



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



**Evaluación del Agrietamiento Intergranular del Acero
Inoxidable AISI 316 L Expuesto a Ácido Oxálico ($C_2 H_2O_4$) de
Acuerdo a la Norma ASTM A 262-02a.**

Tutor académico:

Nombre del Tutor.

Ing. Laura Sáenz

Autores:

Alfredo Meléndez.

Eliezer Castillo.

Naguanagua, 04 de Noviembre de 2009.



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



CERTIFICADO DE APROBACION

Los abajo firmantes, miembros del jurado designados para evaluar el trabajo especial de grado titulado “**Evaluación del Agrietamiento Intergranular del Acero Inoxidable AISI 316 L Expuesto a Ácido Oxálico ($C_2H_2O_4$) de Acuerdo a la Norma ASTM A 262-02a**” realizado por los bachilleres: **Castillo Eliezer**; cedula de identidad: **17.701.657**, **Meléndez Alfredo**; cedula de identidad: **17.703.069**, hacemos constar que hemos revisado y aprobado dicho trabajo.

Prof. Laura Sáenz

Prof. Eleazar Díaz

Prof. Sandra Cabello

Naguanagua, 06 de Noviembre de 2009.

Resumen

Se realizó la evaluación del agrietamiento intergranular del acero inoxidable AISI 316L sometido a ácido oxálico según norma ASTM A262-02a. Este ensayo forma parte de un compendio de pruebas utilizadas para la aceptación y no para el rechazo del material. El acero inoxidable AISI 316L se utiliza en diversos procesos industriales y aplicaciones en medicina. Se realizó un ensayo espectrométrico óptico para determinar la composición química del material, se realizó ensayo de dureza Rockwell B, microdureza Vickers HV, microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido, para establecer valores de referencia. Posteriormente se realizó la preparación de la superficie de las muestras y la sensibilización de las mismas, parámetro establecido según norma ASTM A 262-02a. Luego se realizó la exposición de cinco grupos de muestras, de seis muestras cada uno durante los siguientes periodos de tiempo 48 horas, 96 horas, 144 horas, 192 horas y 240 horas de exposición, en contacto con ácido oxálico en una concentración de 10%. Se realizó la limpieza y pesaje de las muestras para determinar la pérdida de peso de las mismas y finalmente establecer comparación entre los valores iniciales versus los finales de cada condición de acuerdo a las características establecidas en los objetivos de este trabajo de grado, dureza, microdureza, microscopía y establecer análisis sobre la presencia de fenómenos corrosivos en las muestras como picaduras y agrietamientos. Se observó un incremento de cristales de oxalato a medida que los periodos de exposición aumentan, la pérdida de peso en la condición crítica fue de 1,2199%, la velocidad de corrosión es de 0,06159 mm. por año, La microestructura del material sufrió cambios debido a las condiciones de exposición originando picaduras, poros, precipitaciones de carburos y deterioro del material, el material tuvo un ablandamiento después de la sensibilización y un envejecimiento y aumento de la resistencia para los periodos estudiados.

INDICE GENERAL

Capitulo 1.	1
1.1 Planteamiento del problema.	1
1.2 Justificación.	4
1.3 Objetivos.	4
1.3.1 Objeto general	4
1.3.2 Objetivos específicos.	5
1.4 Limitaciones.	5
1.5 Alcance.	6
1.6 Delimitaciones.	6
 Capitulo 2.	 7
2 Marco teórico.	7
2.1 Historia de los aceros inoxidables.	7
2.2 Acero inoxidable.	8
2.3 Tipos de acero inoxidable.	9
2.4 Familia de los aceros inoxidables.	11
2.5 Criterio de técnicos.	12
2.6 Acero inoxidables serie 300.	12
2.6.1 AISI 316 L.	13
2.6.1.1 Acero AISI 316.	14
2.7 Corrosión.	14
2.7.1 Influencia de la temperatura.	16
2.7.2 Influencia de la concentración del corrosivo.	16
2.7.3 Formas de corrosión.	17
2.7.3.1 Corrosión uniforme.	17
2.7.3.2 Corrosión galvánica o bimetálica.	18
2.7.3.3 Corrosión localizada en aberturas (crevice corrosion).	19
2.7.3.4 Corrosión tipo picadura (pitting).	19
2.7.3.5 Corrosión intergranular.	21
2.7.3.7 Lixiviado selectivo (selective leaching).	21

2.7.3.8 Corrosión por erosión.	22
2.7.3.9 Corrosión bajo tensión.	22
2.7.4 Protección contra la corrosión.	23
2.8 Efecto de algunos componentes.	23
2.9 Condiciones de exposición.	23
2.10 Ensayos de laboratorio.	23
2.10.1 Sensibilización.	24
2.10.2 Tratamiento térmico.	24
2.11 Descripción del problema de corrosión en aplicaciones industriales.	26
2.12 Origen del problema.	26
2.13 Acido oxálico.	27
2.14 Antecedentes.	27
 Capitulo 3.	 29
3 Marco metodológico.	29
3.1 Nivel de la investigación.	29
3.2 Diseño de la investigación.	29
3.3 Técnicas de recolección de datos.	29
3.4 Técnica de procesamiento de datos.	30
3.5 Etapas de la metodología.	30
3.5.1 Selección del ensayo para realizar el ataque corrosivo.	31
3.5.2 Selección del material a estudiar.	32
3.5.2.1 Acero inoxidable AISI 316L.	32
3.5.3 Selección de las dimensiones y corte de las muestras a ensayar.	32
3.5.4 Recepción del material a ensayar.	34
3.5.5 Caracterización de las muestras.	34
3.5.5.1 Análisis de composición química.	34
3.5.6 Mecanizado del material.	35
3.5.7 Preparacion de la superficie de las muestras	35
3.5.8 Identificación de las muestras.	36
3.5.8.1 Identificación.	36

3.5.9 Limpieza y Pesaje de las muestras antes y después del ataque químico.	37
3.5.10 Selección y aplicación de la sensibilización a las muestras.	37
3.5.11 Selección y preparación de la solución para el ataque corrosivo.	38
3.5.12 Selección de los equipos para los ensayos	39
3.5.13 Procedimiento experimental para el ensayo corrosivo.	44
3.5.14 Prueba de procedencia de los cristales de ácido oxálico	49
3.5.15 Preparación metalográfica de las muestras.	50
3.5.16 Procedimiento para evaluar la dureza antes y después del ataque químico.	50
3.5.17 Análisis microscópico de las muestras antes y después del ataque químico.	51
3.5.18 Evaluación de la corrosión por picadura y agrietamiento.	52
3.5.19 Análisis de microdureza antes y después del ataque químico.	52
Capitulo 4.	53
4.1 Acero inoxidable AISI 316L.	53
4.2 Análisis químico.	53
4.3 Ataque químico a las muestras de acero inoxidable AISI 316L.	54
4.3.1 Análisis del ataque químico.	57
4.4 Pesaje de las muestras antes del ataque químico.	59
4.4.1 Pérdida de peso de las muestras después del ataque químico.	59
4.4.1.1 Pérdida de peso de las muestras sometidas a ataque químico durante 48 horas.	61
4.4.1.2 Pérdida de peso de las muestras sometidas a ataque químico durante 96 horas.	62
4.4.1.3 Pérdida de peso de las muestras sometidas a ataque químico durante 144 horas.	63
4.4.1.4 Pérdida de peso de las muestras sometidas a ataque químico durante 192 horas.	65
4.4.1.5 Pérdida de peso de las muestras sometidas a ataque	66

químico durante 240 horas.

4.4.1.6 Comportamiento de las variaciones de peso de las muestras para los diversos periodos de tiempo.	68
4.4.2 Análisis de los resultados de la pérdida de peso de las muestras sometidas a ataque químico.	68
4.5 Dureza del material inicial.	70
4.5.1 Resultados del ensayo de dureza de las muestras obtenidos después del ataque químico.	70
4.5.1.1 Valores y gráficos del ensayo de dureza de las muestras sometidas a ataque químico 48 horas.	71
4.5.1.2 Valores y gráficos del ensayo de dureza de las muestras sometidas a ataque químico 96 horas.	72
4.5.1.3 Valores y gráficos del ensayo de dureza de las muestras sometidas a ataque químico 144 horas.	73
4.5.1.4 Valores y gráficos del ensayo de dureza de las muestras sometidas a ataque químico 192 horas.	74
4.5.1.5 Valores y gráficos del ensayo de dureza de las muestras sometidas a ataque químico 240 horas.	75
4.5.2 Análisis de los resultados de dureza de las muestras sometidas a ácido oxálico.	75
4.6 Microscopia del acero inoxidable antes del ataque químico.	76
4.6.1 Microscopia óptica del Acero Inicial.	77
4.6.2 Microscopia óptica de muestras sometidas a 48 horas.	79
4.6.3 Microscopia óptica de muestras sometidas a 96 horas.	81
4.6.4 Microscopia óptica de muestras sometidas a 144 horas.	83
4.6.5 Microscopia óptica de muestras sometidas a 192 horas.	84
4.6.6 Microscopia óptica de muestras sometidas a 240 horas.	86
4.6.7 Análisis de los resultados de microscopia óptica.	87
4.7 Microscopia electrónica de barrido	90
4.7,1 Microestructura muestra inicial	90
4,7,2 Microestructura de las muestras después de 48 horas de contacto con el ácido oxálico	92
4,7,3 Microestructura de las muestras después de 96 horas de contacto con el ácido oxálico	94
4,7,4 Microestructura de las muestras después de 144 horas de contacto con el ácido oxálico	96

4,7,5 Microestructura de las muestras después de 192 horas de contacto con el ácido oxálico	97
4,7,6 Microestructura de las muestras después de 240 horas de contacto con el ácido oxálico	99
4,8 Ensayo de composición química por difracción de rayos x	100
4,8,1 EDX material inicial	100
4,8,2 EDX material expuesto a 48 horas al ácido oxálico	101
4,8,3 EDX material expuesto a 96 horas al ácido oxálico	103
4,8,4 EDX material expuesto a 144 horas al ácido oxálico	104
4,8,5 EDX material expuesto a 192 horas al ácido oxálico	105
4,8,6 EDX material expuesto a 240 horas al ácido oxálico	106
4,8,7 Composición química por ensayo de difracción de rayos x	107
4.9 Análisis del agrietamiento intergranular.	108
4.10 Análisis de la corrosión por picadura.	108
4.11 Microdureza.	109
4.11.1 Microdureza del material inicial.	109
4.11.2 Resultados del ensayo de microdureza de las muestras obtenidos después el ataque químico en austenita.	110
4.11.3 Gráficas de microdureza de la austenita del material para los distintos periodos de tiempo de ataque químico.	112
4.11.4 Análisis de la microdureza.	115
4,11,5 Análisis de la influencia en los cambios en la microestructura en la microdureza	115
4,11,6 Análisis de las características del acero inoxidable AISI 316L	116
CAPITULO 5	117
CONCLUSIONES	117
RECOMENDACIONES	119
REFERENCIAS	120
ANEXOS	122

INDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Esquema de formas de corrosión.	17
Figura 2.2 Corrosión uniforme teórica.	18
Figura 2.3 Corrosión uniforme en la industria. (<i>Cilit S.A.</i>)	18
Figura 2.4 Corrosión galvánica teórica.	18
Figura 2.5 Corrosión galvánica en la industria. (<i>FIMACA</i>)	19
Figura 2.6 Corrosión localizada en aberturas teórica.	19
Figura 2.7 Corrosión localizada en aberturas en la industria.	19
Figura 2.8 Corrosión tipo perforación teórica.	20
Figura 2.9 Corrosión tipo picadura en la industria.	20
Figura 2.10 Corrosión intergranular teórica.	21
Figura 2.11 Corrosión intergranular en la industria.	21
Figura 2.12 Corrosión por erosión en la industria.	22
Figura 3.1 Etapas de la metodología.	30
Figura 3.2 Forma de las muestras a ensayar. (<i>ASTM A262-02a</i>).	33
Figura 3.3 Dimensiones (mm.) de las muestras en la zona de ataque. (<i>ASTM A262-02a</i>).	33
Figura 3.4 Material recibido inicialmente.	34
Figura 3.5 Información de las muestras.	36
Figura 3.6 Espectrómetro de emisión óptica por chispa y su computador.	39
Figura 3.7 Espectrómetro de emisión óptica por chispa.	39
Figura 3.8 Muestra de material después del ensayo espectrometrico óptico.	39
Figura 3.9 Equipo para ensayo de dureza marca BUEHLER.	40
Figura 3.10 Microscopio óptico.	40
Figura 3.11 Horno eléctrico marca THERMOLINE.	41
Figura 3.12 Campana para la manipulación de la muestras en presencia del ataque corrosivo.	41
Figura 3.13 Microdurometro marca BUEHLER.	42
Figura 3.14 Embutidor de baquelita marca BUEHLER.	42
Figura 3.15 Esmeril de disco marca BUEHLER con refrigerante.	43
	43

Figura 3.16 Equipo para ataque electrolítico marca BUEHLER.	44
Figura 3.17 Balanza electrónica marca Denver Instrument.	
Figura 3.18 Material inicial muestra de la identificación sobre el material.	44
Figura 3.19 Muestra inicial mecanizadas, antes de la preparación metalográfica.	45
Figura 3.20 Muestra iniciales, preparadas metalograficamente, siguiendo el procedimiento del capítulo 3.	45
Figura 3.21 Muestra posicionadas en el horno para tratamiento.	46
Figura 3.22 Secador para muestras.	46
Figura 3.23 Solucion de ácido oxálico.	47
Figura 3.24 Recipiente donde seran colocadas las muestras para su exposición.	47
Figura 3.25 Muestras posicionadas en los correspondientes envases previamente identificados, preparados para el contacto con el acido oxálico.	48
	49
Figura 4.1 Muestras en contacto con ácido oxálico.	54
Figura 4.2 Aparición de los cristales de oxalato en las muestras después del contacto con acido oxálico, transcurrido los periodos de tiempo establecidos.	54
Figura 4.3 Muestras sacadas de los envases después del ataque químico, aparición de los cristales de oxalato.	55
Figura 4.4 Limpieza de los cristales formados en las muestras para ser sometido a pruebas preliminares.	55
Figura 4.5 Extractos de cristales de oxalato, para su posterior evaluación.	56
Figura 4.6 Limpieza de muestras.	56
Figura 4.7 Imágenes de la verificación de la procedencia de lo cristales adheridos a la superficie de las muestras.	57
Figura 4.8 Imágenes descriptivas de la inmersión de las muestras en los envases.	57
Figura 4.9 Imagen descriptiva de la influencia de la sensibilización, antes de la exposición con el acido, (calentamiento de las piezas).	

Figura 4.10 Imagen descriptiva de la aparición de el oxalato después de dos días de la exposición con el ácido (a) Muestra sensibilizada (b) Muestra sin sensibilizar.	58
Figura 4.11 Microscopia óptica del acero inicial Aumento a 200X.	58
Figura 4.12 Microscopia óptica del acero inicial Aumento a 200X.	77
Figura 4.13 Microscopia óptica de muestras sometidas a 48 horas de contacto con el ácido oxálico Aumento de 400x.	78
Figura 4.14 Microscopia óptica de muestras sometidas a 48 horas de contacto con el ácido oxálico Aumento de 1000x.	79
Figura 4.15 Microscopia óptica de muestras sometidas a 96 horas de contacto con el ácido oxálico aumento de 400x	80
Figura 4.16 Microscopia óptica de muestras sometidas a 96 horas de contacto con el ácido oxálico aumento de 1000x.	81
Figura 4.17 Microscopia óptica de muestras sometidas a 144 horas de contacto con el ácido oxálico Aumento de 400x.	82
Figura 4.18 Microscopia óptica de muestras sometidas a 144 horas de contacto con el ácido oxálico Aumento de 1000x.	83
Figura 4.19 Microscopia óptica de muestras sometidas a 192 horas de contacto con el ácido oxálico Aumento de 400x.	84
Figura 4.20 Microscopia óptica de muestras sometidas a 192 horas de contacto con el ácido oxálico Aumento de 1000x.	84
Figura 4.21 Microscopia óptica de muestras sometidas a 240 horas de contacto con el ácido oxálico Aumento de 400x.	85
Figura 4.22 Microscopia óptica de muestras sometidas a 240 horas de contacto con el ácido oxálico Aumento de 1000x.	86
Figura 4.23 Resumen de la microestructura de la condición inicial versus las diversas condiciones de exposición.	87
Figura 4.24 Microestructura de la condición inicial.	87
Figura 4.25 Microestructura a 500 x.	91
Figura 4.26 Microestructura a 1000x.	92
Figura 4.27 Microestructura a 500x.	93
Figura 4.28 Microestructura a 1000x.	94
Figura 4.29 Microestructura a 500x.	95
Figura 4.30 Microestructura a 1000x.	96

Figura 4.31 Microestructura a 500x.	97
Figura 4.32 Microestructura a 1000x.	98
Figura 4.33 Microestructura a 500x.	99
Figura 4.34 Microestructura a 1000x.	99
Figura 4.35 Composición del material inicial.	101
Figura 4.36 Composición del material expuesto a ácido oxálico durante 48 horas.	102
Figura 4.37 Composición del material expuesto a ácido oxálico durante 96 horas.	103
Figura 4.38 Composición del material expuesto a ácido oxálico durante 144 horas.	104
Figura 4.39 Composición del material expuesto a ácido oxálico durante 192 horas.	105
Figura 4.40 Composición del material expuesto a ácido oxálico durante 240 horas.	106

INDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Aplicación de los diferentes tipos de acero.	10
Tabla 2.2 Composición química del acero AISI 316 L en % teórica. (<i>Hoja técnica del material</i>).	13
Tabla 3.1 Aceros inoxidables aprobados para la realización de pruebas con ácido oxálico. (<i>ASTM A262-02a</i>).	31
Tabla 3.2 Composición química del acero AISI 316 L en % teórica. (<i>Hoja técnica del material</i>).	32
Tabla 3.3 Identificación de los ensayos a realizar.	37
Tabla 4.1 Composición química del acero AISI 316 L en %. <i>Certificación</i> .	53
Tabla 4.2 Composición química del acero inoxidable AISI 316L. (Determinada mediante espectrómetro de emisión óptica).	53
Tabla 4.3 Peso inicial de las muestras a ensayar.	59
Tabla 4.4 Peso de las probetas ensayadas una vez realizada cada limpieza.	60
Tabla 4.5 Valores de la ganancia del material (cristales de ácido oxálico) expuesto al ácido oxálico.	60
Tabla 4.6 Información sobre pérdida de peso de muestras sometidas a 48 horas de exposición.	61
Tabla 4.7 Información sobre pérdida de peso de muestras sometidas a 96 horas de exposición.	62
Tabla 4.8 Información sobre pérdida de peso de muestras sometidas a 144 horas de exposición.	64
Tabla 4.9 Información sobre pérdida de peso de muestras sometidas a 192 horas de exposición.	65
Tabla 4.10 Información sobre pérdida de peso de muestras sometidas a 240 horas de exposición.	66
Tabla 4.11 Tasa de corrosión por año.	69
Tabla 4.12 Ensayo de dureza antes de la exposición del material (AISI 316 L) con el ácido oxálico.	70
Tabla 4.13 Dureza de las probetas EE y EF sometidas a ácido oxálico durante 48 horas.	71
Tabla 4.14 Dureza de las probetas DB y DC sometidas a ácido oxálico durante 96 horas.	72

Tabla 4.15 Dureza de las probetas CD y CC sometidas a ácido oxálico durante 144 horas.	73
Tabla 4.16 Dureza de las probetas BB y BC sometidas a ácido oxálico durante 192 horas.	74
Tabla 4.17 Dureza de las probetas AB y AC sometidas a ácido oxálico durante 240 horas.	75
Tabla 4.18 Cuadro comparativo de las diferentes condiciones a las que estuvo expuesto el material versus la condición estándar.	107
Tabla 4.19 Microdureza del material inicial y de las muestras ensayadas.	110
Tabla 4.20 Microdureza promedio de las probetas ensayadas y del material inicial en la austenita.	111

INDICE DE GRAFICAS

Grafica 4.1 comportamiento de la pérdida de peso para un periodo de 48 horas.	61
Grafica 4.2 Comportamiento de la ganancia de peso para un periodo de 48 horas.	62
Grafica 4.3 Comportamiento de la pérdida de peso para un periodo de 96 horas.	63
Grafica 4.4 Comportamiento de la ganancia de peso para un periodo de 96 horas.	63
Grafica 4.5 Comportamiento de la pérdida de peso para un periodo de 192 horas.	64
Grafica 4.6 Comportamiento de la ganancia de peso para un periodo de 192 horas.	64
Grafica 4.7 Comportamiento de la pérdida de peso para un periodo de 144 horas.	65
Grafica 4.8 Comportamiento de la ganancia de peso para un periodo de 144 horas.	66
Grafica 4.9 Comportamiento de la pérdida de peso para un periodo de 240 horas.	67
Grafica 4.10 Comportamiento de la ganancia de peso para un periodo de 240 horas.	67
Grafica 4.11 Comportamiento de la pérdida de peso en función de los periodos de tiempo establecidos.	68
Grafica 4.12 Comportamiento de la ganancia peso en función de los periodos de tiempo establecidos.	70
Grafica 4.13 Comportamiento de la dureza del material inicial. (Autor).	71
Grafica 4.14 Comportamiento de la dureza de las probetas EE y EF ensayadas y el material inicial.	72
Grafica 4.15 Comportamiento de la dureza de las probetas DB y DC ensayadas y el material inicial.	73
Grafica 4.16 Comportamiento de la dureza de las probetas CD y CC ensayadas y el material inicial.	74
Grafica 4.17 Comportamiento de la dureza de las probetas BB y BC ensayadas y el material inicial.	75
Grafica 4.18 Comportamiento de la dureza de las probetas AB y AC	76

ensayadas y el material inicial.

Grafica 4.19 Comportamiento de la dureza en función de los periodos de tiempo establecidos. 110

Grafica 4.20 Comportamiento de la microdureza, material inicial en austenita. 112

Grafica 4.21 Comportamiento de la microdureza de la probeta EE ensayada y el material inicial. 112

Grafica 4.22 Comportamiento de la microdureza de la probeta DB ensayada y el material inicial. 113

Grafica 4.23 Comportamiento de la microdureza de la probeta CC ensayada y el material inicial. 113

Grafica 4.24 Comportamiento de la microdureza de la probeta BC ensayada y el material inicial. 114

Grafica 4.25 Comportamiento de la microdureza de la probeta AB ensayada y el material inicial. 114

Capítulo 1.

1.1 Planteamiento del problema

Para que el acero sea inoxidable, es necesario que concurren las circunstancias de composición, estado del material y medio de ataque conveniente, para que se forme esa capa de óxido protector. En realidad, ninguno de los aceros es completamente inmune a toda clase de ataques corrosivos. Unos resisten ciertos ácidos y otros a determinadas soluciones, otros resisten altas temperaturas, etc. Por eso es conveniente, en cada caso, estudiar cual acero inoxidable es el más adecuado.

La elección de un acero inoxidable se basa en una serie de criterios relacionados directamente con su excelente resistencia a la corrosión. Esta propiedad que consiste en la pérdida del material con el paso del tiempo, otorga al acero inoxidable una duración excepcional entre la mayoría de medios y sus aplicaciones.

El acero inoxidable es resistente a la corrosión, dado que el cromo posee 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.

El acero inoxidable es considerado como el material más adecuado para las aplicaciones alimentarias y médicas. En efecto, no altera las propiedades que se pueden percibir por los sentidos directamente de los alimentos y es fácil de limpiar, desinfectar y esterilizar.

La corrosión es uno de los fenómenos que contribuye al deterioro de los materiales, por medio de una reacción química. Pueden también incluirse bajo corrosión el deterioro de cerámicos, plásticos, goma y otros materiales no metálicos. Esto implica muchos tipos de problemas, de los cuales la mayoría son bastante importantes dentro y fuera de una industria. Se puede hablar desde fracturas, hasta fugas en tanques, disminución de la resistencia mecánica de las

piezas y muchas otras maneras de efectos por los ataques. El ataque de corrosión reduce espesores, así que hay que dar mayor margen para eso en el diseño. En general el espesor de tuberías y tanques es el doble del requerido por acciones mecánicas para la vida útil de la estructura.

Desde el punto de vista de la ingeniería, la corrosión puede producir fallas inesperadas, lo cual puede ocasionar desperfectos en un equipo u otros componentes de una planta. A veces un cambio en las condiciones de producción cambia las condiciones del ambiente, que puede agredir al material.

Los costos debidos a fallas por corrosión pudiesen sobrepasar los daños combinados debidos a desastres naturales. Se estima que en un país industrializado el 5% de su ingreso se gasta en la prevención de corrosión, mantenimiento o reemplazo de partes o componentes. Aunque la corrosión es inevitable, se puede reducir costos asociados mediante prevención, mantenimiento, selección de materiales adecuados.

Aún así, si no son prevenidas las distintas clases de ataques por corrosión y medios que influyen en la aparición de este fenómeno, la seguridad de las personas es algo que se ve permanentemente afectado.

El consumo de acero inoxidable ha crecido rápidamente en los últimos años. Debido a nuevas exigencias del mercado, normativas higiénicas para la industria alimentaría y aplicaciones en atmósferas oxidantes que requieren un uso cada vez mayor de materiales inoxidables.

El empleo de acero inoxidable estará bajo la dependencia de las características oxidantes del ambiente. Si imperan condiciones fuertemente oxidantes, los aceros inoxidables resultan superiores a los metales y aleaciones más nobles. Sin embargo, en la misma familia de los aceros inoxidables la resistencia a la corrosión varía considerablemente de un tipo al otro. Los aceros inoxidables son los más difundidos al mercado, se caracterizan por tener una gran resistencia a los agentes atmosféricos, mayor resistencia a la acción corrosiva de los ácidos, además en general, a elevadas temperaturas, buena resistencia mecánicas y muy buena resistencia a la oxidación. Se emplean para elementos

decorativos equipos y instalaciones del tipo sanitarias, elementos de hornos y calderas, y en general instalaciones industriales. En el grupo al cromo níquel, los tipos 301 y 302 son menos resistentes a la corrosión que los tipos 310 y 316, 316 L.

Este último grupo es el más indicado para las aplicaciones donde se requiere una gran resistencia a la corrosión, buena presencia y facilidad de limpieza.

El acero inoxidable no asegura la resistencia a la corrosión en todos los medios, sobretudo con soluciones reductoras como el ácido clorhídrico o el ácido oxálico, en concentraciones elevadas y diferentes temperaturas.

Puesto a que el ácido oxálico provoca un ataque generalizado en el acero inoxidable, induciendo el efecto corrosivo en una zona amplia del material atacado, este efecto ocurre tanto en la zona de contacto como en las que no hay contacto. Ahora bien, en las zonas donde exista contacto el ataque es más severo como resultado de la formación de los procesos de desgaste, cavidades y surcos, debido de una adhesión profunda. A demás impiden la formación de capas estables de óxido, provocan una gran fragilización en los aceros contribuyendo de este modo a un incremento en las razones de desgaste. En el caso de los aceros inoxidables el proceso continuo de desgaste deja al sustrato metálico expuesto al medio agresivo provocándole de esta forma un daño de mayor consideración. En tal sentido que durante el proceso de desgaste de aceros inoxidables la superficie resultante de la penetración ocasionara en general, grietas por picaduras que traerían grandes gastos de materias primas, materiales, energía, baja productividad y contaminación del medio ambiente.

Debido a las cualidades del acero AISI 316 L expuestas, es de suma importancia evaluar los cambios en las propiedades como la dureza y microdureza de dicho material, expuesto a medios corrosivos en este caso al ácido oxálico. Esto se debe a que el acero inoxidable en presencia de este ácido puede presentar cambios y deterioros en un sistema.

Para ello se realizarán distintos ensayos en el acero AISI 316 L en la presencia de ácido oxálico, por las razones antes mencionadas, en un porcentaje de concentración según norma ASTM A 262-02a y en diferentes periodos de tiempos, para así tener tabulado la sintomatología de falla del acero en estudio y anticipar a las posibles soluciones de lo que el fenómeno de la corrosión puede causar en el acero AISI 316 L.

1.2 Justificación

En el mecanismo de selección de materiales metálicos de una planta para la implementación de un proceso, línea de producción, estructura, dispositivo, etc., cuando se encuentre sometido a un medio corrosivo, como ácido oxálico es necesario tener valores del comportamiento del acero inoxidable AISI 316 L, para así poder tomar una decisión acorde con las necesidades y con las condiciones con las que se desean trabajar y atacar el fenómeno de la corrosión que siempre estará presente en los materiales, específicamente para el estudio en el acero inoxidable AISI 316 L.

La predicción de las formas fallas del acero inoxidable, específicamente el AISI 316 L sometidos a corrosión, es una evaluación importante, para adelantarse a las consecuencias y variaciones que puedan representar los parámetros de seguridad, mantenimiento preventivo, reducción de costos, producción, entre otros. Para ello se hace necesario el auge de una serie de ensayos, en los que encontramos, el de someter al acero AISI 316 L en medios corrosivos como lo es el ácido oxálico, para posteriormente evaluar posibles cambios en su dureza y microdureza.

Este proyecto de evaluación aportará información que conducirá en el avance de las investigaciones siguientes, servirán de soporte tanto para el acero inoxidable en estudio como para el de otros materiales que son sometidos en medios corrosivos.

Por otro lado, la evaluación de dureza y microdureza del acero inoxidable AISI 316 L sometido a medios corrosivos, en ácido oxálico. Específicamente para un porcentaje de concentración y para intervalos de tiempo seleccionados,

aportara valores significativos e importantes a esta investigación. A partir de estos valores se podrá tener un conocimiento más amplio del comportamiento del acero inoxidable AISI 316 L.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo general

Evaluar el agrietamiento intergranular del acero inoxidable AISI 316 L expuesto a ácido oxálico de acuerdo a la norma ASTM A 262-02a, para detectar la susceptibilidad del ataque intergranular en aceros inoxidables austeníticos.

1.3.2 Objetivos específicos

-  Caracterizar el acero inoxidable AISI 316 L (microscopia óptica, dureza, microdureza y verificación de composición química.).
-  Someter muestras de acero inoxidable AISI 316 L a la presencia de ácido oxálico para diferentes periodos de tiempo y a un porcentaje de concentración según norma ASTM A 262-02a.
-  Evaluar la perdida de peso de las muestras de acero AISI 316 L ensayadas.
-  Evaluar el efecto de corrosión por picadura en muestras de acero AISI 316 L ensayadas.
-  Evaluar dureza, microestructura y microdureza de las muestras de acero AISI 316 L ensayadas.

1.4 Limitaciones

-  Construcción del dispositivo, para sumergir las piezas de acero AISI 316 L en contacto con ácido oxálico.
-  Disponibilidad de la campana ubicada en el laboratorio de materiales y procesos de fabricación para realizar los ensayos.
-  Disponibilidad del ácido oxálico, debido a los efectos que pueda ocasionar en su manipulación.

- ✚ Se evaluarán la microdureza y microestructura del acero AISI 316 L mediante las normas ASTM. Las muestras serán sometidas a un porcentaje de concentración según norma ASTM A 262-02a de ácido oxálico en diferentes periodos de tiempo, siguiendo el procedimiento de la norma. De esta manera obtener la información precisa de los cambios que ocurren en el material, sin tomar en consideración otros cambios que se puedan presentar en el material.

1.5 Alcance

Se evaluarán en el acero inoxidable AISI 316 L, la pérdida de peso, dureza, corrosión por picadura y los cambios en la microestructura. Las muestras serán sometidas en ácido oxálico según la norma ASTM. Se utilizará éste ácido debido a que el acero inoxidable AISI 316 L no asegura la resistencia a la corrosión en dicho medio, en concentraciones elevadas y/o elevada temperatura.

1.6 Delimitaciones

El ensayo se realizará de acuerdo a las normas ASTM A 262-02a, tomando en cuenta los siguientes parámetros:

- ✚ La concentración a utilizar en los ensayos se obtendrá de acuerdo a la norma ASTM A 262-02a, mediante la siguiente solución; que será preparada añadiendo (100g) de reactivo de cristales de ácido oxálico ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) a (900 ml) de agua destilada y revolviendo hasta que todos los cristales sean disueltos.
- ✚ Los periodos de tiempo de exposición de las muestras debe cumplir un rango que varían entre 4 horas y 240 horas de acuerdo a la norma. En este caso se someterán las muestras en periodos de 48 horas para un intervalo total de 240 horas, en contacto con el ácido oxálico. Es decir se contarán con cinco (5) periodos de tiempo en el siguiente orden 48, 96, 144, 192, y 240 horas, respectivamente, donde en cada final de

periodo tendrá lugar para el análisis de las muestras en contacto con el ácido oxálico.

- ✚ Las dimensiones de las muestras serán de 2.5 cm. de largo y de 2.5 cm. de ancho y de 2 mm. de espesor. (*ASTM A262-02a*).
- ✚ Se realizara el ensayo para 25 muestras. Donde se evaluaran 5 muestras por cada periodo de tiempo.

Capítulo 2.

2 Marco teórico

2.1 Historia de los aceros inoxidables

Los primeros trabajos realizados para la fabricación de los hierros y aceros inoxidables datan del siglo XIX. Ya que para aquellos momentos se conocía que el hierro aleado con ciertos metales, como el cobre y el níquel resistía mejor a la oxidación que el hierro ordinario. En 1865 ya se hacían, aunque en cantidades muy limitadas, aceros con 25 y 35% de níquel que resistían muy bien la acción de la humedad del aire y, en general, del ambiente; pero se trataba de fabricaciones en muy pequeña escala que nunca se continuaron. En esa época no se llegó a estudiar ni a conocer bien esta clase de aceros. En 1872 Woods y Clark fabricaron aceros con 5% de cromo que tenían también mayor resistencia a la corrosión que los hierros ordinarios de esa época.

Posteriormente en 1892 Hadfield, en Sheffield, estudió las propiedades de ciertos aceros aleados con cromo y dio a conocer en sus escritos que el cromo mejoraba sensiblemente la resistencia a la corrosión. En 1904-1910, Leon Guillet y Albert M. Portevin realizaron en Francia numerosos estudios sobre aceros aleados con cromo y níquel, determinando microestructuras y tratamientos de muchos de ellos. Llegaron a fabricar aceros muy similares a los típicos aceros inoxidables que se usan en la actualidad, pero hasta entonces nunca le dieron especial atención a la inoxidabilidad.

El desarrollo original de lo que son actualmente los aceros inoxidables aconteció en los inicios de la primera guerra mundial. En forma independiente y casi simultánea, en Inglaterra y en Alemania se descubrieron los aceros inoxidables tal como los conocemos ahora. El metalúrgico inglés Harry Brearly investigando cómo mejorar una aleación para proteger los cilindros de los cañones, encontró que agregando cromo a los aceros de bajo carbono, obtenía aceros resistentes a las manchas o resistentes a la oxidación. Los doctores Strauss y Maurer, de Alemania, patentaron en 1912 dos grupos de aceros

inoxidables al cromo-níquel de bajo contenido de carbono; uno de éstos, con la denominación 18-8, ha sido utilizado desde entonces en numerosas aplicaciones.

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.

2.2 Acero inoxidable

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 posee 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. Algunos tipos de acero inoxidable contienen además otros elementos aleantes; los principales son el níquel y el molibdeno.

Como todos los tipos de aceros, el acero inoxidable no es un material simple sino una aleación. Lo que tienen en común todos los aceros es que el principal componente (elemento que forma la aleación) es el hierro, al que se añade una pequeña cantidad de carbono. El acero inoxidable fue inventado a principios del siglo XX cuando se descubrió que una pequeña cantidad de cromo (habitualmente un mínimo de 10%) añadido al acero común, le daba un aspecto brillante y lo hacía altamente resistente a la suciedad y a la oxidación. Esta resistencia a la oxidación, denominada resistencia a la corrosión, es lo que hace al acero inoxidable diferente de otros tipos de acero.

El acero inoxidable es un material sólido y no un revestimiento especial aplicado al acero común para darle características inoxidables. Aceros comunes, e

incluso otros metales, son a menudo cubiertos o bañados con metales blancos como el cromo, níquel o zinc para proteger sus superficies o darles otras características superficiales. Mientras que estos baños tienen sus propias ventajas y son muy utilizados, el peligro radica en que la capa puede ser dañada o deteriorarse de algún modo, lo que anularía su efecto protector. La apariencia del acero inoxidable puede, sin embargo, variar y dependerá en la manera que esté fabricado y en su acabado superficial.

Su resistencia a la corrosión es lo que da al acero inoxidable su nombre. Sin embargo, justo después de su descubrimiento se apreció que el material tenía otras muchas valiosas propiedades que lo hacen idóneo para una amplia gama de usos diversos. Las posibles aplicaciones del acero inoxidable son casi ilimitadas, hecho que puede comprobarse con tan solo unos ejemplos:

- ✚ En el hogar: cubertería y menaje, fregaderos, sartenes y baterías de cocina, hornos y barbacoas, equipamiento de jardín y mobiliario.
- ✚ En la ciudad: paradas de autobús, cabinas telefónicas y resto de mobiliario urbano, fachadas de edificios, ascensores y escaleras, vagones de metro e infraestructuras de las estaciones.
- ✚ En la industria: equipamiento para la fabricación de productos alimentarios y farmacéuticos, plantas para el tratamiento de aguas potables y residuales, plantas químicas y petroquímicas, componentes para la automoción y aeronáutica, depósitos de combustible y productos químicos.

2.3 Tipos de acero inoxidable

Los aceros inoxidables que contienen solamente cromo se llaman **ferríticos**, ya que tienen una estructura metalográfica formada básicamente por ferrita. Son magnéticos y se distinguen porque son atraídos por un imán. Con porcentajes de carbono inferiores al 0,1 % C (carbono), estos aceros no son endurecibles por tratamiento térmico. En cambio, los aceros entre 0,1% y 1% en C (carbono) sí son templables y se llaman aceros inoxidables **martensíticos**, por tener martensita en su estructura metalográfica. Éstos también son magnéticos.

Los aceros inoxidables que contienen más de un 7% de níquel se llaman **austeníticos**, ya que tienen una estructura formada básicamente por austenita a temperatura ambiente (el níquel es un elemento gammágeno que estabiliza el campo de la austenita). No son magnéticos.

