



UNIVERSIDAD NACIONAL
DE HURLINGHAM

ESIC IV

**“Caracterización microestructural y de
resistencia a la corrosión de uniones soldadas
de tubos de acero inoxidable austenítico grado
higiénico para la industria alimenticia”**

Presenta

Fiamma Gómez

Director

Mg. Ing. Pablo Altamirano

Ingeniería en Metalurgia

República Argentina

2C - 2023

Índice General

ORIGEN	6
RESUMEN	7
OBJETIVOS	9
INTRODUCCIÓN	10
Aceros inoxidables.....	10
Descripción	10
Aceros inoxidables austeníticos.....	12
Acero inoxidable austenítico 304L.....	14
Precipitación de carburos - Sensibilización del material	14
Microestructura - Microconstituyentes.....	16
Fase	17
Bordes de grano	18
Maclas.....	19
Estructura dendrítica.....	19
Inclusiones	19
Diagrama de fase	19
Austenita.....	20
Ferrita.....	20
Ferrita delta - Morfología	21
Procesos de soldadura.....	22
Descripción	22
Proceso GTAW.....	24
Variables del proceso.....	25
Ventajas y desventajas	25
Gas de protección y respaldo.....	26
Defectos de la soldadura.....	26
Problemas en la soldadura de aceros inoxidables austeníticos.....	26
Soldaduras higiénicas	27
Tratamientos post soldadura higiénica	29
Decapado	30
Pasivado.....	32
Electro-pulido y electro-limpieza	32
Limpieza mecánica	33
Formación de óxidos térmicos coloreados	33
Corrosión	35
Clasificación de los procesos de corrosión.....	35
Evaluación y ensayos sobre corrosión.....	38
Curvas de polarización	39
Evaluación de sensibilizado para aceros inoxidables	42
Curvas DL-EPR.....	42

Industria alimenticia	43
Industria láctea.....	44
Composición de la leche.....	44
Corrosión en industria alimenticia.....	45
Corrosión en industria láctea	45
Corrosión en soldaduras higiénicas	45
MATERIALES Y MÉTODOS	47
Probetas.....	47
Caracterización microestructural	48
Evaluación de resistencia a la corrosión.....	49
Curvas de polarización cíclica	49
Curvas de reactivación potenciocinética electroquímica de lazo doble	50
Tratamientos superficiales	51
Decapado	51
Pasivado.....	52
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	53
Observación visual.....	53
Caracterización microestructural	53
Evaluación de resistencia a la corrosión.....	56
Curvas CPC	56
Curvas DL-EPR.....	58
Tratamientos superficiales	62
Curvas CPC	65
Curvas DL-EPR	69
CONCLUSIONES	76
TRABAJO A FUTURO	78
AGRADECIMIENTOS.....	79
BIBLIOGRAFÍA	80

 Índice de Figuras

Figura 1: Formación de capa pasiva [4].	10
Figura 2: Familia de aleaciones de acero inoxidable [8].	11
Figura 3: Diagrama de Schaeffler [8].	13
Figura 4: %C respecto de los $M_{23}C_6$ en acero inoxidable 18% Cr- 8% Ni [9].	15
Figura 5: Esquema de material sensibilizado [11].	16
Figura 6: Esquema que relaciona los cambios microestructurales, la composición y el rango térmico del proceso de soldadura, para un acero bajo en carbono [18].	17
Figura 7: Morfologías de ferrita delta. A) Vermicular B) Lacy C) Acicular D) Globular [15].	22
Figura 8: Procesos de soldadura [17].	24
Figura 9: Morfología de los diferentes tipos de corrosión [39].	37
Figura 10: Esquema de celda de tres electrodos [39].	38
Figura 11: Curva de polarización [39].	41
Figura 12: Potenciales característicos obtenidos en una CPC [40].	41
Figura 13: Curva DL-EPR.	43
Figura 14: Coloración de óxidos superficiales interiores en tubos austeníticos [48].	46
Figura 15: Vista exterior del caño.	47
Figura 16: Vista interior del caño.	48
Figura 17: Inclusiones de las probetas “Buena”, “Intermedia” y “Mala”.	49
Figura 18: Dispositivo utilizado para hacer las curvas CPC.	50
Figura 19: Dispositivo utilizado para hacer las curvas DL-EPR internas y externas.	51
Figura 20: Micrografías a 500x a) Material Base b) Zona Afectada por el calor c) Cordón de soldadura – “Buena”.	54
Figura 21: Micrografías a 500x a) Material Base b) Zona Afectada por el calor c) Cordón de soldadura – “Intermedia”.	55
Figura 22: Micrografías a 500x a) Material Base b) Zona Afectada por el calor c) Cordón de soldadura – “Mala”.	55
Figura 23: Gráfico CPC representativo obtenido de la superficie exterior.	56
Figura 24: CPC en ZAC interior AW– 3,5% NaCl.	57
Figura 25: CPC en ZAC interior AW– 0,35% NaCl.	57

Figura 26: CPC en ZAC interior AW – 0,035% NaCl.	58
Figura 27: Gráfico DL-EPR representativa obtenida de la superficie exterior.	58
Figura 28: DL-EPR en ZAC interior AW– “Buena”.....	59
Figura 29: DL-EPR en ZAC interior AW – “Intermedia”.....	60
Figura 30: DL-EPR en ZAC interior AW – “Mala”.....	60
Figura 31: DL-EPR en ZAC con superficie lijada.....	61
Figura 32: Relaciones Ir/Ia en ZAC interior AW.	62
Figura 33: “Buena” - Antes y después de los tratamientos (izq. y der. respectivamente)	63
Figura 34: “Intermedia” - Antes y después de los tratamientos (izq. y der. respectivamente).....	63
Figura 35: “Mala” - Antes y después de los tratamientos (izq. y der. respectivamente)..	63
Figura 36: CPC en MB de las tres condiciones superficiales evaluadas.	65
Figura 37: CPC en ZAC interior - “Buena” en las condiciones superficiales evaluadas.	66
Figura 38: CPC en ZAC interior - “Intermedia” en las condiciones superficiales evaluadas.....	67
Figura 39: CPC en ZAC interior - “Mala” en las condiciones superficiales evaluadas. ..	68
Figura 40: DL-EPR en ZAC interior “Buena” - “Decapado”.....	69
Figura 41: DL-EPR en ZAC interior “Buena” - “D + P”	70
Figura 42: DL-EPR en ZAC interior “Intermedia” - “Decapado”	70
Figura 43: DL-EPR en ZAC interior “Intermedia” - “D + P”	71
Figura 44: DL-EPR en ZAC interior “Mala” - “Decapado”.....	71
Figura 45: DL-EPR en ZAC interior “Mala” - “D + P”	72
Figura 46: DL-EPR en ZAC interior - “Buena” de las probetas analizadas.....	73
Figura 47: DL-EPR en ZAC interior - “Intermedia” de las probetas analizadas.....	74
Figura 48: DL-EPR en ZAC interior - “Mala” de las probetas analizadas.....	74

Índice de tablas

Tabla 1: Composición típica 304L [8].....	14
---	----

ORIGEN

El proyecto surgió como fruto del trabajo realizado durante muchos años por la Regional Rafaela del INTI con distintas industrias lácteas de Santa Fe, con el objetivo de elevar la calidad en el suministro de los bienes de capital utilizados en las instalaciones para procesamiento de alimentos. En dicha provincia, existen cerca de 3800 tambos y 520 mil vacas que producen el 25% de la leche consumida en nuestro país; esto hace que la cuenca lechera santafesina sea una de las más importantes de Argentina y de Latinoamérica [1].

A partir de esa interacción, se generó la producción de una “Guía de buenas prácticas de fabricación e instalación de equipos de acero inoxidable para la industria alimentaria” que busca colaborar con el fortalecimiento de la industria, a través de la clarificación y especificación de requisitos y criterios que deben cumplir los equipos utilizados en la producción de alimentos [2].

El grupo de corrosión del Departamento de Ingeniería de INTI se sumó al proyecto, para aportar desde el punto de vista de la prevención y evaluación de la resistencia a la corrosión de los equipos e instalaciones utilizados en la industria alimenticia. Ésto incluyó la participación en el dictado del módulo de “Corrosión y degradación de materiales” dentro del curso de “Diseño de equipos para la industria alimentaria” ofrecido por la Regional Rafaela y la elaboración de un capítulo para una futura edición de la guía antes mencionada.

Y, principalmente, se diagramó un plan de trabajo para el estudio de la influencia en la resistencia a la corrosión del material, de los óxidos coloreados que se generan en el proceso de unión por soldadura del acero inoxidable utilizado en las instalaciones y equipos que procesan alimentos. La intención del proyecto es evaluar la influencia del gas de respaldo en relación con los óxidos generados y su resistencia a la corrosión, ya que actualmente se utiliza como criterio de aceptación y evaluación de la calidad de las uniones soldadas, una guía colorimétrica de interpretación visual. Este proyecto es el que se presenta en este trabajo.

RESUMEN

Se realizó la caracterización de uniones soldadas de grado higiénico generadas por el proceso GTAW de tubos de acero inoxidable AISI 304L, utilizado en la industria alimenticia; mediante métodos metalográficos y las técnicas electroquímicas de CPC (Curvas de Polarización Cíclica) y DL-EPR (Reactivación Potenciocinética Electroquímica de Lazo Doble).

Se evaluaron tres calidades de proceso diferentes, para estudiar la influencia de los óxidos coloreados, que se forman durante el proceso, en la resistencia a la corrosión del material. Se analizaron muestras procesadas con los parámetros óptimos, para obtener la mejor terminación posible; muestras con el procedimiento de soldadura empleado generalmente en la industria, obteniendo una condición intermedia; y muestras realizadas bajo las peores condiciones que se pueden dar en el proceso de soldadura.

Luego de la caracterización inicial, se realizaron diferentes tratamientos superficiales sobre las distintas muestras. En particular se efectuaron decapados y pasivados químicos, analizando las condiciones de "As Welded" (como soldada), "Decapado" y "Decapado más Pasivado". Estas condiciones se analizaron con las mismas técnicas electroquímicas mencionadas.

Los principales resultados que se obtuvieron son:

- El material presenta una microestructura austenítica característica del acero AISI 304L y no se encuentra sensibilizado. En la zona soldada se observa ferrita con distintas morfologías y un crecimiento de grano en la ZAC (Zona Afectada por el Calor) debido al proceso de soldadura.
- Las CPC obtenidas en la condición "AW" (As Welded), mostraron comportamientos de disolución activa, esto quiere decir que los óxidos superficiales generados en los procesos de soldadura no son protectores, y que hay una susceptibilidad a procesos corrosivos. Estos resultados indican que hasta en la condición aceptable, en la escala colorimétrica de los óxidos superficiales, la película no es protectora, lo cual justifica la necesidad de efectuar tratamientos

superficiales posteriores al proceso de soldadura para mejorar su desempeño en servicio.

- Las curvas DL-EPR, que se utilizan habitualmente para determinar el estado de sensibilización, mostraron diferentes respuestas frente a la condición “AW” de las muestras evaluadas, observando además una correspondencia entre las condiciones superficiales de las probetas, con los valores de relación de corriente obtenidos. Estos resultados evidencian la posibilidad de utilizar esta técnica como una herramienta más para la caracterización de óxidos superficiales.

- Los resultados obtenidos luego de los tratamientos superficiales, indican que la resistencia a la corrosión mejora significativamente. Esto se observó en las CPC, dado que en las condiciones tratadas superficialmente se lograron curvas con mejores desempeños que en la condición “AW”, y se apreció lo mismo con los índices obtenidos de las curvas de DL-EPR, ya que disminuyen drásticamente, en comparación con las probetas no tratadas superficialmente.

OBJETIVOS

El principal objetivo de este trabajo es estudiar la influencia de los óxidos coloreados en la resistencia a la corrosión del material; ya que, estos resultados permitirán determinar la calidad de los componentes fabricados actualmente y evaluar la posibilidad de efectuar tratamientos superficiales para mejorar la resistencia a la corrosión, con el objetivo final de mejorar la calidad de los productos y disminuir la necesidad de reprocesamiento o refabricación de los mismos. Además, los resultados que se obtengan permitirán determinar si es suficiente el criterio utilizado actualmente para la aceptación de productos soldados, mediante una escala colorimétrica de apreciación visual.

Se evaluarán también las potenciales mejoras en la resistencia a la corrosión de las uniones soldadas mediante la aplicación de distintos tratamientos superficiales. Estos resultados permitirán determinar si es necesario y se justifica aplicar estos tratamientos. Además, se comparará el desempeño entre los distintos tratamientos superficiales que se efectúen.

Como objetivo secundario, se estudiará la correlación entre los resultados de las CPC con las curvas de DL-EPR, para analizar la posibilidad de utilizar esta última técnica como una herramienta más para la caracterización de óxidos superficiales.

INTRODUCCIÓN

Aceros inoxidables

Descripción

Los aceros inoxidables son aleaciones de hierro-carbono que contienen un mínimo de 10,5% de cromo. Esta cantidad de cromo favorece la formación de una fina película de óxido superficial protector (**Figura 1**), que le confiere las propiedades de resistencia a la corrosión, y se la suele denominar capa pasiva [3].

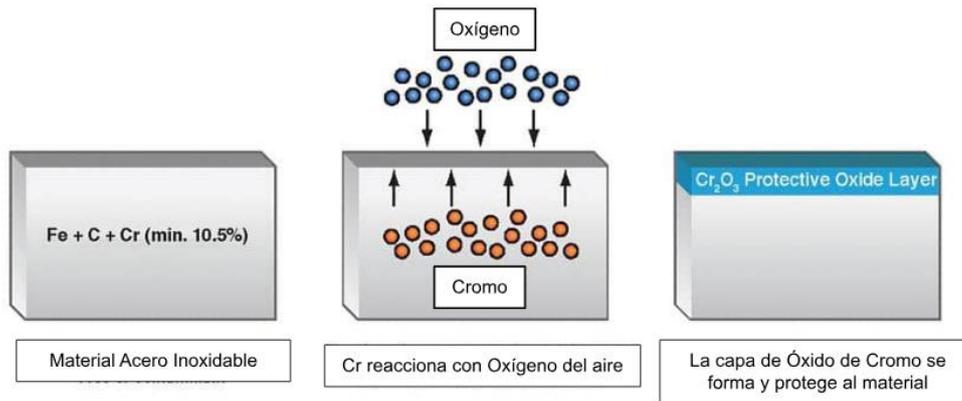


Figura 1: Formación de capa pasiva [4].

Se pueden clasificar en austeníticos, ferríticos, martensíticos, dúplex y endurecibles por precipitación [3]. Los austeníticos son los más ampliamente utilizados, representando aproximadamente el 75% de la producción mundial de aceros inoxidables [5]. En la **Figura 2** se observa la familia de aleaciones de estos aceros.

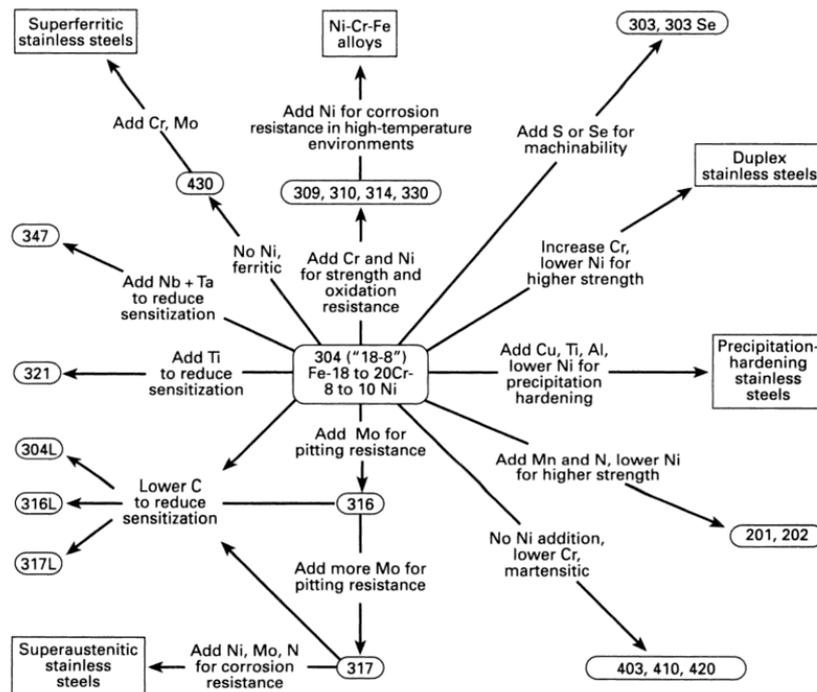


Figura 2: Familia de aleaciones de acero inoxidable [8].

Son vastamente empleados debido a su buena combinación de propiedades tales como maquinabilidad, resistencia mecánica y a la corrosión [6]. Sin embargo, estos aceros pueden presentar problemas cuando se someten a temperaturas en el rango de los 480 a 815°C, durante los procesos de soldadura o por condiciones de servicio. En dichas temperaturas se puede generar una microestructura que produce una susceptibilidad a procesos de corrosión intergranular, debido a la formación de carburos de cromo que precipitan y se localizan preferencialmente en los bordes de grano (proceso de sensibilización). Esto genera una deficiencia significativa de cromo en los alrededores de los carburos precipitados, que disminuye la resistencia de la capa pasiva en estas zonas [7].

Por otro lado, durante un proceso de soldadura, se pueden formar óxidos superficiales coloreados, con diferente composición y espesor, según la temperatura que se alcance, el tiempo que dure el proceso, la composición del gas utilizado y su caudal.

La selección del acero inoxidable se basa en la resistencia a la corrosión, las características del proceso de fabricación, la disponibilidad, las propiedades mecánicas en un rango de temperaturas específico y el costo. Sin embargo, la resistencia a la corrosión y las

propiedades mecánicas son los factores más importantes en la elección del grado para un uso determinado [8].

Aceros inoxidables austeníticos

Estos aceros inoxidables contienen entre 18-25 % Cr y 8-20 % Ni, y pueden contener hasta un 0,15% de carbono. También pueden tener adiciones de Mo, Nb o Ti y mantienen la fase austenítica estable a todas las temperaturas. Dependiendo de la composición y la historia termomecánica, pueden además estar presente la ferrita o martensita [8].

Son los mayormente utilizados no sólo por su excelente resistencia a la corrosión, sino también por su resistencia a temperaturas elevadas, estabilidad a temperaturas criogénicas y facilidad de fabricación, incluida la soldabilidad [9].

Los aceros austeníticos forjados son estructuras monofásicas (γ) o dúplex ($\gamma + \alpha$ o β), donde γ se refiere a la austenita con estructura cúbica centrada en las caras (fcc) y α o β se refiere a ferrita con estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc), a las temperaturas habituales de tratamiento de solubilizado, por encima de 1000°C [8].

El efecto de varios elementos austenizantes / gammágenos (fase gamma) y ferritizantes / alfágenos (fase alfa) sobre la austenita y la ferrita se puede expresar en términos de Ni equivalente y Cr equivalente respectivamente. Estos equivalentes se pueden utilizar para localizar las composiciones típicas de los aceros comerciales en el diagrama de Schaeffler (**Figura 3**) y predecir las microestructuras obtenidas luego de un enfriamiento rápido desde una temperatura de solubilización de los aceros inoxidables, utilizando las ecuaciones siguientes [9].

$$\text{Ni equivalente (wt. \%)} = \% \text{ Ni} + 0.5\% \text{ Mn} + 30\% \text{ C}$$

$$\text{Cr equivalente (wt. 5\%)} = \% \text{ Cr} + 1,5\% \text{ Si} + \% \text{ Mo} + 0,5\% \text{ Nb}$$

Las fases de alta temperatura, en la mayoría de los aceros austeníticos, se pueden estabilizar a temperatura ambiente, ya sea ajustando la composición química o por enfriamiento rápido [9].

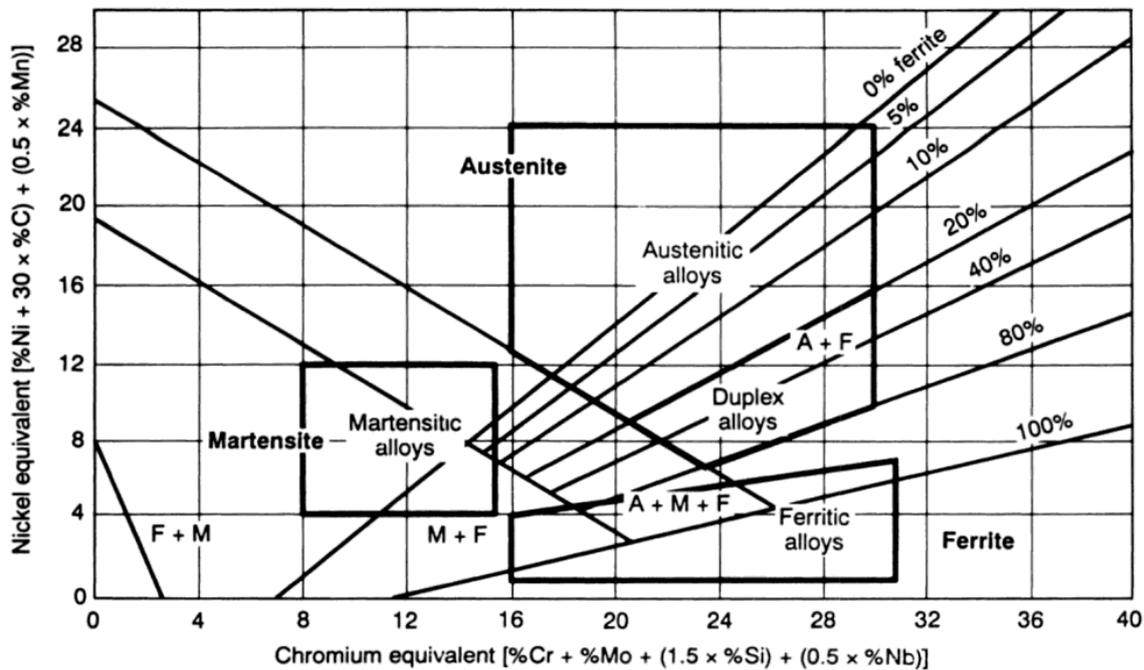


Figura 3: Diagrama de Schaeffler [8].

Los efectos de los elementos aleantes son importantes, dependiendo de si son elementos gammágenos (formadores de austenita) o alfégenos (formadores de ferrita), van a aumentar o disminuir la tendencia de la formación de la ferrita delta a la temperatura de solubilización [9].

- Con bajos contenidos de cromo, el cromo actúa como un estabilizador de la austenita, expandiendo la fase gamma.
- Con 18% Cr, se requiere una mínima cantidad de níquel para promover una estructura completamente austenítica, que sea estable a temperatura ambiente.
- Con más del 18% Cr, la tendencia del cromo a formar ferrita es mayor y se necesita de un aumento en la cantidad de níquel para eliminar la ferrita delta, aunque la austenita se vuelve más estable respecto a la formación de martensita.

Así mismo, se puede encontrar martensita a partir de la transformación de la austenita en los aceros inoxidables de baja aleación. Esto puede ocurrir en la condición de solubilizado, cuando la temperatura M_s (inicio de la formación de martensita) está por encima de la

temperatura ambiente, o durante el enfriamiento, cuando la temperatura M_s está por debajo de la temperatura ambiente.

La martensita también se puede formar por deformación (trabajado en frío), por encima de la temperatura ambiente, en el caso de los aceros no estabilizados, o en temperaturas por debajo del ambiente, para aceros estabilizados [9].

Acero inoxidable austenítico 304L

Es uno de los aceros inoxidables austeníticos más utilizados en la industria, debido a su excelente comportamiento frente a la corrosión. La reducción de la cantidad de carbono (la L significa *Low Carbon*) y de impurezas mejoran significativamente la resistencia a la corrosión del material. Sin embargo, se observó que, a medida que el tamaño de grano aumenta, la resistencia a la corrosión por picado disminuye [8].

En la **tabla 1** se encuentra la composición típica para acero inoxidable austenítico 304L.

C máx	Mn máx	P máx	S máx	Si máx	Cr	Ni
0,03%	2,00%	0,04%	0,03%	1,00%	18,00 - 20,00%	8,00 - 12,00%

Tabla 1: Composición típica 304L [8].

Precipitación de carburos - Sensibilización del material

Después de la austenización a 1100°C del acero inoxidable austenítico, el carbono se retiene en la solución sólida sólo mediante un enfriamiento rápido. Si el material se mantiene a una temperatura dentro del rango de los 450°C a 850°C, durante el servicio o por un enfriamiento lento luego de un proceso de soldadura o un tratamiento térmico, el exceso de carbono precipita generalmente en forma de carburos del tipo $M_{23}C_6$; en ubicaciones preferenciales como límites de fase austenita - ferrita, bordes de grano y en maclas [9]. Este proceso de precipitación se denomina sensibilización.

Estos precipitados tienen una estructura cúbica centrada en las caras, su morfología depende del tipo de borde donde ocurrió la precipitación y la temperatura; sin embargo, usualmente precipitan como partículas finas, pero pueden hacerlo también en el borde de grano como láminas, plaquetas o esferas [10]. Generalmente, preceden a la formación de fases intermetálicas; cuando la formación de estas fases aumenta, los carburos se redisuelven y se repone el contenido de Cr, Mo, C y Ni, en la matriz [7].

