Influencia de Tratamientos Térmicos en el Comportamiento ante la Corrosión del Acero AISI 309S retirado del servicio con Precipitación de Fases secundarias

G. V. López ^{a*}, B. K. Zambrano ^a, Y. Figueroa ^b y F. Moncada ^c.

^a Esc. de Ingeniería y Ciencias Aplicadas. Dpto. de Mecánica. Núcleo de Anzoátegui. Universidad de Oriente. Venezuela.

^b Dpto. de Ciencias de los Materiales. Laboratorio de Corrosión. Instituto de Investigación en Biomedicina y Ciencias Aplicadas (IIBCA). Universidad de Oriente. Venezuela.

^cEscuela de Ingeniería y Ciencias Aplicadas. Dpto. de Química. Núcleo de Anzoátegui. Universidad de Oriente. Venezuela.

* Autor de Correspondencia, E-mail: glorys.v.lopez@gmail.com.

RESUMEN

Se ha estudiado la influencia de distintos tratamientos térmicos en la resistencia a la corrosión de una barra de acero inoxidable austenítico AISI 309S que presentó fase sigma y otros precipitados. La barra estuvo 100,000 horas de servicio en un horno de calentamiento de crudo que operaba a temperaturas variables entre 427 °C y 760 °C. La caracterización morfológica y microestructural de la barra en condición de retiro y después de la aplicación de diferentes tratamientos térmicos se realizó mediante técnicas de Microscopía Óptica (OM) y de Barrido Electrónico (SEM) combinado con Espectroscopía de rayos X de Energía Dispersiva (EDX). Las pruebas de corrosión (disolución anódica y polarización potenciodinámica) en solución de NaCl 3.5 % m/v, confirmaron la mayor susceptibilidad a la corrosión en la muestra con mayor concentración de precipitados, siendo ésta la condición de retiro, que presentó 24.7 % en peso de fases secundarias precipitadas en una matriz de austenita, disminuyendo este porcentaje a un mínimo de 4.0 % en peso según los tratamientos aplicados. A medida que se aumentó la temperatura de recocido las tasas de corrosión (Vcorr) y el daño superficial causado por el medio corrosivo disminuyeron, y la resistencia a la polarización (Rp) aumentó; mientras que la pérdida de peso general provocada por la disolución anódica, se mantuvo más o menos uniforme en todas las condiciones estudiadas.

Palabras claves: Acero inoxidable, resistencia a la corrosión, tratamientos térmicos.

Influence of Heat Treatments on the Corrosion Behavior of AISI 309S Steel withdrawn from service with Precipitation of secondary Phases

ABSTRACT

The influence of different heat treatments on the corrosion resistance of an austenitic stainless steel AISI 309S bar that presented sigma phase and other precipitates has been studied. The bar spent 100,000 hours of service in a crude heating furnace that operated at variable temperatures between 427 °C and 760 °C. The morphological and microstructural characterization of the bar in the withdrawal condition and after the application of different thermal treatments was carried out using Optical Microscopy (OM) and Scanning Electron (SEM) techniques combined with Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX). The corrosion tests (anodic dissolution and potentiodynamic polarization) in NaCl solution 3.5 % m/v, confirmed the greater susceptibility to corrosion in the sample with the highest concentration of precipitates, this being the withdrawal condition, which presented 24.7 % by weight of secondary phases precipitated in an austenite matrix, this percentage decreasing to a minimum of 4.0 % by weight according to the treatments applied. As the annealing temperature increased, the corrosion rates (Vcorr) and the surface damage caused by the corrosive medium decreased, and the resistance to polarization (Rp) increased; while the general weight loss caused by the anodic dissolution, remained more or less uniform in all the conditions studied.

Keywords: Stainless steel, corrosion resistance, heat treatment.

