm; Acero Dúplex SAF2507				
Nº Probeta	Tiempo de Exposición (h)	¿Fractura?	Energía Absorbida por Impacto (J)	Porcentaje corte en fractura (%)
X	TT	Sí / No	E,E	C,C

11. Promediar (cuando sea el caso), los registros de Energía Absorbida por Impacto y porcentaje de corte en fractura para cada período de exposición.

3.2.12 Preparación y Examen Metalográfico de la Superficie de las Muestras

En esta etapa se pretende evaluar la superficie y sección transversal de las probetas expuestas al medio corrosivo de Ácido Nítrico en ebullición, en los diferentes períodos de exposición. Según la norma ASTM E3-01 (ASTM, 2001), se especifica

que las muestras no deben poseer deformaciones, rayas, arranque de material, elementos extraños, aplastamientos, bordes redondeados, entre otros defectos.

Como se especificó en la sección 3.2.4, las muestras para evaluación metalográfica, por microscopía electrónica de barrido y ensayo de microdureza se obtendrán a partir de las propias probetas de Tracción e impacto (Ver Figuras 3.4 y 3.5). Para el caso de las probetas representativas de la condición original del material y del tratamiento térmico, éstas se obtienen a partir de las probetas Charpy (muestras en sentido transversal y longitudinal).

Se selecciona de cada período de exposición una probeta representativa (ya ensayada y la más cercana al promedio, bien sea de Energía de Absorción de Impacto ó de Esfuerzo de Fluencia, según sea el caso) y se obtienen de ella tres muestras: una en dirección transversal y otra en dirección longitudinal (superficial) de la barra de material original (la dirección transversal original del material corresponde a la misma dirección transversal de la probeta y la dirección longitudinal a la respectiva dirección longitudinal de la probeta), así como una muestra de la superficie de fractura. Las muestras deben ser cortadas en trozos de dimensión especificada en la sección 3.2.4, para posteriormente ser embutidas con baquelita en diámetro de 1¼” (Exceptuando la muestra de superficie de fractura, la cual no necesita ningún tipo de preparación).

Seguidamente, de acuerdo a los lineamientos de la norma ASTM E3-01, las muestras deben ser lijadas con papeles abrasivos de numeración 120 y superior, siempre cuidando de alternar perpendicularmente el sentido del desbaste entre cada papel abrasivo para eliminar las rayas anteriores. Por último, las muestras deben ser pulidas primero con Alúmina Gruesa y un paño de pulido grueso y luego con Alúmina Fina y un paño Microcloth.

El procedimiento para realizar el ataque metalográfico, con el reactivo de Ácido Clorhídrico (HCl), Bisulfito de Sodio (NaHSO₃) y Agua (H₂O), según lo descrito en la sección 3.2.3 y de acuerdo a las normas ASTM, E407-99 (ASTM, 1999) y ASTM E3-01 (ASTM, 2001), debe ser el siguiente:

1. Preparar la solución de ataque metalográfico, agregando 15 ml de Ácido Clorhídrico (HCl) a 50ml de Agua (H₂O), y por último añadiendo 1g de bisulfito sódico (NaHSO₃).
2. Encender la campana de extracción de gases
3. Sumergir la superficie de la muestra en el reactivo por un período de tiempo de 20 segundos.
4. Enjuagar las muestras con abundante agua.
5. Rociar etanol sobre las muestras y secarlas con un flujo de aire caliente.

Una vez preparadas las muestras, serán observadas a un microscopio óptico con lentes de aumento sucesivo a partir de 100X para detallar la microestructura del material, granos y bordes de grano, así como la posible formación de precipitados.

3.2.13 Evaluación Microestructural y de Superficie de Fractura por Microscopía Electrónica de Barrido

Una vez realizada la inspección metalográfica por microscopía óptica, debe realizarse una inspección por microscopía electrónica de barrido para examinar la superficie de fractura de las probetas de impacto y tracción, además de un examen MEB/EDX en el caso de que se hayan evidenciado precipitados durante el estudio metalográfico. Existen pocos laboratorios a nivel nacional con este tipo de microscopios MEB con herramienta para análisis EDX, uno de ellos es el Laboratorio E de Materiales de la Universidad Simón Bolívar. Para el análisis fractográfico, existe disponible un MEB sin herramienta para análisis EDX ubicado en FACYT-física, tal y como se describe en la sección 3.2.6.

El análisis fractográfico consiste en detectar dimples ó clivajes en la superficie de fractura, según sea el tipo de fractura dúctil ó frágil obtenido por los valores de EAI registrados durante el ensayo de impacto. Se recomienda obtener imágenes a resoluciones superiores a 500X.

El análisis micrográfico de EDX consiste en determinar la naturaleza ó composición química de los precipitados detectados durante el análisis metalográfico de las muestras.

3.2.14 Procedimiento Experimental para Ensayo de Microdureza Vickers

Este ensayo pretende estimar la dureza de cada fase presente en la microestructura del material, realizando penetraciones con un indentador piramidal de diamante de base cuadrada y con ángulos de caras de 136°. Siguiendo los lineamientos de trabajos de investigación anteriores en cuanto a ensayos de microdureza sobre Aceros Dúplex (Felipa y García, 2009) y las recomendaciones de la norma ASTM E92-82, se realizarán cinco (5) indentaciones por fase de manera lineal y separada, obteniéndose un total de diez (10) indentaciones para las dos (2) fases presentes en el Acero Dúplex SAF2507, con una carga de aplicación de 25gf por un tiempo de 5s. Las muestras para este ensayo de microdureza son las mismas muestras sometidas a examen metalográfico.

Las consideraciones generales del ensayo pueden encontrarse en la norma ASTM E92-82 (ASTM, 1982):

1. Las muestras deben prepararse de manera similar a un procedimiento para inspección metalográfica, de manera de visualizar los granos y fases en estudio en la máquina a utilizar para el ensayo. Puede usarse el mismo procedimiento descrito en la sección 3.2.12
2. Colocar las muestras a evaluar sobre la máquina de dureza a emplear.
3. Registrar la carga aplicada y el tiempo de aplicación de la carga
4. Registrar los resultados obtenidos para cada indentación, fase y orientación de sección respectiva.
5. Promediar y registrar los resultados de microdureza de cada fase en cada tiempo de exposición y/o condición

3.2.15 Evaluación de la Tenacidad de Impacto

Para evaluar la Tenacidad de Impacto, según los procedimientos expuestos a lo largo de este capítulo metodológico, se emplearán las relaciones de Barson *et al* (1976) (Ec. 2.1 a 2.3 mencionadas en el Capítulo 2 de esta investigación) para calcular los factores de intensidad de esfuerzo crítico, además de gráficos y tablas, buscando resumir las propiedades evaluadas en función de los períodos de exposición corrosiva.

Se busca en primer lugar, graficar los resultados de las pruebas de impacto, graficando la energía absorbida por impacto para los diferentes períodos de exposición al ácido. Como herramienta de análisis, se busca sintetizar los resultados de los ensayos de tracción, graficando el comportamiento esfuerzo-deformación (representativo del comportamiento dúctil ó frágil a carga estática) para los diferentes períodos de exposición al ácido.

Se debe analizar la correlación entre los valores de resistencia al impacto (dado por la energía absorbida por impacto), de resistencia a la tracción (simbolizando comportamiento dúctil ó frágil a carga estática) y de dureza con los períodos de exposición al medio corrosivo y condición original, a manera comparativa. Más aún, deben relacionarse los valores obtenidos de Tenacidad de Fractura a carga estática (dado por K_{IC}) y los valores de Tenacidad de Impacto (simbolizados por la diferencia de temperatura para obtener el K_{ID}). Todos los análisis deben prestar especial atención a la afectación de la tenacidad de impacto del material en hipotético servicio, a raíz de la exposición al medio corrosivo.

CAPÍTULO 4

Resultados

La experimentación es la fase más importante de todo trabajo de investigación, el cual debe cumplir a cabalidad con el método científico. En este capítulo se reseñan los resultados obtenidos para cada uno de los ensayos (mecánicos y otros) realizados, con el objeto de evaluar ciertas propiedades mecánicas del Acero Dúplex SAF2507 en las diferentes condiciones ya explicadas en capítulos anteriores. Según el procedimiento expuesto en la metodología de este trabajo de investigación, en primer lugar se llevó a cabo la exposición de las probetas al medio corrosivo, seguidamente se realizaron los ensayos de impacto y tracción, y luego la evaluación metalográfica de cada una de las condiciones; este mismo orden se mantiene en la presentación de resultados en este capítulo.

4.1 Exposición al Medio Corrosivo

Según el procedimiento descrito en la metodología de este trabajo en el aparte 3.2.5, la identificación de las probetas y la información inicial de las mismas (según el aparte 3.2.7) se muestra en las siguientes Tablas 4.1 y 4.2, dependiendo del tiempo de exposición al ácido nítrico en ebullición. Las dimensiones contenidas en las Tablas 4.1 y 4.2 hacen referencia a las dimensiones de las Figuras 3.18 y 3.19. El área de superficie expuesta es calculada de la forma explicada en el aparte 3.2.7, p.ej. para la muestra N°1 de Tracción:

$$A = 4HE + 2DC + HL - 2EH - CH - DL + 2DE + CD + 2HB + 2LB \quad (3.2)$$

$$A(mm^2) = 4(9,95)(30,00) + 2(6,05)(32,00) + (9,95)(100,05) - 2(30,00)(9,95) - (32,00)(9,95) - (6,05)(100,05) + 2(6,05)(30) + (32)(6,05) + 2(9,95)(6,05) + 2(100,05)(6,05)$$

$$A(mm^2) = 2943,60mm^2 \rightarrow A(cm^2)_{Prob1T} = 29,4360cm^2$$

En el caso de la Probeta N°1 de impacto, se tiene:

$$A = HL + 2CH + 2HB + 2LB + 2L - 4C \quad (3.1)$$

$$A(mm^2) = (10,05)(55,05) + 2(26,67)(10,05) + 2(10,05)(7,55) + 2(55,05)(7,55) + 2(55,05) - 4(26,67)$$

$$A(mm^2) = 2075,75mm^2 \rightarrow A(cm^2)_{Prob1C} = 20,7575cm^2$$

Tabla 4.1: Información preliminar del registro de Probetas de Tracción

Período	N° Probeta	Dimensiones (mm)						Área de Superf. expuesta (cm ²)	Peso Inicial (g)
		H	B	L	D	C	E		
48 h	7	10,10	6,05	100,00	6,10	32,00	30,00	29,6661	40,0588
	8	10,10	6,05	100,05	6,05	32,00	30,00	29,6462	39,6995
96 h	4	10,00	6,05	100,00	6,10	32,00	30,00	29,5260	39,4294
	5	10,05	6,10	100,05	6,05	32,00	30,00	29,6862	39,5727
	6	10,05	6,05	100,05	5,95	32,00	30,00	29,5202	39,8402
144 h	1	9,95	6,05	100,05	6,05	32,00	30,00	29,4360	39,7415
	2	10,10	6,05	99,90	6,10	32,00	30,00	29,6500	39,8169
	3	10,15	6,10	100,05	6,05	32,00	30,00	29,8265	39,6980

Tabla 4.2: Información preliminar del registro de Probetas de Impacto

Período	N° Probeta	Dimensiones (mm)				Área de Superf. expuesta (cm ²)	Peso inicial (g)
		H	B	L	C		
48 h	11	10,05	7,50	55,15	26,67	20,7194	31,9359
	12	9,95	7,50	55,05	26,67	20,5690	31,6803
	13	10,00	7,50	55,05	26,67	20,6307	31,9467
	14	10,10	7,50	55,10	26,67	20,7676	31,6534
96 h	6	10,05	7,50	55,05	26,67	20,6924	32,0808
	7	9,95	7,55	55,10	26,67	20,6475	31,6658
	8	9,95	7,50	55,05	26,67	20,5690	31,6765
	9	9,95	7,50	55,05	26,67	20,5690	31,6419
	10	10,00	7,50	55,00	26,67	20,6172	31,6197
144 h	1	10,05	7,55	55,05	26,67	20,7575	31,9245
	2	10,05	7,55	55,05	26,67	20,7575	31,8230
	3	10,05	7,50	55,10	26,67	20,7059	31,9074
	4	10,05	7,50	55,15	26,67	20,71945	31,6616
	5	10,05	7,50	55,00	26,67	20,6789	31,4580

Durante la exposición de las probetas al ácido, es importante destacar que en un primer momento la coloración del ácido era transparente (al momento de comenzar los períodos de exposición). Transcurridas aproximadamente 24h de exposición, la coloración del ácido comenzó a cambiar a un tono verdoso en el líquido y amarillo en el gas; luego de 48h de exposición, la coloración del ácido adquiría un tono negrozco en el líquido y rojizo oscuro en el gas. Se substituyó la solución de ácido cada 48h para reducir el riesgo de corrosión por la contaminación del ácido.

Una vez realizada la exposición al medio durante los diferentes períodos de exposición y obtenidos los resultados de pérdida de peso y velocidad de corrosión en cada período (presentados en las Tablas 4.3 y 4.4, calculando la Velocidad de Corrosión según la Ec. 3.3), se logró observar en primera instancia que todos los especímenes de cada condición presentaron un cambio de su aspecto superficial, cambiando su color característico a un tono pardo amarillento con aparición de vetas en la superficie y con una notable aspereza en la misma, como se puede apreciar en las figuras 4.1 y 4.2. Desde un punto de vista estrictamente macroscópico no se aprecian picaduras.

Un estudio de las dimensiones de las probetas luego del ataque con el ácido durante los diferentes períodos de exposición evidenció una reducción en las mismas, en concordancia con la pérdida de peso, que se incrementó conforme al tiempo de exposición (llegando a disminuir en el caso de la sección calibrada de las probetas de tracción de 6mmx6mm hasta un mínimo de 5,65mmx5,7mm en el caso de una de las probetas expuestas durante 144h al ácido)



Figura 4.1: Probetas de Tracción e Impacto previas a la exposición al ácido y posteriores al tratamiento térmico de sensibilización

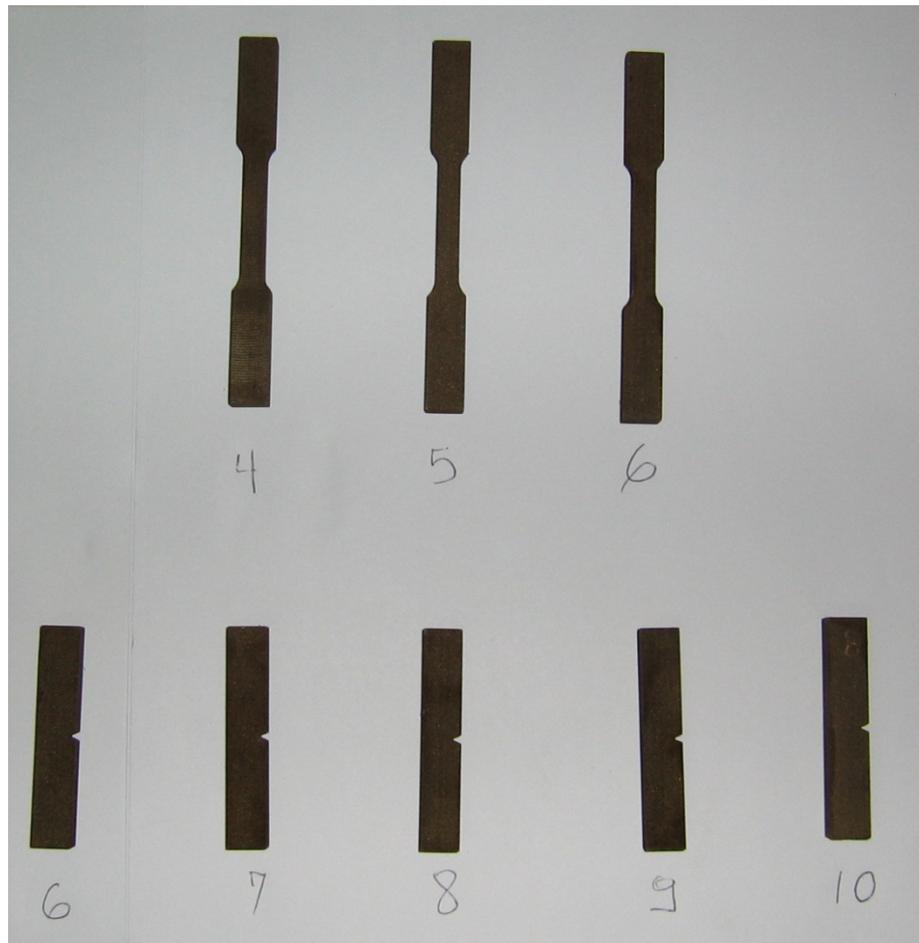


Figura 4.2: Probetas de Tracción e Impacto posteriores al período de 96h en HNO_3 (Todos los períodos de exposición presentaron características similares)

Para calcular la velocidad de corrosión, p.ej. de la probeta de Tracción N°1, considerando la densidad como la reseñada en la Tabla 2.2:

$$mpm \left(\frac{mm}{mes} \right) = \frac{7290 * W}{A * d * t} \quad (3.3)$$

$$mpm \left(\frac{mm}{mes} \right) = \frac{7290 * (3,4451g)}{(29,4360cm^2) * (7,79g/cm^3) * (144h)} = 0,7606 mm/mes$$

Tabla 4.3: Pérdida de Peso y Velocidad de Corrosión (Probetas de Tracción)

Exposición al Ácido Temperatura de Ebullición: 88°C ± 1°C						
Período	N° Probeta	Peso Final (g)	Pérdida de Peso (g)	Área de Superf. Expuesta (cm²)	Densidad (g/cm³)	Velocidad de Corrosión (mm/mes)
48 h	7	39,3183	0,7405	29,6661	7,79	0,4866
	8	38,6963	1,0032	29,6462		0,6597
96 h	4	37,7403	1,6891	29,5260	7,79	0,5577
	5	38,1870	1,3857	29,6862		0,4550
	6	38,1538	1,6864	29,5202		0,5569
144 h	1	36,2964	3,4451	29,4360	7,79	0,7606
	2	35,2261	4,5908	29,6500		1,0062
	3	35,1936	4,5044	29,8265		0,9814

Tabla 4.4: Pérdida de Peso y Velocidad de Corrosión (Probetas de Impacto)

Exposición al Ácido Temperatura de Ebullición: 88°C ± 1°C						
Período	N° Probeta	Peso Final (g)	Pérdida de Peso (g)	Área de Superf. Expuesta (cm²)	Densidad (g/cm³)	Velocidad de Corrosión (mm/mes)
48 h	11	31,0999	0,836	20,7194	7,79	0,7866
	12	31,0754	0,6049	20,5690		0,5733
	13	31,0422	0,9045	20,6307		0,8546
	14	31,5072	0,1462	20,7676		0,1372
96 h	6	29,8751	2,2057	20,6924	7,79	1,0391
	7	29,8024	1,8634	20,6475		0,8797
	8	30,0896	1,5869	20,5690		0,7521
	9	31,1611	0,4808	20,5690		0,2279
	10	30,2676	1,3521	20,6172		0,6391
144 h	1	30,0055	0,919	20,7575	7,79	0,6008
	2	29,5118	2,3112	20,7575		0,7236
	3	29,0568	2,8506	20,7060		0,8947
	4	28,8003	2,8613	20,7194		0,8975
	5	28,2706	3,1874	20,6789		1,0017

Para definir la velocidad de corrosión en el medio se utilizara el promedio de todas las velocidades de corrosión en cada periodo tanto para las probetas de tracción como para las de impacto (Tablas 4.5 y 4.6). Un gráfico representativo del promedio de la velocidad de corrosión para probetas de tracción e impacto puede observarse en la Figura 4.3

Tabla 4.5: Pérdida de Peso Promedio y Velocidad de Corrosión Promedio (Probetas de Tracción)

Período	Pérdida de Peso Promedio (g)	Pérdida de Peso (%)	Vel. de Corrosión Promedio (mm/mes)	Desv. Estándar de la Velocidad de Corrosión (mm/mes)
48 h	39,0073	2,2	0,5732	0,1224
96 h	38,0270	4,0	0,5232	0,0591
144 h	35,5720	10,5	0,9161	0,1352

Tabla 4.6: Pérdida de Peso Promedio y Velocidad de Corrosión Promedio (Probetas de Impacto)

Período	Pérdida de Peso Promedio (g)	Pérdida de Peso (%)	Vel. de Corrosión Promedio (mm/mes)	Desv. Estándar de la Velocidad de Corrosión (mm/mes)
48 h	0,6229	2,0	0,5217	0,3615
96 h	1,4978	4,7	0,7076	0,3067
144 h	2,4259	8,3	0,8237	0,1596

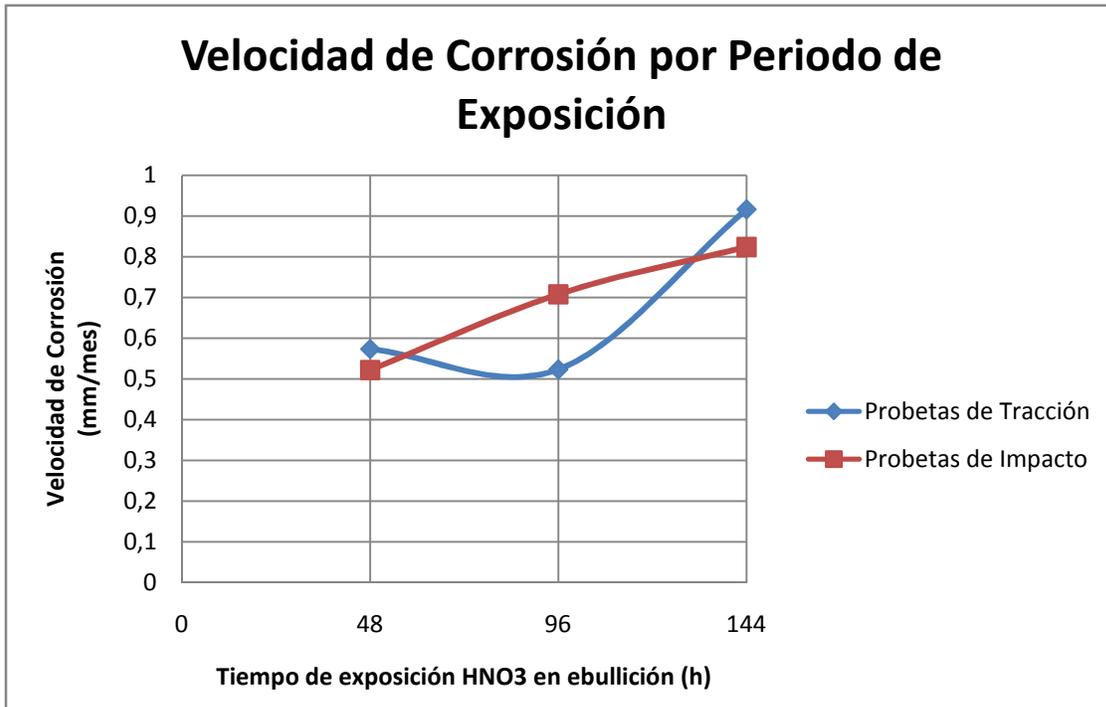


Figura 4.3: Representación Gráfica de la Velocidad de Corrosión en cada uno de los periodos de exposición.