El límite de solubilidad del carbono en una aleación 18 % Cr - 8 % Ni, se muestra en la **Figura 4**, mediante la línea que separa la región monofásica γ de la región bifásica $\gamma +$ carburos.

Los carburos que precipitan del tipo $M_{23}C_6$ se observan en la **Figura 4**, donde M es principalmente Cr, pero también puede ser Fe, Mo y Ni (dependiendo de la aleación), y la designación general es $(Cr, Fe, Mo, Ni)_{23}C_6$ [7].

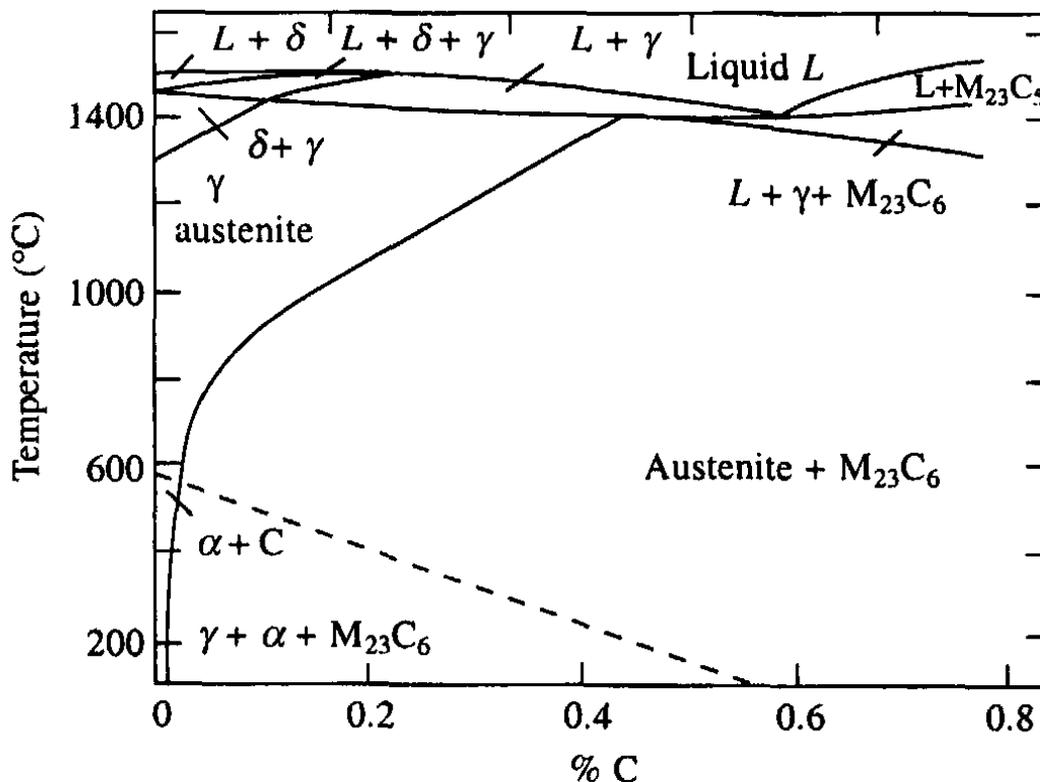


Figura 4: %C respecto de los $M_{23}C_6$ en acero inoxidable 18% Cr- 8% Ni [9].

En la siguiente imagen se muestra (**Figura 5**) la disposición de los carburos de cromo en los bordes de granos austeníticos de un acero AISI 304. Cuando esto sucede, las zonas

aledañas a los precipitados quedan empobrecidas en cromo, por lo cual, cuando se forme la capa pasiva en ese lugar, va a tener una mayor susceptibilidad a la corrosión que en el resto del grano del material [3].

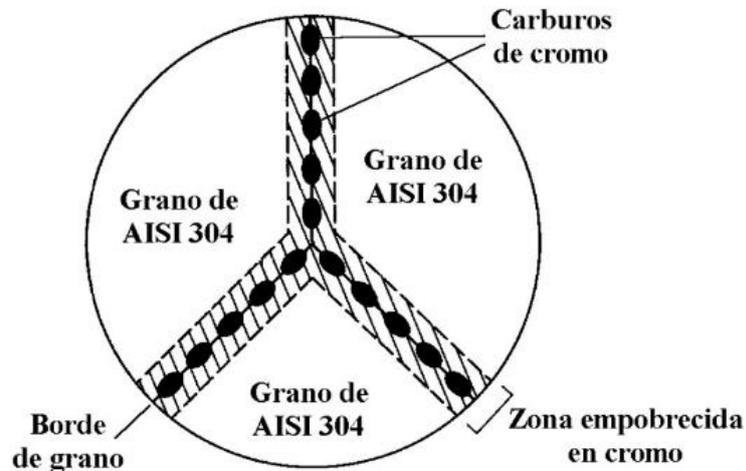


Figura 5: Esquema de material sensibilizado [11].

La precipitación de los carburos es perjudicial para la resistencia a la corrosión localizada e intergranular, y para las propiedades mecánicas al impacto de los aceros inoxidables austeníticos [9].

Microestructura - Microconstituyentes

La estructura de los metales se puede estudiar a diferentes escalas, desde lo atómico hasta lo macro. Siguiendo un tamaño de menor a mayor, el orden comprende a la estructura atómica (átomos, núcleos), la estructura cristalina (cristales perfectos, defectos cristalinos), subestructura (subgranos, estructuras celulares), microestructura (granos, fases, precipitados), texturas y la macroestructura [10].

Las estructuras características se pueden producir por:

- Transformaciones de fase, como las transformaciones invariantes eutécticas y eutectoides.
- Procesos mecánicos, como una deformación en frío que se puede producir por un laminado en frío.
- Procesos térmicos, como un recocido de recristalización de una pieza trabajada en frío.
- Procesos difusivos, como el sinterizado.

Los granos son pequeños cristales que forman un arreglo tridimensional; generalmente pueden tener una estructura columnar, equiaxial, deformada, dúplex, entre otras. La estructura columnar se forma por el proceso de crecimiento unidireccional especialmente durante la solidificación, y la dirección de extracción del calor [10].

La microestructura se ve afectada por la historia térmica o termomecánica que sufrió el material, por ejemplo, los granos equiaxiales se pueden encontrar en el núcleo de un lingote de fundición, pero en las superficies de éste generalmente se observan granos alargados en una dirección, debido a la velocidad de la extracción de calor en diferentes direcciones; ésto último se halla también en las zonas de fusión de las soldaduras, en la **Figura 6** se observa un esquema del rango térmico y los cambios microestructurales, que le suceden al material de la junta soldada durante el proceso de soldadura [12].

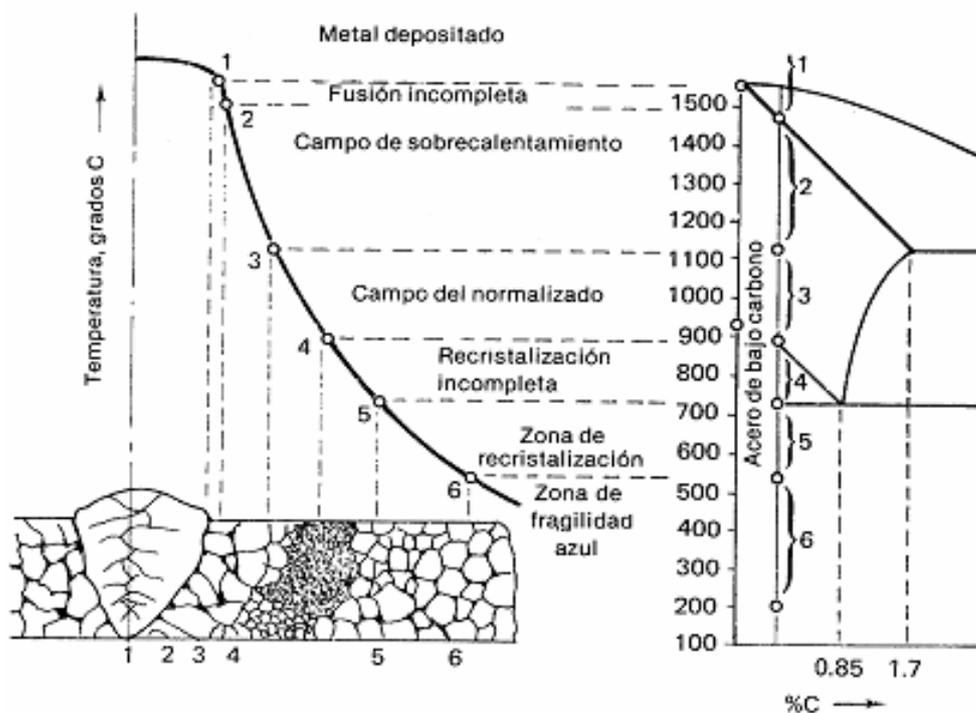


Figura 6: Esquema que relaciona los cambios microestructurales, la composición y el rango térmico del proceso de soldadura, para un acero bajo en carbono [18].

Fase

Una fase está definida por el enlace atómico que tenga y la disposición de sus elementos en el material. Las aleaciones, que tienen dos o más elementos, pueden tener

diferentes fases como sólida y líquida (diferentes estados), se pueden generar transformaciones de fase en estado sólido y además, pueden coexistir fases con diferentes estructuras cristalinas y composición (dependiendo de la temperatura y la concentración de los aleantes); las segundas fases son precipitados que se forman cuando un soluto excede su límite de solubilidad en un metal base. Estas fases se describen en los diagramas de equilibrio de fases [12].

Bordes de grano

Los bordes de grano son discontinuidades entre la estructura cristalina de cada grano individual. Éstos pueden mejorar la resistencia mecánica del material, ya que actúan como barrera al movimiento de las dislocaciones; por consiguiente, una microestructura de granos pequeños es más beneficiosa para mejorar las propiedades mecánicas del material.

Al mismo tiempo es una zona donde se localizan muchos átomos colocados irregularmente, dislocaciones y vacancias, lo que provee facilidad para los procesos difusivos; por esto es una región preferencial para la agrupación y segregación de varios tipos de impurezas y precipitados. Como los límites de grano son lugares desordenados, los átomos se pueden mover de un grano a otro y viceversa; de esta manera, si dicho proceso ocurre repetidamente en una dirección determinada, provocará el movimiento del borde de grano y así un cristal crecerá a expensas de otro [12].

La energía de los bordes de grano es de naturaleza superficial dependiente del área (en términos termodinámicos), tiende a minimizarse; por esto es que los granos tienden a crecer para reducir la energía superficial del cristal, además está relacionada con la curvatura de dicho límite; ya que, por ejemplo los más curvos tienden a enderezarse y los granos pequeños van hacia los más grandes [12].

La temperatura ayuda a la difusión (migración) de los átomos entre los bordes de grano y su crecimiento, ya que es una medida de la energía cinética promedio de los átomos/moléculas. En consecuencia, favorece al crecimiento de los granos, la coalescencia de las partículas de segundas fases y/o la adición de átomos a partículas más grandes. Este proceso ocurre por ejemplo, en las zonas afectadas por el calor generadas durante un proceso de soldadura.

Por lo contrario, las segundas fases y los solutos impiden el movimiento de los bordes de grano y su crecimiento [12].

La textura hace referencia a la dirección preferencial que tienen los cristales, ya que se pueden ordenar de manera correlacionada y organizada.

Maclas

Las maclas son imperfecciones que se generan dentro de los granos, éstas se originan durante procesos de crecimiento o durante una deformación (como por ejemplo un tratamiento térmico de recocido o durante el trabajado en frío) [10].

Estructura dendrítica

Una estructura del tipo dendrítica se encuentra generalmente cuando aumenta el subenfriamiento constitucional (mientras ocurre la solidificación) y las estructuras celulares formadas inicialmente van cambiando su forma, hasta llegar a la estructura dendrítica ramificada [10]. Cuando esto sucede, en aceros al carbono o poco aleados, se genera una segregación debido a que los elementos aleantes son expulsados al líquido, éstas microsegregaciones de elementos se ubican en el espacio interdendrítico [10].

Si se trata de un proceso de soldadura, durante la solidificación cuando se generan las microsegregaciones, además se acumulan localmente los defectos cristalinos produciendo micro heterogeneidades físicas, lo cual afecta el comportamiento mecánico del cordón de soldadura [13].

Inclusiones

Las inclusiones no metálicas algunas veces se forman en el líquido antes de la solidificación (óxidos y silicatos), y otras veces durante la misma (sulfuros). Estas pueden segregarse de la misma manera que las microsegregaciones de los elementos aleantes; además no se ven afectadas por los tratamientos térmicos ni las transformaciones de fases, por lo que se mantienen en la misma posición y forma que originalmente tuvieron [10].

Diagrama de fase

Los diagramas de fase son gráficos que relacionan la temperatura, presión y composición de un sistema, y son importantes para identificar las fases del mismo. Sin

embargo, no dan información completa acerca de la morfología de las fases, por ejemplo, si se generan transformaciones fuera del equilibrio[12].

Estos diagramas identifican las transformaciones de fase bajo condiciones de equilibrio (cambio lento en temperatura); pero en la práctica, cuando el calentamiento y enfriamiento ocurren rápidamente, los átomos no tienen el tiempo necesario para moverse a las posiciones de equilibrio y las temperaturas a la que ocurren las transformaciones pueden cambiar, por esto se deben tener en cuenta la dirección y la velocidad del cambio de la temperatura [12].

Austenita

Es un microconstituyente del acero que representa la fase de hierro gamma, que en aceros de bajo carbono es estable a temperaturas dentro del rango de 912°C a 1394°C y posee una estructura cristalina cúbica centrada en las caras. Por otro lado, en los aceros inoxidable austeníticos, la microestructura austenítica es estable a temperatura ambiente, por la acción de los elementos aleantes [14].

Ferrita

La ferrita es un microconstituyente de los aceros al carbono que puede denominarse como hierro alfa (estable a temperatura ambiente) o delta (estable a altas temperaturas); ambas tienen una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo [14].

Cuando se tratan de aceros inoxidable austeníticos o ferríticos, es posible que la ferrita delta pueda mantenerse estable a temperatura ambiente; por ejemplo, en las soldaduras de estos materiales (lo cual es beneficioso en pequeño porcentaje para evitar grietas). Esto se genera cuando se aumenta la velocidad de solidificación y se produce un enfriamiento rápido, que generalmente produce una transformación incompleta de ferrita (delta) → austenita (gamma) [15].

Si esta fase no se mantiene estable es probable que se transforme a fase sigma o gamma, o en ferrita alfa con gran porcentaje de cromo (que produce fragilización a los 450°C aproximadamente). La fase sigma es un intermetálico muy duro y frágil, que es soluble por encima de los 900°C [16].

A comparación con la austenita, la ferrita tiene más solubilidad de azufre y fósforo [16].

Las soldaduras de aceros inoxidable austeníticos tienen una estructura resultante dúplex; es decir, tienen presencia de austenita y ferrita [15].

Ferrita delta - Morfología

Se pueden encontrar en una soldadura de acero inoxidable austenítico diferentes morfologías de ferrita resultantes del proceso, como también, de transformaciones en fase sólida. Se debe tener en cuenta que la dirección de la microestructura de la ferrita estará alineada con la dirección de la extracción del flujo de calor, que es también la dirección de crecimiento de la dendrita primaria [15].

- Ferrita Vermicular: Es la más comúnmente observada en las soldaduras de aceros inoxidables que tienen una microestructura dúplex. La ferrita aparece como una red fina alineada y con una forma suave y curva (**Figura 7A**). Está localizada en el núcleo de los brazos primarios y secundarios de la dendrita [15].
- Ferrita Lacy: Se caracteriza por estar en columnas largas con redes de ferrita interconectadas y orientadas en la dirección de crecimiento, en una matriz de austenita (**Figura 7B**) [15].
- Ferrita acicular: Esta morfología se caracteriza por la apariencia de una ferrita tipo “aguja” ordenadas aleatoriamente y distribuidas en una matriz de austenita (**Figura 7C**) [15].
- Ferrita globular: Es cuando la ferrita tiene forma de glóbulos distribuidos aleatoriamente en una matriz de austenita. Se puede producir debido a la inestabilidad de las ferritas de tipo acicular y lacy, produciendo esta morfología globular (**Figura 7D**) [15].

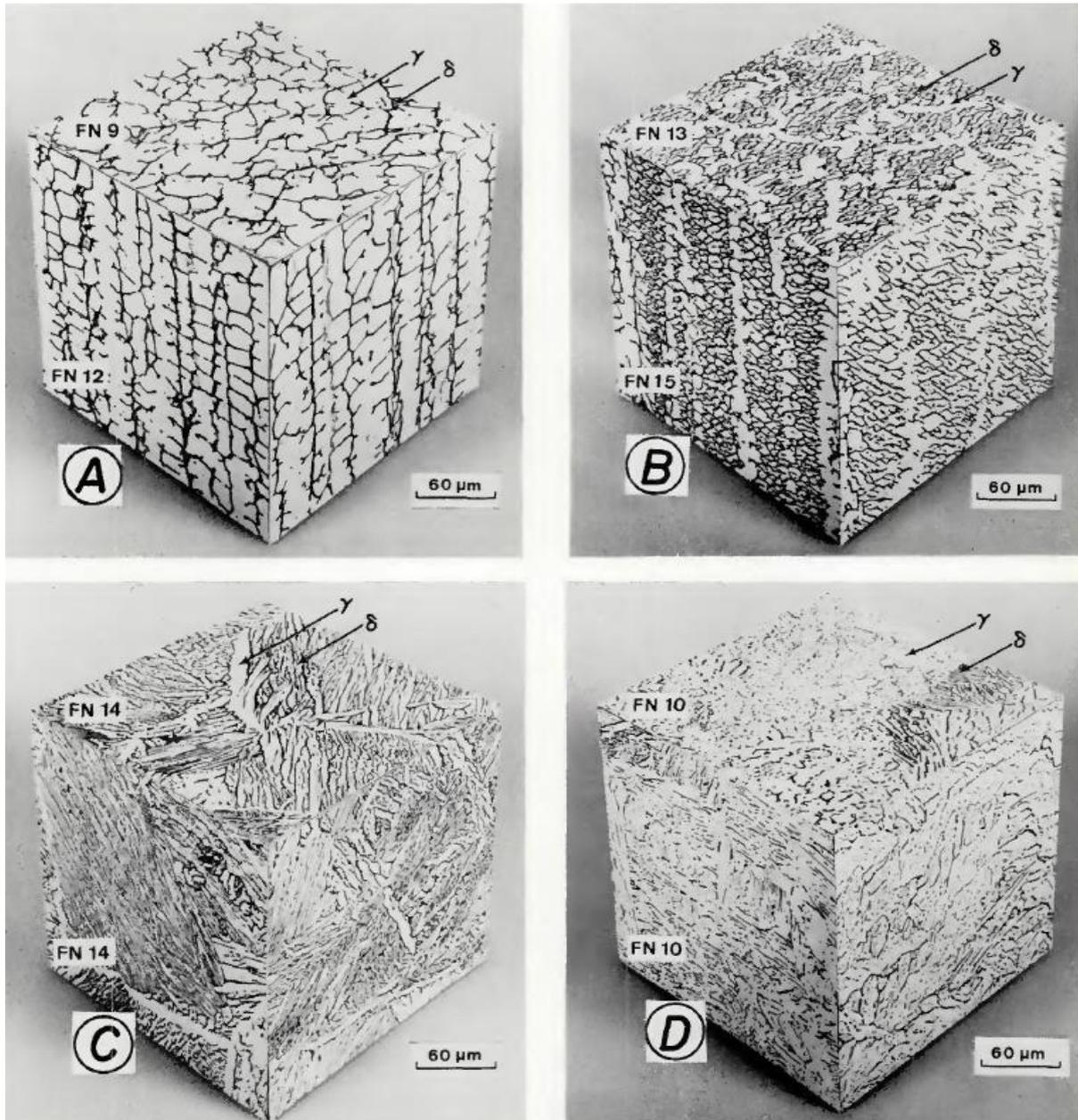


Figura 7: Morfologías de ferrita delta. A) Vermicular B) Lacy C) Acicular D) Globular [15].

Procesos de soldadura

Descripción

El objetivo principal de un proceso de soldadura es la unión de dos o más partes componentes, para obtener una pieza. Para llevar a cabo esta unión, se utiliza generalmente el aporte de temperatura, presión, o ambas [17].

Hay dos mecanismos para producir una unión metálica, la unión en estado sólido y la unión por fusión y solidificación. Estos últimos, los procesos de soldadura por fusión, se

caracterizan por la presencia de una pileta líquida o baño de fusión constituido por una fracción de metal que permanece líquida un instante en el curso de la ejecución de una soldadura. Este líquido puede estar compuesto por material de aporte o metal base fundido, el cual interactúa con el ambiente circundante. La proporción entre ambos materiales es la dilución y determina la composición final en el cordón [13]. Así mismo, la estructura del cordón de soldadura se debe a las transformaciones y reacciones del metal en estado líquido y las transformaciones líquido - sólido, que generan la estructura de solidificación

La elección del proceso de soldadura depende de un gran número de factores, como ser la cantidad de componentes a fabricar, el costo de los equipos, la posición y diseño de la unión, la masa estructural, la soldabilidad del material base, y el desempeño que va a tener el componente en cuestión. Además, influyen la adaptación del proceso a la operación, la disponibilidad del material de aporte, los requerimientos de seguridad, y la experiencia y habilidad de los soldadores [17].

En grandes rasgos, la clasificación de los tipos de soldadura más utilizados son soldadura por fusión, soldadura en estado sólido, brazing y soldering [18].

En la siguiente imagen (**Figura 8**) se observa un esquema con los procesos de soldadura y su clasificación [17].

En los procesos de soldadura por fusión que involucran un arco eléctrico, es importante el control de las escorias y la atmósfera que rodea al arco debido a las reacciones que pueden surgir durante el proceso con la pileta líquida [13].

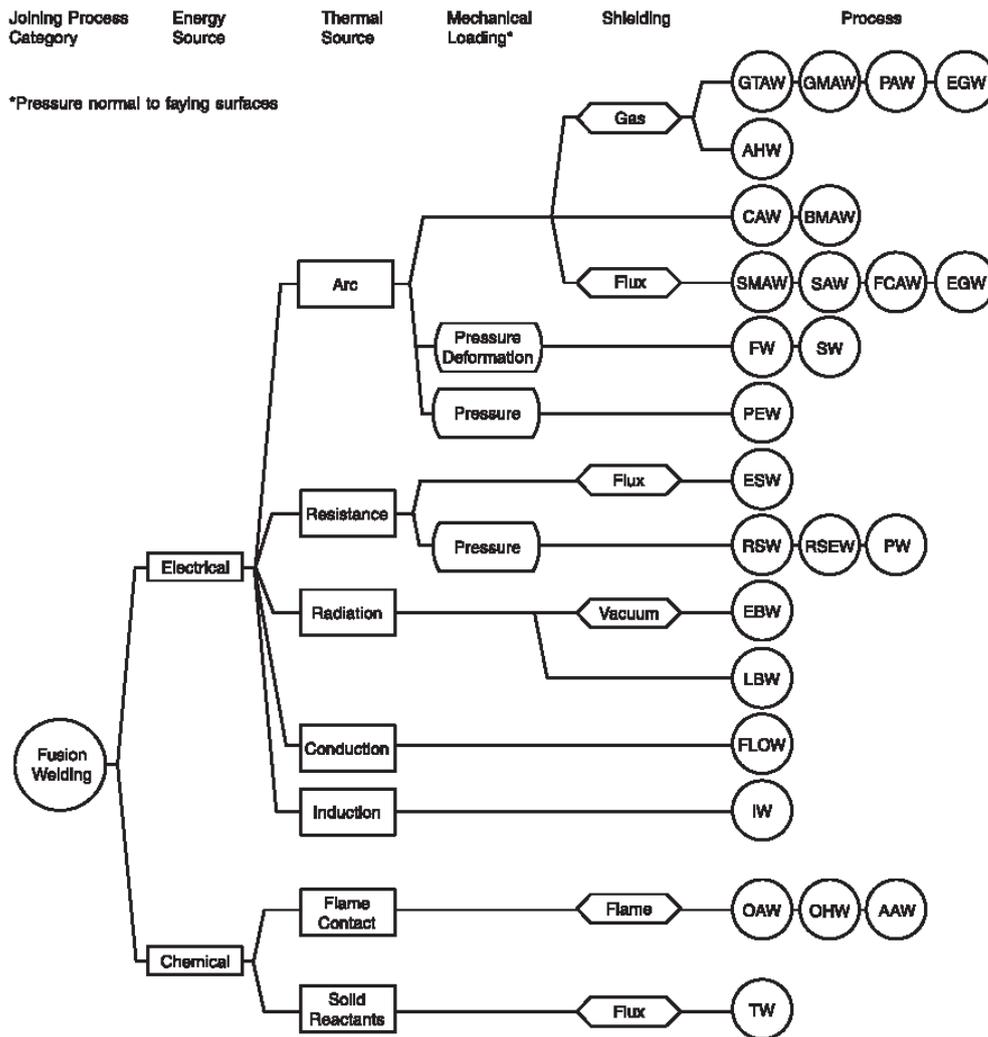


Figura 8: Procesos de soldadura [17].

Dentro de esta clasificación, el presente trabajo se enfoca en probetas soldadas con GTAW, que corresponde a las soldaduras por fusión de arco eléctrico con gas inerte [17].