Los aceros inoxidables austeníticos se pueden endurecer por deformación, pasando su estructura metalográfica a contener martensita. Se convierten en parcialmente magnéticos, lo que en algunos casos dificulta el trabajo en los artefactos eléctricos.

Tabla 2.1 Aplicación de los diferentes tipos de acero.

Tipo de acero inoxidable	Aplicación
Austenítico (resistente a la corrosión)	• Equipos para industria química y petroquímica. • Equipos para industria alimenticia y farmacéutica • Construcción civil • Vajillas y utensilios domésticos
Ferrítico (resistente a la corrosión, más barato)	• Electrodomésticos (cocinas, heladeras, etc.) • Mostradores frigoríficos • Monedas • Industria automovilística • Cubiertos
Martensítico (dureza elevada)	• Cuchillería • Instrumentos quirúrgicos como bisturí y pinzas • Cuchillos de corte • Discos de freno

También existen los aceros **dúplex**, en las que se encuentran lo siguientes datos, ($20\% < Cr < 30\%$), ($5\% < Ni < 8\%$), ($C < 0.03\%$), no endurecibles por TT, muy resistentes a la corrosión por picaduras y buen comportamiento bajo tensión. Estructura de ferrita y austenita. A todos los aceros inoxidables se les puede

añadir un pequeño porcentaje de molibdeno, para mejorar su resistencia a la corrosión por cloruros.

Los grados de acero inoxidable AISI304, 304 L y AISI316, 316 L corresponden al grupo de los aceros inoxidables austeníticos. Este grupo es el más indicado para las aplicaciones donde se requiere una gran resistencia a la corrosión, buena presencia y facilidad de limpieza. El acero inoxidable austenítico es no magnético con lo que las partículas férricas y residuos magnéticos no se quedan adheridos, facilitando la limpieza e impidiendo zonas de acumulación de residuos. El acero inoxidable AISI304 contiene un 18% de cromo y un 10% de níquel, con el cual se obtiene una buena resistencia a la corrosión en la mayoría de las aplicaciones. Si se requiere una resistencia superior, el acero AISI 316L es el indicado. Contiene un 17% de cromo, 12% de níquel y 2,2% de molibdeno. El acero inoxidable no asegura la resistencia a la corrosión en todos los medios, sobretodo con soluciones reductoras como el ácido clorhídrico o el ácido oxálico y en concentraciones elevadas y/o elevada temperatura.

2.4 Familia de los aceros inoxidables

Aleaciones de acero inoxidable que se comercializan:

-  Acero inoxidable extrasuave: contiene un 13% de Cr y un 0,15% de C. Se utiliza en la fabricación de: elementos de máquinas, álabes de turbinas, válvulas, etc. Tiene una resistencia mecánica de 80 kg/mm² y una dureza de 175-205 HB.
-  Acero inoxidable 16Cr-2Ni: tiene de 0,20% de C, 16% de Cr y 2% de Ni; resistencia mecánica de 95 kg/mm² y una dureza de 275-300 HB. Se suelda con dificultad, y se utiliza para la construcción de álabes de turbinas, ejes de bombas, utensilios de cocina, cuchillería, etc.
-  Acero inoxidable al cromo níquel 18-8: tiene un 0,18 de C, un 18% de Cr y un 8% de Ni Tiene una resistencia mecánica de 60 kg/mm² y una dureza de 175-200Hb, Es un acero inoxidable muy utilizado porque resiste bien el calor hasta 400 °C.

- ✚ Acero inoxidable al Cr- Mn: tiene un 0,14% de C, un 11% de Cr y un 18% de Mn. Alcanza una resistencia mecánica de 65 kg/mm² y una dureza de 175-200HB. Es soldable y resiste bien altas temperaturas. Es amagnético. Se utiliza en colectores de escape.

La forma original del acero inoxidable todavía es muy utilizada, los ingenieros tienen ahora muchas opciones en cuanto a los diferentes tipos. Están clasificados en diferentes familias metalúrgicas. Cada tipo de acero inoxidable tiene sus características mecánicas y físicas y será fabricado de acuerdo con la normativa nacional o internacional establecida.

2.5 Criterio de técnicos

La elección de un acero inoxidable se basa en una serie de criterios relacionados directamente con su excelente resistencia a la corrosión. Esta propiedad otorga al material inoxidable una duración excepcional entre la mayoría de medios y sus aplicaciones. A esta propiedad fundamental, hay que añadir las características mecánicas (resistencia mecánica, ductilidad, tenacidad) que cubre una gran gama de temperaturas, desde las temperaturas criogénicas hasta las que superan los 1000°C. La unión de estas propiedades hace del acero inoxidable un material para estructuras, en el que la relación elevada entre el módulo de Young y la densidad permite unos comportamientos excelentes en términos de ligereza. Gracias a su gran facilidad para poder ser trabajados con las técnicas habituales basadas en la deformación en frío (deformación, plegado, embutición, etc.) y en la unión (soldaduras, pegado, etc.) los aceros inoxidables, permiten, un número siempre creciente de realizaciones en los que el aspecto de los acabados (rugoso, recocido brillante, pulido) juega también un papel importante. La capacidad de embutición profunda, sobre todo la de los tipos austeníticos (aleaciones: Fe-Cr-Ni), permite obtener unas piezas de forma particularmente compleja.

El acero inoxidable es considerado como el material más adecuado para las aplicaciones alimentarias y médicas. En efecto, no altera las propiedades organolépticas de los alimentos y es fácil de limpiar, desinfectar y esterilizar.

Por último, el acero inoxidable es 100% reciclable. Teniendo en cuenta su valor, el acero inoxidable se recicla en un porcentaje muy elevado y los nuevos productos son totalmente idénticos al tipo reciclado. Esta propiedad debe ser señalada a la hora de compararlo con el resto de los materiales.

2.6 Acero inoxidables serie 300

Estos aceros inoxidables de tipo austeníticos son los más difundidos en el mercado, se caracterizan por tener una buena resistencia a los agentes atmosféricos, mayor resistencia a la acción corrosiva de los ácidos y tener además, en general a elevadas temperaturas buena resistencia mecánica y buena resistencia a la oxidación. Los mas usados son 304, 304L, 316, 316L, 317L, 310, 321.

2.6.1 AISI 316 L

Dentro de los aceros inoxidables, los austeníticos son los más utilizados por su amplia variedad de propiedades. Se obtienen agregando Níquel a la aleación Fe-Cr, por lo que la estructura cristalina del material es austenítica a temperatura ambiente.

El mayor riesgo de estos aceros es que son susceptibles al fenómeno de sensibilización. Este fenómeno fue observado por primera vez en la zona afectada por el calor en un acero inoxidable austenítico soldado, y puede producirse por un calentamiento prolongado seguido de un enfriamiento lento o por el contrario cuando los aceros inoxidables austeníticos son calentados entre 425 y 815 °C y luego enfriados, desarrollando una corrosión intergranular. La temperatura crítica está alrededor de los 650 °C, donde la permanencia por pocos segundos es suficiente para permitir el deterioro del metal.

Los aceros inoxidables austeníticos 316L son ampliamente usados en las industrias química, petroquímica, térmica y nuclear debido a su excelente resistencia a la corrosión, buenas propiedades mecánicas a elevadas temperaturas, además que pueden ser soldados por procesos muy variados. Debido a su alta ductilidad y tenacidad, a su elevada resistencia a altas temperaturas y a la corrosión, estos aceros son utilizados en un amplio intervalo

de temperatura (-196 y 900°C). Sin embargo, los procedimientos normales de soldadura introducen en el metal la posibilidad a la precipitación de una gran variedad de carburos, lo que trae como consecuencia que el acero sea susceptible a la corrosión, incluida la corrosión inducida por microorganismos, generando muchas veces daños significativos, que involucran pérdidas cuantiosas a la industria.

Tabla 2.2 Composición química del acero AISI 316 L en % teórica. (*Hoja técnica del material*).

Acero	C	S	Si	Mn	Cr	Ni	Mo
AISI 316L	<0.03	<0.03	<1.00	<2.00	16,00- 18.00	10.00- 14.00	1.20- 2.75

Utilización:

- 🔧 Varillas de soldadura (electrodos revestidos).
- 🔧 Piezas en la industria química y petroquímica. Industria textil. Industria fotográfica. Industria farmacéutica. Industria de la pintura. Industria alimenticia. Industria lechera. Industria de la carne. Industria vitivinícola (vino blanco). Industria del algodón.
- 🔧 Piezas y utensilios en la construcción marítima.

2.6.1.1 Acero AISI 316

La adición de 1 a 2% de molibdeno al acero del tipo 304, sirve para mejorar su resistencia a la corrosión, sobre todo en condiciones desfavorables, como es el caso de altas presiones o elevadas temperaturas de trabajo. Este acero se emplea mucho para elementos de maquinarias e instalaciones dedicadas a la industria de pulpa y de papel, da muy buen resultado en contacto con altas concentraciones de ácido acético, fosfórico, tartárico, y otros ácidos similares.

2.7 Corrosión

Es la destrucción o deterioro de un material causado por su reacción con el ambiente. Se considera el término corrosión en algunos casos solo en metales.

La corrosión de metales se define como el ataque destructivo no intencional de un metal; se produce por mecanismo electroquímico y por lo común se inicia sobre la superficie. Pueden también incluirse bajo corrosión el deterioro de cerámicos, plásticos, goma y otros materiales no metálicos, por ejemplo el deterioro de pinturas y gomas debido a la luz solar o a productos químicos.

- ✚ La corrosión puede ser rápida o lenta. Un acero inoxidable es atacado en horas por algunos ácidos (corrosión rápida). Los rieles del ferrocarril tienen corrosión muy lenta (años).
- ✚ Muchos ambientes son corrosivos, y por causas diferentes (a) aire y humedad, (b) agua salada, (c) atmósfera urbana, industrial y aún rural, (d) vapor de agua y otros gases, como amoníaco, dióxido de sulfuro, vapores de combustibles, (e) suelos, (f) solventes, (g) petróleo y sus derivados, (h) productos alimenticios, etc. Importa la concentración. En general, los materiales inorgánicos son más corrosivos que los orgánicos.
- ✚ Las temperaturas elevadas y la presión son factores que producen mayor corrosión. Estas condiciones se encuentran en la industria química, producción de energía, centrales nucleares.
- ✚ La corrosión puede clasificarse según ocurra con altas o bajas temperaturas.
- ✚ La corrosión puede ser húmeda o seca. La corrosión húmeda ocurre cuando hay un líquido, por ejemplo, acero en agua. En corrosión seca ocurre con vapores o gases, a temperaturas altas. Pequeñas cantidades de humedad pueden cambiar el escenario de corrosión mucho.
- ✚ Otra clasificación es si ocurre por combinación directa (oxidación) o si es electro – química.
- ✚ Desde el punto de vista de la mecánica de materiales, la corrosión tiene algunos efectos directos:
 - (a) Reducción del espesor efectivo del material.
 - (b) Microfisuración y cambios en fisuración.

(c) Cambios en la resistencia a fatiga.

(d) Concentra esfuerzos.

✚ Desde el punto de vista de la ingeniería, la corrosión puede producir (a) Falla inesperada por corrosión. A veces un cambio en las condiciones de producción cambia las condiciones del ambiente, que puede agredir al material. (b) Una apariencia no aceptable (del mismo modo que no aceptamos deflexiones grandes aunque no comprometan la seguridad estructural), (c) contaminación de un producto que se almacena y se transporta, por transmitirle oxidación del metal. (d) Perforación de una tubería con pérdida del líquido que se transporta, y sus consecuencias ulteriores, o bien que descargan productos tóxicos al ambiente.

La Corrosión es la causa general de la destrucción de la mayor parte de los materiales naturales o fabricados por el hombre. Si bien esta fuerza destructiva ha existido siempre, no se le ha prestado atención hasta los tiempos modernos, con el avance de la tecnología. El desarrollo de la industria y el uso de combustibles, en especial el petróleo, han cambiado la composición de la atmósfera de los centros industriales y grandes conglomerados urbanos, tornándola mas corrosiva.

La producción de acero y las mejoras de sus propiedades mecánicas, han hecho de él un material muy útil, junto con estas mejoras, se esta pagando un tributo muy grande a la corrosión, ya que el 25% de la producción mundial anual del acero es destruida por la corrosión.

La corrosión de los metales constituye una de las pérdidas económicas más grande de la civilización moderna. La rotura de los tubos de escape y silenciadores de los automotores; el cambio continuo de los serpentines de los calefones domésticos; roturas de los tanques de almacenamiento y tuberías de conducción de agua; el derrumbe de un puente; la rotura de un oleoducto que transporta crudo (aparte del costo que acarrea el cambio del mismo hay que tener en cuenta el problema de contaminación del petróleo derramado, que muchas veces es irreversible, así como también el paro de la refinería).

2.7.1 Influencia de la temperatura

La temperatura es una condición que puede ser causante de la sensibilización del material, esta variable aumenta la tasa de casi todas las reacciones químicas. En algunos casos hay se comporta como condición critica del material, específicamente para el acero inoxidable AISI 316L presenta problemas por encima de los 645 °C.

2.7.2 Influencia de la concentración del medio corrosivo

Algunos materiales precisan de una concentración del corrosivo para tener tasas de corrosión significativas Otros aumentan inicialmente pero a medida que tienden a ser más puros pasan a ser casi inertes. Por eso, muchos ácidos comunes puros (sulfúrico, acético, etc.) son casi inertes a temperaturas moderadas. Algunos metales y aleaciones que normalmente son activos, bajo ciertas condiciones pasan a ser inertes. Este fenómeno se llama pasividad, y ocurre en cromo, níquel, titanio. Se forma una película fina de oxido sobre la superficie del metal que sirve de barrera de protección contra la oxidación. Los aceros inoxidables con 11% Cr son pasivos bajo muchas condiciones ambientales.

2.7.3 Formas de corrosión

A continuación se presenta un diagrama de los tipos de corrosión (ver figura 2.1).

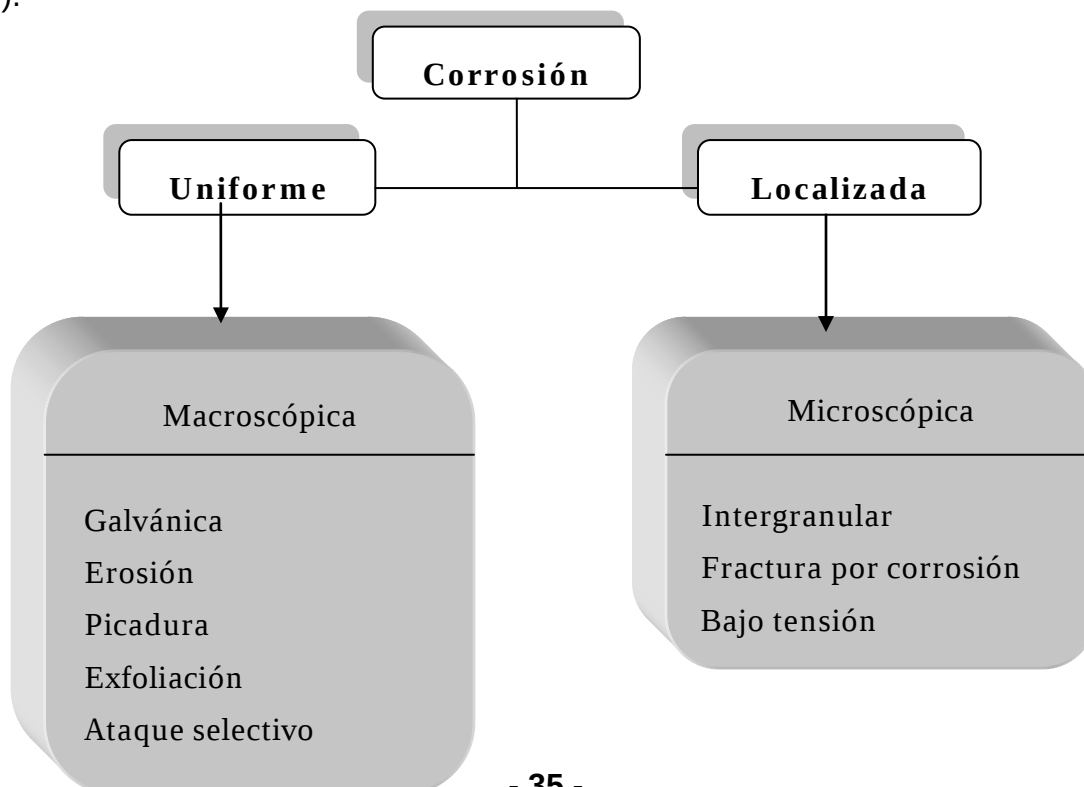


Figura 2.1 Esquema de formas de corrosión.

Se considera la apariencia del metal con corrosión. En general basta inspección visual para distinguir entre las formas de corrosión siguientes:

2.7.3.1 Corrosión uniforme

La reacción actúa sobre toda la superficie expuesta (o sobre un área grande) (ver figura 2.2). El espesor del metal se reduce y eventualmente falla. Representa la mayor destrucción de metal. La vida de un equipo o estructura puede estimarse mediante ensayos. Se previene con protección catódica. Las otras formas de corrosión son localizadas, y la zona afectada se reduce a partes de la estructura (ver figura 2.3). Tienden a causar fallas prematuras o inesperadas. Son más difíciles de calcular.

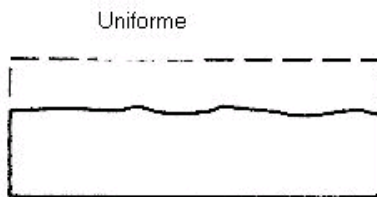


Figura 2.2 Corrosión uniforme teórica.

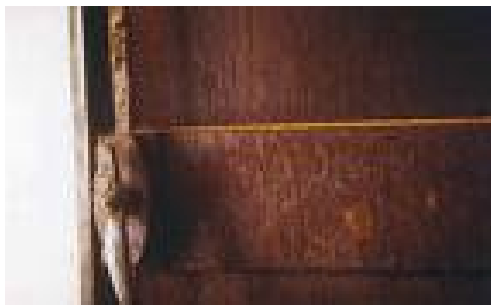


Figura 2.3 Corrosión uniforme en la industria. (TPI. S.A.).

2.7.3.2 Corrosión galvánica o bimetálica

Dos metales diferentes generalmente tienen diferencias de potencial cuando se los coloca en una solución conductiva. Si se ponen en contacto los metales, entonces hay flujo de electrones entre ellos. El metal menos resistente a corrosión pasa a ser ánodo, el más resistente pasa a ser cátodo. El cátodo se corroe muy poco en este caso, pero el ánodo aumenta su corrosión, comparado con los metales aislados entre sí (ver figura 2.4). Este principio puede usarse como forma de protección de una estructura. La estructura se usa como cátodo. Como ánodo se usa Zn o magnesio (Mg), que no son resistentes a corrosión. El ánodo se sacrifica (ver figura 2.5).

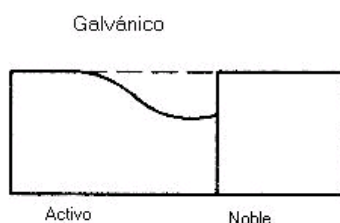


Figura 2.4 Corrosión galvánica teórica.



Figura 2.5 Corrosión galvánica en la industria. (TPI. S.A.)

2.7.3.3 Corrosión localizada en aberturas (crevice corrosion)

En aberturas pequeñas (pueden ser hendiduras, grietas) se acumulan pequeñas cantidades de solución estancada. Se deposita una sustancia (arena, polvo, corrosivo) que actúa como escudo y crea las condiciones de ambiente estancado por debajo de él (ver figura 2.6). Se puede cortar el acero inoxidable colocándole una banda de goma alrededor y sumergiéndolo en agua de mar. El efecto es formar una celda donde se concentra la corrosión (ver figura 2.7).

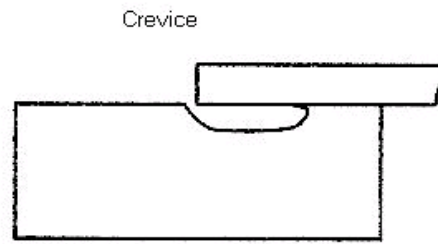


Figura 2.6 Corrosión localizada en aberturas teórica.



Figura 2.7 Corrosión localizada en aberturas en la industria. (TPI. S.A.)

2.7.3.4 Corrosión tipo picadura (pitting)

Es una forma de corrosión localizada en grado extremo, que produce un agujero en el metal. Pueden hacer agujeros aislados o tan cercanos que dan la impresión visual de una superficie rugosa (ver 2.8). Es una de las formas más destructivas, pero la pérdida de material es muy poca. Es difícil medirlo porque la perforación queda cubierta con el óxido. A veces requieren tiempos largos para actuar (meses o años). Generalmente crece en la dirección de la gravedad (ver figura 2.9).

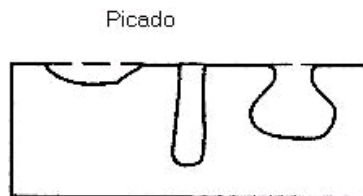


Figura 2.8 Corrosión tipo perforación teórica.

Los ambientes típicos capaces de desarrollar corrosión por picaduras son el agua marina y en general las aguas que contienen iones de cloro, sobre todo si están estancadas.

Para evitar este tipo de ataque conviene tener en cuenta lo siguiente:

- ✚ Asegurarse que las superficies se encuentren descontaminadas, eliminando toda traza de hierro.
- ✚ Eliminar la capa de óxidos metálicos de los cordones de soldadura en las zonas adyacentes.
- ✚ Evitar la sensibilización del material tanto en procesos de soldadura como por calentamiento.

Es importante destacar que para evaluar la corrosión por picadura se selecciono una comparación visual entre el material inicial y material expuesto a ácido oxálico.



Figura 2.9 Corrosión tipo picadura en la industria. (TPI. S.A.)

2.7.3.5 Corrosión intergranular

En la mayoría de los casos, los bordes entre los granos no cumplen ningún rol especial, pero bajo ciertas condiciones, las interfaces de granos son muy reactivas y se produce corrosión localizada, sin que aparezca corrosión en los granos (ver figura 2.10). Los granos se reparan, la aleación se desintegra o pierde rigidez. Puede ser causada por impureza en los contornos de los granos. Es muy severa

en soldaduras de acero inoxidable que ha sido calentado 500 a 800C (ver figura 2.11).

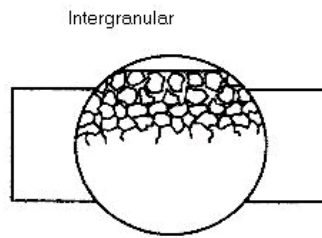


Figura 2.10 Corrosión intergranular teórica.

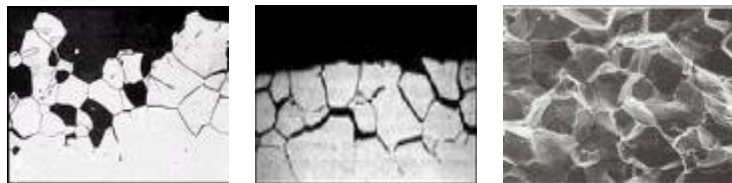


Figura 2.11 Corrosión intergranular en la industria. (TPI. S.A.)

Para evitar la corrosión intergranular:

- ✚ Evitar calentar y enfriar lentamente en el rango de sensibilización (450 a 850 °C)
- ✚ Emplear aceros de bajo contenido de carbono (aceros grado "L"), para evitar la formación de carburos de cromo.
- ✚ Emplear aceros estabilizados (aceros con titanio).

El agrietamiento intergranular se evalúa mediante el uso de un microscopio óptico con cámara digital, con acercamientos de 100X, 200X, 400X y 1000X.

2.7.3.7 Lixiviado selectivo (selective leaching)

Es extraer el líquido de un material, o la remoción de un elemento de una aleación sólida por un proceso de corrosión. Se extrae un componente, como el Zn, aluminio, cobalto, etc. Este tipo de corrosión puede ser uniforme o localizada.

2.7.3.8 Corrosión por erosión

Ocurre por el movimiento relativo entre un fluido corrosivo y la superficie de un metal. En general este movimiento es bastante rápido y ocurren desgastes

mecánicos o abrasión. El proceso remueve metal de la superficie como iones disueltos o forma productos sólidos de corrosión que son barridos mecánicamente de la superficie metálica. Aparecen ranuras, ondulaciones, agujeros redondeados, pero con un patrón direccional dado por el movimiento del fluido. Las fallas ocurren en tiempos cortos (semanas) y son inesperadas porque los ensayos de laboratorios se hacen en condiciones estáticas que no reflejan las condiciones de erosión del flujo (ver figura 2.12).



Figura 2.12 Corrosión por erosión en la industria. (TPI. S.A.)

2.7.3.9 Corrosión bajo tensión

Es la fisuración producida por corrosión bajo tensión de tracción. Cuando hay fisuras por corrosión bajo tensión (SCC) el resto de la superficie no aparece afectada y aparecen fisuras finas que van creciendo. Las tensiones necesarias para falla por SCC son del orden de las de diseño. La apariencia de las fisuras es como si fuera fractura frágil, puede ser entre granos o ir por dentro de granos. Para diferentes tipos de acero el comportamiento es similar: al aumentar el esfuerzo aplicado (σ) disminuye el tiempo de reacción, es decir aparece más rápido el (tR). La fuente de esfuerzo (σ) puede ser cargas externas, tensiones residuales, térmicas, de soldadura. Inicialmente la tasa de progreso de una fisura es constante, hasta que la sección transversal se reduce y aumenta (σ), hasta que se produce la rotura como un proceso mecánico.

2.7.4 Protección contra la corrosión

Dos mecanismos: protección catódica o anódica. Catódica: se hace supliéndole electrones a la estructura que se protege. Esto evita que se disuelva el metal. Hay dos maneras de hacerlo: (1) Por una fuente eléctrica externa, (2) por acoplamiento

galvánico. La corrosión ataca al magnesio, que cede electrones. El magnesio actúa como ánodo, que se sacrifica para salvar el acero (cátodo). Se usa en tuberías enterradas, con ánodos espaciados a lo largo de la tubería para proveer corriente uniforme.

Anódica: se basa en formar una película protectora sobre metales por medio de corrientes anódicas aplicadas externamente. Usa corrientes pequeñas, pero para instalarla hace falta una instrumentación compleja. Es más nueva que la protección catódica.

Recubrimientos proveen un escudo (pinturas, barnices, laqueadas) son lo más comunes protección. Hay que preparar la superficie, y la adherencia debe ser buena.

2.8 Efecto de algunos componentes

En la actualidad se han efectuado impulsos para tratar de caracterizar a los componentes que conforman un material, o bien una aleación, para así designarlos por separados si son o no perjudiciales para la resistencia que presentan en distintos medios para combatir contra un agente corrosivo. Estos impulsos han traído buenos resultados como lo es el caso del cromo Cr y el Co que son componentes benéficos en ciertas condiciones de trabajo.

2.9 Condiciones de exposición

La velocidad de corrosión para una aleación dada dependerá de necesariamente de diversas variables relacionadas con las condiciones de exposición como la composición y velocidad de flujo de la atmósfera, la composición y espesor del material a estudiar específicamente acero AISI 316L, la temperatura, los tiempos de exposición.

2.10 Ensayos de laboratorio

Se han ideado diversos ensayos de corrosión acelerada, en busca de estudiar la corrosión y de evaluar aleaciones importantes y de uso y aplicaciones frecuentes. A medida que el ensayo duplica más exactamente las condiciones del equipo aumenta necesariamente el costo, la complejidad y el tiempo de los

misimos. A cambio la confiabilidad de los datos aumenta. Los ensayos aplicados con complejidad son sensibilización, ataque corrosivo con ácido oxálico, tratamiento térmico. A continuación una breve descripción de los ensayos de laboratorio.

2.10.1 Sensibilización

Cuando los aceros están sometidos a determinados tiempos a las temperaturas entre 450 y 850 °C, los aceros inoxidable austeníticos están sujetos a la precipitación de carburos de cromo en sus contornos de granos, lo que los torna sensibilizados. Esta precipitación abundante de carburos, la sensibilización, resulta en la disminución del tenor de cromo en las regiones vecinas a los bordes, regiones que tienen así su resistencia a la corrosión drásticamente comprometida, tornando el material susceptible a la corrosión intergranular en ciertos medios. Las zonas térmicamente afectadas por operaciones de soldado son particularmente sensibles a esta forma de corrosión, ya que durante el ciclo térmico de soldado parte del material es mantenido en la faja crítica de temperaturas. (ASTM A262-02a).

2.10.2 Tratamiento térmico

Se conoce como tratamiento térmico el proceso al que se someten los [metales](#) u otros [sólidos](#) con el fin de mejorar sus propiedades mecánicas, especialmente la [dureza](#), la [resistencia](#) y la [tenacidad](#). Los materiales a los que se aplica el tratamiento térmico son, básicamente, el [acero](#) y la [fundición](#), formados por hierro y carbono. También se aplican tratamientos térmicos diversos a los sólidos cerámicos.

Las características mecánicas de un material dependen tanto de su composición química como de la estructura cristalina que tenga. Los tratamientos térmicos modifican esa estructura cristalina sin alterar la composición química, dando a los materiales unas características mecánicas concretas, mediante un proceso de calentamientos y enfriamientos sucesivos hasta conseguir la estructura cristalina deseada.

Entre estas características están:

- ✚ Resistencia al desgaste: Es la resistencia que ofrece un material a dejarse erosionar cuando está en contacto de fricción con otro material.
- ✚ Tenacidad: Es la capacidad que tiene un material de absorber energía sin producir fisuras (resistencia al impacto).
- ✚ Maquinabilidad: Es la facilidad que posee un material de permitir el proceso de mecanizado por arranque de viruta.
- ✚ Dureza: Es la resistencia que ofrece un acero para dejarse penetrar. Se mide en unidades BRINELL (HB) o unidades ROCKWELL C (HRC), mediante el test del mismo nombre.

Los principales tratamientos térmicos son:

- ✚ Temple: Su finalidad es aumentar la dureza y la resistencia del acero. Para ello, se calienta el acero y se enfría luego rápidamente (según características de la pieza o material en estudio) en un medio como agua, aceite, etcétera.
- ✚ Revenido: Sólo se aplica a aceros previamente templados, para disminuir ligeramente los efectos del temple, conservando parte de la dureza y aumentar la tenacidad. El revenido consigue disminuir la dureza y resistencia de los aceros templados, se eliminan las tensiones creadas en el temple y se mejora la tenacidad, dejando al acero con la dureza o resistencia deseada. Se distingue básicamente del temple en cuanto a temperatura máxima y velocidad de enfriamiento.
- ✚ Recocido: Consiste en un calentamiento hasta temperatura de austenitización (800-925°C) seguido de un enfriamiento lento. También facilita el mecanizado de las piezas al homogeneizar la estructura, afinar el grano y ablandar el material, eliminando la acritud que produce el trabajo en frío y las tensiones internas.

- ✚ Normalizado: Tiene por objeto dejar un material en estado normal, es decir, ausencia de tensiones internas y con una distribución uniforme del carbono. Se suele emplear como tratamiento previo al temple y al revenido.

2.11 Descripción del problema de corrosión en aplicaciones industriales

Los aceros inoxidables austeníticos son un importante tipo de aleación de ingeniería muy utilizados debido a que poseen gran estabilidad química. Por otra parte, son ampliamente utilizados en aplicaciones donde se requiere combinación de alta resistencia a la corrosión, a la conformabilidad y a la soldabilidad, particularmente encontramos a bombas, tuberías, válvulas, recipientes, uniones soldadas, entre otros que son equipos que manejan el traslado de fluidos específicamente ácidos u otros fluidos que pueden ser perjudiciales en los materiales. Razones de tipo económica, y problemas como paradas de equipos, pérdidas de equipos, accidentes laborales, etc.; Esto determina su importancia crítica en el desarrollo de la industria. Es importante realizar una buena selección de un equipo o accesorio de material inoxidable específicamente de la serie 300, debido a que presentan en algunas condiciones fallas por agentes corrosivos.

Resulta que el acero inoxidable AISI 316L, en presencia de algunas soluciones reductoras como el ácido oxálico y el ácido clorhídrico, pueden formar capas corrosivas que influyen en el deterioro del material, tal caso es como en los accesorios o bien equipos ya mencionados como son bombas, tuberías, válvulas, recipientes, uniones soldadas, entre otros, que transportan ácidos o fluidos corrosivos. Mas aun si estos equipos y accesorios son sometidos a tratamientos térmicos, mecanizados, sensibilizados, poniéndose en ambiente de criticidad para su condición de trabajo.

Se han efectuado diversos ensayos siguiendo las normativas establecidas por norma ASTM A 262-02a, con la finalidad de evaluar los materiales inoxidables en presencia de ácidos como oxálico, clorhídrico, otros. Esto para evaluar el rendimiento que pueden tener estos materiales en diversas condiciones de trabajo y para unas condiciones críticas, para lograr tener un patrón de selección adecuado.

2.12 Origen del problema

El acero inoxidable no asegura la resistencia a la corrosión en todos los medios, sobretodo con soluciones reductoras como el ácido clorhídrico o el ácido oxálico, en concentraciones elevadas y diferentes temperaturas.

2.13 Acido oxálico

El ácido oxálico o también llamado ácido etanodioico ($C_2H_2O_4$), es incoloro, cristalino, compuesto orgánico tóxico de la familia de los ácidos carboxílicos, soluble en agua, alcohol y éter. El ácido oxálico se oxida fácilmente y se combina con calcio, hierro, sodio, magnesio potasio para formar sales menos solubles llamadas oxalatos. Estos oxalatos son útiles como agentes reductores en fotografía, blanqueador y removedor de herrumbre.

Son ampliamente usados como purificantes en la industria farmacéutica, agente de precipitado en el proceso de metal de tierras raras, agente blanqueador en la industria textil y de madera, removedor de herrumbre en el tratamiento del metal, tratamiento del agua residual, ácido limpiador en lavanderías y en radiadores de automóviles.

2.14 Antecedentes

 Ing. Samuel Rosario Francia, Ing. Juan Carlos Yácono Llanos. (2005). Se plantearon como objetivo presentar de una manera general el problema de la corrosión y sus posibles soluciones, aun cuando no se pretende indicar cuál es la mejor solución posible a casos específicos. Solo pretende advertir a los ingenieros de diseño, inversionistas, empresarios, gobierno, entidades científicas y tecnológicas, profesionales de todas las carreras, médicos y estudiantes en general sobre la importancia que debemos dar a los fenómenos de la corrosión por los daños que causa, y que el apoyo económico a las investigaciones en este campo quedará plenamente justificado.

-  Yelitza Figueroa de Gil et al, (2008). En su estudio se concentraron en la evaluación de la relación entre la microestructura y la corrosión inducida por bacterias sulfato reductoras (BSR), en un acero inoxidable austenítico 316L, soldado eléctricamente con material de aporte similar designado como electrodo ER316L. Los resultados muestran que el AISI 316L experimentó corrosión por efecto de BSR, es decir que la condiciones de anaerobiosis y la producción de sulfuro por las BSR interrumpe la película pasiva formada sobre el acero, generando una corrosión localizada con las típicas picaduras.
-  Solange Y. Paredes Dugarte, Benjamin Hidalgo Prada (2006). El propósito del trabajo consistió en utilizar la interferometría óptica para analizar superficies de una aleación comercial de aluminio 3003 (Al-Mn) corroídas en medio ambiente salino. Los perfiles en 2D y 3D generados por el software del equipo, permitieron determinar con precisión las profundidades de las picaduras y caracterizar las morfologías de las mismas. Las medidas de las profundidades de las picaduras permitieron establecer un factor de picadura, independiente del tiempo, con valor promedio de 2,5 para esta aleación de aluminio 3003, lo cual evidencia un ataque altamente localizado. Esta técnica proporciona un modo directo y confiable para evaluar superficies de aluminio corroídas por picaduras.
-  Dr. Luís A. Godoy (2006). Revista "MECANICA AVANZADA DE MATERIALES". El presente artículo muestra diversos tópicos importantes al momento de incurrir en la investigación no solo de la corrosión en metales sino también en otros materiales. Pueden también incluirse bajo corrosión el deterioro de cerámicos, plásticos, goma y otros materiales no metálicos, por ejemplo el deterioro de pinturas y gomas debido a la luz solar o a productos químicos. Se presentan además los factores de diseño para cuando esta presente la corrosión.

✚ Claudia Patricia Ossa, et al (2003). En su estudio de la resistencia a la corrosión de aceros inoxidables austeníticos usados en implantes quirúrgicos. El objetivo del trabajo fue evaluar la resistencia a la corrosión por picadura e intergranular de tres aceros inoxidables austeníticos, utilizados en implantes quirúrgicos. La resistencia a la corrosión por picadura fue evaluada a través de ensayos electroquímicos, la corrosión intergranular a través de la práctica A (ASTM A262) y del método de Reactivación Electroquímica Potenciodinámica.

Capítulo 3.

3 Marco metodológico

3.1 Nivel de la investigación

Los niveles de estudio que se aplicaran a la investigación para el desarrollo, conclusión y recomendaciones de la situación planteada son del tipo experimental.

En lo referido al estudio experimental se quiere especificar las propiedades y características del conjunto que será sometido a los diferentes análisis planteados, para así describir las situaciones, eventos y hechos que se puedan presentar, posteriormente establecer como es y cual es el comportamiento de dicho conjunto. A demás se realizará un enfoque de estudio correlacionado, que permitirá establecer relaciones entre dos o más variables referidas al mismo conjunto.

3.2 Diseño de la investigación

Las estrategias que se emplearan para proporcionar respuestas referidas a las interrogantes de la situación planteada son la investigación documental, lo cual incluyen consultas bibliográficas, información en páginas Web y trabajos de investigación. También se adoptara como estrategia, la investigación experimental, lo cual se refiere a los ensayos a realizar dentro y fuera del laboratorio de materiales y procesos de fabricación.

3.3 Técnicas de recolección de datos

Para la adquisición de información se empleará por medio de la observación directa de los ensayos, el análisis documental de los resultados obtenidos de la evaluación de los resultados de la microscopia óptica, dureza, microdureza, composición química, por otra parte se analizaran las muestras sometidas al ataque con acido oxálico para determinar la susceptibilidad del ataque intergranular en aceros inoxidables austeníticos de acuerdo a la norma ASTM empleados en las muestras. Esta información será recopilada en gráficos, tablas, fotografías y formatos preestablecidos. (*Normas ASTM G1*).