4.2 Ensayo de Tracción

Como bien se refería en el Capítulo I de esta investigación, los resultados de este ensayo son exclusivamente de referencia y con propósitos comparativos para evaluar la tenacidad de impacto del material.

En las Figuras 4.4 a 4.9 se muestran los diferentes gráficos de Esfuerzo-Deformación obtenidos para cada uno de los especímenes. En el caso de las Probetas N°7 y N°5, el ensayo debió interrumpirse debido al deslizamiento del espécimen en las mordazas de la máquina, por lo que no se consideraron para el estudio (alteración de las propiedades mecánicas por endurecimiento).

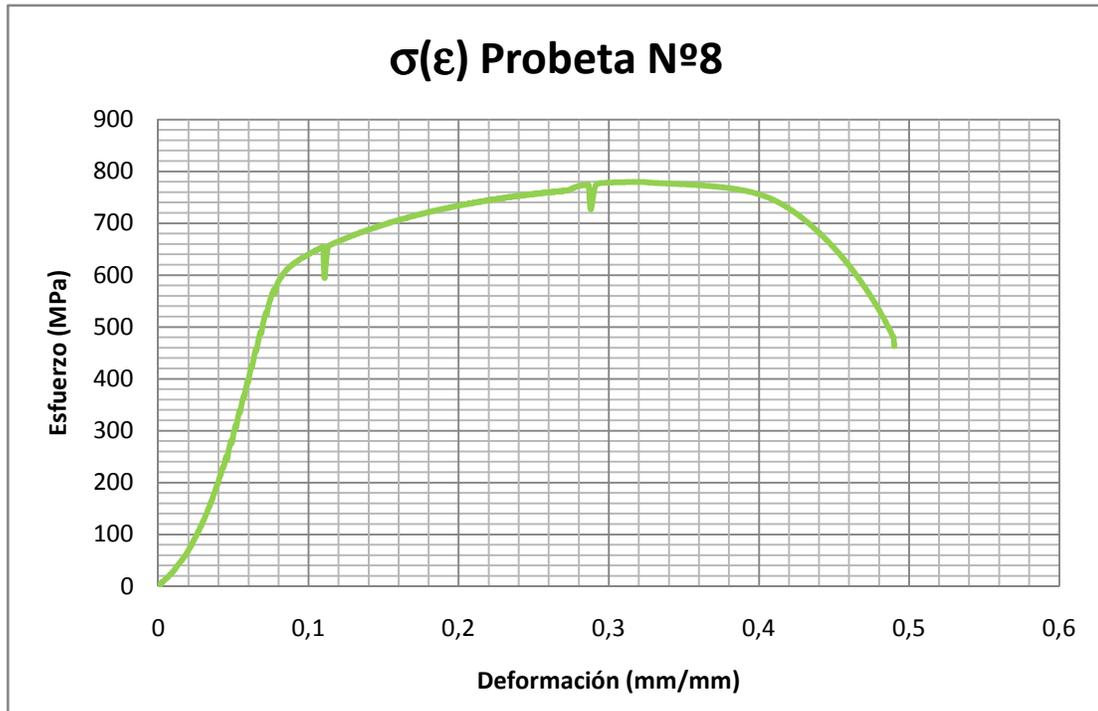


Figura 4.4: Curva Esfuerzo vs Deformación de la Probeta N°8 (48h de exposición al HNO_3)

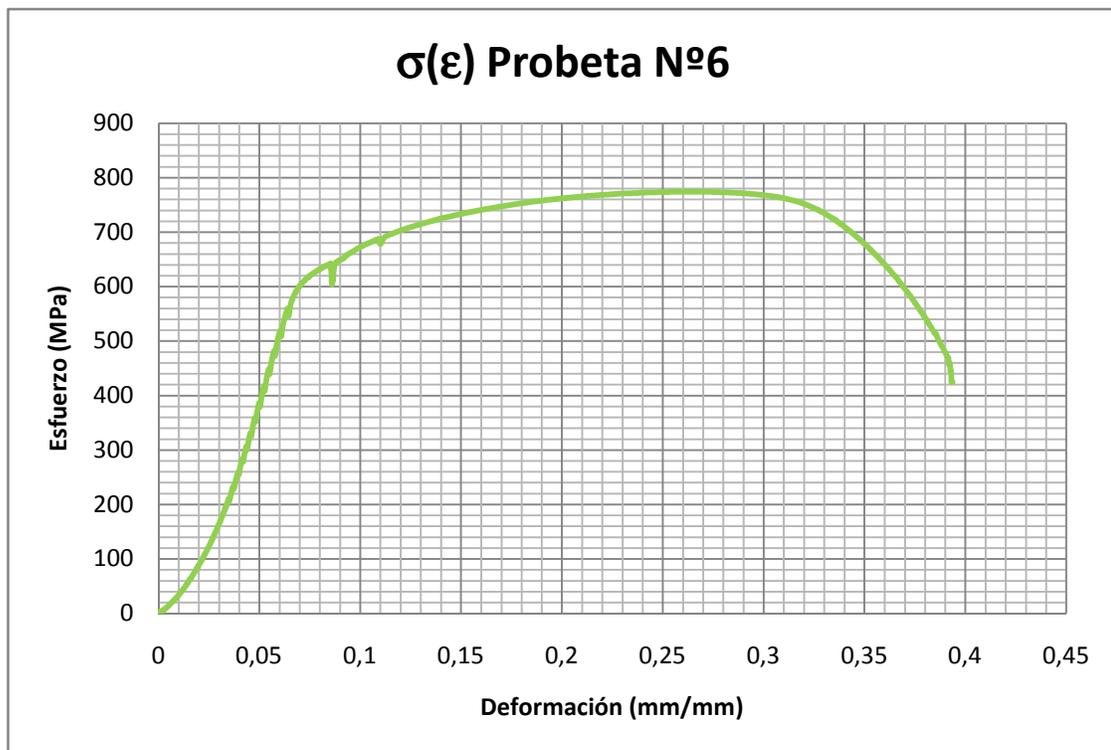


Figura 4.5: Curva Esfuerzo vs Deformación de la Probeta N°6 (96h de exposición al HNO_3)

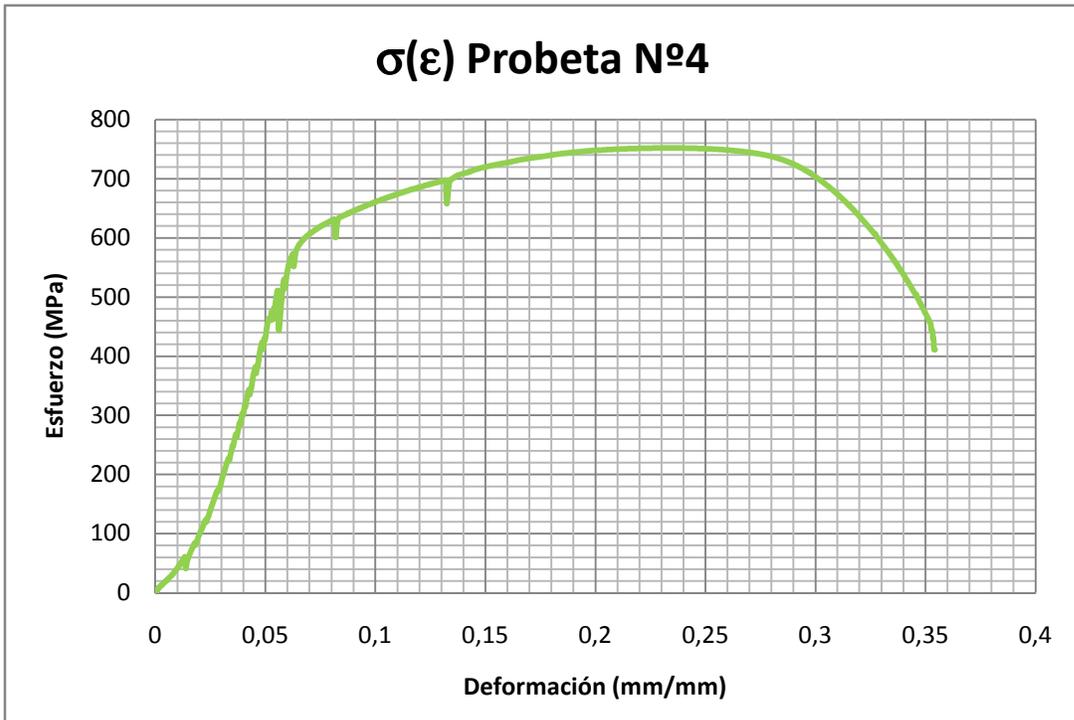


Figura 4.6: Curva Esfuerzo vs Deformación de la Probeta N°4 (96h de exposición al HNO_3)

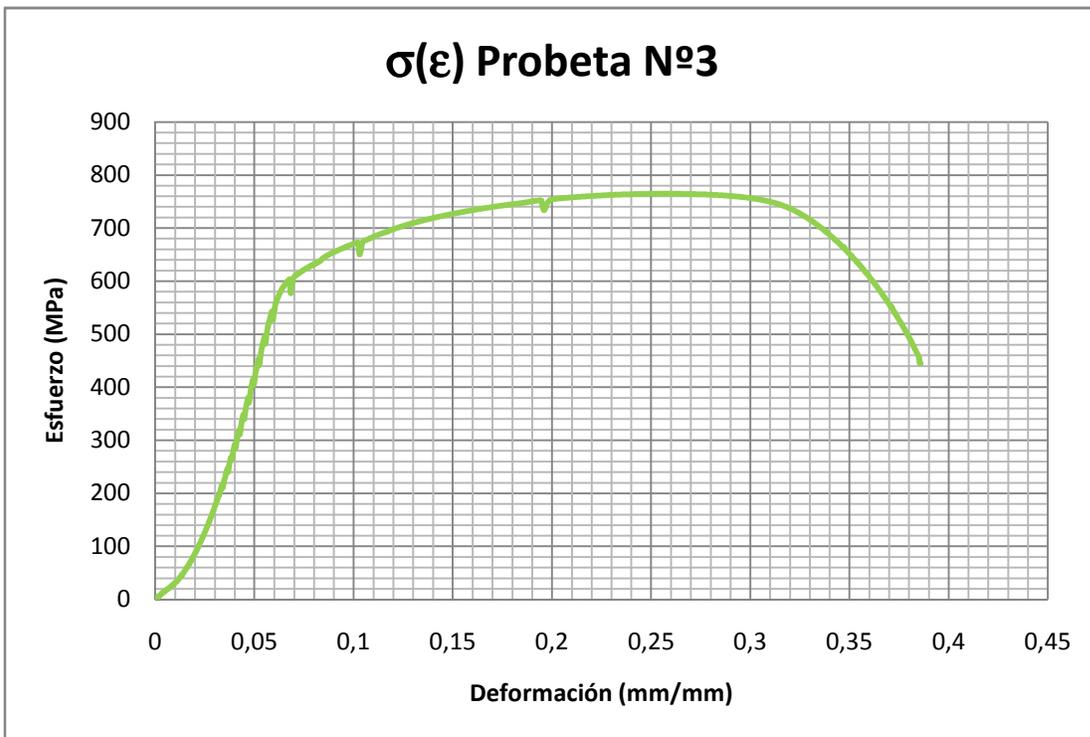


Figura 4.7: Curva Esfuerzo vs Deformación de la Probeta N°3 (144h de exposición al HNO_3)

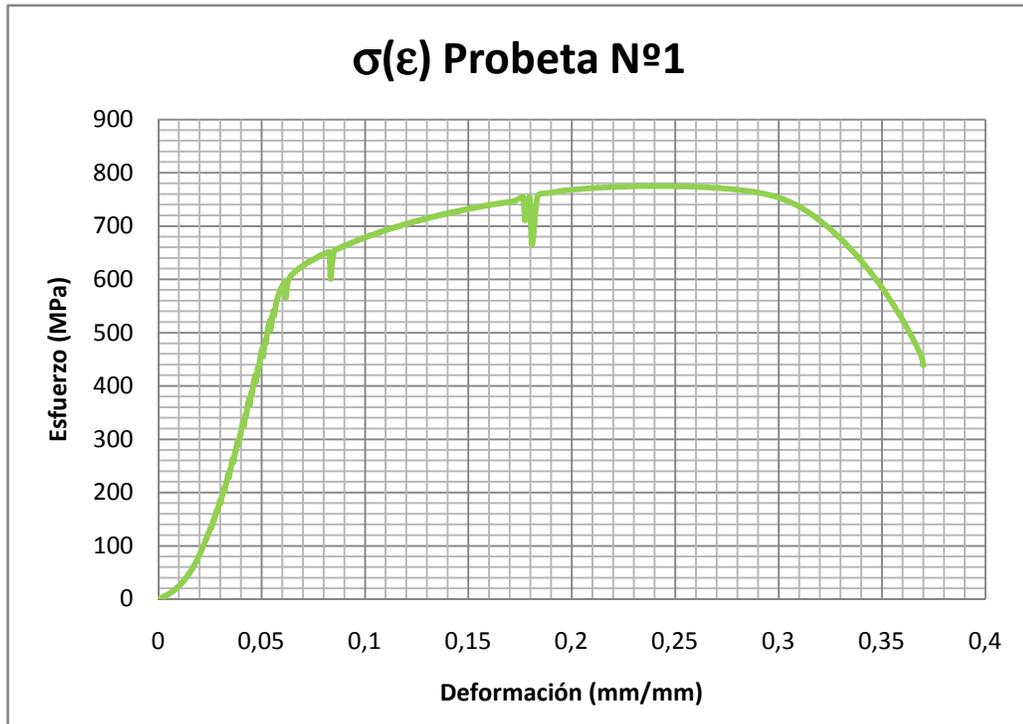


Figura 4.8: Curva Esfuerzo vs Deformación de la Probeta N°1 (144h de exposición al HNO_3)

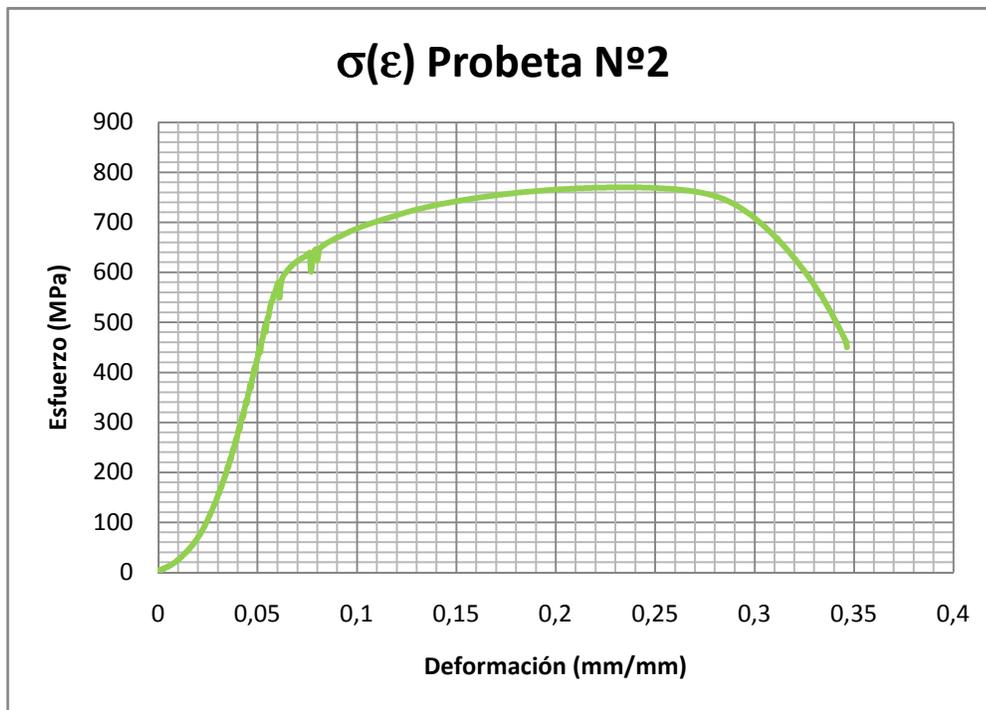


Figura 4.9: Curva Esfuerzo vs Deformación de la Probeta N°2 (144h de exposición al HNO_3)

La siguiente Figura 4.10 muestra una gráfica comparativa de los diferentes comportamientos obtenidos para cada probeta y período de exposición al ácido nítrico (Considerando las curvas de comportamiento de las probetas más cercanas al promedio del esfuerzo de fluencia y/o resistencia última). En la Figura 4.11 se observan las probetas de tracción representativas de cada período de exposición, donde está claramente evidenciado el encuellamiento en la longitud calibrada, señal de una fractura dúctil a carga estática.

