

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 1	AÑO 1982

UN ENSAYO NO DESTRUCTIVO PARA DETECTAR SENSIBILIZACION A LA CORROSION

INTERGRANULAR EN ACEROS INOXIDABLES AUSTENITICOSD. VASALLO, J. OVEJERO GARCIA, S. ZALCMANI. INTRODUCCION

Cuando los aceros inoxidables austeníticos son calentados en el dominio de temperatura comprendido entre los 500 y 800° C se produce una precipitación de carburos de cromo en límite de grano. Esto ocurre tanto en los aceros con contenidos de carbono de 0,05% (aceros comunes), como para aceros de bajo carbono (serie L) aunque en éstos últimos con una cinética más lenta.

Esta precipitación puede ocurrir durante las distintas etapas de fabricación de un elemento tales como:

- Operación de soldadura (zona térmicamente afectada).
- Trabajado en caliente.
- Operación de hipertemplado, a causa de un enfriamiento muy lento.

La precipitación de los carburos de cromo produce una serie de efectos en el material:

- Sensibilización a la corrosión intergranular.
- Mayor probabilidad de corrosión bajo tensión.
- Disminución de las propiedades mecánicas, especialmente resistencia a la fatiga.

Existen ensayos que permiten detectar la sensibilidad a la corrosión intergranular. La norma ASTM A-262 describe cinco técnicas destinadas a ese fin. El ensayo de ácido oxálico Pract.A de la citada norma permite detectar un ataque del límite de grano (formación de surcos) o un ataque generalizado (escalones). La presencia de un ataque de tipo escalón es indicativo que el material no es susceptible a la corrosión intergranular. En caso de ataque de tipo surco debe realizarse alguno de los otros ensayos de la norma para evaluar el grado de sensibilización.

En consecuencia este es un ensayo de aceptación pero no de rechazo del material.

Todas las técnicas descriptas en la citada norma son destructivas ya que requieren la extracción de la muestra que debía ser sometida a ensayo.

Son indudables las ventajas de contar con una técnica no-destructiva de detección de la sensibilización a la corrosión intergranular; un análisis indicó que el ensayo con ácido oxálico, (Práctica A de la norma ASTM A-262) por el hecho de ser electrolítico y de corta duración podría realizarse en forma no destructiva utilizando la técnica de tampón introducida por JACQUET (1). El presente trabajo permitió comprobar que el uso co-

mo técnica no destructiva es posible.

II. TRABAJO REALIZADO

II.1 Material utilizado

Fue utilizado un acero inoxidable austenítico tipo AISI 304. Con el objeto de obtener muestras con diferentes grados de sensibilización se realizaron, luego de un tratamiento de hipertemplado a 1100°C - 1h, tratamientos térmicos a 600° C y tiempos crecientes (ver tabla).

II.2 Preparación de las Muestras

La preparación de las muestras para ambos ensayos (ataque en celda y tampón), fue llevada a cabo de la misma manera y siguiendo la norma ASTM A-262.

II.2.1 Corte

La operación de corte fue realizada de acuerdo a lo especificado por la norma.

II.2.2 Pulido

El pulido fue realizado de acuerdo a lo indicado por la norma. Solo se introdujo una ligera modificación consistente en un corto pulido electrolítico luego del pulido mecánico. Es de destacar que dicha operación no altera la superficie de la muestra sino por el contrario hace más precisa la observación.

II.3. Ensayos

En los ensayos de ataque en celda y tampón fue utilizada una fuente de corriente continua y como electrolito una solución de 100 gr. de ácido oxálico ($H_2C_2O_4 \cdot H_2O$) en 900 ml. de agua destilada como lo especifica la norma.

II.3.1 Ensayo de ataque en celda

El ataque en celda fue realizado de acuerdo a lo indicado por la norma.