INTRODUCCIÓN

Las aleaciones 309 y 309S son aceros inoxidables austeníticos al cromo-níquel que se utilizan a menudo para aplicaciones de alta temperatura. Debido a su alto contenido de cromo y níquel, son altamente resistentes a la corrosión, tienen una excelente resistencia a la oxidación y una excelente resistencia al calor al tiempo que brindan buena resistencia a temperatura ambiente y temperaturas elevadas [1-3]. Las propiedades de estos aceros inoxidables son influenciadas significativamente

por su composición química, la temperatura y tiempo de exposición en servicio [1,4]. Los inoxidables grados "S" son relativamente bajos en carbono, de esta forma, el acero AISI 309S es una modificación de bajo carbono del acero AISI 309, diseñado para minimizar la formación de carburos durante el proceso de soldadura. Este acero (UNS S30900) se usa típicamente para aplicaciones de temperaturas elevadas como en la industria del tratamiento térmico para partes de hornos, tales como bandas transportadoras, rodillos, partes de quemadores, soporte para refractarios, entre otras aplicaciones [1-2,4]. En estas aleaciones, se pueden formar tres tipos de fases intermedias como son la fase sigma, chi y laves. Estas son fases intermetálicas duras y frágiles causantes de fragilidad en los inoxidables austeníticos. En el caso de la fase sigma, muchos autores han reportado que es un compuesto intermetálico complejo de Fe y Cr [5-7] de composición aproximada Cr₆Fe₇ [5,8-10]. El gran interés que suscita la fase sigma obedece a su fuerte efecto nocivo sobre la ductilidad del material, comportamiento que ha sido reportado en nuestra petrolera local por Ramos, M., [7] y Alcalá, E. [11], quienes encontraron que, bajo ciertas condiciones de servicio (temperatura y tiempo), el acero AISI 309S utilizado en la fabricación de tensores en un Horno de Calentamiento de Crudo es inestable y se degenera metalúrgicamente, llegando a presentar fase sigma, responsable de la fragilización observada en los tensores que estudiaron. En este contexto, en el presente estudio se investiga la influencia del estado de tratamiento

v la formación de fases secundarias sobre la resistencia a la corrosión del mismo acero inoxidable austenítico AISI 309S retirado de servicio. El estudio se centra en la evaluación de la resistencia a la corrosión en función del tratamiento aplicado a dicho acero. Para su desarrollo, se realizaron distintos tratamiento térmicos, caracterización microestructural y ensayos de dureza para evaluar cambios debido al tratamiento térmico; mientras que para la evaluación del comportamiento frente a la corrosión, se realizaron pruebas de pérdida de peso por disolución anódica y ensayos por medio de técnicas electroquímicas de polarización potenciodinámica, empleando una solución de NaCl al 3.5 %; este efecto en las superficies expuestas fue posteriormente examinado, usando técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Espectroscopía de Difracción de rayos X (EDX), para determinar cambios morfológicos y de composición química en los precipitados producidos en las muestras tratadas térmicamente.

MATERIALES Y MÉTODOS

Siete condiciones distintas de tratamiento térmico fueron diseñadas para aplicarlas a muestras extraídas de una sección de un tensor fabricado en acero AISI 309S que había estado en servicio durante 100,000 h. Los tratamientos aplicados fueron: Tratamiento en solución (TS) a 1000 °C y recocido (R) de precipitación en el rango de temperatura 475 - 800 °C (TS+R), tal como se indica en la Tabla I.