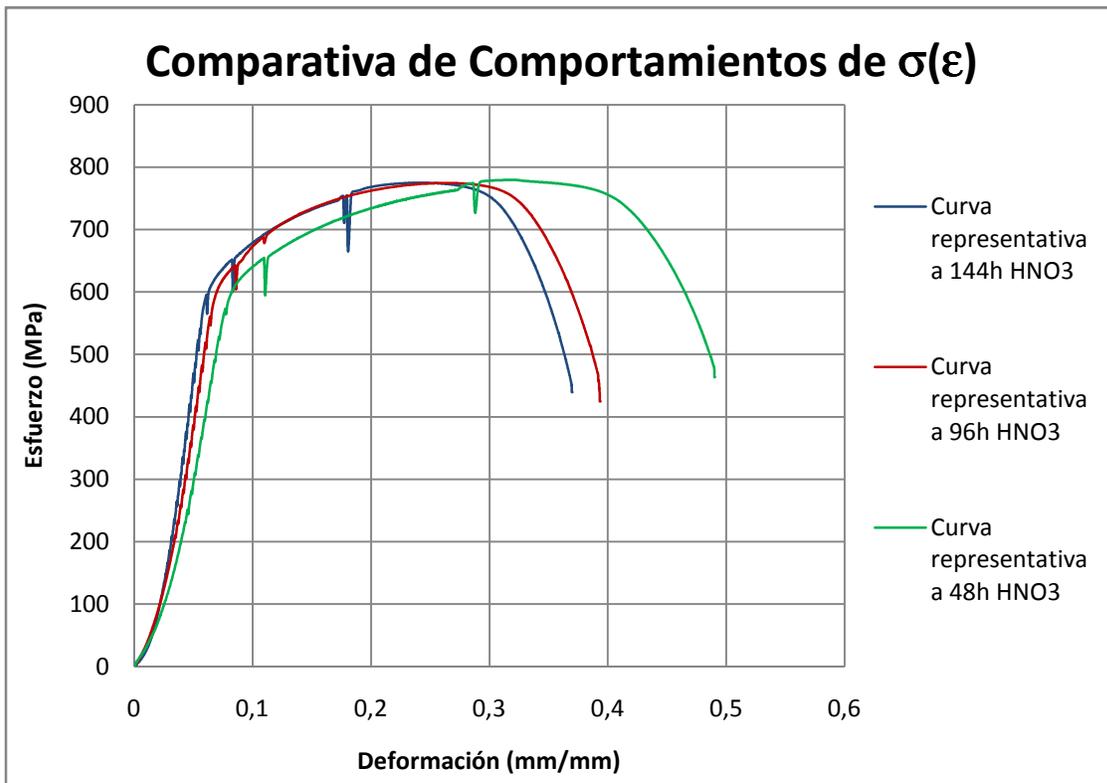


Figura 4.10: Gráfica Comparativa del comportamiento Esfuerzo vs Deformación para los diferentes períodos de exposición al ácido ensayados

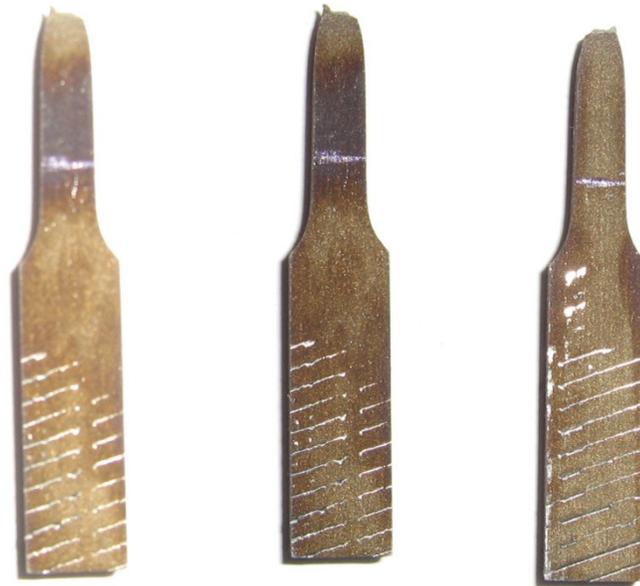


Figura 4.11: Probetas de tracción representativas de cada uno de los períodos de exposición (48h, izquierda; 96h, centro; 144h, derecha)

Para determinar el esfuerzo de fluencia, se emplea el método de Offset al 2% (y no al 0,2% debido a las características del gráfico), según lo descrito en la norma ASTM E8M-04, así como el redondeo sugerido por la norma. P.ej. para el caso de la Probeta N°1, al trazar la recta que pasa por 2% de la deformación total (0,37mm/mm; resultando el 2% en 0,0074mm/mm) se obtiene el esfuerzo de fluencia (Ver Figura 4.12):

$$\sigma_{y1-2\%} = 620 \text{ MPa}$$

El resto de los parámetros que deben reportarse para este ensayo se muestran en la siguiente Tabla 4.7:

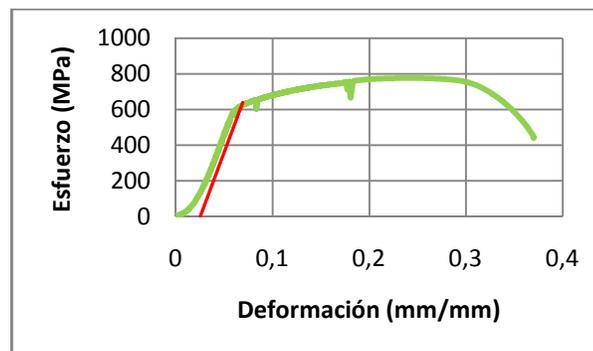


Figura 4.12: Determinación del Esfuerzo de Fluencia por método de Offset al 2%

Tabla 4.7: Propiedades Mecánicas obtenidas del Ensayo de Tracción

Acero Dúplex SAF2507; Temperatura de la Prueba: 20 ± 5°C						
Tipo y tamaño de la Probeta: Probeta rectangular de Tracción, 6mm de ancho						
Velocidad del Ensayo: 2mm/min						
N° Probeta	Tiempo de Exposición (h)	Esfuerzo de Fluencia (MPa) (Offset al 2%)	Deformación en el Punto de Fluencia (mm/mm)	Resistencia a la Tracción (MPa)	Deformación a fractura (%)	Reducción de Área (%)
Cond. Original (Fuente: Sandvik Steel)	--	620	Sin datos	867	36,0	67,0
8	48	620	0,0907	780	32,9	77,1
4	96	610	0,0702	750	26,2	70,6
6	96	620	0,0717	775	28,2	69,7
1	144	620	0,0680	775	27,0	67,6
2	144	630	0,0723	770	25,7	62,0
3	144	610	0,0721	765	27,8	68,0

El promedio de las propiedades mecánicas por período de exposición al ácido se reseña en la siguiente Tabla 4.8:

Tabla 4.8: Promedios de Propiedades Mecánicas obtenidas

Acero Dúplex SAF2507; Temperatura de la Prueba: 20 ± 5°C				
Tipo y tamaño de la Probeta: Probeta rectangular de Tracción, 6mm de ancho				
Velocidad del Ensayo: 2mm/min				
Período o Condición	Esfuerzo de Fluencia $\sigma_{y-2\%}$ (MPa)	Desviación Estándar $\sigma_{y-2\%}$ (MPa)	Resistencia a la Tracción (MPa)	Desviación Estándar Resistencia a la Tracción (MPa)
C. Original (Fuente: Sandvik Steel)	629	N/A	867	N/A
48h HNO ₃ ebullición	620	N/A	780	N/A
96h HNO ₃ ebullición	615	7,0711	763	17,6777
144h HNO ₃ ebullición	620	10,0000	770	5,0000

4.3 Ensayo de Impacto Charpy

En la Tabla 4.9 se muestran los resultados de Energía Absorbida por Impacto para cada una de las probetas Charpy previamente corroídas, según el procedimiento descrito en el aparte 3.2.11

Tabla 4.9: Resultados del Ensayo de Impacto

Temperatura de la Prueba: 20 ± 5°C				
Tipo y tamaño de la Probeta: Tipo A, 10 mm x 7,5 mm; Acero Dúplex SAF2507				
Orientación de Probetas: Plano de Fractura X-Y con flujo de grano axial y trabajado en dirección radial. Propagación de grieta en sentido transversal				
N° Probeta	Tiempo de Exposición (h)	¿Fractura?	Energía Absorbida por Impacto (J)	Porcentaje corte en fractura (%)
C. Original	--	No – Detiene Péndulo	Excede Capacidad (>147J)	N/A
C. Sensib.	--	Sí	70	80
11	48	No – Péndulo pasa entre soportes	119 (Aprox.)	N/A
12	48	Sí	88	80
13	48	Sí	103	80
14	48	No – Detiene Péndulo	Excede Capacidad (>147J)	N/A
6	96	No – PPES	115	N/A
7	96	No – PPES	123 (Aprox.)	N/A
8	96	No – PPES	140 (Aprox.)	N/A
9	96	No – DP	Excede Capacidad (>147J)	N/A
10	96	No – PPES	123 (Aprox.)	N/A
1	144	No – DP	Excede Capacidad (>147J)	N/A
2	144	No – DP	Excede Capacidad (>147J)	N/A
3	144	No – DP	Excede Capacidad (>147J)	N/A
4	144	No – PPES	130 (Aprox.)	N/A
5	144	Sí	142	100

Es de notar que las pérdidas por fricción ó rozamiento con el aire resultaron nulas ó incapaces de ser medidas por la apreciación de la máquina de ensayo (menores al 0,4% del rango de la máquina, 0,06kpm). Muchas de las probetas ensayadas no

fracturaron por la acción del péndulo, de allí los resultados expresados como “aproximados”, “detiene el péndulo, DP”, “péndulo pasa entre soportes, PPES” ó “Excede la capacidad de la máquina”. El porcentaje de corte a fractura se determinó según la recomendación de la norma ASTM E23-02, procedimiento A6.1.2, empleando la Figura A6.1. La transformación de unidades de las suministradas por el péndulo (kpm) a unidades del SI, se realizó mediante la equivalencia $9,8J = 1 \text{ kpm}$ (Apreciación, 1 J)

A continuación en la Tabla 4.10, se muestra el promedio de EAI para cada período de exposición al HNO_3 con su respectiva desviación estándar; promedios que se han obtenido considerando los lineamientos de la norma E23-02, tal y como se reseñó en el aparte 3.2.11. No se promediaron los resultados para porcentaje de corte en fractura debido a la poca cantidad de especímenes fracturados. En la Figura 4.13 se muestra un gráfico representativo de los valores obtenidos en la Tabla 4.10 y en la Figura 4.14 pueden observarse especímenes representativos de los diferentes períodos de exposición al ácido y/o condición luego del ensayo. Es de notar que solamente fracturaron un total de cuatro (4) especímenes de los quince (15) ensayados, lo que corresponde a un 26,67% de especímenes fracturados para el total de los ensayos y tan sólo un promedio de un (1) espécimen fracturado por cada condición, lo que representa un 20% de especímenes fracturados por condición.

Tabla 4.10: Promedios de Energía Absorbida por Impacto

Temperatura de la Prueba: $20 \pm 5^\circ\text{C}$		
Tipo y tamaño de la Probeta: Tipo A, 10 mm x 7,5 mm; Acero Dúplex SAF2507		
Orientación de Probetas: Plano de Fractura X-Y con flujo de grano axial y trabajado en dirección radial. Propagación de grieta en sentido transversal		
Período ó Condición	EAI (J)	Desviación Estándar (J)
Cond. Original	> 147	N/A
Cond. Sensibilizada	70	N/A
48h HNO_3 ebullición	96	10,6066
96h HNO_3 ebullición	115	N/A
144h HNO_3 ebullición	142	N/A

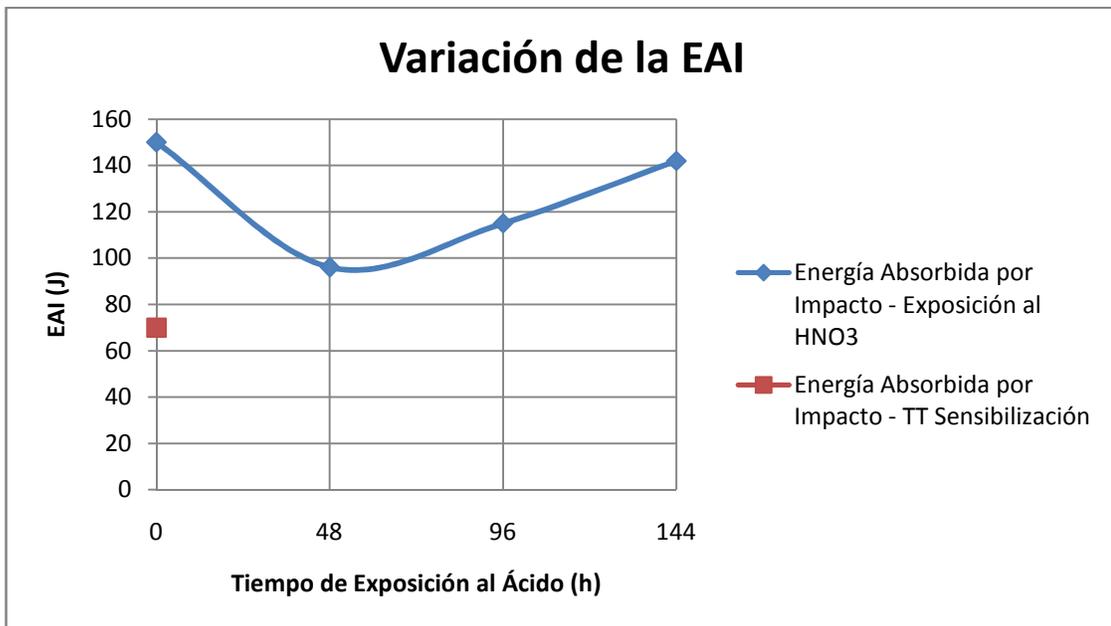


Figura 4.13: Representación Gráfica de la Energía Absorbida por Impacto para las diferentes condiciones ensayadas.



Figura 4.14: Probetas representativas de cada una de las condiciones ensayadas

A continuación en las Figuras 4.15 a 4.19 se muestran las superficies de fractura de los especímenes más cercanos al promedio de Energía de Absorción por Impacto, observados bajo un lente fotográfico macro.

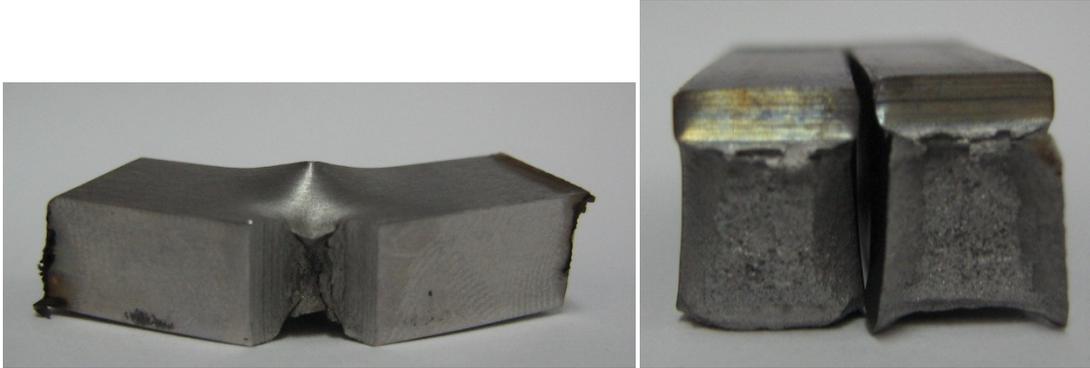


Figura 4.15 (Izquierda): Superficie de Fractura Macro de Probeta en Condición Original.
Figura 4.16 (Derecha): Superficie de Fractura Macro de Probeta con Tratamiento Térmico de Sensibilización



Figura 4.17 (Izquierda): Superficie de Fractura Macro de Probeta expuesta 48h en HNO_3 .
Figura 4.18 (Derecha): Superficie de Fractura Macro de Probeta expuesta 96h en HNO_3 (Sin especímenes fracturados)



Figura 4.19: Superficie de Fractura Macro de Probeta expuesta 144h en HNO_3

4.4 Evaluación Metalográfica

Siguiendo el procedimiento descrito en la sección 3.2.12 se realizó el siguiente ensayo para evaluación metalográfica de las diferentes muestras representativas de las condiciones de ensayo. Es importante destacar que el marcaje de las fases con la solución de HCl, NaHSO₃ y H₂O se debe a un ataque químico selectivo que tiñe la fase ferrítica exclusivamente y otorga un contraste debido a las diferencias en la topografía y reflectividad de las fases.

Las muestras de la condición de control de sensibilización fueron obtenidas a partir de una probeta de impacto, mientras que las demás condiciones fueron obtenidas a partir de probetas de Tracción.

Luego de realizar la evaluación metalográfica no fue necesaria la realización de análisis EDX debido a que no se evidenciaron precipitados o grietas significativas.

A continuación se presentan con figuras (Figuras 4.20 a 4.38) y tablas (Tablas 4.11 a 4.15) las diferentes muestras evaluadas, reflejando información como la cantidad de fases presentes (según un aproximado visual), y las observaciones pertinentes a cada micrografía.

4.4.1 Condición Original del Material

Esta condición no fue evaluada directamente en los ensayos realizados, debido a la poca cantidad de material disponible. Dado el gran número de trabajos de investigación anteriores a éste, se optó por tomar imágenes micrográficas de la condición original de cualesquiera de estos trabajos, teniendo la seguridad de que ésta condición es la misma para ambos casos, debido a que se trata del mismo material en estudio (Acero Dúplex 2507 en barras). Las imágenes obtenidas por esta condición fueron tomadas por Alsarraf (2010) empleando un reactivo de ataque de Hidróxido de Sodio (NaOH) con concentración 10M. En estas imágenes micrográficas puede apreciarse que en la Sección Longitudinal, la fase Austenita (clara en la imagen, figuras 4.20 y 4.21) se encuentra mucho más alargada que en el caso de la Sección

Transversal. La fase Austenita está rodeada por la matriz semi-continua de Ferrita (oscura en la imagen). En ambos casos, la proporción de fases está muy cercana al 50%-50% (Ver Tabla 4.11).

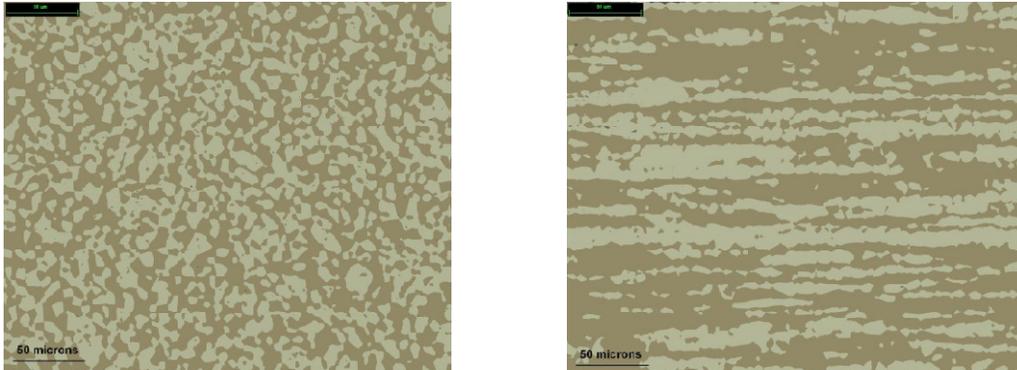


Figura 4.20 (Izquierda): Sección Transversal Condición Original (Alsarraf, 2010). **Figura 4.21 (Derecha):** Sección Longitudinal (Superficial) Condición Original (Alsarraf, 2010)

Tabla 4.11: Propiedades Microestructurales Condición original (Datos tomados de Alsarraf, 2010)

Sentido u Orientación de la Sección	Fases Presentes	Diámetro Medio de Grano ó Longitud Media de Referencia (μm) (Colonias de Granos Austeníticos)
Transversal	51% Ferrita – 49% Austenita	20,5
Longitudinal		39,1

4.4.2 Condición Tratamiento Térmico de Sensibilización

Las Figuras 4.22 y 4.23 muestran a 400x y 1000x la microestructura observada en la sección longitudinal de esta condición (de control), donde puede observarse, además de ciertos sucios ó impurezas, una gran cantidad de “anomalías puntuales” no visibles con tanta frecuencia en las demás condiciones. Se observa un borde de grano sin mayor pronunciamiento, a diferencia del resto de las condiciones. En las Figuras 4.24 y 4.25 se observa la sección transversal de esta condición, con menor cantidad de impurezas y sucios, pero persistiendo las “anomalías puntuales”, sin embargo únicamente en la fase Austenita (clara) y en ciertos lugares cercanos a los bordes de grano entre la matriz austenítica (clara) y ferrítica (oscura).