II.3.2 Ensayo de ataque con tampón

El método de tampón, introducido por JACQUET, consiste en reemplazar la celda electrolítica por un menisco de reactivo ubicado entre la pieza a pulir y un cátodo consistente en una varilla metálica terminada en una cabeza cilíndrica semiesférica (Fig.1) cubierta por un material absorbente no conductor. En el caso presente el tampón fue de acero inoxidable; las dimensiones se muestran en la Fig. 1.

II.3.2.1 Observación

Como hemos visto el ensayo con tampón brinda la posibilidad

de proceder a un ataque local sin necesidad de destrucción de la pieza.

Ahora bien la observación de la pieza, in situ, por microscopía óptica es muy dificultosa y en algunos casos imposible. Para obviar este inconveniente JACQUET (2) desarrolló un método de réplicas, usado en el presente trabajo, que permite obtener una copia exacta de la estructura y que puede ser observada por transparencia o por reflexión.

II. RESULTADOS Y DISCUSION

Los primeros ensayos con tampón se realizaron tomando en cuenta la densidad de corriente de $1\text{Amp}/\text{cm}^2$ especificada por la norma ASTM A-262. Con este valor de densidad de corriente se magnificaba el ataque.

Por este motivo se hicieron ensayos exploratorios para ver si era posible mejorar la semejanza de resultados con el ensayo de celda. Estos ensayos fueron realizados controlando el voltaje y no la densidad de corriente.

Los mejores resultados se obtuvieron aplicando una tensión de 8V en circuito abierto, con un tiempo neto de ataque de 1,5 minutos. El tiempo total, considerando el tiempo necesario para renovar el electrolito, era de aproximadamente dos minutos. La técnica empleada era la siguiente: "toques" de 5 segundos de duración separados, para la renovación del reactivo, de aproximadamente 2 segundos.

Para poder establecer la semejanza de ataques, se prepararon muestras de AISI 304, recocidas con tiempos crecientes. Los tiempos y numeración de las probetas se indican en la Tabla I.

La comparación de los ataques se realizó en base al valor Sv, es decir la superficie de granos que han sufrido precipitación de carburos dividido por el volumen de la zona analizada.

La determinación se hace contando el número de surcos que son atravesados por una línea de longitud conocida, divididos por la longitud de esa línea.

La determinación de surcos presenta ciertas dificultades. A bajo aumento es posible confundir surcos con escalones. Para evitar esto es conveniente utilizar un objetivo de gran aumento. En este caso se usó, para el contaje, un objetivo de inmersión de Apertura Numérica $NA=1,4$ y observando la muestra a 2000 aumentos.

Aún así la discriminación presenta problemas. Esto se confirmó al introducir dos perfeccionamientos en la técnica. El primero consistía en realizar un muy breve repulido (de 15 segundos) de la muestra después del ataque. Este repulido tal como puede observarse en las micrografías "borra" los detalles que pueden confundir la observación sin llegar a hacer desaparecer los surcos. Esto es debido a que esos detalles son puestos en evidencia por desniveles mucho menores que el de los surcos.

El otro perfeccionamiento consistió en examinar la probeta y las réplicas con un ligero desenfoque. Esto permite identificar inmediatamente

los surcos de los límites de grano que no lo presentan. Al girar el tornillo micrométrico del microscopio los surcos aparecen como una línea brillante, pasan por el foco y luego se transforman en una línea oscura. Los límites de grano sin surco no presentan estas modificaciones.

El exámen en estas condiciones permitió reconocer un número mayor de límites con surcos de los que se habían reconocido en las mismas muestras previamente a realizar estas modificaciones. Esto se puede ver en la Tabla I.

Se pudo comprobar, de este modo, una excelente correlación entre los resultados obtenidos en celda y con tampón.

Los resultados se muestran en la Tabla I; se observa un lógico aumento de la proporción de límites de grano sensibilizados, con el tiempo de mantenimiento a la temperatura de sensibilización.

III.1 CONDICIONES FUERA DE ESPECIFICACION

Para verificar si las condiciones de ataque eran críticas, se realizaron mediciones de Sv de algunas probetas atacadas fuera de las condiciones óptimas.

