

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

Un ensayo no destructivo para detectar sensibilización a la corrosión intergranular en aceros inoxidables austenísticos

J. OVEJERO GARCIA, D. VASALLO, S. ZALCMAN

I. INTRODUCCION

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

Esta precipitación puede ocurrir durante las distintas etapas de fabricación de una pieza tales como:

- Soldadura (zona térmicamente afectada).
- Trabajado en caliente.
- Hipertemplado, a causa de un enfriamiento muy lento.

La precipitación de los carburos de cromo produce una serie de efectos no deseables en el material:

1) Proyecto Agua Pesada-CNEA

2) Gerencia de Desarrollo, Dpto. Materiales. CNEA

- 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 de un acero. En particular la norma ASTM A-262 describe cinco técnicas destinadas a ese fin. Todas estas técnicas son destructivas, ya que requieren la extracción de la muestra que debe ser sometida a estudio. Una de ellas es el ensayo Práctica A de ataque en celda con ácido oxálico (ver apéndice I).

Indudablemente son muchas las ventajas que se tendrían si se contara con una técnica no destructiva de detección de la sensibilización a la corrosión intergranular.

Un análisis detallado del ensayo Práctica A anteriormente mencionado indicó que, por ser en él el ataque electrolítico y de corta duración, podría ser realizado en forma no destructiva utilizando la técnica de tampón introducida por Jacquet (1) (ver apéndice II).

En el presente trabajo se realizó la puesta a punto del método de ataque con tampón para la detección de la sensibilización a la corrosión intergranular y una comparación del mismo con el ensayo de ataque en celda propuesto por la norma ASTM A-262 lo que permitió comprobar que el uso de aquella técnica no destructiva es factible.

II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

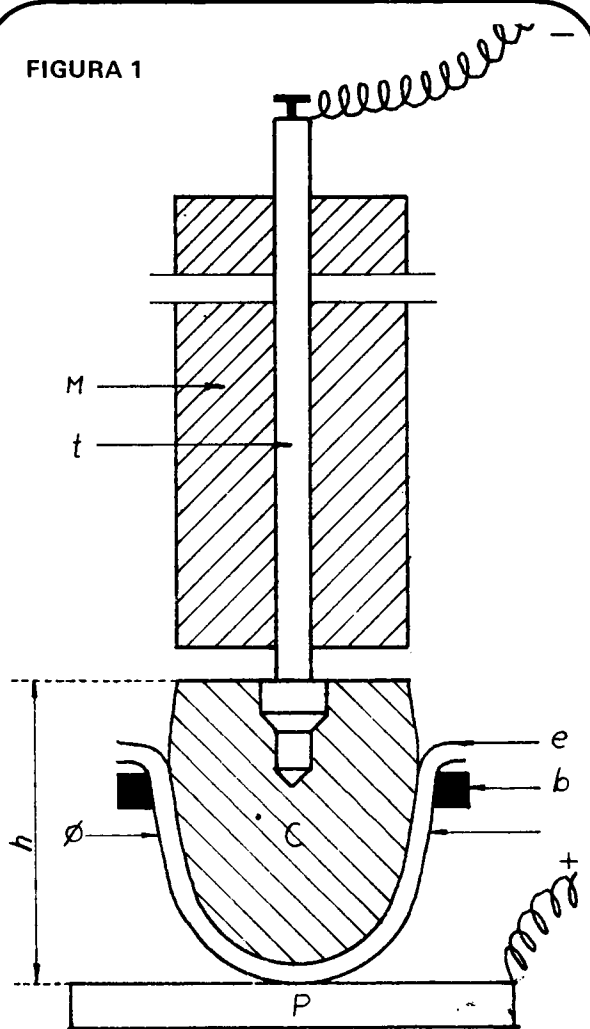
Los ensayos fueron realizados en un acero inoxidable austenítico tipo AISI 304. Con el objeto de obtener muestras con diferentes grados de sensibilización se realizaron, luego de un tratamiento de hipertemplado a 1100°C - 1 h, tratamientos isotérmicos a 600°C y tiempos crecientes (Ver Tabla I).

La preparación metalográfica de todas las muestras en las que se realizaron los estudios, fue llevada a cabo siguiendo la norma ASTM A-262 con una ligera modificación consistente en un corto pulido electrolítico luego del pulido mecánico. Esta operación no altera la superficie de la muestra y hace más precisa la observación.

Para los ensayos, tanto de ataque en celda como de ataque con tampón, fue utilizada una fuente de corriente continua y como electrolito una solución de 100 gr. de ácido oxálico (H₂C₂O₄ · 2H₂O) en 900 ml de agua destilada como lo especifica la norma.

El tampón fue de acero inoxidable de las dimensiones mostradas en la Fig. 1.