Según lo estudiado, las “anomalías puntuales” en la fase austenítica carecen de interés alguno y pueden ser consideradas sucios ó impurezas de la muestra producto de

un mal secado ó errores en el desbaste, debido a que la fase Austenita no se transforma ó precipita a ninguna otra fase ó compuesto. Es objeto de análisis la presencia de las “anomalías puntuales” en las zonas cercanas a los límites de grano tanto en la sección longitudinal como en la sección transversal. Un resumen de estas características, así como una aproximación visual de la cantidad de fases presentes se encuentra en la Tabla 4.12

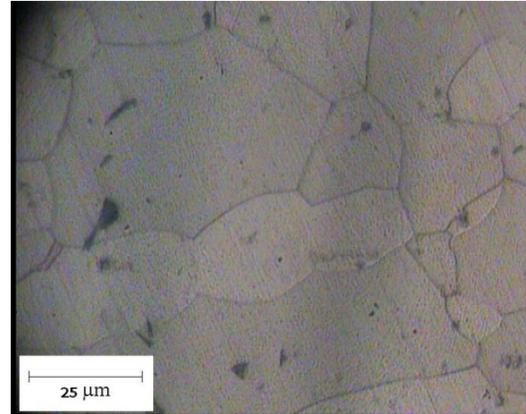
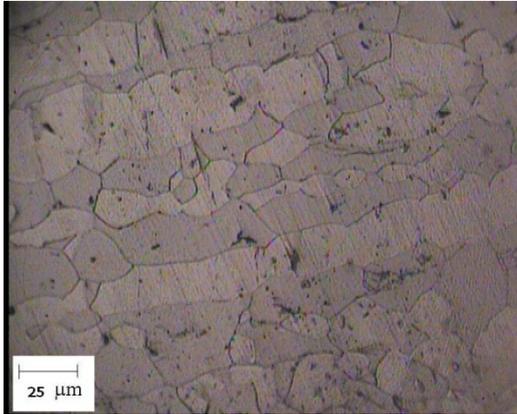


Figura 4.22 (Izquierda): Control Longitudinal de Sensibilización a 400x de aumento. **Figura 4.23 (Derecha):** Control Longitudinal de Sensibilización con aumento 1000x

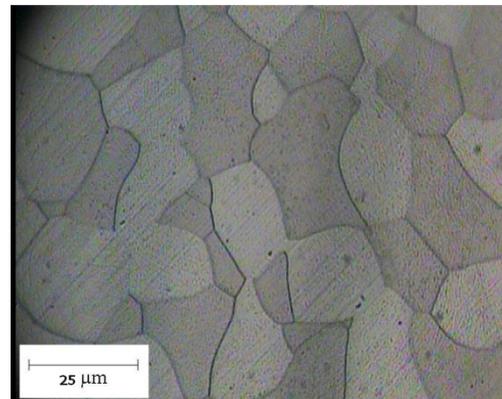
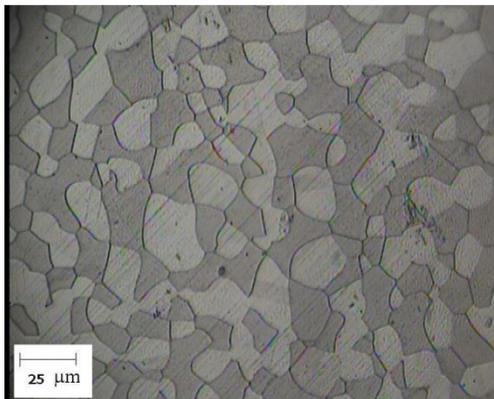


Figura 4.24 (Izquierda): Control Transversal de Sensibilización a 400x de aumento. **Figura 4.25 (Derecha):** Control Transversal de Sensibilización con aumento 1000x

Tabla 4.12: Propiedades Microestructurales en muestra de control de Sensibilización

Sentido u Orientación de la Sección	Fases Presentes (Aprox.)	Deterioro
Transversal	55-45% Ferrita – 45-55% Austenita	Límites de grano marcados entre austenita y ferrita y “anomalías puntuales” cerca de los límites de grano
Longitudinal		

4.4.3 Condición 48 horas de exposición al HNO_3 en ebullición

Las Figuras 4.26 y 4.27 muestran, a 400x y 1000x, la microestructura observada en la sección longitudinal de esta condición, donde puede observarse la disminución de las “anomalías puntuales” encontradas en el tratamiento térmico de sensibilización, llegando casi a desaparecer. El borde de grano en esta condición, sin embargo, está mucho más marcado que en el caso del control de sensibilización, especialmente en las zonas de puntos triples. Lo mismo ocurre en la sección transversal (Figuras 4.28 y 4.29), pudiendo observarse en la Figura 4.29 una zona donde en un punto triple se observa cierta degradación de la fase ferrita (Encerrado en un círculo).

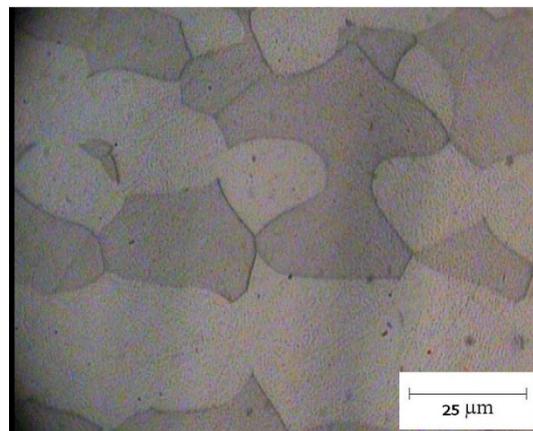
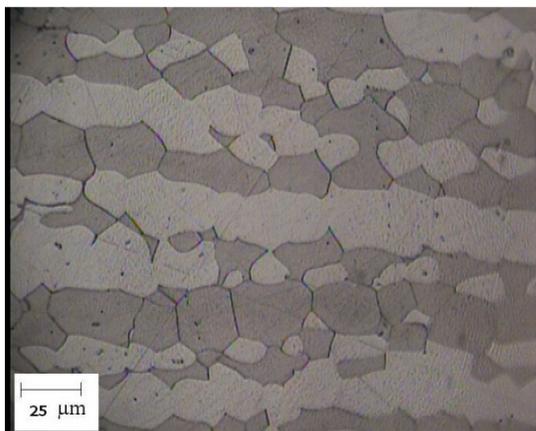


Figura 4.26 (Izquierda): Control Longitudinal 48h al HNO_3 – 400x. **Figura 4.27 (Derecha):** Control Longitudinal 48h al HNO_3 – 1000x

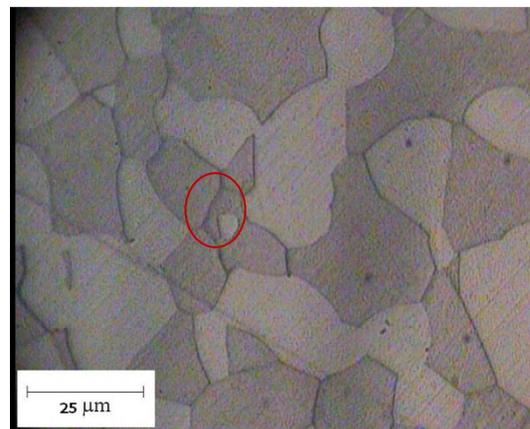
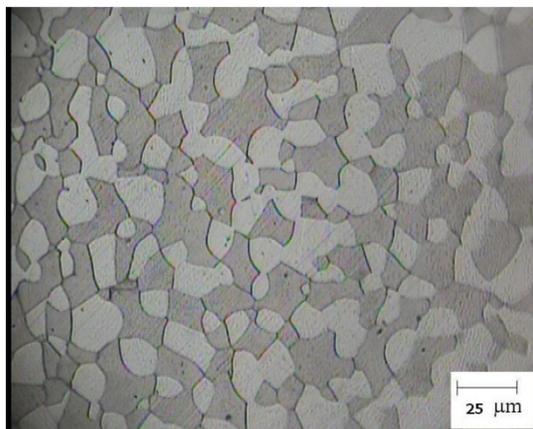


Figura 4.28 (Izquierda): Control Transversal 48h al HNO_3 - 400x. **Figura 4.29 (Derecha):** Control Transversal 48h al HNO_3 - 1000x

Tabla 4.13: Propiedades Microestructurales en muestra de control 48h al HNO₃

Sentido u Orientación de la Sección	Fases Presentes (Aprox.)	Deterioro
Transversal	55-45% Ferrita – 45-55% Austenita	Límites de grano marcados en frontera de austenita y ferrita y “anomalías puntuales” cerca de los límites de grano
Longitudinal		

4.4.4 Condición 96 horas de exposición al HNO₃ en ebullición

Las Figuras 4.30 y 4.31 muestran, a 400x y 1000x, la microestructura observada en la sección longitudinal de esta condición. No se observan “anomalías puntuales” y el borde de grano permanece muy marcado. Lo mismo ocurre en la sección transversal (Figura 4.32).

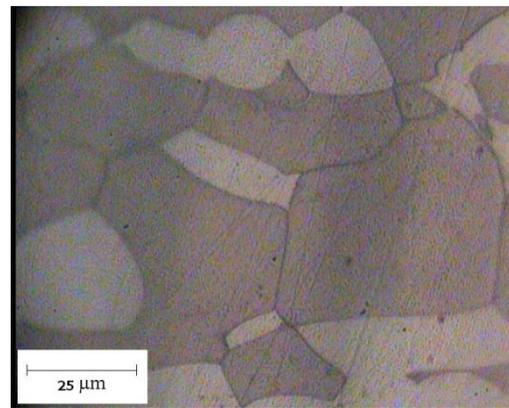
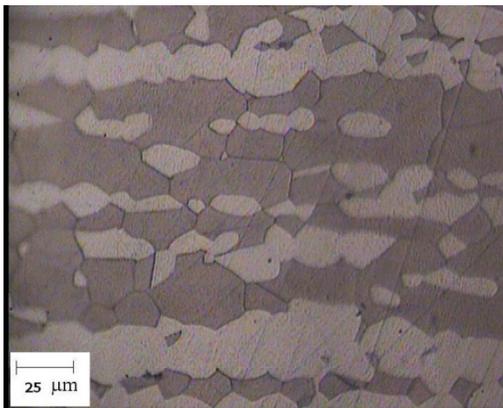


Figura 4.30 (Izquierda): Control Longitudinal 96h al HNO₃ – 400x. **Figura 4.31 (Derecha):** Control Longitudinal 96h al HNO₃ - 1000x

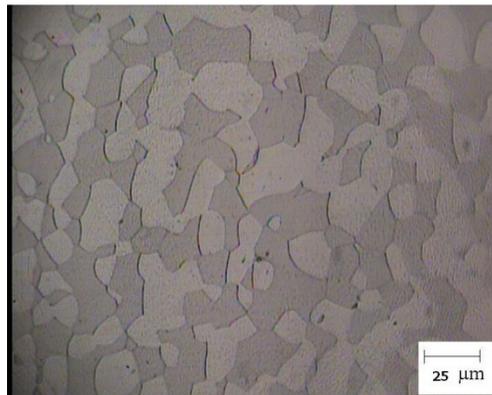


Figura 4.32 (Izquierda): Control Transversal 96h al HNO₃ – 400x

Tabla 4.14: Propiedades Microestructurales en muestra de control 96h HNO₃

Sentido u Orientación de la Sección	Fases Presentes (Aprox.)	Deterioro
Transversal	55-45%	Borde de grano muy marcado en frontera de austenita y ferrita
Longitudinal	Ferrita – 45-55% Austenita	

4.4.5 Condición 144 horas de exposición al HNO₃ en ebullición

Las Figuras 4.33 y 4.34 muestran, a 100x y 400x, la microestructura observada en la sección longitudinal de esta condición. Mientras que las Figuras 4.35 y 4.36 muestran la microestructura de la sección transversal a 100x y 400x. No se aprecian zonas de especial interés, aparte del marcado límite de grano, similar a la condición de 96h de exposición.

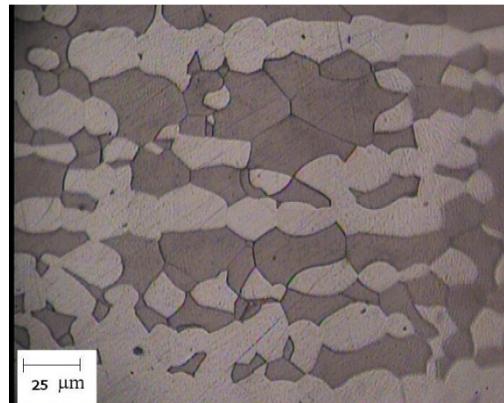
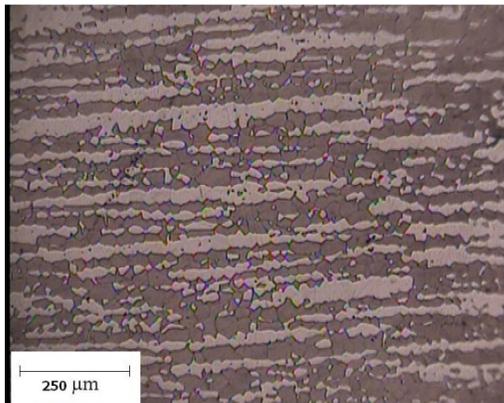


Figura 4.33 (Izquierda): Control Longitudinal 144h al HNO₃ – 100x. **Figura 4.34 (Derecha):** Control Longitudinal 144h al HNO₃ – 400x

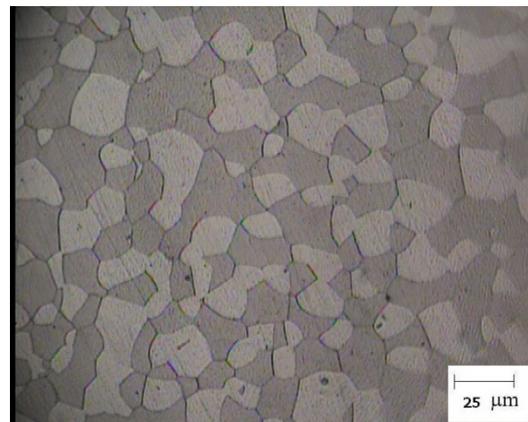
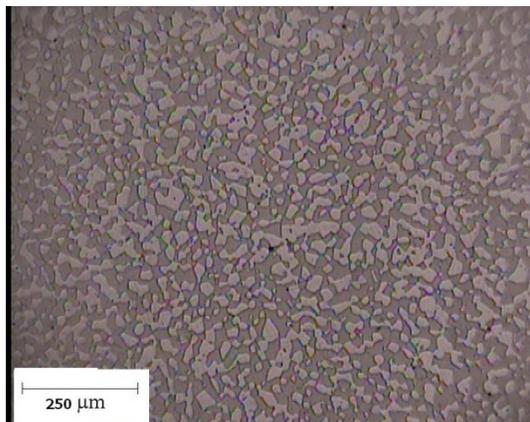


Figura 4.35 (Izquierda): Control Transversal 144h al HNO₃ - 100x. **Figura 4.36 (Derecha):** Control Transversal 144h al HNO₃ - 400x

Tabla 4.15: Propiedades Microestructurales en muestra de control 144h HNO₃

Sentido u Orientación de la Sección	Fases Presentes (Aprox.)	Deterioro
Transversal	55-45% Ferrita – 45-55% Austenita	Borde de grano muy marcado en frontera de austenita y ferrita
Longitudinal		

4.5 Evaluación de Superficie de Fractura

Siguiendo el procedimiento descrito en la sección 3.2.13, se llevó a cabo en un Microscopio Electrónico de Barrido el examen de visualización de la superficie de fractura para las probetas de impacto y a modo comparativo se realizó un análisis de la superficie de fractura de una probeta de tracción, expuesta 48h al HNO₃ en ebullición (Solamente se evaluó una de las probetas de tracción debido a que ninguna presentó variación significativa de las propiedades mecánicas y macroscópicamente todas fracturaron con un mecanismo de fractura dúctil). Por último, en la Tabla 4.16 se encuentra un resumen de los tipos de fractura y características observadas en cada una de las superficies.

4.5.1 Condición Original del Material

Esta condición no fue evaluada directamente debido a que la probeta de control no presentó fractura al momento del Ensayo de Impacto (Ver Figura 4.6).

4.5.2 Condición Tratamiento Térmico de Sensibilización

La Figura 4.37 muestra la superficie de fractura de la probeta de control de impacto de sensibilización. En ésta pueden observarse algunas cavidades muy separadas entre sí y poco profundas, aunque predominantemente se observan facetas de clivaje; pueden observarse algunas grietas. La figura 4.38 muestra otra zona de la superficie de fractura donde es más notable y pronunciada la presencia de las facetas de clivaje con algunas cavidades más profundas que en la figura 4.37.

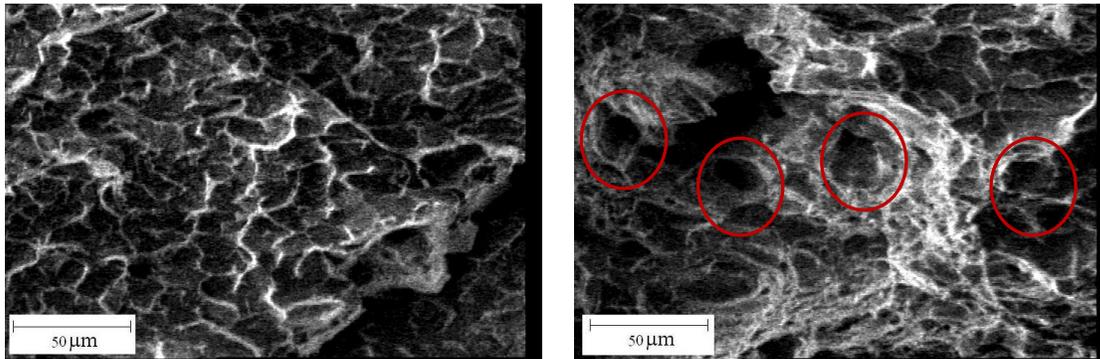


Figura 4.37 (Izquierda): Superficie de Fractura de Probeta de Impacto Control de Sensibilización (500x). **Figura 4.38 (Derecha):** Control de Sensibilización de superficie de fractura probeta de impacto. Obsérvese las cavidades (encerradas en círculos) y facetas de clivaje (relieves) - 500x

4.5.3 Condición 48 horas de Exposición al HNO_3 en ebullición

La Figura 4.39 muestra la superficie de fractura de la probeta de control de impacto de 48h de exposición al ácido. En ésta pueden observarse una gran cantidad de cavidades, inclusive llegando a unirse para formar una coalescencia de cavidades. No se observa gran cantidad de facetas de clivaje.

En la Figura 4.40 se observa la región de transición entre la zona plana de fractura de la probeta y los labios de corte. Inclusive en la zona de los labios de corte, las cavidades poseen forma regular y están uniformemente distribuidas en la superficie, sin posibilidad de apreciar ningún tipo de faceta de clivaje.

En la Figura 4.41 se observa una foto a 35x de la superficie de fractura de la probeta de control de tracción para esta condición, donde se ve claramente el encuellamiento de la sección transversal. Asimismo, en la Figura 4.42, una toma más de cerca de la superficie de fractura (de la probeta de tracción) permite apreciar las cavidades uniformes esparcidas por toda la superficie. En la Figura 4.43 se detalla la superficie de fractura cercana al borde, donde macroscópicamente se ve el efecto del ataque con el ácido; en esta zona puede apreciarse gran cantidad de facetas de clivaje, aunque no se observan grietas.

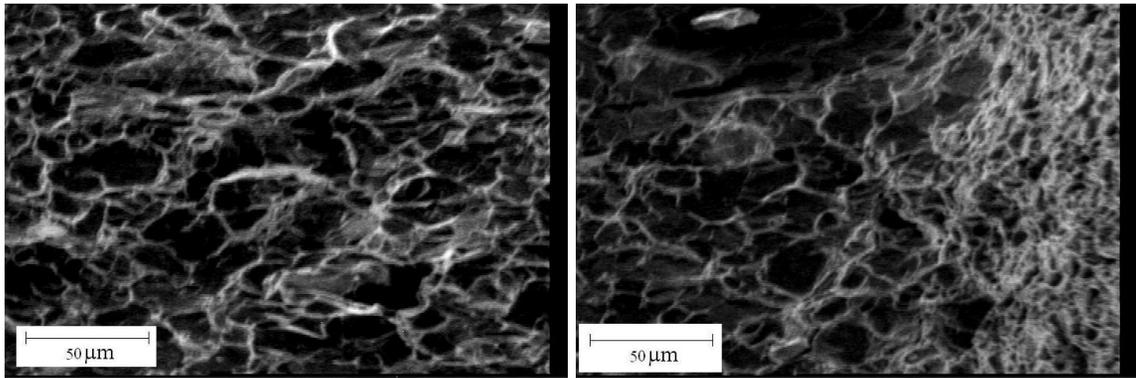


Figura 4.39 (Izquierda): Superficie de Fractura de Probeta de Impacto Control de 48h al HNO_3 (500x). Obsérvese la gran cantidad de cavidades y la poca presencia de facetas de clivaje. **Figura 4.40 (Derecha):** Superficie de Fractura Probeta de Impacto Control de 48h al HNO_3 en la zona de transición entre el labio de corte y la región de fractura plana, donde pueden observarse gran cantidad de cavidades (500x)

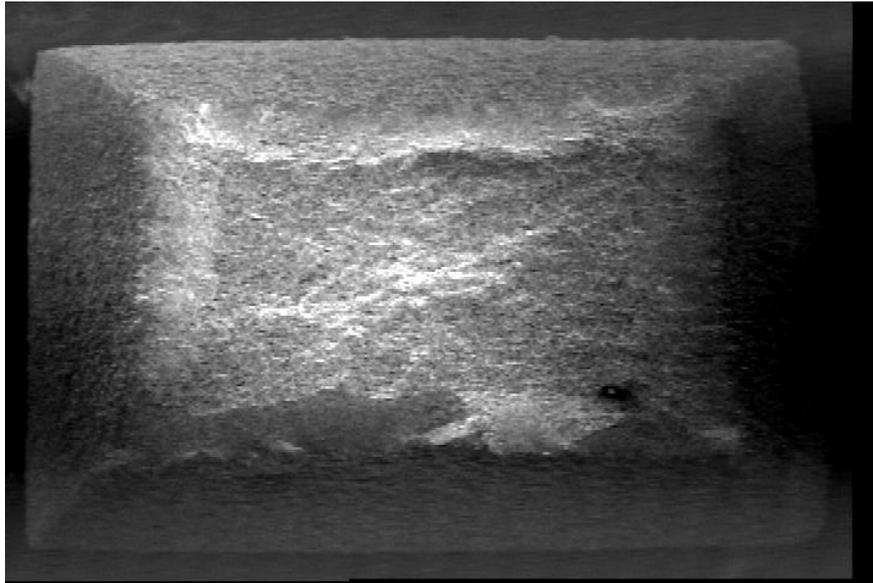


Figura 4.41: Superficie de Fractura de Probeta de Tracción de control 48h HNO_3 . Nótese el encuellamiento de la sección transversal (35x)

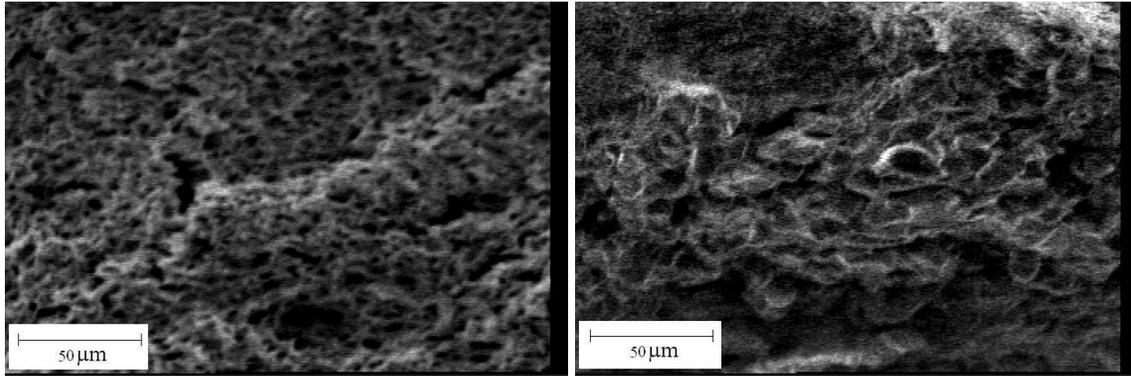


Figura 4.42 (Izquierda): Superficie de Fractura de Probeta de Tracción Control de 48h al HNO_3 (500x). Obsérvese la gran cantidad de cavidades. **Figura 4.43 (Derecha):** Superficie de Fractura de Probeta de Tracción de control 48h al HNO_3 en la zona de encuellamiento donde macroscópicamente se observan los efectos del ataque del ácido. Nótese la gran cantidad de relieves y facetas de clivaje (500x)

4.5.4 Condición 96 horas de Exposición al HNO_3 en ebullición

Esta condición no fue evaluada directamente debido a que la probeta de control de esta condición no presentó fractura al momento del Ensayo de Impacto (Ver Figura 4.9).