3.4 Técnica de procesamiento de datos

Una vez recolectados los datos y sean previamente representados en tablas, graficas y fotografías, se le aplicará un análisis de acuerdo a los parámetros que están establecidos según la norma ASTM A 262-02a que permitan obtener información para compararlos con los parámetros establecidos. Se analizaran las muestras por observación, a través de la microscopia óptica para inferir sobre sus características y propiedades. (*Normas ASTM G1*).

3.5 Etapas de la metodología

A continuación se presenta un diagrama mediante el cual se explica el orden cronológico de actividades para el desarrollo del ataque corrosivo.

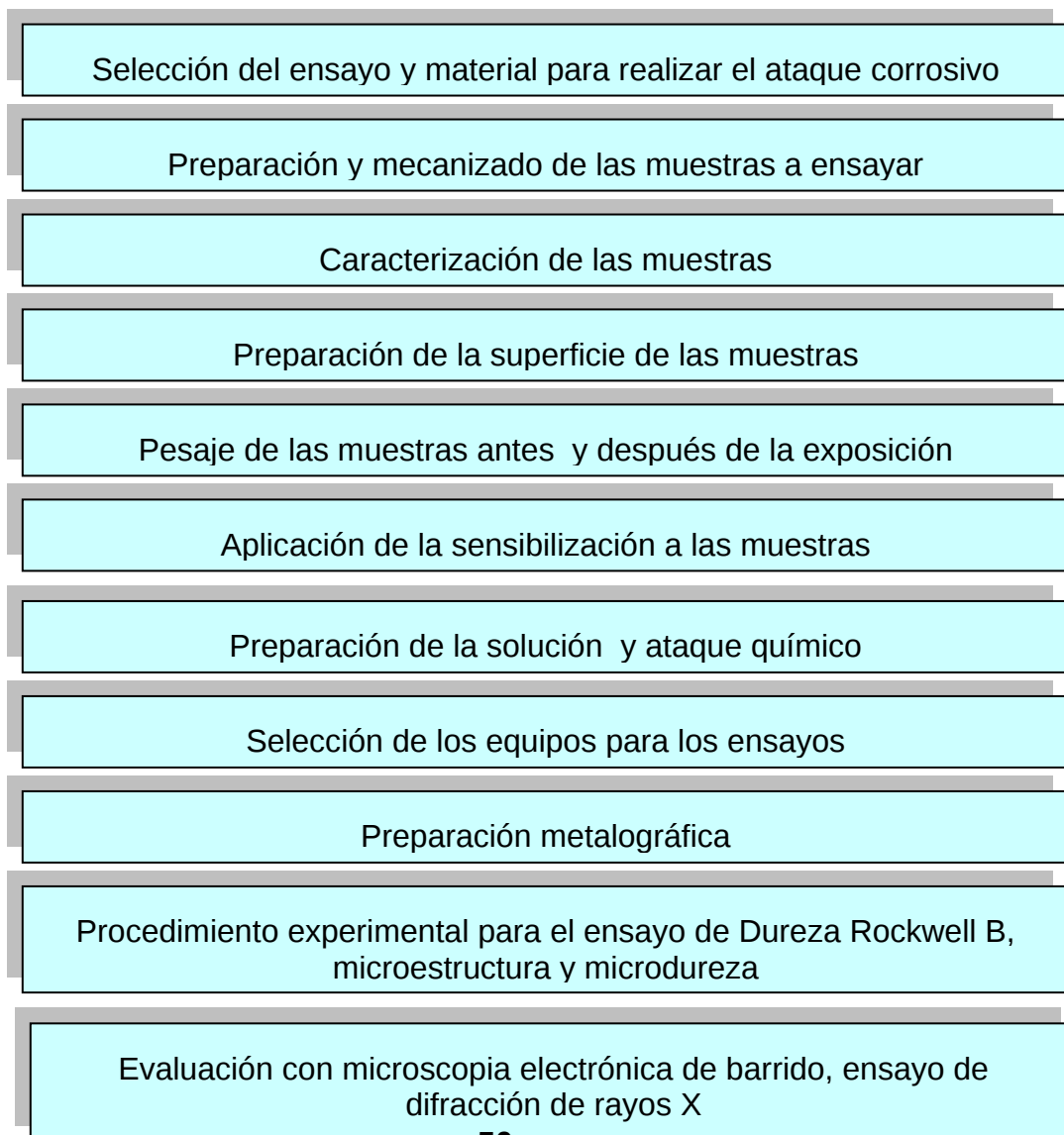


Figura 3.1 Etapas de la metodología.

3.5.1 Selección del ensayo para realizar el ataque corrosivo

De los diversos ensayos para evaluar la presencia de corrosión (agrietamiento intergranular de los metales austeníticos) por el ataque de un ácido, existen diferentes prácticas similares que conforman la norma ASTM A 262-02a, dichas prácticas van desde la A hasta F, se selecciono el ataque químico a través de ácido oxálico sobre el acero inoxidable AISI 316L, que es el ensayo A del compendio, esta prueba es utilizada para la aceptación del material y no para el rechazo del mismo, puede utilizarse en conexión con otras pruebas y de esta manera identificar los especímenes que son capaces de soportar ataque intergranular.

Cada práctica contiene una tabla que muestra las clasificaciones de las estructuras en un cierto grado de acero inoxidable que equivale a aceptable o posiblemente no aceptable a la prueba a realizar. Los especímenes que tienen estructuras aceptables no necesitan ser sometidos a pruebas con ácido caliente. Aquellos especímenes con estructuras no aceptables deben ser probados en soluciones específicas de ácido caliente.

Los aceros y distintos grados de acero con las pruebas de ácido oxálico se encuentran presentados en la tabla 3.1.

Tabla 3.1 Aceros inoxidables aprobados para la realización de pruebas con ácido oxálico. (ASTM A262-02a).

Prueba para determinar susceptibilidad al ataque intergranular	Grado de acero inoxidable permitido
Prueba de clasificación de estructuras de acero inoxidable austenítico con ácido oxálico	AISI: 304, 304L, 316, 316L, 317, 317L

Se desea realizar la prueba sometiendo a la superficie del material a seleccionar al contacto tan cerca como sea posible y similar a las condiciones de

trabajo o condiciones críticas del material. Por tanto es recomendado que la probeta sea estudiada solo en la superficie. En dichas superficies se debe llevar a cabo un desbaste superficial para remover material ajeno al material base y así proveer un material estándar.

3.5.2 Selección del material a estudiar

El material seleccionado para los ensayos es el acero inoxidable AISI 316L, este material se selecciona siguiendo la propuesta de la línea de investigación de la profesora Ing. Laura Sáenz, surge interés especial en dicho material debido a la amplia gama de aplicaciones en la industria.

3.5.2.1 Acero inoxidable AISI 316L

Se realizó la búsqueda de la composición química del acero inoxidable AISI 316L de forma teórica por medio de referencias estándares, para establecer un patrón de referencia que será comparado con las composiciones químicas obtenidas de las diferentes condiciones a la que serán sometidas el acero en estudio. Además se contara con la composición química entregada por el proveedor se muestra en la tabla 3.3.

Tabla 3.2 Composición química del acero AISI 316 L en % teórica. (*Hoja técnica del material*).

Acero	C	S	Si	Mn	Cr	Ni	Mo
AISI 316L	<0.03	<0.03	<1.00	<2.00	16,00- 18.00	10.00- 14.00	1.20- 2.75

3.5.3 Selección de las dimensiones y corte de las muestras a ensayar

En cuanto a la selección de las dimensiones y el corte de las muestras a ensayar se acudió a lo establecido en el ensayo E (Ensayo de susceptibilidad con sulfato de ácido sulfúrico) debido a que se desea estudiar la corrosión en laminas de acero, este ensayo forma parte del compendio de ensayos de la norma ASTM A262-02a, los especímenes tienen la forma que se muestra en la figura 3.2.

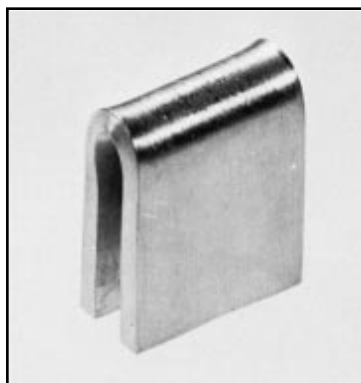


Figura 3.2 Forma de las muestras a ensayar. (ASTM A262-02a).

La superficie de ataque de las muestras no debe ser una superficie muy amplia, proporcionando una reducción de posibilidades que se alteren las condiciones del proceso de corrosión durante la exposición y en este sentido garantizar el recaudo acertado de los resultados arrojados por las muestras a evaluar.

Las dimensiones de las muestras referidas en el ensayo E de la norma ASTM A262-02a son las siguientes: 25 mm. de ancho en la zona de ataque y 25 mm. de largo y de dos milímetros de espesor, como se observa en la figura 3.3.

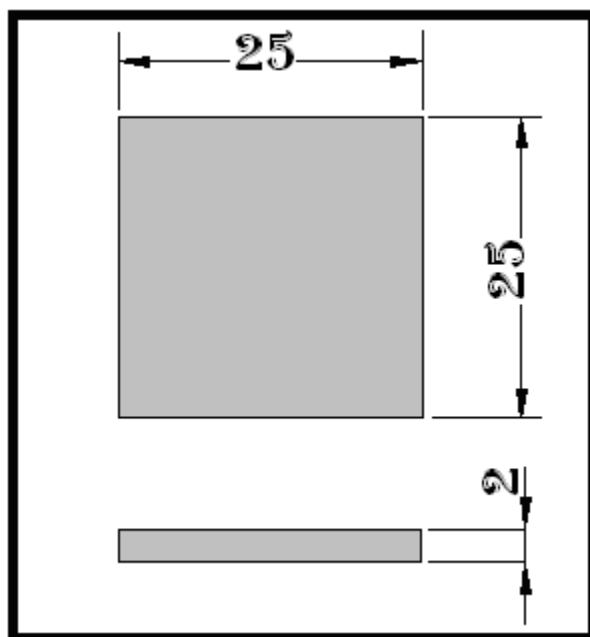


Figura 3.3 Dimensiones (mm.) de las muestras en la zona de ataque. (ASTM A262-02a).

En cuanto el corte de las muestras se utilizara una cizalla, ya que en los aceros con niveles extra bajos en carbono como lo es el AISI 316L, se recomienda dicho proceso metal-mecánico debido a que los cortes por otro proceso como el plasma o esmerilado afectarían la estructura del material en los bordes.

3.5.4 Recepción del material a ensayar

El acero inoxidable AISI 316L a ensayar es una lámina con las siguientes dimensiones: 800 mm. de largo, 400 mm. de ancho y 2 mm. de espesor. Para la realización del ensayo seleccionado, posteriormente será debidamente cortada por una cizalla la cual proporcionara un total de 30 muestras, serán divididas en cinco (5) grupos de seis muestras cada uno. A continuación se presenta la lámina inicial en la figura 3.4.



Figura 3.4 Material recibido inicialmente.

3.5.5 Caracterización de las muestras

Para realizar la comprobación de las características del material a estudiar, se utilizara las referencias bibliográficas revisadas previamente, obtenidas de libros, páginas Web, entre otras. A través de estas revisiones se establecerá la comparación con el ensayo de composición química y de dureza realizado a las muestras al momento de ser recibidas en forma de pletina. Así poder plantear una comparación acorde con lo requerido para el cumplimiento del primer objetivo específico de este trabajo de grado. (ASTM E384, ASTM E92, ASTM E18, ASTM E785)

3.5.5.1 Análisis de composición química

Se desea conocer la composición química presente en las fases del acero AISI 316 L, en este caso se utiliza un espectrómetro de emisión óptica por chispa, se utiliza una porción (50 mm. de largo por 50 mm. de ancho) del material inicial y se realiza un desbaste hasta obtener una superficie homogénea y libre de contaminantes, el espectrómetro realiza una identificación que será analizada posteriormente por un computador conectado al equipo, el cual determina el porcentaje de los principales elementos aleantes presentes en la microestructura del material. Estos valores posteriormente serán comparados con la información suministrada por el fabricante y las referencias bibliográficas.

3.5.6 Mecanizado del material

Para obtener las muestras con la forma que se muestra en la figura 3.2, se deben realizar cortes con cizallas especiales y luego se debe realizar el doblado de las muestras. Se deben obtener las dimensiones mostradas en la figura 3.3.

3.5.7 Preparación de la superficie de las muestras

Para la preparación de las muestras se toma como referencia las normas ASTM G1, en todas las muestras las superficies deben ser desbastadas (papel granulométrico) para poder realizar estudio microscópico. La operación de pulido puede ser llevada a cabo en poco tiempo tomando en cuenta que los rayones no necesitan ser removidos, solo se desea retirar las impurezas que el material pueda tener. Se desea obtener un área pulida de al menos 1 cm². Esta preparación es necesaria en todas las muestras para obtener uniformidad para poder comparar los registros obtenidos de los distintos grupos de muestras, especialmente es realizada esta operación de preparación de la superficie cuando se trata de ensayos con ataques corrosivos a metales.

Durante la preparación de la superficie de las muestras se debe realizar la eliminación de los diferentes defectos que pudiese presentar por el corte, afinado de las dimensiones y algún tratamiento que tenga el material al momento de su recepción. Esto con la finalidad de que las muestras a ensayar sean lo más uniforme posible y poder obtener resultados lo más coherente y característico posible.

Una vez preparadas las muestras se procederá al pesaje de las muestras utilizando equipos que tengan una buena apreciación ya que esto dependerá la obtención de la evaluación de la corrosión presente en las muestras. Para el pesaje se utilizara una balanza. (ASTM G1).

3.5.8 Identificación de las muestras

La identificación se realiza mediante una letra principal que denomina el grupo y una letra secundaria que denomina la cedula de la muestra, de esta manera se diferencian las muestras y se lleva un registro informativo acorde durante los diferentes ensayos. A través de esta identificación se podrá llevar diversos registros (antes de la exposición y después de la exposición del material en contacto con el ácido oxálico) donde se recaudara información como: número de muestra, peso, tiempo de exposición, microestructura, dureza y microdureza. (ASTM G1).

3.5.8.1 Identificación

De los diversos procedimientos que se encuentran propuestos en la norma ASTM G 1, se selecciona el marcaje mecánico. Se realiza la identificación de las muestras mediante troqueles, se obtendrán piezas como se muestra en la figura 3.5.

La primera letra
corresponde con
el ensayo, es decir ensayo
A, B, C, D ó E

Ejemplo:

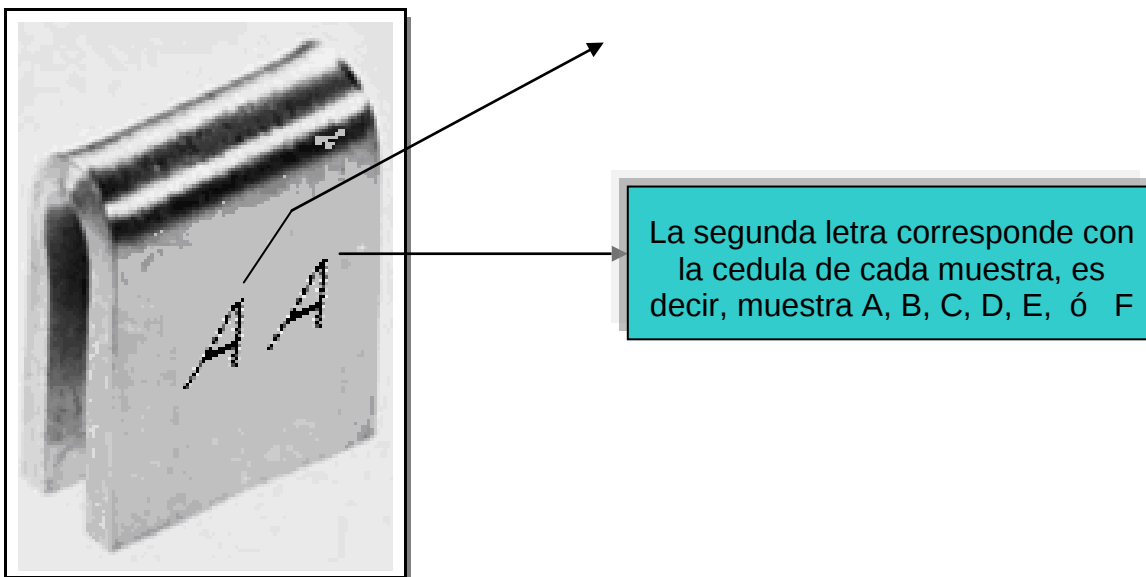


Figura 3.5 Información de las muestras.

Se utilizara la denominación mostrada en la tabla 3.2 para la identificación de los diferentes grupos de muestras para los periodos de tiempo de exposición.

Tabla 3.3 Identificación de los ensayos a realizar.

Nombre del ensayo	Para 240 horas (10 días)	Para 192 horas (8 días)	Para 144 horas (6 días)	Para 96 horas (4 días)	Para 48 horas (2 días)
Identificación del ensayo	A	B	C	D	E

3.5.9 Limpieza y Pesaje de las muestras antes y después del ataque químico

La limpieza inicial de las muestras se realizo utilizando agua destilada, con la finalidad de retirar cualquier tipo de residuo del desbaste de la preparación. El ensayo de pérdida de peso consiste en comparar el peso de la muestra antes y después de realizar el ataque químico con el acido oxálico ($C_2H_2O_4$).

Este es uno de los ensayos que se debe aplicar a las muestras, es de suma importancia conocer el peso de las muestras antes y después de la exposición al ataque químico, así como también antes y después de cada uno de los procesos de limpieza. La pérdida de peso permite evaluar los efectos de la corrosión en los metales. El pesaje se realizara por medio de una balanza (figura 3.19) con una apreciación de 0,1 mg. y reproductibilidad de 0,1 mg. para disminuir errores que provoque datos incorrectos y poco precisos. (ASTM G1).

Se utilizará a tasa de la penetración de la corrosión para determinar el deterioro del material.

$$\text{¡Error! Marcador no definido.} \quad mpy = K \frac{W}{\rho A t} \quad \text{EC. 1}$$

Donde: W [mg] es el peso del material perdido, ρ [g/cm³] densidad de la muestra, 7.98 [g/cm³]; A [cm²] área de exposición de la muestra, 6,25 [cm²]; t [hs] tiempo de exposición, 240 [hs]; mpy = [milímetros por año] es la tasa de corrosión. La constante K= 87,6 [mm/hs].

3.5.10 Selección y aplicación de la sensibilización a las muestras

La sensibilización de las muestras seleccionada se realiza mediante un horno (mufla), la norma ASTM A262-02a recomienda una sensibilización a una temperatura entre 650 a 675 °C durante una hora. Esta operación es recomendada para aceros inoxidables que poseen un bajo porcentaje de carbono y grados estabilizados como lo son 304L, 316L, 317L, 321 y 341. La sensibilización provee la máxima precipitación de carbono presente, dicha operación debe ser aplicada antes que las muestras sean sometidas a la prueba con ácido oxálico, esto con la finalidad de obtener condiciones críticas en las muestras. (ASTM A262-02a).

Posterior a la sensibilización se lleva a cabo la extracción de las muestras transcurrido el tiempo de exposición en el horno para luego ser enfriadas en aire tranquilo a temperatura ambiente. Este procedimiento se realiza de la siguiente manera:

- ✚ Las muestras se colocan en el interior del horno de forma que no haya contacto entre ellas o entre una pieza alguna de las resistencias presentes en el interior del horno de manera de evitar un corto circuito y provocar algún daño al equipo.
- ✚ Se procede a encender el horno con las piezas en su interior hasta que el mismo alcance la temperatura deseada en este caso 675 °C.
- ✚ Una vez alcanzada la temperatura establecida 675 °C, se mantienen las piezas en el horno durante una hora.
- ✚ Luego de transcurrido el tiempo se procederá a apagar el horno.
- ✚ Se realiza el enfriamiento de las muestras en aire tranquilo.

3.5.11 Selección y preparación de la solución para el ataque corrosivo

La solución a utilizar en el ensayo corrosivo previamente establecido se toma de la norma ASTM A262-02a prueba A, es una solución de ácido oxálico al 10%, debe ser preparada añadiendo progresivamente agua destilada a 100 mg. de cristales de ácido oxálico ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), agitando cuidadosamente hasta que los cristales de ácido oxálico se disuelvan completamente y se obtengan 1000 ml de solución. Dicha solución debe ser preparada posterior a la sensibilización para garantizar la concentración. (ASTM A262-02a).

3.5.12 Selección de los equipos para los ensayos

- ✚ Máquina para ensayos de composición química espectrómetro de emisión óptica por chispa. Laboratorio de control de calidad de FIMACA.



Figura 3.6 Espectrómetro de emisión óptica marca Avantis y su computador.

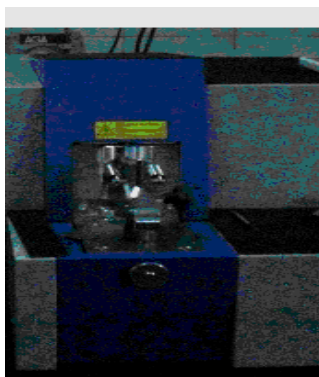


Figura 3.7 Espectrómetro de emisión óptica marca Avantis.

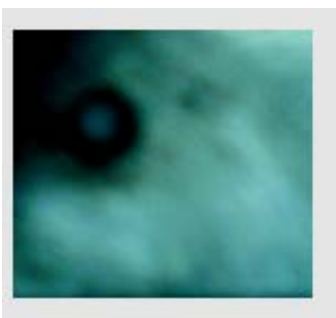


Figura 3.8 Muestra de material después del ensayo con espectrómetro óptico.

- ✚ Equipo para determinar dureza marca BUEHLER. Laboratorio de materiales y procesos de fabricación.



Figura 3.9 Equipo para ensayo de dureza marca BUEHLER.

- ✚ Equipo para microscopia óptica. Laboratorio de materiales y procesos de fabricación.



Figura 3.10 Microscopio óptico.

- ✚ Horno eléctrico THERMOLYNE. Laboratorio de investigación de química analítica.



Figura 3.11 Horno eléctrico marca THERMOLINE.

- ✚ Campana para la manipulación del acero AISI 316 en contacto con el ácido oxálico. Laboratorio de investigación de química analítica.



Figura 3.12 Campana para la manipulación de la muestras en presencia del ataque corrosivo.

✚ Microdurometro marca BUEHLER. Laboratorio de materiales y procesos de fabricación.



Figura 3.13 Microdurometro marca BUEHLER.

✚ Embutidor de baquelita marca BUEHLER. Laboratorio de materiales y procesos de fabricación.



Figura 3.14 Embutidor de baquelita marca BUEHLER.

- ✚ Esmeril de disco marca BUEHLER con refrigerante. Laboratorio de materiales y procesos de fabricación.



Figura 3.15 Esmeril de disco marca BUEHLER con refrigerante.

- ✚ Equipo para ataque electrolítico marca BUEHLER. Laboratorio de materiales y procesos de fabricación.



Figura 3.16 Equipo para ataque electrolítico marca BUEHLER.

✚ Balanza marca Denver Instrument. Laboratorio de química analítica.



Figura 3.17 Balanza electrónica marca Denver Instrument.

3.5.13 Procedimiento experimental para el ensayo corrosivo

Las muestras a ensayar deben presentar las dimensiones sugeridas por norma ASTM A262-02a, deben estar limpias superficialmente e identificadas para luego ser pesadas, antes de realizar el ensayo de evaluación de corrosión. A continuación se describe un procedimiento en resumen para realizar el ensayo seleccionado en el punto 3.4.1:

✚ Recibir el material en forma de lámina.

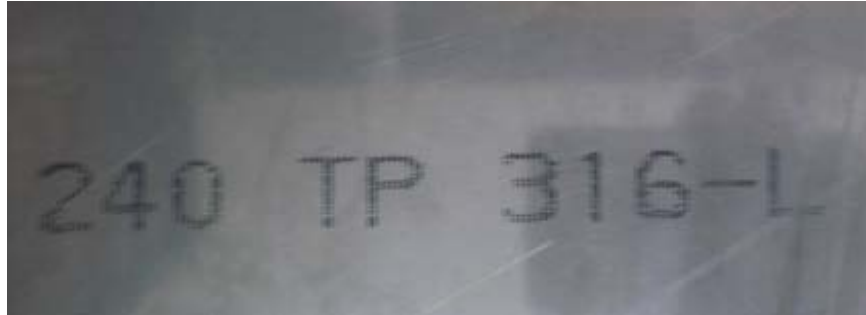


Figura 3.18 Material inicial, muestra de la identificación sobre el material.

- ✚ Realizar ensayos de composición química, dureza y microdureza a una porción del material, esto con la finalidad de recopilar información del material obtenido.
- ✚ Comparar los valores de composición química, dureza y microdureza experimentales con los datos teóricos.
- ✚ Someter el material a diversos procesos de mecanizado con la finalidad obtener muestras con las dimensiones sugeridas por la norma ASTM A262-02a.
- ✚ Realizar la preparación de las muestras (desbaste grueso progresivo) y de esta manera obtener un acabado en la superficie de las muestras, esto con la finalidad de obtener metal base homogéneo.



Figura 3.19 Muestra inicial mecanizadas, antes de la preparación metalográfica.



Figura 3.20 Muestra iniciales, preparadas metalograficamente para ser ensayadas con ácido corrosivo.

- ✚ Identificar cada una de las muestras para llevar un registro y control adecuado.
- ✚ Realizar pesaje de cada una de las muestras, esta actividad es de importancia ya que a través de esta variable se evaluara una parte de la corrosión que puede sufrir el material en estudio. Se recomienda utilizar un secador y utensilios como guantes y pinzas para no adherirle peso a las muestras en la transición de sus ensayos y así no obtener valores erróneos. Ver figura 3.22.
- ✚ Realizar la sensibilización de los grupos de muestras, se debe utilizar un horno que provea una temperatura de 675 °C las muestras deben permanecer en su interior una hora.



Figura 3.21 Muestra posicionadas en el horno para tratamiento.

- ✚ Realizar un tratamiento térmico normalizado, se selecciona este tratamiento en específico conociendo previamente la microestructura del material. Las muestras se dejan enfriar fuera del horno a temperatura ambiente.
- ✚ Pesar las muestras nuevamente, a partir de estos valores se estudiara la influencia de la corrosión del acido oxálico sobre las muestras de acero inoxidable AISI 316L. Tomar nota de los valores. Se recomienda utilizar un secador y utensilios como guantes y pinzas para no adherirle peso a las muestras en la transición de sus ensayos y así no obtener valores erróneos. Ver figura 3.22.



Figura 3.22 Secador para muestras.

- ✚ Preparar la solución de acido oxálico al 10 % de la siguiente manera:

La selección de la solución a utilizar en el ensayo previamente establecido será la preparada mediante la adición de 900 ml. de agua destilada a 100 gr. de cristales de ácido oxálico ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), agitando cuidadosamente hasta que los cristales de acido oxálico se disuelvan. (ASTM A262-02a).



Figura 3.23 Solución de ácido oxálico.

- ✚ Preparar cinco grupos de seis muestras cada uno, cada grupo de muestras será sometido a la presencia de ácido oxálico durante diferentes periodos de tiempo el menor será de 48 horas, luego 96 horas y así sucesivamente cada 48 horas hasta completar 240 horas.



Figura 3.24 Recipiente donde serán colocadas las muestras para su exposición.

- ✚ Realizar el ataque químico, se colocan los grupos de muestras dentro de los recipientes, posteriormente se verterá el contenido de ácido en cada uno de los recipientes hasta cubrir 25 mm. de la parte inferior de las muestras.



Figura 3.25 Muestras posicionadas en los correspondientes envases previamente identificados, preparados para el contacto con el ácido oxálico.

Se recomienda seguir el siguiente procedimiento para determinar la procedencia de cristales en la superficie de las muestras o probetas evaluadas en contacto con ácidos oxálico:

- ✚ A 0.5 ml de muestra problema. Añadir HAC 6 M hasta acidificar la solución.
- ✚ Si se forma precipitado separe el sobrenadante para los pasos siguientes y descarte el precipitado.
- ✚ A la solución sobrenadante añada 0.5 ml $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, caliente y deje reposar por 5 minutos, un precipitado blanco cristalino puede ser oxalato. Para nuestro caso no ocurrió así, debimos seguir al siguiente paso.
- ✚ Se procedió a lavar el precipitado formado 3 veces con 1 ml de solución saturada de CaSO_4 , cada vez centrifugue y descarte los sobrenadantes.
- ✚ Disuelva el precipitado con H_2SO_4 3M, caliente y añada una gota KmnO_4 0.01 M. Decoloración indica oxalato. Para nuestro caso este paso fue el satisfactorio dando como resultado de que los cristales provenían de la solución de ácido oxálico.
- ✚ Retirar las muestras de cada grupo tras cumplir su periodo de exposición correspondiente.
- ✚ Pesar cada una de las muestras seguidamente de ser retiradas de la exposición al ácido oxálico. Tomar nota de los valores.
- ✚ Limpiar cada una de las piezas del grupo tras cumplir su periodo de exposición correspondiente, se puede utilizar agua destilada o acetona.

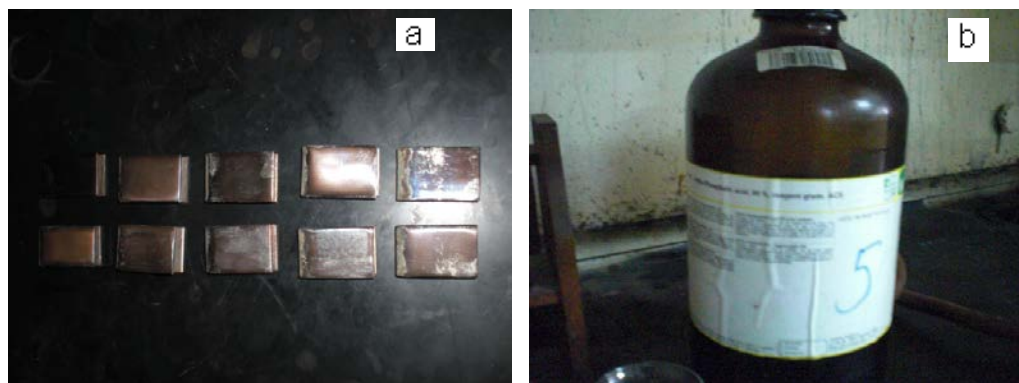


Figura 3.26 Limpieza de muestras. (a) Muestras listas para ser desengrasadas y para debidamente realizar sus correspondientes limpiezas, (b) Componente químico para realizar el desengrase de las muestras establecido de acuerdo a la norma.

- ✚ Pesar cada una de las muestras nuevamente utilizando ácido fosfórico, se puede utilizar un cepillo con cerdas plásticas, esto con la finalidad de obtener una limpieza y desengrase profundo.
- ✚ Seleccionar dos muestras de cada grupo. Realizar corte y embutido de las muestras que pertenecen a los grupos de estudio de los diferentes periodos de exposición.
- ✚ Realizar ensayos de microdureza.
- ✚ Realizar ensayos de dureza.
- ✚ Realizar ensayos de microscopia óptica y electrónica de barrido para obtener la evaluación de la corrosión por medio del ácido oxálico.

3.5.14 Prueba de procedencia de los cristales de ácido oxálico

En lo que respecta a esta prueba, como se menciona anteriormente, se realizó para determinar que o cuales componentes forman los cristales en la superficie del material, estos cristales presentaron solubilidad en agua. En esta búsqueda de la procedencia de los cristales se siguió el procedimiento descrito en el capítulo 3. Arrojando como resultado que los cristales provenían de la precipitación del ácido utilizado para el contacto con el material, acero inoxidable AISI 316L.

- ✚ A 0.5 ml de muestra problema. Añadir HAC 6 M hasta acidificar la solución.
- ✚ Si se forma precipitado separe el sobrenadante para los pasos siguientes y descarte el precipitado.
- ✚ A la solución sobrenadante añada 0.5 ml $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, caliente y deje reposar por 5 minutos, un precipitado blanco cristalino puede ser oxalato. Para nuestro caso no ocurrió así, debimos seguir al siguiente paso.
- ✚ Se procedió a lavar el precipitado formado 3 veces con 1 ml de solución saturada de CaSO_4 , cada vez centrifugue y descarte los sobrenadantes.

✚ Disuelva el precipitado con H_2SO_4 3M, caliente y añada una gota KmnO_4 0.01 M. Decoloración indica oxalato. Para nuestro caso este paso fue el satisfactorio dando como resultado de que los cristales provenían de la solución de ácido oxálico.

3.5.15 Preparación metalográfica de las muestras

Lo que se requiere con este proceso es llevar a la superficie de las muestras a un estado donde se permita la evaluación de las mismas de forma correcta. Esto por motivo de que las muestras pueden presentar algunas deformaciones como ranuras, coletas de cometa, grasa, entre otras que pueden ocasionar distorsión en el momento de la evaluación al momento de observar la influencia de corrosión por agrietamiento intergranular que se pudiese presentar en las muestras atacadas por ácido oxálico.

Una vez seleccionadas las muestras a estudiar se proceden a lijar con lija 80, 240, 320, 400, 600 y 1200 respectivamente hasta obtener un pulido tipo espejo. Ya pulidas las muestras se realizara su identificación, pesaje, sensibilización y ataque químico correspondiente para luego realizarle los diferentes ensayos como dureza, microscopia, microdureza. (*ASTM E3*).

3.5.16 Procedimiento para evaluar la dureza antes y después del ataque químico

Para evaluar la dureza del material se utilizara el método Rockwell B. Para este ensayo se utilizara un durómetro marca BUEHLER ver figura 3.9, se establecerá el parámetro para Rockwell b, una carga de 100Kg, con un indentador de bola de 1/16", este ensayo se realizara para cada muestra con un numero alrededor de 5 identaciones para cada una, para así obtener un valor acorde por medio de una sumatoria para luego a partir de los 5 ensayos. (*ASTM E112, ASTM E785*).

3.5.17 Análisis microscópico de las muestras antes y después del ataque químico

El análisis microscópico del material se realiza para observar las características estructurales, de esta forma determinar las posibles imperfecciones que presenta

antes y después del ataque. Se utilizara un microscopio conectado a una computadora, el mismo proporciona aumentos de 100X, 200X, 400X y 1000X. Para el análisis se utilizaran las imágenes que muestren la microestructura de clara y que permita el análisis posterior de acuerdo a la norma. (ASTM E 407). Posterior al análisis microscópico se realizara una medición del tamaño de grano de cada una de las condiciones en la que se presentara el material. Esto se obtendrá cambiando la recepción de imagen del microscopio óptico que va dirigida a un computador, se llevara a al lente del microscopio convencional y luego mediante unas plantillas establecer cual es la que concuerda con el tamaño de grano del material evaluado.

3.5.18 Evaluación de la influencia de corrosión por picadura y agrietamiento en las muestras

Tomando en cuenta que los materiales se ven afectados por la corrosión en cualquier tipo de condiciones ambientales y de trabajo, en este caso se desea incrementar las condiciones críticas del material, condiciones atmosféricas y el contacto con un medio corrosivo a base de ácido oxálico de acuerdo a la norma. (ASTM E112).

3.5.19 Análisis de microdureza antes y después del ataque químico

La microscopia se realiza mediante el uso de un microscopio óptico adaptado a un computador (figura 3.10), para tomar referencia de las condiciones regulares (iniciales y finales) del material, la preparación metalográfica que antecede al estudio microscópico revela la estructura verdadera, las condiciones iniciales permiten comparar el daño ocasionado por el ácido oxálico al material. El ensayo de microdureza se realiza mediante un microdurometro BUEHLER (figura 3.13), con indentador de punta de diamante, con una precarga de 10, la cual corresponde al tamaño de grano del material, posterior a la indentación se deben medir las diagonales principales de la huella y el microdurometro determina la microdureza en Vickers (HV). El tamaño del grano del material se determina mediante una plantilla granulométrica. Para la preparación metalográfica se realizaron los siguientes pasos: (ASTM E384.)

Capítulo 4.

Resultados experimentales y discusión

4.1 Acero inoxidable AISI 316L

A continuación se presenta un estudio preliminar sobre de la composición y resistencia a la corrosión de acero inoxidable AISI 316L expuesto en solución corrosiva de ácido oxálico al 10%. En la tabla 4.1 se muestra la composición química del acero inoxidable tomada de la certificación recibida por la empresa distribuidora del material (AISI 316 L, acero inoxidable austenítico).

Tabla 4.1 Composición química del acero AISI 316 L porcentaje. (*Certificación*).

Material	C	S	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	P	N
AISI 316L	0.018	0.02	0.51	1.74	16.7	10.2	2.12	10.2	0.025

4.2 Análisis químico

La tabla 4.2 se muestra la composición química del material inicial. Obtenida un ensayo con espectrómetro de emisión óptica.

Tabla 4.2 Composición química del acero inoxidable AISI 316L. (Determinada mediante espectrómetro de emisión óptica).

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Mg	Cu
%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
< 1.40	0.395	2.11	0.029	0.017	>10.92	>8.64	2.40	0.039	0.422

Se puede observar que la composición química obtenida del material coincide con la composición química mostrada en la tabla 4.1. El porcentaje de carbono es bajo y el porcentaje de cromo es elevado comparado con los demás componentes, posee mas de un 7% de Níquel todo esto indica que es un acero austenítico. De esta manera se comprueba que el material adquirido es acero inoxidable AISI 316L.

4.3 Ataque químico a las muestras de acero inoxidable AISI 316L

Las figuras 4.1 y 4.2 muestran el contacto del ácido oxálico sobre las piezas y la aparición de los cristales de oxalato respectivamente, que se fueron formando con el continuo proceso de exposición y de las condiciones a la que se encontró el material.



Figura 4.1 Muestras en contacto con ácido oxálico.