Muestra	Designación	Tratamiento Térmico
Original (retirada del servicio)	M1	10 años de uso en el rango 460-746 °C
Tratada	M2	TS (1 h a 1000 °C)
Tratada	M3	TS (1 h a 1000 °C) + R (1 h a 475 °C)
Tratada	M4	TS (1 h a 1000 °C) + R (1 h a 593 °C)
Tratada	M5	TS (1 h a 1000 °C) + R (1 h a 650 °C)
Tratada	M6	TS (1 h a 1000 °C) + R (1 h a 750 °C)
Tratada	M7	TS (1 h a 1000 °C) + R (1 h a 800 °C)

Tabla I. Tratamiento térmico aplicado a las muestras de acero inoxidable AISI 309S

Caracterización del material

Para este estudio se utilizó una barra de 2.3 cm de diámetro, longitud de 97 cm, de acero 309S, la cual fue retirada de un horno de calentamiento de crudo después de 100,000 horas de uso. Una vez cumplidos los tratamientos diseñados, se tomó la dureza de cada muestra utilizando para ello un durómetro Rockwell, marca Wolpert, bajo las condiciones establecidas para lecturas Rb. El análisis microestructural se hizo por microscopía óptica (MO), para lo cual se procedió a preparar las muestras mediante pulido y ataque siguiendo la técnica estándar de preparación de muestras metálicas para estudio metalográfico. Para el ataque, se utilizaron tres (3) reactivos: (a) Vilella, para observar la estructura general y definir el tamaño de grano; (b) Marbel's, también para revelar la estructura general; y (c) un reactivo preparado a base de $KMnO_4 + NaOH + H_2O$, utilizado para identificar la fase sigma por medio de un cambio de coloración anaranjado o rojo.

Susceptibilidad a la corrosión.

Para la evaluación de la susceptibilidad a la corrosión se realizaron ensayos gravimétricos (disolución anódica en solución salina de NaCl al 3.5 %) y electroquímicos de polarización potenciodinámica, en el mismo tipo de solución. El primer tipo de ensayo consistió en la evaluación de la pérdida de peso al someter las muestras en estudio a una prueba rápida (no estandarizada) de disolución anódica sin monitoreo de corriente. Esto se llevó a cabo en una celda de corrosión rudimentaria, como la mostrada en la figura 1a, donde el acero en estudio actuó como ánodo frente a un cátodo de grafito, ambos sumergidos en una solución de cloruro de sodio al 3.5 % m/v, y conectados a una fuente de poder de 12 V.

Los materiales para esta prueba fueron: las muestras representativas de cada condición o tratamiento, un cable de cobre v el esmalte protector. Las muestras tenían dimensiones iníciales de 2.5 cm de diámetro y fueron perforadas con un taladro industrial, para así introducir a través de la perforación el cable de cobre, asegurando que éste hiciera contacto con la probeta de manera de obtener una conexión eléctrica como se muestra en la figura 1b. El área expuesta del acero inoxidable fue de 1 cm², como se muestra en la figura 1c. Esta preparación se hizo según lo establecido en el apartado 7 de la norma G31-.72. Las pruebas se realizaron seleccionando tres tiempos de exposición, que fueron de 1, 4 y 8 min para cada condición. Para cada intervalo de tiempo, las muestras se desmontaban, se lavaban y se procedía a pesar para así obtener la variación de peso antes y después de cada prueba. Para las mediciones de peso inicial y final de cada muestra se utilizó una balanza analítica marca Ohaus, de la serie Adventurer Pro, con capacidad de 65 a 260 gr, diámetro del platillo de 90 mm y apreciación de 0.1 mg.



Fig.1. a) Arreglo para producir disolución de las muestras de acero inoxidable 309S. b) Electrodo típico preparado para las pruebas de disolución. c) Características de la cara expuesta para disolución anódica.

El segundo tipo de ensayo fue el electroquímico, mediante técnicas de polarización potenciodinámica en solución de NaCl al 3.5 % m/v, realizadas a temperatura ambiente (27 °C). Para estas pruebas se utilizaron tres (3) electrodos o muestras de cada condición del acero inoxidable en estudio, efectuando en la cara de trabajo un proceso de desbaste con lijas de SiC grado 100 hasta la 2000. Una vez preparado el electrodo de trabajo, se hizo el arreglo de la celda de corrosión mostrado en la figura 2c.