Proceso GTAW

El proceso GTAW, por sus siglas en inglés “Gas Tungsten Arc Welding”, generalmente denominado como TIG (tungsten inert gas), es un proceso de soldadura que utiliza un electrodo no consumible de tungsteno o aleación de tungsteno, para la generación del arco eléctrico con la pieza de trabajo y así establecer la piletta de metal fundido [19], aislando la atmósfera y estabilizando el arco mediante un gas inerte.

Los componentes principales de una soldadora GTAW son la torcha, el electrodo no consumible, la fuente de potencia y el gas inerte [19]. Es utilizado en las industrias aeroespacial, marina, nuclear, petroquímica y de semiconductores.

La soldadura se puede hacer con o sin material de aporte, y se pueden soldar materiales muy finos. Puede realizarse en todas las posiciones de soldadura, para la unión de materiales soldables ferrosos y no ferrosos. Tiene un buen control de proceso, lo que permite una excelente fusión del material al comienzo de la soldadura, evitando fusiones incompletas [7].

Variables del proceso

Algunas variables del proceso son [7][19]:

- El voltaje y la corriente utilizada, que influyen por ejemplo en la penetración de la soldadura y el calor aportado; puede ser corriente alterna o continua, se puede modificar el pulso y la polaridad, entre otros.
- La velocidad de pasada.
- La alimentación del material de aporte (frío o caliente) y su velocidad, si no se utiliza aporte se denomina soldadura autógena.
- La velocidad y el tipo del gas inerte utilizado (por ejemplo argón y/o helio) para que desplace el aire circundante y no reaccione químicamente con el material a alta temperatura, y proporcione estabilidad al arco.
- El diámetro, la extensión y el material del electrodo no consumible, que generalmente es de tungsteno aleado con óxidos que pueden ser de cerio, bario, lantano y circonio, para mejorar la emisión y transporte de los electrodos.

Ventajas y desventajas

Este proceso tiene varias ventajas, ya que es muy versátil y se puede utilizar en una gran cantidad de aplicaciones. Además puede automatizarse y tener un control preciso de las variables del proceso. Se pueden realizar soldaduras en cualquier posición, con aplicaciones ilimitadas y de muy alta calidad; y, es posible unir casi cualquier material metálico, así como también materiales disímiles [19].

La principal desventaja del proceso es su baja productividad, comparado con otros procesos; ya que por ejemplo tiene una velocidad de deposición baja respecto a los procesos de electrodos consumibles [7]. Si se efectúa en forma manual, se necesita un operador con habilidad para realizar el proceso. Posee baja tolerancia a los contaminantes en el metal base

o el material de aporte; y, para espesores finos produce soldaduras de muy buena calidad, pero más costosas que otros procesos [17].

Gas de protección y respaldo

En los procesos de soldadura se emplean gases inertes que actúan como gases de protección y respaldo (de purga). Estos generalmente son argón y/o helio.

El gas de protección se administra directo desde la torcha hacia el arco eléctrico y la pileta líquida, para proteger el electrodo y el metal fundido de la atmósfera exterior y la contaminación que se pueda generar. Así mismo, tiene como función principal la de dar estabilidad al arco [19].

El gas de respaldo se utiliza en la parte posterior de la soldadura y las superficies del metal base adyacentes a la misma, para proteger la unión soldada de la oxidación durante el proceso de soldadura cuando se realiza la pasada de raíz. Esto ayuda a producir una raíz homogénea, eliminar la socavación, reducir las grietas y la porosidad en la soldadura de algunos materiales [19].

Defectos de la soldadura

Los defectos que se pueden encontrar en los procesos de soldadura por fusión son, por ejemplo, la concavidad, los diferentes tipos de grietas, las inclusiones, la fusión o penetración incompleta, porosidades, las salpicaduras, y los films de óxido superficiales, entre otros [17].

Problemas en la soldadura de aceros inoxidable austeníticos

Los aceros inoxidable austeníticos generalmente se pueden soldar con facilidad, ya que no se forman estructuras duras en la zona afectada por el calor.

Sin embargo pueden ocurrir una serie de defectos en el proceso de soldadura, como por ejemplo :

- Varias formas de fisuración en el metal de soldadura y la zona afectada por el calor cerca del metal de soldadura, si están presentes fases de bajo punto de fusión, como boruros, fosfuros, sulfuros o eutécticos; debido a la contracción volumétrica que acompaña la solidificación y a la generación de tensiones internas en el material. Este problema se puede minimizar reduciendo el calor aportado, la concentración de

elementos perjudiciales y de impurezas, utilizando electrodos con composiciones balanceadas para que se produzca un mínimo de ferrita delta (de un 2% a 8%) [9].

Es beneficiosa la presencia de una mínima cantidad de ferrita delta, por lo visto anteriormente, ya que la solubilidad de varios elementos residuales desfavorables, como lo son el fósforo y el azufre, es mayor que en la fase austenítica; por esto la fase ferrítica actúa como un sumidero de elementos no deseados. Así mismo, la ferrita afina el tamaño de grano por lo cual aumenta el área de los bordes de grano, lo que disminuye la concentración de las microsegregaciones desfavorables en los bordes de granos [20].

- Durante la soldadura, en ciertos lugares de la zona afectada por el calor se producen las temperaturas (**Figura 6**) que provocan la precipitación de los $Cr_{23}C_6$ en los bordes de granos austeníticos, provocando la sensibilización del material. Se puede revertir este problema con un tratamiento de solubilización a una temperatura de $1100^{\circ}C$, para disolver los carburos precipitados o un tratamiento de recocido a $900^{\circ}C$ para permitir que el cromo se difunda desde la matriz a las zonas empobrecidas [9].

Generalmente, la ferrita delta fragiliza el metal de soldadura y deteriora la resistencia a la corrosión del material, cuando se encuentra en grandes cantidades [7].

Soldaduras higiénicas

Las soldaduras utilizadas en industrias que requieren calidades higiénicas, como la industria alimenticia, química y farmacéutica, son denominadas soldaduras higiénicas [21].

Estos tipos de soldaduras deben cumplir con las necesidades higiénicas de los procesos industriales involucrados. Los diseños de los sistemas deben maximizar la protección del producto, para evitar su contaminación, minimizando las zonas estancas (ya que puede ocasionar corrosión electroquímica en rendijas o microbiológica), y teniendo fácil acceso para la limpieza, el mantenimiento y la inspección [22], asegurando la sanitización de las superficies.

Hay muchos procesos de soldadura para unir metales, sin embargo, el más usado en esta industria, y que produce soldaduras con una alta calidad higiénica, es GTAW. Este proceso se usa generalmente para tuberías y láminas delgadas de hasta 4 mm de espesor [21].

Cuando se realizan soldaduras higiénicas con GTAW en tuberías, se necesita la presencia de gas inerte en dos zonas:

- Alrededor del electrodo no consumible de tungsteno (gas de protección).
- Detrás de la soldadura, en el lado interno del caño (gas de respaldo).

Cuando se trata de cañerías cortas, se puede introducir el gas inerte a través de uno de los extremos del caño. Para tuberías más largas, se pueden usar vejigas de purga (globos inflables que sellan el caño) para minimizar el volumen de tubería a purgar, sin embargo, hay tuberías donde las vejigas de purga no se recuperan fácilmente [21].

Lo que afecta a la calidad higiénica son principalmente los defectos superficiales, ya que propician una limpieza pobre y la retención inadecuada del producto. Por esto, cuando se realiza una soldadura de mala calidad, se ven las consecuencias negativas en la instalación, debido a los defectos del proceso de soldadura; donde el producto puede acumularse por ejemplo en grietas, áreas muertas o superficies ásperas o rugosas, las cuales pueden ser difíciles o imposibles de limpiar en el ciclo CIP (limpieza in situ) habitual y puede causar corrosión localizada en rendijas o microbiológica, entre otras [21].

Así mismo, otros defectos pueden influir en la calidad del sistema, como ser la desalineación, que provoca una zona donde se puede acumular y estancar producto; la penetración incorrecta o falta de fusión, que pueden causar una rendija, y así ser un problema durante el funcionamiento del sistema; la falta de protección gaseosa, debida al uso incorrecto del gas de respaldo o de protección. Lo anterior puede producir rugosidad en la superficie de la soldadura, provocada por los óxidos térmicos generados y la zona afectada por el calor, que promueve la adhesión de suciedad y es difícil de limpiar [21].

Tratamientos post soldadura higiénica

Aunque los aceros inoxidable se pasivan en forma natural en contacto con el aire, algunas veces es necesario realizar otros tratamientos superficiales adicionales para prevenir la corrosión [23].

En la industria, las superficies soldadas que se encuentran en contacto con los productos a procesar, se clasifican en las que son accesibles, como por ejemplo recipientes o tanques, y aquellas que son inaccesibles durante su vida útil en servicio, como las tuberías largas [21].

Las accesibles, luego del proceso de soldadura, suelen lijarse. Por otra parte, las inaccesibles, no tienen un tratamiento típico establecido luego de la soldadura, aunque hay varios tratamientos que se pueden aplicar para mejorar las propiedades. En ambos casos, se efectúa un lavado luego de los tratamientos superficiales realizados.

El lavado consiste en varias etapas. Se suele realizar un tratamiento desengrasante en toda la superficie, para retirar residuos oleosos o grasosos, empleando una solución detergente alcalina, seguido por un enjuague con agua de alta calidad microbiológica. En algunas circunstancias se realiza un tratamiento para pasivar el área de soldadura del lado de contacto con el producto [21].

Las superficies exteriores también pueden necesitar un post tratamiento, dependiendo de los requerimientos de limpieza del equipo.

En general, se efectúan los tratamientos superficiales para remover los óxidos superficiales generados durante el proceso de fabricación del equipo o instalación y así mejorar el desempeño del material; en partes / componentes como ser cañerías, recipientes a presión, tanques y partes maquinadas [23].

Los métodos básicos para la remoción de óxidos de productos de materiales ferrosos son los siguientes [24]:

- Limpieza mecánica (húmeda o seca)
- Cepillado
- Decapado ácido

- Baño de sales desoxidante
- Desoxidante alcalino
- Limpieza ácida

Las consideraciones que hay que tener en cuenta para elegir uno de los métodos son [24]:

- El espesor de óxido o incrustaciones
- La composición del metal
- La condición del metal
- La pérdida de masa permitida
- Las tolerancias de la terminación superficial
- La forma y el tamaño de la pieza de trabajo
- Los requerimientos de fabricación
- El equipamiento disponible
- El costo
- La no susceptibilidad a la fragilidad por hidrógeno
- El tiempo disponible

También se utiliza la combinación de dos o más de estos procesos [24].

Decapado

Es un proceso que permite disolver la superficie del metal de manera uniforme y controlada, lo que provoca que la superficie se active homogéneamente [25].

El decapado generalmente se realiza antes de un pasivado y se utiliza para remover las películas de óxido adherentes y la zona empobrecida en cromo debajo del óxido, resultantes de conformado en caliente, tratamientos térmicos, soldaduras y otras operaciones a altas temperaturas; ya que en estos procesos a menudo se producen óxidos complejos que varían de color [25].

El paso anterior a un decapado es un acondicionamiento de la superficie, que se realiza para crear rugosidad o grietas en la superficie oxidada, por ejemplo con un baño de sales alcalinas, remoción mecánica de óxidos, granallado; una limpieza de la superficie, que se puede realizar con limpiadores alcalinos, solventes, un desengrasado a vapor, una limpieza ultrasónica, entre otros [24][25]. De esta manera mejora el rendimiento del decapado.

La eficiencia del proceso depende del pretratamiento, la temperatura, la concentración y circulación del ácido a utilizar [26].

Los óxidos que se generan en los aceros inoxidable consisten en óxidos de cromo, níquel, y/o otros elementos aleantes, además del hierro; y, la facilidad para realizar un decapado va a depender de la composición del metal base y el proceso térmico al cual se expuso. Cuando los óxidos se generan en presencia de oxígeno abundante, son óxidos ricos en oxígeno y generalmente éstos son solubles en ácidos comunes para procesos de decapado; sin embargo los óxidos ricos en los elementos de aleación requieren de ácidos más agresivos [24]. Hay diferentes tipos de decapado dependiendo de los requerimientos.

Decapado con ácidos reductores: Es cuando se produce un decapado en un baño de ácidos que reducen los óxidos superficiales y se libera hidrógeno en la interfase óxido - metal. Los ácidos más comunes que se utilizan para aceros inoxidable son H_2SO_4 y HCl [27].

Decapado con ácidos oxidantes: El decapado se produce por la oxidación del óxido superficial y esto genera una mayor solubilidad del óxido. El ácido más comúnmente empleado es el HNO_3 [27].

Decapado con ácidos mixtos: Generalmente se emplean soluciones de ácidos mixtos para decapar los aceros inoxidable austeníticos, que contienen HNO_3 y HF . El ácido fluorhídrico incrementa la velocidad de disolución del acero en HNO_3 [27].

Decapado en caliente: Generalmente se utilizan soluciones de ácido sulfúrico, fosfórico o clorhídrico; para la remoción del óxido. Sin embargo, está disminuyendo su uso como único tratamiento para la remoción de óxidos, ya que se lo emplea luego de una limpieza mecánica o baño de sales, con concentraciones de ácidos al 3% y a temperaturas de $60^\circ C$ [24]. Se estudió que la temperatura ayuda a la disolución del óxido, en el tratamiento de decapado [27].

Decapado por baño de sales: Es efectivo para una gran variedad de materiales; dependiendo de la sal puede oxidar o reducir los óxidos presentes. Generalmente es un paso intermedio (excepto para molibdeno puro), y luego se realiza un decapado ácido [24].

En principio, enjuagar el material en agua aireada después del decapado debería ser suficiente para inducir su pasivación. Pero un tratamiento adicional, mediante inmersión en ácido nítrico o mezclas de ácido nítrico y fluorhídrico es una práctica común, ya que descontamina la superficie, estabiliza aún más la película pasiva y garantiza la pasividad.

Pasivado

La pasivación es la formación de una película superficial no reactiva y dura que inhibe una mayor corrosión, ésta capa es generalmente un óxido o nitruro que tiene poco espesor [25].

Los aceros inoxidable tienen una pasivación natural al exponerse al aire por la alta reactividad del cromo en conjunto con el oxígeno, esto produce una fina película de óxido de cromo que es adherente y duradera, y le da la característica de “inoxidable” al material. Lo mismo sucede con la exposición al agua u otro ambiente oxidante [23].

Los pasivados químicos generalmente se realizan con ácido nítrico o ácidos orgánicos, éstos son útiles luego de operaciones de maquinado para mejorar la capa de óxido formada en la superficie del metal. Así mismo, los tratamientos con ácido nítrico mejoran el nivel de cromo en la película protectora del acero inoxidable [23].

Las variables a considerar en estos tratamientos son el tiempo, la temperatura y la concentración de la solución [25].

Electro-pulido y electro-limpieza

La combinación de la electro-limpieza y el electro-pulido es una alternativa a los tratamientos de decapado. Se utilizan para remover las imperfecciones de las superficies de los aceros inoxidable después de la fabricación, como las partículas de hierro embebidas y los defectos de la capa [23].

Generalmente, se utilizan soluciones que contengan ácido fosfórico para los electropulidos de aceros inoxidable. Sin embargo, en varios países se clasifican como corrosivas las soluciones que contienen más del 50 % de ácido fosfórico, lo cual hace que el operador deba tener mayores precauciones para hacer el procedimiento [28].

La habilidad del ácido fosfórico para realizar la pasivación del material radica en su poder oxidante y su capacidad para formar fosfatos de cromo insolubles en la superficie del metal, sin embargo, necesita de otras sustancias químicas que sean capaces de disolver los óxidos no protectores superficiales [28]. Es muy útil en las soldaduras para generar óxidos protectores.

La principal ventaja de este proceso es la disminución del tiempo de proceso, pero la desventaja es el costo económico.

Limpieza mecánica

Usualmente la limpieza mecánica se utiliza en soldaduras de componentes accesibles o superficies exteriores.

Incluye al desbaste abrasivo, cepillado, pulido y rebabado. Si estos procesos no se realizan cuidadosamente pueden causar más daños que efectos positivos [23].

La limpieza abrasiva puede ser en húmedo o en seco y se utiliza para remover todas las clases de óxidos e incrustaciones de los productos ferrosos, forjas, fundiciones, soldaduras y las partes tratadas térmicamente [24].

El cepillado es el método menos usado, sin embargo es efectivo para remover los óxidos ligeros y poco adherentes; y es mejor para piezas formadas de tubos que para forjas o fundiciones [24].

Formación de óxidos térmicos coloreados

La soldadura de aleaciones de acero inoxidable (un proceso térmico) puede producir una película de óxido o tinte térmico compuesto de elementos que se han oxidado selectivamente del metal base, principalmente hierro y cromo. Los defectos y las tensiones dentro de la capa de óxido superficial térmico la convierten en una barrera deficiente contra cualquier medio corrosivo [29][30].

La capa superficial de óxidos varía su espesor en forma directamente proporcional con el tiempo de oxidación, si se mantienen constantes las condiciones de contorno, como ser el ambiente al cual está expuesto y la temperatura del tratamiento [31][32]. Además, varía con

la atmósfera circundante; por ejemplo, es dependiente de la contaminación del gas inerte con O₂ (oxígeno), ya que con un mayor contenido de O₂ se obtienen películas más gruesas [30][33]. Como el color se da por un fenómeno de interferencia, el espesor va a estar relacionado con el color de los óxidos.

Se observó que las capas de óxido varían su color, crecimiento y composición de acuerdo a la temperatura de oxidación; por ejemplo, se forman películas ricas en hierro a temperaturas relativamente bajas, ya que se observó que lejos de la línea de fusión de una soldadura el óxido exterior tiene un bajo contenido de cromo debido a la difusión más rápida del hierro; ricas en cromo a temperaturas intermedias, porque la difusión del cromo supera a la del hierro, con el resultado de que la película se enriquece en cromo; y, nuevamente, ricas en hierro a altas temperaturas, debido a la volatilización del cromo, observado en las zonas más cercanas al cordón de soldadura; siendo la capa más perjudicial para la resistencia a la corrosión localizada la película rica en hierro [18][32][34][35].

Así mismo, la resistencia a la corrosión varía dependiendo de la composición química de las capas superficiales del material, lo cual no se relaciona con las características internas del mismo sino con los mecanismos superficiales que ocurren debido a la temperatura del proceso [33][34]. La susceptibilidad al picado va a relacionarse con el contenido de cromo del óxido, su espesor y también, con la reducción de la cantidad de cromo debajo de la película de óxido [33][36]. Por esto, las soldaduras y las superficies con óxidos coloreados actúan de manera similar frente a la corrosión, ya que se reduce la resistencia cerca de la zona de fusión [33].

El material vuelve a tener un buen comportamiento frente a la corrosión cuando se remueve la capa de óxido coloreado y se restaura la capa pasiva, por ejemplo, una vez decapada y pasivada la superficie [29][30][32][33].

Algunos estudios muestran que la capa que se forma en una soldadura sin gas de respaldo, es principalmente hematita (Fe₂O₃), con espesores variables [37]. También, pueden ser películas de una mezcla de óxidos de hierro, níquel y cromo [30].

Por lo antes expuesto, por ejemplo, cuando se realiza la soldadura de tuberías de un sólo lado, se debe utilizar un gas de respaldo del lado contrario. Si esta protección de respaldo

se realiza ineficientemente, resulta en una soldadura rugosa (por los óxidos generados) que reduce la calidad higiénica, favorece la adherencia de suciedad y es difícil de limpiar [21].

Corrosión

Se puede definir a la corrosión como el deterioro espontáneo de una estructura o parte de una estructura debido a la acción del ambiente en el cual se encuentra.

El estudio de la corrosión consiste en la investigación de los mecanismos de degradación de los materiales por el medio en el que son usados, así como su velocidad y control [39].

A lo largo de los años se hicieron estudios en diferentes países, para ver el costo asociado a problemas de corrosión y se observó que se trata de montos relevantes que se podrían evitar aplicando los conocimientos que hay sobre el estudio de la misma [39].

Clasificación de los procesos de corrosión

Para estudiar los procesos de corrosión se suelen utilizar distintos tipos de clasificaciones. La más común es distinguir entre procesos de corrosión química y electrolítica.

La corrosión química se genera cuando el metal reacciona con un medio no-iónico (en ausencia de un electrolito). Por ejemplo, un metal reacciona con el oxígeno circundante formando óxidos; además los espesores de los mismos dependen de la temperatura del proceso y la concentración del oxidante.

El proceso de formación de capa de óxido consta de tres etapas: primero la superficie metálica se encuentra limpia y brillante; luego se genera la nucleación de los óxidos y se extienden por toda la superficie llegando a crecer y cubrirla por completo; y por último, se produce el aumento de espesor de dicha película formada [39].

Con la capa de óxido adherente, el metal queda aislado del oxígeno y para que la oxidación continúe, el metal debe difundir a través de la capa de óxido, habiendo un flujo de vacancias, en sentido opuesto, que permiten dicha difusión; éstas influyen en la adherencia de la capa ya que se acumulan en la interfaz de capa-metal. Por otro lado, los elementos aleantes

influyen en las propiedades de la película de óxido formada, por ejemplo el caso del cromo que ayuda a disminuir la velocidad de oxidación del metal por la capa pasiva que forma [39].

La corrosión electroquímica, se genera cuando se producen reacciones electroquímicas en presencia de un electrolito. Cuando sucede ésto se pierden átomos del metal y también uno o dos más electrones (sus electrones de valencia) lo cual genera un pasaje de carga eléctrica [39].

Las reacciones electroquímicas que se producen en este tipo de corrosión, se generan en la interfase entre un metal (u otro sustrato conductor de la electricidad) y una solución (electrolito) [38].

Se pueden escribir en forma general como:



Red es la forma reducida de una o más especies químicas, Ox es la forma oxidada de la/s misma/s especies químicas y n es el coeficiente estequiométrico del electrón e^- [38].

También se suele clasificar la corrosión según su morfología, la cual sirve cuando se quieren evaluar los daños producidos. Pueden ser [39]:

- Corrosión uniforme, cuando la degradación se manifiesta en forma homogénea en la superficie del material.
- Corrosión en placas, cuando se generan daños intermedios entre la corrosión uniforme y un proceso localizado.
- Corrosión por picado, que es una oxidación localizada sobre la superficie metálica, que se extiende hacia el interior del metal.
- Corrosión en rendijas, que es un ataque localizado que se observa en lugares donde no hay renovación del medio corrosivo (por ejemplo en grietas, fisuras, juntas, sellos, bridas, etc).

- Corrosión intergranular, es un tipo de ataque que se propaga a lo largo de los límites de grano. En aceros inoxidable, es muy frecuente cuando el material se encuentra sensibilizado; ya que, tiene carburos de cromo localizados en los bordes de grano, y las zonas aledañas a los mismos se encuentran empobrecidas en cromo, lo que las hace más susceptibles a corrosión electroquímica en presencia de un medio agresivo.
- Corrosión fisurante o corrosión bajo tensión, se presenta cuando el material se encuentra sometido a tensiones y al mismo tiempo a un ambiente agresivo que propicie el desarrollo de un proceso corrosivo.

En la siguiente imagen (**Figura 9**) se muestran esquemas de las diferentes morfologías de corrosión.

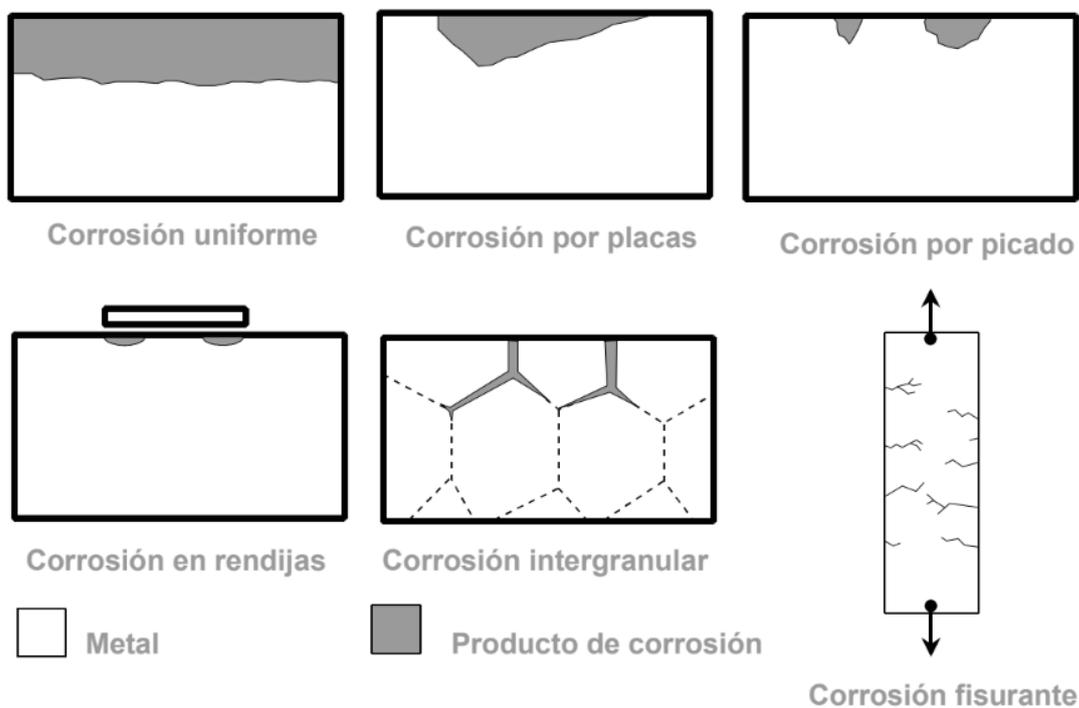


Figura 9: Morfología de los diferentes tipos de corrosión [39].