Los resultados se pueden observar en la Tabla I; se ve que un tiempo 33% menor que el especificado no introduce una variación muy notable en las probetas recocidas 80' a 600° C. Aumentos de voltaje parecen ser más peligrosos, especialmente para probetas con un menor grado de sensibilización.

IV. NORMALIZACION

El trabajo realizado dió como resultado un ensayo no destructivo que permite determinar, en forma rápida e in situ, la sensibilidad de los aceros inoxidables austeníticos a la corrosión intergranular.

Una normalización de este ensayo (en vías de realización) es imprescindible para su implantación como control de piezas y materiales. Como pudo observarse, los parámetros intervinientes en el presente ensayo son pocos y muy parecidos (en algunos son los mismos) a los contenidos en el ensayo Práctica A de la Norma ASTM A-262, por lo cual la tarea de normalización es fácil de realizar.

V. CONCLUSIONES

Es posible el uso de la técnica no destructiva del tampón, utilizando el ataque con ácido oxálico indicado por la norma ASTM A-262 - Pract. A, para detectar la sensibilización a la corrosión intergranular de aceros inoxidables austeníticos.

Para obtener condiciones equivalentes a las del ensayo de la Pract. A de la norma ASTM A-262 las condiciones de ataque con tampón son las siguientes:

- Electrolítico - Solución de ácido oxálico al 10% (Establecido por la norma).

- Tampón - Material - acero inoxidable.
Dimensiones - Como se indica en la Fig. 1
- Tensión - 8 volt en circuito abierto.
- Tiempo - 1,5 minutos (tiempo neto), con toques de 5 segundos separados por renovación del reactivo de 2 segundos.

VI. CONCLUSIONES GENERALES

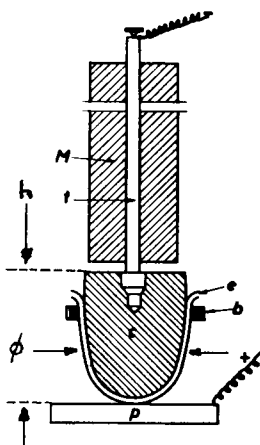
El presente ensayo no destructivo, combinación del ataque con tampón y la técnica de réplicas, permite determinar en forma rápida, in situ, la sensibilización de los aceros inoxidable austeníticos a la corrosión intergranular.

De la misma manera que el ensayo de ácido oxálico, Pract. A de la norma ASTM A-262, es un ensayo de aceptación pero no de rechazo de la pieza.

La importancia de este método es obvia sobre todo en el análisis industrial de piezas en servicio.

REFERENCIAS

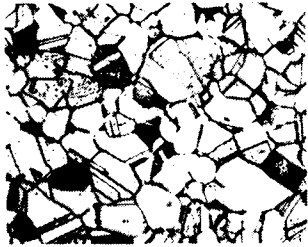
1. P.A.JACQUET, Rev. Met. 54 N°2-1957-127
2. P.A.JACQUET, Rev. Met. 55-N° 6-1958-531.



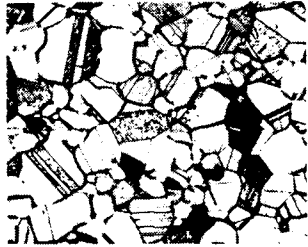
Modelo de Tampón para pulido

- C: Cátodo de Ac. Inoxidable
- t: Conductor eléctrico
- M: Aislante de goma
- e: Envoltura aislante
- P: Objeto a pulir
- φ: 1 cm
- b: Sujetador
- h: 2 cm.