Las mediciones electroquímicas se llevaron a cabo usando un equipo Gamry Referencia 600 TM Potentiostat/Galvanostat ZRA complementado con el programa Origin 6.0 (fig. 2a). Antes de iniciar las pruebas se sumergieron las probetas en la solución corrosiva realizándose una estabilización del potencial de equilibrio (Eeq), lo cual tomó un tiempo entre 1 y 3 h. Los electrodos utilizados en este experimento fueron el electrodo auxiliar de grafito, un electrodo referencia de calomel con un potencial de 244 mV el cual está sumergido en un puente salino o capilar Luggin que contiene una solución saturada de KCl (Cloruro de Potasio) y el electrodo de trabajo o muestra a estudiar de acero inoxidable. Para todas las pruebas se realizó el mismo montaje y parámetros de ensayos: rango de potencial (-1500 a 2000 mV), velocidad de barrido de (2 V/seg), distancia entre el electrodo de referencia y el electrodo de trabajo (aproxidamente de 2 mm), solo se cambió en cada prueba el electrodo de trabajo y el electrolito usado por uno fresco. Las características evaluadas fueron resistencia a la polarización Rp, potencial de corrosión Ecorr, y velocidad de corrosión Vcorr). La evaluación se hizo por triplicado para cada condición de tratamiento.





Las características morfológicas de las muestras después de las pruebas de disolución anódica y de polarización fueron examinadas usando microscopía óptica y electrónica de barrido. Las muestras expuestas a la disolución anódica se limpiaron con alcohol, se secaron y fueron llevadas directamente para su observación en un microscopio óptico, binocular marca Union, modelo ME 1734; mientras que las procedentes de las pruebas electroquímicas, se desmontaron de la resina epóxica que las cubría, y se llevaron a un microscopio electrónico de barrido, marca Philips, modelo S-800, con resolución de 2 nm, para su observación y análisis. Del estudio mediante M.E.B y EDX se evaluó la morfología del daño, composición y morfología de los precipitados asociados al daño observado.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Caracterización química y microestructural del acero. La Tabla II se muestran los resultados de la composición química del material, analizados por vía espectroscópica.

Flomonto	Composición porcentual en masa (%)			
Elemento	Rango Nominal	Resultado		
С	0.08 max.	0.038		
Cr	22 - 24	20.87		
Ni	12 - 15	14.63		
Mn	2.00 max.	1.62		
Мо	0.50 max.	0.131		
Si	1.00 max.	0.490		
Р	0.045 max.	0.014		

Tabla II. Composición química del acero AISI 309S.

En las figuras 3a y 3b, se observa la microestructura del acero AISI 309S en la condición de retiro (M1); y en la

figura 3c, se observa la microestrutura de la muestra, luego del tratamiento en solución (TS) a 1000 °C (M2).

Fue notable la presencia de fases secundarias en forma de precipitados (fig. 3b), especialmente de la fase sigma (fig. 3a) en la matriz de austenita; luego del tratamiento en solución, la muestra presentó una microestructura formada por una matriz austenítica con granos poligonales, atravesados por maclas, con presencia de algunos precipitados pequeños dispersados en toda la matriz austenítica (fig. 3c).



Fig. 3. Microestructura del acero 309S retirado de servicio (a y b) y luego de tratamiento de solución a 1000 °C por 1 h (c).
(a) Fase sigma teñida de naranja por el reactivo KMnO4+NaOH+Agua, (b) Precipitados de distintas morfologías revelados por el reactivo de ataque Vilella, (c) matriz austenítica, salpicada por pequeños precipitados revelados por el reactivo marble. Mag.(a, b y c): 900X.

Este tipo de microestructura es la que debía estar presente en el material cuando éste inició su servicio; sin embargo, esta constitución microestructural fue la obtenida en todas las probetas de la barra retirada de servicio luego del tratamiento de solución a 1000 °C.

