

UNIVERSIDAD DE CARABOBO FACULTAD DE INGENIERÍA ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



## Evaluación de la tenacidad de impacto del acero inoxidable dúplex 2205 expuesto en una solución de ácido clorhídrico con 5% de concentración y a 65 °C, en diferentes períodos de tiempo.

Prof. Tutor: Ing. Laura Sáenz

Autores:

Fernández L. Fabiana C.

Masi P. Marcotulio.

Naguanagua, Febrero de 2013.



UNIVERSIDAD DE CARABOBO FACULTAD DE INGENIERÍA ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



## Evaluación de la tenacidad de impacto del acero inoxidable dúplex 2205 expuesto en una solución de ácido clorhídrico con 5% de concentración y a 65 °C, en diferentes períodos de tiempo.

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

Prof. Tutor: Ing. Laura Sáenz

Autores:

Fernández L. Fabiana C.

Masi P. Marcotulio.

Naguanagua, Febrero de 2013.

## Agradecimientos

En primer lugar queremos agradecer a Dios por permitirnos culminar esta etapa de nuestras vidas. En segundo lugar, a nuestros padres por su apoyo incondicional y sacrificio, a nuestras familias por todo el apoyo brindado durante la carrera. A nuestra tutora Laura Sáenz por su paciencia, dedicación y orientación durante la realización de este trabajo. Agradecemos la oportunidad brindada por los profesores Juan Carlos Pereira, jefe del Laboratorio de PHD de Facyt, a Donato Romanello, Jefe de Laboratorio de Materiales de la UNITEC, y a la técnico del Laboratorio de Materiales de la Universidad de Carabobo, Yosmari Pérez; por sus asesorías, consejos, sugerencias y favores prestados para poder llevar a cabo el presente trabajo de investigación. Una vez más, estamos agradecidos con todas las personas que hicieron posible la realización de este trabajo.

### Resumen

Se presenta el estudio de la evaluación de la tenacidad de impacto del acero inoxidable dúplex 2205 expuesto a una solución de HCl con 5% de concentración a una temperatura de 65°C, en diferentes periodos de tiempo. Se realizaron ensayos de tracción, impacto, microscopia óptica, microscopia electrónica de barrido con difracción de rayos X y microdurezaVickers, sobre las muestras expuestas en el ácido en diferentes periodos de tiempo, todas con un tratamiento previo de sensibilización de una hora a 675°C. Se utilizaron veinticinco (25) probetas de impacto y quince (15) probetas de tracción, con la finalidad de evaluar los efectos del medio corrosivo sobre la tenacidad de impacto de dicho acero. La velocidad de corrosión mostro un comportamiento decreciente desde la condición de 24 a 48 horas para ambas probetas, y para los periodos de 48 a 72 horas se mantuvo constante. Se encontró una reducción de aproximadamente 75% en la tenacidad de impacto para la condición sensibilizada y, una leve variación de la misma en un intervalo en el cual se considera constante, a medida que incrementa el tiempo de exposición en el ácido clorhídrico. El mecanismo de fractura de las probetas de impacto fue dúctil en su condición original y luego del tratamiento de sensibilización y al ser sometidas al medio corrosivo, las superficies de fractura mostraron mecanismos de fractura frágil, caracterizado por la presencia de zonas de clivaje.

# Simbología

W	Pérdida de peso
$W_i$	Peso inicial
$W_f$	Peso final
V <sub>C</sub>	Velocidad de corrosión
A	Área
D	Densidad
t	Tiempo de exposición
mpm	Milímetros por mes
EAI	Energía absorbida por impacto
$\sigma_Y$	Esfuerzo de fluencia
$\sigma_{MAX}$	Esfuerzo máximo
$\sigma_{RUP}$	Esfuerzo de ruptura
%R.A	Porcentaje de reducción de área
EDX	Espectroscopia por difracción de rayos X
MEB	Microscopia electrónica de barrido
γ	Fase austenita
α	Fase ferrita
HV	Dureza Vickers
$K_{ID}$	Factor de intensidad de esfuerzo critico a carga dinámica
CVN	Energía absorbida por impacto

Índice general
----------------

Agradecimientos		i
Resumen		ii
Simbología		iii
Índice general		iv
Índice de figuras		vii
Índice de tablas		xiv
Introducción		xvi
CAPÍTULO 1 1.1 1.2 1.3 1.4 1.5	Situación problemática Situación problemática, 1 Objetivos, 2 1.2.1 Objetivo General, 2 1.2.2 Objetivos Específicos, 2 Justificación, 3 Alcance, 3 Limitaciones, 4	1
CAPÍTULO 2 2.1 2.2 2.3	<b>Fundamentos teóricos</b> Antecedentes, 5 Aceros inoxidables, 10 <i>Aceros dúplex, 10</i> 2.3.1 Propiedades de los aceros dúplex, 12 2.3.2 Composición química, 14 2.3.3 Clasificación de los aceros inoxidables dúplex, 17 2.3.4 Acero inoxidable dúplex SAF 2304, 18 2.3.5 Acero inoxidable dúplex SAF 2205, 19 2.3.6 Acero inoxidable dúplex SAF 2507, 20 2.3.7 Fases secundarias en los aceros inoxidables dúplex, 21	5

- 2.4 Corrosión, 23
  - 2.4.1 Tipos de corrosión, 23
  - 2.4.2 Curvas isocorrosivas, 29
- 2.5 Ácido clorhídrico, 30
- 2.6 Tenacidad de fractura, 30
- 2.7 Método de Barson y Rolfe, 31
  2.7.1 Correlación entre K<sub>IC</sub> y CVN en la región de la temperatura de transición, 32
- 2.8 Cálculo de las áreas de las probetas de ensayo de tracción y ensayo de impacto Charpy, 36

CAPÍTULO 3

#### Metodología

38

- 3.1 Nivel de investigación, 383.2 Técnicas e instrumentos de recolección de datos, 39
- 3.2 Tecnicas e instrumentos de recolección de da
- 3.3 Diseño de la investigación, 39
  - 3.3.1 Adquisición del material, 41
  - 3.3.2 Mecanizado de las probetas, 42
  - 3.3.3 Adquisición de los reactivos químicos, 45
  - 3.3.4 Identificación de las muestras, 45
  - 3.3.5 Tratamiento térmico para el alivio de esfuerzos, 47
  - 3.3.6 Montaje de los ensayos de corrosión, 48
  - 3.3.7 Exposición al medio corrosivo, 48
  - 3.3.8 Ensayos de impacto y tracción, 55
  - 3.3.9 Preparación y examen metalográfico de la superficie de las muestras, 61
  - 3.3.10 Microscopía óptica y electrónica de barrido, 63
  - 3.3.11 Espectroscopía por difracción de rayos X, 64
  - 3.3.12 Ensayo de microdurezaVickers, 64
  - 3.3.13 Evaluación de la tenacidad de impacto, 65

#### CAPÍTULO 4 Análisis de resultados y discusión

66

- 4.1 Ensayo de corrosión, 66
- 4.2 Ensayo de impacto, 77
- 4.3 Ensayo de tracción,81
- 4.4 Estudio de la microestructura de las muestras a través de imágenes de microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido con difracción de rayos X, 88
  - 4.4.1 Microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido,89

	4.4.2 Espectroscopía por difracción de energía de ravos X, 94	
	4.4.3 Superficie de fractura, 99	
4.5	Ensayo de microdurezaVickers, 109	
4.6	Tenacidad de impacto, 112	
CAPÍTULO 5 5.1 5.2	<b>Conclusiones y recomendaciones</b> Conclusiones, 115 Recomendaciones, 117	115
Referencias biblio	gráficas	118
Anexos		121

# Índice de Figuras

Fig.		Pág.
2.1	Añadiendo níquel, la estructura cristalográfica cambia de	17
	cúbica centrada en el cuerpo a cúbica centrada en las	
	caras.	
2.2	Aumentando el contenido de níquel cambia la	17
	microestructura del acero inoxidable de ferrítica	
	(izquierda) a dúplex (centro) y a austenítica (derecha).	
2.3	Fotomicrografía a 200X, de un acero inoxidable dúplex	20
	SAF 2205.	
2.4	Diagrama temperatura-tiempo-transformación. Posibles	23
	precipitados en aceros dúplex.	
2.5	Corrosión por picadura.	25
2.6	Corrosión intergranular.	26
2.7	Corrosión bajo esfuerzos.	27
2.8	Corrosión en grietas.	27
2.9	Perno de Acero Inoxidable 316 que ha causado una	28
	corrosión galvánica de una plancha de aluminio después	
	de 6 meses de exposición a la atmósfera.	
2.10	Curvas de isocorrosión en distintas concentraciones de	29
	ácido sulfúrico. Fuente: (Cofré. 2010)	
2.11	Correlación entre $K_{IC}$ y CVN en la región dúctil. Ensayo	31
	realizado a 27°C.Fuente: (Barson y Rolfe. 1999)	

Fig.		Pág.
2.12	Efecto de la temperatura sobre $K_{IC}$ para un acero ASTM	33
	A36. Fuente: (Quijada, 2007)	
2.13	Efecto de la resistencia a la fluencia sobre el cambio de	34
	temperatura de la curva de tenacidad a la fractura	
	dinámica a estática. Fuente: (Quijada, 2007)	
2.14	Correlación entre los valores de $K_{ID}$ medidos y los	35
	estimados para varios aceros.	
2.15	Correlación entre los valores de $K_{ID}$ medidos y los	35
	estimados para un acero SA 533, clase 1.	
2.16	Dimensiones requeridas para el cálculo de área de	36
	probetas de tracción.	
2.17	Dimensiones requeridas para el cálculo de área de	37
	probetas Charpy.	
3.1	Metodología.	40
3.2	Muestras entregadas por PEQUIVEN. Dimensiones en	41
	mm.	
3.3	Probeta de tracción. Dimensiones en mm. Norma ASTM	43
	E8M-98.	
3.4	Probeta de Charpy. Dimensiones en mm. Norma ASTM	44
	E23-96.	
3.5	Cortadora de electroerosión por hilo.	45
3.6	Lápiz neumático.	46
3.7	Vernier digital.	46
3.8	Balanza analítica.	47
3.9	Horno eléctrico.	48

Fig.		Pág.
3.10	Probetas de tracción e impacto colocadas dentro de los	50
	matraces Erlenmeyer.	
3.11	Montaje para el exposición en ácido clorhídrico.	50
3.12	Limpieza de las probetas.	51
3.13	Almacenamientode las probetas.	51
3.14	Limpieza química de las probetas.	52
3.15	Campana de extracción de vapores tóxicos.	54
3.16	Plancha de calentamiento.	54
3.17	Resultado de la energía absorbida por impacto sin muestra	56
	alguna.	
3.18	Alineación entre la entalladura y el impactómetro.	56
3.19	Posición de cierre de la máquina.	57
3.20	Máquina de ensayo de impacto FRANK.	58
3.21	Ubicación de la probeta en la máquina de ensayo	59
	electromecánica.	
3.22	Imagen representativa de la curva fuerza vs.	60
	Alargamiento, obtenida mediante el software de la	
	máquina de ensayo electromecánica.	
3.23	Maquina de ensayos electromecánica	61
3.24	Microscopio óptico.	62
3.25	Microscopio electrónico de barrido con detector de EDX	63
	incorporado.	
3.26	MicrodurómetroVickers.	65
4.1	Cambios en la coloración del ácido. a) Color transparente	69
	(coloración inicial), b) Luego de poco tiempo de	
	exposición (tono verde claro), c) Finalizadas las 8h de	
	exposición diaria (tono negruzco).	

Fig.		Pág.
4.2	Condición de 24 horas. a)Luego de la limpieza diaria,	70
	b) Al día siguiente de la limpieza diaria.	
4.3	Condición de 48 horas. a)Luego de la limpieza diaria,	71
	b) Al día siguiente de la limpieza diaria.	
4.4	Condición de 72horas. a) Luego de la limpieza diaria,	71
	b) Al día siguiente de la limpieza diaria.	
4.5	Pérdida de material superficial en las probetas de tracción	74
	e impacto.	
4.6	Pérdida de material superficial en las probetas de	75
	tracción.	
4.7	Gráfico de la pérdida de peso vs. Condición de la probeta.	76
4.8	Gráfico de la velocidad de corrosión vs. Condición de la	76
	probeta.	
4.9	Resultados obtenidos del ensayo de impacto.	79
4.10	Gráfico del esfuerzo de fluencia vs. Condición de la	84
	probeta.	
4.11	Gráfico del esfuerzo máximo vs. Condición de la probeta.	85
4.12	Gráfico del esfuerzo de ruptura vs. Condición de la	86
	probeta.	
4.13	Gráfico del alargamiento vs. Condición de la probeta.	87
4.14	Gráfico del porcentaje de reducción de área vs. Condición	87
	de la probeta.	
4.15	Probetas de tracción representativas de cada una de las	88
	condiciones.	

Fig.		Pág
4.16	Muestra de acero dúplex 2205 condición original, a 400X	89
	microscopio óptico. a) Sección transversal. b) Sección	
	longitudinal.	
4.17	Muestra de acero dúplex 2205 condición original, MEB.	90
	a) Sección transversal. b) Sección longitudinal.	
4.18	Muestra de acero dúplex 2205 condición sensibilizada, a	90
	400X microscopio óptico. a) Sección transversal. b)	
	Sección longitudinal.	
4.19	Muestra de acero dúplex 2205 condición sensibilizada	91
	MEB. a) Sección transversal. b) Sección longitudinal.	
4.20	Muestra de acero dúplex 2205 condición 24 horas, a 400X	91
	microscopio óptico. a) Sección transversal. b) Sección	
	longitudinal.	
4.21	Muestra de acero dúplex 2205 condición 24 horas, MEB.	92
4.22	Muestra de acero dúplex 2205 condición 48 horas, a 400X	92
	microscopio óptico.	
	a) Sección transversal. b) Sección longitudinal.	
4.23	Muestra de acero dúplex 2205 condición 72 horas, a 400X	93
	microscopio óptico.	
	a) Sección transversal. b) Sección longitudinal.	
4.24	Muestra de acero dúplex 2205 condición 72 horas, MEB.	93
4.25	Espectroscopía por difracción de energía de rayos X	94
	condición original.	
4.26	Espectroscopía por difracción de energía de rayos X	95
	condición sensibilizada.	
4.27	Espectroscopía por difracción de energía de rayos X	97
	condición 72 horas.	

g.

xi

Fig.		Pág.
4.28	Comparación de concentraciones de cromo y níquel del	98
	acero dúplex 2205 en la fase austenita.	
4.29	Comparación de concentraciones de cromo y níquel del	99
	acero dúplex 2205 en la fase ferrita.	
4.30	Muestra de superficie de fractura ensayo impacto	100
	condición original, MEB.	
4.31	Superficie de fractura de la muestra de impacto en su	101
	condición original por la técnica de MEB y EDX.	
4.32	Muestra de superficie de fractura ensayo impacto	102
	condición sensibilizada, MEB.	
4.33	Muestra de superficie de fractura ensayo impacto	103
	condición 24 horas, MEB.	
4.34	Muestra de superficie de fractura ensayo impacto	104
	condición 48 horas, MEB.	
4.35	Muestra de superficie de fractura ensayo impacto	104
	condición 72 horas, MEB.	
4.36	Superficie de fractura de la muestra de impacto en su	105
	condición de 72 horas por la técnica de MEB y EDX.	
4.37	Superficie de fractura ensayo tracción condición original,	106
	MEB.	
4.38	Superficie de fractura ensayo tracción condición	107
	sensibilizada, MEB.	1.0.0
4.39	Superficie de fractura ensayo tracción condición 24 horas,	108
	MEB.	

Fig.		Pág.
4.40	Superficie de fractura ensayo tracción condición 48 horas,	108
	MEB.	
4.41	Superficie de fractura ensayo tracción condición 72 horas,	109
	MEB.	
4.42	Comportamiento de la microdurezaVickers para cada	111
	condición, sección transversal.	
4.43	Comportamiento de la microdurezaVickers para cada	112
	condición, sección longitudinal.	
4.44	Gráfica comparativa del comportamiento obtenido de los	114
	factores K <sub>IC</sub> y K <sub>ID</sub> .	

Índice	de	tablas
--------	----	--------

Tabla		Pág.
3.1	Composición química del acero inoxidable dúplex.	42
3.2	Datos técnicos de la máquina de electroerosión por hilo.	44
3.3	Datos técnicos del lápiz neumático.	46
3.4	Datos técnicos del vernier digital.	46
3.5	Datos técnicos de la balanza analítica.	47
3.6	Datos técnicos del horno eléctrico.	47
3.7	Datos técnicos de la máquina de ensayos Charpy.	58
3.8	Datos técnicos de la máquina de ensayos electromecánica.	60
3.9	Datos técnicos del microscopio óptico.	62
3.10	Datos técnicos del MEB con detector de EDX incorporado.	63
3.11	Datos técnicos del microdurómetroVickers.	64
4.1	Registro inicial de las probetas de tracción.	66
4.2	Registro inicial de las probetas de impacto.	67
4.3	Pérdida de peso total en probetas de tracción.	72
4.4	Pérdida de peso total en probetas de impacto.	73
4.5	Resultados obtenidos del ensayo de impacto.	77
4.6	Fractografia de cada condición Charpy.	80
4.7	Propiedades mecánicas obtenidas del ensayo de tracción.	82
4.8	Promedio de las propiedades mecánicas obtenidas del	83
	ensayo de tracción.	
4.9	Porcentaje en peso de la composición química evaluada	94
	con el EDX para la condición original.	

Pág.
ada
90
ada
97
cie
101 l.
icie
105 S.
110
nes
113

### Introducción

El estudio de los aceros en la industria y la apropiada selección de los mismos, constituye una labor de gran relevancia que implica aspectos productivos, económicos y de seguridad para los trabajadores y el medio ambiente.

De los problemas que se presentan en el campo industrial, uno de los más importantes es el deterioro de los aceros por la reacción de éstos con el ambiente, este fenómeno se denomina corrosión. Tomando en cuenta las necesidades surgidas de hallar soluciones sobre el problema de la corrosión en los materiales, es fundamental considerar las variables que influyen directamente en el desarrollo de la corrosión, como lo son: el material, el ambiente de trabajo al que se expone, las condiciones de este ambiente, el tiempo durante el cual se somete el material al ambiente de trabajo; lo cual afecta directamente a las propiedades mecánicas de estos materiales.

Actualmente, el ácido clorhídrico está involucrado en una gran cantidad de procesos industriales, tal ácido es una sustancia corrosiva debido a sus propiedades fuertemente reactivas. Este trabajo pretende estudiar condiciones específicas de temperatura, concentración y tiempo de exposición del ácido clorhídrico para evaluar el comportamiento del acero dúplex SAF 2205 frente al fenómeno de corrosión.

## Capítulo 1: Situación problemática

#### 1.1 Situación problemática

El avance en la ingeniería de materiales ha permitido la creación de nuevos materiales que soporten el deterioro ante el ambiente, entre los cuales se encuentra el acero inoxidable. Algunos de estos aceros son aleaciones de hierro con cromo y níquel y resistentes a la corrosión, dado que el cromo, u otros metales que contiene poseen gran afinidad por el oxígeno y reaccionan con él formando una capa pasivadora, evitando así la corrosión del hierro. Existen diversas familias: ferríticos, austeníticos, martensíticos y dúplex. Estos últimos poseen propiedades mecánicas muy superiores a las de los aceros inoxidables austeníticos, permitiendo el uso de menores espesores, con el consiguiente ahorro de material y menor costo. Su aplicabilidad ha venido creciendo vertiginosamente en los últimos años en diferentes industrias, tales como las industrias químicas, del transporte, gas, petróleo, de la construcción, farmacéuticas, aeronáuticas y alimenticias.

Diversos estudios se han realizado a estos aceros inoxidables dúplex, donde se evidencian sus excelentes características bajo ambientes corrosivos, pero muy poco se ha profundizado en el comportamiento que tienen tales aceros ante un medio corrosivo como el ácido clorhídrico. Tal ácido tiene gran aplicación en la industria petrolera, farmacéutica y alimenticia. En el caso de algunas industrias farmacéuticas y alimenticias estas requieren del ácido clorhídrico para utilizarlo en algunos de sus procesos, por lo que deberán almacenarlo en tanques; o tal es el caso de la industria petrolera en la cual en los sistemas de condensación de tope en unidades de destilación del crudo, dicho sistema se ve afectado por la corrosión debido a la presencia de cloruros (inorgánicos y orgánicos), sulfuro de hidrogeno, formación de sales y ácidos. Por estas razones es sumamente importante trabajar con materiales que sean resistentes a medios corrosivo, y es ahí donde el acero inoxidable dúplex juega un papel importante ya que con respecto a otros aceros, estos poseen mayor resistencia a la corrosión y presentan mejores propiedades mecánicas.

Con este trabajo se pretende evaluar la tenacidad de impacto del acero inoxidable dúplex 2205 luego de exponerse a una solución de ácido clorhídrico con una concentración de 5% y a 65 °C, en diferentes periodos de tiempo.

#### 1.2 Objetivos

#### **1.2.1** Objetivo general

Evaluar la tenacidad de impacto del acero inoxidable dúplex 2205 expuesto al ácido clorhídrico con 5% de concentración, a una temperatura de 65 °C, en períodos de tiempo de 24, 48 y 72 h.