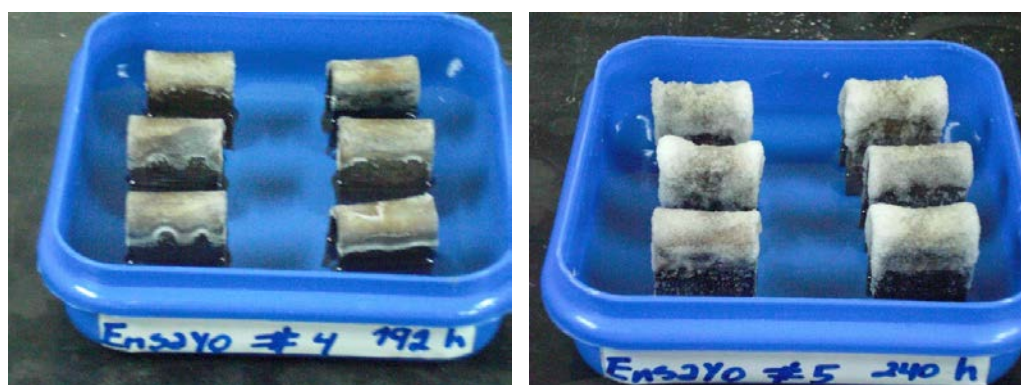


Figura 4.2 Aparición de los cristales de oxalato en las muestras después del contacto con ácido oxálico, transcurrido los periodos de tiempo establecidos.

La figura 4.3 muestra la forma en que se presentaron los cristales a causa de la precipitación del oxalato sobre la superficie de las piezas. Posterior se presenta la figura 4.4 que indica porciones de los cristales que fueron quitadas del material, para realizar su pesaje y ciclos de limpiezas.



Figura 4.3 Muestras sacadas de los envases después del ataque químico, aparición de los cristales de oxalato.



Figura 4.4 Limpieza de los cristales formados en las muestras para ser sometido a pruebas preliminares.

Se muestra en la figura 4.5 se muestra una porción de cristales de oxalato a los cuales se le realizó un ensayo para determinar su procedencia.



Figura 4.5 Extractos de cristales de oxalato, para su posterior evaluación.

La figura 4.6a presenta las figuras ya limpiadas sin la presencia de los cristales de oxalato, y la 4.6b el químico utilizado para limpiar algún tipo de grasa presente en las probetas.

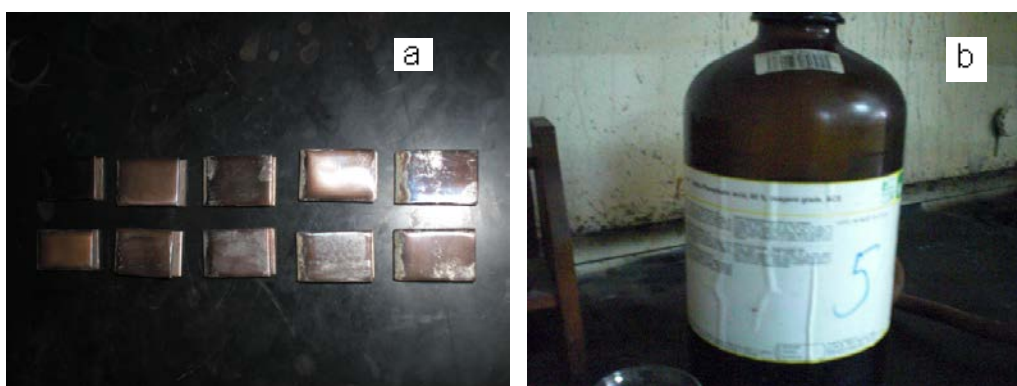


Figura 4.6 Limpieza de muestras. (a) Muestras listas para ser desengrasadas y para debidamente realizar sus correspondientes limpiezas descritas en el capítulo 3, (b) Componente químico para realizar el desengrase de las muestras establecido de acuerdo a la norma.

Realizado el ataque químico a las piezas, como se mencionó anteriormente se produjo en la superficie del material cristales de la misma solución de ácido oxálico, (ver figuras de la 4.2 y 4.3). Para conocer la procedencia de estos cristales se realizaron diversas pruebas, que provienen de un compendio de ensayos de aniones y sales, estas pruebas fueron facilitadas por el personal del laboratorio de química analítica. Específicamente se utilizó la prueba de oxalato,

debido a que es el principal componente al cual fue puesto en contacto con el material.



Figura 4.7 Imágenes de la verificación de la procedencia de lo cristales adheridos a la superficie de las muestras.

4.3.1 Análisis del ataque químico.

El ataque químico se utilizó principalmente para la evaluación del comportamiento del acero inoxidable AISI 316L

Realizado al ataque químico a las muestras, se pueden observar figura 4.1 y 4.2 que en el transcurso del tiempo de contacto ácido-material, se observaron cambios en la superficie del material externa, debido a cristales de oxalato, el cual fue determinado una vez obtenidos muestras de esta reacción química que apareció por la acción de la solución del ácido oxálico. Estos cristales se presentaban de forma sólida tanto en la parte que estuvo en contacto con el ácido como la que no tuvo contacto, se presentaban de forma húmeda, siendo un agente importante en la influencia de la corrosión, agrietamiento intergranular, picadura.

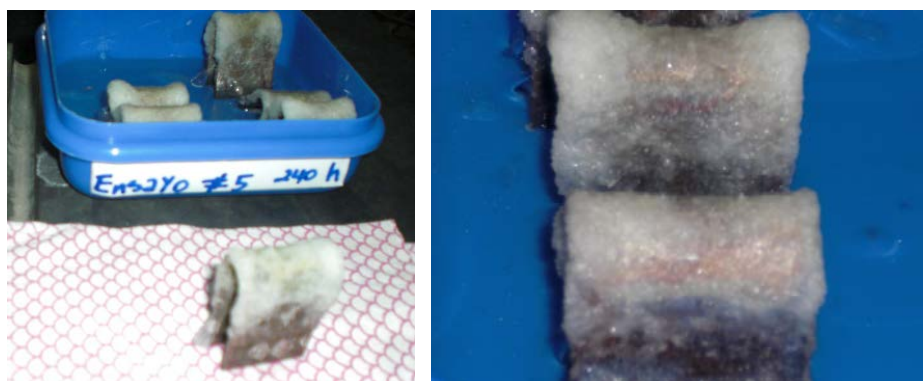


Figura 4.8 Imágenes descriptivas de la inmersión de las muestras en los envases.

Esta influencia de cristales de oxalato figura 4.8 ocasionada por el ataque químico, a través de la solución de ácido oxálico, viene de la mano de las condiciones en donde se encuentre el lugar de exposición, pueden influir variables como la temperatura, presión atmosférica, sensibilización del material etc. Debido a que previamente evaluado los cristales de oxalato se realizaron pruebas extras de contacto entre el material y el ácido oxálico. Estas pruebas extras fueron realizadas en diferentes ambientes para corroborar que no existía algún agente que influyera sobre la aparición de estos cristales.

Las figuras 4.9 y 4.10, demuestran la manera de en que n las muestras que no son sensibilizadas la velocidad de corrosión es menor que en las sensibilizadas, este parámetro se llevo a acabo a 675 °C lo cual proporciona una condición critica de operatividad del material en estudio.

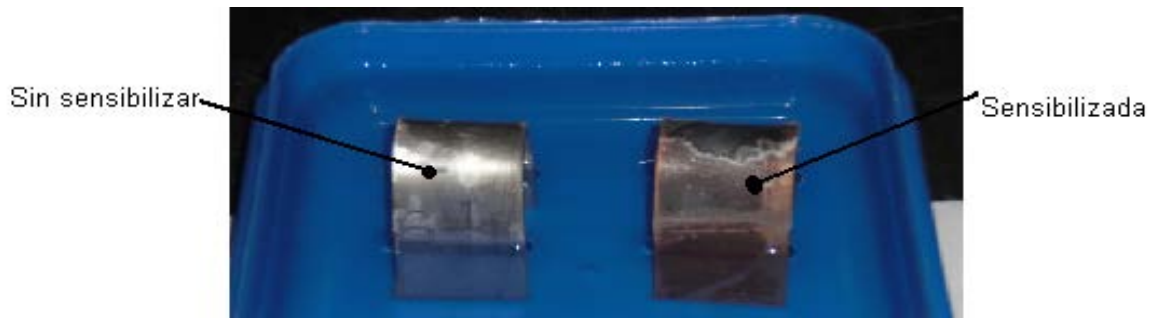


Figura 4.9 Imagen descriptiva de la influencia de la sensibilización, antes de la exposición con el ácido, (calentamiento de las piezas).

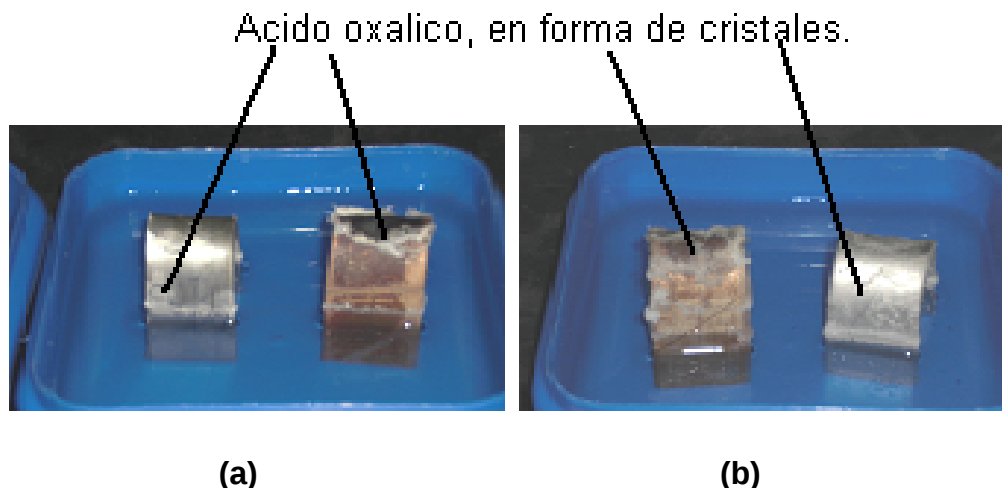


Figura 4.10 Imagen descriptiva de la aparición de el oxalato en diferentes entornos, (a) fuera de la campana, (b) en la campana, después de un día de la exposición con el acido.

Según el procedimiento explicado en la sección 3.5.14 se demostró que los cristales formados en la superficie de las muestras son de oxalato, se determino que una diferencia de temperatura (5 °C.) incrementa la formación de cristales. Esto se demostró mediante colocación de probetas en la campana (figura 4.10 b) la cual tiene una temperatura promedio de 28 °C y el laboratorio de analítica (figura 4.10 a) que tiene una temperatura promedio de 23 °C.

4.4 Pesaje de las muestras antes del ataque químico

Los valores obtenidos del peso de las muestras iniciales se muestran en la tabla 4.3.

Tabla 4.3 Peso inicial de las muestras a ensayar.

Probetas	AE	AF	BA	BE	CE	CF	DE	DF	EA	EC
Peso inicial (gr)	35,8866	36,7478	33,6924	34,7191	31,3431	36,0964	32,7651	34,1964	30,5169	31,2757

4.4.1 Pérdida de peso de las muestras después del ataque químico

Se realizaron diversos procedimientos de limpieza a las muestras posterior al ataque químico, tal y como se explicó en el capítulo 3 punto 3.4.9, a continuación

se presenta una tabla con los resultados obtenidos. Se utilizó la misma balanza para todas las medidas.

Tabla 4.4 Peso de las probetas ensayadas una vez realizada cada limpieza.

PROBETA	INICIAL (gr)	1ERA LIMPIEZA (gr)	2 DA LIMPIEZA (gr)	3 ERA LIMPIEZA (gr)
AE	35,8866	31,4222	31,4161	31,4161
AF	36,7478	33,5091	33,4992	33,4992
BA	33,6924	32,6383	32,6296	32,6296
BE	34,7190	32,1413	32,1331	32,1331
CE	31,3431	30,6165	30,6048	30,6048
CF	36,0964	33,3632	33,3545	33,3545
DE	32,7651	32,2221	32,2141	32,2141
DF	34,1964	33,4895	33,4801	33,4801
EA	30,5169	29,953	29,9452	29,9452
EC	31,2757	30,6823	30,6700	30,6700

Tabla 4.5 Valores de la ganancia del material (cristales de ácido oxálico) expuesto al ácido oxálico.

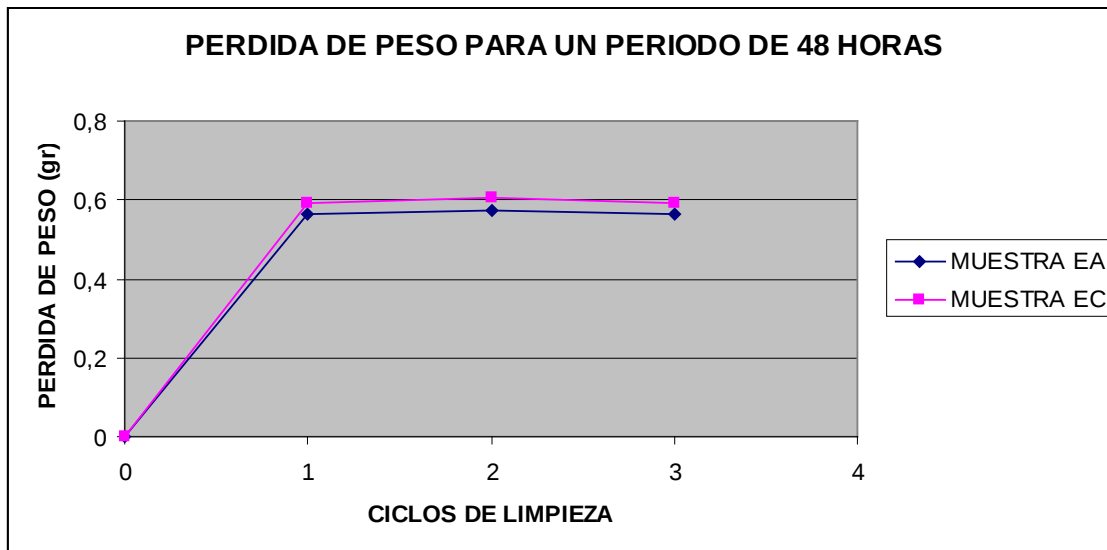
PROBETA	SIN CRISTALES (gr)	CON CRISTALES (gr)
AE	31,4245	35,8866
AF	33,5104	36,7478
BA	32,6387	33,6924
BE	32,1428	34,719
CE	30,6114	31,3431
CF	33,3626	36,0964
DE	32,2213	32,7651
DF	33,4878	34,1964
EA	29,9509	30,5169
EC	30,6775	31,2757

4.4.1.1 Pérdida de peso de las muestras sometidas a ataque químico durante 48 horas

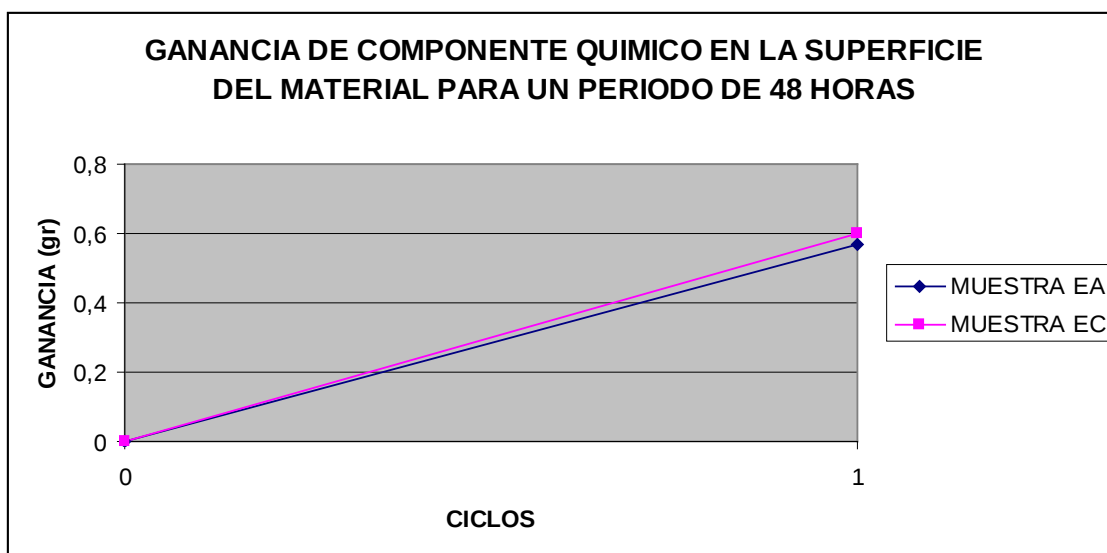
A continuación se presentan una gráfica de la pérdida de peso con respecto a los ciclos de limpieza para dos muestras sometidas a 48 horas de exposición. A continuación se presenta una tabla con información de las muestras.

Tabla 4.6 Información sobre pérdida de peso de muestras sometidas a 48 horas de exposición.

PROBETA	PESO INICIAL (gr)	PESO FINAL (gr)	PERDIDA DE PESO PERIODO EN (%)	PERDIDA DE PESO AL AÑO (%)
EA	29,9509	29,9452	0,0223	0,16312
EC	30,6775	30,6700	0,0230	0,16786



Gráfica 4.1 comportamiento de la pérdida de peso para un periodo de 48 horas.



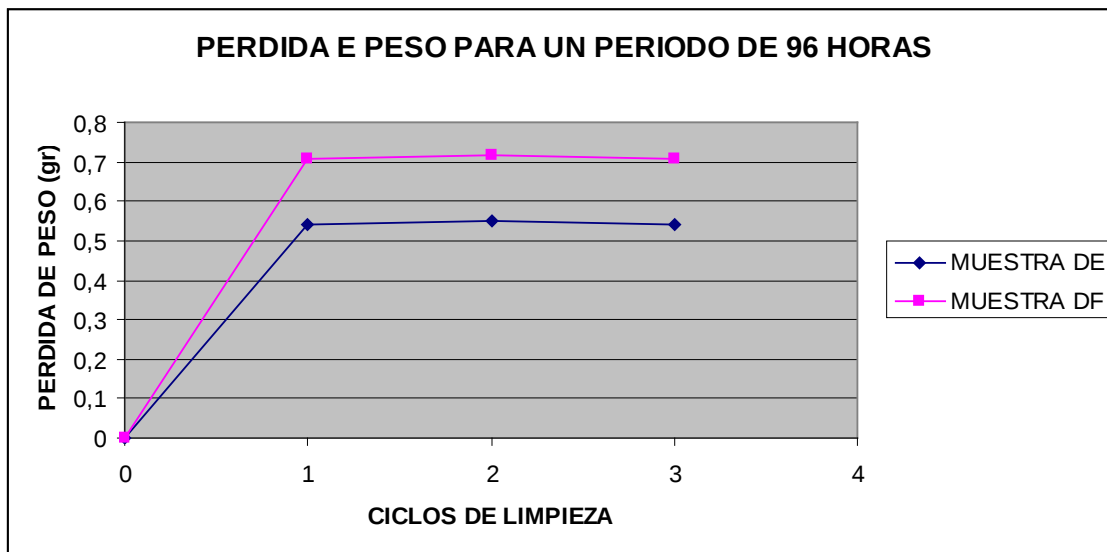
Gráfica 4.2 Comportamiento de la ganancia de peso para un periodo de 48 horas.

4.4.1.2 Pérdida de peso de las muestras sometidas a ataque químico durante 96 horas

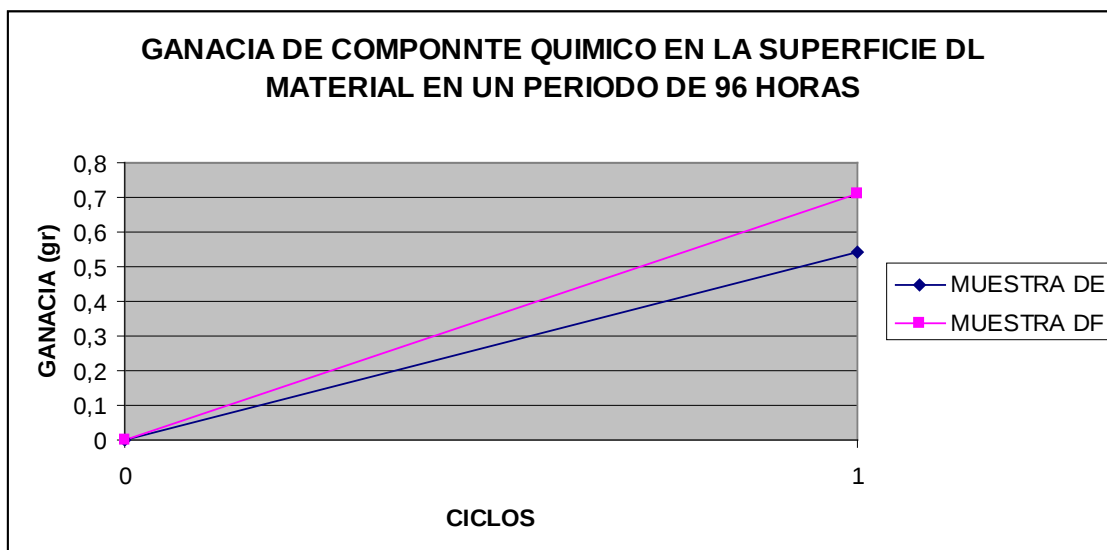
A continuación se presentan una grafica de la pérdida de peso con respecto a los ciclos de limpieza para dos muestras sometidas a 96 horas de exposición. A continuación se presenta una tabla con información de las muestras.

Tabla 4.7 Información sobre pérdida de peso de muestras sometidas a 96 horas de exposición.

PROBETA	PESO INICIAL (gr)	PESO FINAL (gr)	PERDIDA DE PESO PERIODO EN (%)	PERDIDA DE PESO AL AÑO (%)
DE	32,2213	32,2141	0,0216	0,3148
DF	33,4878	33,4801	0,0243	0,35448



Gráfica 4.3 Comportamiento de la pérdida de peso para un periodo de 96 horas.



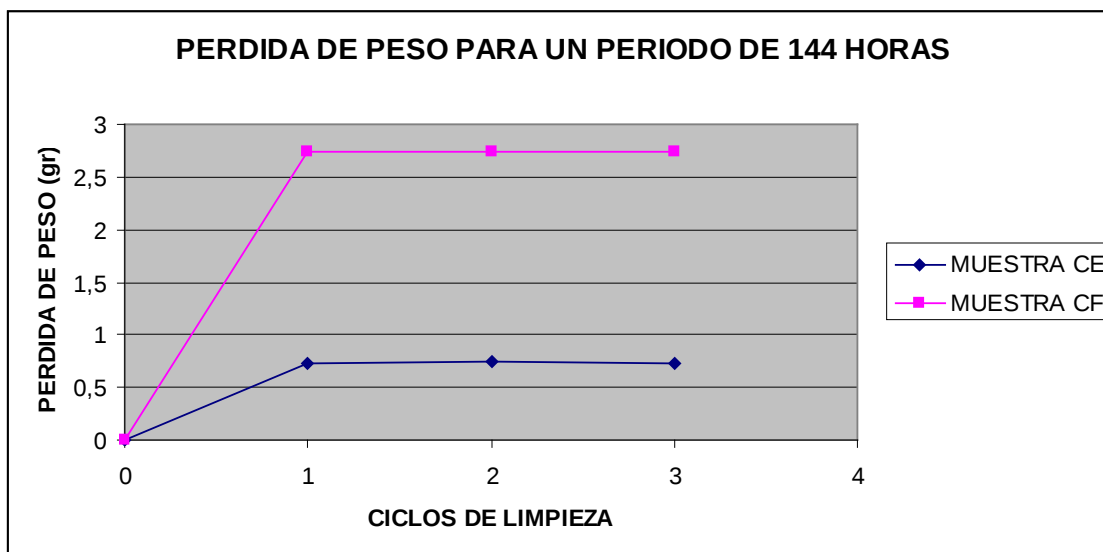
Gráfica 4.4 Comportamiento de la ganancia de peso para un periodo de 96 horas.

4.4.1.3 Pérdida de peso de las muestras sometidas a ataque químico durante 144 horas

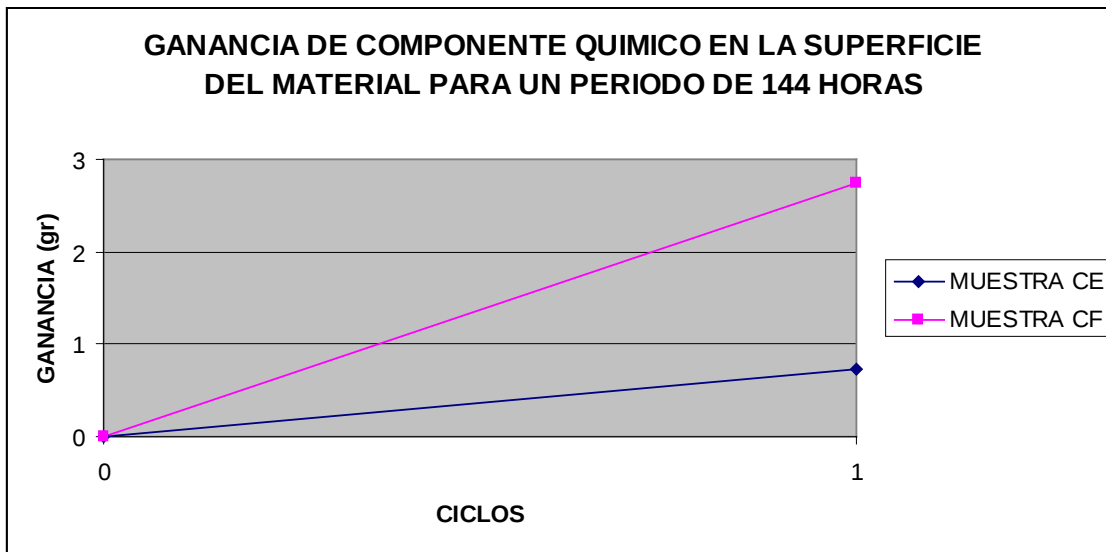
A continuación se presentan una grafica de la pérdida de peso con respecto a los ciclos de limpieza para dos muestras sometidas a 144 horas de exposición. A continuación se presenta una tabla con información de las muestras.

Tabla 4.8 Información sobre pérdida de peso de muestras sometidas a 144 horas de exposición.

PROBETA	PESO INICIAL (gr)	PESO FINAL (gr)	PERDIDA DE PESO PERIODO EN (%)	PERDIDA DE PESO AL AÑO (%)
CE	30,6114	30,6048	0,0279	0,61062
CF	33,3626	33,3545	0,0302	0,6609



Gráfica 4.5 Comportamiento de la pérdida de peso para un periodo de 144 horas.



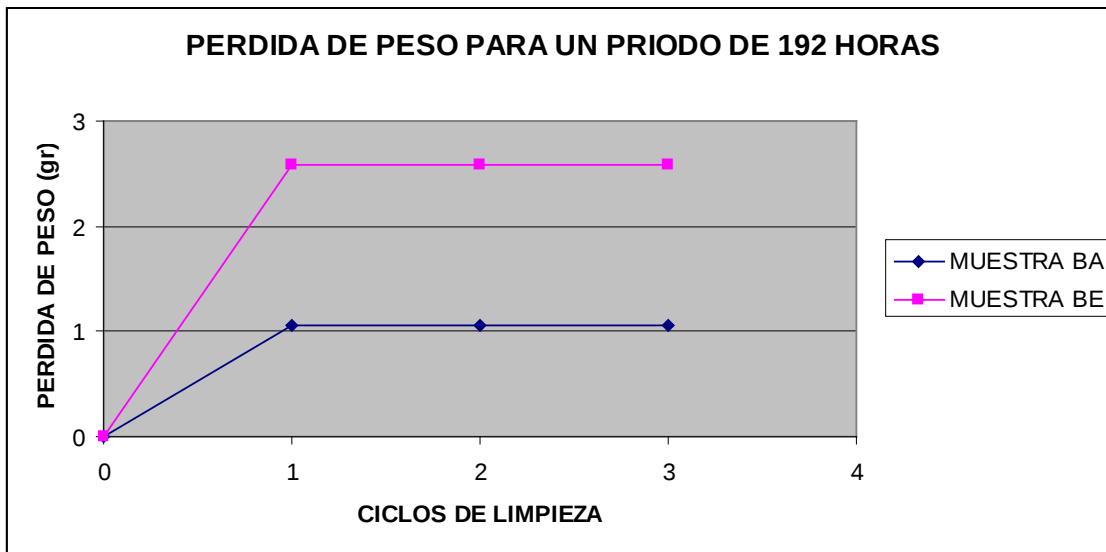
Gráfica 4.6 Comportamiento de la ganancia de peso para un periodo de 144 horas.

4.4.1.4 Pérdida de peso de las muestras sometidas a ataque químico durante 192 horas

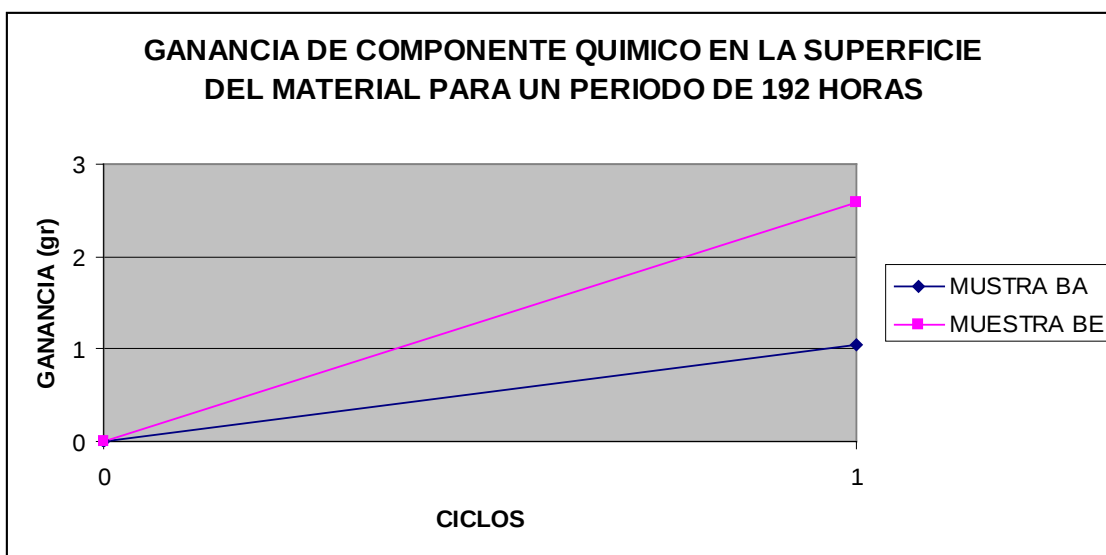
A continuación se presentan una grafica de la pérdida de peso con respecto a los ciclos de limpieza para dos muestras sometidas a 192 horas de exposición. A continuación se presenta una tabla con información de las muestras.

Tabla 4.9 Información sobre pérdida de peso de muestras sometidas a 192 horas de exposición.

PROBETA	PESO INICIAL (gr)	PESO FINAL (gr)	PERDIDA DE PESO PERIODO EN (%)	PERDIDA DE PESO AL AÑO (%)
BA	32,6387	32,6296	0,0279	0,81416
BE	32,1428	32,1331	0,0302	0,8812



Gráfica 4.7 Comportamiento de la pérdida de peso para un periodo de 192 horas.



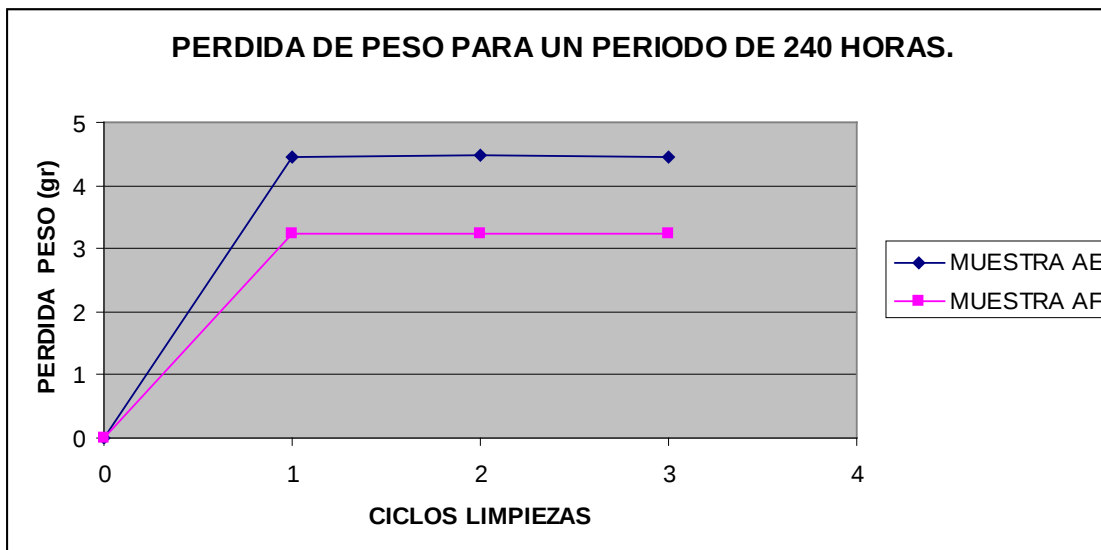
Gráfica 4.8 Comportamiento de la ganancia de peso para un periodo de 192 horas.

4.4.1.5 Pérdida de peso de las muestras sometidas a ataque químico durante 240 horas

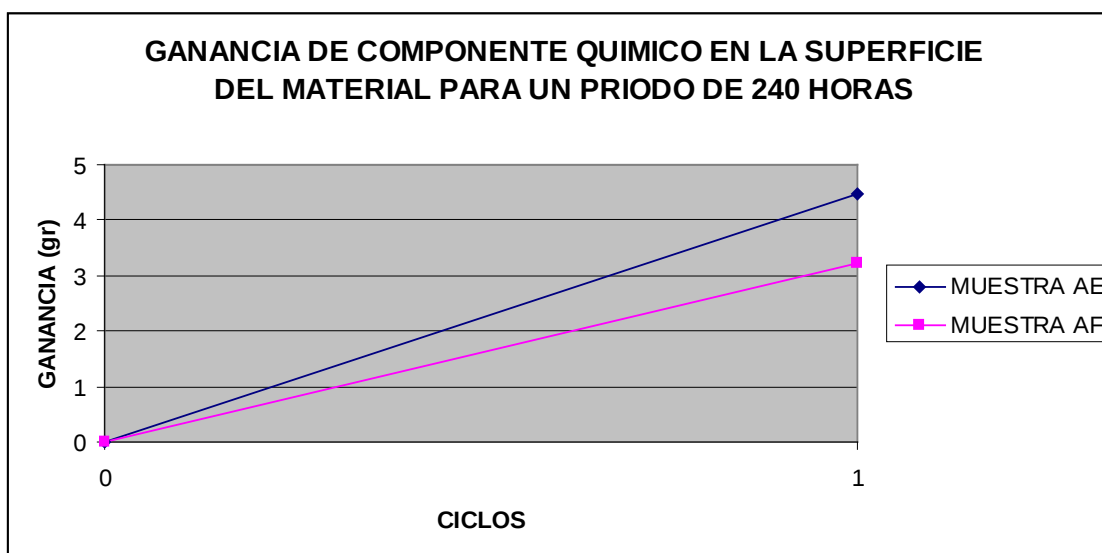
A continuación se presentan una grafica de la pérdida de peso con respecto a los ciclos de limpieza para dos muestras sometidas a 240 horas de exposición. A continuación se presenta una tabla con información de las muestras.

Tabla 4.10 Información sobre pérdida de peso de muestras sometidas a 240 horas de exposición.

PROBETA	PESO INICIAL (gr)	PESO FINAL (gr)	PERDIDA DE PESO PERIODO EN (%)	PERDIDA DE PESO AL AÑO (%)
AE	31,4245	31,4161	0,0267	0,9757
AF	33,5104	33,4992	0,0334	1,2199



Gráfica 4.9 Comportamiento de la pérdida de peso para un periodo de 240 horas.

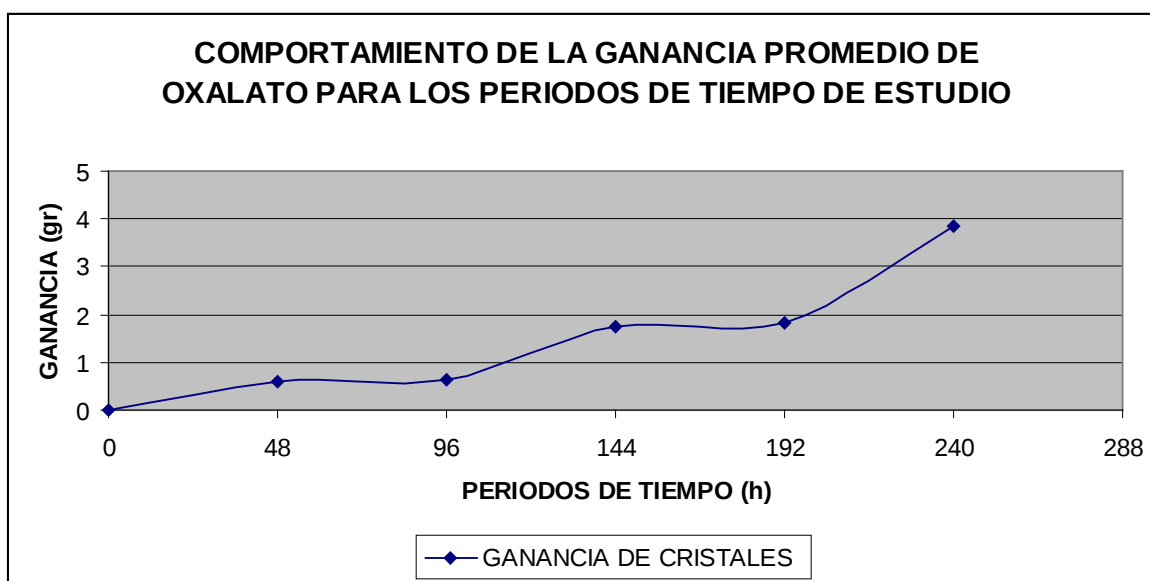


Gráfica 4.10 Comportamiento de la ganancia de peso para un periodo de 240 horas.

4.4.1.6 Comportamiento de las variaciones de peso de las muestras para los diversos periodos de tiempo

En la gráfica 4.11 se muestra el comportamiento de la perdida de peso en los diferentes periodos de tiempo de exposición.