Es evidente a partir de esta comparación, que el tratamiento de solución fue efectivo para disolver la mayoría de los precipitados formados durante la vida en servicio del acero. Al realizar el doble tratamiento de solución con posterior recocido a menor temperatura al resto de las probetas, se encontró que estas también sufrieron modificaciones en sus microestructuras y durezas.

La Tabla III, presenta un resumen de los detalles microestructurales más importantes observados en las

muestras tratadas, así como los valores de dureza Rockwell (Rb) obtenidos en las mismas.

Muestra	Fases P/S ¹ (%)	DMP ² (um)	TG ³ ASTM	Dureza Rb
M1	75.3 / 24.7	5.88	7	79.0
M2	96.0/4.0	2.75	7	63.5
M3	85.0 / 15.0	2.05	7	64.4
M4	80.0 / 20.0	1.83	7	64.1
M5	86.0 / 14.0	1.83	7	64.3
M6	94.0 / 6.00	1.83	7	65.8
M7	95.0 / 5.00	1.77	7	65.1

Tabla III. Características microestructurales y dureza del acero AISI 309S en distintas condiciones de tratamiento.

¹Fases P: primaria/S: secundaria; ²DMP: Dimensión media de precipitados; ³TG: Tamaño de grano.

Aun cuando el tamaño de grano permaneció casi invariable después de los distintos tratamientos, la microestructura cambió notablemente, observándose que en la muestra retirada de servicio los precipitados tienden a desaparecer con el tratamiento de solución a 1000 °C, quedando muy pocos presentes (4.0 %). Sin embargo, al someter las muestras a recocido de precipitación la mayor cantidad de nuevos precipitados (20 %) aparecieron con la exposición a 593 °C y la menor cantidad se apreció en la muestra recocida a 800 °C con 5.0% de precipitados. En las condiciones con tratamiento en solución y recocido (TS+R), se observaron precipitados tipo esferoidales, irregulares y cúbicos de dimensiones menores a los precipitados observados en la condición de retiro (M1), donde el tipo predominante fue el precipitado de forma plana y alargada en forma de placa o de aguja, cuva morfología se asocia a la fase sigma.

Pérdida metálica y daño superficial en pruebas de disolución anódica.

Las pérdidas metálicas ocurridas durante las pruebas de disolución anódica en las distintas muestras en estudio se han representado en la figura 4.



Fig. 4. Pérdida de peso en prueba de disolución anódica.

En este gráfico se relaciona el comportamiento de la pérdida metálica por disolución anódica con la condición de tratamiento aplicado, lo que a su vez se relaciona con el proceso de precipitación y disolución de fases secundarias

ocurridos en cada condición de tratamiento del acero AISI 309S. En el gráfico destaca que para todas las condiciones se registró un aumento de la pérdida metálica en la medida en que se incrementó el tiempo de prueba o de disolución.

Al analizar comparativamente el comportamiento de las pérdidas metálicas en las muestras, resalta que la retirada de servicio (M1) y la tratada con tratamiento de solución a 1000 °C (M2), respectivamente resultaron con las mayores y menores pérdidas acumuladas, mientras que el resto de las muestras tratadas a menores temperaturas, presentaron valores de pérdidas comprendidas entre los valores de las muestras M1 y M2. De tal comportamiento se evidencia que el tratamiento a 1000 °C, al reducir en 84% la proporción de precipitados y la dimensión media de éstos en 53%, afectó positivamente la respuesta ante la disolución anódica, va que al final de la prueba en la muestra M2 se obtuvo un porcentaje de pérdida acumulada de 30% menor que en la muestra M1, siendo ésta la muestra que presentó en sus precipitados la mayor segregación de cromo y el más bajo contenido de carbono (promedio: 43,2% Cr y 2,3% C). En las muestras restantes (M3 hasta M7) las diferencias porcentuales de pérdidas acumuladas con respecto a M1, estuvieron comprendidas entre 19 y 29%, pudiéndose apreciar para este grupo de muestras, que no existe una relación clara entre la facilidad de disolución anódica y el porcentaje de precipitados, sus tamaños, morfologías y/o composición.