#### 1.2.2 Objetivos específicos

- Determinar las propiedades mecánicas, obtenidas según el ensayo de tracción y ensayo de microdureza Vickers para las probetas en su condición original y luego de expuestas al medio.
- Determinar la energía absorbida por impacto mediante de la realización de un ensayo Charpy para las probetas en su condición original y luego de expuestas al medio.
- Caracterizar la superficie de fractura de las muestras ensayadas.
- Evaluar el deterioro microestructural de las muestras, aplicando para ello técnicas de análisis metalográfico y microscopia electrónica de barrido.
- Evaluar la tenacidad de impacto utilizando la relación de Barson y Rolfe.

 Analizar los resultados del ensayo de impacto con los resultados de los ensayos de microdureza y tracción, así como de metalografía y microscopia electrónica de barrido realizados sobre las muestras de acero dúplex.

#### 1.3 Justificación.

Debido al desarrollo progresivo que ha abarcado el acero inoxidable dúplex en el campo industrial, es de suma importancia conocer, entre otras propiedades, el comportamiento de estos materiales ante medios corrosivos. Estas sustancias corrosivas son implementadas con mucha frecuencia en la industria, de forma tal que su uso se ha vuelto una necesidad y costumbre para la realización de diversos procesos, por lo tanto estas perdurarán en los ambientes industriales una gran cantidad de años, lo que conlleva el desarrollo de mejores tecnologías para su uso, transporte y almacenamiento. El estudio dará a conocer la evaluación de la tenacidad de impacto del acero inoxidable dúplex expuesto a una solución de ácido clorhídrico en diferentes periodos de tiempo, lo que contribuirá con el proceso de selección de materiales resistentes a la corrosión que estarán en contacto con medios corrosivos.

#### **1.4 Alcance**

Se realizarán estudios a un acero inoxidable dúplex 2205, para ello se disponen de 15 probetas para el ensayo de tracción y 25 probetas para el ensayo de impacto, estás serán expuestas en ácido clorhídrico con 5% de concentración en periodos de 24, 48 y 72 horas, a una temperatura de 65° C; se evaluará su tenacidad de impacto utilizando la relación de Barson y Rolfe y se determinarán las propiedades mecánicas del material.

- El material utilizado es un acero dúplex 2205.
- El medio corrosivo consiste en exponer al acero inoxidable dúplex en una solución de ácido clorhídrico con una concentración de 5%.

- La exposición al medio será realizada a 65° C en periodos de tiempo de 24, 48 y 72 horas.
- Se utilizarán quince (15) probetas en total para el ensayo de tracción, tres (03) para cada periodo de exposición, tres (03) para la condición original del material y tres (03) para el tratamiento térmico de sensibilización.
- Se utilizarán veinticinco (25) probetas para el ensayo de impacto cinco (05) para cada periodo de exposición, cinco (05) para la condición original del material y cinco (05) para el tratamiento térmico de sensibilización.
- Se utilizará una muestra por cada condición (5 en total) para realizar la observación por microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido con la finalidad de evaluar el deterioro de la microestructura.

#### **1.5 Limitaciones**

- La adquisición del acero dúplex 2205 tiene un alto costo y disponibilidad limitada.
- La manipulación del ácido clorhídrico requiere de personal con experiencia para evitar posibles accidentes, debido a que se trata de un ácido peligroso.
- Disponibilidad al acceso a laboratorios para proceder a realizar los ensayos en las máquinas de impacto, tracción, microdureza y análisis metalográfico.

## Capítulo 2: Fundamentos teóricos

#### 2.1 Antecedentes

Angelini et al., (2003) analizaron los efectos del tratamiento térmico de envejecimiento en la microestructura y en la resistencia a la corrosión localizada de un acero inoxidable súper dúplex SAF 2205 envejecido. Dicha investigación se llevó a cabo para temperaturas entre 700 y 900°C, para una variedad de tiempos hasta dos (02) semanas y seguido por enfriamiento en agua. La evolución microestructural se estudió mediante ensayos de difracción de rayos X junto con microscopía electrónica de barrido. Se evaluó la susceptibilidad de las muestras envejecidas a la corrosión por picadura mediante pruebas electroquímicas en las cuales se varió el potencial de los electrodos de manera continua a una velocidad preestablecida, registrándose curvas de polarización cíclicas en soluciones de cloruro de sodio, junto con las mediciones de pérdida de peso. La influencia de la transformación de ferrita en austenita secundaria y fase sigma y otras variaciones microestructurales en precipitados de nitruro de cromo, se muestran sobre la estabilidad de la película pasiva. La susceptibilidad de la aleación envejecida a fenómenos de corrosión por picadura está relacionada con la precipitación de la fase sigma, esto asociado con la formación de austenita secundaria, que da lugar a una notable disminución de cromo en los límites de grano. Los cambios microestructurales en las muestras envejecidas muestran que la fase sigma ( $\sigma$ ) se precipitó primero en la región de la ferrita ( $\alpha$ ), y cuando el envejecimiento era prolongado también se observó precipitados en la región de la austenita ( $\gamma$ ). Además se detectaron pequeñas cantidades de nitruro de cromo. Se encontró una relación entre el incremento de la dureza y la fracción de volumen de la fase sigma ( $\sigma$ ). Se encontró que el deterioro de la estabilidad de la película pasiva y la resistencia a la picadura es debido al agotamiento del molibdeno (Mo), causada por la formación de la fase sigma ( $\sigma$ ), esto hace que el nitruro de cromo sea menos perjudicial debido a la baja cantidad de estos precipitados. Debido a que la resistencia a la corrosión está controlada en gran parte por el agotamiento del cromo (Cr) y molibdeno (Mo) en los límites de grano, el envejecimiento a la temperatura más baja, es decir, a 700°C para duraciones mayores a una hora, es mucho más perjudicial para la resistencia a la corrosión que el envejecimiento a las temperaturas más altas, esto se debe a los fenómenos de difusión. Por último se observó que la exposición de las muestras envejecidas a los medios agresivos que contienen cloruro conduce a un ataque localizado en las zonas ferríticas parcial o totalmente transformadas.

Lo et al., (2005) evaluaron el efecto de la composición electrolítica en el comportamiento de transición activo a pasivo del acero inoxidable dúplex 2205 en soluciones de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/HCl. La disolución selectiva suele ocurrir en los aceros inoxidables dúplex debido a la diferencia en la composición química entre dos fases constitutivas, en este estudio fue investigado el efecto de la solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/HCl en el comportamiento de la disolución selectiva. El resultado indicó aparición de picos distintivos en la región de transición activo a pasivo en la curva de polarización. El pico apareció en la región de menor potencial y este fue asociado con la disolución de la fase de ferrita mientras que la disolución de la fase austenítica ocurrió en alto potencial. Para intervalos de concentración de 0.25 - 2 M de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y HCl, la magnitud del pico de densidad de corriente anódica y la resolución entre estos dos picos dependió de la composición de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/HCl. Sin embargo, los picos anódicos correspondientes a las disoluciones respectivas de ferrita y austenita se hicieron menos distinguibles cuando las concentraciones de HCl superaron los 1,2 M. El análisis de imágenes mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) se realizó para confirmar la disolución selectiva de cada fase constituyente después de polarización potenciostático en el pico de potencial anódico respectivo.

Domínguez-Aguilar y Newman, (2005) desarrollaron un novedoso procedimiento electroquímico para cuantificar la presencia de fases secundarias (Nitruro,  $\chi$ ,  $\sigma$ ) en acero inoxidable dúplex, además estudiaron el deterioro de fases del mismo. Dicho procedimiento se basa en la polarización anódica galvanostática en una solución débilmente alcalina para detectar la disolución transpasiva de fases ricas de Cr y Mo. Mediante el ajuste de la densidad de corriente, se obtiene una relación lineal entre el tiempo de alcance de un potencial dado y la resistencia de impacto. El material usado fue UNS S32760 (Zerón 100), envejecido isotérmicamente a 650, 750 y 850 grados Celsius. Características distintivas de la curvas potencial vs. tiempo fueron correlacionadas con la microestructura al examinar superficies afectadas con imágenes de retrodispersión en el SEM. La composición de todas las muestras envejecidas a 850 °C, determinada mediante microanálisis mostró la presencia de χ, σ y nitruro de cromo (exceptuando el nitrógeno). La composición del acero dúplex durante del estudio microscópico de ferrita y austenita fue calculado multiplicando las composiciones de  $\delta/\gamma$  por las fracciones de volumen de 4:6 y luego comparándolas con la composición original del acero para así verificar la precisión del microanálisis. La prueba por polarización galvanostática en solución alcalina tiene la habilidad de distinguir y detectar pequeños contenidos de las fases más deterioradas (Nitruro de cromo,  $\chi,~\sigma),$  mediante la disolución transpasiva de Cr y/o Mo en estas fases. En principio, el nitruro de cromo puede ser pre-reaccionado en pruebas alcalinas mediante un primer tratamiento por polarización, de modo tal que este no interfiera en la cuantificación de las otras fases deterioradas. Existen correlaciones prometedoras entre las fracciones de volumen de las fases secundarias y las propiedades mecánicas y de corrosión de los aceros inoxidables dúplex.

Sáenz et al., (2007) estudiaron la fragilización de un acero inoxidable dúplex SAF 2205 sometido a un tratamiento térmico de envejecimiento a una temperatura de 850°C. Primero se realizó un tratamiento térmico de una solubilización del material a una temperatura de 1100°C durante una hora, para luego ser templado en agua a temperatura ambiente. Seguidamente se envejeció el material a una temperatura de 850 °C durante tiempos de permanencia de 48 y 54 minutos y 1, 12 y 24 horas. De las condiciones estudiadas, luego de realizar una espectroscopía por difracción de energía de rayos X (EDX), se observó que la de 6 horas presenta los valores más altos de esfuerzos en la microestructura del material y presencia de la fase sigma ( $\sigma$ ). La fase  $\sigma$  tiende a endurecer y fragilizar el material por tener un alto contenido de cromo que es de aproximadamente 30% para todas las condiciones, según los valores arrojados por el EDX. Mediante la microscopía electrónica de barrido se evaluaron las superficies de fractura, encontrándose que el material tiene un mecanismo de fractura dúctil, que cambia a fractura frágil luego de realizado el tratamiento térmico de envejecimiento. Mediante estos ensayos se evidenció que el acero Dúplex SAF 2205 resulta sensible a la aplicación de un tratamiento térmico de envejecimiento a 850°C con tiempos de 6, 12 y 24 horas, ya que cambian tanto sus propiedades mecánicas como microestructura a medida que se incrementa el tiempo del tratamiento térmico. De las condiciones estudiadas, la que tiene un mejor comportamiento es la de envejecimiento a 6 horas, ya que los esfuerzos resultantes son superiores con respecto a las demás probetas tratadas térmicamente. Al comparar los esfuerzos de fluencia y de ruptura con los de la condición original, se obtuvo un incremento de 7,6 % y 68,97% respectivamente, por encima del valor obtenido en la condición original. En las observaciones microscópicas para la condición de 6 horas, se empezó a observar la formación de un precipitado, que luego de realizar unas pruebas de EDX se logró identificar como la fase  $\sigma$ ; de igual manera ocurre con las fases  $\alpha$  y  $\gamma$ . Para la condición de 6 horas se observa una pequeña formación de la fase  $\sigma$ , por lo que se presume que el inicio de la formación de esta fase no es muy inferior a las 6 horas de envejecimiento. Comprobándose con EDX que es la fase que tiene la mayor cantidad de molibdeno y cromo con respecto a las demás fases ( $\alpha$  y  $\gamma$ ) presentes en cada condición, siendo el cromo uno de los causantes del aumento de la dureza y la fragilización del material. En las superficies de fractura estudiadas mediante un MEB se observó que este acero dúplex en su condición original tiene un comportamiento dúctil, mientras que al ser tratado térmicamente se empiezan a observar facetas de clivaje y grietas primarias y secundarias, lo que indica que tiene un comportamiento completamente frágil.

Zou et al., (2010) investigaron los efectos de la transformación de fase sobre las propiedades mecánicas y de picadura por corrosión del acero inoxidable dúplex 2205. La cantidad de una fase en la muestra ensayada varió hasta un máximo de 6% por tratamiento térmico a 850°C durante 60 minutos. Los resultados mostraron que una fase obtuvo un marcado incremento de la dureza y una disminución de la resistencia al impacto en el acero ensayado. Pero no fue evidente la tendencia creciente de la resistencia a la tracción y la resistencia a la fluencia, mientras que el alargamiento total disminuyó bruscamente con el tiempo de envejecimiento desde 5 a 60 min. El análisis de impacto microfractográfico por SEM reveló que los tipos de fractura por impacto cambiaron de modo dúctil a modo de transcristalino cuando las muestras se envejecieron durante 5 - 60 minutos. Además, la extensión de la reducción potencial de picadura se encontró que era fuertemente dependiente de la temperatura, más pronunciada en la temperatura más alta. Durante el período de incubación de una nucleación fase, el ensayo de corrosión por picadura y el tiempo de envejecimiento colaboraron con la evidente dislocación del potencial de picadura hacia valores menos nobles. Después de 15 min, la temperatura más alta contribuyó más disminuyendo el potencial de picadura que el tiempo de envejecimiento.

#### 2.2 Aceros Inoxidables (Cofré, 2010)

El principal elemento de aleación es el Cromo en cantidad sobre 10.5%. Se distinguen cuatro categorías de aceros inoxidables dependiendo de su estructura cristalina: austeníticos, ferríticos, martensíticos y dúplex. La ferrita es la estructura del acero a temperatura ambiente (cubo de cuerpo centrado).La austenita es la estructura del acero a alta temperatura (cubo de caras centradas).La martensita es una estructura de cubo de cuerpo centrado distorsionado que se produce por enfriamiento brusco del acero. En la formulación del acero se agregan elementos de aleación que estabilizan una u otra forma cristalina (Cr, Si estabilizan la ferrita; Ni, Mn, C estabilizan la austenita).

#### 2.3 Aceros Dúplex (Cofré, 2010)

Los aceros dúplex austeno-ferríticos se caracterizan, por estar constituidos por una estructura bifásica compuesta por granos de ferrita, denominada  $\alpha$  o  $\delta$ , y austenita ( $\gamma$ ), en proporciones variables entre 30% y 70%, por lo que combinan características de cada una de estas fases. La proporción de fases depende principalmente de la composición química de la aleación y de la historia termomecánica del material. Debido a esto, presentan una resistencia superior a la de los aceros austeníticos, y una ductilidad bastante aceptable. Durante la solidificación de los dúplex se obtiene una microestructura formada completamente por granos de ferrita, y es durante el proceso de enfriamiento cuando ocurre la transformación parcial de la ferrita en austenita. La composición química de estos materiales suele caracterizarse, generalmente, por presentar contenidos de cromo entre 18 y 28%, níquel entre 4 y 6% y molibdeno entre 1,5 y 3%. (Rodríguez *et al.*, 2004)

Estos aceros son utilizados en aplicaciones donde sea necesaria una buena soldabilidad, elevadas propiedades mecánicas y una alta resistencia a la corrosión bajo esfuerzos y por picaduras. La buena combinación de propiedades presentada por los aceros inoxidables dúplex se debe a su composición química y a una microestructura formada por fracciones de volumen similares de austenita y ferrita.

Los aceros súper dúplex 2205 forman parte de los dúplex de tercera generación, y poseen 25% de cromo, 7% de níquel y contenidos de nitrógeno superiores a 0,2%. Las altas concentraciones de cromo y molibdeno aumentan la resistencia a la corrosión intergranular y por picaduras en los aceros súper dúplex. Mientas que la adición de nitrógeno contribuye a aumentar la resistencia de la austenita por el mecanismo de solución sólida intersticial, incrementando por lo tanto la resistencia del acero sin afectar su tenacidad. (Charles, 1991)

Se desarrollaron considerando que los aceros inoxidables austeníticos son vulnerables al agrietamiento por corrosión de esfuerzos (SCC) en ambientes de cloruro, aunque presentan una excelente soldabilidad. Los aceros inoxidables ferríticos tienden a ser frágiles y son difíciles de soldar pero resisten el SCC. Los aceros inoxidables dúplex combinan algunas de las mejores características de los aceros inoxidables austeníticos y ferríticos. La austenita proporciona ductilidad y la ferrita resistencia al SCC. Debido al balance existente entre estas dos fases, presentan ventajas en severas condiciones de temperatura y contenido de cloruros, donde los inoxidables austeníticos sufren SCC, picaduras y rendijas.

#### Características básicas

- Comparados con los grados austeníticos, los aceros inoxidables dúplex presentan mayor resistencia mecánica y una resistencia considerablemente mayor al SCC en soluciones de cloruro a expensas de una tenacidad, ductilidad y soldabilidad levemente menor.
- Alta resistencia a la tracción y punto de fluencia respecto a los aceros austeníticos y ferríticos.
- Buena soldabilidad y maleabilidad.

- Resistencia intermedia a la corrosión por fatiga inducida por cloruros, entre los aceros austeníticos y ferríticos.
- Resistencia a la corrosión intergranular, debido al bajo contenido de carbono.
- Buena resistencia a la erosión y abrasión.
- Se utilizan en una intervalo de temperaturas entre -45°C y 260°C. (Echeverría. 2010)

La formación de esta microestructura ocurre a partir de la solidificación de hierro delta en el metal líquido, en un rango de temperatura comprendido entre 1440°C y 1490°C, seguida de la precipitación por nucleación y crecimiento a 1200°C de austenita en estado sólido. Cuando hay un enfriamiento rápido, entre 1200°C y los 800°C, la precipitación de austenita es suprimida y se forman nitruros de cromo en matriz ferrítica.

Si un acero es trabajado en caliente bajo los 1000°C, su microestructura no es estable y puede ocurrir precipitación de la fase sigma o nitruros de cromo con pequeñas alteraciones en su microestructura. La aparición de estas fases puede perjudicar el desempeño de los aceros inoxidables dúplex en cuanto a las propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión y soldabilidad. (Nochon. 2004)

#### 2.3.1 Propiedades de los aceros dúplex (Echeverría, 2010)

#### Resistencia a la corrosión

Los aceros inoxidables dúplex tienen una buena resistencia a la corrosión en muchos medios donde los aceros austeníticos convencionales son útiles. Sin embargo, hay algunas importantes excepciones donde son decididamente superiores. Esto se debe a su contenido en cromo, el cual es beneficioso en los ácidos oxidantes, junto con bastante molibdeno y níquel para suministrar una resistencia en los medios ácidos suavemente reductores. El contenido de cromo, de molibdeno y de nitrógeno también da a los aceros inoxidables dúplex una muy buena resistencia a la corrosión por picadura y en rendijas en ambientes contaminados por cloruros. Si la microestructura contiene por lo menos 25% o 30% de ferrita, los aceros dúplex son mucho más resistentes a la corrosión en medios contaminados por cloruro. La ferrita es en cambio susceptible a la fragilización por hidrógeno. Debido a esto, los dúplex no tienen una buena resistencia en los ambientes o aplicaciones donde el hidrógeno puede ser incorporado al metal.

#### Resistencia a la tracción

El esfuerzo de ruptura de los aceros inoxidables dúplex se sitúa entre dos y tres veces la de una acero austenítico. La ferrita generalmente es más resistente que la austenita pero menos dúctil, esto es verdad para el mismo contenido intersticial. No es necesariamente el caso en todos los aceros dúplex, por ejemplo en los dúplex con nitrógeno, este último se dispersa en la austenita de manera tal que, al final la austenita resulta más resistente que la ferrita. Ya que el acero dúplex contiene ferrita y austenita se podría esperar que las propiedades sigan una ley lineal de mezcla. Es aproximadamente el caso para el alargamiento pero cuando se trata de resistencia a la tracción, la ley de Hook es mucho más complicada ya que depende fuertemente del tamaño del grano, el cual es más pequeño en los dúplex.

Una serie de aleaciones de 100% ferrita a 100% austenita han sido fabricados e investigados mecánicamente. Cuando el efecto del tamaño del grano fue compensado, se podía concluir que la resistencia de la aleación 60% ferrita entre 40% austenita era controlada esencialmente por la ferrita, el componente generalmente más fuerte.

#### Tenacidad

Se debe destacar que la transición dúctil-frágil para los dúplex ocurre a (-60) °C o menos, lo que es satisfactorio para la mayor parte de las aplicaciones. Cuando han

sufrido deformación en frío, los aceros dúplex suelen presentar anisotropía de propiedades mecánicas.

#### 2.3.2 Composición química (Echeverría, 2010)

Normalmente las propiedades de los aceros inoxidables dúplex pueden conseguirse con equilibrios de fases del 30 % al 70 % de ferrita y austenita. Sin embargo, es habitual considerar que los aceros inoxidables dúplex tienen cantidades aproximadamente iguales de ferrita y austenita, favoreciéndose ligeramente en la actualidad la austenita para mejorar la tenacidad y las características de procesado. Las interacciones de los elementos de aleación más importantes, especialmente el cromo, molibdeno, nitrógeno y níquel, son bastante complejas. Para conseguir una estructura dúplex estable que responda bien al procesado y a la fabricación, se debe cuidar la obtención del nivel correcto de cada uno de estos elementos.

Además del equilibrio de fases, existe un segundo problema importante con los aceros inoxidables dúplex y su composición química: la formación de fases intermetálicas perjudiciales a temperaturas elevadas. Las fases sigma y chi se forman en aceros inoxidables con alto contenido de cromo y de molibdeno, precipitándose preferentemente en la ferrita. La adición de nitrógeno retarda significativamente la formación de estas fases. Por lo tanto, es esencial que esté presente suficiente nitrógeno en solución sólida. La importancia de intervalos estrechos de composición química se ha puesto de manifiesto conforme ha aumentado la experiencia con los aceros inoxidables dúplex.