Evaluación y ensayos sobre corrosión

Es importante la evaluación y ensayos de los materiales, para conocer su comportamiento frente a la corrosión, por ejemplo como método de control de calidad, para una óptima selección de materiales, para predecir la vida útil de un componente, para comprender los fenómenos y procesos corrosivos que se generan, entre otros [40].

Para realizar ensayos de forma acelerada, o en poco tiempo, o cuando se requiere más información que sólo la velocidad de corrosión; se utilizan técnicas electroquímicas [40]. Estas técnicas se pueden utilizar por la naturaleza electroquímica propia del mecanismo corrosivo.

Hay una variedad amplia de técnicas electroquímicas disponibles para estudios de laboratorio de varios fenómenos de corrosión, así como para el monitoreo de la misma.

Para llevar a cabo los ensayos electroquímicos, es necesario el uso de un potencióstato / galvanostato, una celda electroquímica, un electrolito, un electrodo de referencia, uno o más contra electrodos, un electrodo de trabajo (material metálico a evaluar), y un dispositivo de adquisición de datos, entre otros [40].

Los elementos mencionados se esquematizan en la **Figura 10**. Este sistema se suele conocer como celda de tres electrodos,. A través del electrodo de referencia y de trabajo se mide el potencial, impidiendo el paso de corriente a través del electrodo referencia, para evitar un sobrepotencial y mantener su valor constante, y a través del electrodo auxiliar o contraelectrodo junto con el electrodo de trabajo se mide la corriente que circula.

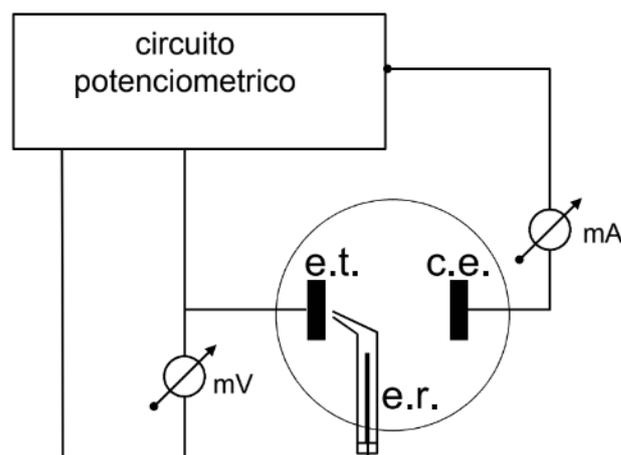


Figura 10: Esquema de celda de tres electrodos [39].

e.t : Electrodo de trabajo

c.e: Contraelectrodo o electrodo auxiliar. Puede ser de platino, grafito, acero inoxidable, etc.

e.r: Electrodo de referencia.

mA: Mili amperímetro.

mV: Mili voltímetro.

El Potenciostato / Galvanostato es un equipo que tiene circuitos electrónicos con la posibilidad de imprimir una corriente o un potencial entre el electrodo de trabajo y el de referencia o auxiliar, de detectar y medir las respuestas del material en términos de corriente o potencial, y después generar gráficas de los datos obtenidos, para observar el comportamiento del material [40].

El electrodo de referencia es un dispositivo que mantiene su potencial en un valor fijo o constante. Existen varios electrodos que se emplean habitualmente, como el de calomel, el de plata/cloruro de plata, el de mercurio/sulfato mercurioso o el de cobre/sulfato de cobre.

El potencial de corrosión o potencial a circuito abierto, es un potencial mixto en el cual las velocidades de las reacciones de oxidación y reducción están en equilibrio (son iguales), también se denomina como potencial natural del sistema. La velocidad de la reacción anódica o catódica en ese potencial de corrosión es igual a la velocidad de corrosión [40].

Curvas de polarización

Las curvas de polarización son relaciones corriente vs potencial, que sirven para predecir la velocidad de corrosión de las reacciones que suceden y ver el comportamiento del material [39]. Se pueden medir de varias maneras:

- Aplicando una corriente constante y midiendo el potencial (Galvanostático)
- Aplicando un potencial constante y determinando la forma en la que varía la corriente (Potenciostático).

Se puede observar el comportamiento de un material a través de la lectura de la curva (**Figura 10**), como por ejemplo:

En la zona 1-2, el metal se disuelve en forma "activa", ya que al aumentar el potencial también aumenta la corriente.

En el barrido de potenciales, se puede observar en algunos casos que la corriente de disolución presenta una disminución brusca 2-3 de varios órdenes de magnitud, y se produce la pasividad (película muy delgada de óxido superficial que dificulta el proceso corrosivo). Las propiedades de esta película definen el comportamiento que tendrá el metal a potenciales más altos [39]. Si la película pasiva es aislante, al aumentar el potencial el óxido irá aumentando de espesor, sin que se note un aumento importante en la corriente, 3-4 (anodizado).

Si el óxido pasivante es buen conductor de electrones y se ensaya en una solución acuosa, cuando se llegue al potencial de desprendimiento de oxígeno, 5, la solución comenzará a descomponerse. Si la solución tiene especies que se oxidan a un potencial inferior al de desprendimiento de oxígeno, se notará un aumento en la corriente.

Si la película pasiva tiene elementos que pueden oxidarse a una valencia mayor y dar productos solubles, se observa también un aumento en la corriente, 6-7, y hay disolución de material, ésto se denomina transpasividad [39].

Ciertos electrolitos producen la inestabilidad de la película pasiva en un determinado potencial, generalmente ocurre en forma localizada y generan un incremento significativo en la velocidad de disolución del metal, 8-9., éste proceso se denomina picado o "pitting" (corrosión localizada) y lo presentan metales tales como el Fe, Cr, Zr, Al, aceros inoxidables, etc., frente a iones tales como cloruros, nitratos, bromuros, etc. [39].

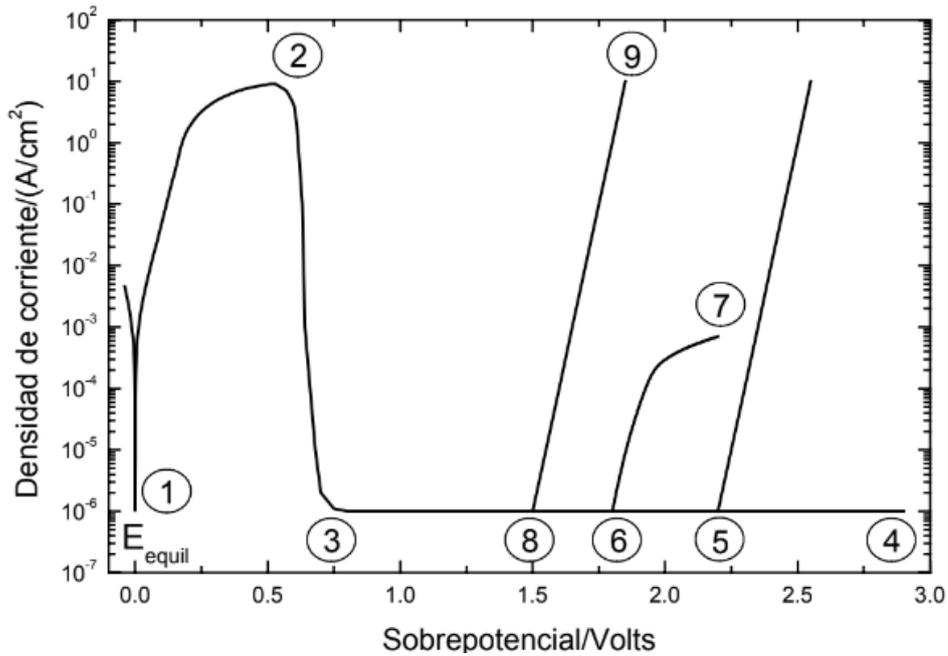


Figura 11: Curva de polarización [39].

Con estas curvas se pueden sacar parámetros característicos como los potenciales de corrosión (medidos a circuito abierto), el potencial de picado y el potencial de repasivación (Figura 12).

El potencial de repasivación es aquel en el que el material recupera su pasividad y se reconstruye su película pasiva.

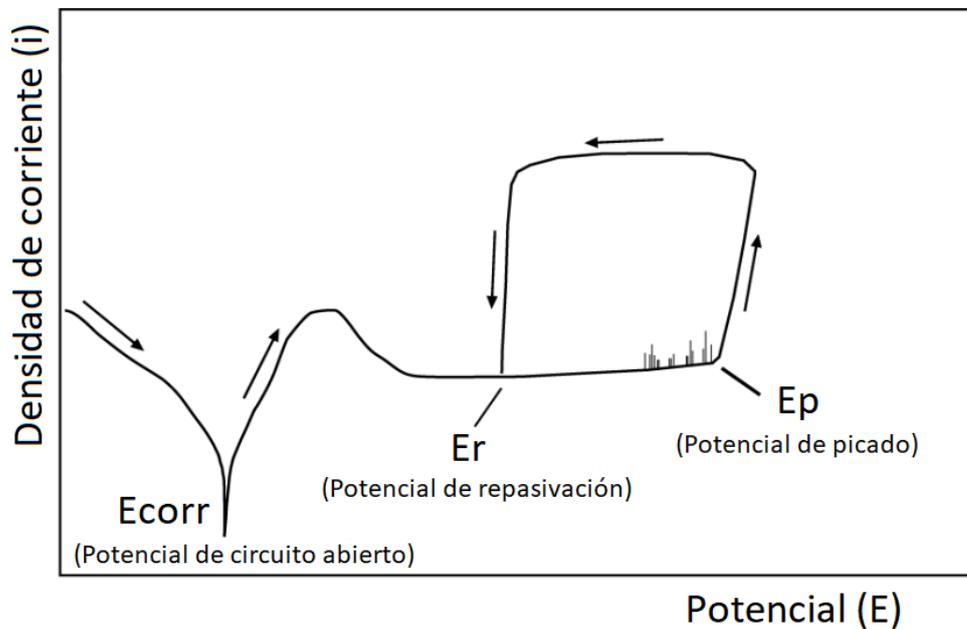


Figura 12: Potenciales característicos obtenidos en una CPC [40].

Evaluación de sensibilizado para aceros inoxidables

Hay varios métodos para la evaluación de sensibilizado de aceros inoxidables, que se los pueden encontrar estandarizados en distintas normas [41][42][43].

Los más usados, emplean electrolitos como H_2SO_4 / KSCN , $\text{HClO}_4/\text{NaCl}$. Como por ejemplo las siguientes técnicas:

- Polarización anódica con baja velocidad de barrido, para determinar la densidad de corriente crítica y de pasivación.
- La medición de carga mediante la aplicación de potencial constante en el pico anódico secundario.
- La técnica de reactivación potenciocinética electroquímica (EPR), la cual se corresponde con las normas ASTM G108 / ISO 12732 [9].

La técnica de reactivación potenciocinética electroquímica (EPR) es un método cuantitativo, no destructivo, rápido y se puede usar en evaluaciones de campo. Existen dos versiones para esta técnica, la medida de Simple Lazo (SL-EPR) y la de Doble Lazo (DL-EPR), siendo esta última la más ampliamente utilizada [44].

Curvas DL-EPR

En este método, se utiliza como electrolito una solución de 0,5M H_2SO_4 + 0,01M KSCN a temperatura ambiente; primero se realiza una medición de potencial de corrosión o de circuito abierto (OCP), en segundo lugar un barrido anódico desde el OCP hasta un potencial de pasivación. Realizando esto, se favorece la disolución activa de toda la superficie generando un pico de corriente denominado corriente de activación, hasta llegar a establecer la capa pasiva [44].

Luego se realiza el barrido de potencial en dirección catódica, el cual genera la disolución de la capa pasiva en las regiones de la película susceptible a la corrosión, por ejemplo, las zonas que tienen deficiencia de cromo debido a la sensibilización del material. Este ataque selectivo de las regiones más susceptibles genera un pico de corriente denominado de reactivación, el cual aumenta si el área atacada aumenta (es decir con la disminución de

cromo, si es un material sensibilizado). La ventaja de este método es que no se ve influenciado por la terminación superficial del material [44].

En la **Figura 13** se observa la gráfica típica de una medida de DL-EPR, donde se encuentran las corrientes I_a e I_r , y la relación entre ellas nos da un índice relacionado con la sensibilización del material; siendo que para aceros inoxidable austeníticos un valor de I_r/I_a mayor a 0,1 indica un material sensibilizado [43].

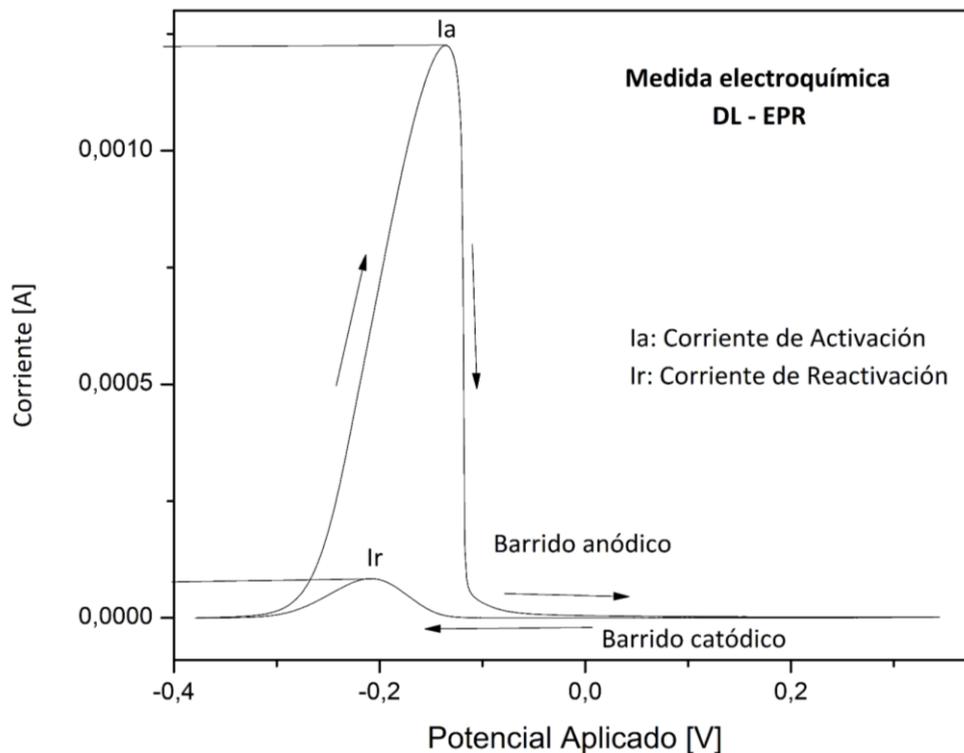


Figura 13: Curva DL-EPR.

Industria alimenticia

Los materiales que se usan en la industria alimenticia y están en contacto con los productos alimenticios deben ser no tóxicos, no contaminantes, insolubles (en los alimentos), muy resistentes a la corrosión, de fácil limpieza y mantenerse brillantes, livianos pero resistentes, tienen que tener buena apariencia a lo largo de los años, bajo costo, no absorbente y duradero, entre otros [25].

Por lo anterior, el acero inoxidable es el principal material empleado para la construcción de los equipos utilizados en las industrias alimenticias, debido a su alta resistencia a la corrosión y la facilidad de limpieza y mantenimiento, que garantizan las condiciones de higiene necesarias [3]. Así mismo, asegura la pureza de los productos

alimenticios que son procesados en equipos construidos con este material y tiene la versatilidad necesaria que permite que varios tipos de productos puedan ser procesados en el mismo equipo. Otro punto a favor es su durabilidad, ya que se espera que la vida útil de los equipamientos de acero inoxidable sea de muchos años, si se utiliza adecuadamente [23].

Las aplicaciones en la industria alimenticia incluyen [23]:

- Equipos de procesamiento como los pasteurizadores, homogeneizadores, separadores, decantadores, detectores de metal, intercambiador de calor, tanque de mezclado y de procesamiento, entre otros.
- Tanques de almacenamiento y equipos como silos, tanques cisternas, máquina de ordeño, enfriador de leche, entre otros.
- Accesorios como válvulas, bombas e instrumentos de laboratorios, entre otros.

Industria láctea

Los seres humanos consumen una gran cantidad de leche de varias especies, además de la propia, como por ejemplo las vacas, búfalos, cabras y ovejas [45]. Este producto es el principal que se procesa en la industria láctea.

La leche es una sustancia secretada por los mamíferos femeninos para alimentar a sus crías y es un producto complejo y nutritivo que contiene más de 100 sustancias que pueden estar en emulsión, suspensión o solución en agua. Sus derivados pueden ser varios, como por ejemplo los productos fermentados (yogurt y queso), leches concentradas, leche en polvo, productos lácteos ricos en grasas (crema y manteca) y helados, entre otros [46].

Composición de la leche

La leche es una mezcla heterogénea (un fluido biológico) que puede ser definida como una sustancia química compleja. Está compuesta principalmente por grasa que se emulsiona en forma de glóbulos, proteínas (principalmente caseína), vitaminas, agua, lactosa junto con algunos minerales (sales orgánicas e inorgánicas, que contienen calcio, cloruros, citratos, magnesio, fósforo, potasio, sodio, entre otros), y proteínas de suero solubles. El pH de la leche normal varía de 6,5 a 6,7 y se modifica a 4,6 cuando está agria. También, aumenta su acidez cuando se incrementa su temperatura [45][46][47].

Corrosión en industria alimenticia

En general la corrosividad de los alimentos es menor que la de otros productos químicos que suelen ser más agresivos; sin embargo hay que tener en cuenta algunos factores presentes en el proceso, como los ácidos orgánicos con bajo pH, la media o alta concentración de soluciones salinas con cloruro que se utilizan, y la alta temperatura en la cual los alimentos son procesados [7].

Aunque haya problemas leves de corrosión que no afectan al funcionamiento, integridad y seguridad de los equipos; no son tolerables ya que contaminan y deterioran los alimentos por los iones metálicos [7].

Debido a los requerimientos de higiene en los equipos para el procesamiento de alimentos, son necesarios procesos de limpieza y sanitización. La correcta selección de los agentes de limpieza y el control estricto de los parámetros de estos procesos, son variables críticas de una estrategia general de control del proceso de corrosión [7].

Corrosión en industria láctea

La corrosión causada en los metales por la leche es un problema económico, pero también comercial y fisiológico. Un equipamiento inapropiado o con corrosión puede producir contaminación de los alimentos por los productos de corrosión que afectan el sabor y el valor del mismo.

La contaminación por metal de forma directa es la que afecta el sabor generando el “gusto metálico”, y de forma indirecta por la acción de las partículas metálicas sobre los microorganismos de la leche. A su vez, la leche produce una corrosión ácida al metal [47].

Corrosión en soldaduras higiénicas

Los óxidos coloreados superficiales que se generan durante un proceso térmico, se producen por corrosión del tipo química; debido a la interacción del oxígeno con el metal a altas temperaturas. Así mismo, todos los defectos que se generen en los procesos de soldadura, pueden desencadenar corrosión del tipo electroquímica por la presencia de un electrolito o medio corrosivo durante su vida útil en servicio.

En la industria alimenticia se propicia la interacción entre superficies soldadas en equipos, cañerías, recipientes, etc, con un medio potencialmente corrosivo debido a los productos que circulan dentro de los sistemas (que dependen del tipo de industria). Esta condición puede generar corrosión electroquímica (el electrolito es el producto) del tipo intergranular si el material se encuentra sensibilizado; por picado si la superficie oxidada disminuye su resistencia a la corrosión; microbiológica o en rendijas por los defectos que pueden retener producto y propiciar un ambiente donde crecen bacterias y se estanca el electrolito; o corrosión bajo tensiones si luego del proceso de soldadura no se realizó un tratamiento térmico.

La Asociación Americana de Soldadura tiene una norma [48] que indica los requerimientos que debe cumplir una soldadura higiénica, entre ellos, se encuentra una guía colorimétrica que se emplea como criterio de aceptación de las uniones soldadas utilizadas en equipos para la industria alimenticia, ésta es una guía visual (**Figura 14**) con los distintos niveles de coloración de los óxidos superficiales (coloreados) que se generan durante el proceso de soldadura, esta guía indica la relación entre la coloración y la cantidad de ppm de oxígeno presentes en el gas de respaldo [48]. Según la norma del año 2020, se aceptan las soldaduras que se encuentran en los ejemplos del 1 al 3 de la **Figura 14**, desde el nivel 4 ya son inaceptables en la condición “AW” (a no ser que se haya acordado otro nivel entre el fabricante y el comprador).

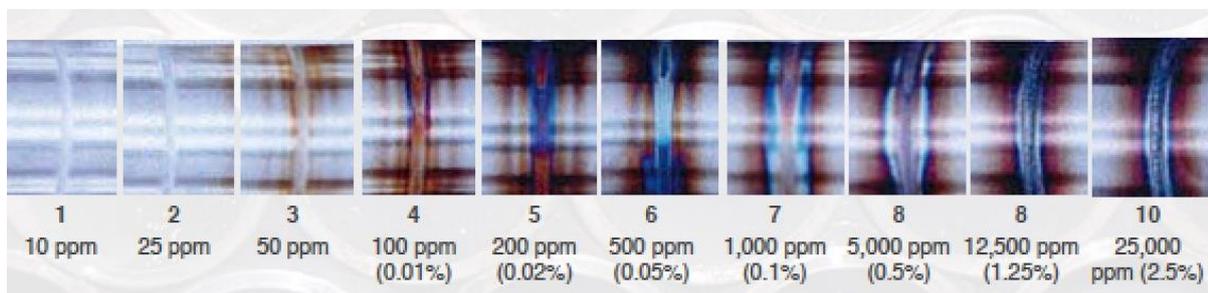


Figura 14: Coloración de óxidos superficiales interiores en tubos austeníticos [48].

MATERIALES Y MÉTODOS

Probetas

Se analizaron probetas soldadas por GTAW de caño de acero inoxidable tipo ASTM A270 - 304L de diámetro de 50,80mm y espesor de 1,37mm, fabricadas bajo diferentes condiciones, obteniendo las distintas terminaciones superficiales que se pueden observar en las **Figuras 15 y 16**. Las tres calidades estudiadas se obtuvieron por la variación del flujo de gas de respaldo, utilizado para reproducir las calidades típicas que se emplean en la industria de fabricación de equipamientos.



Figura 15: Vista exterior del caño.

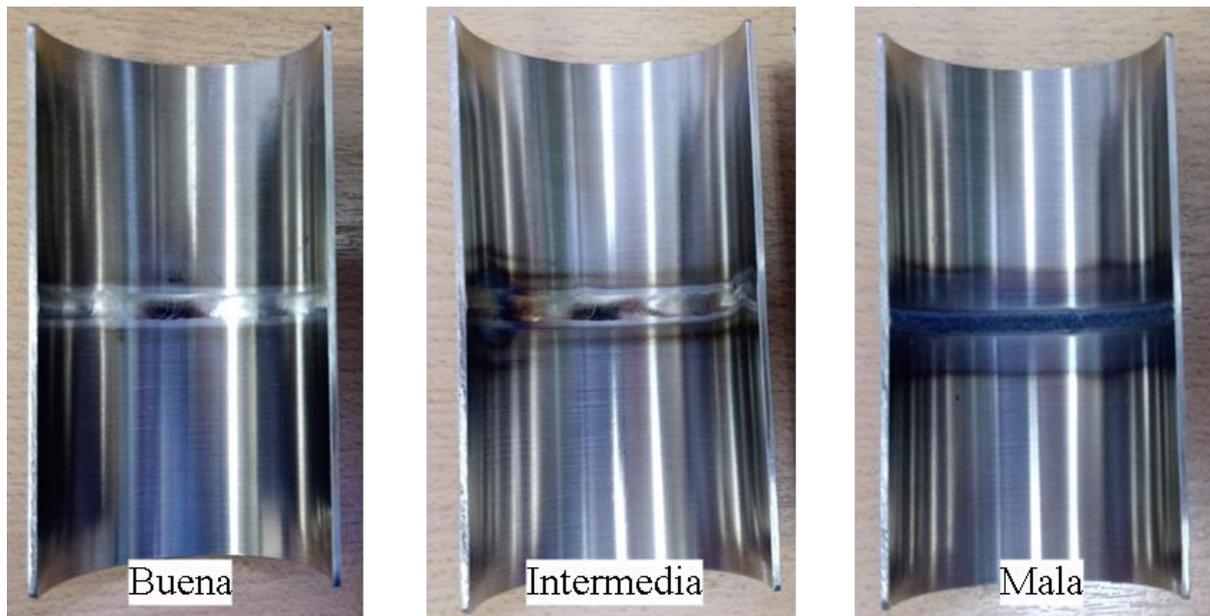


Figura 16: Vista interior del caño.

Se denominaron las probetas de las tres condiciones como “Buena”, “Mala” e “Intermedia”. La muestra “Buena” se procesó con los parámetros óptimos para obtener la mejor terminación posible; la muestra “Intermedia” se realizó con el procedimiento de soldadura empleado generalmente en la industria; y la muestra “Mala” se realizó bajo las peores condiciones que se pueden dar en el proceso de soldadura.