Por otra parte, en la figura 5a, se exhibe de modo comparativo a nivel macroscópico, la morfología del ataque ocasionado durante la prueba y se puede apreciar a mayor aumento en la figura 5 (b,c,d,e), las diferencias en el modo de ataque de las condiciones retirada de servicio (M1) y la tratada a 1000 °C (M2). Se puede apreciar en la Figura 5 (b, c, d, e), que en la muestra retirada de servicio el daño es general y cubre extensas áreas, mientras que en la muestra con tratamiento de solución el modo de ataque es localizado en forma de pequeñas picaduras. El comportamiento de menor pérdida en la muestra M2 podría tener su explicación en dos aspectos:

1) El tratamiento de solución podría haber ocasionado un incremento de la resistencia a la corrosión auspiciado por la redistribución de fases y de los elementos químicos que lograron una reversión hacia la matriz de austenita de los elementos presentes en los precipitados.



Fig. 5. (a) Fotografías del aspecto superficial de las caras del acero AISI 309 expuestas a disolución anódica. Aspecto del daño superficial de la muestra M1 expuesta a disolución anódica, con aumento 100X (b) y 400X (c). Aspecto superficial de la muestra M2 retirada de servicio, con aumento de 100X (d) y 400X (e).

2) La disminución de la tasa de disolución por la formación de capas de productos de corrosión protectores que sellaron las pequeñas picaduras formadas durante la disolución anódica impidiendo la posterior disolución de estos sitios anódicos, es decir, cuando la prueba se extiende más allá de los 4 minutos, entonces ocurren reacciones químicas sobre la superficie metálica en las que se forman productos de corrosión que ocasionan una especie de pasivación de los sitios anódicos, desacelerando el proceso de disolución.

Características electroquímicas

El comportamiento de las curvas de polarización potenciodinámicas que se presenta en la Fig. 6, coinciden con los resultados de las pruebas de disolución anódica. Estas demuestran que el acero en la condición de retiro (M1) presentó el potencial de corrosión más negativo (Ecorr:-604,60 mV) y en la condición con tratamiento de solución (M2) el menos negativo (Ecorr: -257,0 mV), indicando estos valores respectivamente menor y mayor nobleza en las muestras M1 y M2.

El resto de las muestras tratadas presentaron valores de Ecorr comprendidos entre estos límites, los cuales están indicados en la Tabla IV, junto con el resto de los parámetros electroquímicos evaluados.



Fig. 6. Curvas de polarización potenciodinámica del acero AISI 309S en las distintas condiciones de tratamiento expuesto a una solución de NaCl 3.5%.

De acuerdo a la Tabla IV, debe observarse que los menores valores de Rp lo presenta el material en condición de retiro donde se encontró la mayor variedad y proporción de fases intermetálicas secundarias.

Tabla IV. Características electroquímicas del acero 309Sen distintas condiciones de tratamiento.

Muestra	Rp	Ecorr	Vcorr
	(KΩ*cm ²)	(mV)	(mm/año)
M1	4.68	-604.60	0.10910
M2	68.76	-257.00	0.00290
M3	6.13	-548.25	0.10400
M4	8.95	-457.45	0.02408
M5	16.80	-410.65	0.0182
M6	42.78	-343.75	0.00868
M7	58.32	-320.5	0.00353

En las condiciones donde Rp es alto, el acero presentó muy pocos precipitados y fue tratado mediante solución (TS a 1000 °C) y/o TS combinado con recocidos de homogeneización a altas temperaturas (T.S + recocido a 750 °C y T.S + recocido a 800 °C).