Mientras mayor es el periodo de exposición mayor es la perdida de peso del material.



Gráfica 4.11 Comportamiento de la ganancia peso en función de los periodos de tiempo establecidos.

En la gráfica 4.11 es de resaltar que mientras mayor es el periodo de exposición de las muestras ácido oxálico mayor es la ganancia de cristales de oxalato.

4.4.2 Análisis de los resultados de la pérdida de peso de las muestras sometidas a ataque químico

La pérdida de peso del material se estudio mediante el pesaje de las muestras antes del ataque químico, posteriormente se realizaron varios ciclos de limpieza como se explico en el capítulo 3 punto 3.4.9, los valores obtenidos se mostraron en las graficas 4.1 hasta la 4.10, este deterioro que sufrió el material se debió a la exposición del mismo al ácido oxálico, produciéndose un deterioro a medida que los periodos de tiempo aumentaban, dichos periodos fueron establecidos por la norma ASTM A262-02a. Los diferentes ciclos de limpiezas que se realizaron para determinar el peso final de las muestras, cada pesaje se lleva a cabo al final de cada ciclo de limpieza, para ello se utilizo acido desengrasante, agua destilada y demás accesorios para no adherirle masa proveniente de agentes externos que influyan en peso final de las muestras. Estos ciclos de limpieza se realizaron hasta que el valor del peso fuera mismo, lo que implica que cualquier tipo de agente externo influya en el valor del peso de las muestras.

Al momento del primer ciclo de limpieza nos encontramos con la aparición de unos cristales de oxalatos adheridos a las muestra, ver figura 4.8, por esta razón se procedió a la obtención del peso de las muestras con estos cristales y sin los cristales, dando como resultado una trayectoria ascendente de la ganancia de cristales de oxalato en función de los tiempos establecidos. Esto da indicio que a razón de mayor proporción de oxalato influenciando sobre las muestras, mayor será la pérdida de peso en las mismas; a medida que aumenten los tiempos de contacto entre el material y el ácido oxálico. La pérdida de peso es un tipo de corrosión que afecta las condiciones de operación del acero inoxidable.

En la tabla 4.11 se muestra los valores de la tasa de corrosión tal como se explico en la sección 3.5.9, calculada mediante la ecuación 1.

Tabla 4.11 Tabla de tasa de corrosión por año.

Muestras	Peso inicial (gr)	Peso final (gr)	Peso en (mg)	mpy
AE	31,4245	31,4161	8,4	0,06147

AF	33,5104	33,4992	11,2	0,08196
AB	32,8371	32,8293	7,8	0,05708
AC	32,3385	32,3312	7,3	0,05342
AD	34,4046	34,3956	9,0	0,06586
AA	30,5456	30,5388	6,8	0,04976

De la tabla 4.11 se obtiene un valor promedio de 0.06159 milímetros por año del material, dicho valor no representa un cambio significativo. Tomando en cuenta que se considera un cambio sustancial en la variable peso valores de tasa de corrosión mayores a 0.5 milímetros por año. Lo cual indica que el acero AISI 316L cumple con las condiciones del ensayo ASTM A262-02a en lo que respecta a pérdida de peso.

4.5 Dureza del material inicial

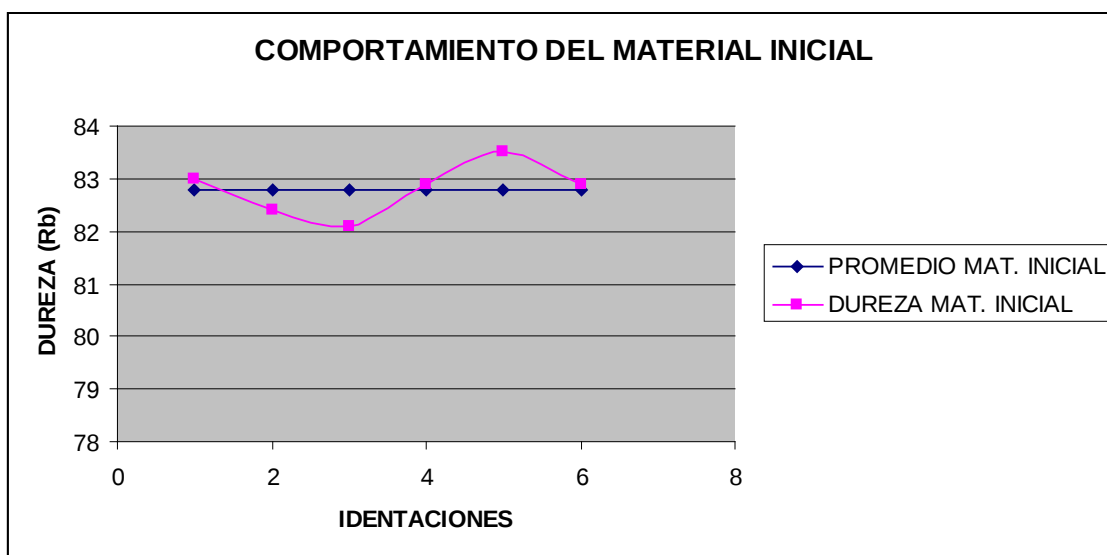
Este ensayo se realizo de acuerdo a la metodología descrita en el capítulo 3 punto 3.4.15, Los resultados se muestran en la tabla 4.11.

Tabla 4.12 Ensayo de dureza antes de la exposición del material (AISI 316 L) con el ácido oxálico.

PROBETAS DE ACERO INOXIDABLE AISI 316 L INICIALES.									
IDENTACIONES REALIZADAS AL ACERO INOXIDABLE AISI 316L		ID 1	ID 2	ID 3	ID 4	ID 5	ID 6	DUREZA PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTANDAR
Material inicial	DUREZA (Rb)	83	82,4	82,1	82,9	83,5	82,5	82,8	0,500666223

La tabla 4.12 presenta una desviación estándar de 0.5006 Rb. Dicho valor representa una variación muy pequeña en la dureza del material.

Se presenta la grafica 4.13 el comportamiento de la dureza del acero inicial.



Gráfica 4.12 Comportamiento de la dureza del material inicial.

4.5.1 Resultados del ensayo de dureza de las muestras obtenidos después del ataque químico.

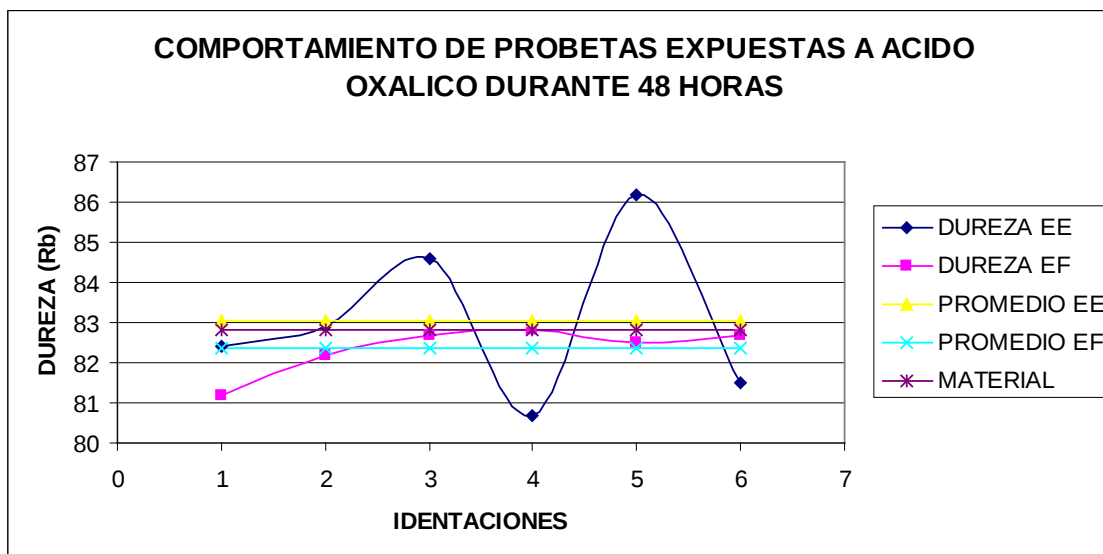
A continuación se presentan los resultados obtenidos al realizar los ensayos de dureza descritos en el capítulo 3 punto 3.4.15.

4.5.1.1 Valores y gráficos del ensayo de dureza de las muestras sometidas a ataque químico 48 horas.

Tabla 4.13 Dureza de las probetas EE y EF sometidas a ácido oxálico durante 48 horas.

PROBETAS SOMETIDAS A ACIDO OXALICO DURANTE 48 HORAS									
IDENTACIONES REALIZADAS AL ACERO INOXIDABLE AISI 316L		ID 1	ID 2	ID 3	ID 4	ID 5	ID 6	DUREZA PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTANDAR
EE	DUREZA (Rb)	82,4	82,9	84,6	80,7	86,2	81,5	83,05	2,034453
EF	DUREZA (Rb)	81,2	82,2	82,7	82,8	82,5	82,7	82,35	0,6024943

La tabla 4.13 presenta una desviación estándar de 1.3184 Rb. Esta desviación se calculo sacando el promedio de las obtenidas. Dicho valor representa una variación muy pequeña en la dureza de las muestras.



Gráfica 4.13 Comportamiento de la dureza de las probetas EE y EF ensayadas y el material inicial.

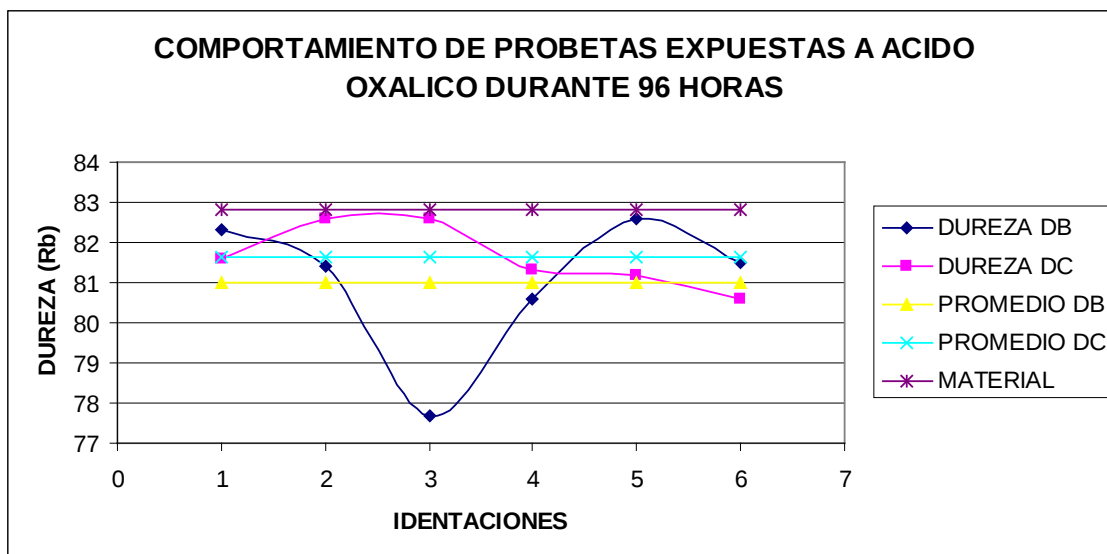
4.5.1.2 Valores y gráficos del ensayo de dureza de las muestras sometidas a ataque químico 96 horas.

Tabla 4.14 Dureza de las probetas DB y DC sometidas a ácido oxálico durante 96 horas.

PROBETAS SOMETIDAS A ACIDO OXALICO DURANTE 96 HORAS									
IDENTACIONES REALIZADAS AL ACERO INOXIDABLE AISI 316L		ID 1	ID 2	ID 3	ID 4	ID 5	ID 6	DUREZA PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTANDAR
DB	DUREZA (Rb)	82,3	81,4	77,7	80,6	82,6	81,5	81,01	1,618042615

DC	DUREZA (Rb)	81,6	82,6	82,6	81,3	81,2	80,6	81,65	0,804363102
----	-------------	------	------	------	------	------	------	-------	-------------

La tabla 4.14 presenta una desviación estándar de 1.2884 Rb. Esta desviación se calculo se calculo sacando el promedio de las obtenidas. Dicho valor representa una variación muy pequeña en la dureza de las muestras.



Gráfica 4.14 Comportamiento de la dureza de las probetas DB y DC ensayadas y el material inicial.

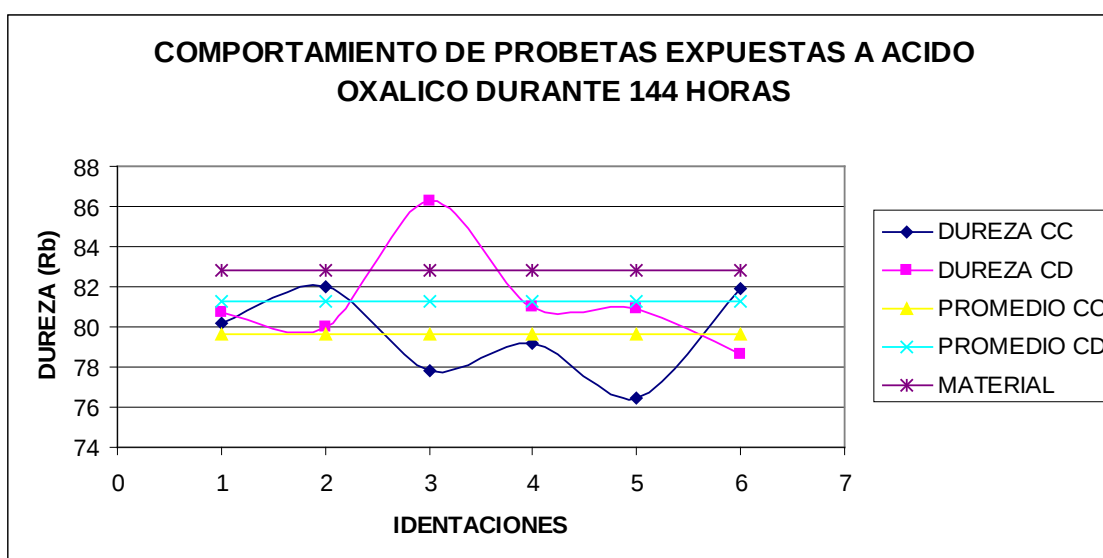
4.5.1.3 Valores y gráficos del ensayo de dureza de las muestras sometidas a ataque químico 144 horas.

Tabla 4.15 Dureza de las probetas CD y CC sometidas a acido oxálico durante 144 horas.

PROBETAS SOMETIDAS A ACIDO OXALICO DURANTE 144 HORAS								
IDENTACIONES REALIZADAS AL ACERO INOXIDABLE AISI	ID 1	ID 2	ID 3	ID 4	ID 5	ID 6	DUREZA PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTANDAR

316L									
CD	DUREZA (Rb)	80,2	82	77,8	79,2	76,5	81,9	79,6	2,209977375
CC	DUREZA (Rb)	80,7	80	86,3	81	80,9	78,6	81,25	2,629638758

La tabla 4.15 presenta una desviación estándar de 2.4198 Rb. Esta desviación se calculo se calculo sacando el promedio de las obtenidas. Dicho valor representa una variación muy pequeña en la dureza de las muestras.



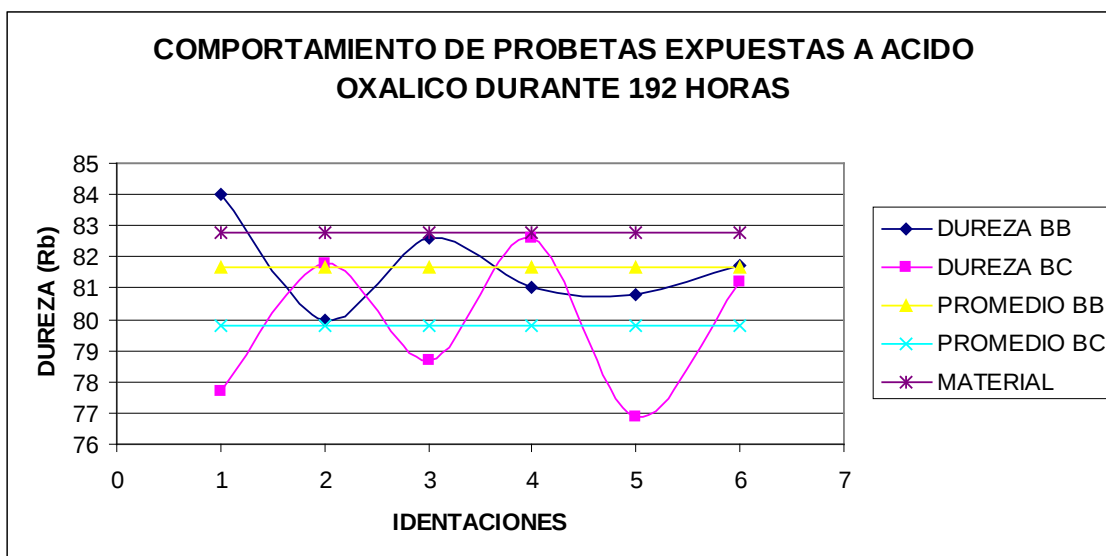
Gráfica 4.15 Comportamiento de la dureza de las probetas CD y CC ensayadas y el material inicial.

4.5.1.4 Valores y gráficos del ensayo de dureza de las muestras sometidas a ataque químico 192 horas.

Tabla 4.16 Dureza de las probetas BB y BC sometidas a ácido oxálico durante 192 horas.

PROBETAS SOMETIDAS A ACIDO OXALICO DURANTE 192 HORAS									
IDENTACIONES REALIZADAS AL ACERO INOXIDABLE AISI 316L		ID 1	ID 2	ID 3	ID 4	ID 5	ID 6	DUREZA PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTANDAR
BB	DUREZA (Rb)	84	80	82,6	81	80,8	81,7	81,683	1,434456924
BC	DUREZA (Rb)	77,7	81,8	78,7	82,6	76,9	81,2	79,816	2,359166519

La tabla 4.16 presenta una desviación estándar de 1.8968 Rb. Esta desviación se calculo se calculo sacando el promedio de las obtenidas. Dicho valor representa una variación muy pequeña en la dureza de las muestras.



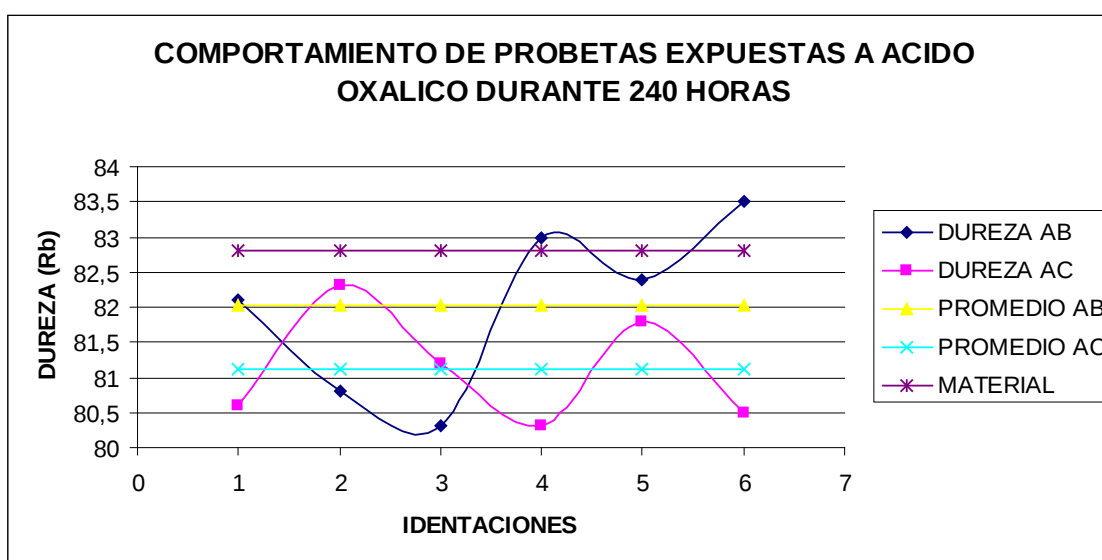
Gráfica 4.16 Comportamiento de la dureza de las probetas BB y BC ensayadas y el material inicial.

4.5.1.5 Valores y gráficos del ensayo de dureza de las muestras sometidas a ataque químico 240 horas.

Tabla 4.17 Dureza de las probetas AB y AC sometidas a ácido oxálico durante 240 horas.

PROBETAS SOMETIDAS A ACIDO OXALICO DURANTE 240 HORAS									
IDENTACIONES REALIZADAS AL ACERO INOXIDABLE AISI 316L		ID 1	ID 2	ID 3	ID 4	ID 5	ID 6	DUREZA PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTANDAR
AB	DUREZA (Rb)	82,1	80,8	80,3	83	82,4	83,5	82,01	1,244856083
AC	DUREZA (Rb)	80,6	82,3	81,2	80,3	81,8	80,5	81,11	0,798540335

La tabla 4.17 presenta una desviación estándar de 1.0216 Rb. Esta desviación se calculo se calculo sacando el promedio de las obtenidas. Dicho valor representa una variación muy pequeña en la dureza de las muestras.



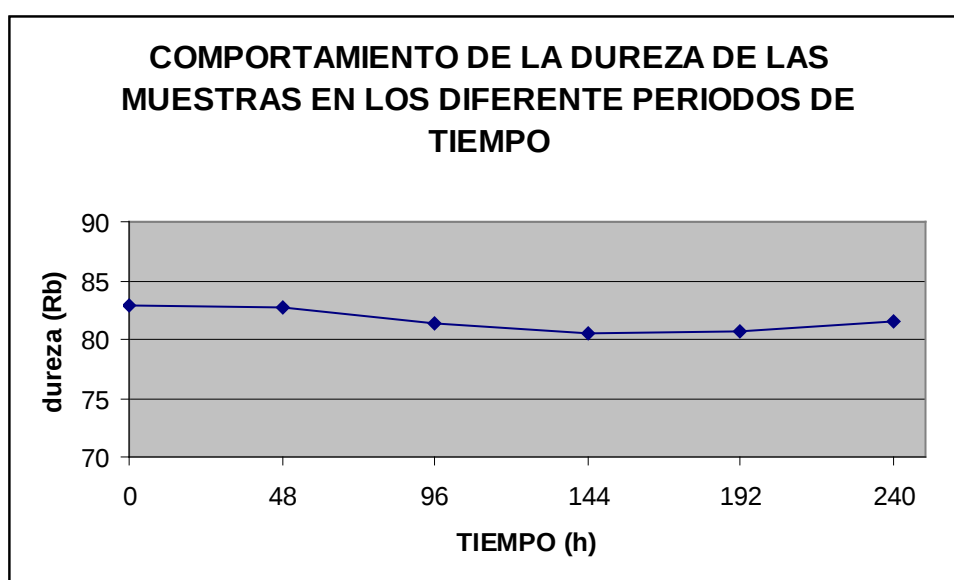
Gráfica 4.17 Comportamiento de la dureza de las probetas AB y AC ensayadas y el material inicial.

4.5.2 Análisis de los resultados de dureza de las muestras sometidas a ácido oxálico

La dureza no puede definirse en términos de alguna propiedad específica del material, aunque ésta es conocida como: característica de la deformación local, concentrada en un pequeño volumen de su superficie exterior o como la

resistencia que opone un material al tratar de ser rayado o penetrado por otro. La dureza está relacionada con las propiedades elásticas y plásticas de un material, la cual se da como resultado de la sensibilización, el tratamiento térmico o el trabajo efectuado sobre el mismo.

El ensayo de dureza realizado a las muestras dio como resultado una trayectoria estable que se mantiene en valores de dureza entre los 81 y 84 RB. En la gráfica 4.19 se muestran los valores de dureza en los diversos periodos de tiempo.



Gráfica 4.18 Comportamiento de la dureza en función de los periodos de tiempo establecidos.

En el comportamiento mostrado en la grafica 4.19 muestra una trayectoria descendente que implica que a medida que el periodo de tiempo de contacto entre el ácido oxálico y el material, la dureza disminuye hasta el periodo de 144 horas, ocasionando que el material pierda resistencia mecánica, posterior a este periodo se observa un 1.5890 RB, indicando una variación menor al 10% en la dureza del material con respecto a la dureza inicial. El material no sufrió cambios significativos en la dureza, de acuerdo a lo obtenido, basado en las revisiones bibliograficas de esta investigación.

4.6 Microscopia óptica del acero inoxidable antes del ataque químico

Para la obtención de las imágenes de la microestructura del material se recurrió al ensayo de microscopia óptica, en la que siguió la metodología descrita en el capítulo 3 punto 3.4.16. Teniendo como resultado las siguientes imágenes a un acercamiento de 100 x, 200 x, 400 x y 1000 x.

4.6.1 Microscopia óptica del Acero Inicial

Las figuras 4.11 y 4.12 muestran la microestructura del material inicial a diferentes aumentos.

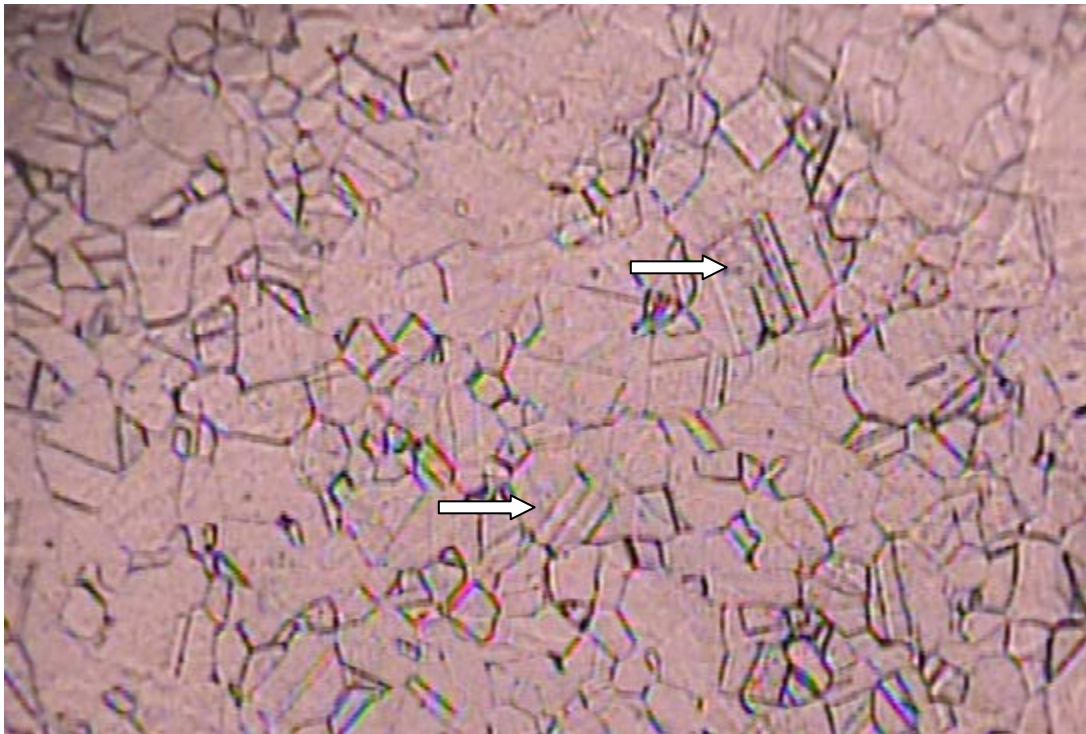


Figura 4.11 Microscopia óptica del acero inicial 200 X.

La figura 4.11 muestra el material inicial, no se expuso a contacto con ácido oxálico. Se identificaron con flechas las maclas que son defectos característicos del material y son concentradores de esfuerzo.

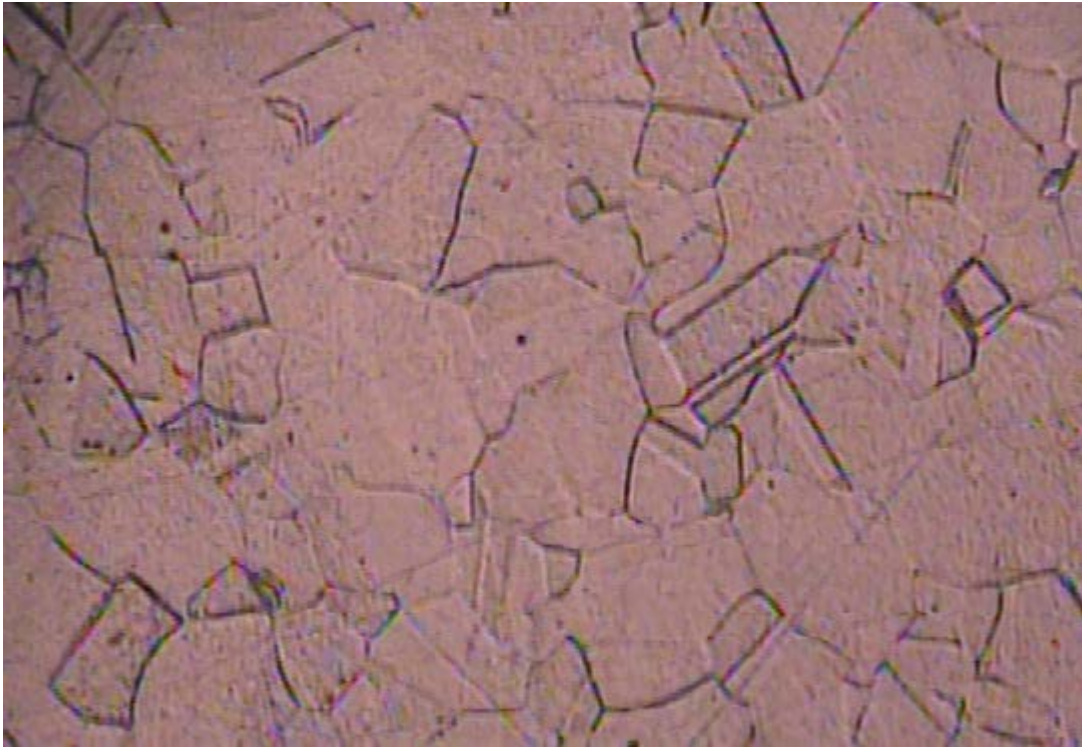


Figura 4.12 Microscopia óptica del acero inicial 400X.

La figura 4.12 muestra la microestructura del material inicial aumentada, se observan los granos claros y límites de grano con líneas finas. Esta imagen es una porción en mayor amplitud de la figura 4.11.

4.6.2 Microscopia óptica de muestras sometidas a 48 horas

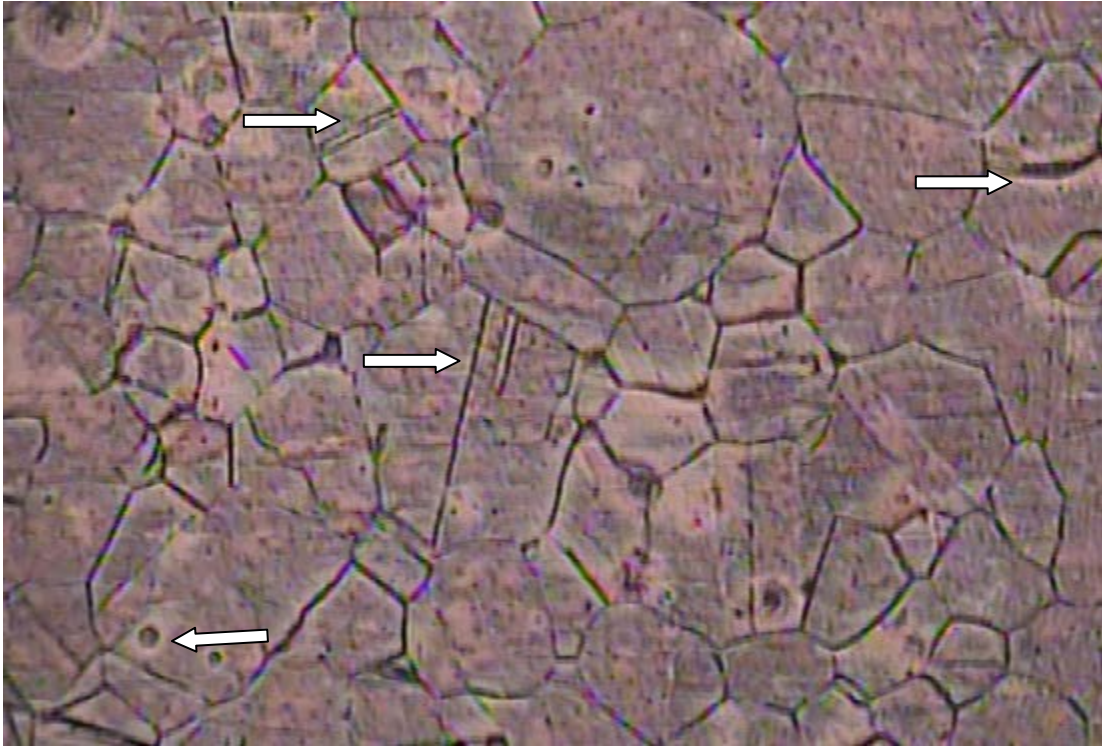


Figura 4.13 Microscopia óptica de muestras sometidas a 48 horas de contacto con el ácido oxálico 400X.

La figura 4.13 muestra una microestructura con granos bien definidos, los bordes de los granos se observan un poco más gruesos que en la condición inicial, esto se debe al contacto con ácido oxálico durante 48 horas.

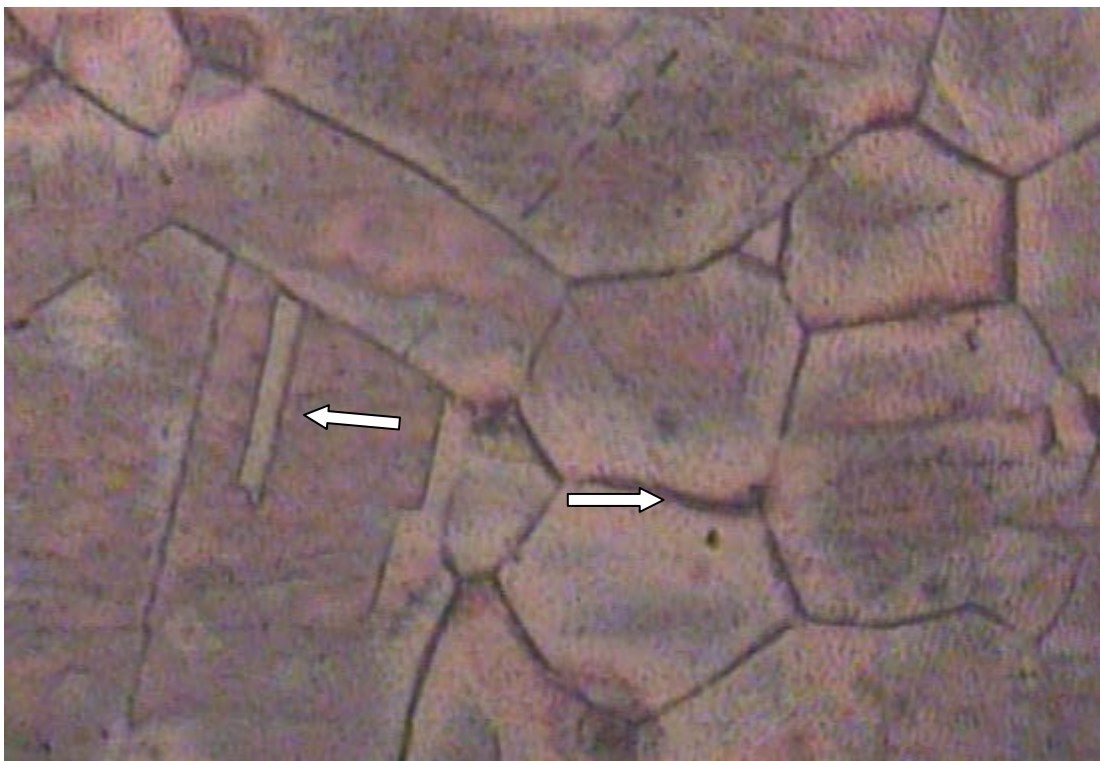


Figura 4.14 Microscopia óptica de muestras sometidas a 48 horas de contacto con el ácido oxálico 1000X.

La figura 4.14 muestra en aumento el borde de grano, se puede observar una macla indicadas con las flechas sobre la figura mencionada y bordes bien definidos.

4.6.3 Microscopia óptica de muestras sometidas a 96 horas

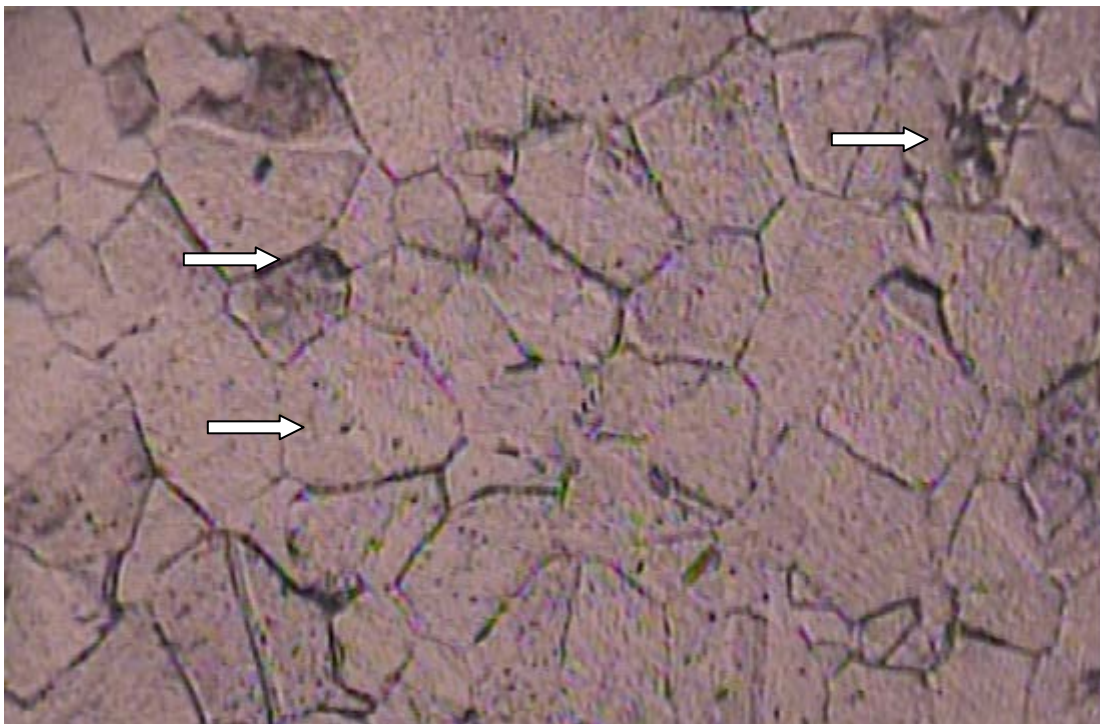


Figura 4.15 Microscopia óptica de muestras sometidas a 96 horas de contacto con el ácido oxálico 400X.