A continuación se presenta brevemente el efecto de los elementos de aleación más importantes sobre las propiedades mecánicas, físicas y de corrosión de los aceros inoxidables dúplex.

**Cromo:** Es necesario un mínimo de alrededor del 10,5 % de cromo para formar una película pasiva de óxido de cromo estable que proteja eficazmente un acero contra la corrosión atmosférica leve. La resistencia a la corrosión del acero inoxidable aumenta

con el contenido de cromo. El cromo es un formador de ferrita, promoviendo la estructura cúbica centrada en el cuerpo del hierro. A mayores contenidos de cromo, se necesita más níquel para formar una estructura austenítica o dúplex (austenítica-ferrítica). Un contenido alto de cromo también favorece la formación de fases intermetálicas. Normalmente, el contenido mínimo de cromo en los aceros inoxidables austeníticos es del 16 % y en los tipos dúplex del 20 %. El cromo también aumenta la resistencia a la oxidación a altas temperaturas. Este efecto es importante debido a su influencia en la formación y eliminación de la cascarilla de óxido o de la coloración resultante tras un tratamiento térmico o la soldadura. El decapado y la retirada de la coloración son más difíciles con los inoxidables aústeníticos.

**Molibdeno:** El molibdeno actúa para apoyar al cromo en la resistencia contra la corrosión por picaduras de los aceros inoxidables. Cuando el contenido mínimo de cromo es del 18 %, la adición de molibdeno resulta aproximadamente tres veces más eficaz que la de cromo contra la corrosión por picaduras y por intersticios en presencia de cloruros. El molibdeno es un formador de ferrita y también aumenta la tendencia de los aceros inoxidables a formar fases intermetálicas perjudiciales. Por ello, su contenido se reduce normalmente a menos del 7,5 % en los inoxidables austeníticos y del 4 % en los inoxidables dúplex.

**Nitrógeno:** El nitrógeno aumenta la resistencia a la corrosión por picaduras y por intersticios de los aceros inoxidables austeníticos y dúplex. También aumenta sustancialmente su resistencia mecánica y es, de hecho, el elemento reforzador de la solución sólida más eficaz y un aleante de bajo costo. La mejor tenacidad de los inoxidables dúplex con nitrógeno se debe a su mayor contenido de austenita y al menor contenido intermetálico. El nitrógeno no impide la precipitación de fases intermetálicas, pero retrasa su formación lo suficiente como para permitir el procesado y fabricación de los tipos dúplex. El nitrógeno se añade a los aceros inoxidables dúplex y austeníticos de alta resistencia a la corrosión con elevados

contenidos de cromo y molibdeno para compensar su tendencia a formar la fase sigma.

El nitrógeno es un potente formador de austenita y puede reemplazar algo de níquel en los aceros inoxidables austeníticos. El nitrógeno reduce la energía de los defectos de apilamiento y aumenta la velocidad de endurecimiento por deformación de la austenita. También aumenta la resistencia mecánica de la austenita por endurecimiento de la solución sólida. En los aceros inoxidables dúplex normalmente se añade nitrógeno y se ajusta el níquel con el fin de conseguir el equilibrio de fases deseado. Los formadores de ferrita, cromo y molibdeno, se equilibran con los formadores de austenita, níquel y nitrógeno, para desarrollar la estructura dúplex.

**Níquel:** El níquel es un estabilizador de la austenita, que promueve el cambio de la estructura cristalina del acero inoxidable de cúbica centrada en el cuerpo (ferrítica) a cúbica centrada en las caras (austenítica).

Los inoxidables ferríticos contienen poco o nada de níquel, los inoxidables dúplex contienen una cantidad entre reducida e intermedia, del 1,5 % al 7 %, y los inoxidables austeníticos de la serie 300 contienen al menos un 6 %. La adición de níquel retrasa la formación de fases intermetálicas perjudiciales en los inoxidables austeníticos, pero es mucho menos eficaz que el nitrógeno en el retraso de su formación en los inoxidables dúplex. La estructura cúbica centrada en las caras es la responsable de la excelente tenacidad de los inoxidables austeníticos. Su presencia en aproximadamente la mitad de la microestructura de los tipos dúplex, aumenta en gran medida su tenacidad en comparación con los inoxidables ferríticos.



Figura 2.1: Añadiendo níquel, la estructura cristalográfica cambia de cúbica centrada en el cuerpo a cúbica centrada en las caras. Fuente: (Echeverría. 2010)



Figura 2.2: Aumentando el contenido de níquel cambia la microestructura del acero inoxidable de ferrítica (izquierda) a dúplex (centro) y a austenítica (derecha). Fuente: (Echeverría. 2010)

# 2.3.3 Clasificación de los aceros inoxidables dúplex (Centro tecnológico AIMEN,2012)

Estos aceros se clasifican en función de su índice de resistencia a la corrosión por picaduras (PREN). Se considera que un acero inoxidable dúplex presenta un índice de PREN superior a 25, y los denominados súper-dúplex, 40 o superior.

Aceros inoxidables dúplex con PREN<40: la primera generación de estos aceros inoxidables dúplex (como el 329) no contiene nitrógeno (elemento promotor de austenita). La alta resistencia de estos aceros inoxidables dúplex junto con su alta resistencia a la corrosión bajo esfuerzo y a la corrosión intergranular inducida por sensibilización, ha permitido su utilización en diversas aplicaciones: en la industria petrolera y petroquímica en calentadores de calderas y equipos de producción de gas, intercambiadores de calor, tuberías de petróleo, depósitos a presión, y en la industria alimenticia en tanques y válvulas.

Aceros inoxidables dúplex con PREN $\geq$ 40 (denominados súper.-dúplex): son los aceros con mayor contenido de cromo, molibdeno y níquel, y por lo tanto, tiene mayor resistencia a la corrosión por picadura y en resquicios. Se fabricaron inicialmente para satisfacer las especificaciones de las aleaciones a emplear en plataformas petrolíferas marinas del mar del norte. Aunque posean un PREN elevado, su microestructura y su composición química pueden afectar a su resistencia a la corrosión por picaduras y en resquicios.

#### 2.3.4 Acero inoxidable dúplex SAF 2304 (Cofré, 2010)

Pertenece al grupo de aceros dúplex sin Mo, de alta resistencia mecánica (S= 91 ksi) y dureza (230 Brinell), perfectamente equilibrado en su composición para lograr aproximadamente 50% de fase ferrita y 50% de fase austenita. La austenita es estable y se restituye espontáneamente en la zona afectada por el calor en una soldadura. Combina las propiedades de los aceros ferríticos y austeníticos. El alto contenido de cromo le confiere una gran resistencia a la corrosión por picaduras, por grietas y corrosión uniforme. Su microestructura dúplex garantiza una gran resistencia a la corrosión bajo esfuerzos.
#### 2.3.5 Acero inoxidable dúplex SAF 2205 (Cofré, 2010)

Pertenece al grupo de los aceros dúplex 22Cr con un 3% de molibdeno y un 0.17% de nitrógeno. El contenido de cromo, níquel y molibdeno le confiere una gran resistencia a la corrosión uniforme y corrosión por picadura y grietas, en ambientes de cloruro, con un número PREN = 35,8. Muy superior a un 316 o 317. También presenta una gran resistencia a la corrosión bajo esfuerzos en ambientes de sulfuro de hidrógeno.

El contenido de nitrógeno mejora la resistencia a la corrosión de las soldaduras, no siendo necesario el tratamiento térmico después de soldar. Su resistencia mecánica (S=90 ksi) es aproximadamente el doble de la de un acero inoxidable austenítico, lo que permite utilizar menores espesores y economizar en material. Posee una buena soldabilidad y mayor dureza (247 Brinell). Se puede utilizar las mismas técnicas de soldadura de los aceros austeníticos (SMAW, TIG, MIG, plasma) pero con ciertas precauciones como: no precalentar la pieza, dejar enfriar por debajo de 150°C ante cada pasada, ajustar la energía aplicada al inteervalo 1.0-2.5 kJ/mm para mantener el equilibrio ferrita/austenita de la aleación.

Puede ser formado en caliente (950 - 1150°C). Estando expuesto a 700-975°C forma fase sigma, de 450-800°C precipitan carburos y de 350-525°C se vuelve quebradizo. Después de formado en caliente debe ser sometido a un recocido (1020-1100°C) y templado. También puede ser trabajado en frío, pero con mayor dificultad que un acero austenítico por su mayor límite elástico. Si una deformación en frío excede el 10% se recomienda un recocido. Se puede aplicar un tratamiento térmico para liberar esfuerzos en el intervalo 550-600°C.Como acero dúplex es relativamente más fácil de maquinar con herramientas de acero rápido que con herramientas de carburo cementado en relación a un acero inoxidable austenítico de similar contenido de aleación.

En la siguiente figura se muestra la disposición de los granos de ferrita y austenita en la dirección de laminación que presentan estos aceros en condición de entrega.



Figura 2.3: Fotomicrografía a 200X, de un acero inoxidable dúplex SAF 2205.Fuente: (Quintero. 2002)

#### 2.3.6 Acero inoxidable dúplex SAF 2507 (Cofré, 2010)

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

Si es recocido (1050-1125°C) y templado, la aleación contiene 30-50% de fase ferrita y el resto es austenita. Los aceros dúplex son más susceptibles a la precipitación de carburos, entre granos de la aleación, que los aceros austeníticos. Sometido a un calentamiento de 700-1000°C puede haber formación de fase sigma y en el intervalo 325-520°C se puede tornar quebradizo. Sin embargo, en las operaciones normales de soldadura y calentamiento, la microestructura no forma ningún precipitado o fase que pueda producir fragilidad. Se puede formar en caliente (1025-1200°C) seguido de un recocido y templado. Para el formado en frío se requiere más esfuerzo que para los aceros austeníticos normales. Si una deformación en frío excede el 10% se recomienda un recocido. Un recocido para disolución de precipitados se debe aplicar como mínimo a 1050°C.

#### 2.3.7 Fases secundarias en los aceros inoxidables dúplex (Quintero, 2002)

Además de las fases mayoritarias como ferrita ( $\alpha$ ) y austenita ( $\gamma$ ) se puede presentar una variedad de fases secundarias indeseables que pueden formarse en el intervalo (600-950)°C por la aplicación incorrecta de tratamientos térmicos o después de empleado un proceso de soldadura, tales como: la fase sigma ( $\sigma$ ), la fase chi ( $\chi$ ), la austenita secundaria ( $\gamma^2$ ) y los nitruros de cromo. A continuación, se hace mención de dichas fases y cómo influyen en las propiedades mecánicas y anticorrosivas de estos aceros.

Fase sigma ( $\sigma$ ): es la fase secundaria más importante debido a su elevada proporción respecto al resto de las fases secundarias que pueden formarse y, de ahí, su eventual influencia en las propiedades del material. Aparece como consecuencia de la permanencia más o menos prolongada a temperaturas que van desde unos 725K hasta los 1250K. Es la más perjudicial de todas las fases que pueden precipitar en estos aceros, influyen de manera negativa en la tenacidad y la resistencia a la corrosión.

Austenita secundaria ( $\gamma^2$ ): su formación tiene lugar mediante la descomposición de ferrita inicial en austenita. A través de este procedimiento de transformación llega a disminuir hasta un 70% el contenido de ferrita inicial. La fase  $\gamma^2$  puede formarse con relativa facilidad al aplicarle al material diferentes tratamientos térmicos ya que los mecanismos de formación pueden ser muy diversos, el intervalo de temperaturas en que suele aparecer esta fase es de 925K a 1175K.

Además de la precipitación de la austenita a partir de la ferrita durante el enfriamiento desde las altas temperaturas, se pueden considerar otras formas de transformación en estos aceros.

Por la reacción eutectoide  $\delta \rightarrow \alpha + \gamma$ , donde por la difusión rápida a lo largo de los límites de grano  $\delta/\gamma$  resulta una estructura típica eutectoide de fase sigma ( $\sigma$ ) y de fase austenita ( $\gamma$ ), la cual ocurre generalmente en el intervalo de temperatura (700-900) °C. Esta austenita formada en los límites de grano  $\delta/\gamma$  es muy pobre en cromo, denominada austenita secundaria.

**Nitruros de cromo:** el aumento del uso de nitrógeno como elemento aleante, ha permitido detectar la precipitación de nitruros de cromo del tipo  $C_{r2}N$  en el intervalo de temperaturas de 975 a 1175K en los aceros inoxidables dúplex. El nitrógeno está implicado en la formación de diferentes fases secundarias, ya que, al aumentar la temperatura, incrementa la solubilidad de este en la ferrita, y al disminuir rápidamente la temperatura esta ferrita queda sobresaturada de nitrógeno, lo que provoca la precipitación intergranular de  $C_{r2}N$ . Además de precipitado de nitruro como cromo hexagonal, también han sido observados precipitados de nitruros de cromo cúbico en aceros inoxidables dúplex 2205.

**Fase Chi** ( $\chi$ ): aunque menos conocida que la fase  $\sigma$ , la fase intermetálica chi precipita en determinados aceros inoxidables dúplex cuando son sometidos a tratamientos térmicos de 6 a 10 horas, entre 975-1175K. Su nucleación frecuentemente tiene lugar en la interfase ferrita/austenita y crece en la matriz delta. La fase Chi, como la sigma, es frágil y quebradiza, por lo que su presencia es indeseable. El efecto que provoca esta fase sobre las propiedades del material es difícil de cuantificar, debido a que suele coexistir con la fase sigma y su proporción respecto a ésta es muy baja. Esta fase tiene un efecto adverso sobre la tenacidad y las propiedades anticorrosivas, en menor grado que la fase sigma, las cuales en muchos casos coexisten. Este efecto no debe ser ignorado, ya que durante tratamientos térmicos prolongados esta fase es sustituida por la fase sigma.



Figura 2.4: Diagrama temperatura-tiempo-transformación. Posibles precipitados en aceros dúplex. Fuente: (Quintero. 2002)

# 2.4 Corrosión (Uzcategui, 2000)

Se puede definir como el deterioro de un material por reacción química o electroquímica con su medio ambiente. Es la destrucción progresiva de un material debido a factores que no están relacionados con fenómenos directamente mecánicos.

Cuando los aceros inoxidables sufren corrosión, generalmente no es uniforme como en el caso de los aceros al carbono, sino localizada. Debido a ello no puede prevenirse con espesores adicionales, sino que debe evitarse la corrosión misma por medio de un conocimiento profundo del medio corrosivo y del acero utilizado. Los aceros inoxidables no son atacados por el ácido nítrico u otros ácidos oxidantes, que facilitan la formación de la película protectora. Por otra parte, en general, estos aceros no resisten la presencia de ácidos reductores como el ácido clorhídrico o fluorhídrico, y son atacados por las sales de ellos (cloruros, fluoruros, bromuros y yoduros).

#### 2.4.1 Tipos de corrosión (Echeverría, 2010)

El fenómeno de corrosión puede presentarse de dos formas: corrosión uniforme y corrosión localizada, esta última a su vez se clasifica en: picadura (pitting), intergranular, bajo esfuerzos (cracking), en grietas (crevice) y galvánica.

## Corrosión uniforme

La corrosión uniforme es la que se produce con el adelgazamiento uniforme producto de la pérdida regular del metal superficial. Es la más benigna porque se puede determinar experimentalmente su velocidad y permite hacer predicciones sobre la vida útil de una instalación. Usualmente la velocidad de corrosión uniforme se duplica cada 10 °C de aumento en la temperatura.

A su vez, esta clase de corrosión se subdivide en otras:

- Corrosión atmosférica: Por reacción del metal expuesto al aire y sus contaminantes.
- Corrosión a alta temperatura: Por reacción con oxígeno, atmósferas azufradas, hidrocarbonadas y otras atmósferas con gases corrosivos a altas temperaturas.
- Corrosión en sales fundidas: Las sales al estado fundido son más agresivas que en disolución.
- **Corrosión por corrientes parásitas:** Producida cuando la pieza metálica está en el camino de una corriente eléctrica (piezas metálicas bajo tierra).
- Corrosión galvánica: Se observa cuando la pieza metálica está eléctricamente unida a otro metal diferente y más noble, sumergidos en el mismo electrólito.
- **Corrosión por metales líquidos:** Se observa entre el metal líquido y el recipiente por reacción con alguno de los componentes de la aleación.

# Corrosión localizada

La corrosión localizada en cambio, no permite hacer predicciones, su velocidad es impredecible y mucho mayor a la corrosión uniforme y es la más dañina. Se produce cuando las áreas anódicas (de disolución) y las catódicas (de reducción)

están separadas unas de otras dando lugar a la disolución del metal en un área restringida.

En la práctica, los distintos tipos de corrosión se dan juntos y se pueden presentar en sus diversas formas, en partes diferentes de una instalación.

A continuación se describen los tipos de corrosión localizada:

#### • Corrosión por picaduras (pitting)

Las picaduras son una forma localizada de ataque corrosivo. Se caracteriza por la formación de agujeros en el metal. Estos agujeros pueden ser pequeños y difíciles de detectar visualmente debido a la corrosión general. La picadura se asocia con discontinuidades localizadas de la capa de pasivación. La sensibilidad a la picadura aumenta con condiciones extremas de agentes corrosivos, imperfecciones mecánicas, tales como partículas extrañas, daño en la superficie del material, o por fallas en la película de óxido de cromo. El fenómeno ocurre cuando se rompe la capa pasivante y hay un ataque muy localizado. Algunos métodos para reducir los efectos de la corrosión por picaduras son: reducir la agresividad del ambiente y utilizar materiales resistentes a las picaduras.



Figura 2.5: Corrosión por picadura. Fuente: (Echeverría. 2010).

#### • Corrosión intergranular

Este tipo de corrosión ataca generalmente a los aceros de serie 300, que se exponen a temperaturas entre 430 a 870°C, estas temperaturas se presentan en las proximidades de las zonas soldadas. Se forman carburos de cromo en los límites de

los cristales de austenita, empobreciendo la zona adyacente de este elemento (cromo) y quedando de esta forma expuesto a la corrosión. Una forma de evitar la corrosión intergranular es usar aceros de bajo contenido de carbono (tipo L), y cuando las condiciones de temperatura son aún más severas se debe usar aceros estabilizados.



Figura 2.6: Corrosión intergranular. Fuente: (Echeverría. 2010).

#### • Corrosión bajo esfuerzos (SCC)

La corrosión bajo esfuerzos corresponde a una falla de material, la cual es originada por la presencia simultánea de un ambiente adecuado, un material susceptible, y la presencia de esfuerzos. La temperatura es un factor ambiental significativo que afecta el agrietamiento. El esfuerzo umbral está frecuentemente por debajo del punto de fluencia del material. Una falla catastrófica puede ocurrir sin deformación significativa o el deterioro visible del componente. La soldadura genera gradientes de temperatura y así puede inducir esfuerzos residuales, lo cual en ciertos ambientes puede resultar en rotura por corrosión bajo esfuerzos. Este tipo de corrosión es el menos frecuente, se trata de un tipo de corrosión transgranular, el cual es producido por esfuerzos generadas en el material, tales como tracción, deformación en frío, soldaduras, etc., ante la presencia de agentes químicos, principalmente compuestos clorados. Este tipo de corrosión se manifiesta por pequeñas fisuras en las zonas expuestas a esfuerzo. Algunos métodos para prevenir la corrosión bajo tensiones son: selección apropiada del material, remover la especie química que promueve el agrietamiento, cambiar el proceso de fabricación o diseñar adecuadamente para reducir los esfuerzos.



Figura 2.7: Corrosión bajo esfuerzos. Fuente: (Echeverría. 2010).

## • Corrosión por grietas

La corrosión por grietas ocurre en las aberturas o los espacios estrechos entre dos superficies del metal o entre superficies de metales y no metales. La aireación diferenciada entre la grieta (microambiente) y la superficie externa da a la grieta un carácter anódico. Esto puede contribuir a una condición altamente corrosiva en la grieta. Algunos ejemplos de grietas se forman en rebordes, arandelas, juntas, empalmes roscados y anillos. Algunos métodos para reducir los efectos de la corrosión de este tipo de corrosión son: eliminar la grieta en la etapa de diseño, seleccionar materiales más resistentes a este tipo de corrosión y reducir la agresividad del ambiente.



Figura 2.8: Corrosión en grietas. Fuente: (Echeverría. 2010).

#### • Corrosión galvánica

No todos los materiales metálicos tienen la misma tendencia a corroerse. Esta diferencia se manifiesta entre dos materiales distintos, cuando se los coloca dentro de un electrólito común. Entre ellos se observa una diferencia de potencial eléctrico o

voltaje. Ordenando los materiales según esta tendencia, se origina una serie galvánica, en un medio dado, quedando en un extremo los menos nobles y en el otro los más nobles (más resistentes a la corrosión).

Todos los aceros inoxidables son susceptibles a este tipo de corrosión. Se produce por el contacto de dos metales de distinto potencial de oxidación que están en contacto en un medio corrosivo. Como un metal altamente resistente a la corrosión, el acero inoxidable puede actuar como cátodo cuando está en contacto con material menos noble, generándose un fenómeno electrolítico que daña la superficie del acero inoxidable.

Mientras más separados estén dos metales en la serie galvánica mayor será la corrosión que experimente el menos noble de ellos al ponerse en contacto eléctrico, dentro de una misma disolución. También influyen temperatura y área (a mayor temperatura y menor área mayor velocidad de corrosión). Al inspeccionar la serie galvánica, se entiende el porqué de la corrosión de la plancha de aluminio unida por un perno de acero inoxidable 316. También se explica que debido a la diferencia de posición en la serie galvánica entre un acero 316 pasivado y un 316 activo, se origina una corrosión galvánica que corroe a aquel que está activo. La corrosión galvánica puede ser evitada, aislando eléctricamente las partes metálicas de materiales diferentes.