Caracterización microestructural

Se evaluaron las muestras mediante un análisis metalográfico, para observar su condición microestructural. Se utilizó un microscopio óptico marca Leica modelo DMi8, con una cámara Leica DFC-450C, y el software Leica Application Suite versión 4.9.0 para la captura de las imágenes. Se tomaron las micrografías con un aumento de 500x.

El procedimiento para la preparación de la muestra, siguiendo los lineamientos de la norma ASTM E-3 [49], se inició con el corte de las probetas y luego se realizó la inclusión de las mismas (**Figura 17**). Se siguió con la etapa de desbaste y pulido (grueso y fino), pasando por las lijas de granulometría 80 - 120 - 240 - 320 - 400 - 600 - 1000 - 1200 y solución de alúmina 3 μ m con paño húmedo. Se utilizó un ataque electrolítico con un voltaje de 1,5V y un electrolito de ácido nítrico al 60%, durante 10 segundos para el revelado de la microestructura.



Figura 17: Inclusiones de las probetas “Buena”, “Intermedia” y “Mala”, respectivamente.

Evaluación de resistencia a la corrosión

Se realizaron mediciones electroquímicas, que se llevaron a cabo con un potenciostato/galvanostato marca AUTOLAB, modelo 302N y un software de corrosión NOVA 2.1. Se utilizó un electrodo de referencia de Ag/AgCl y un alambre de platino o barra de grafito como electrodo auxiliar.

Las zonas utilizadas para los ensayos electroquímicos se marcaron para no repetir mediciones sobre esas partes de las probetas.

Cada medida informada se efectuó mínimamente por triplicado o hasta obtener resultados repetitivos.

Curvas de polarización cíclica

Las curvas de polarización cíclica (CPC) se realizaron con un electrolito de NaCl a diferentes concentraciones: 3,5%, 0,35% y 0,035%, a temperatura ambiente. La velocidad de barrido utilizada fue de 5mV/s, con una corriente límite de $3 \cdot 10^{-5}$ A y un tiempo de reposo de potencial a circuito abierto de 180 segundos. El método se realizó utilizando una jeringa como celda (**Figura 18**) [50] con volumen de 5 ml. La superficie de medición fue de $19,6 \text{ mm}^2 \pm 0,8 \text{ mm}^2$ aproximadamente [51].

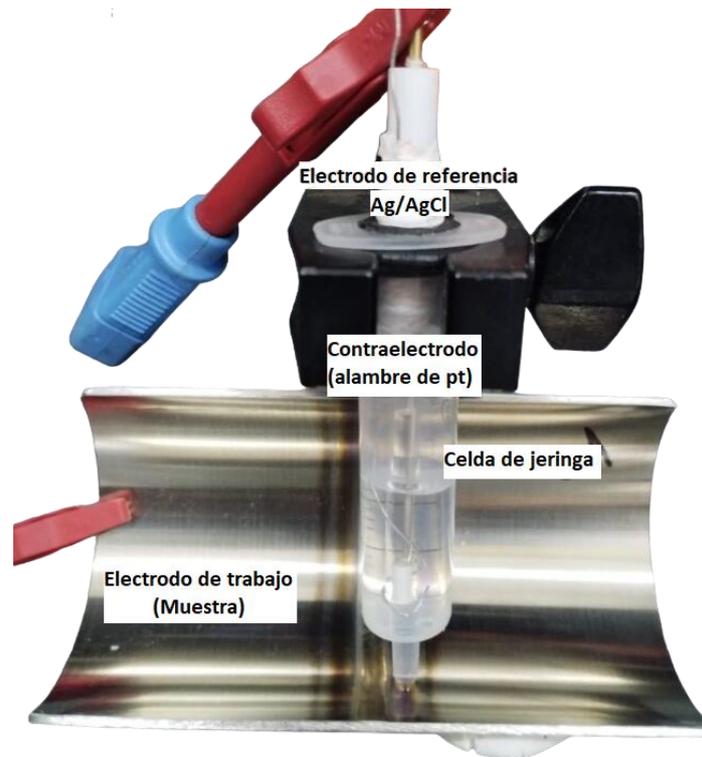


Figura 18: Dispositivo utilizado para hacer las curvas CPC.

Curvas de reactivación potenciocinética electroquímica de lazo doble

Las curvas de reactivación potenciocinética electroquímica de lazo doble (DL-EPR) se realizaron con un electrolito de 0,01M KSCN + 0,5M H₂SO₄ a temperatura ambiente. La velocidad de barrido utilizada fue de 1,67 mV/s, con un barrido de potenciales desde 0 V respecto al potencial de corrosión hasta 344 mV desde el potencial de referencia; y, un tiempo de reposo de 1800 segundos. En cada medida se efectuaron 5 ciclos. Se realizaron limpiezas catódicas sobre las superficies a ensayar antes de hacer las curvas de DL-EPR.

Se utilizaron dos tipos de celdas, para las medidas. En la superficie exterior de los caños se empleó un tubo falcon con un oring pegado en un orificio generado en su punta, de esta forma la superficie de medición fue de 50,3 mm² ± 0,8 mm²; y, para las mediciones superficiales internas se usó una jeringa de 5ml con un oring pegado en su punta, generando una superficie de medición de 28,3 mm² ± 0,8 mm² aproximadamente. Se utilizó un luggin para disminuir la caída óhmica (**Figura 19**).

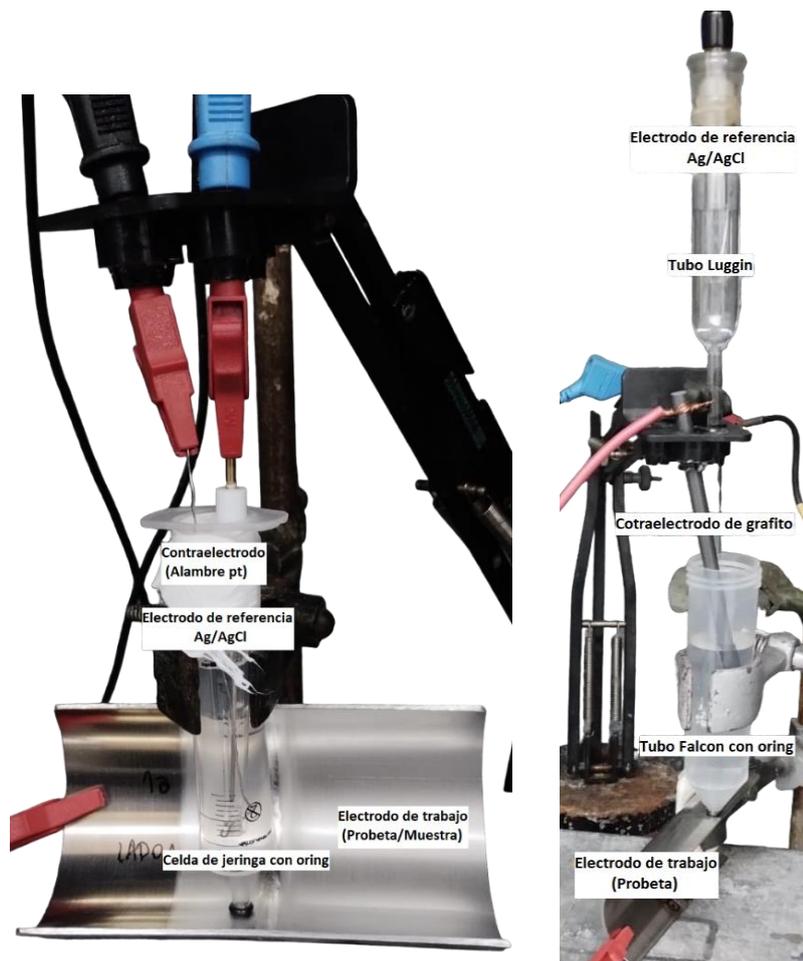


Figura 19: Dispositivo utilizado para hacer las curvas DL-EPR internas y externas respectivamente.

Tratamientos superficiales

Teniendo las probetas en condición “AW” se realizaron las medidas de caracterización microestructural y de resistencia a la corrosión en esta situación inicial.

Luego se realizaron los tratamientos superficiales según las normas ASTM A-380 y A-967 [52][53] y se emplearon los siguientes tratamientos superficiales:

Decapado

Se sugiere utilizar la solución de HNO_3 15-25% / HF 1-8% de 5 a 30 minutos a una temperatura de 21-60° para el decapado [52].

- Se seleccionó una concentración de 20% HNO_3 + 4,5% HF , con un tiempo de 17,5 (18) minutos, utilizando los parámetros medios de los valores recomendados. Se

efectuó el tratamiento a temperatura ambiente de 25°C y sin agitación, simplificando la parte operativa, considerando la potencial aplicación de estos métodos en condiciones industriales. Luego de este tratamiento se realizó un enjuague con agua, agua desionizada y alcohol etílico.

Pasivado

Se recomienda la solución de HNO_3 20-45% a 21-32° con un tiempo entre 30 - 60 min; o una solución de ácido cítrico 4-10% a una temperatura de 21-49° en un tiempo de 20 min para el pasivado [53].

- Siguiendo los mismos criterios que en el tratamiento anterior, se seleccionó la concentración de 32,5% HNO_3 con un tiempo de 45 minutos a una temperatura de 25°C (temperatura ambiente), sin agitación. Luego de este tratamiento se realizó un enjuague con agua, agua desionizada y alcohol etílico.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Observación visual

Se realizó una observación visual, dónde se apreció una mínima variación de color en la superficie exterior de las diferentes muestras, como se aprecia en la **Figura 15**. Por el contrario, del lado interior, como se aprecia en la **Figura 16**, se observó que la muestra “Buena” presenta un color plateado, que se puede deber a la utilización del parámetro óptimo para el gas de respaldo; la “Intermedia” tiene una coloración en tonos beige amarillentos, por causa de que el gas de respaldo varió, por lo tanto la atmósfera reaccionó con el material formando diferentes óxidos; y por último, la “Mala” se observa con una coloración intensa oscura en tonos azul/marrón/negro y se puede deducir que se obtuvo con el peor parámetro utilizado para el gas de respaldo; esto coincide con lo dicho por diversos autores [30][31][32][33][37].

Así mismo las probetas “Buena” e “Intermedia” se clasificarían por debajo del nivel 3 en la escala colorimétrica, por lo que estarían en una condición aceptable según la norma [48].

Caracterización microestructural

En las siguientes imágenes se muestran las micrografías tomadas de las probetas reveladas.

En primer lugar, se observan las metalografías obtenidas para la muestra “Buena” del material base (**Figura 20. a**), revelándose los bordes de grano austeníticos equiaxiales de tamaño irregular [10] y una pequeña cantidad de ferrita delta. En las **Figuras 20.b y 20.c** se observan las microestructuras de transición desde el material base, pasando por la ZAC hasta el cordón de soldadura respectivamente. Se observa el crecimiento (aumento de tamaño) de grano austenítico por efecto de la temperatura del proceso de soldadura, y cómo va apareciendo y cambiando la morfología de la ferrita hasta la microestructura del centro del cordón de soldadura (se observan morfologías de ferrita vermicular y lacy) [15].

Se repite el comportamiento para las microestructuras de las probetas “Intermedia” (**Figuras 21.a, 21.b y 21.c**) y “Mala” (**Figuras 22.a, 22.b y 22.c**). Además, no se detectó la presencia de carburos en los bordes de grano (el material no se encuentra sensibilizado).

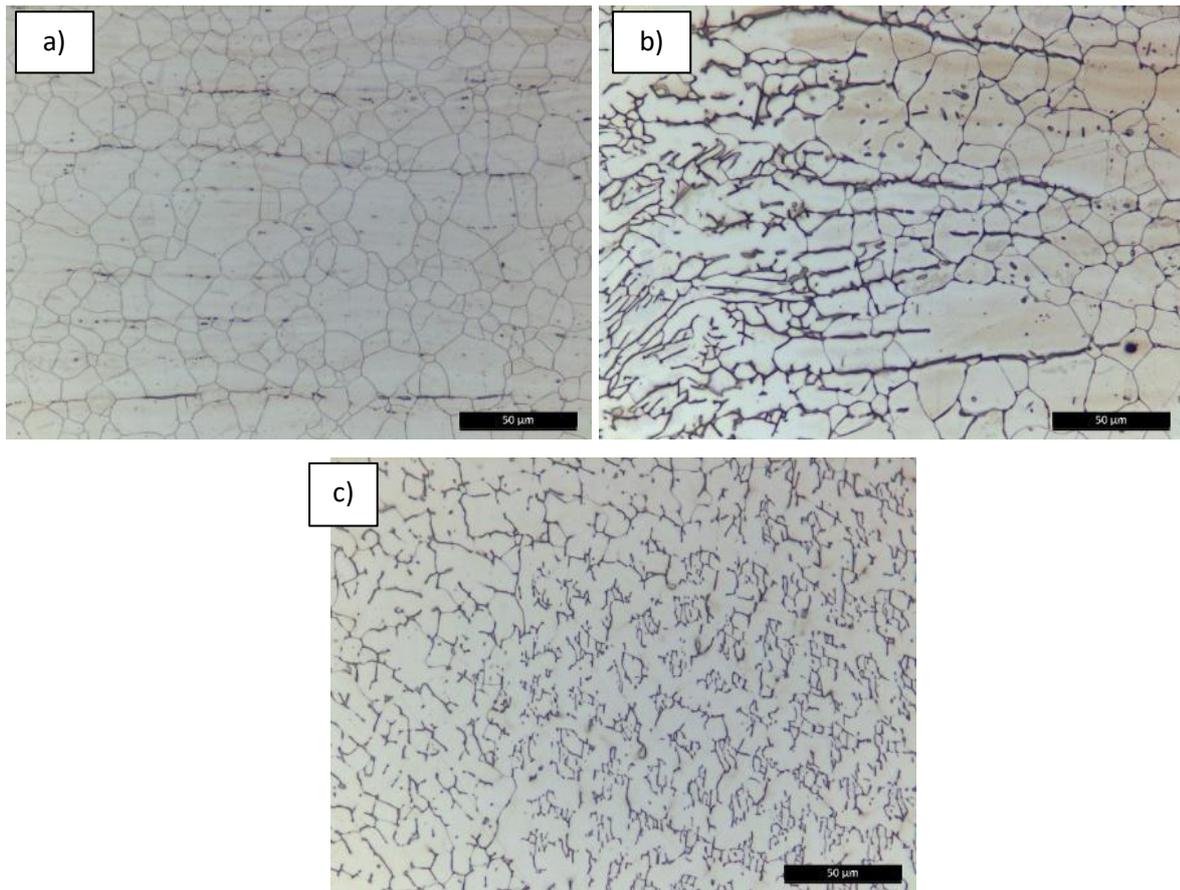
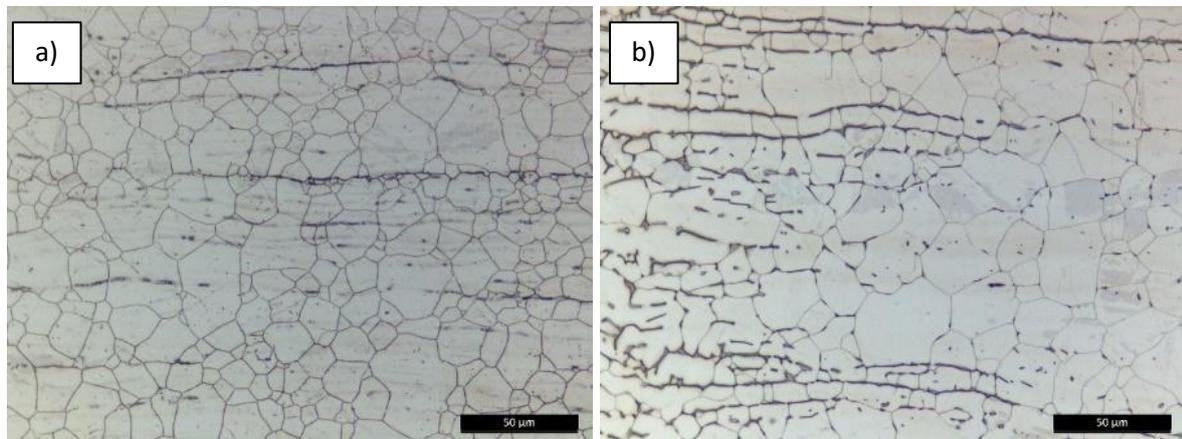


Figura 20: Micrografías a 500x a) Material Base b) Zona Afectada por el calor c) Cordón de soldadura – “Buena”.



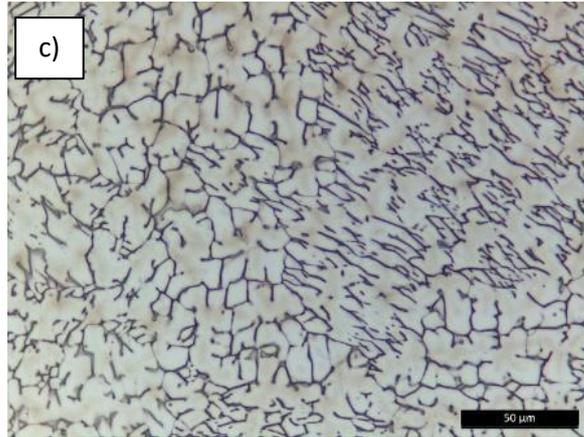


Figura 21: Micrografías a 500x a) Material Base b) Zona Afectada por el calor c) Cordón de soldadura – “Intermedia”.

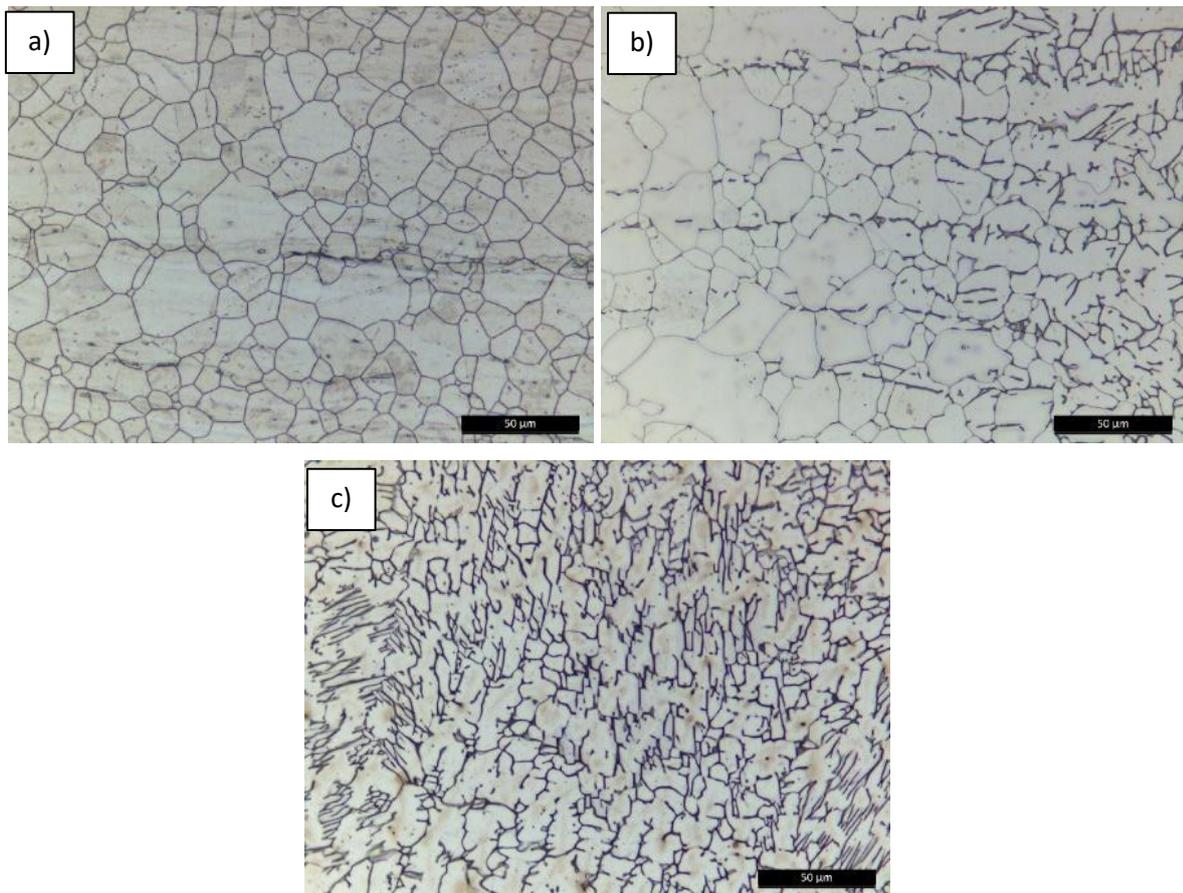


Figura 22: Micrografías a 500x a) Material Base b) Zona Afectada por el calor c) Cordón de soldadura – “Mala”.

Evaluación de resistencia a la corrosión

Curvas CPC

En la **Figura 23** se muestran los resultados obtenidos en la superficie exterior de las probetas con una concentración de 3,5% NaCl. Se aprecian resultados similares para las distintas condiciones evaluadas, en coincidencia con el aspecto superficial observado en las probetas. Esto se explica con los parámetros variados durante la fabricación de las probetas, ya que se modificó únicamente el gas de respaldo en el interior del tubo.

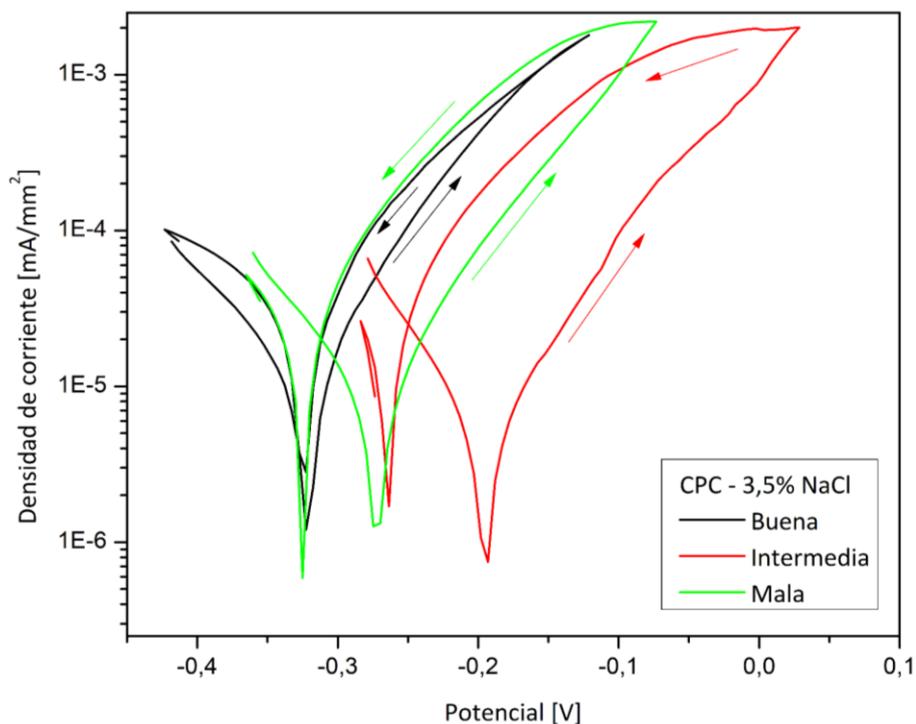


Figura 23: Gráfico CPC representativo obtenido de la superficie exterior.

Las CPC de las **Figuras 24, 25 y 26**, muestran los resultados obtenidos en la superficie interior de las muestras e indican un comportamiento de disolución activa del material, en todas las probetas y en las concentraciones ensayadas.

Todas las probetas mostraron un desempeño similar en la solución de 3,5% NaCl (**Figura 24**), teniendo comportamientos de disolución activa con un potencial a circuito abierto promedio de -0,3 V; por esto se procedió a diluir el electrolito, para analizar si se pueden obtener comportamientos diferenciales entre las distintas condiciones evaluadas: sin embargo, se obtuvieron comportamientos similares [51].

Esto se respalda con las investigaciones de diferentes autores [29][30][32][33][34][35], cuando se trata de las muestras “Intermedia” y “Mala”; sin embargo, el comportamiento activo de la muestra “Buena” se puede relacionar con que la capa puede no ser protectora aunque no presente una coloración superficial.