4.5.5 Condición 144 horas de Exposición al HNO_3 en ebullición

Esta condición no fue evaluada directamente debido a que la única probeta fracturada en este período de exposición no presentaba zona de fractura plana (labios de corte en toda la superficie de fractura), lo que da cuenta inmediatamente de un mecanismo de fractura totalmente dúctil (Ver Figura 4.10).

A continuación se presenta en la Tabla 4.16 un resumen de las características observadas, así como el mecanismo de fractura para cada condición

Tabla 4.16: Resumen de características observadas en fractografías

Período ó Condición	Características Observadas	Tipo de Fractura
Condición Original	N/A	Dúctil
Condición Sensibilización	Cavidades medianamente superficiales. Facetas de clivaje. Grietas. Zonas de fractura plana (sin relieve)	Mixta
48h HNO ₃ en ebullición	Cavidades profundas pero de diferentes tamaños y uniformemente distribuidas en la superficie	Dúctil
96h HNO ₃ en ebullición	No hubo fractura, sin embargo, se aprecia una pequeña región de fractura plana	Dúctil
144h HNO ₃ en ebullición	Sin región de fractura plana	Dúctil

4.6 Ensayo de Microdureza Vickers

Siguiendo el procedimiento descrito en la sección 3.2.14, se llevó a cabo en un Microdurómetro Vickers el ensayo con las muestras provenientes de la evaluación metalográfica. En la siguiente Tabla 4.17 se registran los resultados obtenidos para cada condición por fase.

Tabla 4.17: Resultados del Ensayo de Microdureza Vickers

Acero Dúplex SAF2507				
Fuerza y tiempo de aplicación del ensayo: 25gf – 5s				
Tiempo de Exposición ó condición	Sentido de la Propiedad Evaluado	Fase	Promedio de Dureza (HV)	Desviación Estándar (HV)
C. Original (Fuente: Sandvik Steel)	Transversal	Austenita γ	290,0	N/A
		Ferrita α		
	Longitudinal (Superficial)	Austenita γ	Sin Datos	N/A
		Ferrita α		
C. Sensibilizado	Transversal	Austenita γ	289,3	21,6196
		Ferrita α	287,3	25,8055
	Longitudinal (Superficial)	Austenita γ	262,4	25,3597
		Ferrita α	249,4	15,4953
48h HNO₃ ebullición	Transversal	Austenita γ	290,3	17,5407
		Ferrita α	272,0	9,1474
	Longitudinal (Superficial)	Austenita γ	287,1	21,6879
		Ferrita α	287,1	27,2827
96h HNO₃ ebullición	Transversal	Austenita γ	301,3	20,1856
		Ferrita α	278,3	8,0098
	Longitudinal (Superficial)	Austenita γ	289,2	13,9357
		Ferrita α	258,7	31,5330
144h HNO₃ ebullición	Transversal	Austenita γ	275,9	11,8687
		Ferrita α	249,1	26,7833
	Longitudinal (Superficial)	Austenita γ	256,1	10,6089
		Ferrita α	267,1	17,6960

En las siguientes Figuras 4.44 y 4.45 puede observarse una representación gráfica de la dureza Vickers en sentido transversal y longitudinal respectivamente para cada uno de los períodos de exposición ó condición (en los gráficos el tiempo de 0h corresponde a la condición de control del tratamiento térmico de sensibilización).

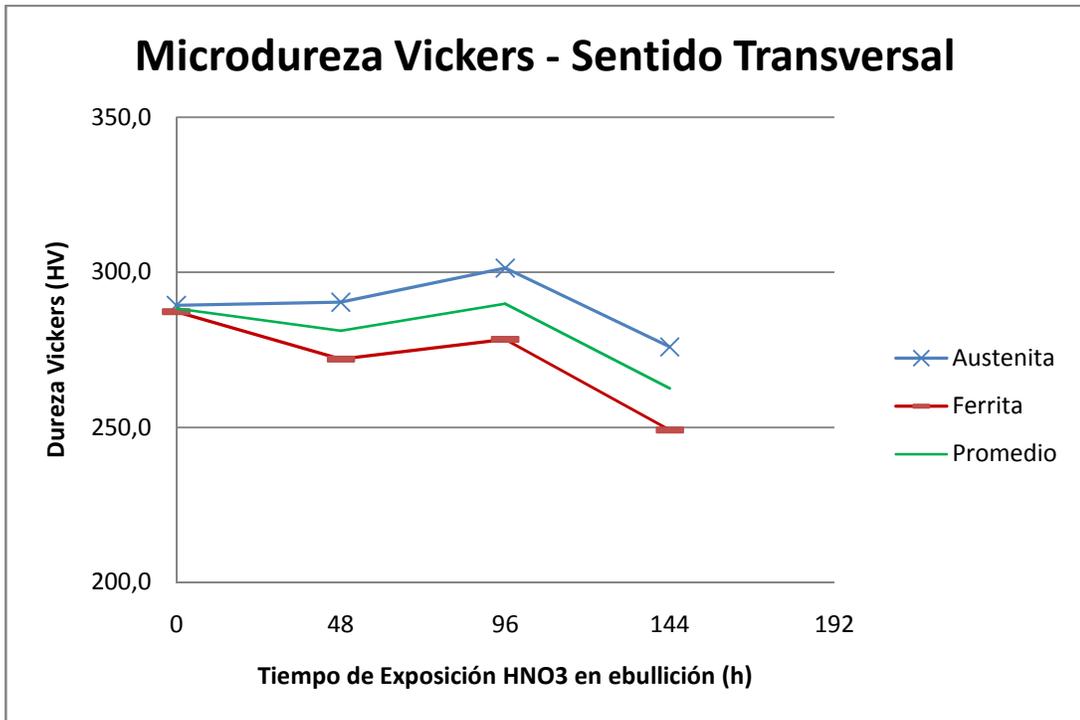


Figura 4.44: Representación gráfica del comportamiento de la dureza (HV) para la sección transversal en cada una de las condiciones de ensayo (0h corresponde al control de sensibilización)

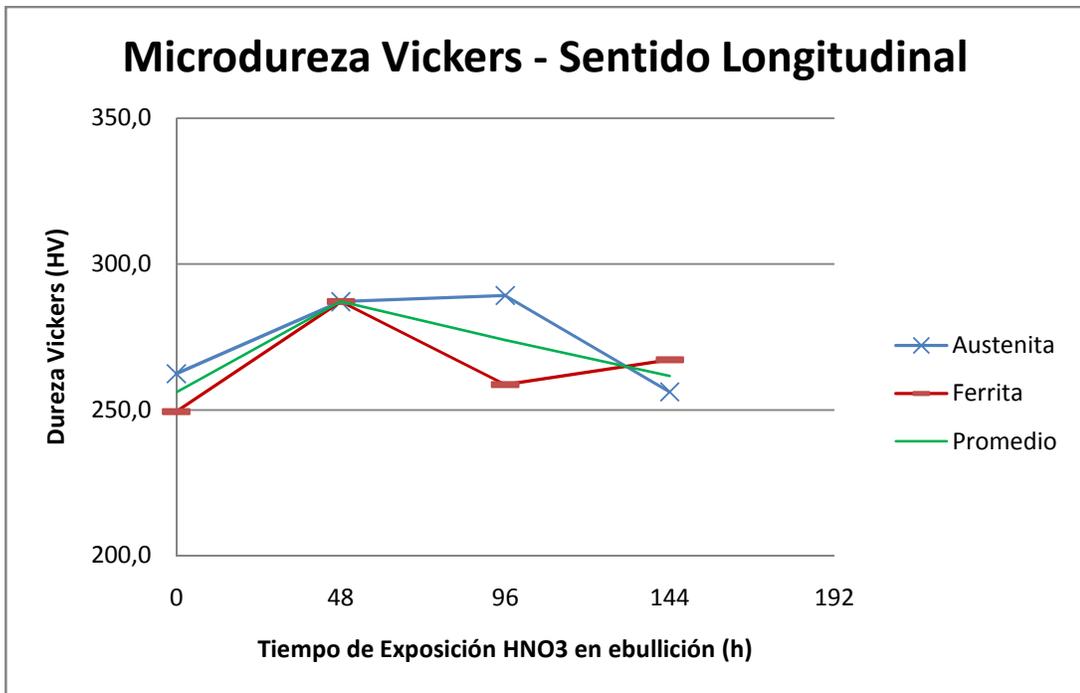


Figura 4.45: Representación gráfica del comportamiento de la dureza (HV) para la sección longitudinal en cada una de las condiciones de ensayo (0h corresponde al control de sensibilización)

4.7 Tenacidad de Impacto

Siguiendo el procedimiento descrito en el aparte 3.2.15, a continuación se calcula el factor de intensidad de esfuerzo crítico bajo condiciones de estado plano de deformación (K_{IC}) y luego, el cambio de temperatura entre los factores K_I a carga estática y dinámica de impacto (ΔT), haciendo uso de las relaciones Barson *et al* (1986), empleando los valores de esfuerzo de fluencia y EAI obtenidos como promedio para cada período de exposición al Ácido Nítrico al 65% de concentración (Tablas 4.8 y 4.10). En este caso no se evaluará la Tenacidad a Fractura para la condición de sensibilización debido a que no se realizaron ensayos de tracción en esta condición y no es objetivo de este trabajo evaluar el cambio en la Tenacidad de Impacto producto de la sensibilización.

En la siguiente Tabla 4.18 se refieren los valores por cada condición de exposición al HNO_3 de K_{IC} (a $20 \pm 5^\circ C$) para 2 y ΔT ; p.ej. para el caso de la condición original, tomando los valores de esfuerzo de fluencia (transformados a ksi, según la relación $1 \text{ MPa} = 0,145 \text{ ksi}$) y Energía Absorbida por Impacto (transformados a $\text{lb}f \cdot \text{ft}$, según la relación $1 \text{ J} = 0,7376 \text{ lb}f \cdot \text{ft}$) de las Tablas 4.8 y 4.10 y despejando de la Ec. 2.1, se tiene:

$$\left(\frac{K_{IC}}{\sigma_y}\right)^2 = \frac{5}{\sigma_y} \left(CVN - \frac{\sigma_y}{20}\right) \rightarrow K_{IC-Cond.Orig.} = \sqrt{5\sigma_y \left(CVN - \frac{\sigma_y}{20}\right)}$$

$$K_{IC-Cond.Original} = \sqrt{5(91,21 \text{ ksi}) \left(110,64 \text{ lb}f \cdot \text{ft} - \frac{91,21 \text{ ksi}}{20}\right)} = 219,9 \text{ ksi}\sqrt{\text{in}}$$

$$= 241,7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$$

El cambio de temperatura asociado a esta condición, según la Ec. 2.2, para un σ_y no mayor de 140 ksi y no menor de 36 ksi (91,23 ksi):

$$\Delta T = 215 - 1,5\sigma_y = 215 - 1,5(91,23 \text{ ksi}) = 78,2 \text{ }^\circ F = 25,7 \text{ }^\circ C$$

El resto de los valores puede observarse en la siguiente Tabla 4.18, mientras que el gráfico representativo del comportamiento de K_{IC} respecto a los períodos de

exposición se muestra en la Figura 4.46 y el gráfico comparativo entre K_{IC} y K_{ID} respecto a la Temperatura, se muestra en la Figura 4.47.

Tabla 4.18: Valores de K_{IC} y ΔT para las diferentes condiciones evaluadas

Período ó Condición	Factor de intensidad de esfuerzo crítico en estado de deformación plana a carga estática (K_{IC} ; $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	Cambio de Temperatura entre factores K_{IC} a carga estática y K_{ID} a carga dinámica (ΔT ; $^{\circ}\text{C}$)
Condición Original	241,7	25,7
48h HNO_3 en ebullición	189,7	26,8
96h HNO_3 en ebullición	208,0	27,4
144h HNO_3 en ebullición	233,2	26,8

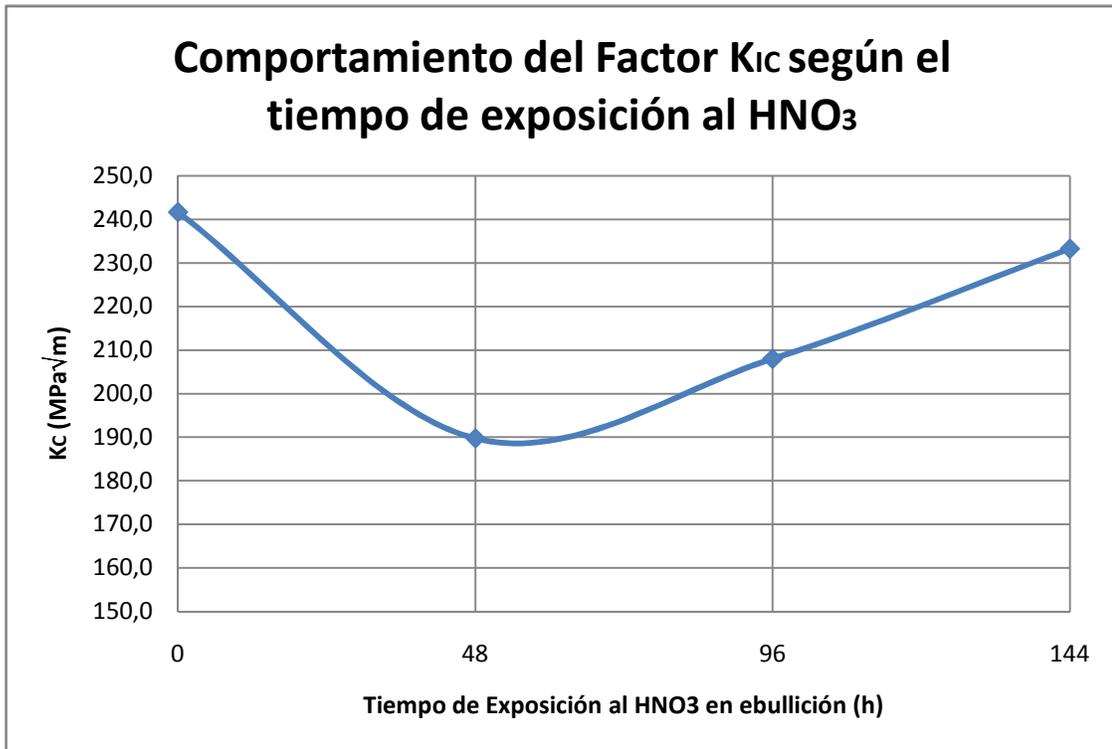


Figura 4.46: Comportamiento del K_{IC} en función de los diferentes períodos de exposición al ácido

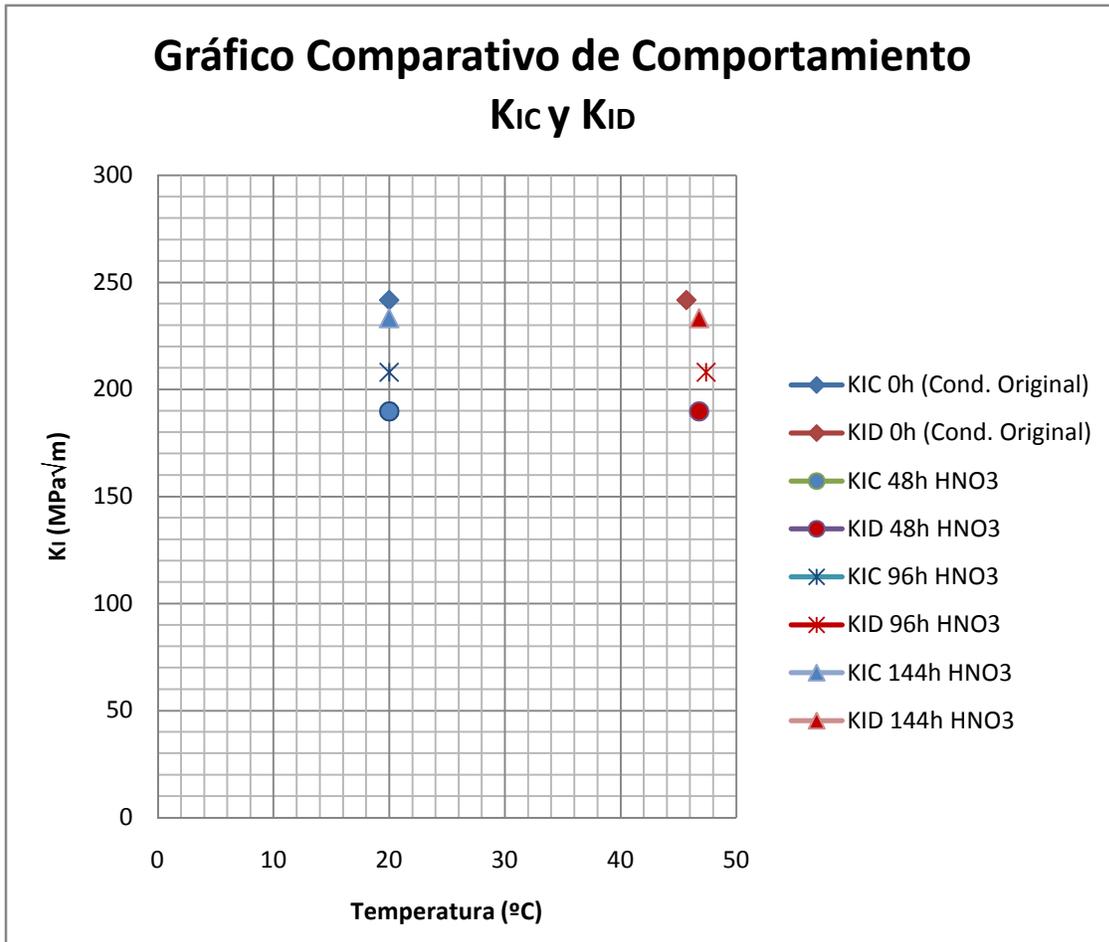


Figura 4.46: Gráfico comparativo del comportamiento de K_{IC} y K_{ID} en función de los diferentes periodos de exposición al ácido y la Temperatura

CAPÍTULO 5

Discusión y Análisis

Una vez realizada la fase de experimentación del trabajo de investigación se procede a analizar los resultados obtenidos. Este análisis busca dar respuesta a las incógnitas planteadas al inicio del trabajo, enfocándose en los objetivos del trabajo para más adelante permitir llegar a las conclusiones de la investigación. Los análisis de este trabajo se centran en torno a la Tenacidad de Impacto del Acero Dúplex SAF 2507 y cómo se ve influenciada por la acción corrosiva del ácido nítrico; en este sentido, se indagarán las áreas de corrosión general, propiedades a carga instantánea y estática y la relación entre microestructura y propiedades de impacto.