Figura 2.9: Perno de Acero Inoxidable 316 que ha causado una corrosión galvánica de una plancha de aluminio después de 6 meses de exposición a la atmósfera. Fuente: (Echeverría. 2010).

#### 2.4.2 Curvas isocorrosivas (Cofré, 2010)

La corrosión uniforme tiene una velocidad perfectamente reproducible, bajo condiciones de medio y temperaturas dadas y produce un adelgazamiento uniforme de la pieza metálica, que se traduce en una pérdida de peso medible.

Una velocidad de corrosión, expresada como un adelgazamiento de la pieza, de 0.1 mm/año es considerada aceptable. Como esta velocidad depende tanto de la concentración del agente agresivo en disolución como de la temperatura del medio, se recurre a las curvas de isocorrosión para describirla. La curva de isocorrosión representa en el eje X la concentración del agente corrosivo y en el eje Y la temperatura del medio. Los puntos de la curva corresponden a aquellas combinaciones de temperatura y concentración que producen una velocidad de corrosión uniforme de 0.1 mm/año.

Un acero o aleación tiene una curva de isocorrosión diferente para cada disolución. Los valores representados son el resultado de numerosas mediciones experimentales realizadas, usualmente, con probetas o cupones de corrosión, mediante la técnica de medición de la pérdida de peso versus tiempo de exposición. Estas curvas deben usarse como guía solamente considerando que son obtenidas bajo condiciones ideales no idénticas a las de operación.



Figura 2.10: Curvas de isocorrosión, en distintas concentraciones de ácido sulfúrico. Fuente: (Cofré. 2010)

# 2.5 Ácido clorhídrico (Ficha técnica del ácido clorhídrico, 2012)

El ácido clorhídrico (HCl) es una disolución acuosa del gas cloruro de hidrógeno. Se emplea comúnmente como reactivo químico y se trata de un ácido fuerte que se disocia completamente en disolución acuosa. A temperatura ambiente, el cloruro de hidrógeno es un gas ligeramente amarillo, corrosivo, no inflamable, más pesado que el aire, de olor fuertemente irritante. Cuando se expone al aire, el cloruro de hidrógeno forma vapores corrosivos densos de color blanco. Tiene numerosos usos, por ejemplo: para limpiar, tratar y galvanizar metales, y en la refinación y manufactura de una amplia variedad de productos.

# 2.6 Tenacidad de fractura (Flores, 2012)

La tenacidad de fractura puede ser definida como la habilidad de un material para transmitir carga o deformación plástica, en presencia de una muesca y puede ser descrita, en términos del factor de intensidad de esfuerzo crítico bajo condiciones de estado plano de esfuerzos (Kc) o de estado plano de deformación (K<sub>IC</sub>) para carga lenta y comportamiento lineal elástico. El K<sub>ID</sub> es una medida de tenacidad crítica de un material bajo condiciones de máxima restricción plástica (estado de deformación plana) y bajo carga dinámica o de impacto, también para comportamiento lineal-elástico. Para comportamiento elástico-plástico (materiales con mayores niveles de tenacidad con entalla que exhiben un comportamiento lineal-elástico) la tenacidad del material es medida en términos de parámetros tales como: K<sub>IC</sub>, integral J (J<sub>IC</sub>), curva R, desplazamiento de apertura de boca (COD).

La tenacidad a la fractura depende del espesor de la probeta: conforme se incrementa el espesor, la tenacidad a la fractura  $K_C$  disminuye hasta un valor constante. Esta constante se conoce como la tenacidad a la fractura en estado de deformación plana  $K_{IC}$ . Generalmente  $K_{IC}$  se reporta como propiedad del material.

# 2.7 Método de Barson y Rolfe (Barson y Rolfe, 1999)

Ya que la determinación experimental del  $K_{IC}$ ,  $J_{IC}$  y COD es costosa (maquinado, pre-agrietado por fatiga, ensayo) y no es generalmente usada para control de calidad, en los últimos años se ha tratado de correlacionar los resultados de ensayos mecánicos más simples con la tenacidad y el  $K_{IC}$  del material. Ciertas relaciones empíricas entre los valores de  $K_{IC}$  y CVN han sido propuestas con base a los resultados de diferentes investigaciones.

Barson y Rolfe en el año 1986 observaron que el efecto de la temperatura y la velocidad de carga en los valores de CVN y  $K_{IC}$  es la misma, la cual sugiere la posibilidad de establecer ciertas relaciones empericas entre los resultados de estos dos ensayos. En el intervalo dúctil, la diferencia entre las muestras de ensayo para  $K_{IC}$  y CVN; la velocidad de carga y agudeza en la entalla, no son tan significativos por lo cual se espera una correlación razonable.



Figura 2.11: Correlación entre K<sub>IC</sub> y CVN en la región dúctil. Ensayo realizado a 27°C.Fuente: (Barson y Rolfe. 1999)

En la ecuación 2.1 se muestra la relación propuesta por Rolfe, Novak y Barson es:

$$(K_{ID}/\sigma_y)^2 = (5/\sigma_y) \cdot [CVN - (\sigma_y/20)] \quad (2.1)$$

#### Donde:

 $K_{ID}$ : Factor de intensidad de esfuerzo crítico bajo condiciones de estado plano de deformación en  $(MPa. m^{1/2})$ 

 $\sigma_y$ : esfuerzo de fluencia en (*MPa*)

CVN: valor de ensayo de impacto a Charpy CVN en (J)

Esta relación además está de acuerdo con el criterio de falla del integral J. Ya que el valor del  $K_{IC}$  es un ensayo estático y el CVN de impacto es un ensayo dinámico, esta relación está limitada a aceros con resistencia a la fluencia mayor que 100Ksi. Sin embargo debido a que esta relación es válida para aceros en el intervalo dúctil donde los valores de CVN de impacto y en doblado lento son aproximadamente constantes para aceros con resistencia de fluencia diferentes, dicha relación podría ser extendida a aceros con  $\sigma_v$ , menor que 100Ksi.

# 2.7.1 Correlación entre KIC y CVN en la región de la temperatura de transición

La tenacidad a la fractura en aceros de construcción bajo carga constante, se incrementa con el incremento de la temperatura, el índice de incremento no sigue un comportamiento constante, sin embargo se incrementa marcadamente por encima de una temperatura dada de ensayo. Un ejemplo de este comportamiento es mostrado en la figura 2.12 para placas de acero ensayados a tres velocidades de carga diferentes. La transición en la tenacidad a la fractura en deformación plana es relacionada con los cambios a nivel microscópico desde la iniciación de la grieta en forma frágil o por clivaje hasta la rotura dúctil.

Un análisis de los datos de  $K_{IC}$ , fueron obtenidos para aceros de construcción y fueron validados de acuerdo a los procedimientos estándar de ASTM, que la curva de transición de  $K_{IC}$ , es trasladada a valores de temperaturas más elevadas, también la velocidad de carga es incrementada. Así a una temperatura dada, los valores de tenacidad a la fractura medidos a altas velocidades de carga son generalmente menores que los medidos a bajas velocidades de carga. En la figura 2.12 se puede observar el efecto de la temperatura sobre el factor de esfuerzo crítico a carga estática para un acero ASTM A36.



Figura 2.12: Efecto de la temperatura sobre K<sub>IC</sub> para un acero ASTM A36. (Quijada, 2007)

Aceros que tienen un esfuerzo de fluencia entre 36 y 250 ksi, tales como los presentados en la figura 2.13, muestra que la magnitud de la temperatura de cambio entre la curva estática ( $\dot{\epsilon} \approx 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) y dinámica ( $\dot{\epsilon} \approx 10 \text{ s}^{-1}$ ) está dada por las ecuaciones 2.2 y 2.3:

$$T = 215 - 1.5S_y$$
 Para: 36 ksi  $ksi (2.2)  
 $T = 0$  Para  $S_y > 140$  ksi (2.3)$ 

Donde:

T: temperatura en grados Fahrenheit (°F)

Sy: esfuerzo de fluencia a temperatura ambiente (ksi)

La magnitud de la temperatura de cambio entre la deformación estática ( $\dot{\epsilon} \approx 10^{-5}$  s<sup>-1</sup>) y la intermedia ( $\dot{\epsilon} \approx 10^{-3}$  s<sup>-1</sup>) es aproximadamente 75% del cambio entre la curva dinámica y estática.



Figura 2.13: Efecto de la resistencia a la fluencia sobre el cambio de temperatura de la curva de tenacidad a la fractura dinámica a estática. (Quijada, 2007)

Por otra parte, debido a que la curva de impacto Charpy en V para los aceros estructurales experimentan una transición en la misma zona de temperatura que la tenacidad a la fractura dinámica en deformación plana (K<sub>ID</sub>), Barson ha desarrollado una correlación entre los resultados para la región de la transición, expresada en la ecuación 2.4.

$$(K_{ID}/E)^2 = 5 \ CVN$$
 (2.4)

Donde:

 $K_{ID}$ : tenacidad a la fractura dinámica (ksi in<sup>1/2</sup>)

CVN: energía absorbida en el impacto con probetas Charpy en V (lb-pie)

E: módulo de elasticidad (ksi)

La validación de esta correlación es aparente para los datos presentados en la figura 2.14 para varios aceros con un intervalo de resistencia a la fluencia entre 36 a 140 ksi y en la figura 2.15 para ocho aceros SA 533, clase 1, tratados térmicamente.



Figura 2.14: Correlación entre los valores de K<sub>ID</sub> medidos y los estimados para varios aceros. (Quijada, 2007)



Figura 2.15: Correlación entre los valores de K<sub>ID</sub> medidos y los estimados para un acero SA 533, clase 1. (Quijada, 2007)

Por lo tanto para un valor dado de CVN, corresponde un valor de  $K_{ID}$ , que alternadamente corresponde a un comportamiento dado de la tenacidad a velocidades más bajas de carga. El comportamiento para velocidades de cargas menores que la de impacto está establecido por el cambio de valores de  $K_{ID}$  a menores temperaturas usando las ecuaciones 2.2 y 2.3.

# 2.8 Cálculo de áreas de las probetas expuestas de ensayo de tracción y ensayo de impacto Charpy (Normas ASTM E8M-98 y E23-96)

Para el cálculo del área de las probetas de tracción se emplea la siguiente ecuación:

$$Area = 2\left\{2CB + WA + 2\left[\left(\frac{C-W}{2}\right)\right]\frac{L-2B-A}{2} + CT + LT\right\} (2.5)\right\}$$

Donde;

Área: área total expuesta (mm<sup>2</sup>)

C, B, W, A, L, T: dimensiones según figura 2.16 (mm).





Para el cálculo del área en la probeta Charpy se emplea la ecuación 2.3:

$$Area = 2DL + 2DT + 2LT - (L - 2C)(D - 2)(2.6)$$

Donde:

Área: área total expuesta (mm)

D, C, L, T: dimensiones según figura 2.17 (mm).



Figura 2.17: Dimensiones requeridas para el cálculo de área de probetas Charpy.

# Capítulo 3: Metodología

En el presente capítulo se llevara a cabo una breve explicación sobre la logística a seguir para la realización del presente trabajo de investigación, haciendo énfasis en los procesos experimentales del mismo.

# 3.1 Nivel de Investigación

El estudio que se describe a continuación se considera tanto de tipo experimental como de nivel descriptivo. Mediante los resultados obtenidos se podrá ampliar el conocimiento del comportamiento del material a estudiar ya que se realizan distintos ensayos para determinar cómo varían diversas propiedades mecánicas del acero dúplex expuesto al ácido clorhídrico. Y a su vez se puede considerar de nivel descriptivo ya que se va a caracterizar el material para conocer las propiedades del acero.

Se estudió la influencia de los diferentes tiempos de exposición del material en el medio corrosivo, para la evaluación de la tenacidad de impacto.

La población considerada para la presente investigación está integrada por las probetas del acero inoxidable dúplex SAF 2205 suministradas por la empresa PEQUIVEN, teniendo un total de 40 muestras. El tipo de muestreo es el probabilístico simple, debido a que todas las probetas que conforman la población tienen la misma posibilidad de presentar un comportamiento similar.

# 3.2 Técnicas e instrumentos de recolección de datos

El método principal de recolección de datos será la observación directa, los datos se obtendrán de los ensayos realizados y en conjunto de una investigación documental se compararán y analizarán los valores obtenidos para generar un resultado de la investigación confiable.

# 3.3 Diseño de la investigación

La investigación se rige bajo los estándares de la norma ASTM; las técnicas de medición y procesamiento de información van en mutuo acuerdo con lo que se encuentra establecido en las mismas.

A manera de ordenar la metodología que se siguió en este trabajo de investigación, se presenta la figura 3.1 para esquematizar el proceso.



Figura 3.1: Metodología.

# 3.3.1 Adquisición del material

Para la ejecución de esta investigación se utilizó un acero dúplex grado SAF 2205 suministrado por la empresa "Petroquímica de Venezuela" (PEQUIVEN) ubicad en Morón, Edo. Carabobo. El cual se entregó en 15 muestras de (120x10x6) mm y 25 muestras de (60x10x6) mm como se muestra en la figura 3.2.



# Muestras para las probetas de tracción

Figura 3.2: Muestras entregadas por PEQUIVEN. Dimensiones en mm.

Se desconocía la composición química y la clasificación del acero dúplex debido a que la empresa no proporcionó las especificaciones del material. Por medio de la empresa Fundiciones Imes se realizó el análisis químico por chispa, donde se obtuvieron los resultados mostrados en la tabla 3.1, en donde a su vez se comparó la composición química del material por análisis químico por chispa según la Norma ASTM A 240-01, en donde describen las especificaciones de las láminas de aceros inoxidables con contenido de cromo y níquel.

Composición Química (% en peso)								
	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Мо
Análisis Químico por Chispa	0.085	2.05	2.01	0.0062	0.0037	21.62	5.31	3.01
Norma ASTM	0.030	1.00	2.00	0.030	0.020	21-23	4.5-6.5	2.5-3.5

Tabla 3.1: Composición química del acero inoxidable dúplex.

A partir de estos resultados obtenidos por el análisis químico por chispa en el anexo A1 y comparando con la clasificación de los aceros dúplex mostrados en el anexoA2, se determinó que el material utilizado es un acero dúplex estándar SAF 2205 por cumplir con los valores mínimos e intervalos especificados en la norma ASTM A 240/240M-97a en el anexo A4.

#### 3.3.2 Mecanizado de las probetas

El mecanizado de las probetas se realizó en la empresa Promercor 2 C.A., ubicada en la Zona Industrial La Quizanda, Valencia, Edo. Carabobo. El corte de las probetas se llevó a cabo con una máquina de electro erosión por hilo, en total se mecanizaron 40 probetas.

Para la fabricación de las probetas se tomaron en cuenta los parámetros establecidos por las normas ASTM E8M-98 para el ensayo de tracción y ASTM E23-96 para el ensayo de impacto Charpy, esto a manera de garantizar las condiciones correctas para la elaboración de los ensayos. Las probetas fueron realizadas en un tamaño reducido (sub-size) de las normas, tanto las de tracción como las de Charpy, debido al espesor de la lámina del material proporcionado.

#### Probetas para ensayo de tracción

Para la realización de este ensayo se utilizaron tres (3) probetas para cada uno de los períodos de exposición al medio corrosivo. Además se tomaron tres (3) muestras más para la condición original del acero y otras tres (3) para el tratamiento térmico de sensibilización; en total se ensayaron quince (15) probetas. Los parámetros establecidos para la fabricación de estas probetas están avalados por la norma ASTM E8M-98, la cual recomienda que el sentido de laminación del material debe que coincidir con el largo de las probetas de tracción. En la fig. 3.3 se observan las dimensiones correspondientes a las probetas de tracción que se utilizaron para esta investigación.

Para esta investigación como ya se mencionó anteriormente el material fue suministrado en muestras que ya habían sido cortadas y a partir de ahí se realizó el mecanizado de las mismas. En el caso de las probetas de tracción estas fueron mecanizadas en el sentido transversal al de laminación. Por lo que los resultados del ensayo de tracción darán valores de las propiedades mecánicas por debajo de los valores establecidos para el acero dúplex 2205.



Figura 3.3: Probeta de tracción. Dimensiones en mm. Norma ASTM E8M-98

#### Probetas para ensayo de impacto

Para llevar a cabo este ensayo se analizaron cinco (5) probetas por cada período de tiempo, además se tomaron cinco (5) muestras más para la condición original del acero y otras cinco (5) para el tratamiento de térmico sensibilización, lo cual totaliza

un número de veinticinco (25) probetas. Los parámetros establecidos para la fabricación de estas probetas están avalados por la norma ASTM E23-02, la cual establece que la muesca de las probetas Charpy deben ir en el mismo sentido de laminación del material. En la fig. 3.4 se observan las dimensiones correspondientes a las probetas de tracción que se utilizaron para esta investigación.



Figura 3.4: Probeta de Charpy. Dimensiones en mm. Norma ASTM E23-96

# Especificaciones del equipo utilizado

Marca	Charmilles.
Modelo	Robofil 290
Dimensiones de la máquina	1800 x 1600 x 2180 mm
Recorridos	X400 Y250 Z200 U400 V250 mm
Peso de la máquina	2190 Kg
Tipo de C.N.C	CSL2 (PC integrado)

Tabla 3.2: Datos técnicos de la máquina de electroerosión por hilo



Figura 3.5: Cortadora de electroerosión por hilo.

#### 3.3.3 Adquisición de los reactivos químicos

Debido a que el objetivo general del presente estudio trata acerca de evaluar la tenacidad de impacto del acero dúplex expuesto al ácido clorhídrico, podemos ver que el reactivo principal a emplear es el ácido clorhídrico (HCl) al 5% de concentración. Pero además de éste se necesitan ciertos reactivos químicos para poder desarrollar los ensayos.

Los ensayos se regirán bajo la norma ASTM 262-93a, la cual trata de las prácticas estándar para detectar la susceptibilidad al ataque intergranular en los aceros inoxidables austeníticos y las normas ASTM G4-95, referida a la realización de ensayos de corrosión en aplicaciones de campo y la ASTM G1-90, sobre preparación, limpieza y evaluación de muestras corroídas.

# 3.3.4 Identificación de las muestras

Para la identificación de las muestras se estableció una numeración la cual permite conocer las condiciones de ensayo de las probetas. Es importante saber que el número de identificación de cada probeta está asociado a un registro, el cual incluye datos importantes de las probetas como el tiempo de exposición de la muestra, área, peso inicial y final, entre otras características todo esto siguiendo recomendaciones de la norma ASTM G4-95.

# Especificaciones de los equipos utilizados

Marca	Ingersoll-rand
Modelo	EP-50
Presión de trabajo	90psi

Tabla 3.3: Datos técnicos del lápiz neumático



Figura 3.6: Lápiz neumático

Marca	Mitutoyo
Modelo	Absolute
Apreciación	0.01mm
Rango	(0-150)mm



Figura 3.7: Vernier digital

Tabla 3.5: Datos técnicos de la balanza analítica

Marca	Denyer instrument
Modelo	Explorer pro
Apreciación	0.0001g
Rango	(0-110)g



Figura 3.8: Balanza analítica

# 3.3.5 Tratamiento térmico para el alivio de esfuerzos

Las probetas se sometieron a un tratamiento térmico para aliviar esfuerzos; el tiempo utilizado para este tratamiento fue de treinta (30) minutos a una temperatura de 150°C. Esto con la finalidad de aliviar las tensiones causadas en la etapa de mecanizado de las probetas.

# Especificaciones del equipo utilizado

Tabla 3.6: Datos técnicos del horno eléctrico	)
---	---

Marca	Thermolyne
Modelo	48000
Apreciación	0.1°C
Rango	(0-1200)°C



Figura 3.9: Horno eléctrico

#### 3.3.6 Montaje de los ensayos de corrosión

Se tomó como referencia para los ensayos las normas ASTM referida a ensayos de corrosión (ASTM A262-93a). El procedimiento utilizado fue el siguiente:

*Tratamiento térmico de sensibilización:* este tratamiento térmico tiene como finalidad acelerar el precipitado de los carburos en la microestructura. La norma ASTM A262-93a establece que las muestras deben someterse a un tratamiento térmico de calor a una temperatura de 675°C. El tiempo utilizado para este tratamiento de sensibilización, determina la tasa máxima de corrosión permisible en el examen de ácido clorhídrico. El tratamiento consistió en exponer durante una (1) hora a una temperatura de 675°C. Para la realización de este ensayo se hizo uso del mismo equipo utilizado en el tratamiento térmico para aliviar esfuerzos.

*Pesaje y medición de las probetas:* El pesaje de las probetas se realizó antes y después de la inmersión en el medio corrosivo, tiene como fin evaluar la pérdida de peso para determinar la velocidad de corrosión.

#### 3.3.7 Exposición al medio corrosivo

El montaje del ensayo corrosivo se llevó a cabo en una campana de extracción de gases. En cuanto a los recipientes a utilizar para la exposición de las probetas al medio, la norma ASTM A262-93a recomienda utilizar un envase por cada probeta.

En esta investigación caso se utilizaron matraces Erlenmeyer de 1000ml y 500ml para exponer las probetas de tracción e impacto respectivamente.