FIGURA 1



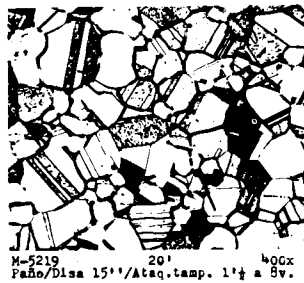
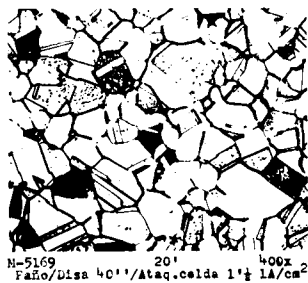
MODELO DE TAMPON PARA PULIDO

C: Cátodo de Ac. Inoxidable - t: Conductor eléctrico
M: Aislante de goma - e: Envoltura aislante - P: Objeto a pulir - Ø: 1 cm² - b: Sujetador - h: 2 cm

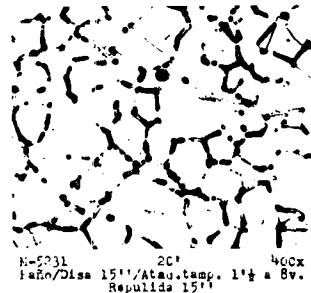
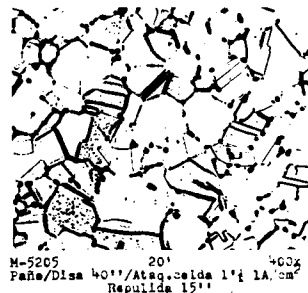
Tabla I

TIEMPO DE RECOCC. A 600°C. (minutos)	ATAQUE EN CELDA Valores de Sv			ATAQUE CON TAMPON Valores de Sv			
	Tal	Repul. 15'	Repul. 15' + Desenf.	Tal	Repul. 15' + Desenf.	1 min. 8v.	2 min. 8v.
	cual	15'	Desenf.	cual	Desenf.	8v.	10v.
10	--	0,26	--	--	--	--	--
15	--	18,1	--	--	--	--	--
20	--	18,4	25,3	--	24,03	--	--
25	--	22,5	32,4	--	31,86	--	35,28
30	--	26,5	29,6	--	--	--	43,24
40	19,54	--	34,00	35,02	36,25	--	--
50	--	34,7	38,4	--	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	--	--	--	--

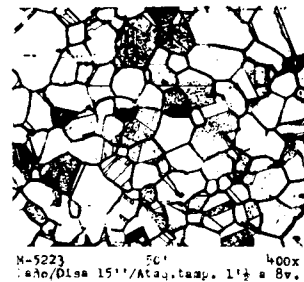
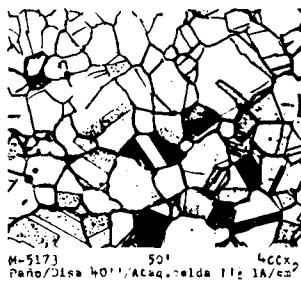
Ia



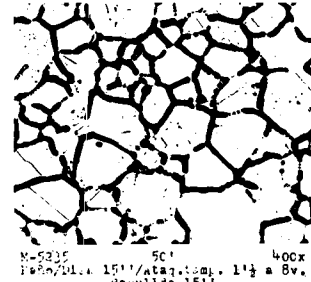
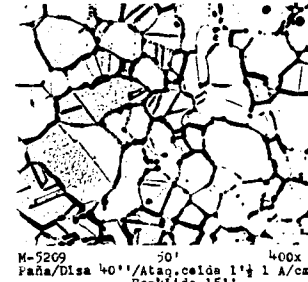
Ib



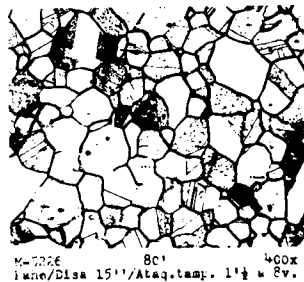
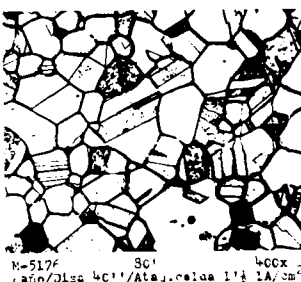
Ila



Iib



IIla



IIib

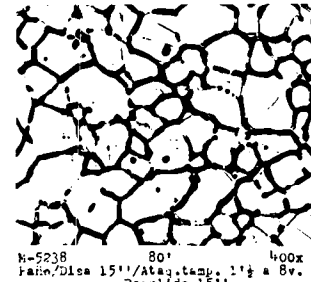
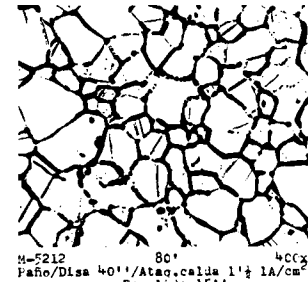


FIGURA 2

El efecto de ambos tipos de ataque fue estudiado a través de réplicas realizadas siguiendo el método desarrollado por Jacquet (2) que permite obtener una copia exacta de la estructura y que pueden ser observadas por transparencia o por reflexión.