5.1 Discusión sobre resultados de la exposición al medio corrosivo

Desde el punto de vista físico, observando el aspecto de las probetas una vez realizada la exposición al medio y tomando en consideración los resultados obtenidos de pérdida de peso, además de considerar los tipos de corrosión que afectan a los Aceros Inoxidables Dúplex estudiados en el Capítulo 2 de este trabajo, se evidencia que el material sufrió un ataque de corrosión generalizada por estar expuesto a un medio ácido acuoso.

Examinando el aspecto de las probetas luego del ataque, se evidencia que a una escala macro, no existe presencia de picaduras y/o fisuras. Esto se explica debido a que

la corrosión localizada por picaduras ó fisuras ocurre generalmente en ambientes de soluciones que contienen cloruros, el cual no es el caso de este trabajo.

El aspecto exterior de las probetas una vez realizado el ataque con el ácido en los diferentes períodos de exposición denota un color pardo amarillento, que puede asociarse, según la bibliografía consultada, con la coloración de la capa pasivadora de Cromo (óxidos de Cr y/o Ni) como resultado de la exposición al ácido (Mateo, 2005).

Los resultados obtenidos en cuanto a pérdida de peso de material y velocidad de corrosión confirman el hecho de que el material sufrió los efectos de corrosión generalizada, llegando a perder casi 4,5g en el caso de las probetas de tracción para el período de exposición más largo (144h) y 3,2g para el caso de las probetas de impacto en este mismo período.

Respecto a estos resultados de pérdida de peso y velocidad de corrosión, es importante comentar el carácter proporcional que existe entre ambas magnitudes, sin embargo, para efectos de análisis de la corrosión generalizada, es costumbre hablar únicamente de los valores de velocidad de corrosión. En este sentido, con los resultados obtenidos (Ver tablas 4.5 y 4.6) puede observarse que, en el caso de las probetas de tracción se observó un comportamiento casi constante de la velocidad de corrosión hasta 96h de exposición al ácido, llegando a aumentar de 0,5232 mm/mes a 0,9161 mm/mes en el último período de 144h de exposición al ácido. En contraste, para el caso de las probetas de impacto, la velocidad de corrosión aumentó en todo momento conforme aumentaba el tiempo de exposición al ácido, pasando de 0,5217 mm/mes en 48h de exposición a 0,7076 mm/mes en 96h de exposición para finalmente llegar a 0,8237 mm/mes en 144h de exposición al ácido. Este comportamiento constante de la velocidad de corrosión en primera instancia, entre 48 y 96h de exposición al ácido y luego un aumento a 144h de exposición sugiere que en el último período la corrosión del material se vio acelerada, producto de la posible formación de precipitados en la microestructura (lo cual será analizado más adelante) y de la contaminación del ácido por efecto de las partículas de material desprendido en la

solución (que también habrían aumentado en este último período). Ahora bien, para el caso de las probetas de impacto, la velocidad de corrosión muestra un comportamiento creciente conforme a los períodos de exposición a diferencia de las probetas de tracción, atribuible al factor de la muesca, el cual es un factor de concentración de tensiones y puede acelerar el proceso de corrosión por la posible propagación de microgrietas, en este sentido, según la Asociación Internacional Molibdeno (IMOA, 2001), las pruebas de corrosión son “conservadoras” y no son sensibles a la geometría de las muestras.

La rata elevada de velocidad de corrosión arrojada para ambas probetas (impacto y tracción) puede deberse a la posible presencia de fase sigma (que puede o no ser visible en la microestructura, según la propia norma ASTM A262). Es de recordar que todas las probetas fueron sometidas a un tratamiento de sensibilización a 675°C, y según lo investigado por Karlsson (1999), la fase sigma es propensa a formarse a partir de los 600°C, más aún, según el diagrama de Transformación Isotérmica revisado en el Capítulo 2, es visible que con un tratamiento de 1h a 675°C, el acero dúplex 2507 ya debería poseer pequeñas cantidades de fase sigma (hecho corroborado por Topolska y Labanowski, 2009).

5.2 Discusión sobre resultados del Ensayo de Impacto y Fractografías de muestras de Impacto

Se analizarán en conjunto los resultados del ensayo de impacto y las fractografías de las muestras de impacto para ofrecer un resultado detallado de cómo la Energía Absorbida por Impacto se relaciona con la superficie de fractura (además del porcentaje de corte a fractura visible a escala macro según la apariencia externa de la región de fractura y el tamaño de la zona plana de fractura).

En primer lugar es importante señalar que las probetas de impacto ensayadas permitan estimar la Energía Absorbida por Impacto en dirección transversal, debido a

la propagación de la grieta en sentido transversal, en parte debido a la propia configuración del material.

En líneas generales, según los resultados exclusivos del ensayo de impacto, todas las probetas exhibieron un comportamiento dúctil debido a que, en el caso de los períodos de exposición al ácido, solamente fracturaron en la máquina de ensayo un total de tres (3) probetas (dos pertenecientes a la condición de 48h y una perteneciente a la condición de 144h) del total ensayadas, aunado a esto se tienen los resultados relativos al porcentaje de corte en fractura, el cual es superior al 80% en los especímenes fracturados e inclusive en la condición de sensibilización de control.

Según los resultados de Elmer *et al* (2006), para un acero dúplex, la formación de fase sigma luego de 1h de tratamiento térmico a 700°C es de alrededor de 1,2% y de acuerdo a Topolska y Labanowski (2009), con una fracción de fase sigma alrededor de 1,5% existe una disminución en la Energía Absorbida por Impacto en el DSS 2507 de 280J a 150J, lo que representa una disminución de 46,4% aproximadamente. En el caso de este trabajo de investigación (ver tabla 4.7 y 4.8), con el tratamiento de sensibilización a 675°C la posible formación de fase sigma estaría también alrededor del 1% y esto explicaría la caída en la EAI de la condición original (>147J) a la condición de control sensibilizada (70J) de casi 52,3% (lo adecuado en este caso es manejar una relación porcentual de disminución de la EAI, debido a que Topolska y Labanowski ensayaron probetas de impacto Charpy de tamaño estándar, mientras que las utilizadas en este trabajo de investigación fueron de tamaño “subsize”, lo que podría arrojar una diferencia en los valores reportados de EAI; de hecho, según Wallin, 1994, una probeta Charpy “subsize” arrojará valores inferiores de EAI equivalentes a ensayar una probeta estándar a una temperatura inferior). Ahora bien, luego de la condición de control, el comportamiento de la EAI es creciente conforme al tiempo de exposición al ácido, pasando de 96J a 48h, a 115J en 96h, a 142J en 144h. Una posible explicación de esto podría residir en que el corto período de tratamiento térmico y la baja fracción de fase sigma originada (que recordemos, puede ser o no visible en la microestructura) originaron una formación de fase sigma sobretodo en el área

superficial de las probetas (debido también a que el centro de las probetas tardó más en calentarse por efecto de la difusión de la temperatura) y con el efecto de corrosión generalizada causada por el ácido nítrico y la cuantiosa pérdida de material, se perdió de alguna manera la fase sigma formada, recuperando el material en cierta forma la EAI conforme aumentó el tiempo de exposición al ácido.

Examinando las superficies de fractura, primero a macro-escala (ver Figuras 4.6 a 4.10), con los resultados del porcentaje de corte a fractura y la apariencia de los labios de corte y la zona de fractura plana, puede observarse que la condición de control de sensibilización fue la que exhibió un comportamiento menos dúctil, con una zona de fractura plana mucho mayor a cualesquiera de las condiciones de exposición al ácido nítrico. Asimismo, conforme aumentó el tiempo de exposición al ácido, los labios de corte fueron reduciendo el tamaño de la región de fractura plana, señal de un incremento en la ductilidad de la fractura. Esto puede corroborarse a micro-escala, observando las fractografías (ver Figuras 4.37 a 4.40) de las probetas de impacto. En condición de tratamiento térmico de control, se observó la presencia de algunas cavidades más que todo superficiales y algunas facetas de clivaje, mientras que para la condición de exposición al ácido a 48h, las cavidades eran mucho más profundas y de diferentes tamaños, aunque uniformemente distribuidas. La uniformidad y profundidad de las cavidades, en contraste con la aparición de facetas de clivaje da muestra de la ductilidad del material. Asimismo, el hecho de que en ninguna fractografía hayan aparecido rastros de grietas, da muestra de que en todo momento el material conservó un comportamiento dúctil.

5.3 Discusión sobre resultados del Ensayo de Tracción, fractografías de muestras de Tracción y comparación entre propiedades a carga estática e instantánea

Los resultados del ensayo de tracción dan muestra de que en ningún período de exposición al ácido las propiedades mecánicas a carga estática sufrieron algún tipo de variación. Inclusive examinando los valores del esfuerzo de fluencia (Tabla 4.10),

puede apreciarse que la exposición al ácido nítrico no tuvo ningún efecto sobre esta propiedad en particular, manteniéndose constante en condición original y en los tres períodos de exposición al ácido. La resistencia última tampoco sufrió ningún tipo de alteración en ninguno de los tres períodos de exposición al ácido, manteniéndose constante (observado en la Tabla 4.10, considerando la desviación estándar) aunque sí experimentó un decremento respecto a la condición original, aún cuando no sea muy significativo (sólo un decremento de alrededor de 11% entre la condición original y el promedio de los valores de resistencia a la tracción, invariantes, en los períodos de exposición al ácido).

El material puede ser catalogado como dúctil en todo momento debido a un examen tanto a macro-escala como a micro-escala. A macro-escala, se puede observar ampliamente el encuellamiento de la probeta en la zona de fractura, señal de una fractura copa-cono (dúctil) para cada uno de los tres períodos de exposición (Figura 4.18). A su vez, a micro-escala, pueden observarse las cavidades uniformemente distribuidas por toda la superficie en las fractografías de la probeta de tracción de control de 48h.

Es interesante observar que, desde el punto de vista de las fractografías, las superficies de fractura a carga estática (muestra de tracción) se parecen mucho a las superficies de fractura a carga instantánea (muestra de impacto) en la zona de los labios de corte (Figuras 4.40 y 4.43), mostrando ambas gran cantidad de cavidades de tamaño regular uniformemente distribuidas.

Llegado a este punto del trabajo puede observarse, que desde el punto de vista de las propiedades del material, el ataque corrosivo del ácido fue tan leve que solamente afectó a la propiedad más sensible, en este caso, la tenacidad de impacto, al tiempo que no tuvo ningún efecto sobre las propiedades mecánicas a carga estática. Más aún, el efecto de la corrosión del ácido en las propiedades mecánicas a carga estática se remite únicamente a una marginal reducción de la deformación a fractura (Puede verse esta reducción de la deformación a fractura observando las gráficas

comparativas en la Figura 4.17 y los datos de la Tabla 4.9) de 36% en condición original hasta un promedio de 26,8% en condición de 144h de exposición (menos de 10% de variación), un valor considerado todavía altamente dúctil.

5.4 Discusión sobre resultados de microdureza y evaluación metalográfica (deterioro microestructural)

En esta etapa de evaluación metalografía se pudieron apreciar diversos detalles, entre ellos un leve deterioro microestructural sobretodo en la condición de sensibilización que básicamente se aprecia en un límite de grano más marcado que posteriormente al compararlo con las micrografías de los periodos expuestos al medio aumenta notablemente. Cabe destacar que en la muestra sensibilizada se presentaron algunas anomalías puntuales cuyo origen no es el objetivo de este trabajo de investigación, debido a que no es objetivo de este trabajo indagar el efecto del tratamiento térmico de sensibilización en sí.

El ataque del medio corrosivo se concentró básicamente en los límites de granos por ser zonas de mayor potencial ó intersticiales, en dichas zonas, puede promoverse la concentración de iones ó la difusión de elementos aleantes, factor catalizador de corrosión. Por otro lado, debido a la naturaleza misma de ácido nítrico se sabe que está en la capacidad únicamente de crear en los límites de grano nitruros de cromo, más no de promover la formación de fase sigma. En cuanto a la formación de la fase sigma se puede decir que debido a la corta duración del tratamiento de sensibilización se pudo haber formado en un máximo de 1,2% (Elmer *et al*, 2006) lo cual es prácticamente imperceptible en la microestructura, tanto por la fracción de fase sigma formada como por la naturaleza del reactivo de identificación metalográfica utilizado (Bisulfito de Sodio con ácido Clorhídrico y Agua), analizando esto se puede decir que el hecho de que se forme poca fase sigma está íntimamente ligado a la poca cantidad de ferrita que reacciona para formarla (según la reacción eutectoide para formar la fase sigma $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$), este hecho se corrobora con la poca disminución de ferrita en la microestructura, permaneciendo alrededor de 50% de ferrita y 50% de

austenita en todo momento (al menos bajo examen visual aproximado), para todos los periodos de exposición.

Al observar cada microestructura independientemente del periodo de exposición, no se evidencia la formación de grietas, resultado congruente con las fractografías y condición de ductilidad del material. Analizando y comparando la microestructura de las muestras cortadas en dirección transversal y las cortadas en dirección longitudinal, se aprecia el proceso de conformado del material (trabajado en caliente, según la información del fabricante, Sandvik Steel Venezuela) con granos equiaxiales en la dirección transversal y en dirección longitudinal granos elongados que denotan el flujo de grano axial. En ninguna de las condiciones estudiadas, esta microestructura se ve alterada en cuanto a la forma y tamaño de grano (al menos bajo un examen visual aproximado).

Es de interés analizar el hecho de cómo se vería alterada la tenacidad de impacto si la dirección de propagación de grieta hubiera sido en dirección longitudinal, lo que nos lleva a presumir que los valores de tenacidad de impacto serían aún más favorables, dando como resultado un comportamiento aún más dúctil que el obtenido en este trabajo de investigación por el hecho de que la sección transversal tiene granos más pequeños y por ende más límites de grano, lo que se traduce en una mayor resistencia. De esta manera se afirma que la sección transversal sigue siendo la condición más crítica y por ende la que vale la pena estudiar.

Considerando que el objetivo de este trabajo es detectar la posibilidad de ataque intergranular, se puede afirmar que no existe corrosión de este tipo porque no ocurrieron precipitaciones (visibles) de importancia a la temperatura de ebullición del ácido, ni tampoco modificaciones en el tamaño y/o forma de grano. No se descarta el hecho de que bajo otras condiciones más hostiles (de temperaturas más elevadas ó de concentración menor del ácido, más acuoso) el ácido nítrico tienda a generar nitruros de cromo, sin embargo en este trabajo no se presentó evidencia alguna de ello, sino más bien corroborando que el material solo sufrió una corrosión generalizada. Esto

último reafirma la idea de que la pérdida de material y los altos resultados de velocidad de corrosión se debieron al debilitamiento por la fase sigma formada por el tratamiento térmico de sensibilización, la cual podría haber sido removida por el propio efecto de la pérdida de material, y no, debido a la presencia de nitruros de cromo producto de un posible ataque intergranular por la acción del ácido nítrico. Ahora bien, existe todavía la incertidumbre respecto a la demarcación excesiva del borde de grano, sobretodo en el último período de 144h. Como no se pueden observar precipitados visibles, es de pensar que en el borde de grano podrían estarse originando depósitos de Cromo, Molibdeno y/o Vanadio (por difusión desde el centro de grano) que podrían provocar la formación de futuros precipitados, sin embargo, esto queda desmentido al observar los resultados de análisis EDX realizados por Felipa y García (2009), donde no hubo un aumento apreciable en la concentración del % de Cr ó Mo en el borde de grano más allá del esencial para mantener el efecto de pasivación de la película protectora de Cr; en estos mismos resultados de Felipa y García (2009) se señala la presencia importante de Mo en el centro y borde de los granos, que permite evitar la segregación de carburos de Cr; por tanto, habiendo descartado la posibilidad de formación de Cr_2N , CrN y carburos de Cromo, solamente queda posible pensar que el borde de grano marcado puede deberse a la formación de austenita secundaria. La formación de austenita secundaria, al no alcanzar la temperatura de recristalización del acero y no permitirse la nucleación (Temperatura de sensibilización de 675°C) se da en los bordes de grano, en la interfase ferrita-austenita por la disolución de nitruros de cromo (provenientes de la fase ferrita) que toman Cr, Mo y V y rechazan Ni y Cu promoviendo la transformación de ferrita en austenita (según el mecanismo de formación de γ_2 propuesto por Ramirez *et al*, 2003)

La formación de austenita secundaria (junto con la fase sigma, pero quedando esta última eliminada por la degradación del material producto de la acción corrosiva), según lo estudiado por Ramirez *et al* (2003), es controversial, en tanto que mejora las propiedades mecánicas (elevando la resistencia como lo hace la austenita, pero en contraste disminuyendo la dureza) y sin embargo resulta perjudicial para las

propiedades de resistencia a la corrosión del acero. La formación de γ_2 en este trabajo, queda evidenciada con el ensayo de microdureza en la sección transversal, donde la microdureza de la ferrita (y promedio, general) disminuyó (al igual que en el caso de los resultados de Topolska y Labanowski, 2009) conforme aumentaba el tiempo de exposición al ácido nítrico (apreciable en la Figura 4.44), revelando mayor cantidad de austenita secundaria. En el caso de la sección longitudinal, no hubo cambios apreciables en la microdureza de ferrita ó austenita, únicamente aumentando la microdureza de la ferrita por encima del valor de microdureza de austenita en el último período de exposición al ácido (ver Tabla 4.17 y valores de desviación estándar). En general para el caso de la sección transversal y longitudinal en todas las condiciones, el valor de microdureza de la austenita fue mayor que el de la ferrita, explicándose esto en el hecho de que la estructura de la fase austenítica FCC es mucho más compacta y confiere mayor resistencia que la estructura de la fase ferrítica BCC. De la misma forma, en general los valores de dureza en dirección longitudinal fueron inferiores a los de dirección transversal debido al tamaño de los granos en la microestructura (en dirección transversal se contaba con un tamaño de grano más fino)

Según los estudios de Sandvik (Chai y Nyström, 2000), la tenacidad de impacto de los aceros dúplex puede ser atribuida a la presencia de grandes cantidades de austenita, la cual retarda la fractura frágil (clivaje) y la estructura de grano fino que confiere resistencia y ductilidad; debido a esto último es notable como la revelación de la formación de austenita secundaria, al mismo tiempo que disminuye en cierta forma la microdureza de la ferrita (y la microdureza promedio por ende), aumenta ó “recupera” la energía absorbida por impacto perdida por efecto del tratamiento térmico de sensibilización, y sin embargo, corrobora que la tenacidad de impacto no se ve afectada por la exposición al ácido nítrico (al no existir ataque intergranular apreciable y solamente producirse corrosión generalizada atribuible a la presencia de fase sigma en primera instancia).

5.5 Evaluación de la Tenacidad de Impacto según los resultados obtenidos

Según los resultados obtenidos en los ensayos de microdureza, las micrografías estudiadas, y los propios ensayos de impacto y de tracción, así como los valores de Factor de intensidad de esfuerzo crítico (Tabla 4.18 y Figuras 4.46 y 4.47) se corrobora que la Tenacidad de Impacto no se ve influenciada por efecto del ataque corrosivo del ácido nítrico, aún cuando sí haya sido afectada por efecto del tratamiento térmico de sensibilización de 675°C por 1 h.

Los valores de Factor de intensidad de esfuerzo crítico en la Tabla 4.18 y más adelante graficados en la Figura 4.46 son similares ó proporcionales al comportamiento de la EAI; de esta forma, se verifica lo ya planteado respecto a los valores de EAI, que indicaban que la Tenacidad de Impacto solamente se veía afectada por el efecto de la sensibilización y posteriormente sufrió una “recuperación” (sufriendo K_{IC} una disminución de 21,51% entre los 241,7MPa \sqrt{m} en condición original y 189,7MPa \sqrt{m} tras 48h de exposición al ácido nítrico, única condición donde hay una disminución de los valores) y luego una recuperación hasta casi el valor original (96,48% del valor original de K_{IC} , retornando a 233,2MPa \sqrt{m} tras 144h de exposición al ácido nítrico). Esto también es aplicable para cuantificar la tenacidad de impacto, al estar los valores de K_{IC} íntimamente ligados a los valores de K_{ID} de tenacidad de fractura a impacto (Ver Figura 4.47).