Estos tratamientos permitieron la disolución de la mayoría de intermetálicos formados previamente como fases secundarias, y posiblemente inhibieron el crecimiento de otros que nuclearon a estas altas temperaturas. Esto hace suponer que, con las altas temperaturas de tratamiento, se incrementa la resistencia a la corrosión del material al presentar menos precipitados o zonas propensas a microdisolución anódica, ya que los elementos se distribuyeron con mayor uniformidad en la matriz austenítica, luego de haber sido el tratamiento de solución y homogeneización efectivo para disolver la fase sigma y otros compuestos intermetálicos precipitados. Este comportamiento se refleja también en la velocidad de corrosión de las muestras cuvos valores claramente indican que la tasa de pérdida metálica por corrosión del acero en la condición retirada de servicio es mucho mayor que la obtenida en el resto de las muestras, siendo esta 37.7 veces mayor que la muestra con tratamiento de solución, y tiende a disminuir a medida que el recocido posterior al tratamiento de solución se realiza a mayores temperaturas, mientras que la resistencia a la polarización aumenta, tal como se puede apreciar en la figura 7 (a,b,c).







Fig. 7c. Efecto de la temperatura de tratamiento del acero AISI 309S sobre la resistencia a la polarización (Rp).

Como consecuencia de las reacciones ocurridas en las pruebas de polarización se generaron daños superficiales,

que se muestran en la figura 8. La extensión y morfología del daño observado en las probetas guardan relación con los resultados previamente discutidos.

Daño superficial durante las pruebas de polarización potenciodinámica.

La muestra retirada de servicio (M1), presentó la mayor extensión de ataque en forma generalizada y picaduras profundas, mientras que en la muestra con tratamiento de solución (M2) se observaron amplias zonas sin ataque y otras con daño poco profundo.



Fig. 8. Aspecto general de la morfología del daño superficial originado durante las pruebas electroquímicas de polarización potenciodinámica en las el acero AISI 309 S en algunas de las distintas condiciones de tratamiento (50X).



Fig. 9a. Morfología del daño superficial y precipitados asociados al ataque corrosivo: M1, M2 y M3.



Fig. 9b. Morfología del daño superficial y precipitados asociados al ataque corrosivo: M3, M4 y M5.

En el resto de las muestras (M3, M4, M5, M6 y M7), tratadas mediante tratamientos combinados (TS+R), el ataque fue localizado y típico de picaduras (figura 8a), éste cubrió menor área superficial y a medida que la temperatura de tratamiento fue más alta y los precipitados más pequeños, el tamaño de las picaduras fue menor. En la figura 8b se aprecia la morfología del daño asociado con los precipitados y la composición promedio de éstos.

CONCLUSIONES

La fase sigma y otras fases secundarias formadas en el acero AISI 309S durante su vida en servicio, fueron mayoritariamente removidas mediante un tratamiento térmico en solución, a 1000 °C y por 1 h.

Los resultados de los ensayos de polarización potenciodinámica demuestran que, con la aplicación del tratamiento de solución a 1000 °C, el potencial de corrosión (Ecorr) se desplazó a potenciales más positivos y la velocidad de corrosión disminuyó aproximadamente 38 veces en comparación con la condición del material retirado de servicio. La evaluación de pérdida metálica

por disolución anódica arrojó resultados que concuerdan con los del ensayo electroquímico ya que las mayores y menores pérdidas metálicas ocurrieron respectivamente en las muestras retirada de servicio (M1) y la tratada con tratamiento de solución (M2). En la primera se detectó la mayor velocidad de corrosión (Vcorr) y el menor valor de resistencia a la polarización (Rp), mientras que en la segunda se obtuvo el menor valor de Vcorr y el mayor valor de Rp.

En general, la resistencia a la corrosión mejoró con la aplicación de los tratamientos térmicos, siendo esta mejora potenciada por las más altas temperaturas de tratamiento, que afectaron de manera positiva la disolución de precipitados, pero negativamente la dureza del material.