TIEMPO DE ENSAYO A 6000C. (minutos)	ATAQUE EN CELDA			ATAQUE CON TAMPÓN				
	Tel. cual	Regul. 15'' a Desconf.	Regul. 15'' a Desconf.	Tel. cual	Regul. 15'' a Desconf.	1 min. a 8v.	2 min. a 8v.	1 1/2 min. a 10v.
10	--	0,26	--	--	--	--	--	--
15	--	18,1	--	--	--	--	--	--
20	--	18,8	25,3	--	24,03	--	--	--
25	--	22,5	32,8	--	31,86	--	35,28	--
30	--	26,5	29,6	--	--	--	--	43,84
40	19,54	--	34,00	35,02	36,25	--	--	--
50	--	34,7	38,8	--	36,16	--	--	--
60	23,48	32,9	44,5	--	44,63	--	--	43,19
70	--	--	45,5	--	45,85	--	43,43	--
80	--	36,1	43,8	--	44,75	44,49	--	--
160	26,85	--	45,6	--	--	--	--	--
960	--	51,2	51,83	--	--	--	--	--



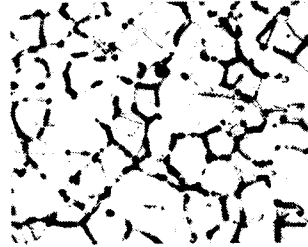
N-5169 20' 400x
Paño/Disa 40''/Ataq.celda 1'½ 1A/cm²



M-5219 20' 400x
Paño/Disa 15''/Ataq.tamp. 1'½ a 8v.



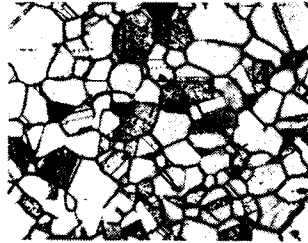
M-5205 20' 400x
Paño/Disa 40''/Ataq.celda 1'½ 1A/cm²
Repulida 15''



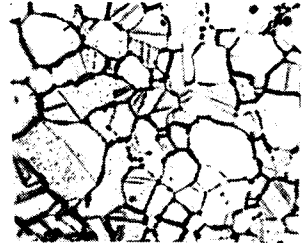
M-5231 20' 400x
Paño/Disa 15''/Ataq.tamp. 1'½ a 8v.
Repulida 15''



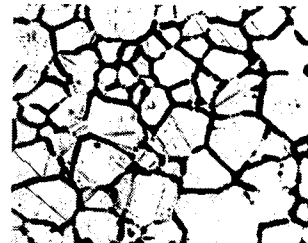
M-5173 50' 400x
Paño/Disa 40''/Ataq.celda 1'½ 1A/cm²



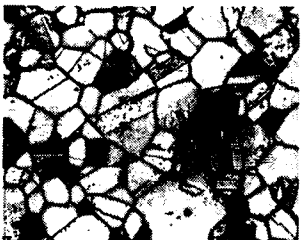
M-5223 50' 400x
Paño/Disa 15''/Ataq.tamp. 1'½ a 8v.



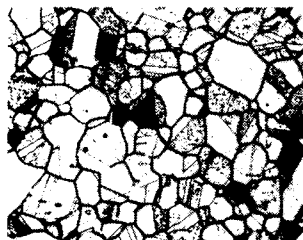
5209 50' 400x
Paño/Disa 40''/Ataq.celda 1'½ 1A/cm²
Repulida 15''



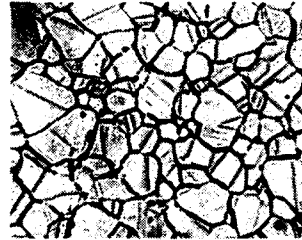
M-5235 50' 400x
Paño/Disa 15''/Ataq.tamp. 1'½ a 8v.
Repulida 15''



M-5176 80' 400x
Paño/Disa 40''/Ataq.celda 1'½ 1A/cm²



M-5226 80' 400x
Paño/Disa 15''/Ataq.tamp. 1'½ a 8v.



M-5212 80' 400x
Paño/Disa 40''/Ataq.celda 1'½ 1A/cm²
Repulida 15''



M-5238 80' 400x
Paño/Disa 15''/Ataq.tamp. 1'½ a 8v.
Repulida 15''