Del mismo modo la norma ASTM A262-93a establece que el ácido debe cubrir por lo menos un volumen de 20ml/cm<sup>2</sup> de superficie en las piezas, sin embargo en trabajos de investigación realizados previamente, se utilizó un volumen de ácido clorhídrico de 200ml en matraces Erlenmeyer de 1000ml, el cual cubría las muestras; es por esta razón que para el desarrollo de este trabajo se utilizó la misma cantidad de ácido para la exposición de las probetas de tracción en el medio corrosivo, y se utilizaron 100ml de ácido en el caso de las probetas de impacto.

Por restricciones del laboratorio, no se pudo realizar la exposición continua y simultanea de las muestras. Se disponían de ocho (08) horas diarias de exposición. En la plancha de calentamiento suministrada había capacidad para colocar cuatro (04) matraces Erlenmeyer, por lo que se procedió de la siguiente manera:

El primer montaje que se realizó fue el de las condiciones de 72h y 48h, con ocho (08) horas diarias de exposición la duración del ensayo de 72horas se tomó 09 (nueve) días, y el de 48h horas tuvo una duración de seis (06) días. Transcurridos los seis (06) días se hizo el desmontaje de la condición de 48h y se procedió a realizar el montaje de la condición de 24 horas, la cual tendría una duración de tres (03) días. Finalmente el día nueve (09) se realizó el desmontaje de la condición de 72h y 24h simultáneamente.

El procedimiento que se utilizó fue el siguiente:

1. Se ubicaron las probetas en los matraces correspondientes.



Figura 3.10: Probetas de tracción e impacto colocadas dentro de los matraces Erlenmeyer

- 2. Se agregó el volumen de ácido clorhídrico correspondiente en cada matraz.
- 3. Se encendió la plancha de calentamiento.
- 4. Cuando la plancha de calentamiento alcanzó una temperatura alta, se colocaron los matraces sobre ella.
- 5. Se verificó que el ácido alcanzara una temperatura de 65°C en los matraces mediante el uso de termómetros de mercurio.
- 6. Se abrió la circulación del agua por las mangueras del condensador.



Figura 3.11: Montaje para el exposición en ácido clorhídrico.

 Se registró el tiempo de exposición a partir del momento que la solución alcanzó la temperatura de 65°C.

- 8. Transcurridas las 8 horas diarias de exposición, se extrajeron las probetas debidamente identificadas.
- 9. Se procedió a realizar la limpieza y el pesaje de las mismas. La limpieza de las muestras se realizó con bicarbonato de sodio y agua destilada.



Figura 3.12: Limpieza de las probetas

10. Se almacenaban las probetas en un disecador, para luego sacarlas al día siguiente y continuar con la exposición en el medio.



Figura 3.13: Almacenamiento de las probetas

- 11. Este procedimiento se repetía luego de cada día de exposición, hasta alcanzar el tiempo de exposición deseado por cada condición.
- Una vez finalizada la exposición en el ácido clorhídrico en los periodos de 24,48 y 72h; se realizó la limpieza química de las muestras corroídas.



Figura 3.14: Limpieza química de las probetas

## Reactivo para la limpieza química de los productos de corrosión:

- El reactivo que se utilizó para eliminar la capa de óxido formada en las probetas se elaboró con las siguientes proporciones: 100ml de ácido nítrico (NHO<sub>3</sub>) y 20ml de ácido fluorhídrico (HF) diluido en agua destilada hasta alcanzar un volumen de 1000ml.
- El proceso de limpieza química y preparación del reactivo se basó en la norma ASTM G1-90. Tabla A1. Designación C.7.5.
- La duración de este proceso de limpieza fue de 15 minutos.
- 13. Luego de realizar la limpieza química se lavaron las probetas con agua destilada y a continuación las muestras fueron secadas con aire fresco.
- 14. Se procedió a realizar el pesaje final de cada probeta expuesta en el ácido clorhídrico.
- 15. Con los valores del peso inicial y peso final se calculó la pérdida de peso total de cada probeta, además se calculó la pérdida de peso para cada periodo diario de exposición.

$$W = W_i - W_f(3.1)$$

Donde:

W: pérdida de peso (g) W<sub>i</sub>: Peso inicial (g) W<sub>f</sub>: Peso final (g)

16. Se procedió a calcular la velocidad de corrosión del material.

La determinación experimental de la velocidad de corrosión por el método de pérdida de peso se expresa en la norma ASTM A262-02. Esta técnica consiste en exponer la pieza en un ambiente de prueba por cierto período de tiempo para luego evaluar la cantidad de material que se pierde por efectos de la corrosión. Los parámetros a considerar para calcular la velocidad de corrosión son: el tiempo que se expone la pieza, la pérdida de peso, el área de la pieza y la densidad del material.

La velocidad de corrosión se determina utilizando la ecuación 3.2:

$$V_C = \frac{7290 * W}{A * D * t} (3.2)$$

Donde:

V<sub>C</sub>: Velocidad de corrosión (mm/mes)

A: área inicial de la superficie expuesta  $(cm^2)$ 

W: pérdida de peso (g)

D: densidad del material (g/cm<sup>3</sup>)

t: tiempo de exposición (h).

# Especificaciones de los equipos utilizados

**Campana de extracción de vapores tóxicos:** Ubicada en el laboratorio de PHD de la Facultad de Ciencias y Tecnología (FACYT) de la Universidad de Carabobo. Para efectos de normas de seguridad durante la exposición del acero.



Figura 3.15: Campana de extracción de vapores tóxicos

**Balanza analítica:** Ubicada en el laboratorio de PHD de la Facultad de Ciencias y Tecnología (FACYT) de la Universidad de Carabobo; cuyas características se describieron en la etapa de identificación de las muestras. Se utilizó para el pesaje de las muestras antes y después de la exposición al medio corrosivo. Figura 3.8.

**Plancha de calentamiento:** Marcas Corning. Rango entre 0-100°C con regulación de temperatura. Para calentar el reactivo químico.



Figura 3.16: Plancha de calentamiento
**Matraces:** Marca Erlenmeyer, Capacidad 1000 ml y 500ml con juntas esmeriladas 24/40. Para exponer las muestras al ácido nítrico. Los matraces de 1000ml se utilizaron para las probetas de tracción y los de 500ml para las probetas de impacto.

**Condensadores de reflujo:** se utilizaron condensadores de reflujo rectos y de bolas de 30cm, hechos de Pyrex, con juntas esmeriladas 24/40. Para la exposición de las muestras al ácido clorhídrico.

**Termómetro de Mercurio:** Apreciación 1°C, Rango entre 0-100°C. Para medir la temperatura del ácido clorhídrico.

**Indumentaria de seguridad**: guantes de nitrosolve, bata protectora, lentes de seguridad y mascarilla de respiración.

#### 3.3.8 Ensayos de impacto y tracción

#### Procedimiento experimental para el ensayo de impacto

El ensayo de impacto se realizó lo más pronto posible luego de la exposición al medio corrosivo, se analizaron cinco (5) probetas por cada condición para garantizar la validez de los resultados reportados.

Este ensayo se realizó siguiendo los pasos descritos por la norma ASTM E23-96, sin considerar a la temperatura del ambiente como factor relevante.

El procedimiento experimental utilizado fue el siguiente:

 Se verificó el estado físico de la máquina utilizada para el ensayo, posteriormente se realizaron ensayos para el control de las pérdidas de energía por fricción con el aire del péndulo, realizando cinco (5) medidas sin muestra alguna en el impactómetro.  Se tomó la lectura de energía indicada luego de 5 ciclos de oscilación y se dividió el valor entre la medida máxima del rango de la máquina y este resultado no deben exceder el 0,4% del rango de la escala del instrumento.



Figura 3.17: Resultado de la energía absorbida por impacto sin muestra alguna

3. Se ubicó la probeta correspondiente en el soporte de la máquina de impacto, verificando la alineación entre la entalladura y el impactómetro.



Figura 3.18: Alineación entre la entalladura y el impactómetro.

4. Se elevó el péndulo hasta la posición de cierre de la máquina.



Figura 3.19: Posición de cierre de la máquina.

- 5. Se liberó el péndulo para impactar la probeta.
- 6. Se aplicó el freno para detener el péndulo.
- 7. Se registró el valor de la energía absorbida por impacto indicada por aguja del medidor luego de romper la probeta, si la misma no se fracturaba en dos partes, se reportaba como tal siempre y cuando el resultado registrado sea inferior al 80% del rango de la máquina.
- 8. Se determinó el porcentaje de corte a fractura se según la recomendación de la norma ASTM E23-96, procedimiento A6.1.2, comparando las regiones de fractura plana y en relieve (labios de corte) con las imágenes del patrón de la figura A6.1 de la norma.

## Especificaciones del equipo utilizado

Marca	FRANK
Modelo	580M
Apreciación	0.1Kpm
Rango	(0-15)Kpm

Tabla 3.7: Datos técnicos de la máquina de ensayos Charpy



Figura 3.20: Máquina de ensayo de impacto FRANK

## Procedimiento experimental para el ensayo de tracción

Al igual que para el ensayo de impacto, el ensayo de tracción se realizó lo más pronto posible luego de la exposición al medio corrosivo. El ensayo se realizó a temperatura ambiente siguiendo los pasos establecidos por la norma ASTM E8M-98.

- 1. Se calculó el área de la sección transversal de la probeta en la sección reducida.
- En cada probeta se identificó con tinta la longitud calibrada establecida (25mm).
- 3. Se calibró el cero (0) de la máquina de ensayo.

- Se introdujeron los valores que solicitaba el software de la máquina de tracción, tales como: longitud de las probetas y área de la sección transversal reducida.
- Se fijó una escala en el software, para la obtención de las curva F vs. Deformación ingenieril.
- 6. Se sujetó la probeta en la máquina de ensayo, mediante el ajuste de las mordazas.



Figura 3.21: Ubicación de la probeta en la máquina de ensayo electromecánica.

- 7. Se estableció la velocidad del ensayo, la cual según la norma ASTM E8M-98, se estimó como 0,05 mm de la sección de área reducida/min. De esta manera se fijó en la máquina una velocidad de 1,5 mm/min, que corresponde a una probeta de tamaño reducido (sub-size).
- 8. Se dio inicio al ensayo de tracción.
- 9. Una vez finalizado el ensayo, se abrieron las mordazas, y se retiró la muestra.
- 10. Se obtuvo el comportamiento de la curva Fuerza vs. Deformación ingenieril.



Figura 3.22: Imagen representativa de la curva fuerza vs. Deformación ingenieril, obtenida mediante el software de la máquina de ensayo electromecánica.

- 11. La máquina de ensayo cuenta con un software de cálculo, el cual proporciona algunas propiedades mecánicas, tales como: esfuerzo de fluencia, esfuerzo máximo, esfuerzo de ruptura, porcentaje de alargamiento, módulo elástico, entre otros.
- 12. Se reportaron los resultados obtenidos.
- 13. Además se calculó el porcentaje de reducción de área como la división del área inicial menos el área final, entre el área inicial de la sección transversal de la probeta.
- 14. Se promedió y reportó los resultados obtenidos en cada período de exposición.

### Especificaciones del equipo utilizado

Marca	SDE
Modelo	MEM-101
Rango	(0-10ton)
Software	F12, versión 0.4

Tabla 3.8: Datos técnicos de la máquina de ensayos electromecánica



Figura 3.23: Maquina de ensayos electromecánica

#### 3.3.9 Preparación y examen metalográfico de la superficie de las muestras

Una vez realizados todos los ensayos mecánicos se seleccionó una probeta representativa por cada periodo de exposición, en el caso del ensayo de tracción se escogió la probeta más cercana al promedio del esfuerzo de fluencia, y en el caso del ensayo de impacto la más cercana al promedio de energía absorbida por impacto. Por cada probeta de tracción para las 5 condiciones (original, sensibilizada, 24h, 48h y72h) se obtuvieron 3 muestras: una en dirección transversal, otra en dirección longitudinal y otra de la superficie de fractura; en el caso de las probetas de impacto se obtuvo una muestra de la superficie de fractura por cada condición. Las muestras fueron cortadas y luego se embutieron con baquelita en diámetro de 1<sup>1/4</sup>, excepto la de superficie de fractura.

Se procedió a realizar el desbaste para las muestras de las secciones longitudinales y transversales, el cual consiste en ir pasando papel de lija cada vez más fino sobre el material, para así eliminar irregularidades y obtener una superficie completamente plana y lisa. Una vez finalizado el desbaste, se pulieron las muestras con un paño de pulido con alúmina gruesa y luego con alúmina fina.

Se realizó el ataque metalográfico siguiendo el procedimiento descrito en las normas ASTM E407-93 y ASTM E3-95:

- Se preparó el reactivo de ataque metalográfico, agregando 15 ml de ácido clorhídrico (HCl) a 50ml de Agua (H<sub>2</sub>O) y por último se añadió 1g de bisulfito sódico (NaHSO<sub>3</sub>).
- Se encendió la campana de extracción de gases.
- Se sumergió la superficie de la muestra en el reactivo por un periodo de tiempo de 15 segundos.
- Se enjuagaron las muestras con abundante agua.
- Se rociaron con etanol sobre las muestras y se secaron con un flujo de aire caliente.

Luego se observaron las muestras en un microscopio óptico para detallar la microestructura del material, granos y bordes de grano.

# Especificaciones del equipo utilizado

Tabla 3.9: Datos técnicos del microscopio óptico

Marca	UNION
Ocular	10X
Objetivos	10X, 20X, 40X y 100X



Figura 3.24: Microscopio Óptico

## 3.3.10 Microscopia óptica y electrónica de barrido

Las probetas preparadas metalográficamente fueron observadas bajo un microscopio electrónico de barrido con la finalidad de ver las fases presentes en la microestructura del material (identificación de la matriz austenítica y ferrítica, y posible formación de precipitados).

Se evaluó la superficie de fractura de las probetas de tracción e impacto por microscopía electrónica de barrido, a fin de identificar el mecanismo de fractura.

## Especificaciones del equipo utilizado

 Tabla 3.10: Datos técnicos del Microscopio electrónico de barrido, con detector de EDX incorporado.

Marca	JEOL
Modelo	JSM-6390
Voltaje	(0.5-30) KV
Aumento	(5-300.000)X



Figura 3.25: Microscopio electrónico de barrido, con detector de EDX incorporado.

## 3.3.11 Espectroscopía por difracción de energía de rayos X

Con este procedimiento, mejor conocido como "EDX", se obtuvo la composición química de cada una de las fases presentes en el material.

El análisis de EDX se realizó en algunas zonas de las muestras de la sección longitudinal y transversal, y en algunos puntos de la superficie de fractura de las probetas de impacto

#### 3.3.12 Ensayo de microdureza Vickers

Para realizar el ensayo de microdureza Vickers se utilizaron las mismas muestras a las que se les realizó el estudio metalográfico. Este ensayo consistió en determinar la resistencia mecánica de cada una de las fases presentes en el acero en estudio.

Se hicieron cinco (5) indentaciones por fase, obteniéndose un total de diez (10) indentaciones para las dos fases presentes, con una carga de aplicación de 25gf por un tiempo de 5 segundos. La evaluación se realizó en cada fase para estudiar completamente el efecto del ácido clorhídrico sobre el total de la microestructura.

#### Especificaciones del equipo utilizado

Marca	Buehler				
Indontador	Punta de				
Incentacior	diamante				
Capacidad	1kgf				
máxima					
Lentes de	100X 400X				
inspección	100A, 400A				

Tabla 3.11: Datos técnicos del microdurómetro Vickers



Figura 3.26: Microdurómetro Vickers.

## 3.3.13 Evaluación de la tenacidad de impacto

Se calculó el factor de intensidad de esfuerzo crítico a carga dinámica, así como gráficas y tablas que demuestran la variación de las propiedades evaluadas en el material para diversos períodos de exposición al ácido clorhídrico al 5% de concentración a 65°C. Para calcular los factores de esfuerzo crítico a carga dinámica se usó la fórmula 2.1 del aparte 2.7. Se compararon y analizaron los valores de resistencia a la tracción, resistencia al impacto y de microdureza en los distintos períodos de tiempo.

# Capítulo 4: Análisis de resultados y discusión

En este capítulo se mostrarán los resultados obtenidos en los ensayos realizados, se analizan y se discuten los resultados de los ensayos de corrosión, tracción, impacto y microdureza, así como también las imágenes de microscopia óptica, microscopia electrónica de barrido con EDX.

## 4.1 Ensayo de corrosión

Con el fin de medir el daño causado por el efecto del ácido clorhídrico sobre las muestras ensayadas, se calcula la pérdida de peso y se evalúa la velocidad de corrosión.

Para ello es necesario llevar un registro inicial de las probetas, el cual se realizó como se había descrito en el aparte 3.3.4 y se muestra en las tablas 4.1 y 4.2, con las respectivas dimensiones de cada probeta, así como también su área y peso inicial para las muestras a exponer en el medio corrosivo.

	Identificación		Din	Área	Peso				
Condición	de la probeta	L	В	Α	W	С	Т	inicial (mm <sup>2</sup> )	inicial (g)
	11	103,48	31,23	31,40	6,26	9,84	5,67	2941,83	
Original	12	103,35	31,92	31,06	6,06	10,09	5,67	2985,20	
	13	103,57	30,95	31,51	6,18	9,92	5,65	2937,99	
	21	102,97	31,59	29,37	6,08	10,04	5,63	2939,55	
Sensibilizada	22	103,15	31,07	30,01	6,04	10,16	5,64	2948,66	
	23	103,53	31,44	29,92	6,26	9,87	5,72	2951,88	

Tabla 4.1: Registro inicial de las probetas de tracción

	Identificación	Dimensiones (mm)						Área	Peso
Condicion	de la probeta	L	В	Α	W	C	Т	(mm <sup>2</sup> )	inicial (g)
Sensibilizada	31	103,06	31,02	28,52	6,00	10,01	5,62	2905,31	36,43
+	32	103,47	32,07	29,05	6,25	9,86	5,63	2945,17	36,09
24h	33	103,32	31,79	27,89	6,16	10,03	5,63	2941,20	36,27
Sensibilizada	41	103,42	30,95	31,38	6,01	10,12	5,64	2952,45	36,79
+	42	103,26	31,34	29,68	6,30	9,82	5,68	2927,96	35,97
48h	43	102,86	31,20	30,24	5,95	9,99	5,67	2927,61	35,93
Sensibilizada	51	103,08	31,26	31,47	6,25	9,93	5,68	2952,26	36,96
+	52	103,18	31,44	28,91	6,08	10,16	5,69	2965,54	35,96
72h	53	103,02	31,57	28,03	6,22	10,00	5,69	2942,45	36,04

Continuación Tabla 4.1: Registro inicial de las probetas de tracción

Donde:

- L: longitud total.
- B: longitud de agarre.
- A: longitud de la sección reducida.
- W: ancho de la sección reducida.
- C: ancho de la sección de agarre.
- T: espesor.

	Identificación	D	imensio	nes (mr	Área	Peso	
Condición	ición de la probeta		С	Т	D	inicial (mm <sup>2</sup> )	inicial (g)
	14	56,71	28,29	5,88	9,97	1913,91	
	15	56,06	27,85	5,86	10,17	1913,53	
Original	16	56,04	27,13	5,92	10,04	1893,35	
	17	56,34	26,87	5,85	9,96	1877,30	
	18	56,35	27,08	5,89	9,98	1888,63	

Tabla 4.2: Registro inicial de las probetas de impacto

	Identificación	D	imensio	nes (mr	Área	Peso	
Condición	de la probeta	Dimensiones (mm)         Área inicial (mm <sup>2</sup> )           L         C         T         D         Ínicial (mm <sup>2</sup> )           56,37         27,45         5,86         10,01         1000           25         56,15         28,72         5,76         10,02         1897,8           26         55,78         27,33         5,86         10,10         1893,0           27         56,05         27,44         5,83         10,02         1884,2           28         55,57         27,37         5,86         10,09         1884,2           34         55,58         27,25         5,77         10,02         1862,1           35         55,67         27,21         5,80         9,59         1815,2           36         55,87         27,92         5,88         10,05         1897,9           37         55,35         27,57         5,78         10,07         1869,33           38         55,83         27,11         5,86         9,04         1758,33           44         55,83         27,57         5,83         10,05         1889,79           46         55,78         27,56         5,89         10,02         1887,6 <th>inicial (mm<sup>2</sup>)</th> <th>inicial (g)</th>	inicial (mm <sup>2</sup> )	inicial (g)			
		56,37	27,45	5,86	10,01		
	25	56,15	28,72	5,76	10,02	1897,87	
Sensibilizada	26	55,78	27,53	5,86	10,10	1893,03	
	27	56,05	27,44	5,83	10,02	1884,23	
	28	55,57	27,37	5,86	10,09	1884,22	
	34	55,58	27,25	5,77	10,02	1862,18	23,36
Sensibilizada	35	55,67	27,21	5,80	9,59	1815,27	22,66
+	36	55,87	27,92	5,88	10,05	1897,96	23,72
24h	37	55,35	27,57	5,78	10,07	1869,30	24,11
	38	55,83	27,11	5,86	9,04	1758,34	21,78
	44	55,83	27,81	5,91	10,07	1901,65	24,01
Sensibilizada	45	56,04	27,57	5,83	10,05	1889,76	23,96
+	46	55,78	27,56	5,89	10,02	1887,66	23,60
48h	47	56,00	27,46	5,85	9,83	1862,71	22,90
	48	56,37	27,13	5,83	9,98	1881,94	23,91
	54	55,97	28,19	5,85	10,08	1904,45	24,16
Sensibilizada	55	56,09	28,14	5,80	9,98	1887,48	23,93
+	56	55,98	28,24	5,93	10,05	1912,33	23,78
72h	57	55,59	28,30	5,74	10,11	1886,45	23,92
	58	55,82	28,08	5,76	9,94	1869,95	23,011

Continuación Tabla 4.2: Registro inicial de las probetas de impacto

Donde:

L: longitud total.