En la figura 4.15 se observan granos opacos, se observa deterioro en los bordes de los granos y se observan pequeñas picaduras en el material debido al ataque con ácido oxálico.

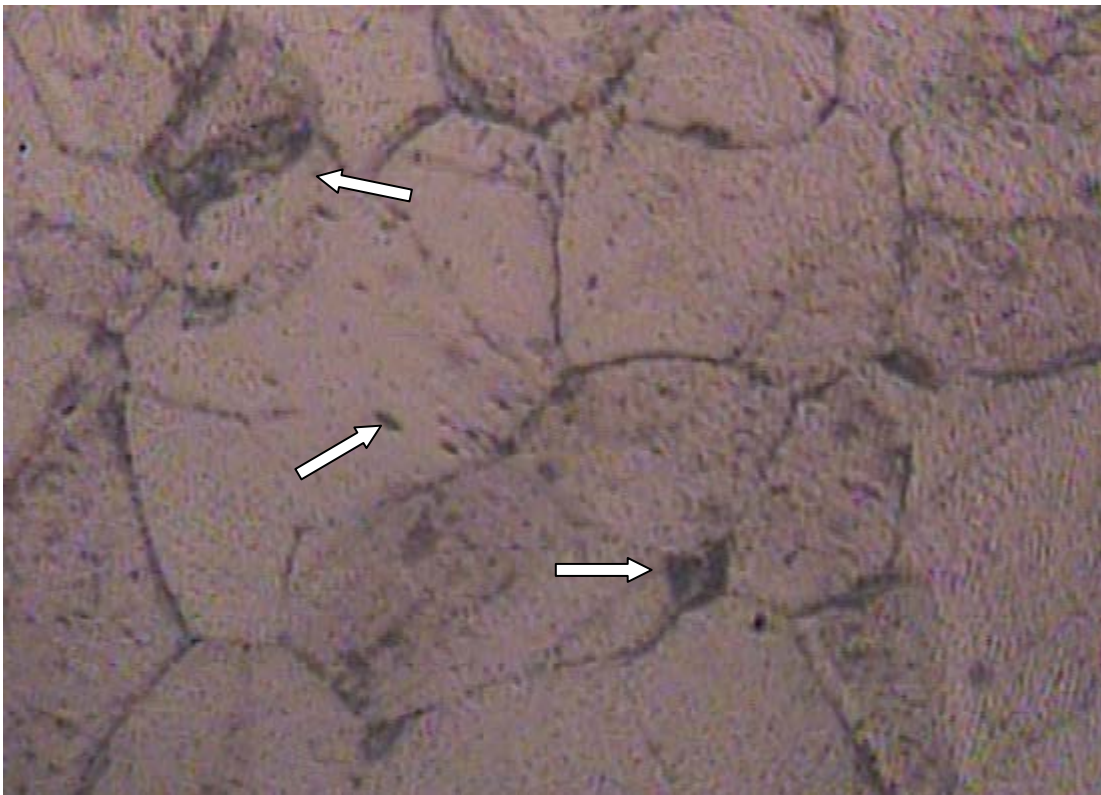


Figura 4.16 Microscopia óptica de muestras sometidas a 96 horas de contacto con el ácido oxálico 1000X.

La figura 4.16 muestra en aumento algunas zonas opacas en el borde de los granos y pequeños poros, esta imagen es de una zona ampliada de la figura 4.15.

4.6.4 Microscopia óptica de muestras sometidas a 144 horas

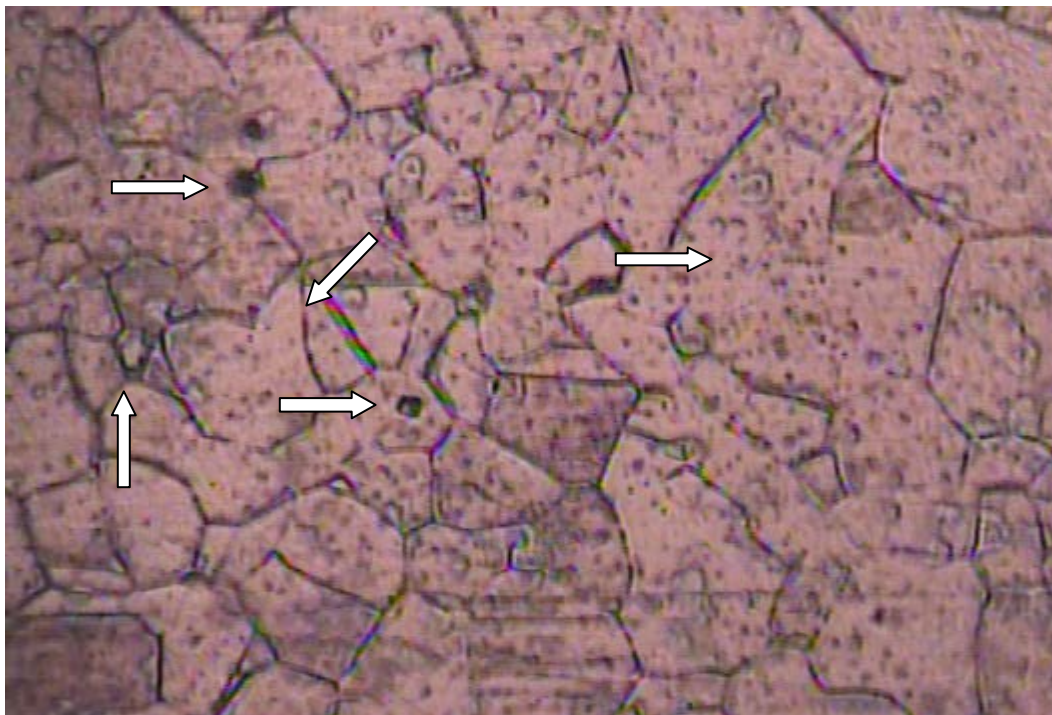


Figura 4.17 Microscopia óptica de muestras sometidas a 144 horas de contacto con el ácido oxálico 400X.

La figura 4.17 muestra un microestructura muy deteriorada debido a las 144 horas de exposición al ácido oxálico se observan muchos mas poros que en la condiciones anteriores y deterioro en los limites de grano, las maclas se observan mas deterioradas.

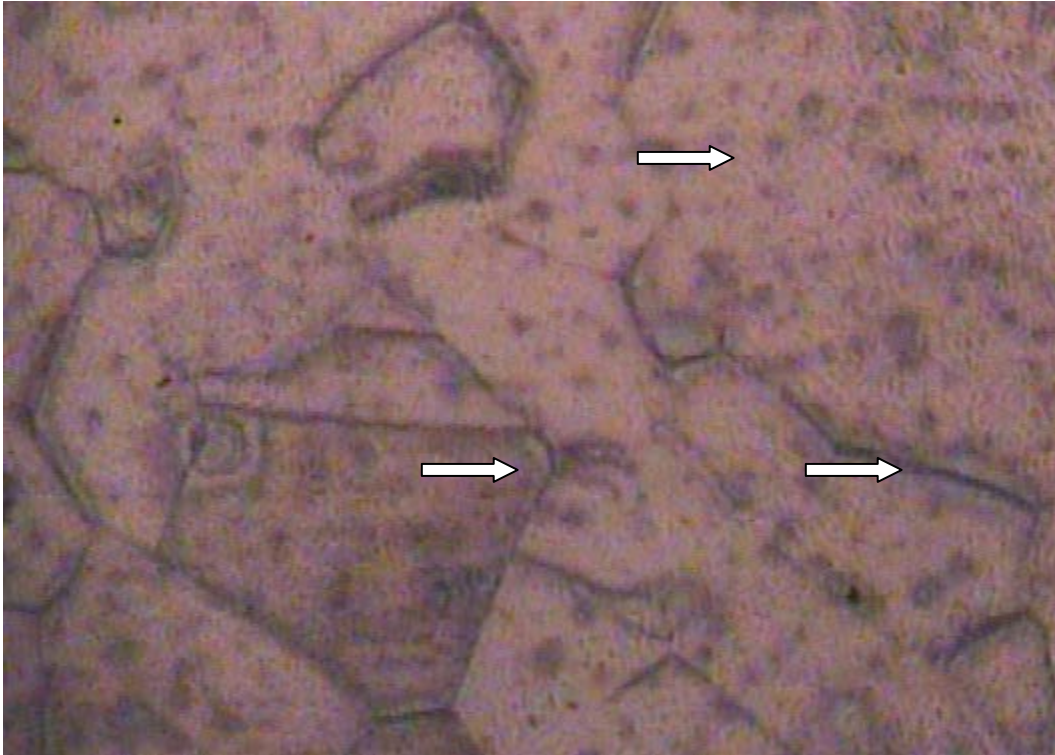


Figura 4.18 Microscopia óptica de muestras sometidas a 144 horas de contacto con el ácido oxálico 1000X.

4.6.5 Microscopia óptica de muestras sometidas a 192 horas

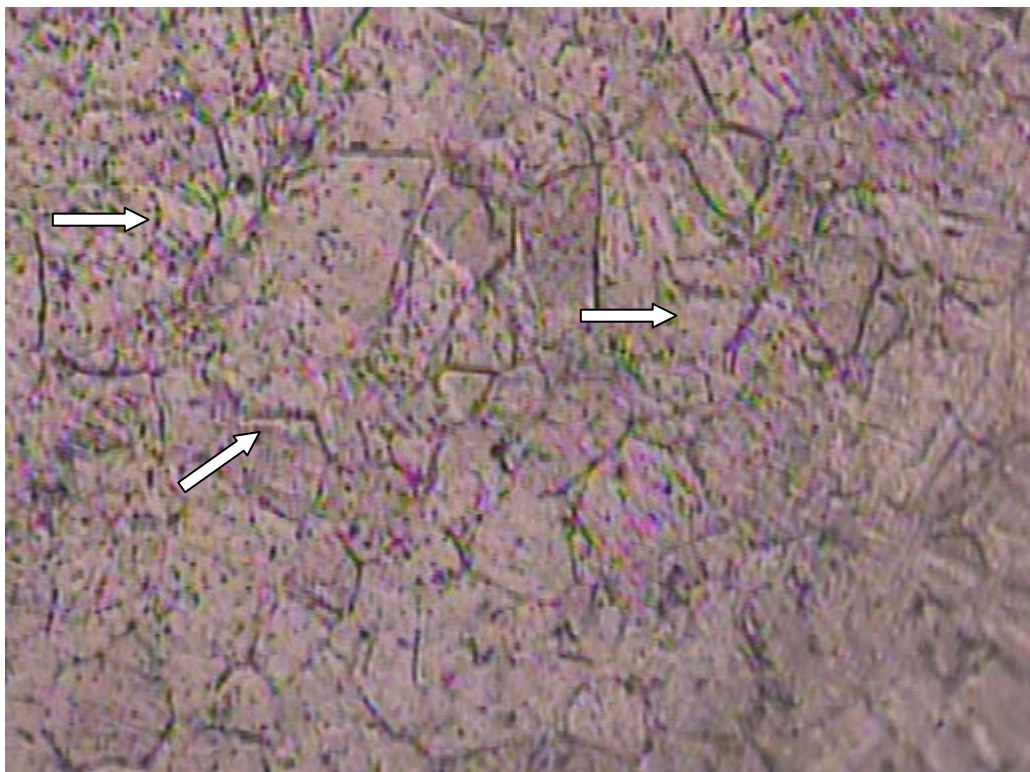


Figura 4.19 Microscopia óptica de muestras sometidas a 192 horas de contacto con el ácido oxálico 400X.

La figura 4.19 muestra un deterioro elevado se observa gran cantidad de picaduras en los granos y en los límites de los mismos. Las flechas señalan conjuntos de poros en los bordes de grano que pueden ocasionar agrietamiento, a consecuencia de la unión de las picaduras en la superficie del material. En la figura 4.20 se observan algunos detalles en aumento.

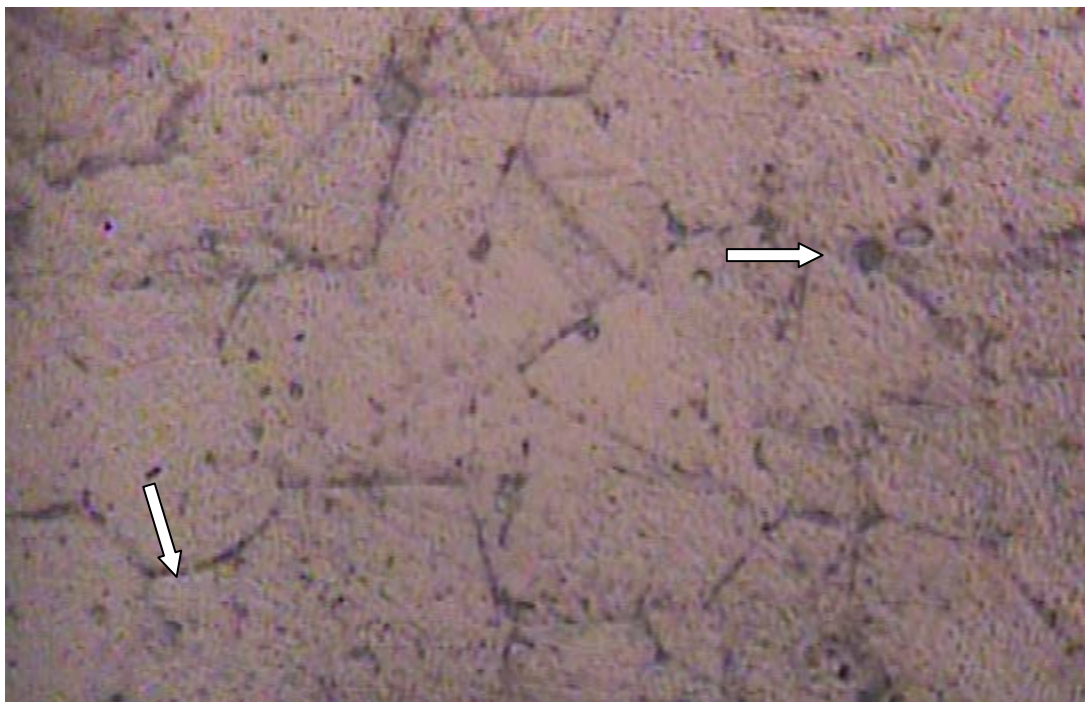


Figura 4.20 Microscopia óptica de muestras sometidas a 192 horas de contacto con el ácido oxálico 1000X.

4.6.6 Microscopia óptica de muestras sometidas a 240 horas

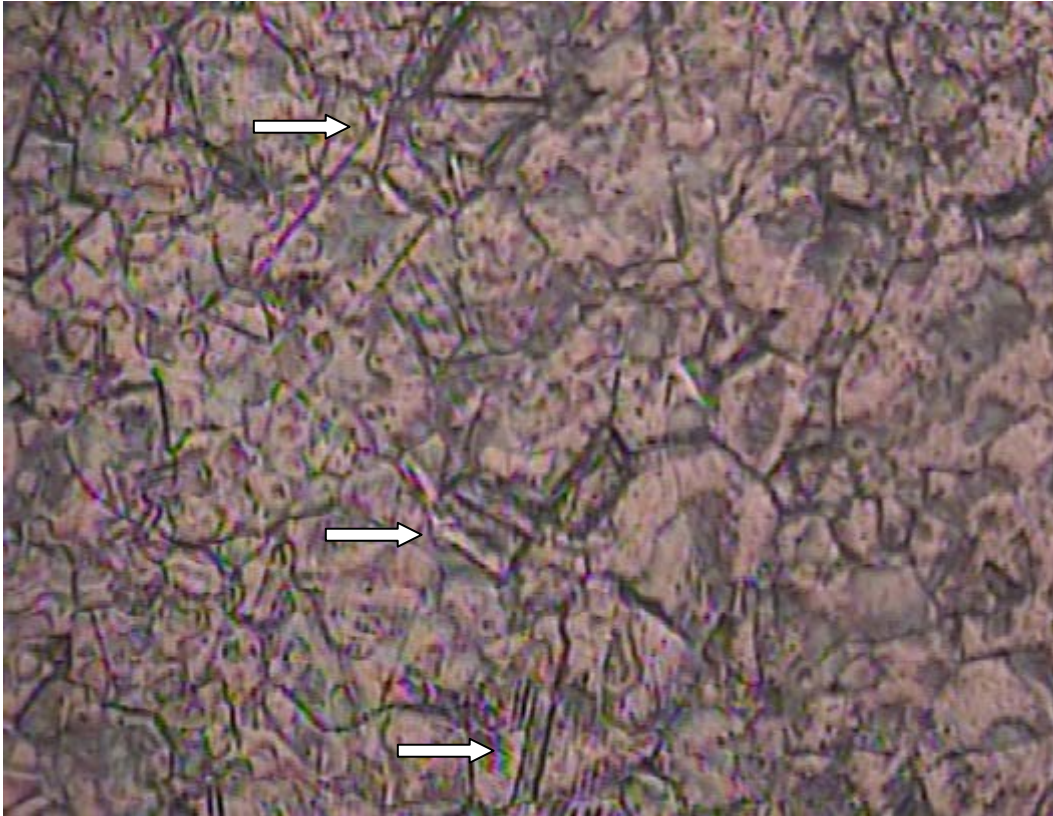


Figura 4.21 Microscopia óptica de muestras sometidas a 240 horas de contacto con el ácido oxálico 400X.

La figura 4.21 muestra la microscopia de una probeta expuesta a 240 horas de contacto con el ácido oxálico, en ella se observa un deterioro general de la superficie, los límites de grano muy deteriorados muchas cavidades y zonas muy opacas y deterioradas debido al contacto con el ácido. La figura 4.22 muestra una porción en aumento.

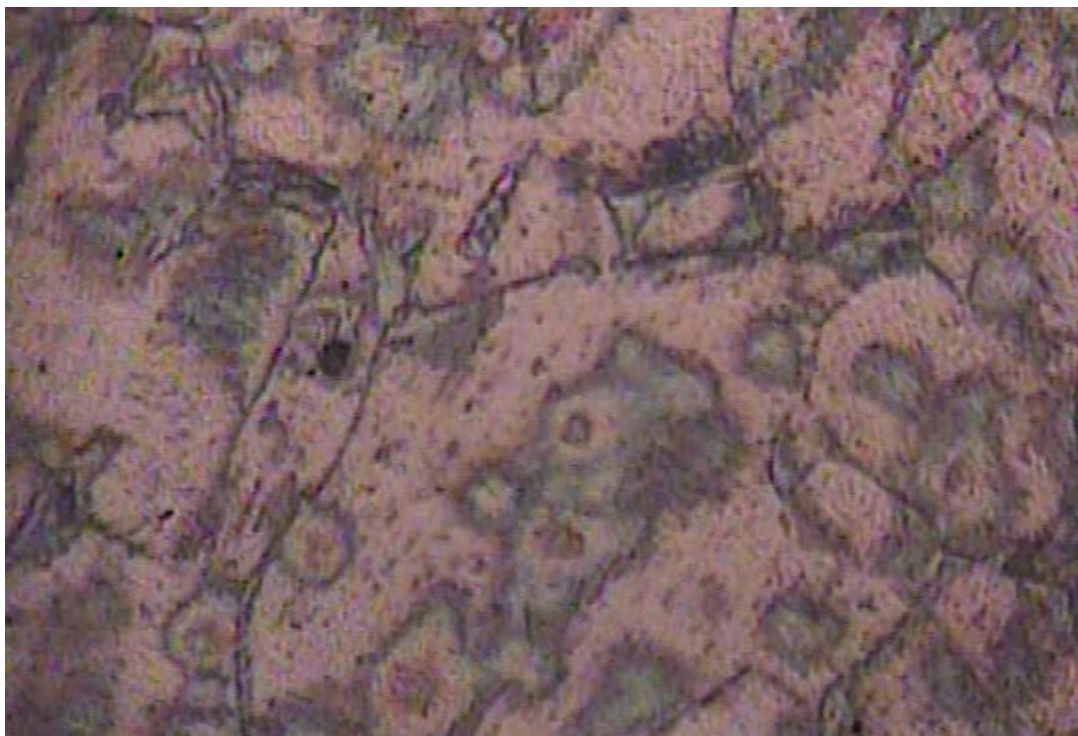


Figura 4.22 Microscopia óptica de muestras sometidas a 240 horas de contacto con el ácido oxálico 1000X.

4.6.7 Análisis de los resultados de microscopia óptica

Para lograr observar la microestructura del material se realizó el procedimiento descrito en el capítulo 3 (punto 3.4.16). Las imágenes de las muestras de acero inoxidable AISI 316L tomadas con el microscopio óptico presentan un arreglo equiaxial de los granos, de igual manera se pueden observar precipitaciones de carburo de cromo en los bordes de los granos, los cuales se observan en menor cantidad las figuras del material inicial (Figura 4.12).

Los cambios en la microestructura del acero inoxidable AISI 316 L se pueden atribuir a la sensibilización que se le realizó, la cual se llevó a cabo a una temperatura de 675 °C durante una hora, dicha temperatura proporciona la máxima precipitación de los carburos (norma ASTM A262-02a). Posterior a la sensibilización se realizó un tratamiento térmico normalizado. Antes del ataque químico el material presenta una microestructura austenítica típica de los aceros inoxidables de la serie 300 (figura 4.12). Siguiendo un esquema comparativo se determina lo siguiente: Se observan agrietamientos alrededor del grano los cuales

no se observaban inicialmente. Se observan algunos agujeros pequeños o cavidades generadas por el químico al cual fue sometido el acero, dichos defectos aparecen en mayor cantidad a medida que los tiempos de exposición aumentan.

Se evidencian en las muestras picaduras ocasionadas por el ataque del ácido oxálico a medida que aumentan los periodos de tiempo de contacto. En los límites de grano se observa un mayor deterioro ocasionado por la concentración del ácido en estas cavidades.

Se muestra en la figura 4.23 a, b, c, d, e y f, una comparación de la microestructura del material inicial con respecto a la diferentes condiciones.

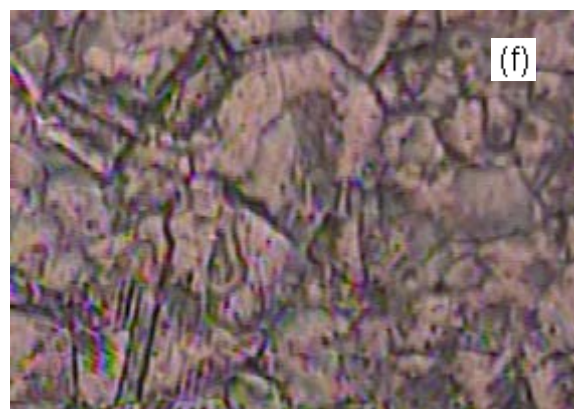
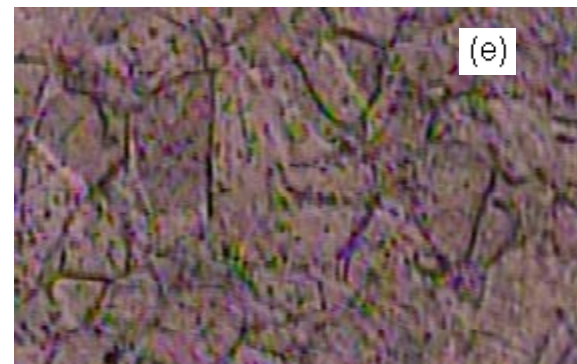
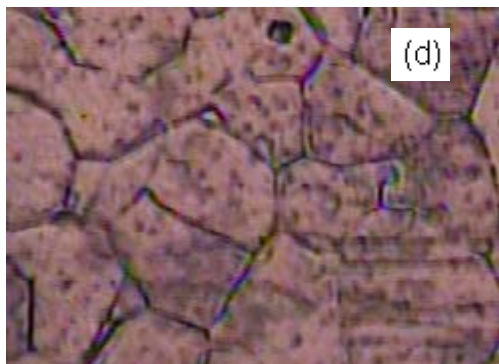
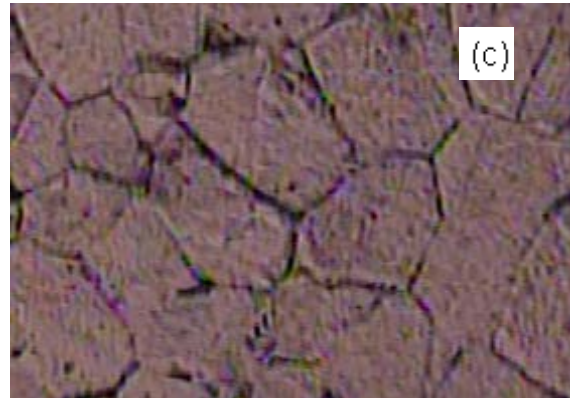
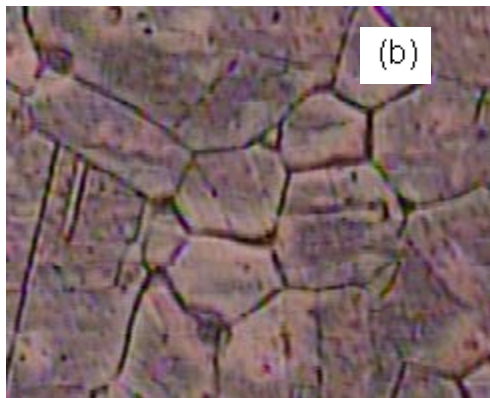
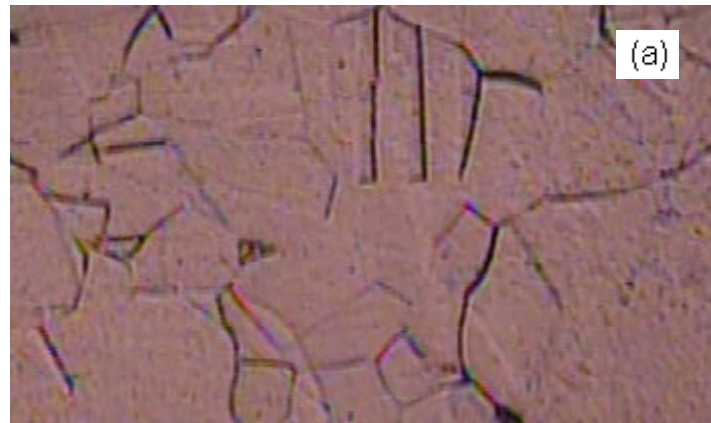


Figura 4.23 Microestructura de la condición inicial versus las diversas condiciones de exposición, (a) material inicial, (b) 48 horas, (c) 96 horas, (d) 144 horas, (e) 192 horas y (f) 240 horas.

Se determinó que el tamaño de grano no se vio afectado, manteniéndose en un valor de 8, obtenido de acuerdo a norma ASTM 112. Aunque se observa deterioro en el material (picadura e inicios de grietas), el acero en las condiciones a las que fue sometido no presenta cambios en la microestructura por tanto se debe estudiar la microdureza para comprobar los cambios en la resistencia del material

4.7 Microscopia electrónica de barrido

Para la obtención de las imágenes de la microestructura del material se recurrió al ensayo adicional, el cual fue el de microscopia electrónica de barrido y EDX. Teniendo como resultado las siguientes imágenes a un acercamiento de 500x y 1000x y los porcentajes de composición en la zona estudiada, para verificar si ocurrió algún cambio en la composición del material en la presencia del ácido oxálico.

4.7.1 Microscopia electrónica de barrido muestra inicial

Las figuras 4.23, 4.24 muestran la microestructura del material inicial. Esta muestra no fue sometida a sensibilización ni a contacto con ácido oxálico.

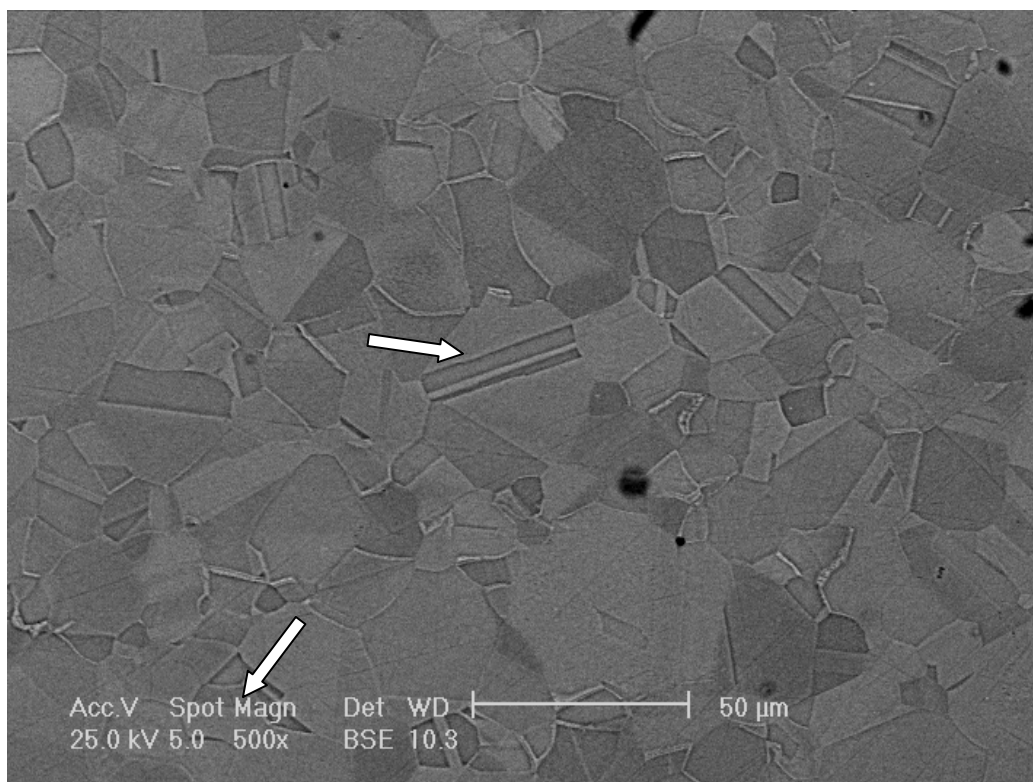


Figura 4.23 Microestructura de la condición inicial.

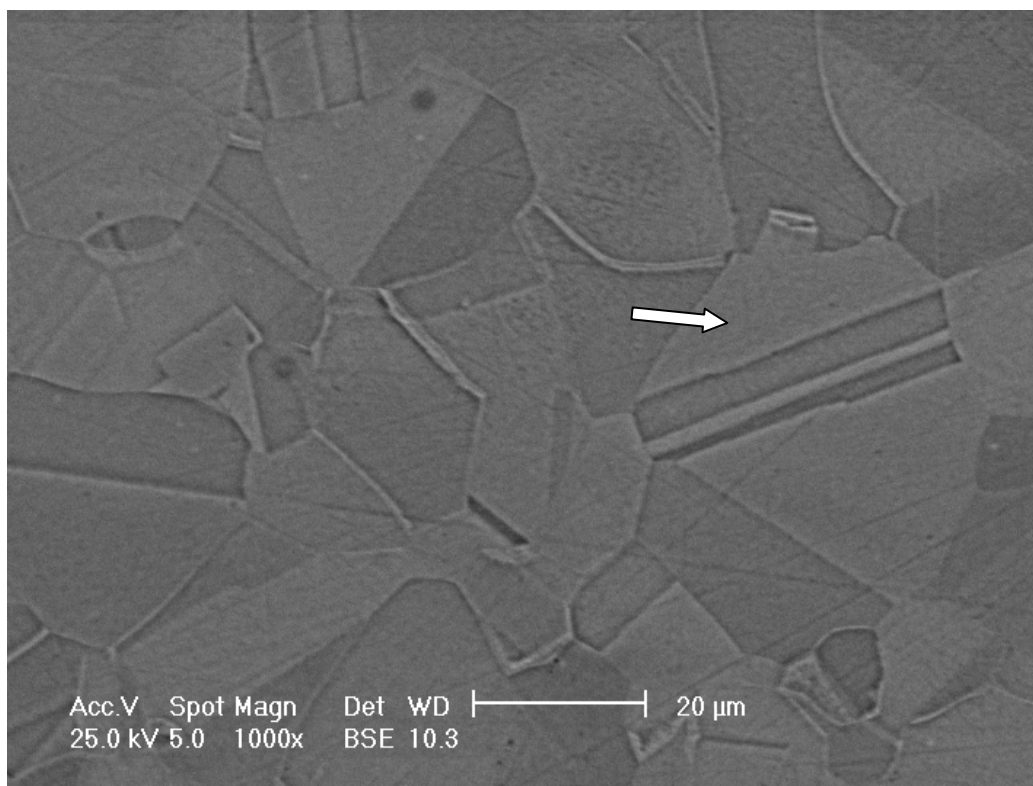


Figura 4.24 Microestructura de la condición inicial.

Las figuras 4.23 y 4.24 muestran una microestructura del material heterogénea de granos equiaxiales, además granos de diferentes tamaños, maclas y algunos granos más claros que otros debido a los relieves y desniveles presentes en la superficie del material.

4.7.2 Microestructura de las muestras después de 48 horas de contacto con el ácido oxálico.

Las figuras 4.25 y 4.26 muestran la microestructura de la muestra EE que estuvo en contacto con el ácido oxálico durante 48 horas.

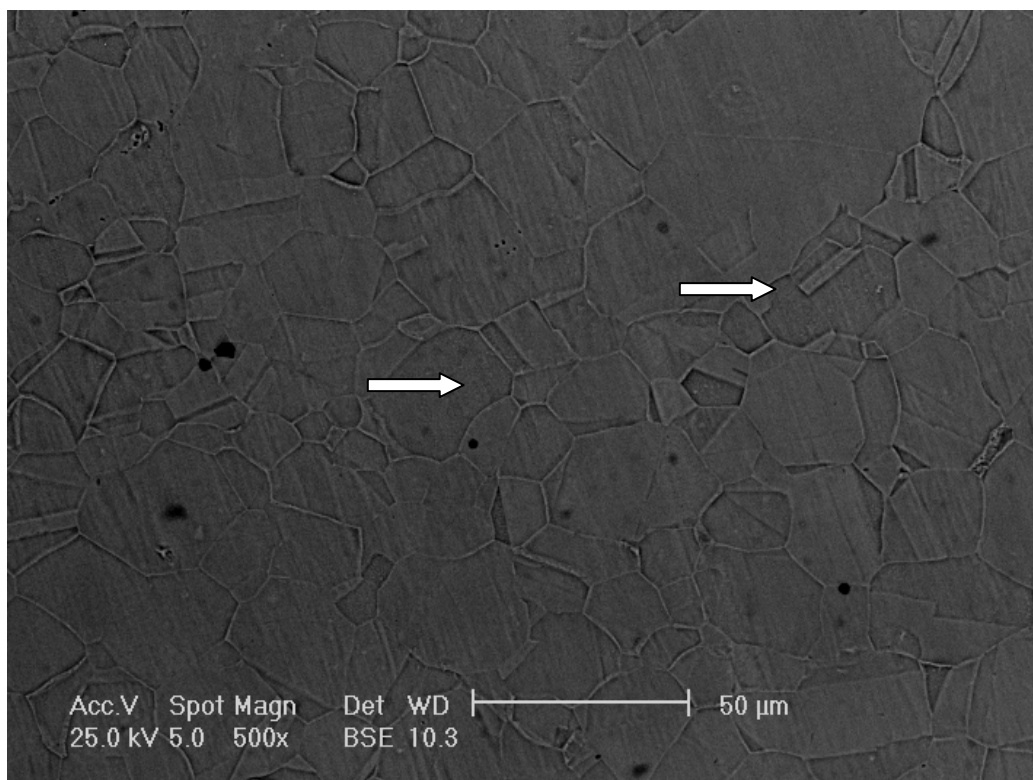


Figura 4.25 Microestructura a 500 x.

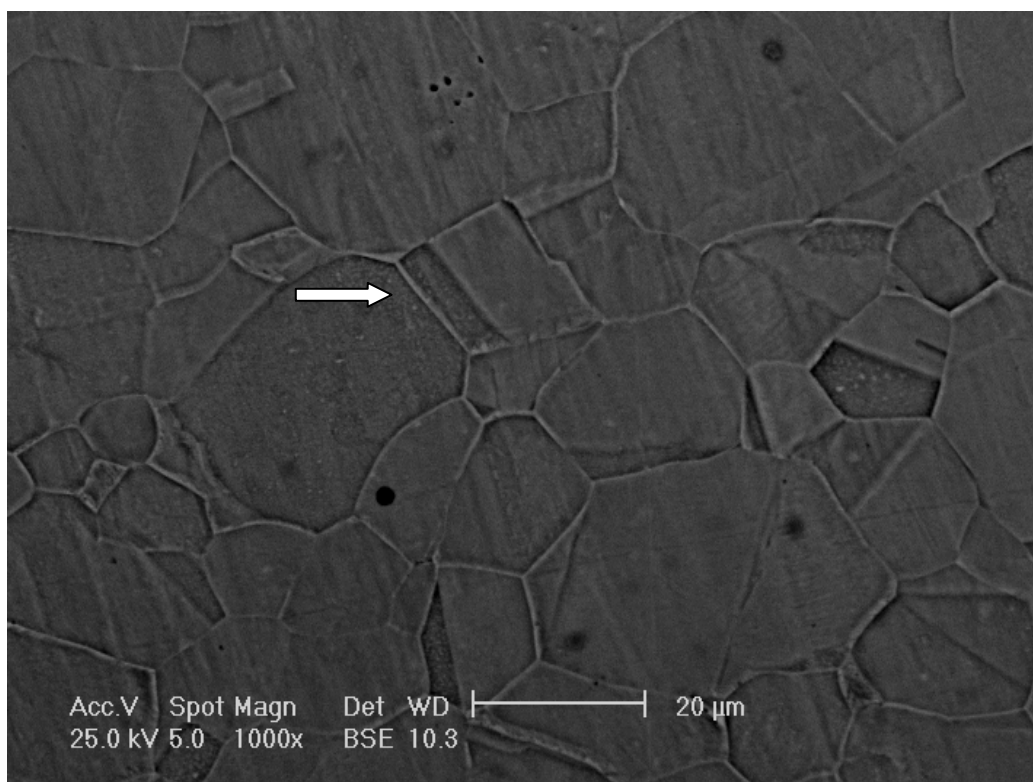


Figura 4.26 Microestructura a 1000x.