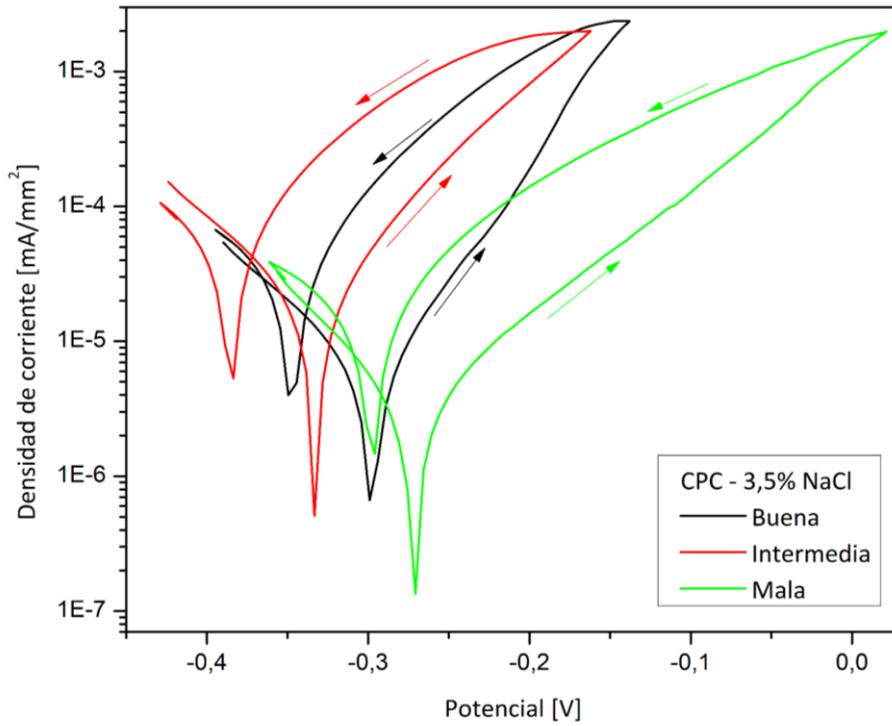


Figura 24: CPC en ZAC interior AW– 3,5% NaCl.

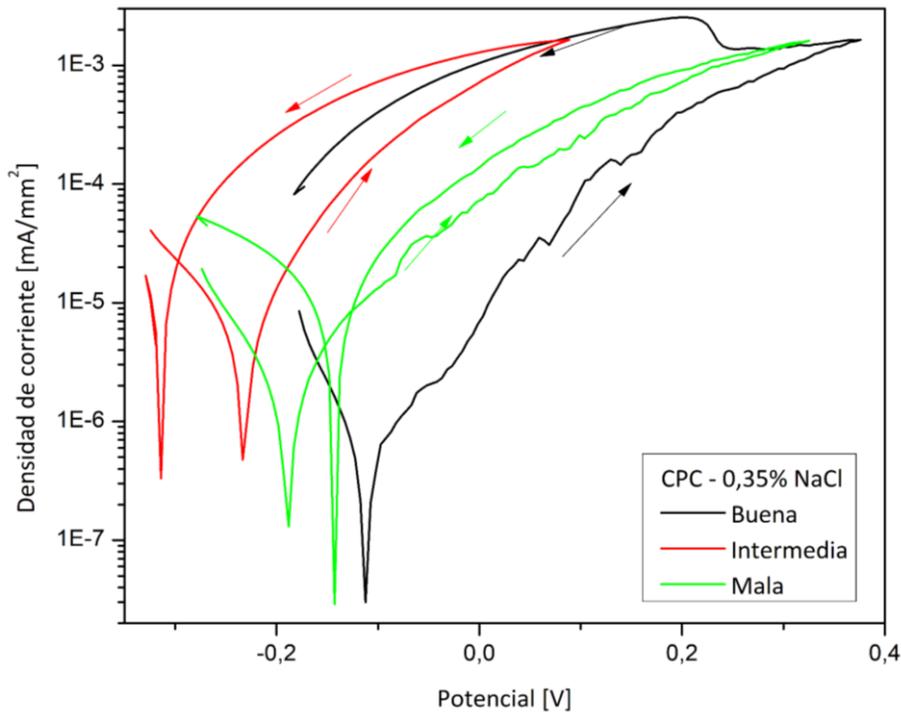


Figura 25: CPC en ZAC interior AW– 0,35% NaCl.

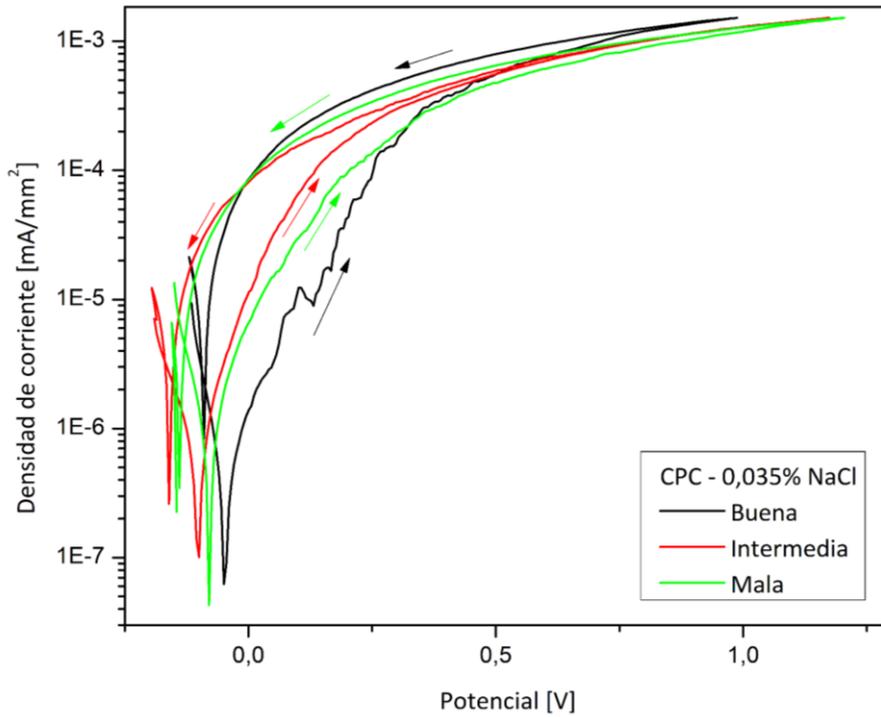


Figura 26: CPC en ZAC interior AW – 0,035% NaCl.

Curvas DL-EPR

Las curvas de DL-EPR obtenidas para las superficies exteriores de las probetas presentaron comportamientos similares entre sí. En la **Figura 27** se muestra una de las mediciones efectuadas, a modo representativo.

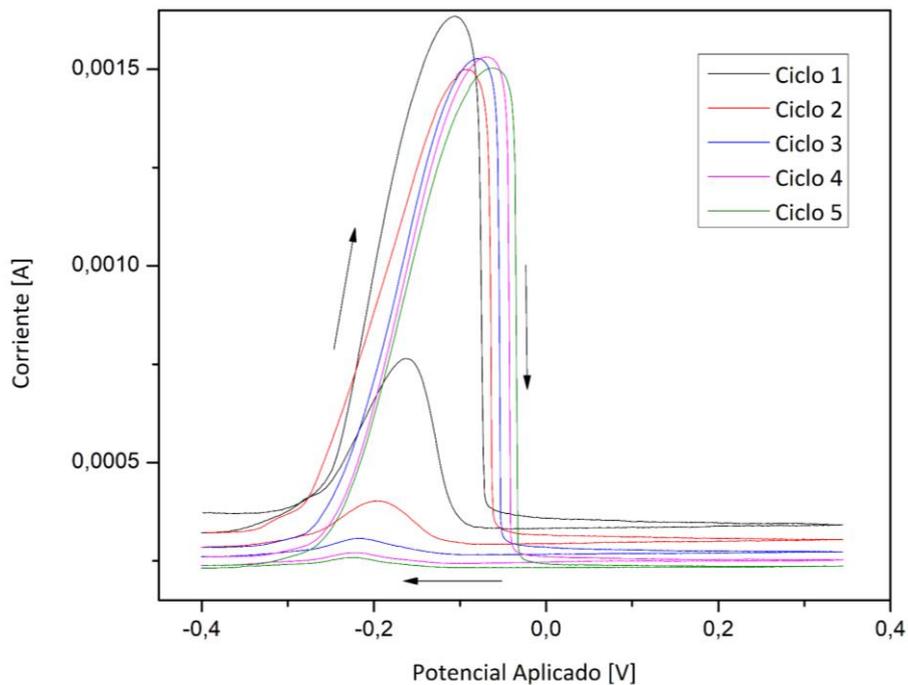


Figura 27: Gráfico DL-EPR representativa obtenida de la superficie exterior.

Por otro lado, para las medidas del lado interior de las muestras, en las curvas DL-EPR (**Figuras 28, 29 y 30**) se nota cómo las probetas “Buena” e “Intermedia” dan mejores resultados de la relación de I_r/I_a , que la muestra “Mala”.

Esto se ve influenciado por la variación de los gases de respaldo, usados en los procesos de unión. Se puede inferir una correspondencia entre los óxidos superficiales analizados y los valores de I_r/I_a , donde la peor calidad da valores de I_r/I_a peores (más altos). Incluso en ausencia de sensibilización, los índices obtenidos a partir de la relación de corrientes I_r/I_a de las curvas DL-EPR presentan valores acordes a un material sensibilizado.

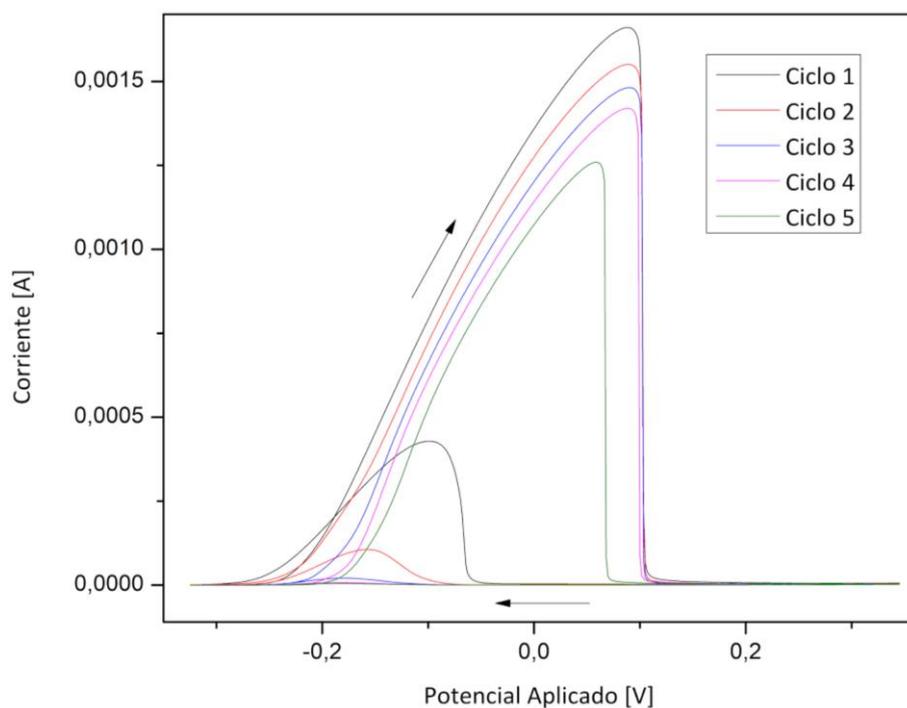


Figura 28: DL-EPR en ZAC interior AW- “Buena”.

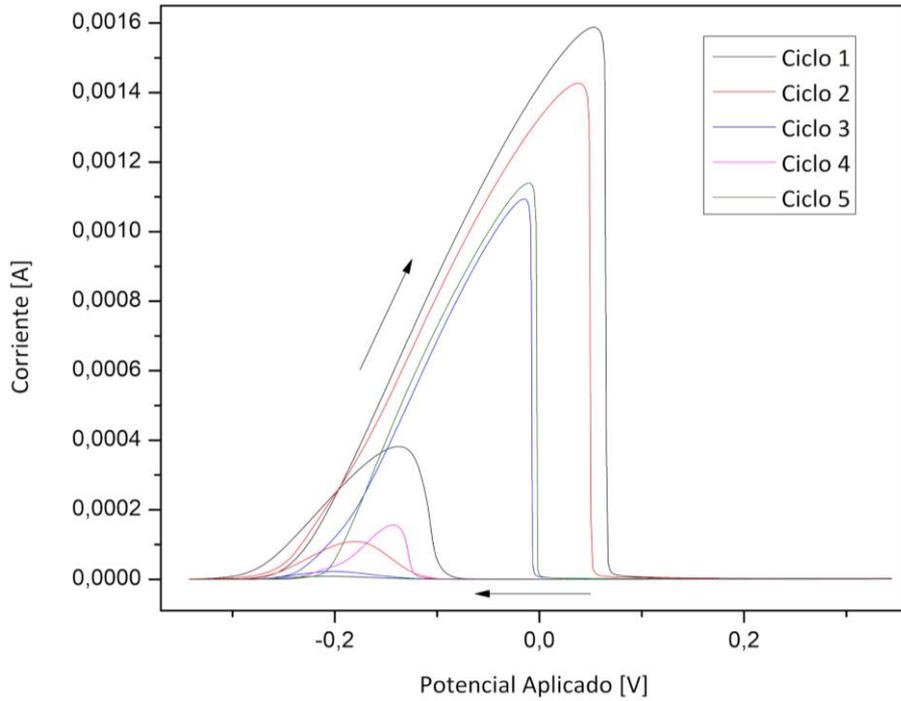


Figura 29: DL-EPR en ZAC interior AW – “Intermedia”.

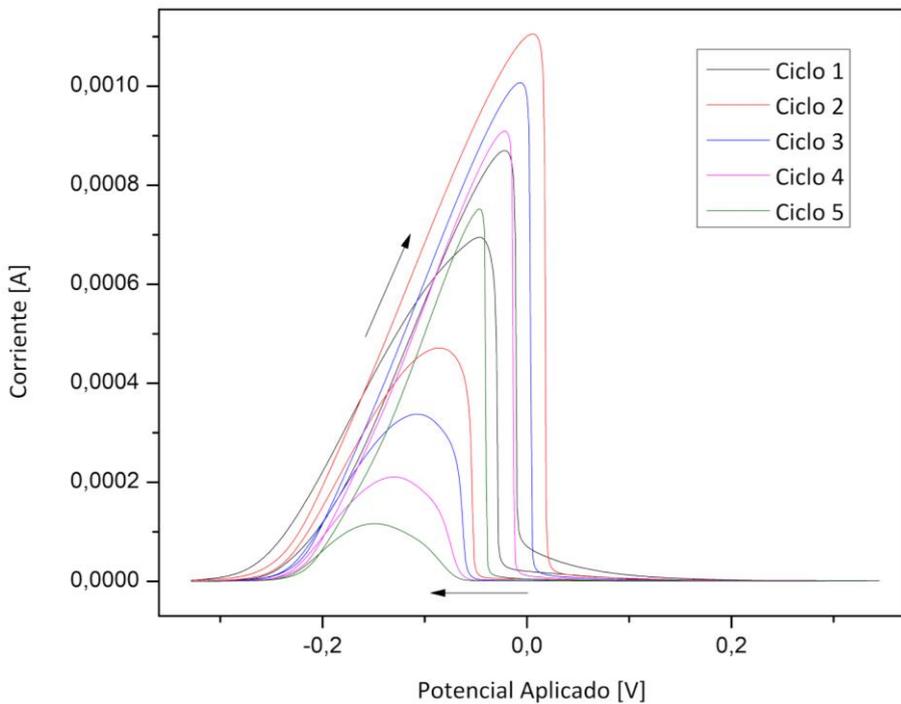


Figura 30: DL-EPR en ZAC interior AW – “Mala”.

Las pruebas se repitieron con la superficie lijada (**Figura 31**); es decir, sin la presencia de la capa de óxidos superficiales, y los coeficientes dieron resultados menores a 0,1 acordes

a un material no sensibilizado [43], lo cual tiene correspondencia con el tipo de acero que se está evaluando (acero 304L) y las micrografías obtenidas [29][30][32][33].

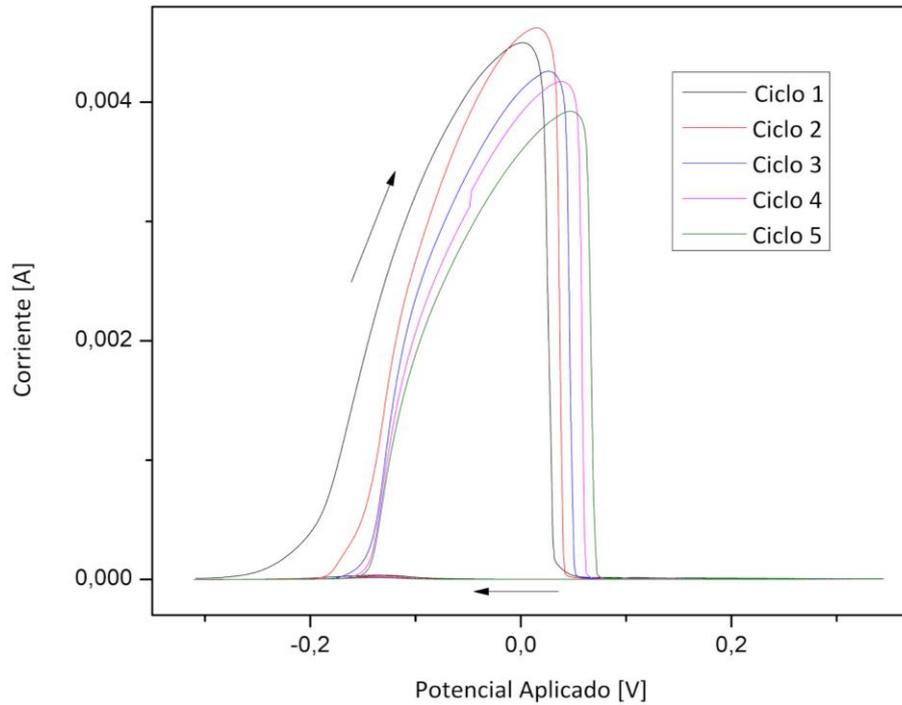


Figura 31: DL-EPR en ZAC con superficie lijada.

En el eje vertical del siguiente diagrama (**Figura 32**) se encuentran los valores de las relaciones de corriente de reactivación y corriente de activación; mientras que en el eje horizontal se ubican las muestras ensayadas.

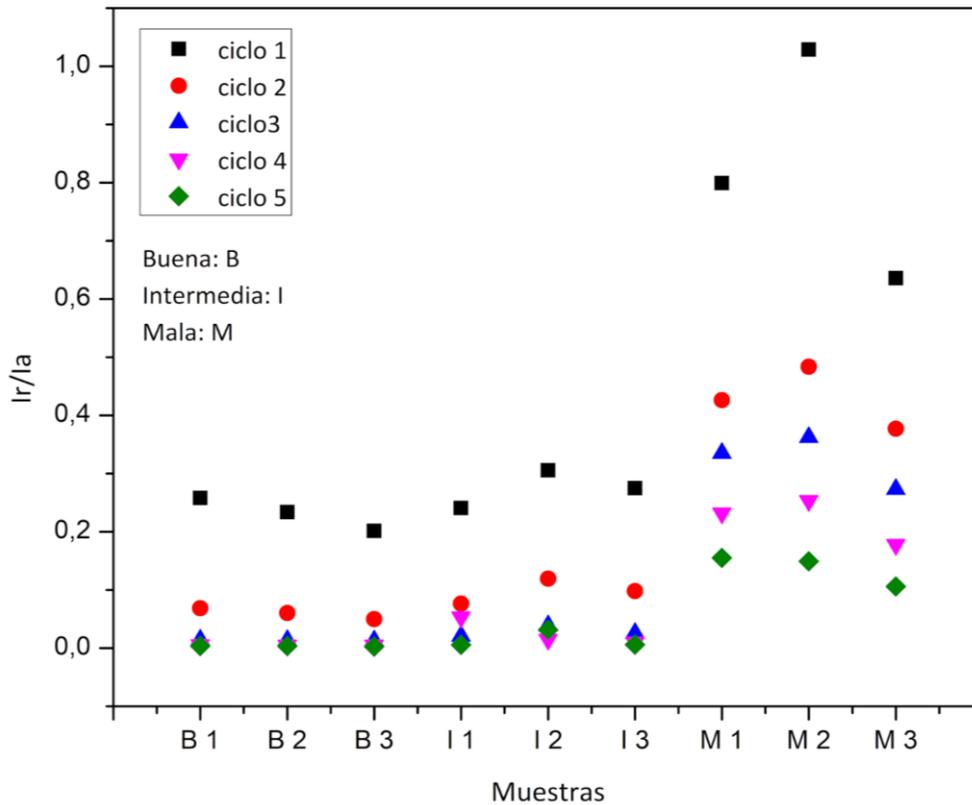


Figura 32: Relaciones Ir/Ia en ZAC interior AW.

Se aprecia que los índices obtenidos en cada ciclo van disminuyendo, siendo esto más notorio en las probetas “Malas”. Esto podría corresponderse por el espesor y el tipo de óxido generado en cada probeta. Con esta técnica se pudieron obtener diferencias de comportamiento entre las distintas condiciones, a diferencia de las medidas de CPC con distintas concentraciones de NaCl, mostradas anteriormente.

Tratamientos superficiales

Los tratamientos superficiales se realizaron de manera satisfactoria siguiendo los lineamientos de las distintas normas mencionadas [52][53] (**Figuras 33, 34 y 35**).

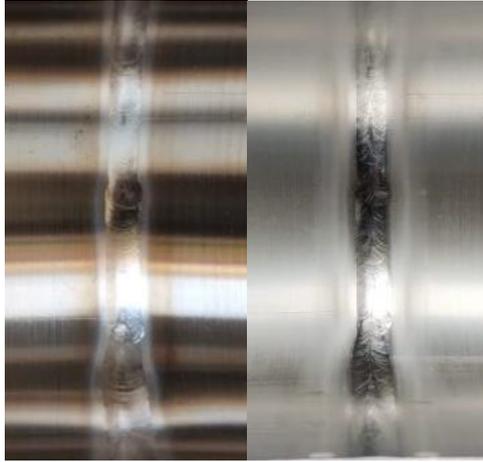


Figura 33: “Buena” - Antes y después de los tratamientos (izq. y der. respectivamente)

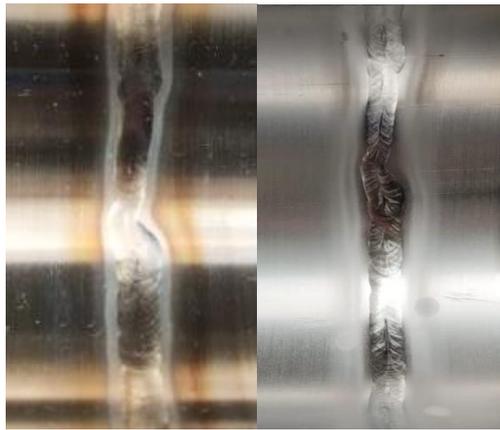


Figura 34: “Intermedia” - Antes y después de los tratamientos (izq. y der. respectivamente)



Figura 35: “Mala” - Antes y después de los tratamientos (izq. y der. respectivamente)

Los potenciales de picado y de repasivación que se informan a continuación son los medidos respecto al potencial del electrodo de referencia. Las denominaciones en los gráficos significan:

- AW: La probeta soldada sin tratar superficialmente.

- Decapado (D): La probeta soldada luego de realizado el proceso de decapado químico.
- D + P: La probeta soldada luego de realizado el proceso de decapado y pasivado químico.

Material Base

Se caracterizó el comportamiento del material base en las condiciones de ensayo mediante la técnica de curva de polarización y, como se aprecia en la **Figura 36**, los efectos de los tratamientos sobre el material fueron beneficiosos, mejorando las propiedades ante la corrosión del mismo. Esto se ve reflejado en la potencial de picado, el rango de pasividad y el potencial de corrosión normal del sistema (potencial a circuito abierto), ya que se advierte que:

- El potencial a circuito abierto para las condiciones tratadas superficialmente aumentan con respecto a la probeta “AW”.
- El rango de “pasividad” en la condición “AW” es de alrededor de 400 mV, mientras que en condición de “Decapado” es de 500 mV y en condición “Decapado más Pasivado” es de 800 mV aproximadamente.
- El potencial de picado aumenta con la aplicación de los diferentes tratamientos, siendo el potencial de picado a los 500 mV para la condición “AW”, 600 mV para condición de “Decapado” y a los 850 mV en la condición “Decapado más Pasivado” aproximadamente.

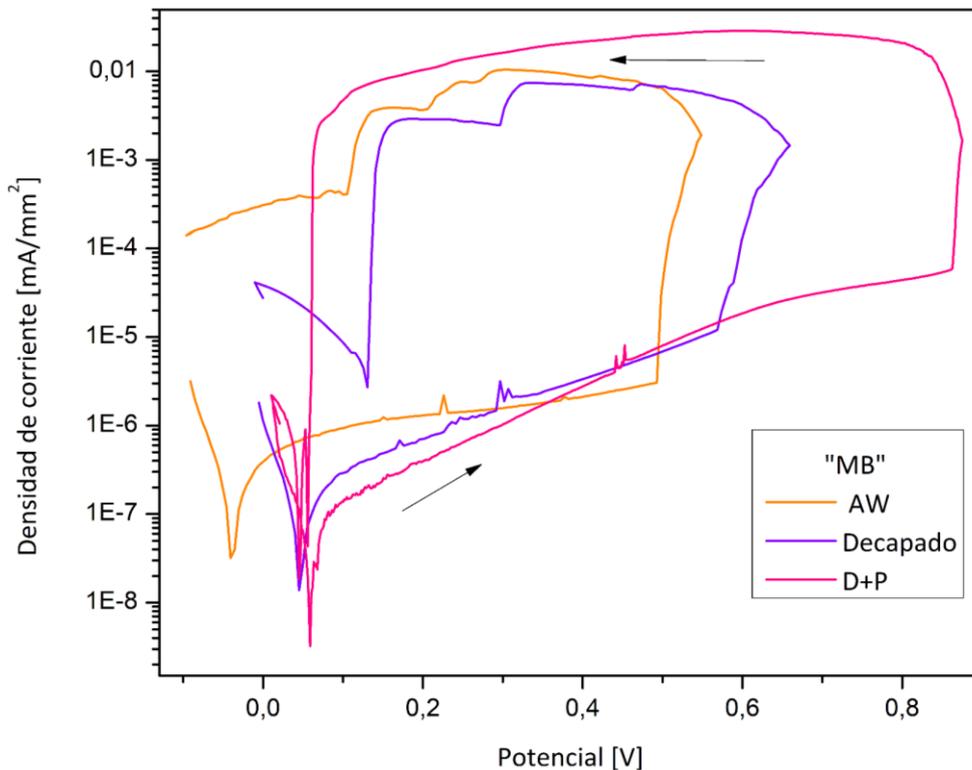


Figura 36: CPC en MB de las tres condiciones superficiales evaluadas.