C: longitud desde un extremo hasta el centro de la entalladura.

T: espesor.

D: ancho.

Cuando se realizó la exposición de las probetas al ácido clorhídrico, el color del ácido originalmente era transparente; transcurridos aproximadamente 10 minutos, el mismo adoptaba un color verde claro, que con el paso del tiempo se iba oscureciendo, finalizadas las 8h de exposición diaria el color del ácido era negro, ésta última coloración puede deberse a la contaminación del ácido. En la figura 4.1 se muestran los diferentes tonos de color que adquirió el reactivo.

Es importante resaltar que se realizó una sustitución del ácido cada 16 horas de exposición para evitar el riesgo de corrosión por la contaminación del ácido, según recomendaciones establecidas en el trabajo de investigación realizado por (Martin y Medina, 2010).



Figura 4.1: Cambios en la coloración del ácido. a) Color transparente (coloración inicial), b) Luego de poco tiempo de exposición (tono verde claro), c) Finalizadas las 8h de exposición diaria (tono negruzco)

Así como se evidenció un cambio en la coloración del ácido, de igual forma las probetas expuestas cambiaron de color. Dado que la exposición al medio corrosivo no fue continua, se pudo observar el cambio de color luego de cada exposición diaria, en donde a medida que aumentaba el tiempo de exposición las probetas se tornaban de un color más amarillento. Es importante resaltar que una vez finalizadas las 8h de exposición diaria y realizada la limpieza diaria de las muestras, estas adoptaban un color gris opaco, pero luego de su almacenamiento en el disecador, al siguiente día cuando se iban a exponer las muestras nuevamente, estas estaban más amarillentas, situación que se hacía más notoria a medida que aumentaba el tiempo de exposición.

El cambio de color en las probetas, de su color original al color amarillento, puede asociarse con la coloración de la capa pasivadora de Cromo (óxidos de Cr y/o Ni) como resultado de la exposición al ácido, según (Mateo, 2005). En las figuras 4.2 a 4.4 se muestra el cambio en la coloración a la cual se hace referencia.



Figura 4.2: Condición de 24horas.

a) Luego de la limpieza diaria, b) Al día siguiente de la limpieza diaria



Figura 4.3: Condición de 48 horas.

a) Luego de la limpieza diaria, b) Al día siguiente de la limpieza diaria



Figura 4.4: Condición de 72horas. a) Luego de la limpieza diaria, b) Al día siguiente de la limpieza diaria

Con la finalidad de medir el efecto del ácido clorhídrico sobre las muestras de acero dúplex, se estudia la pérdida de peso y se calcula la velocidad de corrosión de basando en las normas ASTM G31-72 y A262-93a.

En las tablas 4.3 y 4.4 se pueden observar los pesos iniciales y finales de cada probeta de tracción e impacto y su pérdida de peso. Además estas tablas contienen los resultados del cálculo de la velocidad de corrosión de las muestras, así como también el promedio de pérdida de peso y velocidad de corrosión para cada condición (24h, 48h y 72h).

A continuación se muestra un ejemplo de cálculo de la velocidad de corrosión como se menciona en el paso16 del aparte 3.3.7.

Para la probeta de tracción número 31:

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

Donde:

 $V_C$ : Velocidad de corrosión (mm/mes)W: pérdida de peso (g)A: área inicial de la superficieD: densidad del material (g/cm³)expuesta (cm²)t: tiempo de exposición (h).

$$mpm\left(\frac{mm}{mes}\right) = \frac{7290 * 4.3494}{29.0531 * 7.79 * 24} = 5.8373 \ mm/_{mes}$$

Tiempo de exposición	Identificación de la probeta	W <sub>i</sub> (g)	W <sub>f</sub> (g)	W (g)	Prom. W (g)	D (g/cm <sup>3)</sup>	Vc (mm/mes)	Prom. V <sub>C</sub> (mm/mes)	
24 horas	31 32	36,4312 36,0953	32,0818 32,2881	4,3494 3,8072	3,9554	3,9554		5,8373 5,0405	5,2652
	33	36,2730	32,5635	3,7095	± 0,3447		4,9178	± 0,4992	
	41	36,7912	31,9505	4,8407	5 1272	5 1272		3,1965	2 /110
48 horas	42	35,9748	30,7011	5,2737	$\pm 0.2571$	7,79	3,5116	5,4119 $\pm 0.1867$	
	43	35,9349	30,6376	5,2973	-,			3,5277	
	51	36,9648	28,8334	8,1314	7 0 4 0 5		3,5799	2 4527	
72 horas	52	35,9675	28,0087	7,9588	+0.3513		3,4882	5,4557 +01464	
	53	36,0409	28,5856	7,4553	- 0,0010		3,2932		

Tabla 4.3: Pérdida de peso total en probetas de tracción

Donde:

W<sub>i</sub>: peso inicial (g)

W<sub>f</sub>: peso final (g)

W: pérdida de peso (g)

Prom. W: promedio de la pérdida de peso (g)

D: densidad del acero dúplex 2205 (g/cm<sup>3</sup>)

Vc: velocidad de corrosión (mm/mes)

Prom. V<sub>c</sub>: promedio de velocidad de corrosión (mm/mes)

Tabla 4.4: Pérdida de peso total en probetas de impacto

Tiempo de exposición	Identificación de la probeta	<b>W</b> <sub>i</sub> (g)	W <sub>f</sub> (g)	W (g)	Prom. W (g)	D (g/cm <sup>3)</sup>	Vc (mm/mes)	Prom. V <sub>C</sub> (mm/mes)
	34	23,3620	21,8683	1,4937			3,1277	
	35	22,6644	21,0587	1,6057	1 5 47 (		3,4491	2 2 2 2 7
24 horas	36	23,7228	22,4835	1,2393	1,54/6 + 0.2329		2,5461	5,2827 + 0.5059
	37	24,1107	22,2248	1,8859	+ 0,252)		3,9338	0,5055
	38	21,7868	20,273	1,5138			3,3569	
	44	24,0157	22,2544	1,7613	0.0557		1,8057	2 2025
	45	23,9666	21,8692	2,0974			2,1638	
48 horas	46	23,6073	20,9438	2,6635	2,2557 + 0.3317	7,79	2,7509	2,3035 + 0.3510
	47	22,9055	20,5564	2,3491	0,5517		2,4587	- 0,5510
	48	23,9133	21,6559	2,2574			2,3386	1
	54	24,1602	20,2432	3,9170			2,6733	
	55	23,9398	20,3924	3,5474	2 (211		2,4428	0.4070
72 horas	56	23,7886	19,9928	3,7958	3,0211 + 0.2799		2,5799	2,4803 + 0.1734
	57	23,9238	20,2654	3,6584	- 0,2799		2,5206	- 0,1754
	58	23,0113	19,8242	3,1871			2,2152	

Además de presentar un cambio en su coloración, la probetas presentaron pérdida superficial del material; en la condición original de las muestras macroscópicamente se observaba una superficie lisa, a medida que aumentaba el tiempo de exposición en el ácido esta condición iba desapareciendo y se observaban asperezas como se puede observar en las figuras 4.5 y 4.6. Dicho cambio se relaciona con la pérdida de peso que hubo para cada periodo de exposición, es por esta razón, que según el aparte 2.4.1 las muestras sufrieron una corrosión uniforme; específicamente del tipo atmosférica por la interacción de las probetas con el ambiente una vez finalizado el período de exposición diario, además de una corrosión por alta temperatura.



Figura 4.5: Pérdida de material superficial en las probetas de tracción e impacto.



Figura 4.6: Pérdida de material superficial en las probetas de tracción.

En la figura 4.7 se puede observar el comportamiento de la pérdida de peso para las probetas de tracción e impacto en los diferentes tiempos de exposición. En el caso de las probetas de tracción la pérdida de peso se incrementó en un 30% comparando los periodos de 24h y 48h, y un 53% comparando los periodos de 48h y 72h; de la condición de 24h a la de 72h hubo un aumento en la pérdida de peso en 98%. Para las probetas de impacto comparando los periodos de 24h y 48h la pérdida de peso aumentó en un 14%, y un 105% comparando los periodos de 48h y 72h; de la condición de 24h a la de 72h hubo un aumento en la pérdida de peso en 98%.

Comparando los valores de pérdida de peso por cada condición para las probetas de tracción e impacto, se observa que las probetas de tracción presentan mayor pérdida de peso que las probetas de impacto, esto se debe a que las probetas de tracción son las que presentan mayor área expuesta al medio corrosivo.



Figura 4.7: Gráfico de la pérdida de peso vs. Condición de la probeta

A continuación se puede apreciar en la figura 4.8 la variación de la velocidad de corrosión de acuerdo al tipo de probeta.



Figura 4.8: Gráfico de la velocidad de corrosión vs. Condición de la probeta

Se puede notar que los valores de velocidad de corrosión son más altos en el caso de las probetas de tracción, esto se debe a que como se mencionó anteriormente, tales probetas tenían mayor área de exposición al medio corrosivo. La velocidad de corrosión para ambos tipos de probetas es casi constante en los periodos de 48h y 72h. La disminución de la velocidad de corrosión puede asociarse con la saturación de las muestras, la reacción del hierro con el ácido clorhídrico permite la formación de FeCl<sub>2</sub> (cloruro férrico), al formarse este compuesto actúa como capa protectora, evitando así que el ácido clorhídrico (HCl) actué sobre las muestras por lo que disminuye la velocidad de corrosión.

## 4.2. Ensayo de impacto

Para cada una de las probetas ensayadas, se reportaron los resultados obtenidos, tabulándolos de la siguiente manera: condición, identificación, energía absorbida por impacto en Joule, porcentaje corte en fractura y presencia de fractura, basado en la norma ASTM E23-96.

Condición	Identificación de la probeta	EAI (J)	Promedio de EAI (J)	Corte en fractura (%)	Prom. de corte en fractura (%)	¿Fractura?
	14	101,99		N/A		No
	15	116,70		N/A	N/A	No
Original	16	109,83	$105,72 \pm 7.38$	N/A		No
	17	99,05	· · ·	N/A		No
	18	101,01		N/A		No

Tabla 4.5: Resultados obtenidos del ensayo de impacto

Condición	Identificación de la probeta	EAI (J)	Promedio de EAI (J)	Corte en fractura (%)	Prom. de corte en fractura (%)	¿Fractura?
	24	39,23		50		Sí
	25	42,17		50		Si
Sensibilizada	26	38,25	39,42 ± 1,88	50	50	Sí
	27	37,27		50		Sí
	28	40,21		50		Sí
	34	36,28		60		Sí
Sensibilizada	35	40,21	37,85	60	60	Sí
+	36	42,17		60		Sí
24h	37	37,27	,	60		Sí
	38	33,34		60		Sí
	44	42,17		70		Sí
Sensibilizada	45	41,19		70	70	Sí
+	46	38,25	40,21 ± 1.55	70		Sí
48h	47	39,23		70		Sí
	48	40,21		70		Sí
	54	36,28		80		Sí
Sensibilizada	55	41,19	38,25 ±2,69	80	80	Sí
+	56	36,28		80		Sí
72h	57	41,19		80		Sí
	58	36,28		80		Sí

Continuación Tabla 4.5: Resultados obtenidos del ensayo de impacto

Donde: EAI: energía absorbida por impacto (J)

Tomando en cuenta los resultados arrojados por el ensayo de impacto, es notable que el material pierde la capacidad de absorber energía por impacto desde que se le practica el tratamiento térmico de sensibilización, cabe destacar que las probetas en condición original no fracturaron debido a la alta ductilidad del material en esta condición, lo que a su vez manifiesta para la condición sensibilizada que el material fragilizó, llegando a disminuir la energía absorbida por impacto en un 63% de su condición original.



Figura 4.9: Resultados obtenidos del ensayo de impacto

En la figura 4.9 se muestra el comportamiento grafico obtenido mediante los resultados del ensayo de impacto, se puede observar que el material pierde la capacidad de absorber energía por impacto desde el momento en que se le realiza el tratamiento térmico de sensibilización, es decir, el material pierde ductilidad y se fragiliza haciendo que las muestras se fracturaran a diferencia de la condición original cuya ductilidad permitió que la probeta absorbiera mayor energía por impacto y esta no rompiera.

Para las muestras expuestas al medio corrosivo se presenta un comportamiento que se puede considerar constante, es notable que las probetas de 48 horas mostraron resultados mayores a los de 24 y 72 horas, esto se debe a que el material recupera un poco su capacidad de absorber energía por impacto en este periodo, lo cual influye notoriamente en la tenacidad del material.

En el ensayo de impacto Charpy, al exponer las probetas al medio corrosivo los valores obtenidos se mantuvieron similares con respecto a la condición del tratamiento térmico de sensibilización, es por esta razón que se dice que la exposición al medio corrosivo no afecta la energía absorbida por impacto como la afecta el tratamiento térmico de sensibilización.

En la siguiente tabla se muestra la fractografía de cada una de las condiciones en ensayadas de las probetas Charpy.

Condición	Fractografía					
Original						
Sensibilizada	24					
24 Horas	37	A A A A A A A A A A A A A A A A A A A				

Tabla 4.6: Fractografía de cada condición Charpy

Condición	Fractografía				
48 Horas	48				
72 Horas	55				

Continuación Tabla 4.6: Fractografía de cada condición Charpy

Las probetas en condición original sólo experimentaron una fractura de forma parcial, se puede notar la zona de desgarre y al final la zona de falla se ensancha, comportamiento característico de un material dúctil, siendo una condición propia del material antes de cualquier tratamiento térmico o exposición al medio corrosivo, mientras que las demás condiciones se observa una fractura frágil.

Se puede observar en las demás condiciones las formaciones de grietas, característica fundamental en una fractura frágil, esto se debe a la gran pérdida de ductilidad sufrida por el material al ser sensibilizado y expuesto al medio corrosivo, a medida que se incrementa el tiempo de exposición, el material pierde su ductilidad y se fragiliza.

# 4.2. Ensayo de tracción

Siguiendo con la evaluación de las propiedades mecánicas del material, se procedió a realizar el ensayo de tracción, bajo la norma ASTM E8M-98. Para este estudio se trabajó con las probetas seleccionadas para cada condición y posteriormente se obtuvo un promedio de sus resultados, para este caso no se descartó ningún resultado ya que todas las probetas fracturaron dentro de la zona calibrada.

En la tabla 4.7 se muestra los resultados obtenidos del ensayo de tracción para las probetas ensayadas.

Condición	Identificación	$\sigma_Y$	$\sigma_{MAX}$	$\sigma_{RUP}$	%	%
Condicion	de la probeta	(MPa)	(MPa)	(MPa)	alargamiento	R.A
	11	690,60	792,00	443,20	28,21	43,64
Original	12	725,70	786,10	441,40	15,57	54,20
	13	718,40	787,00	439,80	14,93	50,44
	21	704,70	811,30	647,90	14,01	40,01
Sensibilizada	22	702,30	823,90	673,30	18,72	38,99
	23	697,70	797,10	684,60	13,88	32,66
Sensibilizada	31	549,30	631,30	316,90	17,77	40,86
+	32	532,30	618,50	575,40	13,36	31,95
24h	33	537,40	630,70	316,60	14,81	34,12
Sensibilizada	41	453,60	544,60	273,40	15,74	29,26
+	42	461,60	539,90	507,90	13,86	32,59
48h	43	443,80	523,60	498,40	12,01	30,30
Sensibilizada	51	337,10	444,60	223,20	12,05	35,10
+	52	373,30	427,90	399,40	11,72	22,44
72h	53	350,10	421,80	388,80	12,80	36,68

Tabla 4.7: Propiedades mecánicas obtenidas del ensayo de tracción.

Donde:

 $\sigma_Y$ : Esfuerzo de fluencia (MPa)

 $\sigma_{MAX}$ : Esfuerzo máximo (MPa)

 $\sigma_{RUP}$ : Esfuerzo de ruptura (MPa)

e: deformación ingenieril (%)

R.A: reducción de área (%)

En la tabla 4.8 se muestra un resumen de los valores promedio de las propiedades mecánicas, obtenidos de los ensayos de tracción.

Condición	Prom. σ <sub>Y</sub> (MPa)	Prom. σ <sub>MAX</sub> (MPa)	Prom. σ <sub>RUP</sub> (MPa)	Prom. Alargamiento (%)	Prom. R.A (%)
Original	711,57 ± 18,52	788,37 ± 3,18	441,47 ± 1,70	19,57 ± 7,49	49,43 ± 5,35
Sensibilizada	701,57 ± 3,55	810,77 ± 13,41	668,60 ± 18,79	15,54 ± 2,75	37,22 ± 3,98
Sensibilizada + 24h	539,67 ± 8,72	626,89 ± 7,22	402,97 ± 149,33	15,31 ±2,24	35,64 ± 4,64
Sensibilizada + 48h	453,00 ± 8,92	536,03 ±11,02	426,57 ± 132,73	13,87 ± 1,86	31,41 ± 1,70
Sensibilizada + 72h	353,50 ± 18,34	431,43 ± 11,80	337,13 ± 98,81	12,19 ± 0,55	31,40 ± 7,81

Tabla 4.8: Propiedades mecánicas obtenidas del ensayo de tracción.

En la figura 4.10 se observa que existe un comportamiento decreciente en el esfuerzo de fluencia para todas las condiciones, observándose que el decrecimiento aumenta a partir de la condición sensibilizada, ya que de la condición original a la sensibilizada se podría decir que los valores de esfuerzo de fluencia se mantienen constantes.

De la condición original a la condición de 24 horas se presentó una disminución del esfuerzo de fluencia en un 24% y de la condición de 24 a la de 72 horas este mismo valor disminuye en un 35%.

El comportamiento decreciente de la gráfica muestra una pérdida de la resistencia mecánica del material, evidenciando que el tratamiento térmico de sensibilización y la exposición al medio corrosivo afectan considerablemente las propiedades del mismo.



Figura 4.10: Gráfico del esfuerzo de fluencia vs. Condición de la probeta

La figura 4.11 muestra un comportamiento similar al del esfuerzo de fluencia, hay un aumento de 3% de la condición original a la sensibilizada, y a partir de esta última condición el valor del esfuerzo máximo disminuye en un 47% hasta el periodo de 72 horas de exposición en el ácido.



Figura 4.11: Gráfico del esfuerzo máximo vs. Condición de la probeta

La figura 4.12 muestra el comportamiento del esfuerzo de ruptura, en donde se evidencia un aumento del mismo en un 52% de la condición original a la condición sensibilizada, este aumento se debe a que los valores de esfuerzo de ruptura se obtuvieron de una curva Fuerza vs. Deformación ingenieril donde se considera el área inicial de la zona calibrada para el cálculo del esfuerzo, por lo tanto para la condición original donde hubo formación de cuello no se consideró la disminución del área mencionada, haciendo que le valor del esfuerzo diera menor al valor real.

Teniendo en cuenta lo mencionado en el párrafo anterior, el comportamiento de la figura 4.12 debió ser similar al de las figuras anteriores 4.10 y 4.11.



Figura 4.12: Gráfico del esfuerzo de ruptura vs. Condición de la probeta

En la figura 4.13 y 4.14 se observa el mismo comportamiento decreciente para ambas propiedades del material. En cuanto al porcentaje de reducción de área que es otro indicador de ductilidad, se ve como este disminuye desde la condición original a la condición de 72 horas. Este valor disminuye en un 25% de la condición original a la sensibilizada, y en un 12% de la condición sensibilizada a la condición de 72 horas de exposición. Por lo que se dice que en su mayoría lo que ocasiona el ablandamiento del material es el tratamiento térmico de sensibilización y no la exposición al medio corrosivo.



Figura 4.13: Gráfico del alargamiento vs. Condición de la probeta



Figura 4.14: Gráfico del porcentaje de reducción de área vs. Condición de la probeta

En la figura 4.15 se observan las probetas de tracción representativas de cada una de las condiciones estudiadas, donde está claramente evidenciado el encuellamiento o estricción en la longitud calibrada en la probeta de la condición original, señal de una fractura dúctil a carga estática. La probeta de la condición sensibilizada muestra una leve formación del cuello indicativo de una fractura menos dúctil que en la condición anterior, y para el resto de las condiciones no se observó la formación del cuello en las probetas lo que es señal de una fractura frágil, y esto se debe tanto al tratamiento térmico de sensibilización como a la exposición al medio corrosivo.



Figura 4.15: Probetas de tracción representativas de cada una de las condiciones.

# 4.4 Estudio de la microestructura de las muestras a través de imágenes de microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido (MEB) con difracción de rayos X (EDX)

La evaluación de la microestructura de las muestras se realizó mediante la observación y el análisis de las imágenes obtenidas mediante la microscopia óptica y la microscopia electrónica de barrido con EDX. Se pueden observar las características de los límites de granos, la diferenciación de las fases presentes y la degradación microestructural que sufre el material al ser expuesto en el ácido clorhídrico.

## 4.4.1 Microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido

## **Condición Original**

En la figura 4.16 se observa la microestructura del material en su condición original, donde se distinguen dos fases, una clara y otra oscura, ambas se encuentran en proporciones similares, tanto para la sección transversal como para la sección longitudinal de la muestra. Se observa el sentido de laminación del material, granos equiaxiales y una morfología equilibrada.