Las figuras 4.25 y 4.26 muestran la microestructura del material obtenida mediante microscopía óptica de barrido, el material fue sometido a sensibilización y a contacto con ácido oxálico durante 48 horas. Se observan los límites de grano demarcados.

4.7.3 Microestructura de las muestras después de 96 horas de contacto con ácido oxálico

Las figuras 4.27 y 4.28 muestran la microestructura de la muestra de que estuvo en contacto con el ácido 96 horas.

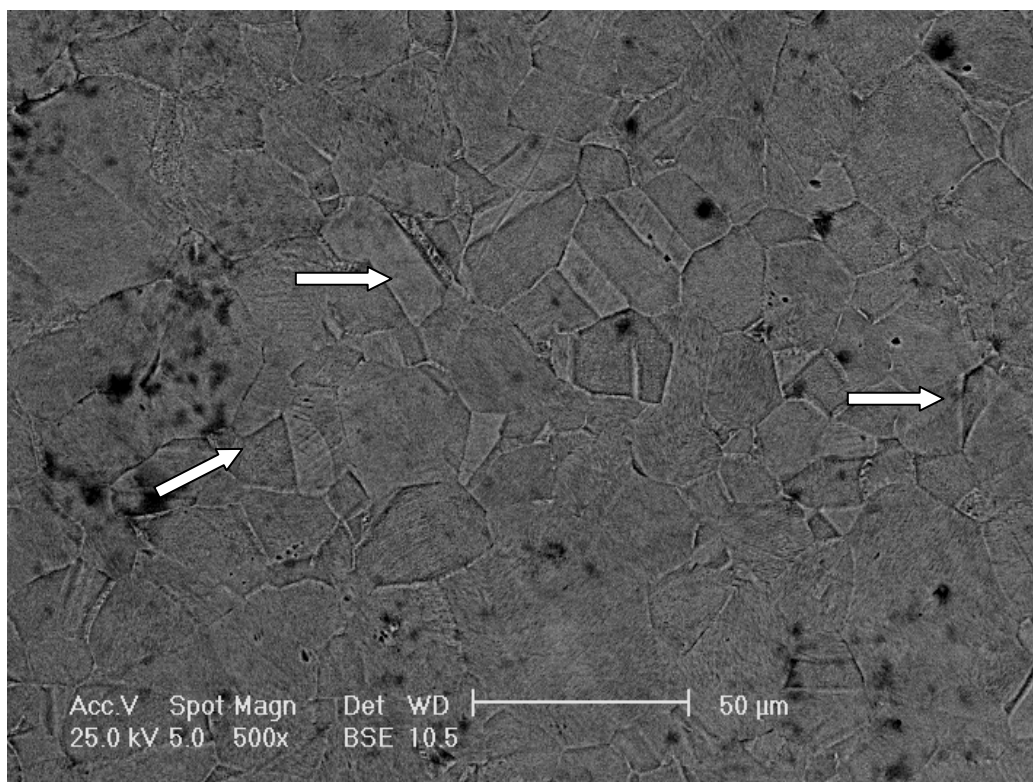


Figura 4.27 Microestructura a 500x.

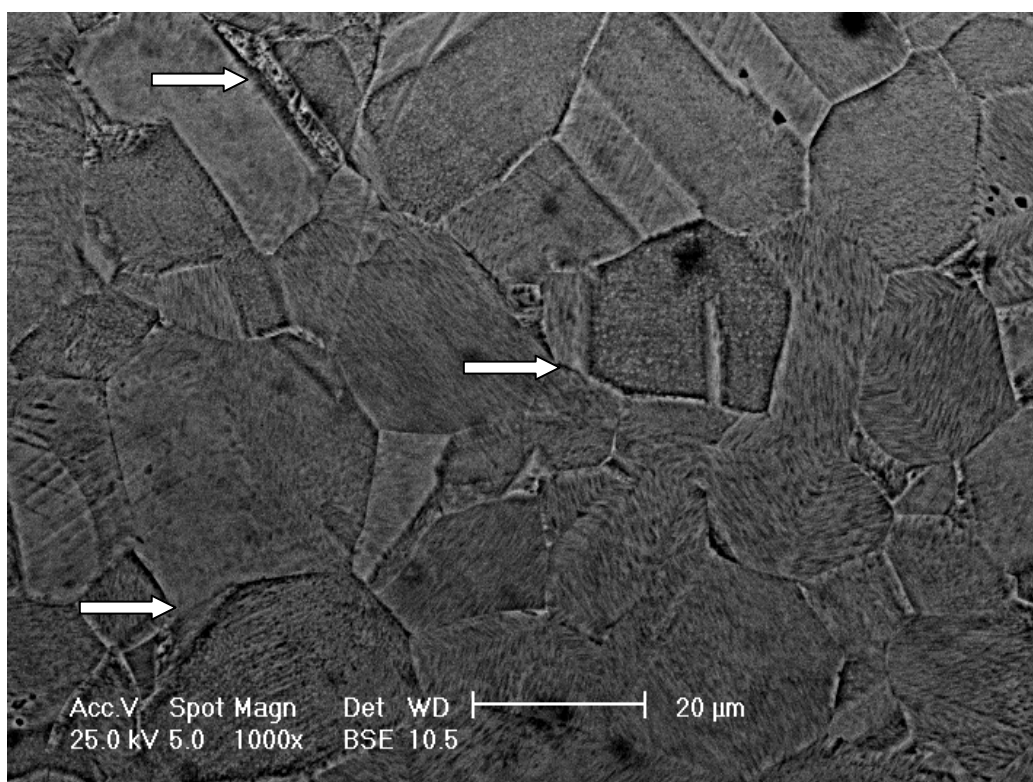


Figura 4.28 Microestructura a 1000x.

Las figuras 4.27 y 4.28 muestran la microestructura del material obtenida con microscopia óptica de barrido, el material fue sometido a sensibilización y a contacto con ácido oxálico durante 96 horas. Se observan precipitados en los límites de grano, se aprecia mayor cantidad de poros, algunas grietas, y granos demarcados.

4.7.4 Microestructura de las muestras después de 144 horas de contacto con el ácido oxálico

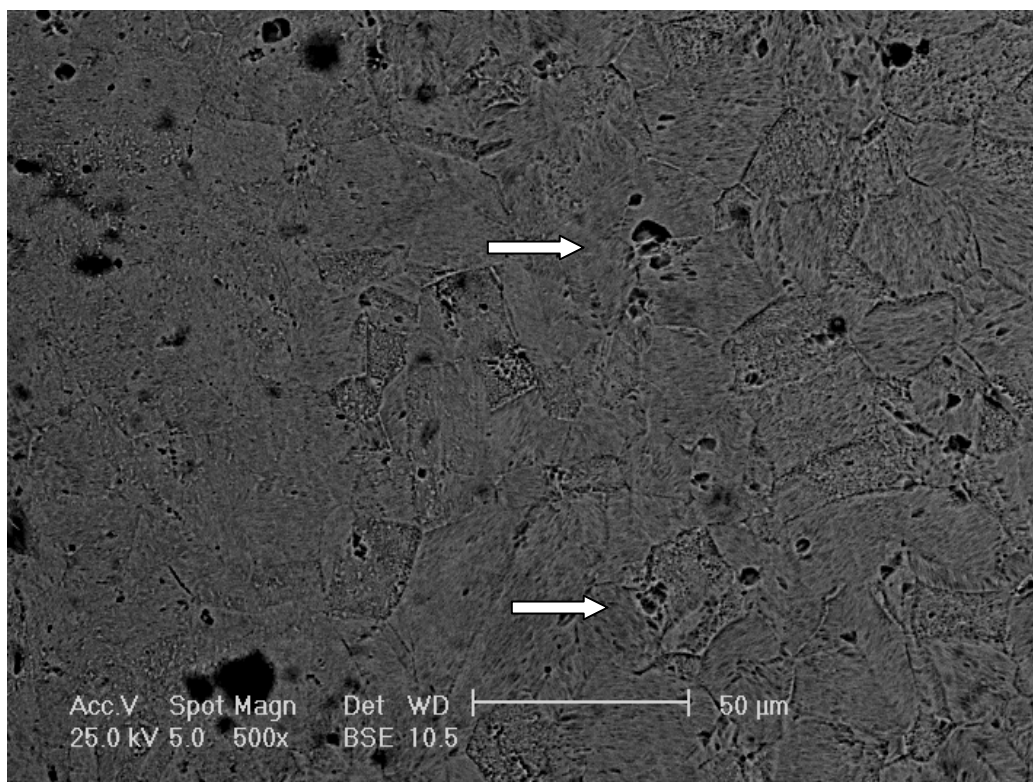


Figura 4.29 Microestructura a 500x.

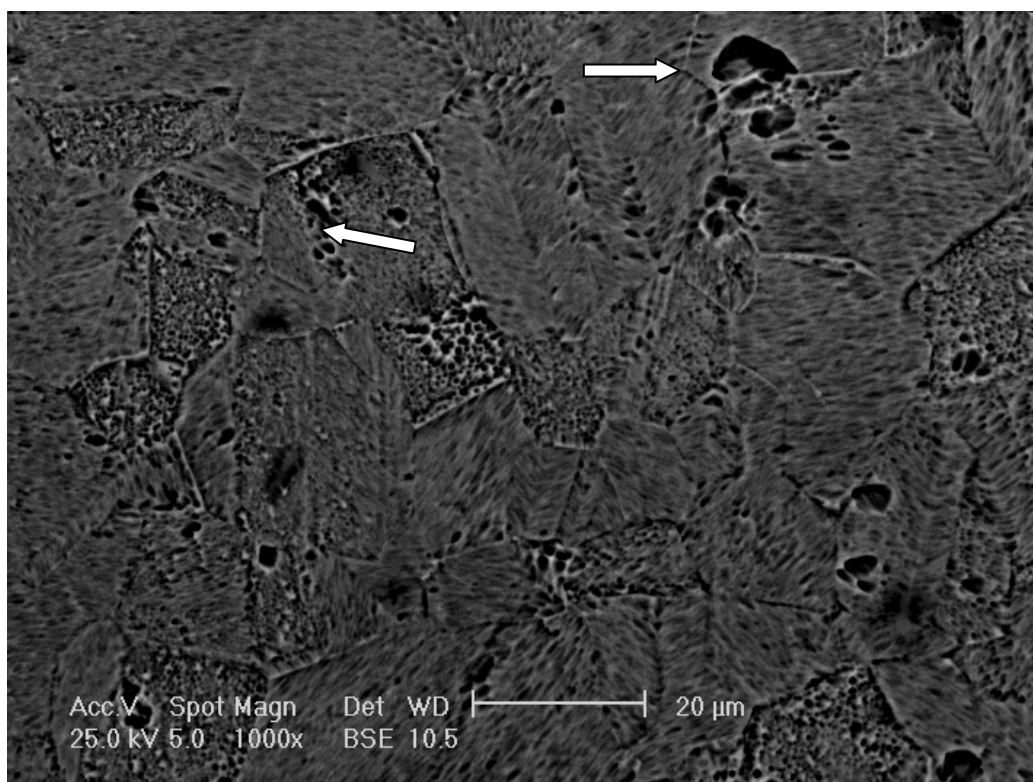


Figura 4.30 Microestructura a 1000x.

Las figuras 4.29 y 4.30 muestran la microestructura del material obtenida por microscopia óptica de barrido, el material fue sometido a sensibilización y a contacto con ácido oxálico durante 144 horas. Se observan precipitados en los límites de grano en mayor cantidad que la condición anterior, de igual forma se aprecia mayor cantidad de poros que en el ensayo a 96 horas, se ven algunas grietas.

4.7.5 Microestructura de las muestras después de 192 horas de contacto con el ácido oxálico

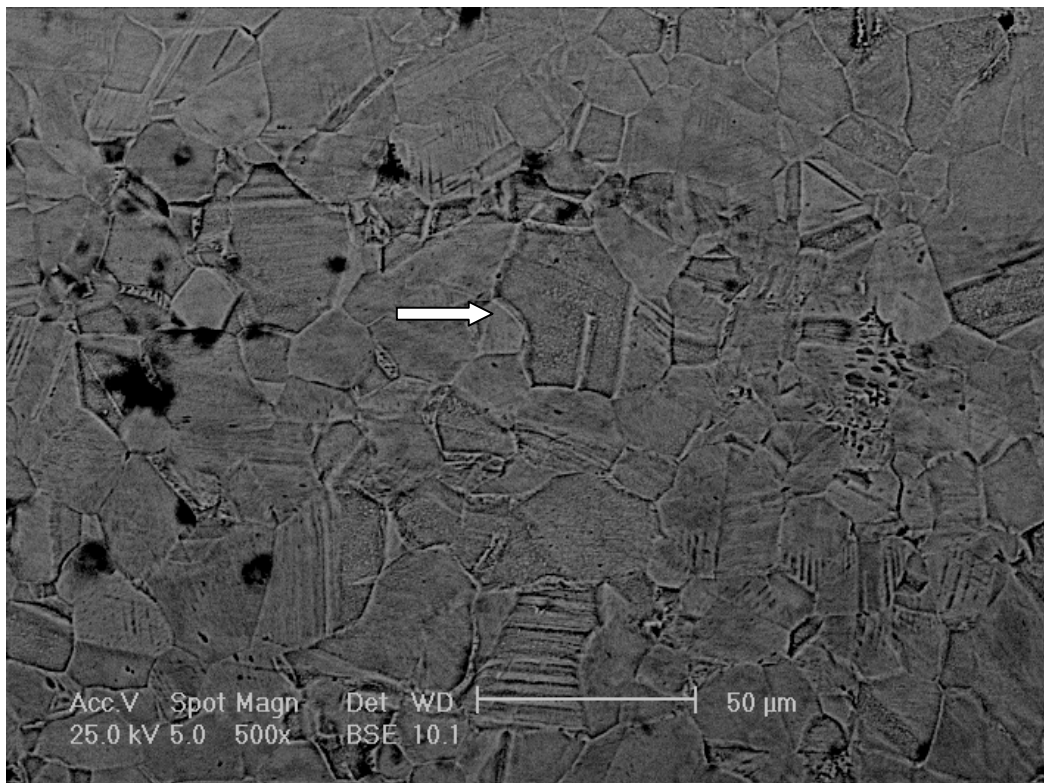


Figura 4.31 Microestructura a 500x.

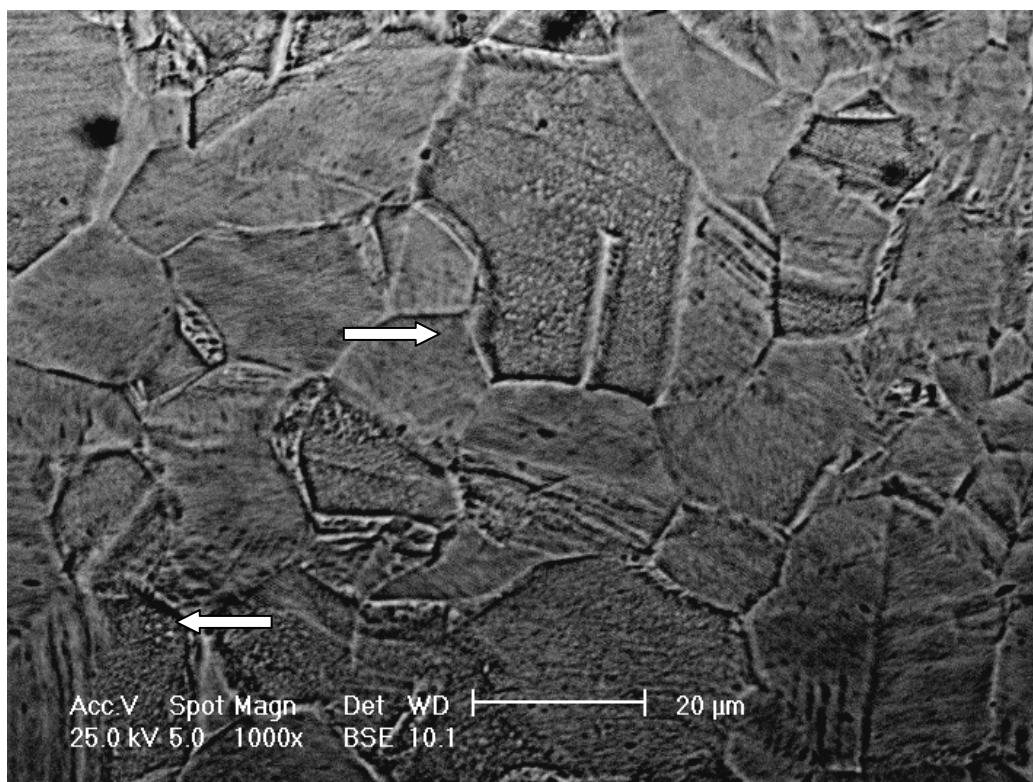


Figura 4.32 Microestructura a 1000x.

Las figuras 4.31 y 4.32 muestran la microestructura del material obtenidas mediante microscopía óptica de barrido, el material fue sometido a sensibilización y a contacto con ácido oxálico durante 192 horas. Se observan mayor precipitación de carburos en los límites de grano, de igual forma se observa mayor cantidad de poros que la condición de 144 horas, esto indica que el material se deteriora a medida que el tiempo de exposición aumenta. Se observa un grano muy parecido a la condición de 96 horas pero con mucho mas deterioro.

4.7.6 Microestructura de las muestras después de 240 horas de contacto con el ácido oxálico

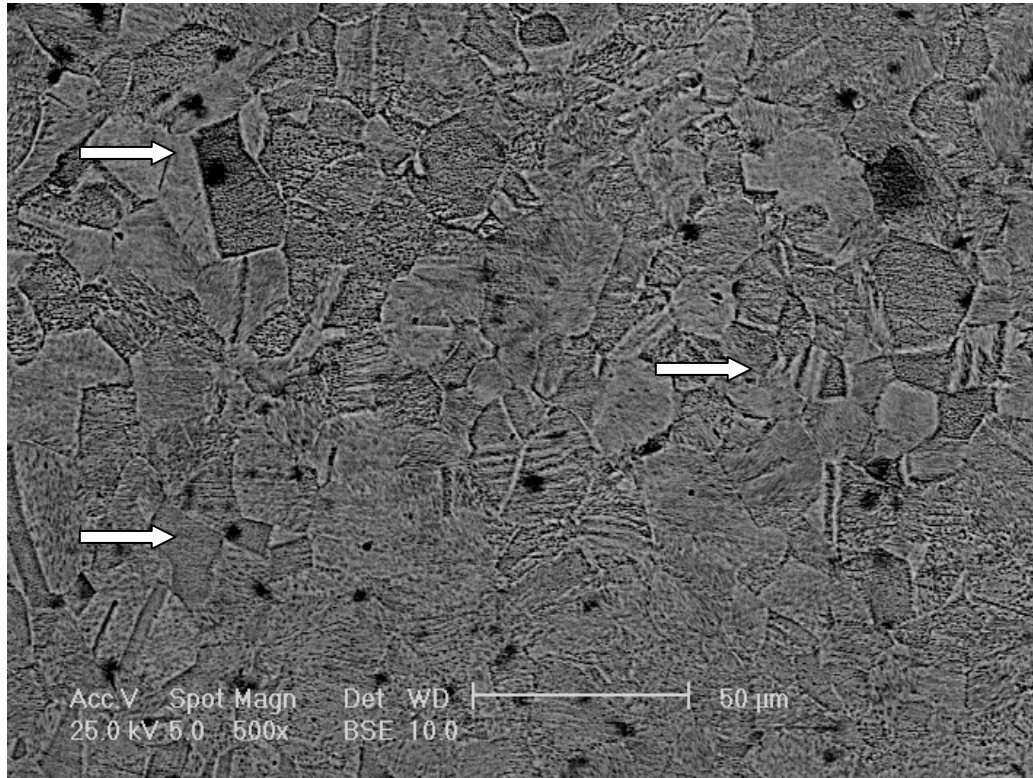


Figura 4.33 Microestructura a 500x.

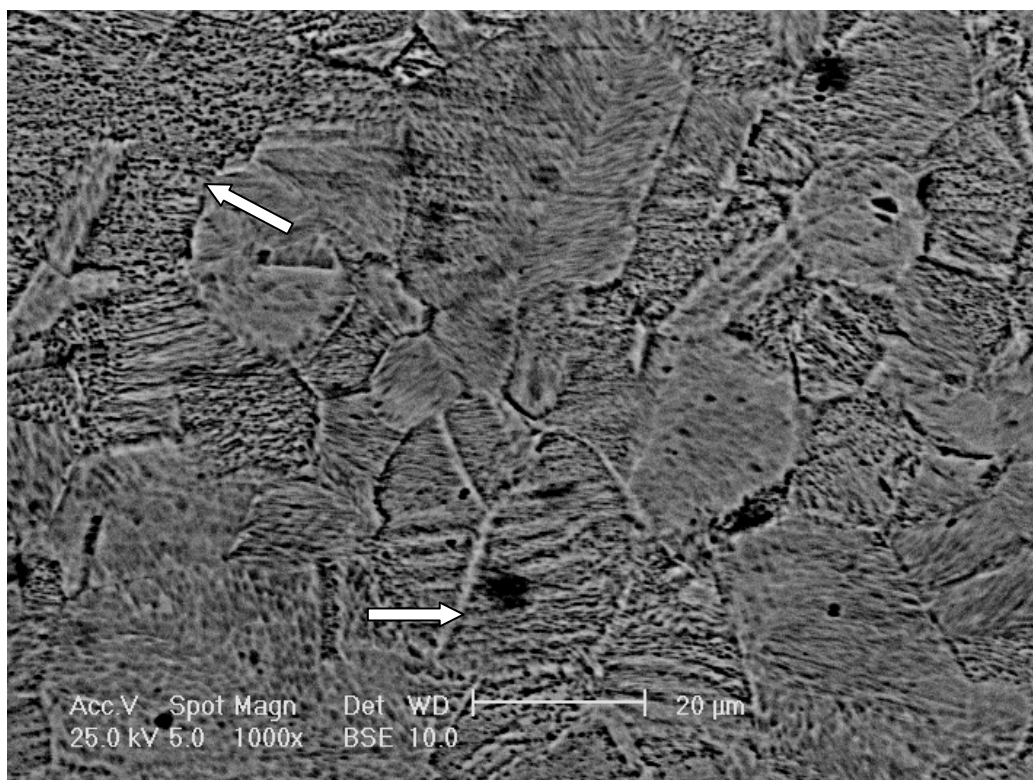


Figura 4.34 Microestructura a 1000x.

Las figuras 4.33 y 4.34 muestran el deterioro ocasionado por el ácido en el material, se observa precipitaciones de carburos que forman grietas y surcos en el material, se aprecian poros en el material incluyendo los granos, los bordes de los mismos y las maclas, en especial en la figura 4.25 se observa un mayor deterioro.

4.8 Ensayo de composición química por difracción de rayos X (EDX)

Se realizó el EDX para comparar la composición química de la condición inicial del material y de cada una de las condiciones de tiempo de exposición con el ácido oxálico con la tabla 4.1 de valores de composición química estándar del acero AISI 316L.

4.8.1 EDX del material inicial

La figura 4.35 muestra la imagen del material inicial, los valores de composición química del material inicial porcentaje en peso y porcentaje atómico, se utilizara el porcentaje en peso para comparar con la composición química obtenida por espectrómetro óptico.

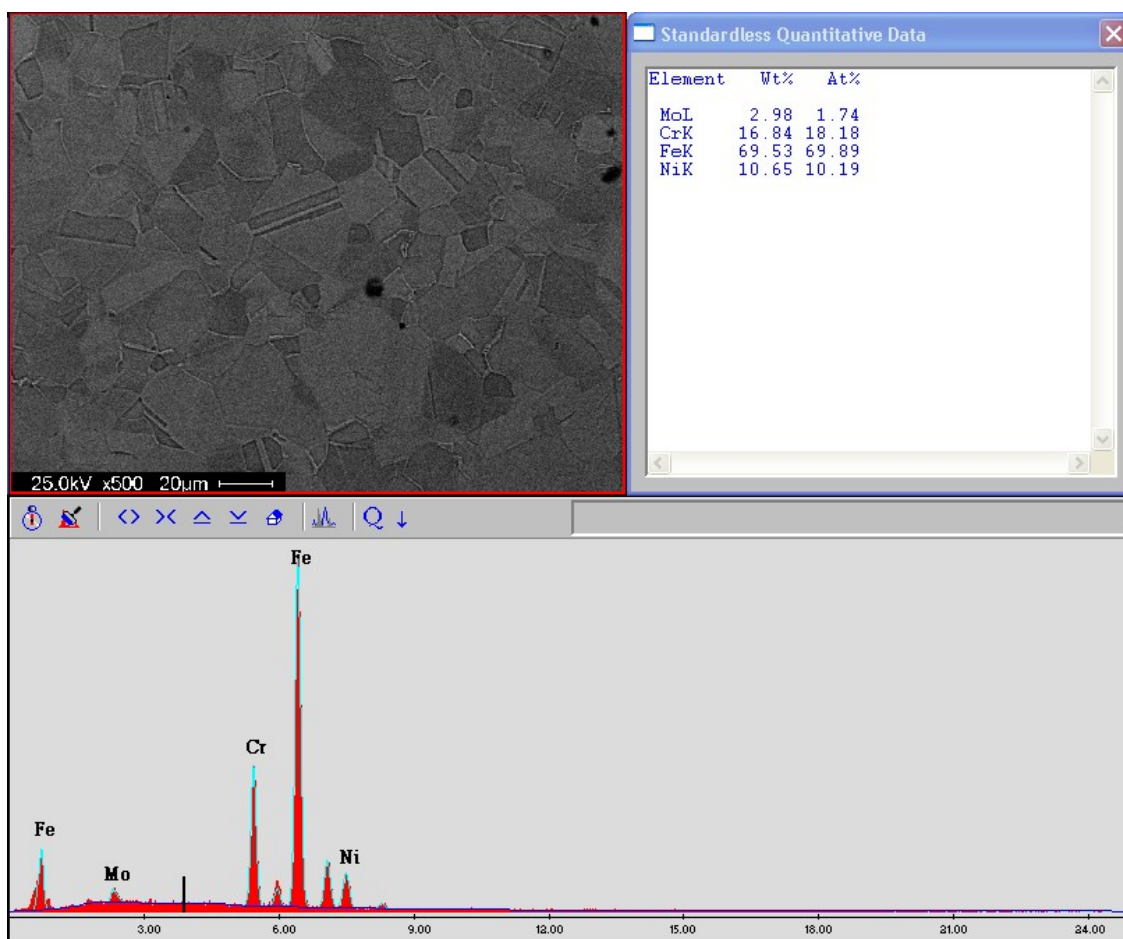


Figura 4.35 Composición del material inicial.

4.8.2 EDX material expuesto a 48 horas de exposición al ácido oxálico

La figura 4.36 muestra la imagen del material expuesto a ácido oxálico durante 48 horas y los valores de composición química. Se observan los porcentajes en peso y los porcentajes atómicos de los componentes principales del acero en estudio.

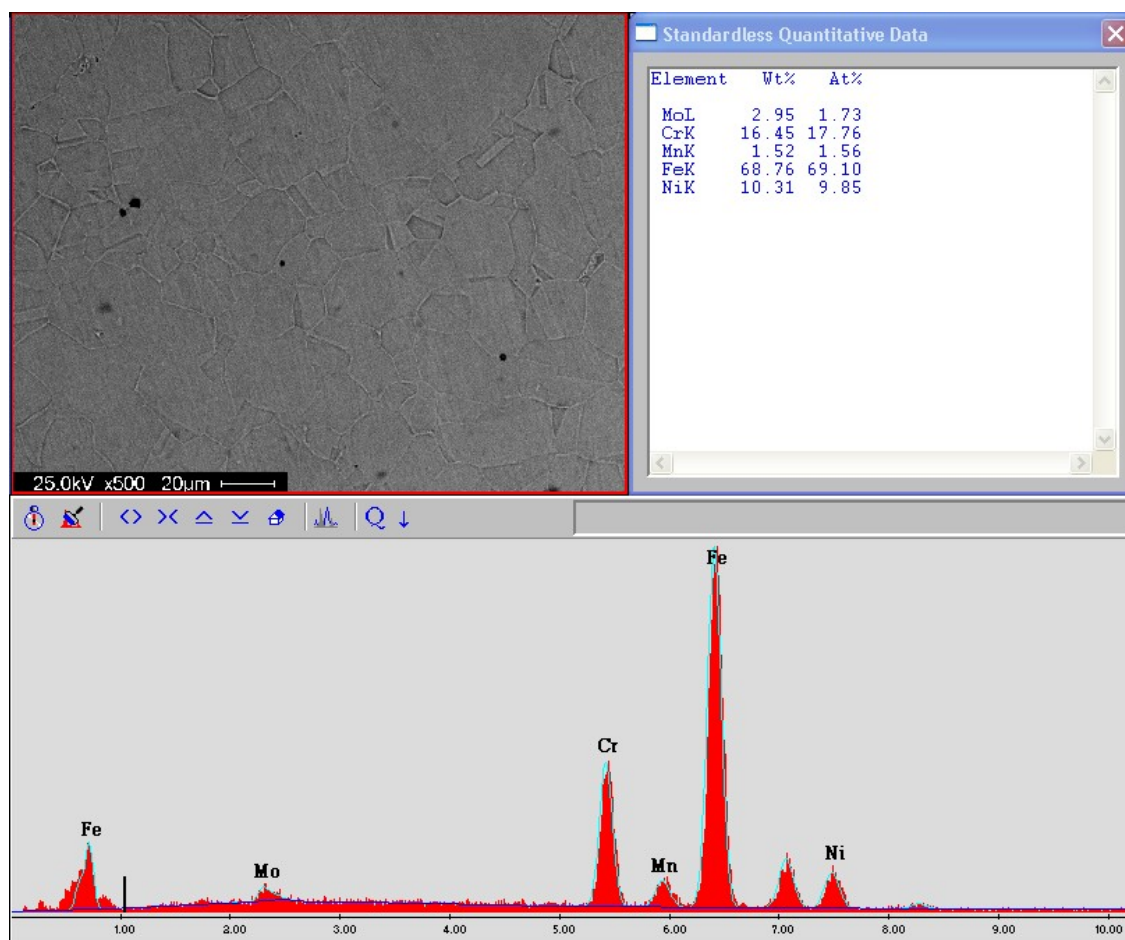


Figura 4.36 Composición del material expuesto a ácido oxálico durante 48 horas.

4.8.3 EDX material expuesto a 96 horas de exposición al ácido oxálico

La figura 4.37 muestra la imagen del material expuesto a ácido oxálico durante 96 horas, los valores de composición química del material y la variación de los componentes químicos presentes.

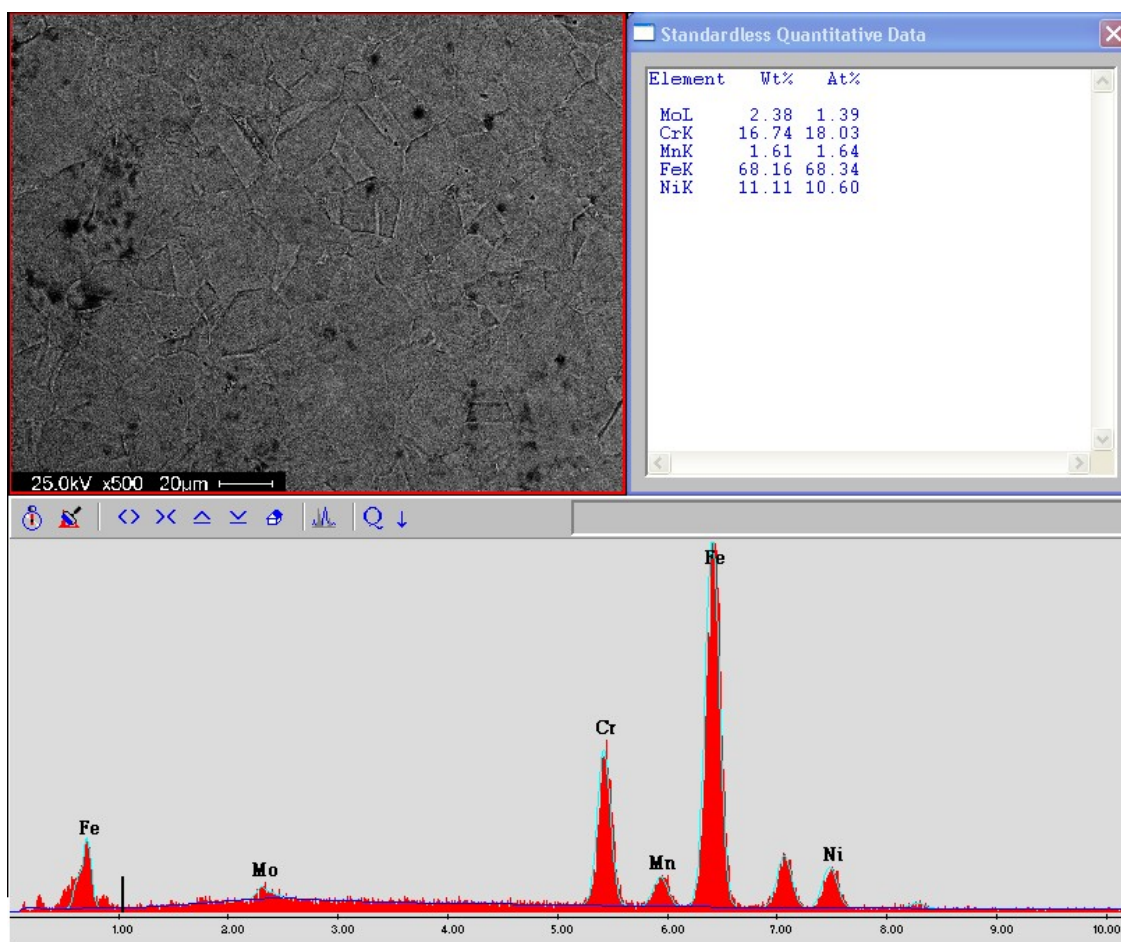


Figura 4.37 Composición del material expuesto a ácido oxálico durante 96 horas.

4.8.4 EDX material expuesto a 144 horas de exposición al ácido oxálico

La figura 4.38 muestra la imagen del material sometido a 144 horas en contacto con ácido oxálico, los valores de composición química del material y la variación de los componentes químicos presentes.

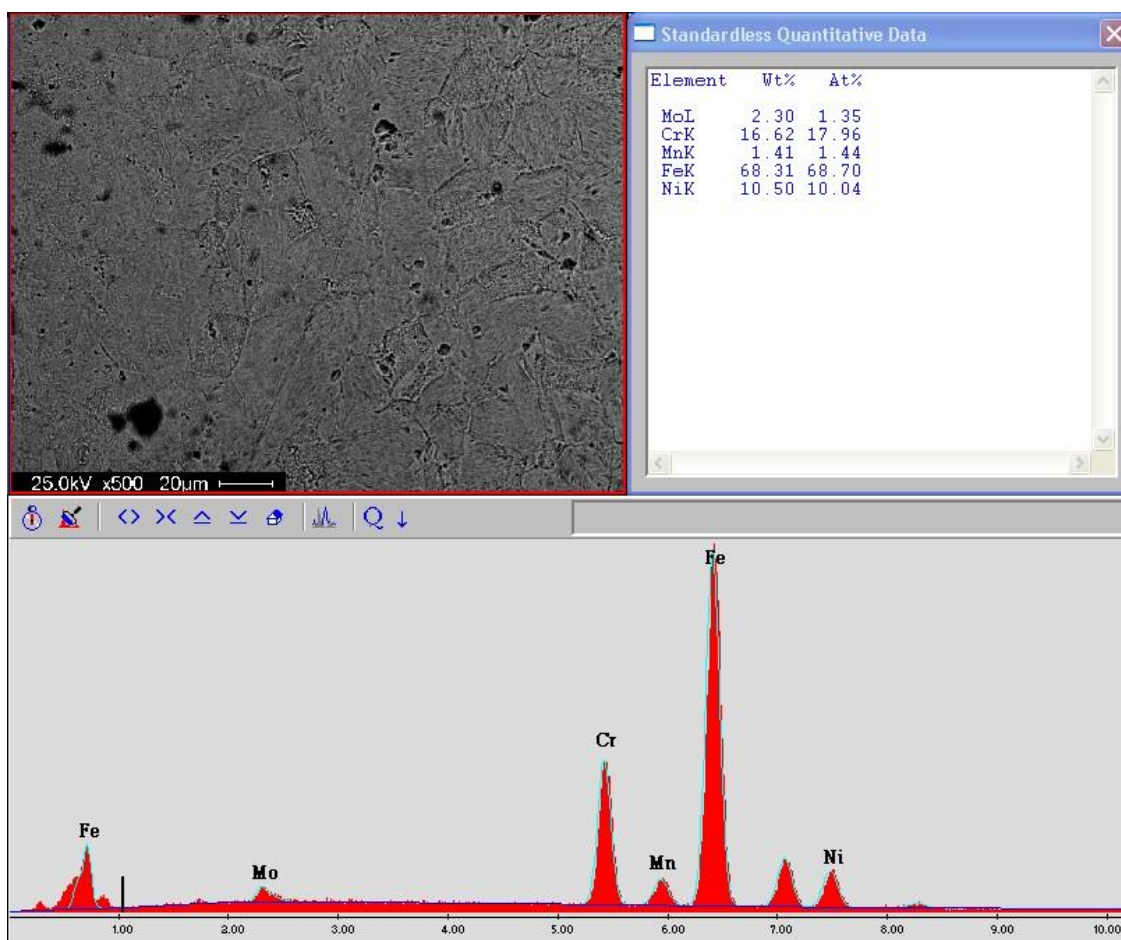


Figura 4.38 Composición del material expuesto a ácido oxálico durante 144 horas.