III. RESULTADOS Y DISCUSION

Los primeros ensayos con tampón se realizaron con una densidad de corriente de 1 Amp/cm², tal como lo especifica para celda la norma ASTM A-262. Con ese valor de densidad de corriente se obtuvo un ataque magnificado respecto del conseguido en celda, que se manifiesta en un surco de mayor tamaño a lo largo del límite de grano.

Estudios exploratorios para mejorar la similitud de ataque celda-tampón fueron realizados controlando el voltaje y no la densidad de corriente. Los resultados óptimos se obtuvieron aplicando una tensión de 8 Volt. a circuito abier-

to, con un tiempo neto de ataque de 1,5 minutos. El tiempo total, considerando el tiempo necesario para renovar el electrolito fue aproximadamente de 2 minutos. La técnica finalmente empleada fue la siguiente: "toques" de 5 segundos de duración separados, para la renovación del reactivo, por aproximadamente 2 segundos.

La comparación entre el ataque en celda y el ataque con tampón se realizó en base al valor (S_v) del cociente entre la superficie de granos que han sufrido precipitación de carburos y el volumen de la zona analizada. La medición efectiva se hizo contando el número de surcos atravesados por una línea de longitud conocida, dividido por la longitud de dicha línea.

La determinación del número de surcos, tanto en muestras atacadas en celda o con tampón, presenta ciertas dificultades: a) A bajo aumento, es posible confundir escalones en la superficie con surcos. Para evitar esto se usó para el conteo un objetivo de inmersión a apertura numérica NA=1,4 que permitió la observación de la mues-

tra a 2000 aumentos. b) Aún realizada la observación a alto aumento, la discriminación surco-escalón puede continuar presentando problemas. Para eliminarlos se introdujeron dos modificaciones. La primera consiste en realizar un muy breve repulido (de 15 seg.) de la muestra después del ataque. Este repulido, tal como puede observarse en las micrografías de la Fig. 2, "borra" los detalles que pueden confundir la observación sin llegar a hacer desaparecer los surcos, dado que esos detalles son puestos en evidencia por desniveles mucho menores que el de aquellos.

La segunda modificación consiste en examinar la probeta y las réplicas con un ligero desenfoque. Esto permite identificar inmediatamente los límites de grano que presentan surcos y aquellos que no los 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 variaciones.

El examen con estas dos modificaciones permitió reconocer un número mayor de límites con surcos de los que se habían recocado previamente en las mismas muestras.

Los resultados se muestran en la Tabla I. Se observa un aumento de la proporción de límites de grano sensibilizados con el tiempo de recocado a la temperatura de sensibilización. Puede comprobarse, además, una excelente correlación entre los resultados obtenidos por ataque en celda y por ataque con tampón más réplica.

CONDICIONES FUERA DE ESPECIFICACION

Para verificar si las condiciones de ataque con tampón son críticas, se realizaron mediciones de S_V en algunas muestras atacadas fuera de las condiciones óptimas.

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

IV. CONCLUSIONES

Es posible el uso de este ensayo no destructivo, combinación del ataque con tampón y la técnica de réplica, para detectar "in situ", en forma rápida, la sensibilización a la corrosión intergranular de aceros inoxidables austeníticos.

Para obtener condiciones equivalentes a las

del ensayo en celda de la Práctica A de la norma ASTM A-262 las condiciones de ataque con tampón son las siguientes:

- **Electrolito** - Solución de ácido oxálico al 10% (Igual al establecido por la norma).
- **Tampón** - Material: acero inoxidable.
Dimensiones: las indicadas en la Fig. 1.
- **Tensión** - 8 Volt. a circuito abierto.
- **Tiempo** - 1,5 minutos (tiempo neto), con toques de 5 segundos separados por renovación del reactivo de 2 segundos.

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.

La normalización de este ensayo (en vías de realización) es imprescindible para su implantación como control de materiales. Su importancia es obvia, sobre todo en el análisis industrial de piezas en servicio.

REFERENCIAS

1. P.A. JACQUET, Rev. Met. 54 Nº 2-1957-127.
2. P.A. JACQUET, Rev. Met. 55 Nº 6-1958-531.

APENDICE I

El ensayo de ácido oxálico Pract. A de la norma ASTM A-262 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 de que el material no es susceptible a la corrosión intergranular. En el caso de ataque tipo surco debe realizarse alguno de los otros ensayos de la norma para evaluar el grano de sensibilización. En consecuencia, éste es un ensayo de aceptación pero no de rechazo del material.

APENDICE II

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.