

# INFLUENCIA DEL ENVEJECIDO DE LA SOLUCIÓN EN LA DETERMINACIÓN DEL ESTADO DE SENSIBILIZADO DE ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS POR MEDICIÓN ELECTROQUÍMICA

P.M. Altamirano<sup>(1)(2)</sup>, M.A. Kappes<sup>(2)(3)</sup>, M.A. Rodríguez<sup>(2)(3)</sup>

paltamirano@inti.gov.ar

<sup>(1)</sup>Departamento de Ingeniería, Dirección de Materiales Avanzados - INTI

<sup>(2)</sup>Instituto Sabato, Universidad Nacional de San Martín (UNSAM)

<sup>(3)</sup>Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA), CONICET

Palabras Clave: Corrosión intergranular; DL-EPR; sensibilizado; acero inoxidable.

## **INTRODUCCIÓN**

Los aceros inoxidable austeníticos son muy utilizados en diferentes tipos de industrias debido a su buena combinación de propiedades, como maquinabilidad, resistencia mecánica y a la corrosión [1,2]. Cuando estos materiales se someten a temperaturas en el rango de 500 °C a 800 °C, puede ocurrir la precipitación de carburos ricos en cromo, preferencialmente en los bordes de grano (GB) [1]. La exposición a este rango de temperaturas indeseadas puede ocurrir debido a excursiones de temperatura en procesos o en las zonas afectadas por el calor en uniones soldadas. La precipitación de carburos produce el empobrecimiento en cromo de las zonas adyacentes a los GB que, en concentraciones por debajo al 12 %, impiden la formación de una adecuada capa pasiva, con su consecuente menor resistencia a la corrosión [1]. A este fenómeno se lo conoce como sensibilizado. En la práctica industrial es importante conocer si un acero inoxidable austenítico se encuentra sensibilizado. Existen diferentes métodos para efectuar esta evaluación, pero tienen la desventaja de ser aplicados en forma destructiva.

## **OBJETIVO**

Evaluar la influencia del envejecido de la solución sobre mediciones electroquímicas para determinar el estado de sensibilizado de aceros inoxidable austeníticos, con la intención de simplificar la técnica y retomar la idea original de efectuar la evaluación *in situ* en forma no destructiva [3].

## **DESARROLLO**

Se toma como base el método DL-EPR [4]. Esta técnica consiste en realizar un barrido de potencial en sentido noble desde el potencial de corrosión hasta un potencial de pasividad

predeterminado. Durante este barrido se logra la pasivación del material. Luego se invierte el sentido del barrido de potenciales, que pasa a ser en dirección activa y finaliza al llegar al valor inicial de potencial de reposo. Durante este barrido se disuelven las zonas del material que no se encuentran correctamente pasivadas, debido a deficiencias de cromo. La relación entre el pico de corriente de reactivación ( $I_r$ ), que se obtiene en la curva de vuelta, y el pico de corriente de activación ( $I_a$ ), de la curva de ida, sirve como indicador del estado de sensibilizado.

La solución utilizada para la medición contiene ácido sulfúrico e iones tiocianatos y usualmente se prepara inmediatamente antes de ser utilizada, para evitar su degradación [5]. Esto resulta poco práctico a la hora de efectuar una medición *in situ*, sería conveniente utilizar la solución preparada de antemano, siempre y cuando los resultados no se vean afectados. Por lo tanto, se estudió la influencia del envejecido de la solución sobre la relación  $I_r/I_a$ .

Los ensayos se realizaron en acero inoxidable austenítico tipo AISI 304. A las probetas se les efectuó un tratamiento de solubilizado, que consistió en llevarlas a 1050 °C durante 1 h, con un posterior enfriamiento rápido en agua (SA 304 SS). Este tratamiento permite modificar las condiciones microestructurales dadas por procesos previos y disolver carburos presentes, si es que los hubiera. Luego sobre un grupo de probetas se efectuaron tratamientos de sensibilizado durante 2 h a 677 °C (SA + S 2h 304 SS). A esta temperatura se encuentra la condición óptima para la precipitación de carburos de cromo.

## **RESULTADOS**

Se compararon los resultados obtenidos con solución preparada inmediatamente antes de

ser utilizada, respecto de los obtenidos con solución preparada y almacenada durante dos y cuatro semanas.

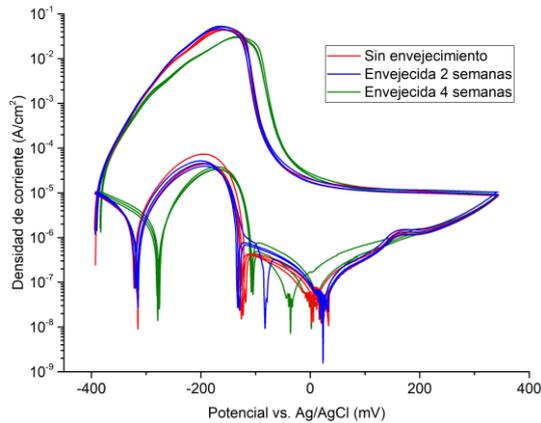


Figura 1: efecto del envejecido de la solución en mediciones de DL-EPR sobre probetas SA 304 SS.