El efecto del tratamiento térmico de sensibilización disminuyó notablemente la energía de absorción por impacto, se presume propició la formación de fase sigma y austenita secundaria en la microestructura y perjudicó la resistencia del acero a la corrosión generalizada, haciéndolo vulnerable a grandes índices de velocidad de corrosión y pérdida de material, sin embargo, aún con esta condición sumamente crítica, la exposición del acero dúplex SAF 2507 al ácido nítrico a 65% de concentración en ebullición, no propició la formación de precipitados de Nitruros de Cromo ó de Carburos de Cromo, ni de grietas apreciables en la microestructura, es

decir, no fue susceptible al ataque intergranular. La “recuperación” de la Energía Absorbida por Impacto (así como del factor de intensidad de esfuerzo crítico) y la disminución de la microdureza Vickers, el cambio de las superficies de fractura de parcialmente dúctil con facetas de clivaje a totalmente dúctil por cavidades profundas y uniformes, así como la invariabilidad de las propiedades mecánicas a carga estática (evidenciando que la Tenacidad de Impacto es una propiedad más “Sensible” que la Tenacidad a Fractura por carga estática en cuanto a condiciones de acción corrosiva), evidenciaron que la Tenacidad de Impacto no se vio afectada por el ataque del ácido nítrico. En este sentido, la Tenacidad de Impacto del acero dúplex SAF2507 exhibe en todo momento un comportamiento dúctil, con valores de Energía Absorbida por Impacto de 142J, superficie de fractura dúctil y factor de intensidad de esfuerzo crítico de $233,2\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, con microestructura estable, sin precipitados ni grietas para la condición más crítica de 144h de exposición al ácido nítrico en ebullición, lo que representa solamente una disminución de menos de 8J respecto a la máxima lectura capaz de brindar la máquina de ensayo de impacto Charpy utilizada en este trabajo (lectura de la condición original), y una disminución de menos de 5% respecto al factor de intensidad de esfuerzo crítico obtenido en condición original del DSS SAF2507.

Adicionalmente y aún cuando no es objetivo directo de este trabajo de investigación, el hecho de que el acero dúplex SAF 2507 haya superado con éxito los procedimientos de la norma ASTM A262-02, práctica C, sin evidenciar ataque intergranular, hacen que este material sea adecuado para el servicio en las condiciones aquí ensayadas.

La siguiente Figura 5.1 muestra un diagrama causa-efecto de todas las variables involucradas para evaluar la tenacidad de impacto, según lo estudiado en el trabajo de investigación. Luego, la Tabla 5.1 muestra la situación comparativa de las diferentes variables para evaluar la tenacidad de impacto en la condición original del material y luego de la condición más crítica del ataque corrosivo, a 144h de exposición al ácido en ebullición.

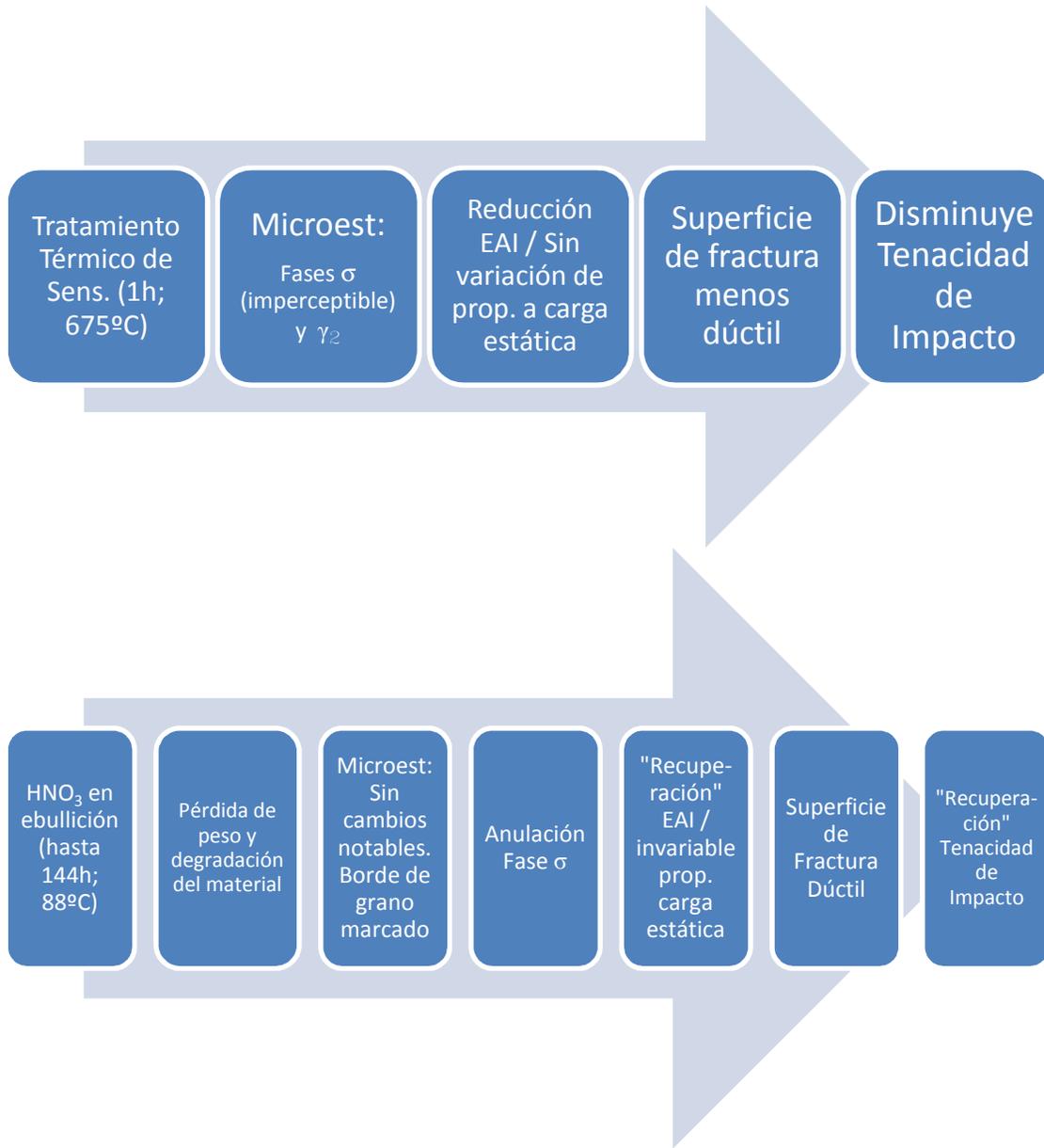
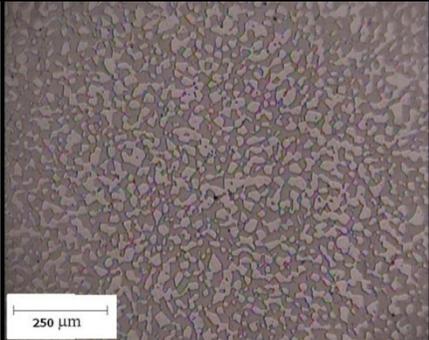


Figura 5.1: Diagrama Causa-Efecto de Variables asociadas a la Tenacidad de Impacto del Acero Dúplex SAF2507 expuesto a HNO₃ en ebullición 65% v/v

Tabla 5.1: Comparación final entre la condición original del material y la condición más crítica de exposición al ácido nítrico (144h HNO₃ ebullición)

Parámetro	Condición Original	144h HNO ₃ en ebullición
Velocidad de Corrosión (mm/mes)	0,0000	0,9161
Microestructura (Sección Transversal)		
EAI (J)	>147	142
Fractografía (Imagen Macro)		
σ_v (MPa)	620	620
σ_{UTS}	867	770
Dureza Promedio en Sentido Transversal (HV)	290,0	262,5
K_{IC} (MPa√m)	241,7	233,2

CAPÍTULO 6

Conclusiones y Recomendaciones

6.1 Conclusiones

Una vez realizada la exposición al medio corrosivo y evaluadas las propiedades del material Acero Dúplex SAF 2507, según lo establecido en los objetivos de este trabajo de investigación, puede concluirse lo siguiente respecto a la Tenacidad de Impacto evaluada y al comportamiento del material en el medio ácido:

❖ El material no es susceptible a la corrosión intergranular por efecto de exposición a ácido nítrico con concentración 65% v/v en ebullición, al no presentar precipitación de nitruros de cromo (ó precipitados en general) ni propagación de grietas intergranulares ó transgranulares, en la microestructura luego del tercer período de exposición acumulado de 144h al ácido.

❖ Bajo las condiciones de ensayo observadas, presumiendo la aparición de la fase sigma (imperceptible) durante el tratamiento de sensibilización, puede decirse que el material es sensible en cuanto a propiedades de resistencia a la corrosión y propiedades de impacto en altas temperaturas de servicio, disminuyendo de manera importante la resistencia de éste a la corrosión generalizada y la energía absorbida por

impacto en casi un 50% respecto a la condición original, tal y como lo demostraron los resultados obtenidos.

❖ El material no altera significativamente su Tenacidad de Impacto como consecuencia de la exposición corrosiva en ácido nítrico a 65% de concentración en ebullición, mostrando en el período de exposición más prolongado de ensayo (144h) altos valores de EAI (142J), factor de intensidad de esfuerzo crítico ($233,2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) – en ambos casos, solamente un 5% ó menos de variación respecto a la condición inicial- y superficie de fractura totalmente dúctil (sin área de fractura plana)

❖ A diferencia de las propiedades a carga instantánea (Propiedades de Impacto), las propiedades a carga estática del material (propiedades mecánicas a tracción) no se ven afectadas por la acción corrosiva del ácido nítrico ó por la presencia de fases intermetálicas (fase σ y γ_2), lo que ratifica la variación de la Tenacidad de Impacto en cada una de las condiciones de estudio, producto únicamente del efecto de sensibilización, con una tendencia de “recuperación” conforme el aumento del tiempo de exposición al ácido.

❖ La fase Austenita γ ó la formación de Austenita secundaria γ_2 por la descomposición eutectoide de la ferrita ($\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$) a temperaturas superiores de 500°C, puede ser responsable de un ligero incremento en la tenacidad de impacto del material y una disminución de la dureza en la fase ferrita.

❖ Para el caso del material estudiado, Acero Dúplex SAF 2507 en barras, el sentido de acción transversal es mucho más crítico en cuanto a propiedades de impacto y resistencia a la corrosión que el sentido longitudinal, evidenciado al examinar la microestructura (en cuanto a la forma y tamaño de grano) y su relación con el sentido de propagación de la grieta en las probetas de impacto ensayadas.

6.2 Recomendaciones

Para futuros trabajos de investigación en el área de la afectación de la tenacidad de impacto por efectos de corrosión de los aceros dúplex se recomienda lo siguiente:

- Profundizar este trabajo de investigación ensayando el material a diferentes concentraciones de ácido nítrico para obtener curvas isocorrosivas y evaluar únicamente la EAI y superficie de fractura para verificar la invariabilidad de la tenacidad de impacto.
- Profundizar este trabajo de investigación evaluando el material en el medio corrosivo de 6% FeCl_3 para evaluar el cambio en la Tenacidad de Impacto por efecto de la aparición de picaduras y/o fisuras, más que de ataque intergranular.
- Emplear como solución de ataque metalográfico Hidróxido de Sodio según los lineamientos de la norma ASTM A923, con el objeto de detectar la presencia de fases intermetálicas cuando se trabaje en un rango de temperaturas que propicie la formación de éstas.

Referencias

- Alsarraf Jalal (2010). Hydrogen Embrittlement Susceptibility of Super Duplex Stainless Steels. *PhD Thesis, School of Applied Sciences, Cranfield University.*
- ASM International (2003). *ASM Handbook: Corrosion, Fundamentals, Testing, and Protection.* Vol. 13. ASM Handbook Committee
- ASTM International (1999). Designation: E407-99, Standard Practice for Microetching Metals and Alloys. *ASTM INTERNATIONAL STANDARDS*
- ASTM International (2001). Designation: E3-01, Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. *ASTM INTERNATIONAL STANDARDS*
- ASTM International (2001). Designation: G4-01, Standard Guide for Conducting Corrosion Tests in Field Applications. *ASTM INTERNATIONAL STANDARDS*
- ASTM International (2002). Designation: A262-02, Standard Practices for Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels. *ASTM INTERNATIONAL STANDARDS*
- ASTM International (2002). Designation: E23-02, Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials. *ASTM INTERNATIONAL STANDARDS*
- ASTM International (2003). Designation: E92-82, Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials. *ASTM INTERNATIONAL STANDARDS*

- ASTM International (2003). Designation: G1-03, Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens. **ASTM INTERNATIONAL STANDARDS**
- ASTM International (2004). Designation: E8M-04, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials [Metric]. **ASTM INTERNATIONAL STANDARDS**
- ASTM International (2003). Designation: A923-03, Standard Test Methods for Detecting Detrimental Intermetallic Phase in Duplex Austenitic/Ferritic Stainless Steels. **ASTM INTERNATIONAL STANDARDS**
- Barson y Rolfe (1986). **Fracture and Fatigue Control in Structures**. Prentice Hall.
- Bernhardson S (1991). The corrosion resistance of dúplex stainless steels. **Dúplex Stainless Steels '91 conference proceedings**, p.185
- Britannica Encyclopedia. **Nitric Acid**. Página de Internet, Enciclopedia Britannica: <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/416068/nitric-acid>. Visita: 19/02/2010.
- Callister W.D. (1997), **Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales**, Barcelona: Editorial Reverté, S.A. 84-291-7253X.
- Campo Díaz del Carlos (2003), Diseño y desarrollo de aceros inoxidable dúplex con bajo contenido en níquel. **Tesis Doctoral, Universidad Politécnica de Madrid**
- Chai Guocai y Nyström Magnus (2000) Mechanical Properties of Sandvik SAF 2205 and Sandvik SAF 2507. **Sandvik R&D Centre Magazine**.
- Charles J. (1997) Why and where dúplex stainless steels. **Dúplex Stainless Steels '97 conference proceedings**, p.29.
- Dupouiron F., Verneau M., Audouard J.P., Charles J. (1994) Industrial experience of dúplex and superduplex stainless steels in the Chemical, mineral and petrochemical industries. **Dúplex Stainless Steels '94 conference proceedings**, paper92.
- Elmer J.W., Palmer T.A. y Specht E.D. (2006). Direct Observations of Sigma Phase Formation in Duplex Stainless Steels using In Situ Synchrotron X-Ray Diffraction. **Lawrence Livermore National Laboratory Magazine**. Serial UCRL-JRNL-222558
- Felipa Pevalonic y García Oskar (2009). Evaluación de la Susceptibilidad al ataque intergranular de los aceros inoxidable AISI 316 y SAF 2507 (Dúplex) en Ácido Nítrico (HNO₃) al 65% de concentración en ebullición según la norma ASTM A262-02 (Práctica C). **Trabajo de Grado, Escuela de Ingeniería Mecánica Universidad de Carabobo**

- Fritz James (2003). Effects of Metallurgical Variables on the Corrosion of Stainless Steels. *ASM Handbook: Corrosion, Fundamentals, Testing, and Protection*. Vol. 13, p.p. 661-665
- International Molybdenum Association (2001). Practical Guidelines for the Fabrication of DSS. *IMO Magazine*
- Jones R.H. (2003) Stress-Corrosion Cracking. *ASM Handbook: Corrosion, Fundamentals, Testing, and Protection*. Vol. 13, p.p. 879-889
- J.T. Baker (2010) Nitric Acid 50-70%. *Material Safety Data Sheets*
- Karlsson L. (1999) Intermetallic phase precipitation in duplex stainless steels and weld metals metallurgy, influence on properties and welding aspects. *Welding in the World*, Vol. 43, Issue 5, p.p. 20-40
- Mateo Antonio (2005) Fragilización de Aceros Dúplex. *Maestría en Ingeniería Metalúrgica, Departamento de Ciencias de los Materiales, Universidad Politécnica de Catalunya*.
- Moura V.S., Lima L.D., Pardal J.M., Kina A.Y., Corte R.R.A. y Tavares S.S.M. (2007). Influence of microstructure on the corrosion resistance of the duplex stainless steel UNS S31803. *Elsevier Materials Characterization*, N°59, p.p. 1127-1132
- Ordoñez Stella (2006). *Técnicas Experimentales en Metalurgia, Unidades Temáticas N° 7 y N° 9*. Dpto. de Ingeniería Metalúrgica, Universidad de Santiago de Chile
- Oxford University. *Physical and Theoretical Chemistry Laboratory Oxford University; Health and Safety Information*. Página de internet, Universidad de Oxford: <http://cartwright.chem.ox.ac.uk/safety/safetytl.html>. Visita: 19/02/2010.
- Ramirez A.J., Lippold J.C. y Brandi S.D. (2003). The Relationship between Chromium Nitride and Secondary Austenite Precipitation in Duplex Stainless Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*. Vol. 34A, p.p.1575-1597
- Sáenz Laura, Hilders Oswaldo, Hergueta Ruben y Zabala Reinaldo (2007). Estudio de un acero inoxidable dúplex SAF 2507 sometido a un tratamiento térmico de envejecimiento a una temperatura de 850°C por tiempos entre 1 hora y 48 horas. *Revista de la Facultad de Ingeniería Universidad Central de Venezuela*. Vol. 22, N°3
- Sampieri Roberto, Collado Carlos y Lucio Pilar (1991). *Metodología de la Investigación*, McGraw-Hill Interamericana de México, S.A. de C.V. ISBN 968-422-931-3
- Shackelford J.F. (2005), *Introducción a la Ciencia de Materiales para Ingenieros*, Pearson Alhambra. 84-205-4451-5

- Silverman D.C. (2003). Aqueous Corrosion. *ASM Handbook: Corrosion, Fundamentals, Testing, and Protection*. Vol. 13, p.p. 479-482
- Smith W.F. (2006) *Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, McGraw-Hill Interamericana Editores, S.A. de C.V. ISBN 970-10-5638-8
- Topolska S. y Labanowski J. (2009). Effect of Microstructure on impact toughness of duplex and superduplex stainless steel. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, Vol. 36, Issue 2.
- UNT, Universidad Nacional de Trujillo (2006). *Guía de Órganos de Máquinas y Mecanismos*. Universidad Nacional de Trujillo
- Wallin K (1994). Methodology for Selecting Charpy Toughness Criteria for Thin High Strength Steels: Part 1 – Determining the Fracture Toughness. *Report from Working Group*, 4013/89
- Wei Zhang, Laizhu Jiang, Jincheng Hu y Hongmei Song (2008). Study of Mechanical and Corrosion properties of a Fe-21.4Cr-6Mn-1.5Ni-0.24N-0.6Mo duplex stainless steel. *Elsevier Materials Science and Engineering A*, N°497, p.p. 501-504

Anexos

- ❖ **Anexo A1:** Certificado de Calidad y Origen del material obtenido Acero Dúplex SAF 2507 (Fuente: Sanven Steel, C.A., 2010)
- ❖ **Anexo A2:** Hoja de Seguridad de Material Ácido Nítrico concentraciones 50-70% (J.T. Baker, 2010)
- ❖ **Anexo A3:** Dimensiones y Tolerancias de Probeta de Impacto Charpy (ASTM, 2002)
- ❖ **Anexo A4:** Dimensiones y Tolerancias de Probeta de Tracción (ASTM, 2004)



INSPECTION CERTIFICATE acc to
EN 10 204 3.1

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-2006-22-UC	Customer order 2006-03-22	Order No. ABSMT No.	Subs No. C.Code
610-06379 SANVEN		284-63430	72
Material description HOT WORKED STAINLESS BAR STEEL ANNEALED & STRAIGHTENED PEEL TURNED AND POLISHED		Steel/material Designations Sandvik SS SAF 2507 2328 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
01	MBR-SAF2507-20 MA-3200-	507366	92493
			Pieces
			5
			Kg
			55.0
			Total
			5
			Kg
			55.0
TEST RESULTS			
Chemical composition (weight%)			
Heat	C	Si	Mn
507366	0.014	0.33	0.77
	P	S	Cr
	0.017	0.0006	25.15
	Ni	Mo	
	6.96	3.91	
	Cu	N	
507366	0.11	0.282	
Tensile test at room temperature			
	Yield strength		Tensile strength
	MPa	MPa	Elongation
	MPa	MPa	%
Lot	Rp0.2	Rpl.0	Rm
92493	629	707	867
			A
			36
			Z
			67
Hardness test			
	Min	Max	
Lot	HRC	HRC	
92493	21.0	22.0	
Quality assurance - Ulf Svensson/QA-manager Primary Products MTC Service / Certificates			

AB SANDVIK MATERIALS TECHNOLOGY Reg No. 556234-6832 VAT No. SE663000-060901
SE-81181 SANDVIKEN SWEDEN www.smt.sandvik.com mtc_service.smt@sandvik.com



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.