Figura 4.16: Muestra de acero dúplex 2205 condición original, a 400X microscopio óptico. a) Sección transversal. b) Sección longitudinal

Se observa en la figura 4.17 la diferencia de relieves en las fases presentes, como se trata de dos estructuras cristalinas diferentes, en el caso de la ferrita su estructura es cubica centrada en el cuerpo (BCC) y la austenita tiene una estructura cristalina cubica centrada en las caras (FCC), esta última posee mayor densidad atómica y se destaca macroscópicamente por su relieve superficial. Por lo tanto se puede diferenciar las fases por su relieve, sabiendo que la austenita es la que se encuentra con un relieve superior.



Figura 4.17: Muestra de acero dúplex 2205 condición original, MEB. a) Sección transversal. b) Sección longitudinal

## Condición Sensibilizada

En las probetas sensibilizadas, se distingue una microestructura homogénea, los límites de grano se ven más marcados y se pueden distinguir sin ningún problema. Los cambios en la microestructura se le atribuyen al tratamiento térmico realizado para la sensibilización, en donde a temperaturas mayores a los 600 °C el dúplex altera sus propiedades mecánicas de forma significativa.



Figura 4.18: Muestra de acero dúplex 2205 condición sensibilizada, a 400X microscopio óptico. a) Sección transversal. b) Sección longitudinal

En la figura 4.19 correspondiente al MEB de la muestra sensibilizada se puede detallar que luego del tratamiento térmico de sensibilización los límites de grano
empiezan a ser afectados, observándose una formación de una zona oscura, lo que pudiera ser una degradación de la fase, además cabe destacar que la fase ferrítica está comenzando a cambiar, con una apariencia desgarrada.



Figura 4.19: Muestra de acero dúplex 2205 condición sensibilizada MEB. a) Sección transversal. b) Sección longitudinal

#### Condición 24 horas

En cuanto a la condición de 24 horas en las figuras 4.20 y 4.21, no se observan cambios significativos en la microestructura, con respecto a la condición sensibilizada.

Sin embargo, esta condición presenta límites entre granos más marcados debido al crecimiento de la degradación de fases. Se pueden distinguir los granos con mayor facilidad.



Figura 4.20: Muestra de acero dúplex 2205 condición 24 horas, a 400X microscopio óptico. a) Sección transversal. b) Sección longitudinal



Figura 4.21: Muestra de acero dúplex 2205 condición 24 horas, MEB.

#### Condición 48 horas

En la figura 4.22 se observa que hay mayor presencia de la fase clara, se distinguen poco los límites de grano entre ambas fases.

Para esta condición no se obtuvieron imágenes de microscopia electrónica de barrido, debido a que el ataque de la muestra no revelo debidamente las fases y haciendo imposible su identificación en el microscopio.



Figura 4.22: Muestra de acero dúplex 2205 condición 48 horas, a 400X microscopio óptico. a) Sección transversal. b) Sección longitudinal

#### Condición 72 horas

En la figura 4.23 se observa un comportamiento similar a las condiciones anteriores, hay pérdida de los límites de grano y fraccionamiento de las fases. Se aprecia una degradación de la fase clara.



Figura 4.23: Muestra de acero dúplex 2205 condición 72 horas, a 400X microscopio óptico. a) Sección transversal. b) Sección longitudinal

En la figura 4.24 correspondiente al MEB se detalló la degradación total de la fase ferrítica, observándose prácticamente entre cada grano de austenita una fase totalmente desgarrada con presencia de ferrita( $\alpha$ ) y austenita( $\gamma$ ).

Para esta condición comparando con las condiciones anteriores se aprecia más la degradación de la fase ferrítica y un notable deterioro de la fase austenítica debido al ataque del ácido clorhídrico a el máximo periodo de exposición de los ensayos.



Figura 4.24: Muestra de acero dúplex 2205 condición 72 horas, MEB.

#### 4.4.2 Espectroscopia por difracción de energía de rayos X (EDX)

A través del EDX se logró obtener la composición química de cada fase y así poder corroborar lo que se estableció anteriormente acerca de las fases presentes en la microestructura del material.

Por cada condición estudiada se decidió construir una tabla donde se encuentre un resumen de los valores obtenidos, para comparar de manera más sencilla los cambios sufridos en la composición de cada fase presente en el material. A continuación se presenta las muestras que fueron estudiadas.

#### Condición Original

En la figura 4.25 observamos las zonas de la muestra de la sección transversal en las cuales se realizó el análisis de EDX.



Figura 4.25: Espectroscopía por difracción de energía de rayos X condición original.

 Tabla 4.9: Porcentaje en peso de la composición química evaluada con el EDX para la condición original.

Punto de análisis	Descripción	%Cr	%Fe	%Ni	%Mn	%Mo
1	Ferrita	25.83	69	5.17	-	-
2	Límite de grano	23.63	68.66	5.30	2.42	-

Continuación Tabla 4.9: Porcentaje en peso de la composición química evaluada con el EDX para la condición original.

Punto de análisis	Descripción	%Cr	%Fe	%Ni	%Mn	%Mo
3	Austenita	20.55	69.34	8.28	1.83	-
4	Límite de grano	22.19	69.55	6.24	2.02	-
5	Ferrita	23.11	67.90	7.36	-	1.63
6	Límite de grano	21.91	71.22	6.86	-	-

De la tabla 4.9 podemos observar que la ferrita( $\alpha$ )tiene mayor contenido de cromo que la austenita( $\gamma$ ) y a su vez esta posee mayor contenido de níquel que la ferrita( $\alpha$ ).Además se observa que el nitrógeno se presenta en las dos fases, siendo mayor el contenido del mismo en la fase austenítica. En la fase austenítica tenemos alrededor de un 2,1% de manganeso, elemento que no se presentó en la fase ferrita( $\alpha$ ).

#### Condición Sensibilizada

En la figura 4.26 tenemos las zonas en las cuales se realizó EDX, para la sección transversal.



Figura 4.26: Espectroscopía por difracción de energía de rayos X condición sensibilizada.

Punto de análisis	Descripción	%Cr	%Fe	%Ni	%Mn	%Mo	%Si
1	Austenita	23.27	69.63	7.10	-	-	-
2	Austenita	21.87	69.69	6.99	1.45	-	-
3	Austenita	22.59	70.17	7.23	-	-	-
4	Límite de	24.89	69.49	5.62	-	-	-
	grano						
5	Inclusión	24.78	59.84	-	2.10	-	8.93
6	Límite de	27.75	61.25	5.21	-	5.78	-
_	grano						
7	Límite de	27.35	68.54	4.12	-	-	-
	grano						

Tabla 4.10: Porcentaje en peso de la composición química evaluada con el EDX para lacondición sensibilizada.

De la tabla 4.10 tenemos que la austenita( $\gamma$ )está compuesta básicamente por hierro, cromo y níquel. Y en los límites de granos hay mayor contenido de cromo que en la fase austenítica. Nuevamente las zonas con mayor presencia de níquel son las de la fase austenítica.

En el punto de análisis 5 hay una inclusión no metálica de sílice, esto puede estar asociado con que en los procesos de fabricación del acero, el sílice se utiliza para reducir la cantidad de oxígeno, y el mismo debe desaparecer del material con la escoria, por lo que cuando queda escoria en el material, esta queda atrapada durante el proceso de solidificación y es un defecto del proceso de fabricación.

### Condición 72 horas

En la figura 4.27 correspondiente a la espectroscopia por difracción de energía de rayos X de la condición 72 horas sección longitudinal, se observa una fase ferrítica totalmente desgarrada y deteriorada, además se evidenció perdida de la interfase, esto

quiere decir que la austenita( $\gamma$ ) se está degradando, se realizó EDX en las zonas enumeradas.



Figura 4.27: Espectroscopía por difracción de energía de rayos X condición 72 horas.

Punto de análisis	Descripción	%Cr	%Fe	%Ni	%Mn	%Mo
1	Austenita	21.00	69.73	7.59	1.68	-
2	Límite de grano	22.88	65.78	6.15	1.81	3.38
3	Ferrita	23.89	66.24	4.75	1.30	3.82
4	Ferrita	24.58	65.30	5.09	1.64	3.40
5	Ferrita	23.39	66.96	4.43	1.93	3.29
6	Límite de grano	22.08	68.60	7.30	2.01	-

Tabla 4.11: Porcentaje en peso de la composición química evaluada con el EDX para la condición de 72 horas.

Analizando la tabla 4.11, se tiene que en la condición de 72 horas se observó que al desaparecer la interfase en los límites de grano los puntos 2 y 6 presentan una disminución en el porcentaje de níquel, esto quiere decir que la austenita( $\gamma$ ) comenzó a degradarse por el ataque corrosivo.

#### Análisis del contenido de cromo y níquel presente en las muestras ensayadas

Se hizo un análisis del contenido de cromo y níquel por fase, para estudiar con más facilidad el comportamiento de estos elementos. En la figura 4.28 se muestra el porcentaje de cromo y níquel en la fase austenita( $\gamma$ ). No se aprecian cambios significativos en el elemento cromo, pudiéramos decir que se mantiene constante desde la condición original hasta la condición de 72 horas de exposición en el ácido.

Sin embargo hay una variación en cuanto al porcentaje de níquel para las diferentes condiciones, de la condición original a la sensibilizada disminuye un 1,3%, y de la condición original a la de 72 horas disminuye un 17%. Por lo que podemos decir que el tratamiento térmico de sensibilización afecta muy poco a la fase austenita( $\gamma$ ), ya que el níquel es el principal componente de esta; no existe migración aparente de cromo durante el proceso de sensibilización. Sin embargo, esta fase empieza a verse afectada luego de las 72 horas de exposición ya que su contenido de níquel disminuye, por lo tanto existe migración de níquel hacia la fase ferrítica.



Figura 4.28: Comparación de concentraciones de cromo y níquel del acero dúplex 2205 en la fase austenita.

La figura 4.29 refleja los análisis de EDX en la fase ferrita( $\alpha$ ). El proceso de sensibilización ocasiona una pérdida de níquel del 18%. Sin embargo durante la realización de los ensayos de corrosión el porcentaje en peso del níquel aumenta en un 7% para la condición de 72 horas, este aumento se debe a que para esta condición la fase austenítica empieza a deteriorarse por la migración del níquel hacia la fase ferrítica, resultado que se reflejó en la figura 4.28.

El porcentaje en peso del cromo registra una ligera pérdida, disminuye un 3% con el tratamiento térmico de sensibilización y 5% con las 72 horas de exposición en el ácido.



Figura 4.29: Comparación de concentraciones de cromo y níquel del acero dúplex 2205 en la fase ferrita

#### 4.4.3 Superficie de fractura

• Fractura en ensayo de impacto Charpy.

#### Condición Original

Al realizar el ensayo de impacto la probeta en la condición original presentó una fractura parcial, por lo que se forzó hasta fracturarla completamente para poder observarlas en el microscopio electrónico de barrido y realizar el análisis de EDX en la superficie de la misma.

En la figura 4.30 se observa la superficie de fractura de la muestra en una vista panorámica, además de observarse dicha superficie en distintas zonas (inicio, medio y fin de la fractura).

Que la probeta no haya fracturado inicialmente indica un comportamiento altamente dúctil, lo que se corrobora con la figura 4.30, en la zona del medio se destacan las cavidades y se observan hoyuelos, al final de la fractura aparecen facetas de clivaje, esto se explica porque al momento de la fractura la probeta de fragiliza.



Figura 4.30: Muestra de superficie de fractura ensayo impacto condición original, MEB.

#### Análisis de EDX

La figura 4.31 corresponde a la superficie de fractura de la probeta de impacto de la condición original, se observó una zona de fractura netamente dúctil, el mecanismo de fractura es la coalescencia de cavidades.



Figura 4.31: Superficie de fractura de la muestra de impacto en su condición original por la técnica de MEB y EDX.

Tabla 4.12: Análisis de EDX en cada zona enumerada de la superficie de fractura delas probetas de impacto, condición original.

Punto de análisis	%Cr	%Fe	%Ni	%Mn	%Mo	%Si
1	25.57	64.35	3.99	-	4.88	1.18
2	22.43	66.47	6.32	-	4.79	-
3	23.93	63.29	5.17	1.7	4.25	1.66

De la tabla 4.12 se observa que el contenido de cromo oscila entre 22 y 25%, y el porcentaje en peso de níquel se encuentra entre 3 a 6%. Los puntos 2 y 3 son los tienen mayor porcentaje de níquel, estos vendrían siendo las paredes de los hoyuelos.

#### Condición Sensibilizada

En la vista panorámica de la figura 4.32, se puede notar que el material ha fragilizado, se observa una separación en forma de grietas bastante rectas, cavidades y zonas de clivaje, además existe una considerable disminución de los hoyuelos, propiedades que se evidencian en una fractura mixta. Se observaron unas estrías de

tamaños muy pequeños a lo largo del material, lo cual pareciera ser corrosión bajo esfuerzo sufrida por el material en algún momento.

Al inicio de la fractura, donde los esfuerzos son máximos, hay una cantidad considerable de hoyuelos esto ocurre cuando un grano es desprendido, característico de una fractura dúctil. En la zona central de la fractura se siguieron observando unas zonas de clivaje.





La fragilización de las muestras que se generó por el tratamiento térmico de sensibilización se debe a que los cambios de temperatura dan origen a la segregación de impurezas a los largo de los límites de grano, lo que fragiliza al material.

#### Condición 24 horas

Al igual que en la condición sensibilizada en la vista panorámica de la figura 4.33 se observan grietas bastante rectas y de mayor tamaño, cavidades y zonas de clivaje. Hay más zonas de clivaje que en la condición anterior y disminuye la presencia de hoyuelos, lo que es indicativo de una fractura frágil. En la parte final o zona de despeje de la fractura se presentaron hoyuelos nuevamente.



Figura 4.33: Muestra de superficie de fractura ensayo impacto condición 24 horas, MEB.

### Condición 48 horas

De la vista panorámica en la figura 4.34 observamos grietas de mayor tamaño que en la condición de 24 horas, lo que nos indica que el material se siguió fragilizando. En esta condición se pudo notar que hubo zonas de clivaje en la parte inicial, media y final de superficie característico de una fractura frágil.



Figura 4.34: Muestra de superficie de fractura ensayo impacto condición 48 horas, MEB.

### Condición 72 horas

De la figura 4.35 se tiene que para esta condición siguen observándose grietas, es notable la presencia de zonas de clivaje, no se observan de hoyuelos; por lo que el tipo de fractura es netamente frágil.



Figura 4.35: Muestra de superficie de fractura ensayo impacto condición 72 horas, MEB.

Análisis de EDX



Figura 4.36: Superficie de fractura de la muestra de impacto en su condición de 72 horas por la técnica de MEB y EDX.

Tabla 4.13: Análisis de EDX en cada zona enumerada de la superficie de fractura delas probetas de impacto condición 72 horas.

Punto de análisis	%Cr	%Fe	%Ni	%Mn	%Mo	%Si
General	23.69	65.68	5.59	2.10	2.93	-
1	24.56	64.30	4.36	1.54	4.65	0.69
2	26.34	64.79	4.96	2.01	1.90	-

De la tabla 4.13 tenemos que los resultados correspondientes al EDX general presentan menor porcentaje de cromo que en los puntos 1 y 2, a su vez contiene más níquel, siendo una zona frágil por la presencia de planos de clivaje.

El tratamiento térmico de sensibilización y el tiempo de exposición afectan el mecanismo de fractura de las muestras, ya que en la condición original se presenta una fractura dúctil, que se caracteriza por la presencia de hoyuelos; y en cambio a partir de la condición sensibilizada y para el resto de las condiciones se evidencia una fractura frágil, caracterizada por las presencia de zonas de clivaje.

Es importante resaltar que es el tratamiento térmico de sensibilización y no la exposición al medio corrosivo quien origina el cambio drástico del mecanismo de fractura de dúctil a frágil, lo que se corrobora con los resultados obtenidos del ensayo de impacto, donde la energía absorbida por impacto disminuye considerablemente de la condición original a la sensibilizada y se mantiene con poca variación para los diferentes periodos de exposición al medio corrosivo.

#### • Fractura en ensayo de tracción.

#### **Condición Original**

Al realizar la el ensayo de tracción la probeta en la condición original fue la única donde hubo la formación del cuello, indicativo de que la fractura fue netamente dúctil. En la figura 4.37 se observa la superficie de fractura de la muestra en una vista panorámica, además de observarse dicha superficie en distintas zonas (inicio, medio y fin de la fractura). El comportamiento dúctil de fractura se corrobora con la figura 4.37, en la zona del medio se destacan las cavidades y se observan hoyuelos, y en ambos extremos aparecen pequeñas facetas de clivaje, esto se explica porque al momento de la fractura la probeta de fragiliza.



Figura 4.37: Superficie de fractura ensayo tracción condición original, MEB.

#### Condición Sensibilizada

En la vista panorámica de la figura 4.38 se puede notar que el material ha fragilizado, se observa una disminución de los hoyuelos y las cavidades, propiedades que se evidencian en una fractura mixta.

Cabe destacar que las imágenes correspondientes al principio, medio y fin de la fractura son muy similares, no se observó la formación del cuello.



Figura 4.38: Superficie de fractura ensayo tracción condición sensibilizada, MEB.

### Condición 24 horas

Al igual que en la condición sensibilizada en la vista panorámica de la figura 4.39 se observa que el material ha fragilizado, pero en esta resalta la aparición de un contorno de características visuales distintas a la zona central, indicativo de que el medio corrosivo está afectando el material y según su tiempo de exposición tiene un alcance, se continua evidenciando una fractura frágil en las tres zonas (inicio, medio y fin de la muestra).



Figura 4.39: Superficie de fractura ensayo tracción condición 24 horas, MEB.

#### Condición 48 horas

En la vista panorámica de la figura 4.40 se observa que el material se continua fragilizando, la aparición del contorno sigue y este presenta mayor crecimiento que la condición anterior, indicativo de que el medio corrosivo está afectando el material, y se puede comparar visualmente el alcance con la condición anterior, se continua evidenciando una fractura frágil en las tres zonas de la muestra, sin embargo en ambos extremos se evidencian la aparición de grietas.



Figura 4.40: Superficie de fractura ensayo tracción condición 48 horas, MEB.

#### Condición 72 horas

Al igual que en la condición de 48 horas en la vista panorámica de la figura 4.41 se observa un mecanismo de fractura frágil, el contorno tiene un espesor mucho mayor que las dos condiciones anteriores, se evidencian los crecimientos de las grietas en las tres zonas de fractura. A medida que aumenta el tiempo de exposición la muestra se fragiliza, y la formación del cuello que se observó en la condición original desaparece por completo.



Figura 4.41: Superficie de fractura ensayo tracción condición 72 horas, MEB.

A medida que aumenta el tiempo de exposición en el ácido, el mecanismo de fractura para las probetas de tracción fue netamente frágil, caracterizado por la presencia de zonas de clivaje.

#### 4.5 Ensayo de microdureza Vickers

La tabla 4.14 muestra los resultados obtenidos del ensayo de microdureza, se tienen valores de microdureza para la sección transversal y longitudinal de las muestras.

Condición	Saasián	Faco	Prom. Microdureza (HV)
Condicion	Seccion	газе	P=25Kg
	Longitudinal	Ferrita	229,42 ± 13,67
Original	Longitudinai	Austenita	288,10 ± 18,32
originar	Transversal	Ferrita	281,06 ± 8,96
	114115 ( 01541	Austenita	310,26 ± 13,07
	Longitudinal	Ferrita	176,46 ± 9,78
Sensibilizada	Dongituatia	Austenita	175,78 ± 16,08
Sensionizada	Transversal	Ferrita	$191,90 \pm 8,65$
	114115 ( 01541	Austenita	211,50 ± 11,29
	Longitudinal	Ferrita	$226,50 \pm 8,92$
24 horas	201181000	Austenita	255,08 ± 21,93
2	Transversal	Ferrita	$295,12 \pm 14,10$
		Austenita	$304,22 \pm 16,79$
	Longitudinal	Ferrita	Error en la medición
48 horas	-	Austenita	Error en la medición
	Transversal	Ferrita	270,28 ± 7,60
	114115 ( 01541	Austenita	$278,18 \pm 14,08$
	Longitudinal	Ferrita	237,56 ± 3,31
72 horas	201181040	Austenita	$266, 16 \pm 30, 43$
	Transversal	Ferrita	220,4 ± 25,10
		Austenita	213,26 ± 7,98

Tabla 4.14: Resultados del ensayo de Microdureza Vickers

En la tabla 4.14 se observa que la microdureza Vickers del acero se ve afectada desde la aplicación del tratamiento térmico de sensibilización, es importante mencionar nuevamente que este ensayo de microdureza se le realizó a las probetas utilizadas en el ensayo de tracción.

En la figura 4.42 tenemos el comportamiento de las dos fases presentes para la sección transversal, se observa como varían los valores de la microdureza para cada fase; el comportamiento de la fase austenítica se mantiene por encima de la fase ferrítica, por lo que esta última es la fase menos dura, en los periodos de 48 y 72 horas los valores de microdureza de la austenita se acercan a los de la ferrita. Se evidenció un cambio significativo en la microdureza de las fases de la condición original a sensibilizada, donde esta disminuye considerablemente de 281,06HV a 191,9HV en el caso de la fase ferrítica, y para la fase austenítica la disminución fue de 310,26HV a 211,5HV. Sin embargo, la tendencia de la gráfica revela que hubo un aumento de la microdureza en ambas fases de la condición sensibilizada a la condición de 24 horas, a partir de este periodo hasta la condición de 72 horas la microdureza disminuye para ambas fases, en el caso de la ferrita la disminución fue de 295,12HV a 220,4HV, y para la austenita de 304,22HV a 213,26HV.