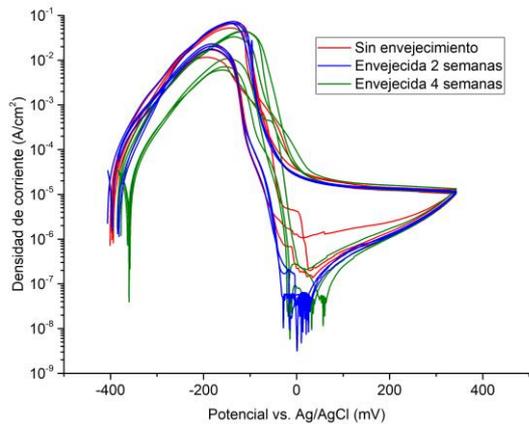


Figura 2: efecto del envejecido de la solución en mediciones de DL-EPR sobre probetas SA + S 2h 304 SS.

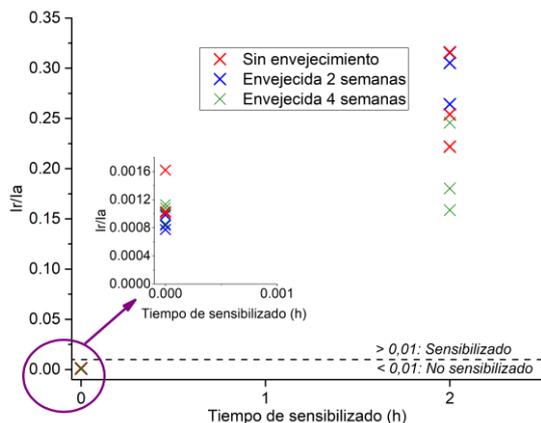


Figura 3: Ir/Ia obtenidos mediante DL-EPR en función del tiempo de sensibilizado en probetas de 304 SS.

Los valores de Ir/Ia obtenidos fueron evaluados mediante una prueba de t de Student. Esta es una prueba de hipótesis que permite discernir

si los resultados obtenidos en dos condiciones diferentes provienen de la misma población o no. Para ello, se debe determinar un nivel de confianza, dado que toda práctica experimental tiene errores aleatorios inevitables. Se adoptó el criterio de un 95% de confianza [6].

Los valores de Ir/Ia se consideran equivalentes entre las mediciones efectuadas con solución preparada inmediatamente antes de ser utilizada y con solución preparada y almacenada durante dos y cuatro semanas.

Tabla 1: evaluación de los resultados de Ir/Ia obtenidos sobre probetas no sensibilizadas.

SA 304 SS				
Envejecido	0 días	14 días	0 días	28 días
$\overline{Ir/Ia}$	0,00122	0,00086	0,00122	0,00102
s	0,00035	0,00011	0,00035	0,00015
$t_{calculado}$	1,715		0,911	
$t_{tabla}$	2,776		2,776	
Prueba t	Equivalentes		Equivalentes	

Tabla 2: evaluación de los resultados de Ir/Ia obtenidos sobre probetas sensibilizadas.

SA + S 2h 304 SS				
Envejecido	0 días	14 días	0 días	28 días
$\overline{Ir/Ia}$	0,264	0,295	0,264	0,195
s	0,048	0,027	0,048	0,045
$t_{calculado}$	0,971		1,808	
$t_{tabla}$	2,776		2,776	
Prueba t	Equivalentes		Equivalentes	

### CONCLUSIONES

La solución puede ser almacenada por un periodo de tiempo de hasta cuatro semanas, sin que los valores obtenidos se vean afectados.

Estos resultados permiten simplificar la técnica, para poder efectuar la evaluación *in situ*.

### REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] A.J. Sedriks, "Corrosion of Stainless Steels", John Wiley & Sons, second edition, 1996.
- [2] A. Iversen and B. Leffler, "Aqueous Corrosion of Stainless Steels", Shreir's Corrosion, vol. 3, pp. 1802-1878, 2010.
- [3] W. L. Clarke and D. C. Carlson, "Nondestructive measurement of sensitization of stainless Steel: Relation to high temperature stress corrosion behavior", Materials Performance, vol. 19, pp. 16-23, 1980.
- [4] ISO 12732:2006, "Electrochemical potentiokinetic reactivation measurement using the double loop method (based on Cihal's method)", 2008.
- [5] S. Schultze, S. Bender, and J. Goellner, "In-plant electrochemical measurements on austenitic stainless steel equipment operated at elevated temperaturas". NACE – International Corrosion Conference, Paper N° 08383, 2008.
- [6] D. Harris, "Quantitative chemical analysis", W.H. Freeman and Co, 2007.