MSDS Number: N3660 * * * * * Effective Date: 11/18/09 * * * * * Supercedes: 11/07/08

MSDS	Material Safety Data Sheet		24 Hour Emergency Telephone: 908-859-2151 CHEMTREC: 1-800-424-9300
	From: Mallinckrodt Baker, Inc. 222 Red School Lane Phillipsburg, NJ 08865		National Response in Canada CANUTEC: 613-996-8666
Mallinckrodt CHEMICALS		J.T. Baker	Outside U.S. and Canada Chemtree: 703-527-3887
			NOTE: CHEMTREC, CANUTEC and National Response Center emergency numbers to be used only in the event of chemical emergencies involving a spill, leak, fire, exposure or accident involving chemicals.
All non-emergency questions should be directed to Customer Service (1-800-582-2537) for assistance.			

NITRIC ACID, 50-70%

1. Product Identification

Synonyms: Aqua Fortis; Azotic Acid; Nitric Acid 50%; Nitric Acid 65%; nitric acid 69-70%
CAS No.: 7697-37-2
Molecular Weight: 63.01
Chemical Formula: HNO₃
Product Codes:
 J.T. Baker: 5371, 5796, 5801, 5826, 5856, 5876, 5896, 9597, 9598, 9600, 9601, 9602, 9603, 9604, 9606, 9607, 9608, 9610, 9616, 9617, 9670, 9761
 Mallinckrodt: 1409, 2704, 2705, 2706, 2707, 2716, 6623, H862, H988, H993, H998, V077, V650

2. Composition/Information on Ingredients

Ingredient	CAS No	Percent	Hazardous
Nitric Acid	7697-37-2	50 - 70%	Yes
Water	7732-18-5	30 - 50%	No

3. Hazards Identification

Emergency Overview

POISON! DANGER! STRONG OXIDIZER. CONTACT WITH OTHER MATERIAL MAY CAUSE FIRE. CORROSIVE. LIQUID AND MIST CAUSE SEVERE BURNS TO ALL BODY TISSUE. MAY BE FATAL IF SWALLOWED OR INHALED. INHALATION MAY CAUSE LUNG AND TOOTH DAMAGE.

SAF-T-DATA^(tm) Ratings (Provided here for your convenience)

Health Rating: 4 - Extreme (Poison)
 Flammability Rating: 0 - None
 Reactivity Rating: 3 - Severe (Oxidizer)
 Contact Rating: 4 - Extreme (Corrosive)
 Lab Protective Equip: GOGGLES & SHIELD; LAB COAT & APRON; VENT HOOD; PROPER GLOVES
 Storage Color Code: White (Corrosive)

Potential Health Effects

Nitric acid is extremely hazardous; it is corrosive, reactive, an oxidizer, and a poison.

Inhalation:

Corrosive! Inhalation of vapors can cause breathing difficulties and lead to pneumonia and pulmonary edema, which may be fatal. Other symptoms may include coughing, choking, and irritation of the nose, throat, and respiratory tract.

Ingestion:

Corrosive! Swallowing nitric acid can cause immediate pain and burns of the mouth, throat, esophagus and gastrointestinal tract.

Skin Contact:

Corrosive! Can cause redness, pain, and severe skin burns. Concentrated solutions cause deep ulcers and stain skin a yellow or yellow-brown color.

Eye Contact:

Corrosive! Vapors are irritating and may cause damage to the eyes. Contact may cause severe burns and permanent eye damage.

Chronic Exposure:

Long-term exposure to concentrated vapors may cause erosion of teeth and lung damage. Long-term exposures seldom occur due to the corrosive properties of the acid.

Aggravation of Pre-existing Conditions:

Persons with pre-existing skin disorders, eye disease, or cardiopulmonary diseases may be more susceptible to the effects of this substance.

4. First Aid Measures

Immediate first aid treatment reduces the health effects of this substance.

Inhalation:

Remove to fresh air. If not breathing, give artificial respiration. If breathing is difficult, give oxygen. Call a physician.

Ingestion:

DO NOT INDUCE VOMITING! Give large quantities of water or milk if available. Never give anything by mouth to an unconscious person. Get medical attention immediately.

Skin Contact:

In case of contact, immediately flush skin with plenty of water for at least 15 minutes while removing contaminated clothing and shoes. Wash clothing before reuse. Thoroughly clean shoes before reuse. Get medical attention immediately.

Eye Contact:

Immediately flush eyes with plenty of water for at least 15 minutes, lifting lower and upper eyelids occasionally. Get medical attention immediately.

5. Fire Fighting Measures

Fire:

Not combustible, but substance is a strong oxidizer and its heat of reaction with reducing agents or combustibles may cause ignition. Can react with metals to release flammable hydrogen gas.

Explosion:

Reacts explosively with combustible organic or readily oxidizable materials such as: alcohols, turpentine, charcoal, organic refuse, metal powder, hydrogen sulfide, etc. Reacts with most metals to release hydrogen gas which can form explosive mixtures with air.

Fire Extinguishing Media:

Water spray may be used to keep fire exposed containers cool. Do not get water inside container.

Special Information:

Increases the flammability of combustible, organic and readily oxidizable materials. In the event of a fire, wear full protective clothing and NIOSH-approved self-contained breathing apparatus with full facepiece operated in the pressure demand or other positive pressure mode.

6. Accidental Release Measures

Ventilate area of leak or spill. Wear appropriate personal protective equipment as specified in Section 8. Isolate hazard area. Keep unnecessary and unprotected personnel from entering. Contain and recover liquid when possible. Neutralize with alkaline material (soda ash, lime), then absorb with an inert material (e. g., vermiculite, dry sand, earth), and place in a chemical waste container. Do not use combustible materials, such as saw dust. Do not flush to sewer! US Regulations (CERCLA) require reporting spills and releases to soil, water and air in excess of reportable quantities. The toll free number for the US Coast Guard National Response Center is (800) 424-8802.

J. T. Baker NEUTRASORB® acid neutralizers are recommended for spills of this product.

7. Handling and Storage

Store in a cool, dry, ventilated storage area with acid resistant floors and good drainage. Protect from physical damage. Keep out of direct sunlight and away from heat, water, and incompatible materials. Do not wash out container and use it for other purposes. When diluting, the acid should always be added slowly to water and in small amounts. Never use hot water and never add water to the acid. Water added to acid can cause uncontrolled boiling and splashing. Containers of this material may be hazardous when empty since they retain product residues (vapors, liquid); observe all warnings and precautions listed for the product.

8. Exposure Controls/Personal Protection

Airborne Exposure Limits:

-OSHA Permissible Exposure Limit (PEL):

2 ppm (TWA), 4 ppm (STEL)

-ACGIH Threshold Limit Value (TLV):

2 ppm (TWA); 4 ppm (STEL)

Ventilation System:

A system of local and/or general exhaust is recommended to keep employee exposures below the Airborne Exposure Limits. Local exhaust ventilation is generally preferred because it can control the emissions of the contaminant at its source, preventing dispersion of it into the general work area. Please refer to the ACGIH document, *Industrial Ventilation, A Manual of Recommended Practices*, most recent edition, for details.

Personal Respirators (NIOSH Approved):

If the exposure limit is exceeded, wear a supplied air, full-facepiece respirator, airlined hood, or full-facepiece self-contained breathing apparatus. Nitric acid is an oxidizer and should not come in contact with cartridges and canisters that contain oxidizable materials, such as activated charcoal. Canister-type respirators using sorbents are ineffective.

Skin Protection:

Wear impervious protective clothing, including boots, gloves, lab coat, apron or coveralls, as appropriate, to prevent skin contact.

Eye Protection:

Use chemical safety goggles and/or a full face shield where splashing is possible. Maintain eye wash fountain and quick-drench facilities in work area.

9. Physical and Chemical Properties

Appearance:

Colorless to yellowish liquid.

Odor:

Suffocating, acrid.

Solubility:

Infinitely soluble.

Specific Gravity:

1.41

pH:

1.0 (0.1M solution)

% Volatiles by volume @ 21C (70F):

100 (as water and acid)

Boiling Point:
122C (252F)
Melting Point:
-42C (-44F)
Vapor Density (Air=1):
2-3
Vapor Pressure (mm Hg):
48 @ 20C (68F)
Evaporation Rate (BuAc=1):
No information found.

10. Stability and Reactivity

Stability:
Stable under ordinary conditions of use and storage. Containers may burst when heated.
Hazardous Decomposition Products:
When heated to decomposition, emits toxic nitrogen oxides fumes and hydrogen nitrate. Will react with water or steam to produce heat and toxic and corrosive fumes.
Hazardous Polymerization:
Will not occur.
Incompatibilities:
A dangerously powerful oxidizing agent, concentrated nitric acid is incompatible with most substances, especially strong bases, metallic powders, carbides, hydrogen sulfide, turpentine, and combustible organics.
Conditions to Avoid:
Light and heat.

11. Toxicological Information

Nitric acid: Inhalation rat LC50: 244 ppm (NO₂)/30M; Investigated as a mutagen, reproductive effector. Oral (human) LDLo: 430 mg/kg.

Ingredient	---NTP Carcinogen---		IARC Category
	Known	Anticipated	
Nitric Acid (7697-37-2)	No	No	None
Water (7732-18-5)	No	No	None

12. Ecological Information

Environmental Fate:
No information found.
Environmental Toxicity:
No information found.

13. Disposal Considerations

Whatever cannot be saved for recovery or recycling should be managed in an appropriate and approved waste facility. Although not a listed RCRA hazardous waste, this material may exhibit one or more characteristics of a hazardous waste and require appropriate analysis to determine specific disposal requirements. Processing, use or contamination of this product may change the waste management options. State and local disposal regulations may differ from federal disposal regulations. Dispose of container and unused contents in accordance with federal, state and local requirements.

14. Transport Information

Domestic (Land, D.O.T.)

Proper Shipping Name: NITRIC ACID
Hazard Class: 8, 5.1
UN/NA: UN2031
Packing Group: II
Information reported for product/size: 6.5GL

International (Water, I.M.O.)

Proper Shipping Name: NITRIC ACID
Hazard Class: 8, 5.1
UN/NA: UN2031
Packing Group: II
Information reported for product/size: 6.5GL

International (Air, I.C.A.O.)

Proper Shipping Name: NITRIC ACID
Hazard Class: 8, 5.1
UN/NA: UN2031
Packing Group: II

Information reported for product/size:

15. Regulatory Information

```

-----\Chemical Inventory Status - Part 1\-----
Ingredient          TSCA  EC   Japan  Australia
-----
Nitric Acid (7697-37-2)  Yes  Yes  Yes    Yes
Water (7732-18-5)      Yes  Yes  Yes    Yes
    
```

```

-----\Chemical Inventory Status - Part 2\-----
Ingredient          Korea  DSL  NDSL  Phil.
-----
Nitric Acid (7697-37-2)  Yes  Yes  No    Yes
Water (7732-18-5)      Yes  Yes  No    Yes
    
```

```

-----\Federal, State & International Regulations - Part 1\-----
Ingredient          -SARA 302-  -SARA 313-
RQ  TPQ  List  Chemical Catg.
-----
Nitric Acid (7697-37-2)  1000  1000  Yes    No
Water (7732-18-5)      No    No    No     No
    
```

```

-----\Federal, State & International Regulations - Part 2\-----
Ingredient          CERCLA  -RCRA-  -TSCA-
                261.33  8 (d)
-----
Nitric Acid (7697-37-2)  1000  No    No
Water (7732-18-5)      No    No    No
    
```

Chemical Weapons Convention: No TSCA 12(b): No CDTA: No
 SARA 311/312: Acute: Yes Chronic: Yes Fire: Yes Pressure: No
 Reactivity: No (Mixture / Liquid)

Australian Hazchem Code: 2PE

Poison Schedule: S6

WHMIS:

This MSDS has been prepared according to the hazard criteria of the Controlled Products Regulations (CPR) and the MSDS contains all of the information required by the CPR.

16. Other Information

NFPA Ratings: Health: 3 Flammability: 0 Reactivity: 0 Other: Oxidizer

Label Hazard Warning:

POISON! DANGER! STRONG OXIDIZER. CONTACT WITH OTHER MATERIAL MAY CAUSE FIRE. CORROSIVE. LIQUID AND MIST CAUSE SEVERE BURNS TO ALL BODY TISSUE. MAY BE FATAL IF SWALLOWED OR INHALED. INHALATION MAY CAUSE LUNG AND TOOTH DAMAGE.

Label Precautions:

- Do not get in eyes, on skin, or on clothing.
- Do not breathe vapor or mist.
- Use only with adequate ventilation.
- Wash thoroughly after handling.
- Keep from contact with clothing and other combustible materials.
- Do not store near combustible materials.
- Store in a tightly closed container.
- Remove and wash contaminated clothing promptly.

Label First Aid:

In case of contact, immediately flush eyes or skin with plenty of water for at least 15 minutes while removing contaminated clothing and shoes. Wash clothing before reuse. If swallowed, DO NOT INDUCE VOMITING. Give large quantities of water. Never give anything by mouth to an unconscious person. If inhaled, remove to fresh air. If not breathing, give artificial respiration. If breathing is difficult, give oxygen. In all cases get medical attention immediately.

Product Use:

Laboratory Reagent.

Revision Information:

MSDS Section(s) changed since last revision of document include: 14.

Disclaimer:

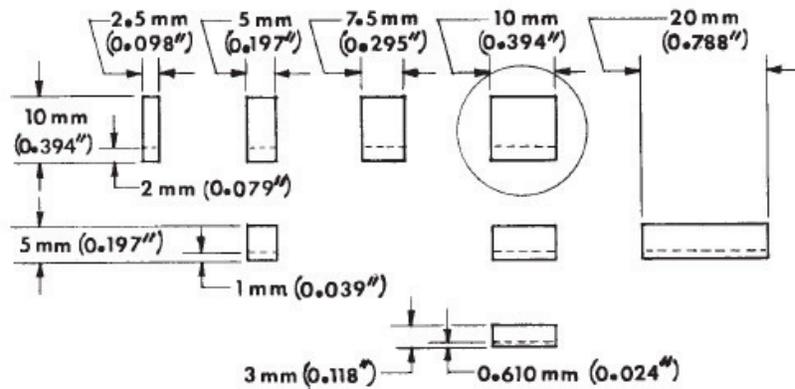
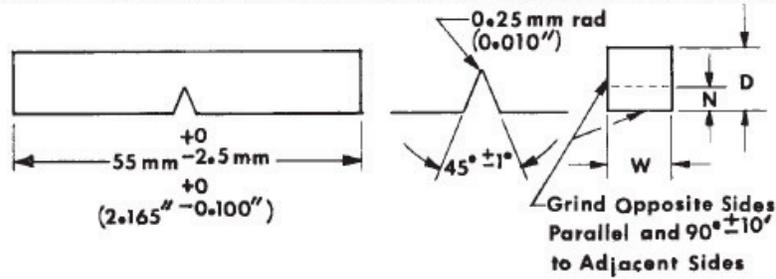
Mallinckrodt Baker, Inc. provides the information contained herein in good faith but makes no representation as to its comprehensiveness or accuracy. This document is intended only as a guide to the appropriate precautionary handling of the material by a properly trained person using this product. Individuals receiving the information must exercise their independent judgment in determining its appropriateness for a particular purpose. MALLINCKRODT BAKER, INC. MAKES NO REPRESENTATIONS OR WARRANTIES, EITHER EXPRESS OR IMPLIED, INCLUDING WITHOUT LIMITATION ANY WARRANTIES OF MERCHANTABILITY, FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE WITH RESPECT TO THE INFORMATION SET FORTH HEREIN OR THE PRODUCT TO WHICH THE INFORMATION REFERS. ACCORDINGLY, MALLINCKRODT BAKER, INC. WILL NOT BE RESPONSIBLE FOR DAMAGES RESULTING FROM USE OF OR RELIANCE UPON THIS INFORMATION.

Prepared by: Environmental Health & Safety

Phone Number: (314) 654-1600 (U.S.A.)

ASTM E 23 - 02a

On subsize specimens the length, notch angle, and notch radius are constant (see Fig. 1); depth (*D*), notch depth (*N*), and width (*W*) vary as indicated below.

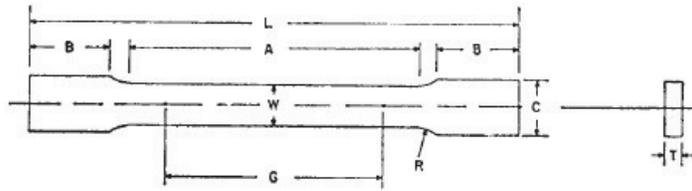


NOTE 1—Circled specimen is the standard specimen (see Fig. 1).

NOTE 2—Permissible variations shall be as follows:

Cross-section dimensions	± 1% or ± 0.075 mm (0.003 in.), whichever is smaller
Radius of notch	± 0.025 mm (0.001 in.)
Depth of notch	± 0.025 mm (0.001 in.)
Finish requirements	2 μm (63 μin.) on notched surface and opposite face; 4 μm (125 μin.) on other two surfaces

Anexo A3: Dimensiones y Tolerancias Probeta de Impacto Charpy



Dimensions, mm			
Nominal Width	Standard Specimens		Subsize Specimen
	Plate-Type 40 mm	Sheet-Type 12.5 mm	6 mm
G— Gage length (Note 1 and Note 2)	200.0 ± 0.2	50.0 ± 0.1	25.0 ± 0.1
W— Width (Note 3 and Note 4)	40.0 ± 2.0	12.5 ± 0.2	6.0 ± 0.1
T— Thickness (Note 5)		thickness of material	
R— Radius of fillet, min (Note 6)	25	12.5	6
L— Overall length, (Note 2, Note 7 and Note 8)	450	200	100
A— Length of reduced section, min	225	57	32
B— Length of grip section, (Note 8)	75	50	30
C— Width of grip section, approximate (Note 4 and Note 9)	50	20	10

NOTE 1—For the 40-mm wide specimen, punch marks for measuring elongation after fracture shall be made on the flat or on the edge of the specimen and within the reduced section. Either a set of nine or more punch marks 25 mm apart, or one or more pairs of punch marks 200 mm apart, may be used.

NOTE 2—When elongation measurements of 40-mm wide specimens are not required, a minimum length of reduced section (*A*) of 75 mm may be used with all other dimensions similar to the plate-type specimen.

NOTE 3—For the three sizes of specimens, the ends of the reduced section shall not differ in width by more than 0.10, 0.05 or 0.02 mm, respectively. Also, there may be a gradual decrease in width from the ends to the center, but the width at each end shall not be more than 1 % larger than the width at the center.

NOTE 4—For each of the three sizes of specimens, narrower widths (*W* and *C*) may be used when necessary. In such cases the width of the reduced section should be as large as the width of the material being tested permits; however, unless stated specifically, the requirements for elongation in a product specification shall not apply when these narrower specimens are used.

NOTE 5—The dimension *T* is the thickness of the test specimen as provided for in the applicable material specifications. Minimum thickness of 40-mm wide specimens shall be 5 mm. Maximum thickness of 12.5-mm and 6-mm wide specimens shall be 19 mm and 6 mm, respectively.

NOTE 6—For the 40-mm wide specimen, a 13-mm minimum radius at the ends of the reduced section is permitted for steel specimens under 690 MPa in tensile strength when a profile cutter is used to machine the reduced section.

NOTE 7—The dimension shown is suggested as a minimum. In determining the minimum length, the grips must not extend in to the transition section between Dimensions *A* and *B*, see Note 9.

NOTE 8—To aid in obtaining axial force application during testing of 6-mm wide specimens, the overall length should be as large as the material will permit, up to 200 mm.

NOTE 9—It is desirable, if possible, to make the length of the grip section large enough to allow the specimen to extend into the grips a distance equal to two thirds or more of the length of the grips. If the thickness of 12.5-mm wide specimens is over 10 mm, longer grips and correspondingly longer grip sections of the specimen may be necessary to prevent failure in the grip section.

NOTE 10—For the three sizes of specimens, the ends of the specimen shall be symmetrical in width with the center line of the reduced section within 2.5, 0.25, and 0.13 mm, respectively. However, for referee testing and when required by product specifications, the ends of the 12.5-mm wide specimen shall be symmetrical within 0.2 mm.

NOTE 11—For each specimen type, the radii of all fillets shall be equal to each other within a tolerance of 1.25 mm, and the centers of curvature of the two fillets at a particular end shall be located across from each other (on a line perpendicular to the centerline) within a tolerance of 2.5 mm.

NOTE 12—Specimens with sides parallel throughout their length are permitted, except for referee testing, provided: (a) the above tolerances are used; (b) an adequate number of marks are provided for determination of elongation; and (c) when yield strength is determined, a suitable extensometer is used. If the fracture occurs at a distance of less than $2W$ from the edge of the gripping device, the tensile properties determined may not be representative of the material. In acceptance testing, if the properties meet the minimum requirements specified, no further testing is required, but if they are less than the minimum requirements, discard the test and retest.

Anexo A4: Dimensiones y Tolerancias Probeta de Tracción