

INFLUENCIA DE LA DEFORMACIÓN EN FRÍO EN LA DETERMINACIÓN DEL ESTADO DE SENSIBILIZADO DE ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS POR MEDICIÓN ELECTROQUÍMICA

P.M. Altamirano⁽¹⁾⁽²⁾, M.A. Kappes⁽²⁾⁽³⁾, M.A. Rodríguez⁽²⁾⁽³⁾

paltamirano@inti.gov.ar

⁽¹⁾Departamento de Ingeniería, Dirección de Materiales Avanzados - INTI

⁽²⁾Instituto Sabato, Universidad Nacional de San Martín (UNSAM)

⁽³⁾Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA), CONICET

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

INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidables 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 de la deformación en frío (CW) de un acero inoxidable austenítico sobre mediciones electroquímicas para determinar el estado de sensibilizado, con la intención de 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.

El porcentaje de deformación en frío del material puede afectar los resultados de la medición [5]. En laboratorio un resultado sospechoso puede ser confirmado mediante otro ensayo. Para mediciones *in situ* es necesario contemplar cualquier influencia sobre los resultados en forma previa.

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.

Para evaluar el efecto del trabajado en frío se deformaron las muestras de alambre hasta su rotura en una máquina de tracción universal, obteniendo porcentajes de deformación cercanos al 50 %. Luego se efectuaron mediciones de DL-EPR lejos de la zona de estricción en estas probetas (SA 304 SS + CW y SA + S 2h 304 SS + CW) y se compararon

con las mediciones obtenidas con igual tratamiento térmico, pero sin deformación.

RESULTADOS

Se apreció una notable disminución en la altura del pico de reactivación en las muestras deformadas no sensibilizadas. En el caso de las muestras sensibilizadas se aprecia una leve disminución.

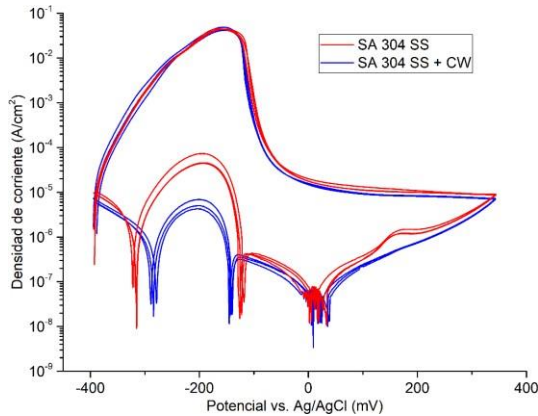


Figura 1: curvas de DL-EPR de muestras solubilizadas, mostrando el efecto del trabajado en frío.

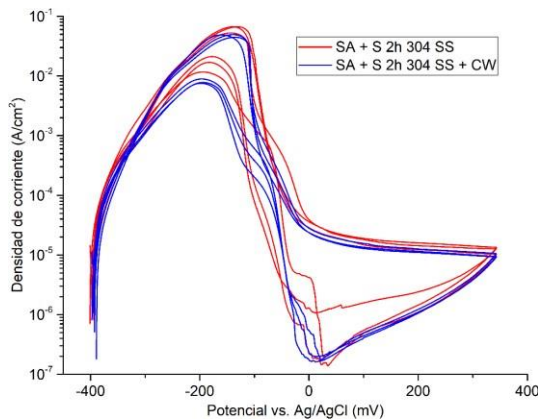


Figura 2: curvas de DL-EPR de muestras sensibilizadas, mostrando el efecto del trabajado en frío.

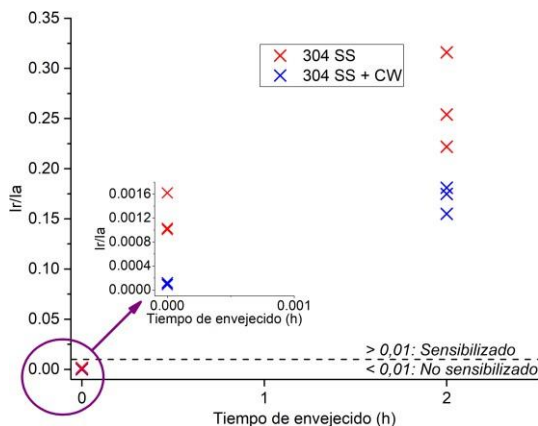


Figura 3: Ir/Ia obtenidos mediante DL-EPR en función del tiempo de sensibilizado.

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].

Tal como se apreció en forma cualitativa, los resultados se ven afectados por la deformación en frío. Sin embargo, a los efectos de discernir sobre si el material esta sensibilizado o no, ese resultado no se vió afectado, aún con los grandes porcentajes de deformación aplicados.

Tabla 1: evaluación de los resultados de Ir/Ia obtenidos.

| | SA 304 SS | | SA + S 2h 304 SS | |
|-----------------|-------------------|---------|---------------------|--------|
| | Sin CW | Con CW | Sin CW | Con CW |
| $\bar{I_r/I_a}$ | 0,00122 | 0,00012 | 0,264 | 0,170 |
| s | 0,00035 | 0,00004 | 0,048 | 0,014 |
| $t_{calculado}$ | 5,483 | | 3,253 | |
| t_{tabla} | 4,303 | | 2,776 | |
| Prueba t | Diferentes | | Equivalentes | |

CONCLUSIONES

Se deduce que el trabajado en frío no puede derivar en falsos positivos al analizar el estado de sensibilizado de aceros inoxidable, dado que la deformación provoca una disminución en los valores de Ir/Ia. En la muestra sensibilizada analizada, si bien se aprecia una disminución en la relación de corrientes, el efecto no tiene la incidencia suficiente para modificar la categorización del estado de sensibilizado, y generar un falso negativo, aún con los grandes porcentajes de deformación que se aplicaron. Esta situación es propia de la técnica y no deviene se su traslado a aplicación *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] E.C. Johns and B.D. Miller. Effects of boron and mechanical processing on intergranular attack in dual certified type 304 stainless steel determined using DL-EPR. 16th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, 2013.
 [6] D. Harris, "Quantitative chemical analysis", W.H. Freeman and Co, 2007.