4.8.5 EDX material expuesto a 192 horas de exposición al ácido oxálico

La figura 4.39 muestra la imagen del material expuesto a 192 horas en contacto con el ácido oxálico, los valores de composición química del material y la variación de los componentes químicos presentes.

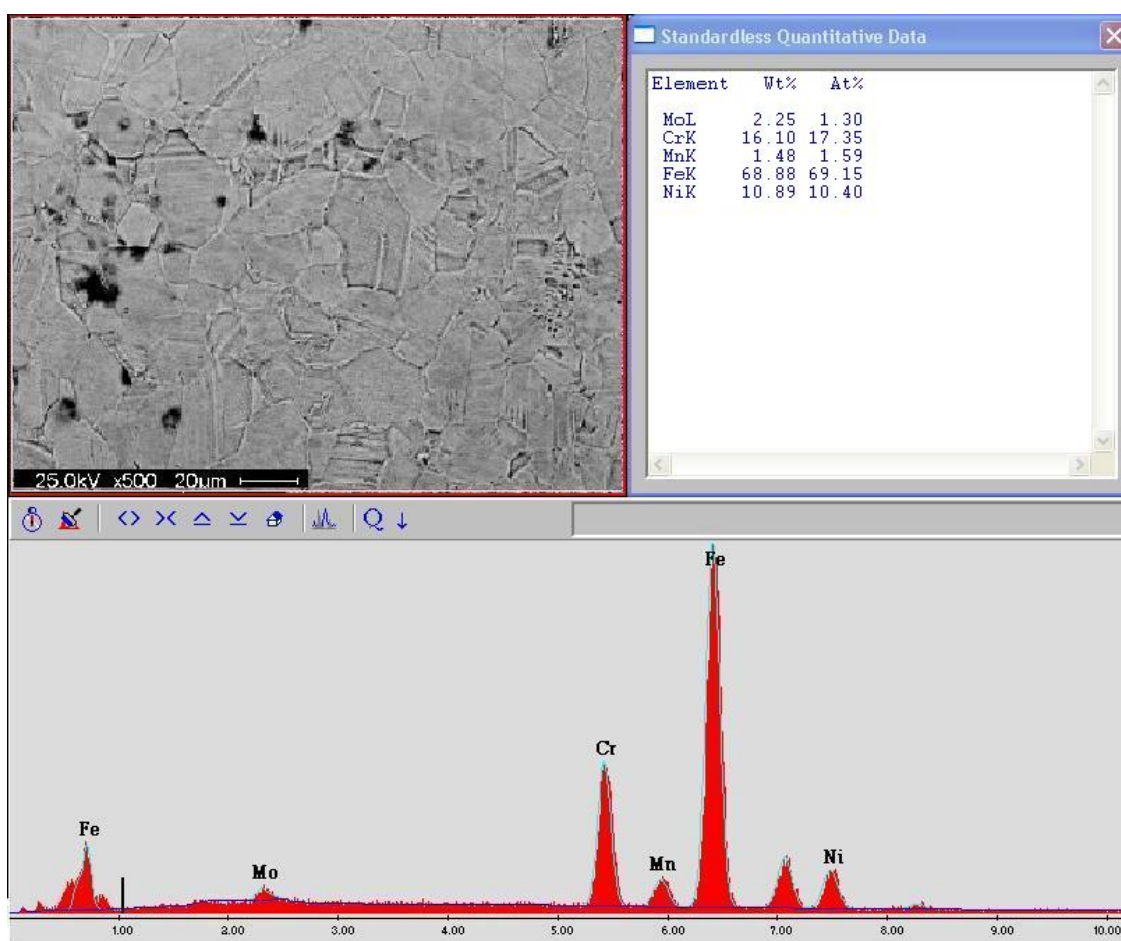


Figura 4.39 Composición del material expuesto a ácido oxálico durante 192 horas.

4.8.6 EDX material expuesto a 240 horas de exposición al ácido oxálico

La figura 4.40 muestra la imagen del material sometido a 240 horas que es el periodo más extenso estudiado, los valores de composición química del material y la variación de los componentes químicos presentes.

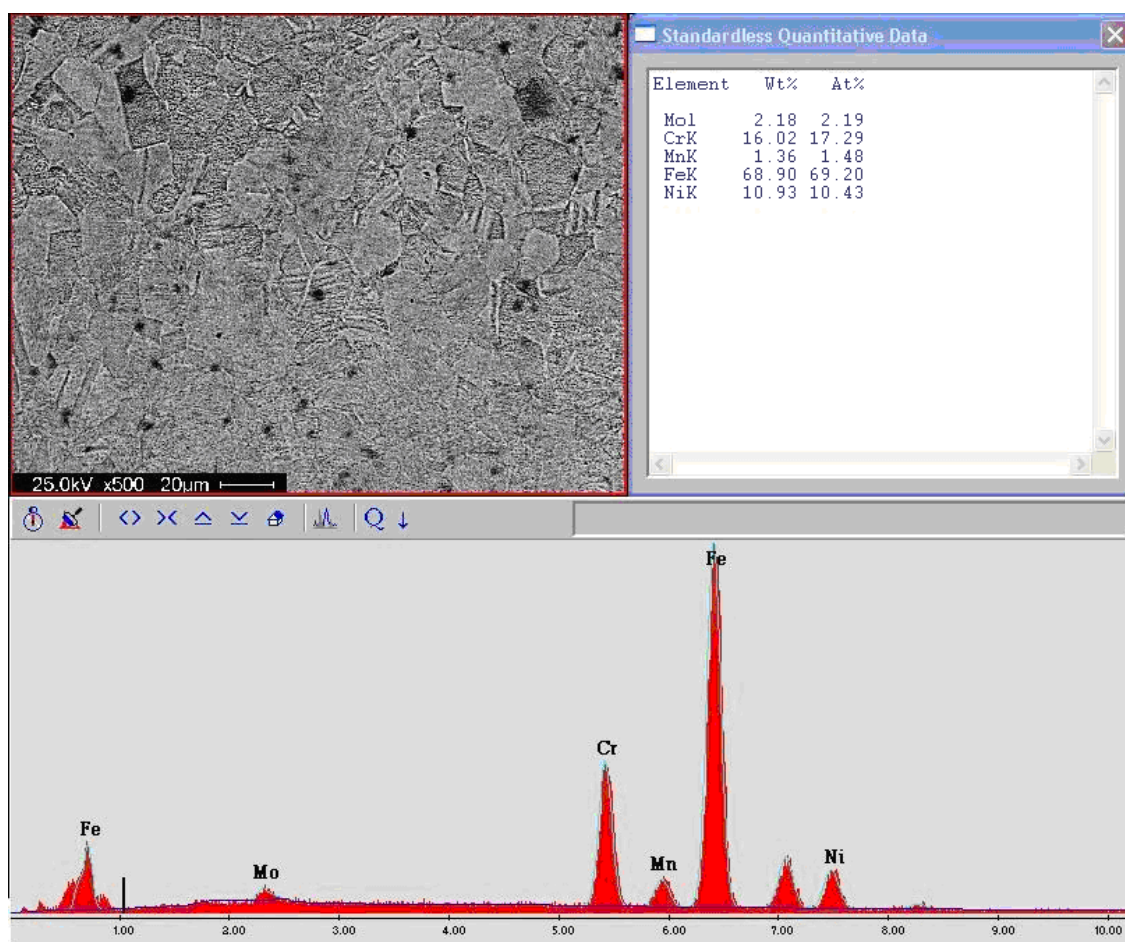


Figura 4.40 Composición del material expuesto a ácido oxálico durante 240 horas.

4.8.7 Composición química por ensayo de difracción por rayos X

Tabla 4.18 Cuadro comparativo de las diferentes condiciones a las que estuvo expuesto el material versus las condiciones estándar.

Condición Inicial	Componentes Químicos			
	%Ni	%Cr	%Mo	%Mn
Valores Estándares (Referencia bibliograficas)	(10,00-14,00)	(16,00-18,00)	(1,20-2,75)	<2,00
Condición Inicial	10,65	16,84	2,98	<2,00
Expuesto a 48 horas	10,31	16,45	2,95	1,52
Expuesto a 96 horas	11,11	16,74	2,38	1,61
Expuesto a 144 horas	10,50	16,62	2,30	1,41
Expuesto a 192 horas	10,89	16,10	2,25	1,48
Expuesto a 240 horas	10,93	16,02	2,18	1,36

La tabla 4.18 muestra valores de Níquel mantienen valores estándares en todas sus condiciones a excepción del periodo de 48 horas, que sufre una disminución en el rango de valores la cual no representa una diferencia mayor al 10 %, los valores de Cromo se mantienen estables a excepción del periodo de 96 horas que sufre un aumento no mayor al 10%, el Molibdeno presento valores dentro de los estándares teniendo disminuciones a medida que los periodos de exposición aumentan. El Manganeso mantuvo valores dentro de los parámetros estándares.

4.9 Análisis del agrietamiento intergranular

El análisis del agrietamiento intergranular de las muestras se llevo a cabo mediante las imágenes de las muestras obtenidas por el microscopio óptico, (ver figuras de la 4.11 a la 4.22), se siguió el procedimiento descrito en el capítulo 3 (punto 3.4.17.2). En lo que respecta a la utilización de acero inoxidable se recomienda: Evitar calentar y enfriar lentamente en el rango de sensibilización (450 a 850 °C), tomando en cuenta que el acero utilizado en las pruebas fue calentado a 675 °C se asume que el acero se encuentra ensayado en condiciones críticas.

El agrietamiento, que conduce a la rotura, se produce por un mecanismo de coalescencia de microfisuras. La fractura, en general, tiene un carácter mixto intergranular/transgranular. *García-Pontes A.*

La corrosión intergranular en las muestras de los diversos ensayos se presenta como una corrosión selectiva en los límites de grano, las cuales son zonas de alta energía debido a la gran proporción de dislocaciones en la estructura natural del material. En las figuras mostradas en la sección anterior (figuras de la 4.11 a la figura 4.22) se observa un agrietamiento localizado en los límites de los granos que puede ocasionar disminución de resistencia mecánica, debido al deterioro de los mismos.

4.10 Análisis de la corrosión por picadura

Una vez realizado los distintos ensayos correspondientes al capítulo 3 (punto 3.4.17.1), se procedió a la realización del análisis de la corrosión por picaduras.

Esto mediante las imágenes de las muestras que fueron tomadas una vez limpiadas luego que salieran del ataque químico con ácido oxálico.

La corrosión por picaduras en las muestras toma la forma de pequeños hoyos localizados. Esto ocurre como resultado de la rotura local de la capa pasivante, normalmente por iones de cloruro, aunque otros haluros y otros aniones pueden tener un efecto similar. Durante el desarrollo de estas picaduras, los productos corrosivos van conduciendo a procesos de corrosión de alta velocidad. En las muestras se observan picaduras superficiales y reducción de sección despreciable, estas picaduras fueron generadas debido a las condiciones al que fue sometido el material. Por otra parte, los productos corrosivos presentados en las muestras ocasionaron suciedad en la superficie del material.

Los aceros inoxidables sufren un fuerte picado, en presencia de cloruros en soluciones aireadas, ácidos, asociado a una pérdida localizada. El picado es un tipo de corrosión frecuentemente observado en los aceros inoxidables, es una forma de corrosión localizada muy peligrosa, ya que en ocasiones el avance del debilitamiento en el material puede no ser observable. Se caracteriza por la presencia de pequeñas perforaciones localizadas en una superficie que por otro lado presenta áreas no afectadas.

Se realizó un análisis microscópico para determinar la corrosión por picadura. Debido a que en algunos casos se presentan características similares a la picadura como lo son colas de cometas y manchas en el material se debe realizar un estudio más profundo. Tomando en cuenta las imágenes de la sección 4.6, Se observa que la picadura es un fenómeno que se repite para cada una de las condiciones estudiadas, a medida que el tiempo de exposición es mayor en el medio corrosivo se observa un incremento en la aparición de este fenómeno corrosivo. Este efecto corrosivo no presentó en el material un deterioro significativo, debido a lo obtenido en el análisis de pérdida de peso (mpy) en las muestras.

4.11 Microdureza

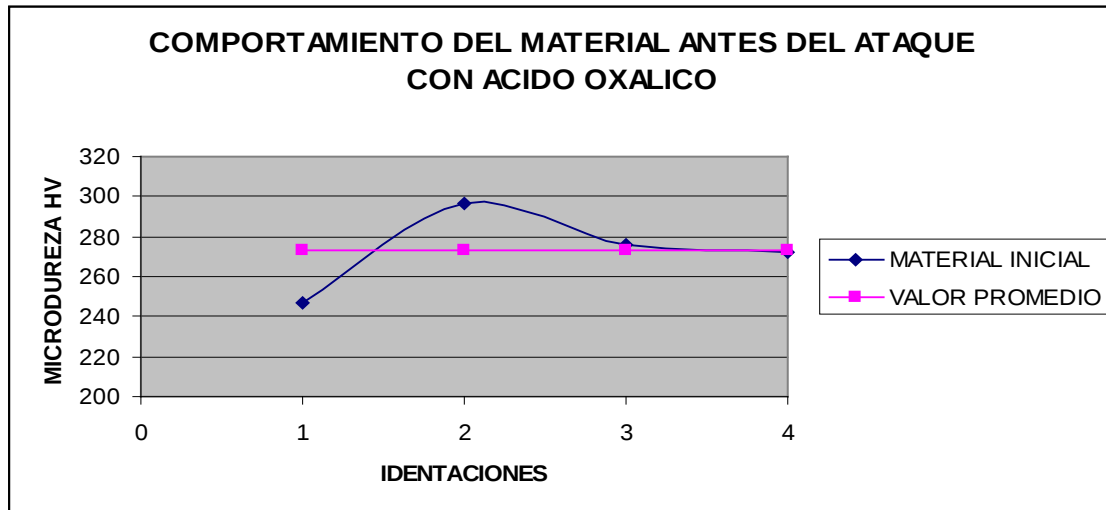
A continuación se muestran diversas figuras, graficas y datos del material a estudiar, tomados previos a la realización de los diversos ensayos, para así evaluar el agrietamiento intergranular.

4.11.1 Microdureza del material inicial

Este ensayo se realizo de acuerdo a la metodología descrita en el capítulo 3 punto 3.4.18, y siguiendo las indicaciones de funcionamiento del equipo a manipular para evitar desviaciones en los datos, en este caso se utilizo un equipo ubicado en el laboratorio de materiales y procesos de fabricación, microdurometro BUEHLER. Se utilizo el método de dureza vickers. Este ensayo dio como resultado los siguientes valores:

Tabla 4.19 Microdureza del material inicial.

MATERIAL INICIAL		
ID 1	D1	13,60
	D2	13,80
MICRODUREZA	HV	247,00
ID 2	D1	12,30
	D2	12,70
MICRODUREZA	HV	296,70
ID 3	D1	12,60
	D2	13,30
MICRODUREZA	HV	276,40
ID 4	D1	12,70
	D2	13,40
MICRODUREZA	HV	272,20



Gráfica 4.19 Comportamiento de la microdureza material inicial.

4.11.2 Resultados del ensayo de microdureza de las muestras obtenidos después el ataque químico

A continuación se presentan los resultados obtenidos al realizar los ensayos de microdureza descritos en el capítulo 3 (punto 3.4.18). El estudio se realizó en las zonas austeníticas del material atacado.

Tabla 4.20 Microdureza del material inicial y de las muestras ensayadas.

MUESTRAS A ENSAYAR CON EL MICRODUROMETRO							
MATERIAL							
INICIAL		AB	BC	CC	DB	EE	
ID 1	D1	13,60	10,70	11,50	11,80	13,30	14,30
	D2	13,80	11,00	12,00	11,80	14,40	14,70
MICRODUREZA	HV	247,00	393,80	335,80	333,00	241,70	220,50
ID 2	D1	12,30	11,00	11,40	12,30	12,30	13,70

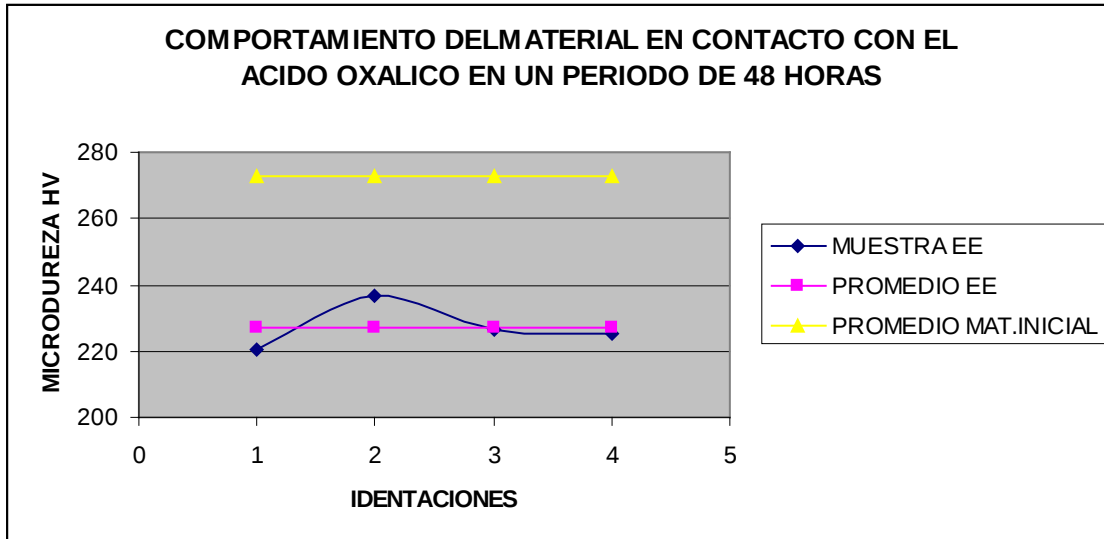
	D2	12,70	11,70	11,90	12,30	13,10	14,30
MICRODUREZA	HV	296,70	359,90	341,60	306,40	287,40	236,50
ID 3	D1	12,60	11,40	11,20	11,70	13,20	13,80
	D2	13,30	11,30	11,80	11,70	11,90	14,80
MICRODUREZA	HV	276,40	359,90	350,50	338,70	294,30	226,70
ID 4	D1	12,70	13,90	11,30	11,50	13,80	14,10
	D2	13,40	13,90	10,80	10,70	14,00	14,60
MICRODUREZA	HV	272,20	239,90	379,70	376,30	239,90	225,10

Tabla 4.21 Microdureza promedio de las probetas ensayadas y del material inicial.

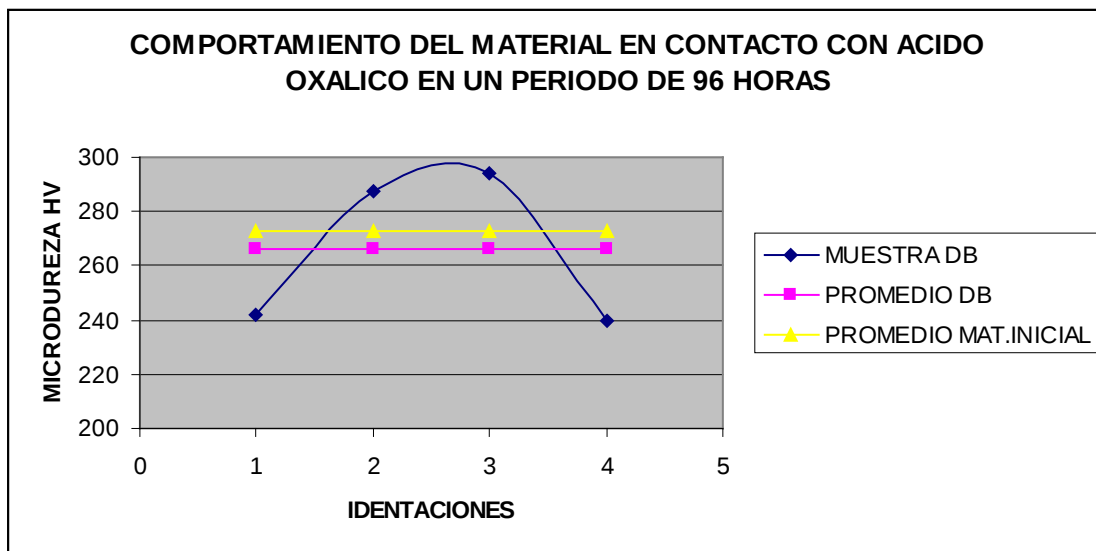
MUESTRA	VALOR PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTANDAR
MAT. INICIAL	273,07	2,969848481
AB	338,37	1,979898987
BC	351,90	6,293250353
CC	338,60	4,030508653
DB	265,82	4,879036790
EE	227,20	6,733993367

4.11.3 Graficas de microdureza del material para los distintos periodos de tiempo de ataque químico.

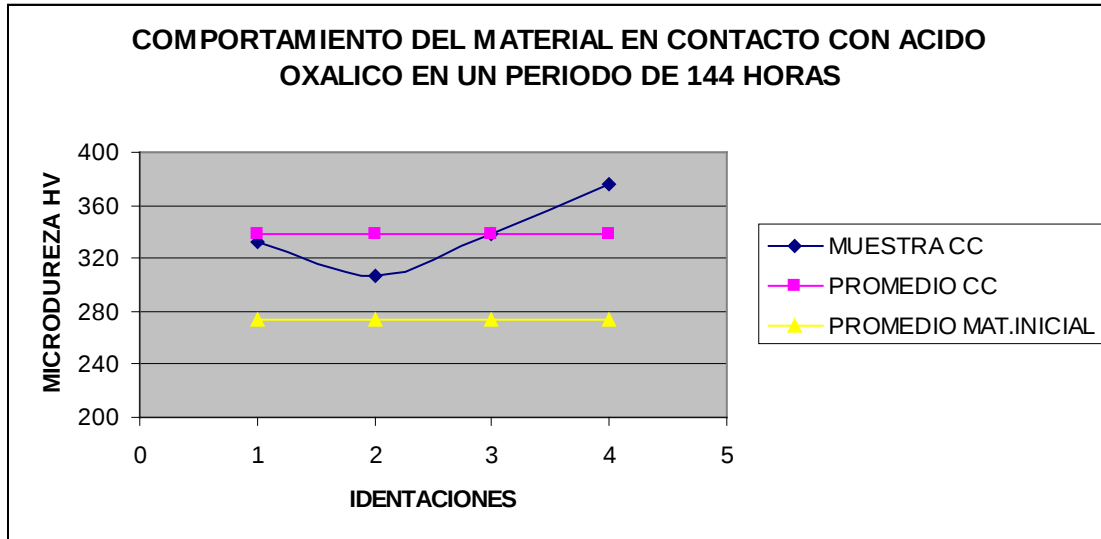
Se procede a graficar el comportamiento de las zonas austeníticas para cada uno de los periodos de tiempo, se grafican los valores para cada condición y se grafica el promedio de la condición el cual se compara con el promedio del material inicial.



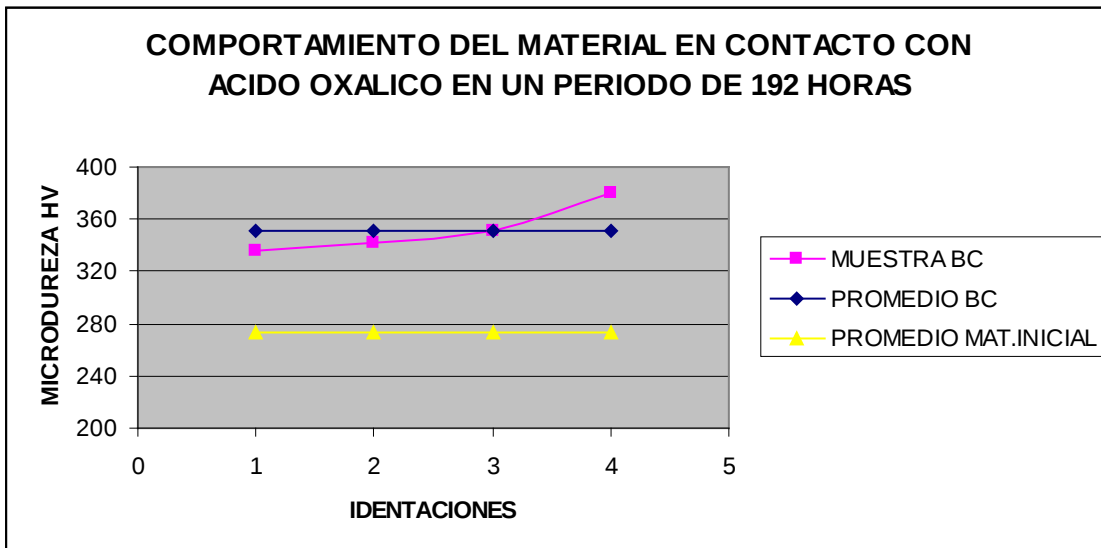
Gráfica 4.20 Comportamiento de la microdureza de la probeta EE ensayada y el material inicial.



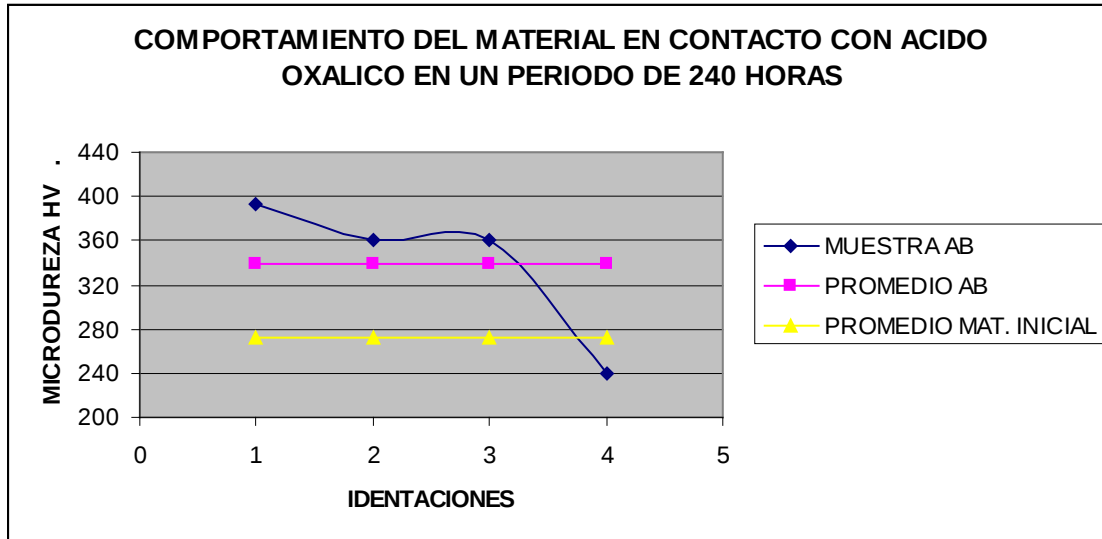
Grafica 4.21 Comportamiento de la microdureza de la probeta DB ensayada y el material inicial.



Grafica 4.22 Comportamiento de la microdureza de la probeta CC ensayada y el material inicial.

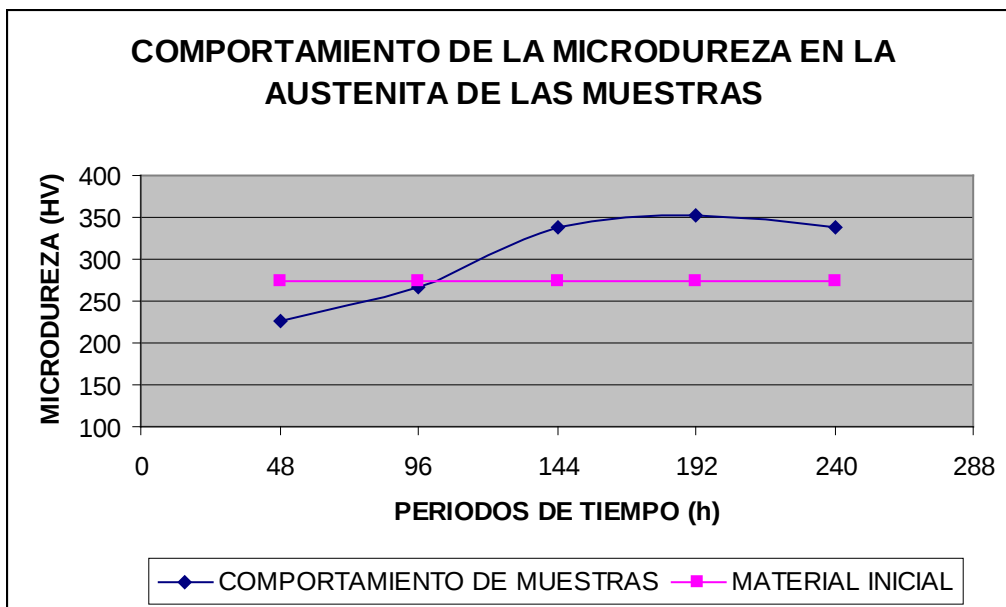


Grafica 4.23 Comportamiento de la microdureza de la probeta BC ensayada y el material inicial.



Grafica 4.24 Comportamiento de la microdureza de la probeta AB ensayada y el material inicial.

Se presenta en la gráfica 4.26 el comportamiento obtenido de la microdureza de las muestras en función del tiempo de exposición.



Gráfica 4.25 Comportamiento de microdureza en función del tiempo.

Se destaca el incremento progresivo de la microdureza a medida que el tiempo de exposición al ácido aumenta. Se observa que para el tiempo máximo de exposición (240 horas) la microdureza disminuye respecto al tiempo de exposición

anterior (192 horas), esto se debe a un valor muy por debajo del rango, obtenido durante el ensayo en la cuarta indentación. Esto nos da un indicio de una probable indentación realizada en una zona distinta o una zona intermedia.

4.11.4 Análisis de la microdureza

La recolección de datos se realizó en tablas, se aplicó cuatro indentaciones en una muestra seleccionada al azar de cada uno de los periodos de tiempo en estudio. Debido a las variaciones que se presentan en dichos valores se procede a tomar los promedios de las cuatro indentaciones realizadas, para comparar de una manera precisa la diferencia de microdureza entre el material inicial y el material sometido al ataque químico.

Se puede observar en las graficas 4.20 a la 4.26 que la microdureza de las muestras se incrementa a medida que los periodos de exposición se extienden, para periodos de tiempo mayores a 144 horas el promedio de microdureza del material sometido a ataque químico es mayor al promedio de las muestras iniciales. Se infiere que con la sensibilización realizada al material la microdureza disminuye, una vez alcanzadas las 144 horas de exposición con el ácido, el material recupera la resistencia mecánica perdida, produciéndose un endurecimiento a consecuencia de las transformaciones de fase entre los periodos de 96 horas y 240 horas,

4.11.5 Análisis de la influencia en los cambios en la microestructura en la microdureza

Las figuras 4.25 a la 4.34, muestran el deterioro que sufre el material a medida que aumentan los periodos de exposición de contacto con el ácido oxálico, presentado por la aparición de las picaduras a partir del periodo de 96 horas de exposición, se observan deterioros en los bordes de los granos, que son concentradores de esfuerzos. La figura 4.30 muestra una microestructura de contacto con el ácido a 144 horas, en la que se observan mayor influencia de la precipitación de carburos en los granos límites de granos y maclas. Estos incrementos en las precipitaciones de carburos y picaduras que ocasionan grietas

en el material, corrobora el aumento de la microdureza como se evidencia en la grafica 4.25, a medida que aumentan los periodos de tiempo.

4.11.6 Análisis de las características del acero inoxidable AISI 316L

Las condiciones seleccionadas infieren en las características del material microdureza del material provocando una inseguridad de operatividad en la elección del material. Las dureza del material presentaron cambios pocos significativos, que están basados de acuerdo a los resultados obtenidos. El efecto corrosivo por picadura, mostrado en las figuras de los resultados de la microestructura fue de tipo localizada en la superficie de las muestras en contacto con el ácido oxálico. Se generó una capa de cristales de oxalato los cuales aceleran el proceso corrosivo debido al contacto permanente con el material. La microdureza de las diferentes condiciones seleccionadas proporcionaron variaciones con respecto al material original, para periodos comprendidos entre 0 horas y 96 horas, la microdureza del material original fue mayor que las sometidas al ácido, caso contrario para los periodos de tiempo entre 96 y 240 horas. Se pueden relacionar los cambios de estas características con la sensibilización realizada al material. La sensibilización aplicada a las muestras antes del ataque químico genera precipitación de cromo en los bordes de los granos ocasionando que estas áreas sean menos resistentes a la corrosión.

La pérdida de peso al igual que la dureza del material no presentó variaciones significativas, por lo que la selección del material para esta condición es viable. Las variaciones ocasionadas en el material se deben a la sensibilización del material y no a la presencia de ácido oxálico en el porcentaje de concentración establecido por la norma. Recordamos que este ensayo se realiza para la aceptación y no para el rechazo del material.

CAPITULO 5

5 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

Se presenta un número de conclusiones a partir de la información obtenida en los ensayos realizados, los cuales reflejan en líneas generales los aspectos más relevantes de la investigación.

- ✚ El acero inoxidable AISI 316L al ser sometido a la presencia de ácido oxálico según los parámetros descritos en la norma ASTM A262-02a, se obtuvo una capa de oxalato sobre la superficie expuesta a la atmósfera de la campana de ventilación. Este fenómeno químico varía dependiendo de las condiciones, una diferencia de 5 °C. incrementa la aparición del oxalato, esto se demostró con un ensayo colocando muestras adicionales en lugares a diferentes temperaturas.
- ✚ Se obtuvo un porcentaje máximo de pérdida de peso para la condición de mayor exposición (240 horas), el porcentaje fue de 0,0334 % lo cual se traduce en un 1,2199 % de pérdida de peso al año.
- ✚ La velocidad de corrosión en milímetros por año (mpy), evidencio que la pérdida de peso generada por el ataque químico es de (0.06159) milímetros por año.
- ✚ La corrosión por picadura superficial de forma localizada se presenta a medida que los periodos de tiempo aumentan, este fenómeno corrosivo se evidencia en las muestras de forma microscópica.

- ✚ La composición química del material obtenido mediante el ensayo de difracción por rayos x demostró diferencias entre la condición inicial del material y la condición expuesta a 240 horas de contacto con ácido oxálico, el porcentaje de Níquel aumento 0,28%, el porcentaje de Cromo disminuyo 0,82%, el Molibdeno 1,74% y el Manganeseo 0,74 %.
- ✚ La microestructura del material sufrió cambios debido a las condiciones de exposición originando picaduras, poros, precipitaciones de carburos y deterioro del material.
- ✚ La microdureza evidencio cambios debido a la condición critica generada por la sensibilización del material y el contacto con el ácido oxálico, se produjo un ablandamiento y un envejecimiento del material generando un aumento en la microdureza.

5.2 Recomendaciones

- ✚ Realizar el ensayo corrosivo con una concentración de ácido oxálico mayor al 10%.
- ✚ Aumentar los periodos de tiempo de contacto de las muestras con el ácido oxálico.
- ✚ Realizar ensayos mecánicos, con las condiciones corrosivas establecidas.
- ✚ Aplicar un ensayo del compendio sugerido en la norma ASTM A262-02a, que influye en la utilización de un nuevo químico para someter al material a un medio corrosivo, que va concatenado con el ensayo realizado.

Referencias

1. Ares A. *Solidificación y Microestructura de un Acero Austenítico*. Universidade Estadual de Campinas.
2. De Las Heras E., *Comportamiento Tribológico de un Acero Inoxidable Austenítico AISI 316L Nitrurado por Plasma DC-Pulsado*.
3. Departamento de Química Tecnológica. *Practica de Análisis de Aniones y Sales*.
4. *Diccionario OXFORD*.
5. Dieter G., *Mechanical Metallurgy, International Student Edition*, Mc Graw Hill 1998.
6. Figueroa Y., et al, (2008). *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* (ISSN 0255-6952).
7. Francia S., Llanos C. (2005). *Scientia et Technica Año IX, No 23, Diciembre 2003. UTP. ISSN 0122-1701*.
8. Garcia-Pontes A., *Rotura Retardada del Acero Inoxidable 17-7*.
9. Godoy L., (2006). *MECANICA AVANZADA DE MATERIALES*.
10. Godoy L., *MECANICA AVANZADA DE MATERIALES 2006*.
11. Kehl G., *Fundamentos de la Práctica Metalográfica*.
12. López D., Duran A. "Caracterización Superficial del Acero Inoxidable AISI 316L en Contacto con una Solución Fisiológica Simulada".
13. *Metals Handbook Vol. 13. 9 Edition. CORROSION. Ed. ASM. Metals Park U.S.A.*
14. Normas ASTM A262-02a. *Standard Practices for Detecting Susceptibility to intergranular Attack in austenitic Stainless Steel*.

15. *Normas ASTM A370. Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products.*
16. *Normas ASTM D1193. Specifications of Reagent Water.*
17. *Normas ASTM E112. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.*
18. *Normas ASTM E18. Standard Test Methods for Rockwell Hardness and Rockwell Superficial Hardness of Metallic materials.*
19. *Normas ASTM E3. Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens.*
20. *Normas ASTM E340. Standard Test Methods for Macroetching Metals and Alloys.*
21. *Normas ASTM E384. Standard Test Methods for Microindentation Hardness of Materials.*
22. *Normas ASTM E407. Standard Practice for Microetching Metals and Alloys.*
23. *Normas ASTM E92. Standard Test Methods for Vickers Hardness of Metallic Materials.*
24. *Normas ASTM G1. Practices for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens.*
25. *Normas ASTM G31-72. Standard Guide for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals.*
26. *Normas ASTM G4-01. Standard Guide for Conducting Corrosion Test in Field Applications.*
27. *Novillo E., Envejecimiento por Deformación en un Acero Inoxidable AISI 316.*
28. *Paredes S., Hidalgo B. (2006). Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales (ISSN 0255-6952).*

29. Zambrano J., *Caracterización de las Muestras Planas de Acero Inoxidable Austenítico 316L Mediante Espectroscopia Ultrasónica. Universidad Simón Bolívar Venezuela 2009*
30. Zuleta A., *Análisis Microestructural de una Acero Inoxidable 316L para Aplicaciones Biomédicas.*