Luego se procedió a caracterizar las ZAC de las probetas tratadas superficialmente mediante las técnicas electroquímicas.

Curvas CPC

Probeta Buena

Se muestra en la **Figura 37** el comportamiento de la probeta denominada “Buena” para los tres tratamientos superficiales efectuados. Se puede observar que el comportamiento ante la corrosión mejora debido a lo siguiente:

- El potencial de corrosión a circuito abierto se incrementa desde la condición “AW”, luego “Decapado” y por último “Decapado más Pasivado”.
- En condición “AW” el comportamiento del material es totalmente activo en presencia del electrolito utilizado (3,5% NaCl); sin embargo, luego del proceso de decapado (curva violeta de la **Figura 31**) la densidad de corriente disminuye muy significativamente en un amplio rango de potenciales, de 600 mV aproximadamente,

lo mismo ocurre para la condición “Decapado más Pasivado” en que el rango es de 800 mV aproximadamente.

- Respecto del potencial de picado, en condición “AW” no se observa al tener un comportamiento totalmente activo. Por otra parte, para las condiciones de “Decapado” y “Decapado más Pasivado” sí se presenta a un potencial de aproximadamente 550 mV y 800 mV respectivamente.
- Se observa que cuando se realiza el barrido en dirección catódica (el barrido desde el potencial de picado hacia el potencial de corrosión) la corriente disminuye drásticamente, esto sucede en el potencial de repasivación, lo cual se observa en las probetas tratadas superficialmente. Dicho potencial es más alto para la condición de “Decapado más Pasivado” (300 mV) que la condición de “Decapado” (100 mV).

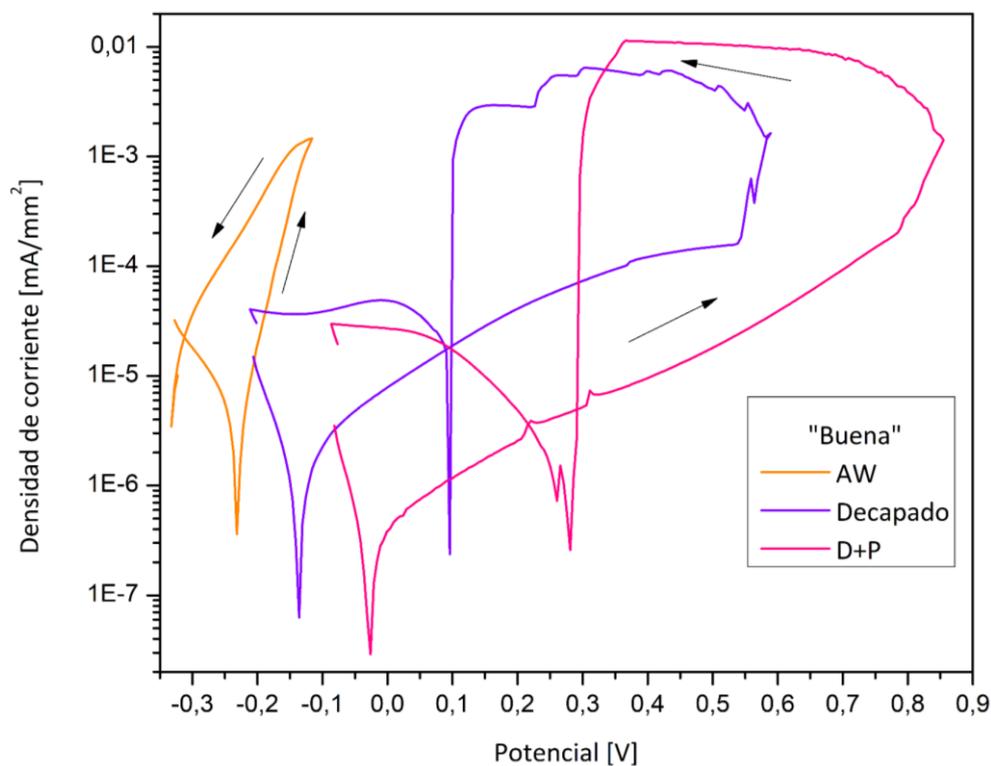


Figura 37: CPC en ZAC interior - “Buena” en las condiciones superficiales evaluadas.

Probeta Intermedia

El comportamiento de la probeta “Intermedia”, observado en la **Figura 38**, es similar al de la probeta “Buena”, en las tres condiciones evaluadas. Presentando:

- Aumento del potencial a circuito abierto con el mismo patrón que en la probeta “Buena”.
- Comportamiento activo en la condición “AW”, y disminución marcada de la densidad de corriente en un amplio rango de potenciales, de 600 mV y 800 mV en las condiciones de “Decapado” y “Decapado más Pasivado”. Además, presentan un potencial de picado a los 600 mV y más de 800 mV respectivamente.
- Así mismo se observa la repasivación del material, ya que luego de realizar el barrido anódico de potenciales se observa una caída de la corriente en los potenciales de 200 mV y 100 mV para las dos condiciones tratadas superficialmente.

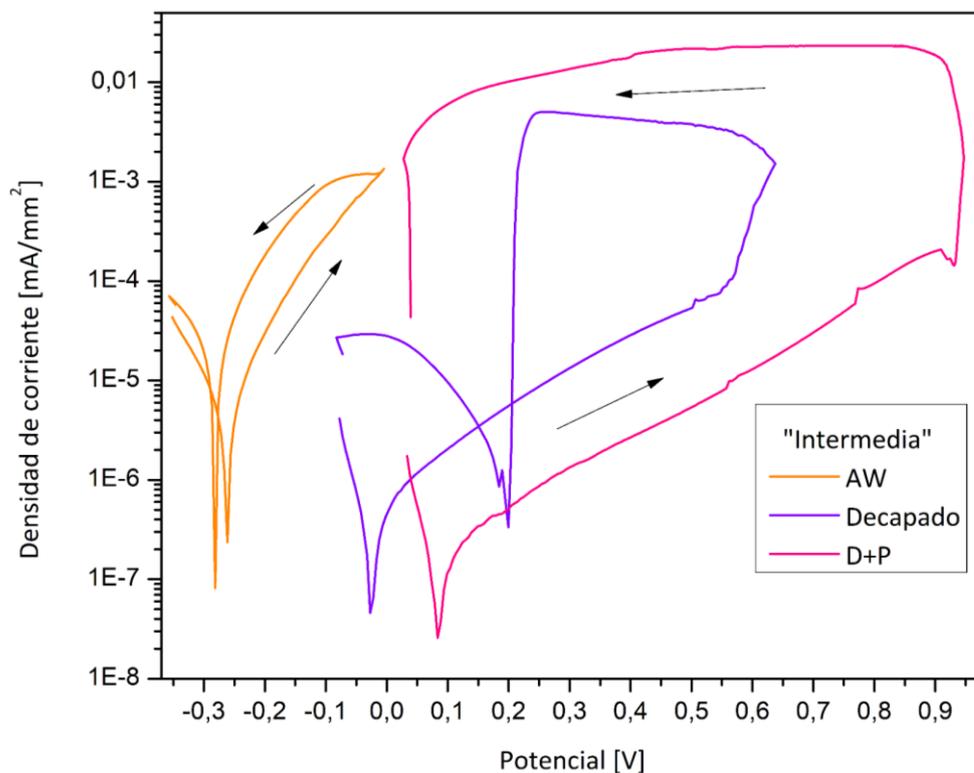


Figura 38: CPC en ZAC interior - “Intermedia” en las condiciones superficiales evaluadas.

Probeta Mala

En la **Figura 39** se muestran las curvas CPC para la probeta “Mala”. Se observa que el comportamiento es similar al analizado para las demás condiciones estudiadas.

- Sigue el mismo comportamiento respecto del potencial a circuito abierto que las probetas ensayadas “Buena” e “Intermedia”.
- Se muestra el comportamiento activo de la condición “AW” y un mejor comportamiento frente a la corrosión para las dos condiciones restantes.
- La probeta “Mala” en condición de “Decapado” tiene un rango de potenciales de 800 mV donde la densidad de corriente es baja, y un potencial de picado a los 600 mV.
- La probeta “Mala” en condición de “Decapado más pasivado” posee un rango de potenciales de 500 mV donde la densidad de corriente es baja, y un potencial de picado a los 600 mV aproximadamente.
- Ambas condiciones tratadas superficialmente presentan un potencial de repasivación a los 150 mV aproximadamente.

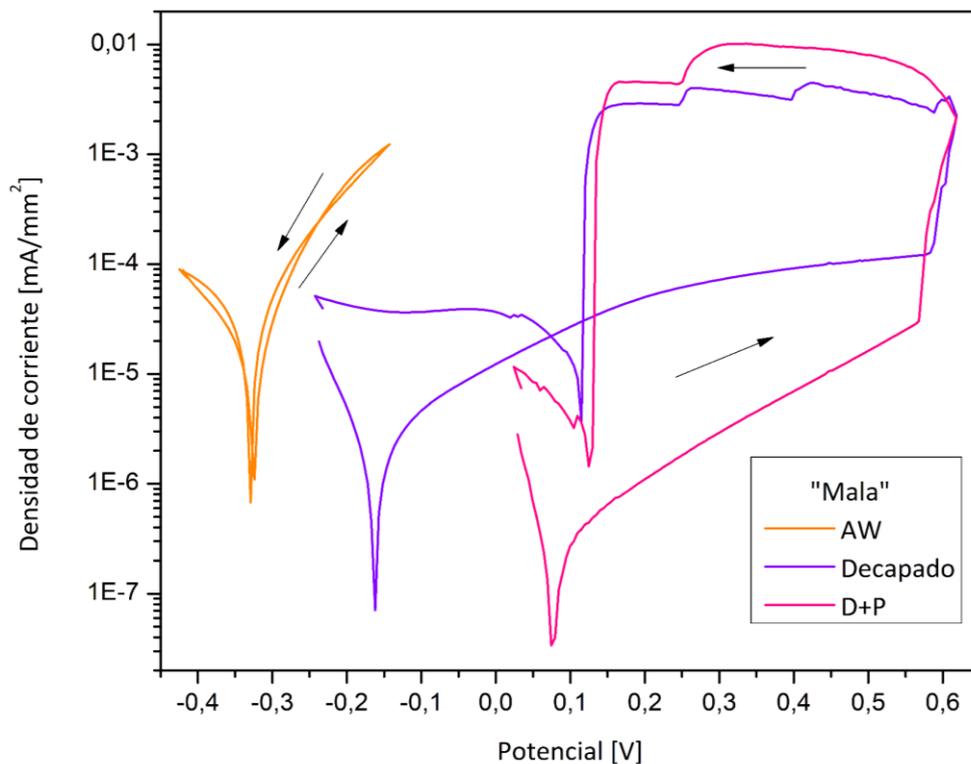


Figura 39: CPC en ZAC interior - “Mala” en las condiciones superficiales evaluadas.

Después de estos tratamientos se observa que el potencial a circuito abierto es más noble (más positivo) en las probetas tratadas que sin tratar, de uniones soldadas con GTAW [28].

Además, se aprecia un rango de potenciales donde la densidad de corriente es baja, en las muestras tratadas superficialmente, en comparación con la muestra “AW”, esto es importante ya que la corriente se relaciona de la cinética del proceso y la velocidad de corrosión [29]. Una vez que se limpian los óxidos superficiales las probetas vuelven a adquirir mejores propiedades frente a la corrosión [29][30][32][33][54][55].

Curvas DL-EPR

En las **Figuras 40, 41, 42, 43, 44 y 45** se muestran las curvas representativas de las mediciones efectuadas de las superficies tratadas de las distintas probetas.

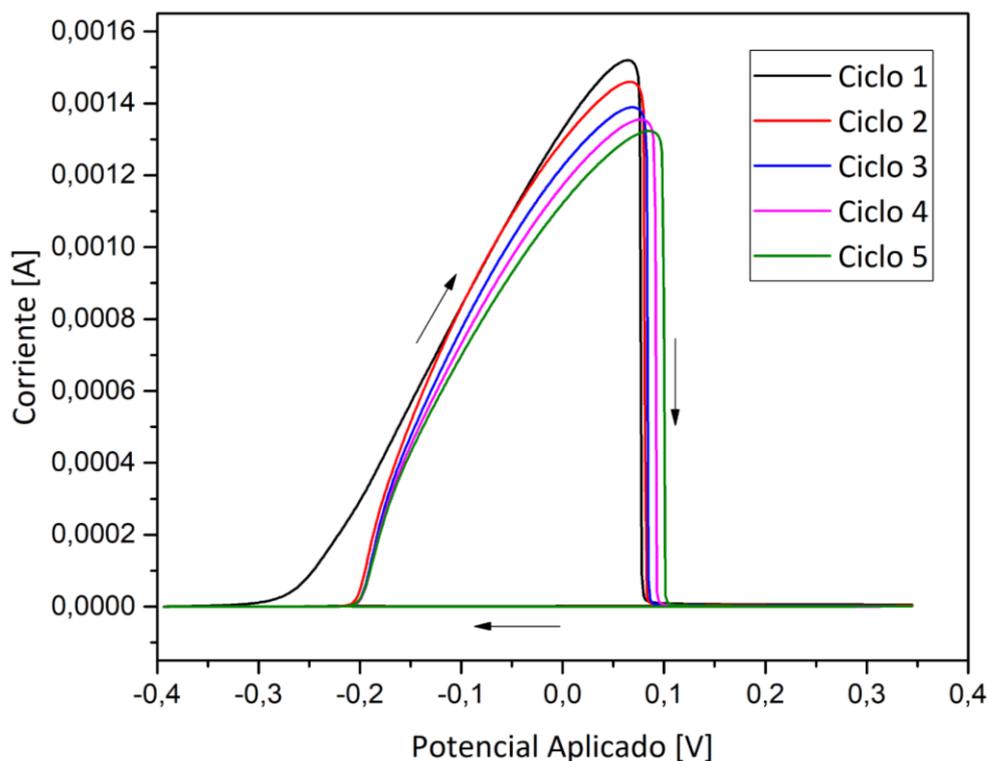


Figura 40: DL-EPR en ZAC interior “Buena” - “Decapado”

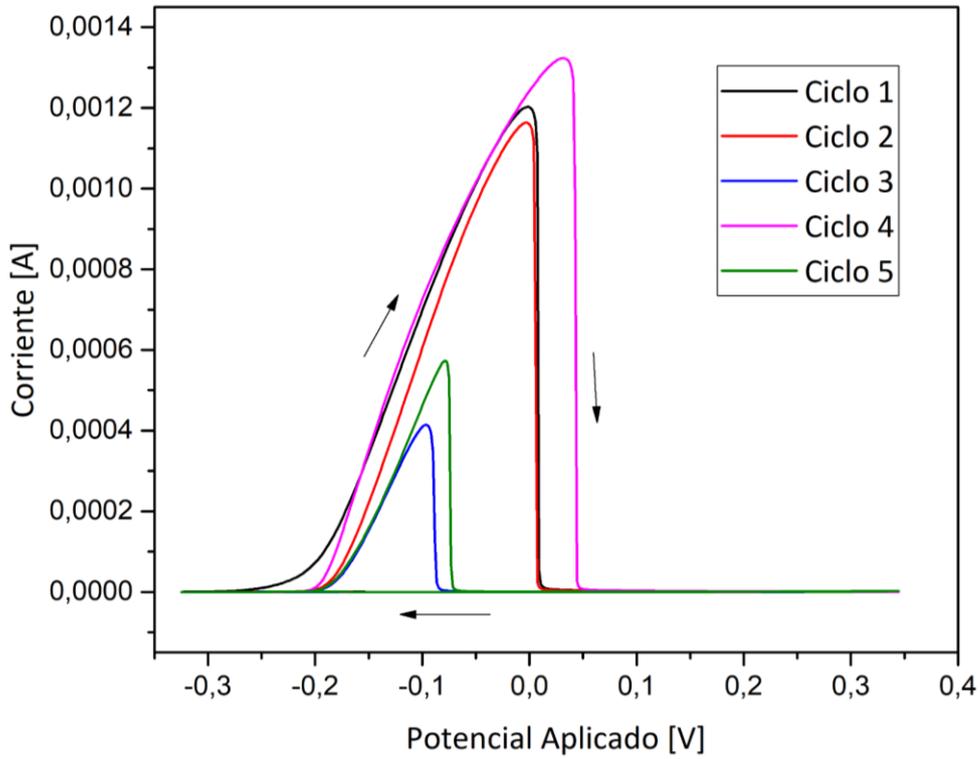


Figura 41: DL-EPR en ZAC interior “Buena” - “D + P”

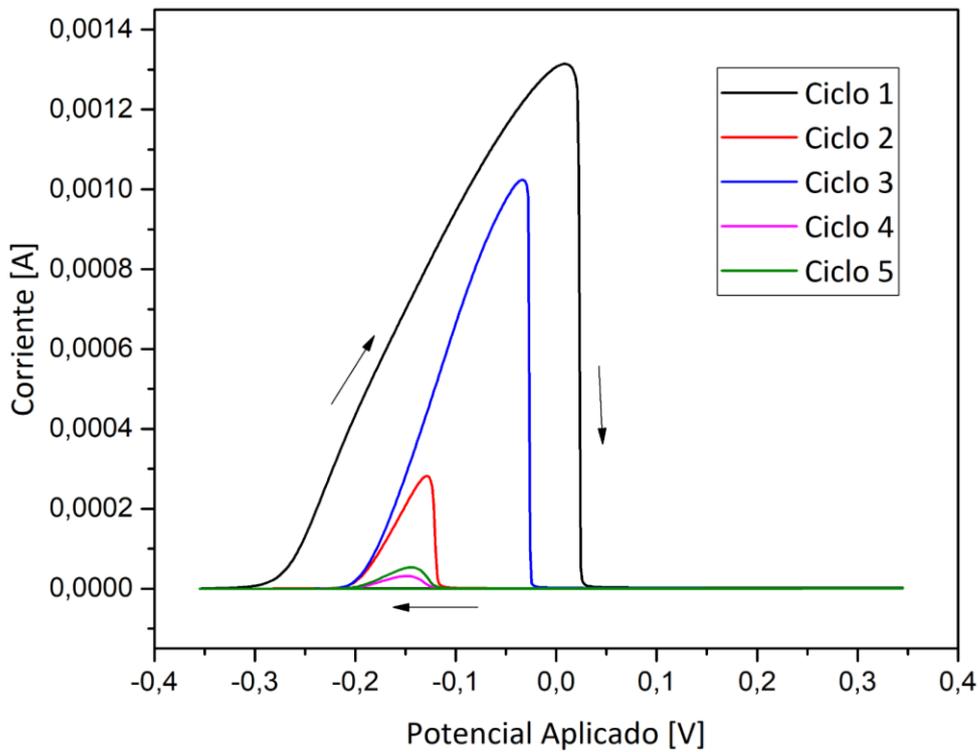


Figura 42: DL-EPR en ZAC interior “Intermedia” - “Decapado”

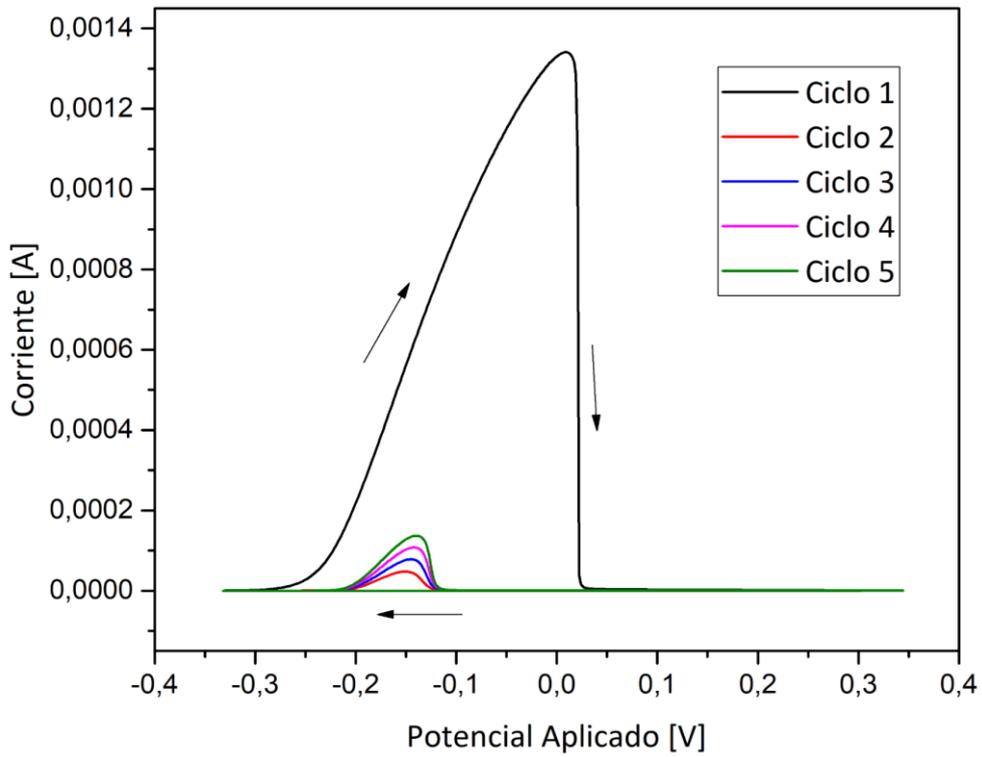


Figura 43: DL-EPR en ZAC interior “Intermedia” - “D + P”

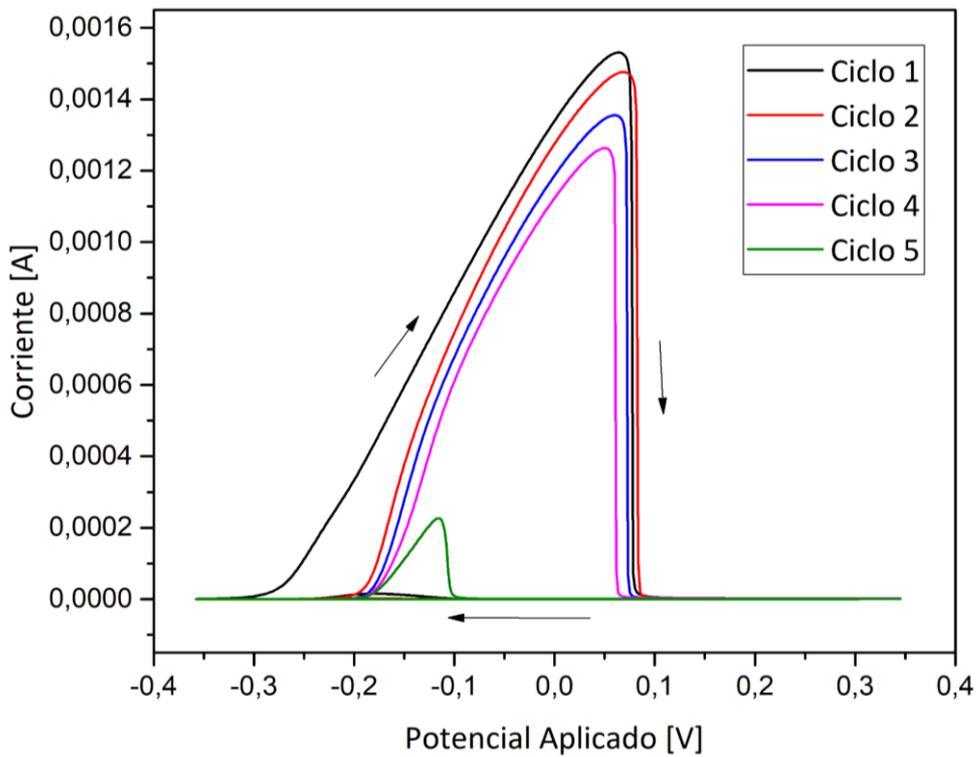


Figura 44: DL-EPR en ZAC interior “Mala” - “Decapado”

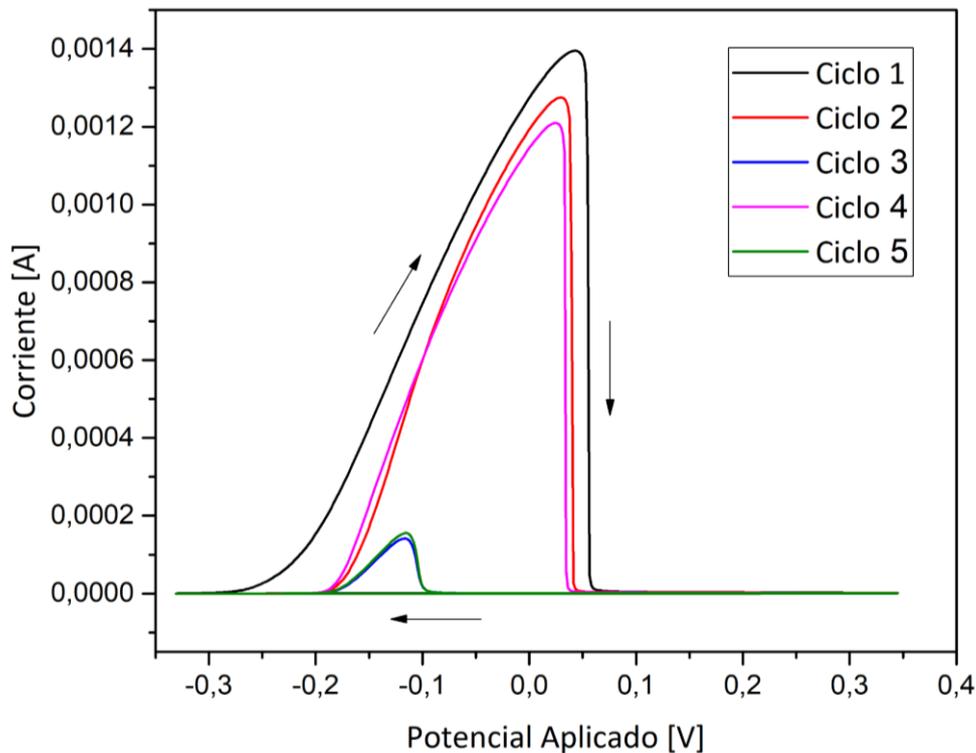


Figura 45: DL-EPR en ZAC interior “Mala” - “D + P”

A continuación se muestran los gráficos que relacionan los índices obtenidos en los distintos ciclos, de corriente de reactivación y corriente de activación, respecto de las probetas ensayadas.