Figura 4.42: Comportamiento de la microdureza Vickers para cada condición, sección transversal.

La figura 4.43 muestra el comportamiento de la microdureza de ambas fases pero en este caso para la sección longitudinal de las muestras, donde se observa el mismo comportamiento descrito en la figura anterior. Es importante acotar que en este caso no se obtuvieron valores de microdureza para ambas fases en la condición de 48 horas, debido a que el ataque de la muestra no revelo debidamente las fases y haciendo imposible su identificación en el ensayo.



Figura 4.43: Comportamiento de la microdureza Vickers para cada condición, sección longitudinal

#### 4.6 Tenacidad de impacto

La finalidad de la investigación es la evaluación de la tenacidad de impacto, debido a eso en esta sección se procede a calcular el factor de intensidad de esfuerzo crítico bajo condiciones de estado plano de deformación (K<sub>ID</sub>).

Los valores de energía absorbida por impacto que se encuentran en esta fórmula se refieren al CVN.

Se realizaron los cálculos del  $K_{ID}$  de la siguiente manera, ejemplificando con la condición expuesta a 24 horas en el medio corrosivo.

$$(K_{ID}/\sigma_y)^2 = (5/\sigma_y) \cdot [CVN - (\sigma_y/20)](2.1)$$

#### Donde:

 $K_{ID}$ : Factor de intensidad de esfuerzo crítico bajo condiciones de estado plano de deformación en  $(MPa.m^{1/2})$ 

 $\sigma_y$ : esfuerzo de fluencia en (*MPa*)

CVN: valor de ensayo de impacto a Charpy CVN en (J)

$$K_{ID} = \sigma_y * \sqrt{\frac{5}{\sigma_y} \left( CVN - \frac{\sigma_y}{20} \right)}$$
$$K_{ID \ 24h} = 539.67 * \sqrt{\frac{5}{539.67} \left( 37.8537 - \frac{539.67}{20} \right)}$$
$$K_{ID \ 24h} = 171.2647 \text{ MPa}\sqrt{m}$$

La tabla 4.15 muestra todos los valores del factor de esfuerzo crítico bajo condiciones de estado plano de deformación.

La figura 4.44 muestra el comportamiento obtenido del factor  $K_{ID}$  y la energía absorbida por impacto.

Tabla 4.15: Valores de K<sub>ID</sub> para las diferentes condiciones evaluadas.

Condición	K <sub>ID</sub> (Mpa.√m)
Original	497,75
Sensibilizada	123,45
24 Horas	171,26
48 Horas	199,42
72 Horas	190,68



Figura 4.44: Gráfica comparativa del comportamiento obtenido del  $K_{ID}$  y la EAI.

En la figura 4.44 se observa un comportamiento similar para el  $K_{ID}$  y la EAI. Hay una disminución notable de la condición original a la sensibilizada, en el caso del  $K_{ID}$  este disminuye en un 75% y a partir de la condición sensibilizada y el resto de las condiciones no existe cambio significativo. Por lo que la tenacidad de impacto se ve afectaba en su mayoría por el tratamiento térmico de sensibilización y no por la exposición al medio corrosivo.

Se presentó una degradación en la tenacidad al impacto y energía absorbida por impacto, lo cual se atribuyó a una cambio del modo de fractura dúctil a frágil. Esta pérdida de tenacidad se relacionó con la fragilización de las muestras debido al tratamiento térmico de sensibilización.

En general la presente investigación ocurre una disminución de la tenacidad de impacto provocada por la fragilización del material.

# Capítulo 5: Conclusiones y recomendaciones

## **5.1 Conclusiones**

- El comportamiento de la pérdida de peso en el acero dúplex 2205 expuesto en una solución de ácido clorhídrico con una concentración de 5% a 65 °C, es directamente proporcional al tiempo de exposición en medio corrosivo.
- La velocidad de corrosión disminuye desde la condición de 24 horas a la de 72 horas en un 30%, tanto para las probetas de tracción como para las de impacto. Siendo mayor el valor de la velocidad de corrosión en el caso de las probetas de tracción.
- En cuanto a la energía absorbida por impacto esta disminuye considerablemente debido al tratamiento térmico de sensibilización, en un 62% con respecto a la condición original y no se presentó una variación significativa por la exposición al medio corrosivo con respecto a la condición sensibilizada, siendo de 3%.
- Al observar los valores de esfuerzo de fluencia, máximo y de ruptura, se puede considerar que hay pérdidas en la resistencia mecánica, el esfuerzo de fluencia disminuye en un 50% de la condición original a la condición de 72 horas, esto se debe a que el tratamiento térmico de sensibilización y la exposición al medio corrosivo afectan considerablemente las propiedades del material.

- Se evidenció que el acero dúplex 2205 es sensible a la aplicación de un tratamiento térmico de sensibilización a 675 °C durante un periodo de 1 hora, ya que sus propiedades mecánica cambiaron significativamente.
- Luego de realizar los ensayos de corrosión, en la microestructura de las muestras se observó el deterioro de la fase ferrítica a medida que aumentaba el tiempo de exposición.
- Las superficies de fractura estudiadas a través de la microscopia electrónica de barrido mostraron que el acero inoxidable dúplex 2205, en su condición original presentó un mecanismo de fractura dúctil, mientras que para el resto de las condiciones el mecanismo de fractura fue frágil, denotado por zonas de clivaje.
- A través de la relación empírica de Barson y Rolfe, se evaluó la tenacidad de impacto del material, obteniéndose un comportamiento similar al de la energía absorbida por impacto, donde se presentó una disminución considerable de la condición original a la sensibilizada en un 75% y para el resto de las condiciones los valores no hubo cambios significativos con respecto a la condición sensibilizada.
- En la presente investigación ocurre una disminución de la tenacidad de impacto provocada por la fragilización del material, debido principalmente al tratamiento térmico de sensibilización y no durante la exposición al medio corrosivo.

## **5.2 Recomendaciones**

- Realizar el ensayo de tracción bajo las mismas condiciones de esta investigación, garantizando que el sentido de laminación de las muestras coincida con el largo de las probetas de tracción.
- Extender los períodos de exposición al ácido clorhídrico, para así poder estudiar mejor la variación de las propiedades mecánicas del material de acuerdo al tiempo de exposición.
- Un estudio más profundo por microscopia electrónica de transmisión y/o difracción de rayos X, el cual permitiría visualizar la formación de la fase sigma, la cual no fue visible durante esta investigación.
- Someter otros aceros a las mismas condiciones de trabajo de esta investigación, para así realizar un estudio comparativo con la finalidad de obtener información correspondiente de cada acero y determinar cuál es más apropiado para su uso industrial.
- Determinar el tamaño crítico de grieta para cada condición y estudiar la velocidad de propagación de la misma a través de ensayos de fatiga bajo las mismas condiciones de esta investigación, con el propósito de calcular la vida remanente del material.

# Referencias bibliográficas

- Angelini E., De Benedetti B., Rosalbino F. (2003). Microstructural evolution an localized corrision resistance of an aged superduplex stainless steel. *CorrosionScience*, Vol. 46, p.p. 1351-1367.
- Barson J., Rolfe S. (1999). "Fracture and fatigue control in structures. Editorial Prentice Hall. 3er edición.
- Centro tecnológico AIMEN. (2012). "Aceros inoxidables dúplex". Pontevedra-España. Se encuentra a través del enlace: <u>http://www.obtesol.es/index.php?option=com\_content&task=category&se</u> <u>ctionid=4&id=34&Itemid=30</u>
- Charles J. (1991). Súperdúplex Stainless Steels: structure and properties, Dúplex stainless steel `91 Conference Proceedings. Beaune, Francia. Volumen 1.
- Cofré P. (2010). FASTPACK PIPING PRODUCTS. Aceros dúplex. Boletín técnico n° 4. Santiago de Chile.
- Cofré P. (2010). FASTPACK PIPING PRODUCTS. Aceros especiales. Boletín técnico n° 3. Santiago de Chile.
- Cofré P. (2010). FASTPACK PIPING PRODUCTS. Aceros inoxidables, aceros aleados y alloys. Boletíntécnico nº 1. Santiago de Chile.

- Cofré P. (2010). FASTPACK PIPING PRODUCTS. Corrosión en aceros inoxidables. Boletín técnico nº 8. Santiago de Chile.
- Dominguez-Aguilar M., Newman R. (2005). Detection of deleterious phases in dúplex stainless steel by weak galvanostatic polarization in alkaline solution.*CorrosionScience*, Vol. 48, p.p. 2560-2536.
- Echeverría M. (2010). Manual de aceros inoxidables. Indura S.A.
- Ficha técnica del ácido clorhídrico. (2012). Se encuentra a través del enlace: http://www.iquisa.com.mx/admin/pdfproductos/Aclorhidrico.pdf
- Flores Diana. (2012). Ensayos al acero se encuentra a través del enlace: <u>http://www.mailxmail.com/curso-introduccion-ciencia-</u> materiales/propiedades-materiales-mecanicas
- Lo I., Fu Y., Lin C., Wen T. (2005).Effect of electrolyte composition on the active-to-passive transition behavior of 2205 duplex stainless steel in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-HCl solutions. *CorrosionScience*, Vol. 48, p.p. 696-708.
- Martin Jean, Medina Juan (2010). Evaluación de la Tenacidad de Impacto del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 expuesto al Ácido Nítrico (HNO<sub>3</sub> con 65% de concentración en ebullición). Trabajo de Grado, Escuela de Ingeniería Mecánica. Universidad de Carabobo.
- Mateo Antonio (2005). Fragilización de Aceros Dúplex. Maestría en Ingeniería Metalúrgica, Departamento de Ciencias de los Materiales, Universidad Politéctnica de Catalunya.

- Nochon, A. (2004). Calificación de un recubrimiento de acero inoxidable dúplex ER 2209 aplicado por el proceso de soldadura GMAW-P con pulsasiones térmicas. Trabajo de grado. UCV, Caracas.
- Quijada, E (2007). Determinación de la Influencia que ejerce el Tratamiento Térmico de Normalizado sobre la Tenacidad a la Fractura de un Acero Microaleado Tipo X-60. Trabajo de Postgrado, Escuela de Ingeniería Mecánica. Universidad de Carabobo.
- Quintero P. Miguel A. (2002). Estudio y caracterización de un acero inoxidable dúplex SAF 2205 soldado por arco de plasma a través de la técnica "ojo de cerradura". Se encuentra a través del enlace:<u>http://saber.ucv.ve/xmlui/bitstream/123456789/213/1/aceros%20ino</u> <u>xidables%20duplex.pdf</u>
- Rodríguez M., Almagro J., Botella J. y Valerga P. (2004). Cinéticas de transformación de fases a 850°C de aceros inoxidables dúplex clásicos (2205 y 2205) y de uno nuevo de bajo contenido en níquel y alto en manganeso (DBNi), Boletín de la sociedad española de cerámica y vidrio. Volumen 43.
- Sáenz L., Plaza L., Ocando A., Grippi L. (2007). Estudio de la fragilización del acero inoxidable dúplex SAF 2205 envejecido. *Ingeniería UC*, Vol. 14, Núm. 3, p.p. 68-76. Universidad de Carabobo. Venezuela.
- Uzcategui, José I. (2000). Corrosión. Universidad de Carabobo.
- Zou D., Han Y., Zhang W., Fan G. (2010). Phase transformation and it's Effects on mechanical properties and pitting corrosion resistance of 2205 duplex stainless steel. *Journal of iron and steel research international*, Vol. 17, p.p. 67-72.

# Anexos

Calfa 1	Metal Casting, C.A.
DPTO. CONT LAB. ANA	ROL DE CALIDAD
RESULTAD	O DE ANALISIS
Colada:/7/10/2012	Muestra:
RESULTADOS	ADICIONES
%c 0,085	HS (90%)
% SI 2,05	FeSi (75%)
% Mn_2,01	FeSiMn (65%)
%s 0,0037	Acero
%P 0,0062	Pirita (65%)
Gr: 21,62	Mo: 3,01
Ni: 5,31	T1: 0,018
W: 0,56	V: 0,052
Análisis por:	Cálculos por:

Anexo A1: Resultado de análisis químico por chispa por Alfa Metal Casting, C.A.

Tipos de acero	UNS No.	EN No.	C	Cr	Ni	Мо	N	Mn	Cu	W
				Aceros in	oxidables di	úplex lamina	dos			
				Tipos de acer	o dúplex de	primera gen	eración			
329	\$32900	1.4460	0,08	23,0-28,0	2,5-5,0	1,0-2,0	-	1,00	-	-
**	\$31500	1.4424	0,03	18,0-19,0	4,3-5,2	2,5-3,0	0,05-0,1		-	-
	\$32404		0,04	20,5-22,5	5,5-8,5	2,0-3,0	0,20	2,00	1,0-2,0	-
			1	Tipos de acer	o dúplex de	segunda gen	eración			
					De baja ale	ación				
	\$32001	1.4482	0,03	19,5-21,5	1,0-3,0	0,6	0,05-0,17	4,0-6,0	1,0	-
	\$32101	1.4162	0,04	21,0-22,0	1,35-1,7	0,1-0,8	0,20-0,25	4,0-6,0	0,1-0,8	-
	\$32202	1.4062	0,03	21,5-24,0	1,0-2,8	0,45	0,18-0,26	2,00	-	-
	\$82011		0,03	20,5-23,5	1,0-2,0	0,1-1,0	0,15-0,27	2,0-3,0	0,5	20
2304	\$32304	1.4362	0,03	21,5-24,5	3,0-5,5	0,05-0,6	0,05-0,20	2,50	0,05-0,60	-
		1.4655	0,03	22,0-24,0	3,5-5,5	0,1-0,6	0,05-0,20	2,00	1,0-3,0	-
					Estánda	ar				
	\$32003		0,03	19,5-22,5	3,0-4,0	1,5-2,0	0,14-0,20	2,00	2	-
2205	S31803	1.4462	0,03	21,0-23,0	4,5-6,5	2,5-3,5	0,08-0,20	2,00	÷ .	-
2205	\$32205	1.4462	0,03	22,0-23,0	4,5-6,5	3,0-3,5	0,14-0,20	2,00	-	-
					25 Cr					
	\$31200		0,03	24,0-26,0	5,5-6,5	1,2-2,0	0,14-0,20	2,00	2	-
	\$31260		0,03	24,0-26,0	5,5-7,5	2,5-3,5	0,10-0,30	1,00	0,2-0,8	0,1-0,5
	\$32506		0,03	24,0-26,0	5,5-7,2	3,0-3,5	0,08-0,20	1,00	-	0,05-0,30
	\$32520	1.4507	0,03	24,0-26,0	5,5-8,0	3,0-4,0	0,20-0,35	1,50	0,5-2,0	-

Anexo A2: Tabla de la composición química de los aceros inoxidables dúplex laminados.

UNS No.	Tipo	EN No.	Nombre EN	Japón/JIS	RP China/GB	Corea/KS	Nombre del producto
S31200					022Cr25Ni6Mo2N		44LN
S31260					022Cr25Ni7Mo3 WCuN		DP3 DP12
S31500							3RE60
S32001		1.4482	X2CrMnNiMoN21-5-3				Nitronic 19D
S32003							ATI 2003
S32101		1.4162	X2CrMnNiN21-5-1				LDX 2101 B2101
S32202							UR 2202
S31803 S32205	2205*	1.4462	X2CrNiMoN22-5-3	SUS 329 J3L	022Cr22Ni5Mo3N	STS 329J3L	SAF 2205 UR 2205 UR 2205+ UR 2205Mo DMV 22-5 ATI 2205 2205 Code Plus Two NAS 329J3L

Anexo A3: Tabla de las designaciones y nombres de productos de Aceros Inoxidables Dúplex.

						TABLE 1 Cont	tinued					
UNS Designation <sup>®</sup>	Турес	Carbon®	Manganese	Phos- phorus	Sulfur	Silicon	Chromium	Nickel	Molybdenum	Nitrogen	Copper	Other Elements <sup>#J</sup>
\$31651	316N	0.08	2.00	0.045	0.030	0.75	16.00-18.00	10.00-14.00	2.00-3.00	0.10-0.16	112	
S31653	316LN	0.030	2.00	0.045	0.030	0.75	16.00-18.00	10.00-14.00	2.00-3.00	0.10-0.16		
S31700	317	0.08	2.00	0.045	0.030	0.75	18.00-20.00	11.00-15.00	3.00-4.00	0.10		
S31703	317L	0.030	2.00	0.045	0.030	0.75	18.00-20.00	11.00-15.00	3.00-4.00	0.10		
\$31725		0.030	2.00	0.045	0.030	0.75	18.00-20.00	13.50-17.50	4.0-5.0	0.20		
331726		0.030	2.00	0.045	0.030	0.75	17.00-20.00	13.50-17.50	4.0-5.0	0.10-0.20		
531753	317LNG	0.030	2.00	0.045	0.030	0.75	18.00-20.00	11.00-15.00	3.00-4.00	0.10-0.22		
\$32050		0.030	1.50	0.035	0.020	1.00	22.00-24.00	20.0-22.0	6.00-6.80	0.24-0.34	0.40	
\$32100	321	0.08	2.00	0.045	0.030	0.75	17.00-19.00	9.00-12.00	***	0.10	***	Ti 5 × (C + N) min, 0.70 max
S32109	321H	0.04-0.10	2.00	0.045	0.030	0.75	17.00-19.00	9.00-12.00	***			Ti 4 × (C + N) min, 0.70 max
\$32615	1111	0.07	2.00	0.045	0.030	4.8-6.0	16.5-19.5	19.0-22.0	0.30-1.5	100	1.5-2.5	124
\$32654		0.020	2.00-4.00	0.030	0.005	0.50	24.00-25.00	21.00-23.00	7.00-8.00	0.45-0.55	0.30-0.60	
\$33228		0.04-0.08	1.00	0.020	0.015	0.030	26.0-28.0	31.0-33.0			***	Ce 0.05-0.10 Cb 0.6-1.0 Al 0.025
S34565		0.030	5.00-7.00	0.030	0.010	1.00	23.00-25.00	16.00-18.00	4.00-5.00	0.40-0.60	***	Cb 0.10
534700	347	0.08	2.00	0.045	0.030	0.75	17.00-19.00	9.00-13.00		***	***	Cb 10 × C min, 1.00 max
S34709	347H	0.04-0.10	2.00	0.045	0.030	0.75	17.00-19.00	9.00-13.00	***	***		Cb 8 × C min, 1.00 max
S34800	348	0.08	2.00	0.045	0.030	0.75	17.00-19.00	9.00-13.00		***		Cb + Ta 10 × C min, 1.00 max Ta 0.10 max Co 0.20
\$34809	348H	0.04-0.10	2.00	0.045	0.030	0.75	17.00-19.00	9.00-13.00			1000	Cb + Ta 8 × C min, 1.00 max Ta 0.10 max Co 0.20
\$35315	172	0.04-0.08	2.00	0.040	0.030	1.20-2.00	24.00-26.00	34.00-36.00	1000	0.12-0.18	100	Ce 0.03-0.08
S38100	XM-15 <sup>H</sup>	0.08	2.00	0.030	0.030	1.50-2.50	17.00-19.00	17.50-18.50		and the second		SCARAE MAREA
1212230	1000017-01/12			1000.0.0	101012-04	Duplex (Austeniti	ic-Ferritic)			(217)		
\$31200	120	0.030	2.00	0.045	0.030	1.00	240-280	55-85	12-20	0.14-0.20	162677110	100010-012
\$31260		0.03	1.00	0.030	0.030	0.75	24 0-26 0	5 50-7 50	2 50-3 50	0 10-0 20	0.20-0.80	W 0 10-0 50
\$21802	100	0.030	2.00	0.030	0.020	1.00	21 0-23 0	450-650	250-350	0.08-0.20	0.20-0.00	11 0.10-0.00
000000	8.8.8.	0.030	10.00	0.030	0.020	1.00	10 5 01 5	1.00 2.00	0.60	0.05-0.20	1.00	***
002001		0.030	9.0-0.0	0.040	0.030	1.00	19.5-21.5	1.00-3.00	2.00 2.50	0.05-0.17	1.00	
532205	***	0.030	2.00	0.030	0.020	1.00	22.0-23.0	4.50-6.50	3.00-3.50	0.14-0.20		
532304		0.030	2.50	0.040	0.030	1.00	21.5-24.5	3.00-5.50	0.05-0.60	0.05-0.20	0.05-0.60	
S32520	***	0.030	1.50	0.035	0.020	0.80	24.00-26.00	5.50-8.00	3.00-5.00	0.20-0.35	0.50-3.00	
\$32550	***	0.04	1.5	0.040	0.030	1.0	24.0-27.0	4.5-6.5	2.9-3.9	0.10-0.25	1.5-2.5	
S32750		0.030	1.20	0.035	0.020	0.80	24.0-28.0	6.00-8.00	3.00-5.00	0.24-0.32	0.50	
\$32760	272	0.030	1.00	0.030	0.010	1.00	24.00-26.00	6.00-8.00	3.00-4.00	0.20-0.30	0.50-1.00	W 0.50-1.00 Cr +3.3 Mo + 10 N = 40 min

Anexo A4: Tabla de la composición química requerida de los aceros dúplex (austeníticos- ferríticos) de la Norma ASTM A 240/240M-97a.

A 240/A 240M