

INFLUENCIA DEL CONTENIDO DE INCLUSIONES 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 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 contenido de inclusiones 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 contenido de inclusiones 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 sobre aceros inoxidable tipo AISI 303, con alto contenido de inclusiones, y AISI 304, con bajo contenido de inclusiones. 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 y SA 303 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 y SA + S 2h 303 SS). A esta temperatura se encuentra la condición óptima para la precipitación de carburos de cromo.

RESULTADOS

Para evaluar el efecto de las inclusiones se compararon las mediciones efectuadas entre ambos materiales, a igual tratamiento térmico.

En las muestras solubilizadas, se apreció que el pico de reactivación en el AISI 303 fue al menos un orden de magnitud mayor que el obtenido en el AISI 304. Este efecto influye directamente sobre la evaluación y puede conducir a falsos positivos. Esta situación es propia de la técnica de medición y hay que diseñar estrategias para evitar estos falsos positivos. En las mediciones efectuadas en las muestras sensibilizadas, no se apreciaron cambios relevantes en el pico de reactivación.

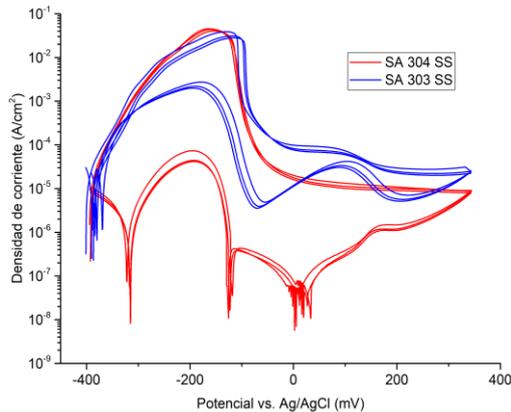


Figura 1: curvas de DL-EPR de muestras solubilizadas, mostrando el efecto del contenido de inclusiones.

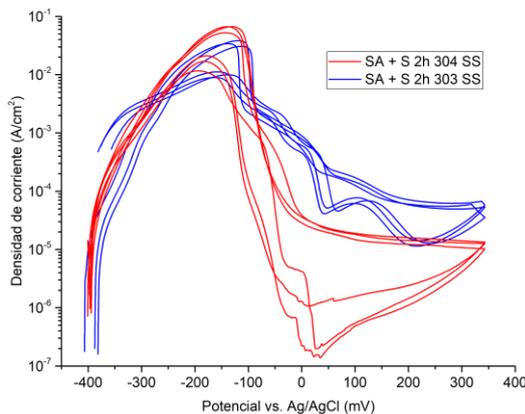


Figura 2: curvas de DL-EPR de muestras sensibilizadas, mostrando el efecto del contenido de inclusiones.

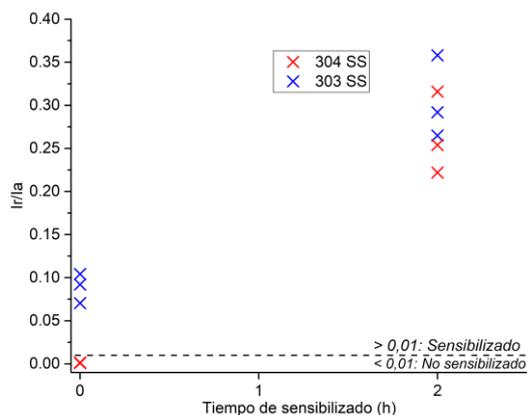


Figura 3: Ir/Ia obtenidos mediante DL-EPR en función del tiempo de sensibilizado.

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, en las probetas solubilizadas se ve afectada la evaluación por el contenido de inclusiones. En cambio, en las probetas sensibilizadas, los resultados obtenidos se pueden considerar equivalentes, independientemente del contenido de inclusiones.

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

	SA		SA + S 2h	
	304 SS	303 SS	304 SS	303 SS
$\overline{Ir/Ia}$	0,00122	0,089	0,264	0,305
s	0,00035	0,017	0,048	0,048
$t_{calculado}$	8,864		1,047	
t_{tabla}	4,303		2,776	
Prueba t	Diferentes		Equivalentes	

CONCLUSIONES

El contenido de inclusiones modifica los valores de los picos de reactivación de materiales no sensibilizados en las curvas de DL-EPR, incidiendo directamente sobre la evaluación. Esta situación es propia de la técnica y no deviene se su traslado a aplicación *in situ*.

Se pueden pensar estrategias para evitarlo, como aplicar la técnica en forma comparativa, a partir de una medición de referencia de un componente crítico previo a su puesta en funcionamiento.

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] N. Parvathavarthini, R.K. Gupta, A.V. Kumar, S. Ramya, and U.K. Mudali, "Interpretation of Electrochemical Potentiokinetic Reactivation data in the presence of sulphide/oxysulphide inclusions in 316LN stainless steel", Corrosion Science, vol. 53, pp. 3202–3214, 2011.
- [6] D. Harris, "Quantitative chemical analysis", W.H. Freeman and Co, 2007.