En la **Figura 46** se observa el comportamiento de la probeta “Buena” en las tres condiciones superficiales evaluadas.

Hay una correspondencia entre los índices obtenidos y las condiciones de ensayo; ya que, en condición “AW” se encuentran los índices más altos, los índices restantes corresponden a las condiciones de “Decapado” y “Decapado más Pasivado” respectivamente.

Se aprecia que los índices obtenidos en cada ciclo no siguen un patrón definido, es decir, no mantienen un orden creciente o decreciente que se sostenga en todos los ciclos.

En la **Figura 47** se observa el comportamiento de la probeta “Intermedia” en las tres condiciones superficiales evaluadas, presenta un desempeño similar que la probeta “Buena”, ya que los peores índices se obtienen “AW” y mejoran con los tratamientos superficiales efectuados. Nuevamente se aprecia que los índices obtenidos en cada ciclo no siguen un patrón definido.

En la **Figura 48** se observa el comportamiento de la probeta “Mala” en las tres condiciones superficiaales evaluadas. Tiene el mismo comportamiento que las demás muestras, ya que los mejores índices se obtienen en las condiciones que están tratadas superficialmente. Una vez más, se aprecia que los índices obtenidos en cada ciclo no siguen un patrón definido.

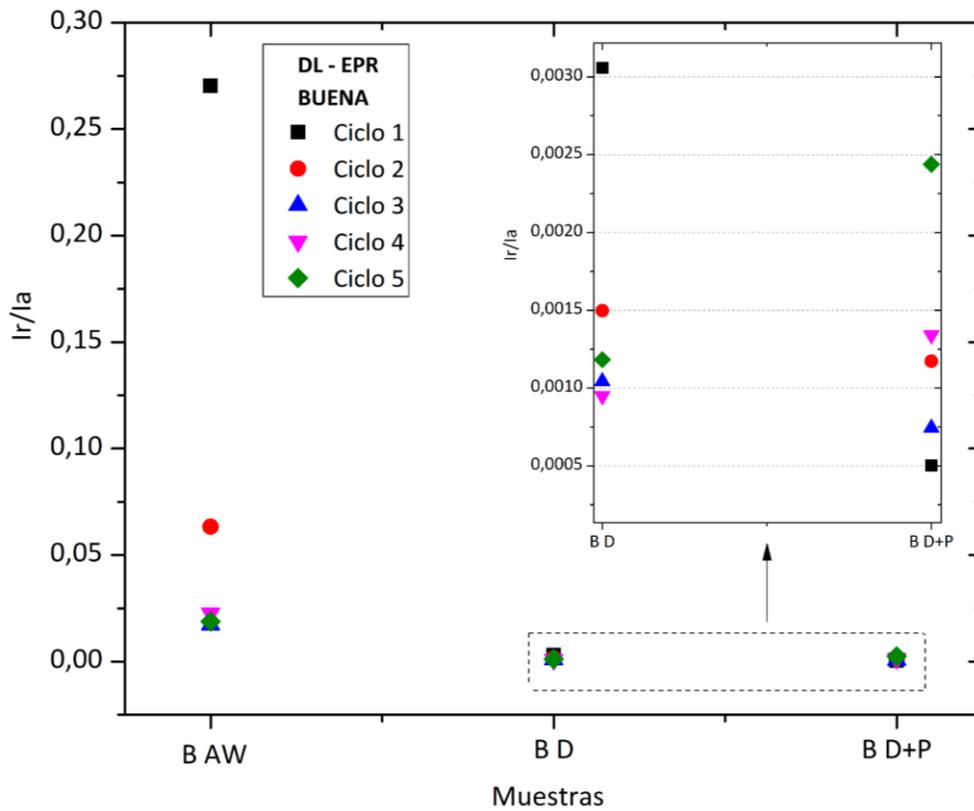


Figura 46: DL-EPR en ZAC interior - “Buena” de las probetas analizadas.

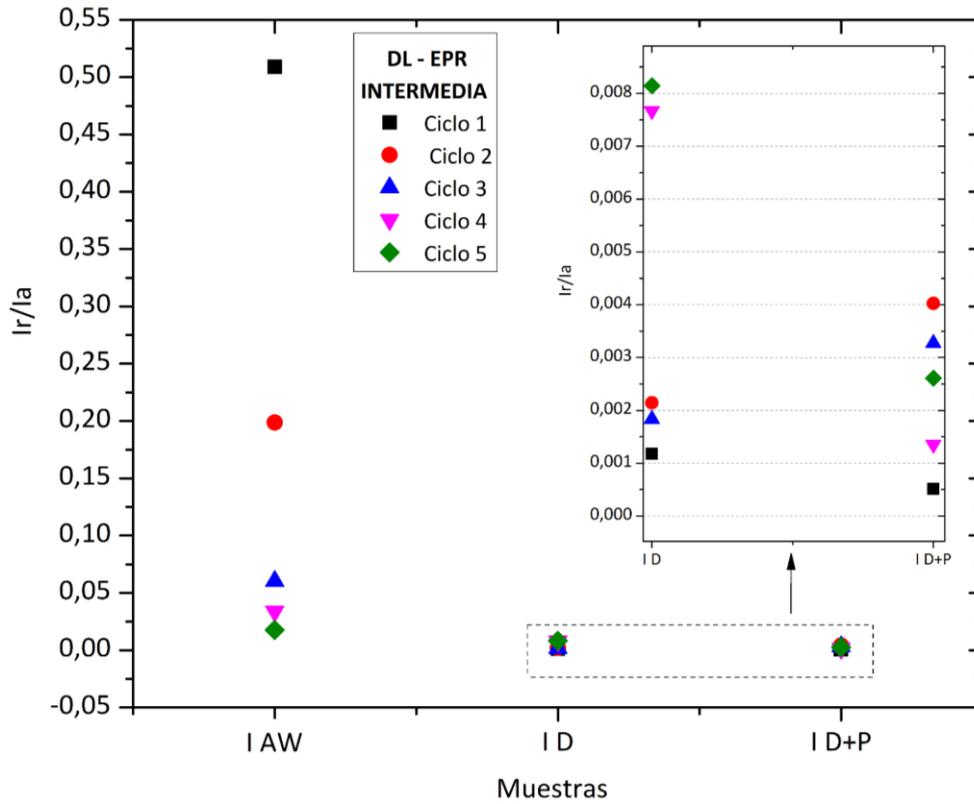


Figura 47: DL-EPR en ZAC interior - “Intermedia” de las probetas analizadas.

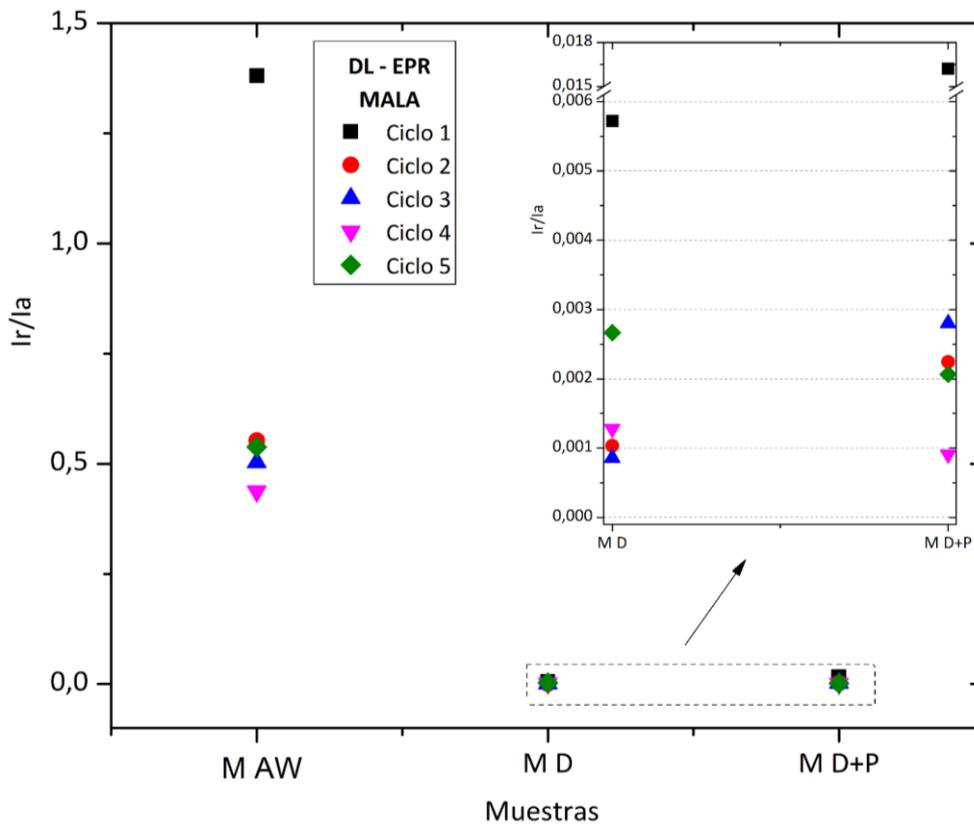


Figura 48: DL-EPR en ZAC interior - “Mala” de las probetas analizadas.

Los índices obtenidos de cada medición electroquímica no tienen un comportamiento que siga un patrón definido en las condiciones evaluadas, en los distintos ciclos; por esto se observa que los índices suben y bajan de valor nominal. A pesar de lo anterior, los índices obtenidos de las probetas con tratamiento superficial realizado se encuentran todos por debajo del valor establecido en la norma para un material sensibilizado [43].

Esto puede suceder por la condición metalúrgica subsuperficial que presenta el material o debido al proceso de decapado y/o pasivado realizado y la capa de óxidos resultantes, o una combinación de ambas.

Por otra parte, si se observan las diferentes condiciones superficiales para una misma probeta, se ve que los índices efectivamente son mucho más bajos en las superficies tratadas, siendo la condición “AW” la que da índices correspondientes al estado de sensibilización según norma [43] (cómo lo visto en la caracterización de la **Figura 32**), siguiendo por la condición de “Decapado” y “Decapado más Pasivado” en orden decreciente.

Lo que representa que el comportamiento frente a la corrosión es mejor en las condiciones tratadas superficialmente, ya que las capas superficiales formadas por los diferentes tratamientos tienen mejores prestaciones que los óxidos formados por el proceso de soldadura.

Esto da cuenta que los índices se corresponden con los tratamientos realizados, no con el número de ciclo de cada medición individual; ya que disminuyen por condición superficial pero no dentro de la misma medida electroquímica.

CONCLUSIONES

Se pudo realizar la caracterización microestructural y de resistencia a la corrosión de las probetas de manera satisfactoria.

A lo largo del trabajo se observó que las técnicas electroquímicas son una manera rápida y confiable para poder estudiar la resistencia a la corrosión.

Con respecto a la caracterización microestructural, el material presenta una microestructura austenítica característica del 304L y no se encuentra sensibilizado. En la zona soldada se observa ferrita con distintas morfologías y un crecimiento de grano en la ZAC debido al proceso de soldadura.

Con respecto a la caracterización electroquímica, las CPC indican comportamientos de disolución activa de todas las condiciones “AW” evaluadas, esto quiere decir que los óxidos superficiales generados en los procesos de soldadura no son protectores, y que hay una susceptibilidad a procesos corrosivos.

Las curvas DL-EPR, que se utilizan habitualmente para determinar estado de sensibilización, mostraron diferentes respuestas frente a la condición “AW” de las muestras evaluadas, observando además una correspondencia entre las condiciones superficiales de las probetas, con los valores de relación de corriente obtenidos. Estos resultados evidencian la posibilidad de utilizar esta técnica como una herramienta más para la caracterización de óxidos superficiales.

La caracterización, de las probetas en condición “AW”, indica que hasta en la condición aceptable en la escala colorimétrica de los óxidos superficiales, la película no es protectora. Esto justificó la segunda parte del proyecto, donde se evaluaron diferentes tratamientos superficiales posteriores al proceso de soldadura, para mejorar su desempeño en servicio.

Los tratamientos superficiales que se realizaron luego de las caracterizaciones iniciales, fueron el decapado químico y el pasivado químico, y los análisis del comportamiento frente a la corrosión se llevaron a cabo entre las 3 probetas en estado “AW”, “Decapado” y “Decapado más pasivado”.

Los resultados obtenidos con la evaluación electroquímica, luego de los tratamientos superficiales, indican que el comportamiento de las probetas analizadas respecto a la resistencia a la corrosión mejora significativamente.

Esto se observó en las CPC, dado que en las condiciones tratadas superficialmente se lograron curvas con mejores desempeños que en la condición “AW”, y se apreció lo mismo con los índices obtenidos de las curvas de DL-EPR, ya que disminuyen drásticamente, en comparación con las probetas no tratadas superficialmente.

TRABAJO A FUTURO

Caracterizar las capas de óxido formadas mediante técnicas de espectroscopia, para conocer su composición y espesor, y analizar su correlación con los resultados obtenidos.

Analizar diferentes tiempos, temperaturas y concentraciones para la realización de los tratamientos evaluados. Así poder optimizar el proceso y los resultados superficiales.

Ensayar y comparar los resultados utilizando pastas y soluciones de productos comerciales que se utilizan hoy en día en la industria para realizar los tratamientos superficiales.

Estudiar y aplicar distintos tratamientos superficiales amigables para el medio ambiente para evaluar si hay una mejora significativa en la calidad superficial higiénica de las uniones soldadas con respecto a los tratamientos convencionales, y así, mejorar los productos y equipos fabricados actualmente en el país con una estrategia más sustentable.

Procesar un mayor número de muestras para poder estudiar mejor la relación de las capas de óxidos que se forman en la superficie de una soldadura con la técnica de caracterización denominada “DL-EPR”.

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Nacional de Hurlingham y a la educación pública.

A las personas que quiero y me dieron su apoyo, como mi familia, mis compañeras y compañeros, mis profesores y profesoras y mis allegados.

A todos los integrantes del Departamento de Ingeniería del Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI).

Al Laboratorio de Metalografía del Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), por permitir el uso de las instalaciones y el apoyo referido al desarrollo de las metalografías.

Al Laboratorio de Metalurgia de la Universidad Nacional de Hurlingham (UNAHUR), por permitir el uso del equipamiento para desarrollar parte del trabajo en sus instalaciones.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Santa Fe, Provincia (2024). *Lechería y política láctea*. Obtenido de: <https://www.santafe.gov.ar/index.php/web/content/view/full/235296/>
- [2] Instituto Nacional de Tecnología Industrial. (2023). *Guía de Buenas Prácticas de fabricación e instalación de equipos de acero inoxidable para la industria alimentaria*. Obtenido de: [https://www.inti.gov.ar/assets/uploads/files/rafaela/2023/Guia_de_buenas_practicas_eq_uipos_de_acero_inoxidable_\(mayo\).pdf](https://www.inti.gov.ar/assets/uploads/files/rafaela/2023/Guia_de_buenas_practicas_eq_uipos_de_acero_inoxidable_(mayo).pdf)
- [3] ASM. (2006). *Metal Handbook Vol. 13 C - Corrosion: Environments and Industries* (pp. 803 - 809).
- [4] Runsom (2024). *Pasivación de piezas de acero inoxidable*. Obtenido de: <https://www.runsom.com/es/design-tips/passivation-of-stainless-steel-parts/>
- [5] Boniardi, M., & Casaroli, A. (2014). *Stainless steel*. Grupo Lucefin Research & Developmente.
- [6] Sedriks, A. J. (1979). *Corrosion of stainless steels*. John Wiley & Sons, Inc.
- [7] ASM. (2005). *Metal Handbook Volume Vol. 01 - Properties and Selection Irons, Steels, And High-Performance Alloy* (PP. 1085 - 1086).
- [8] Davis, J. R. (1994). *Stainless Steels*. ASM Specialty Handbook® Stainless Steels.
- [9] Khatak, H. S. (2002). *Corrosion of austenitic stainless steels_ Mechanism, mitigation and monitoring* (pp.10). Woodhead Publishing.
- [10] ASM. (1973) *Metal Handbook Vol. 8 - Metallography, structures and phase diagrams*. 8th Edition (pp. 105 - 162)
- [11] Mendoza Gomora, C. (2012) *Caracterización mecánica y de resistencia a la corrosión de la ZAC de una unión de acero inoxidable 304 soldada bajo una interacción electromagnética*.
- [12] ASM. (2004) *Metal Handbook Vol. 9 - Metallography and microstructures*. 8th Edition (pp. 99 - 110)
- [13] Palma, A. y Timerman, R. (1983) *Ciencia y técnica de la soldadura, tomo I*.
- [14] Callister, W.D. (1995) *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales*. Ed. Reverté.
- [15] David, S.A. (1981) *Ferrite Morphology and Variations in Ferrite Content in Austenitic Stainless Steel Welds*.

- [16] Wegrzyn, T. (2009) *Delta ferrite in stainless steel weld metals*. Welding Department , Slask Polytechnic, Gliwice Published.
- [17] ASM. (2001). *Welding Handbook - Welding science and technology*.
- [18] ASM. (1993). *Metal Handbook Vol. 6 - Welding, brazing and soldering*.
- [19] ASM. (2004). *Welding Handbook Vol. 2- Welding processes, part 1*.
- [20] Robinson, J. L., & Scott, M. H. (1980). *Liquation Cracking during the Welding of Austenitic Stainless Steels and Nickel Alloys*. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 295(1413), 195 - 117.
- [21] European Hygienic Engineering and Design Group, E. (1993). *Welding stainless steel to meet hygienic requirements*.
- [22] Lelieveld, M., Mostert, M., White, B., & Holah, J. (2003). *Hygiene in Food Processing*.
- [23] Dewangan, A.K., Patel A.D., Bhadania A.G. (2015). *Stainless Steel for Dairy and Food Industry: A Review*. doi:10.4172/2169-0022.1000191
- [24] ASM (1994) *Metal Handbook Vol.5 - Surface Engineering* (pp. 741-745)
- [25] AAP (2017) *Processing technologies for milk and milk products*. 1st ed. (pp. 105 a 115)
- [26] Mörtberg, J. (2018) *Mixed Acid Pickling of Austenitic Stainless Steel - High acid concentration in standard stainless steel processing*
- [27] De Bernard S. Covino, John V. Scalera, Philip M. Fabis (1984) *Pickling of Stainless Steels--a Review* . DOI:10.1179/000844303794406071
- [28] Giovanardi, R., Poli1, G., Pasquali, L., Montecchi, M., Filippetti, L. and Orlando, G. (2011) *Method for pickling and passivation of austenitic steel welds*
- [29] Elshawesh, F., & Elhoud, A. (2004). *Role of heat tint on pitting corrosion of 304 austenitic stainless steel in chloride environment*.
- [30] Mahajanam, S., & Heidersbach, K. (2021). *Corrosion Studies of Heat-Tinted Austenitic Stainless Steel*. Materials Performance Magazine.
- [31] Tippayasam, C., Palomas, J., Wiman, P., & Kaewvilai, A. (2020). *Welded Stainless Steel: Surface Oxidation, Characterization, Hardness and Corrosion Resistance*. In Key Engineering Materials, 856, 106 - 111. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/kem.856.106>
- [32] Higginson, R. L., Jackson, C. P., Murrell, E. L., Exworthy, P. A., Mortimer, R. J., Worrall, D. R., & Wilcox, G. D. (2015). *Effect of thermally grown oxides on colour development of stainless steel*. Materials at High Temperatures, (32), (pp. 113 - 117). 10.1179/0960340914Z.000000000083

- [33] Turner, S., & Robinson, F. P. (1989). *The Effect of the Surface Oxides Produced during Welding on the Corrosion Resistance of Stainless Steels*. *Corrosion*, (45), 710 - 716. <https://doi.org/10.5006/1.3585023>
- [34] Von Moltke, T., Pistorius, P. C., & Sandernbergh, R. F. (1992). *The Influence of Heat-tinted Surface Layers on the Corrosion Resistance of Stainless Steels*. *Proceedings of the 1st International Chromium Steel and Alloys Congress.*, 185 - 195.
- [35] Ling, L. G., Liu, T. G., Lu, Y. H., & Guo, P. L. (2019). *Investigation of the oxides film on 304L base metal produced during welding process without inert gas shielding*. *Applied Surface Science*. DOI:10.1016/j.apsusc.2018.09.189
- [36] Łabanowski, J., & Głowacka, M. (2011). *Heat tint colours on stainless steel and welded joints*. *Welding International*, (25), 509 - 512. 10.1080/09507116.2010.540837
- [37] Sunil Kumar, B., Kain, V., Benerjee, K., Maniyar, P. D., Sridhar, S., Jitendra, K., & Jatin, K. (2013). *Effect of Oxidation on Corrosion Behavior of Austenitic Stainless Steel 304L Welds*. *Advanced Materials Research*, (794), 598 - 605. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.794.598>
- [38] Brubaker G.R., Beverley, P., Phipps, P. (1979) *Corrosion chemistry*.
- [39] Galvele, J. R., & Duffó, G. S. (2007). *Degradación de materiales - Corrosión*. UNSAM - CNEA.
- [40] ASM. (2003). *Metal Handbook Vol. 13 A - Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection*.
- [41] ASTM (2002) *ASTM - A262 Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels*
- [42] ASTM (1994) *ASTM - G108 Electrochemical Reactivation (EPR) for Detecting Sensitization of AISI Type 304 and 304L Stainless Steels*
- [43] ISO. (2008). *ISO - 12732 Electrochemical potentiokinetic reactivation measurement using the double loop method (based on Cihal's method)*.
- [44] Parvathavarthini, N., & Mudali, K. (2014). *Electrochemical techniques for estimating the degree of sensitization in austenitic stainless steels*. *Corros Rev*, (32), 183 - 225.
- [45] Wong N.P., Jenness R., Keeney M., Marth E.H. (1999) *Fundamentals of Dairy Chemistry- Aspen Publishers*
- [46] Cheung, P.C. (2015). *Handbook of food chemistry*.
- [47] Fink, Colin G.; Rohrman, Frederick A. (1932). *The Corrosion of Metals by Milk*. *Journal of Dairy Science*, 15(1), 73–86. doi:10.3168/jds.S0022-0302(32)93389

-
- [48] AWS. (2020). *D18.1 Specification for Welding of Austenitic Stainless Steel Tube and Pipe System in Sanitary (Hygienic) Applications*. Obtenido de: <https://docs.google.com/viewer?url=https%3A%2F%2F1filedownload.com%2Fwp-content%2Fuploads%2F2022%2F10%2FPiping-And-Tubing-Aws-D18.1-D18.1M-2009.pdf&embedded=true&hl=en>
- [49] ASTM. (2001). *ASTM E-3 Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens*.
- [50] Panindre, A. M., Chang, K. H., Weirich, T., & Frankel, G. S. (2018). *Technical Note: Syringe Cell for Electrochemical Testing*. *Corrosion*, 74(8).
- [51] McNicol, J., Narayanan, B., Sridhar, N., Fink, C. (2022) *Corrosion resistance of austenitic stainless steel welds with no-backing gas*
- [52] ASTM (1999) *ASTM - A380 Cleaning, Descaling, and Passivation of Stainless Steel Parts, Equipment, and Systems*
- [53] ASTM (2001) *ASTM - A967 Chemical Passivation Treatments for Stainless Steel Parts*
- [54] Wallindera, D., Pana, J., Leygrafa, C., Delblanc-Bauerba, A. (1999) *Electrochemical investigation of pickled and polished 304L stainless steel tubes*. Department of Materials Science and Engineering, Royal Institute of Technology, Drottning Kristinasva.
- [55] Shawesh, A. Houd, E. Raghai, O. (2013) *Role of surface finish and post-fabrication cleaning on localised corrosion of type 316L austenitic stainless steel flash chambers*.