La mejora de la resistencia a la corrosión tuvo su origen principalmente en los cambios de composición, tamaño y redistribución de fases secundarias, como consecuencia de los tratamientos térmicos. La estimación del porcentaje de fase secundaria y de dimensión media de precipitados antes y después de los tratamientos térmicos, indica que hubo disolución de precipitados auspiciado por las altas temperaturas, lográndose una reversión hacia la matriz de austenita de los elementos presentes en dichos precipitados.

Los precipitados detectados en la muestra retirada de servicio (M1), concentraron en promedio altos niveles de cromo (47.29 - 52.83 % wt) en comparación con los precipitados de la muestra tratada en solución (M2), que presentó el menor porcentaje de precipitados y en su composición el cromo permaneció cercano a la composición nominal del acero (22.05 %) en todos los puntos evaluados (22.69 - 27.28 % wt), mientras que en el resto de las muestras (M3, M4, M5, M6 y M7) sometidas a recocido posterior al tratamiento de solución (TS+R), además de la disolución de viejos precipitados, surgieron otros nuevos, cuyos tamaños, morfologías y concentraciones de cromo variaron notablemente (22.69 -39 % wt) dependiendo de la temperatura de recocido, y en consecuencia la resistencia a la corrosión se modificó por el empobrecimiento de cromo en las áreas adyacentes a éstos precipitados.

En definitiva, el tratamiento de solución (TS) y su combinación con recocido (TS+R) son recomendables para recuperar la resistencia a la corrosión del acero AISI 309S afectado por precipitación de fases secundarias.

REFERENCIAS

- [1] Lo K., Shek C., Lai J. (2009) Recent Developments in Stainless Steels. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 65(4–6), pp. 39-104. https://doi.org/10.1016/j.mser.2009.03.001
- [2] Ibarra M., Echeverría E., Nuñez E., y Huerta J. (2010) *"Manual Aceros Inoxidables"* INDURA S.A., Chile. http://www.indura.cl/Descargar/Manual%20de%20A ceros%20Inoxidables?path=%2Fcontent%2Fstorage %2Fcl%2Fbiblioteca%2Fd7a1a8fe99fe4b6a9fbed641 2df7e93c.pdf

- [3] American Society for Metals. (1964) "Metals Handbook, Vol. II (8ª Ed): Heat Treating of Stainless Steels" pp.243-253.
- [4] Forero-Mora, A. (1982) "Corrosión Intergranular Aceros Inoxidables" *Ingeniería e Investigación*, No.2, pp.20-24. https://revistas.unal.edu.co/index.php /ingeinv/article/view/21552
- [5] Ha H., Lee T., Kim S. (2012) "Effect of C fraction on Corrosion Properties of High Interstitial Alloyed Stainless Steels" *Metallurgical and Materials Transactions A*, 43(9), pp.2999–3005. https://doi.org/10.1007/s11661-012-1304-4
- [6] Sinha, A.K. (1972) "Topologically close-packed structures of transition metal alloys" *Progress in Materials Science*, 15(2), pp.104-109. https://doi.org/10.1016/0079-6425(72)90002-3
- [7] Ramos, M. (1996) "Identificación del Origen de la Fragilización de los Tensores del Cono radiante del Horno H1 de la Refinería Puerto la Cruz" Universidad De Oriente, Venezuela.
- [8] Pearson, W.B. (1972). "The Crystal Chemistry and Physics of Metal and Alloys", Ed. Wiley-Interscience, New York, pp.663.
- [9] Cerón, D. M., Mannhein R.L., y Garín J.L. (2003). "Estudio sobre la Cinética de Precipitación de la fase Sigma en Aceros Refractarios". Jornadas Sam.
- [10] Zambrano, K. (2010) "Evaluación de la Resistencia a la Corrosión de un Acero Inoxidable con Distintas Condiciones Microestructurales" Universidad De Oriente, Venezuela.
- [11] Alcalá, E. (1997) "Estudio de la Susceptibilidad a la Corrosión de un Acero Inoxidable Austenítico después de 10000 Horas de Uso" Universidad De Oriente, Venezuela.