

**EVALUACIÓN ELECTROQUÍMICA DE UN ACERO AISI/SAE 430 EXPUESTO A
UNA SOLUCIÓN QUE SIMULA ALIMENTO MEDIANTE RUIDO
ELECTROQUÍMICO**

MAYERLY CABALLERO BARRERA

JEISSON DAVID GÓMEZ CAMACHO

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
GRUPO DE INVESTIGACIONES EN CORROSIÓN
BUCARAMANGA**

2015

**EVALUACIÓN ELECTROQUÍMICA DE UN ACERO AISI/SAE 430 EXPUESTO A
UNA SOLUCIÓN QUE SIMULA ALIMENTO MEDIANTE RUIDO
ELECTROQUÍMICO**

**MAYERLY CABALLERO BARRERA
JEISSON DAVID GÓMEZ CAMACHO**

Trabajo de grado para optar el título de
Ingeniero Metalúrgico

Directores:

**Ph.D. DARÍO YESID PEÑA BALLESTEROS
Físico. ANDERSON ANDRÉS SANDOVAL AMADOR**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
GRUPO DE INVESTIGACIONES EN CORROSIÓN
BUCARAMANGA**

2015

DEDICADO A:

A Dios por estar conmigo en cada paso que doy, cuidándome y dándome fortaleza para culminar una de las metas más importantes de mi vida, a mis padres Benjamín Caballero Castellanos y Cerlina Barrera Murillo por haberme apoyado en todo momento, por sus consejos y valores, por la motivación constante que me ha permitido ser una persona de bien, pero más que nada, por su amor. A mi hija Gabriela Guerra Caballero por ser mi motivación para seguir adelante y culminar mis estudios a pesar de las circunstancias.

Mayerly Caballero Barrera

DEDICADO A:

A mi mamita hermosa; Zenaida Camacho Ardila, por su amor incondicional, a mi padre; Roberto Gómez Rodríguez, por su buen ejemplo y a mi hermanita Jessica Patricia por estar siempre ahí, ahí.

Jeisson David Gómez Camacho

AGRADECIMIENTOS

A nuestro profesor y director *Darío Y. Peña Ballesteros* por su apoyo, dedicación y colaboración en brindarnos la oportunidad de aprender a lo largo del desarrollo de este proyecto de investigación.

Al *Grupo de Investigaciones en Corrosión (GIC)*, por darnos la oportunidad de realizar nuestra investigación facilitándonos el uso de sus instalaciones y equipos del laboratorio en la sede Guatiguará

A nuestro director *Anderson Andrés Sandoval Amador* y al Profesor *Custodio Vásquez Quintero* por su tiempo, amable atención, discusión y aporte a nuestras consultas.

A la *Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales*, quienes nos aportaron su conocimiento y enseñanzas durante el desarrollo de nuestra vida universitaria.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	17
1. OBJETIVOS.....	19
1.1. OBJETIVO GENERAL	19
1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	19
2. CONCEPTOS TEÓRICOS.....	20
2.1. ACERO	20
2.2 CORROSIÓN.....	20
2.3 ALIMENTO SIMULADO	21
2.4 TÉCNICAS ELECTROQUÍMICAS	22
2.4.1 Ruido electroquímico.	22
3. ESTADO DEL ARTE.....	28
4. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	31
4.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	32
4.2 PREPARACIÓN SUPERFICIAL DE LAS MUESTRAS.....	32
4.2.1 Tamaño de la probeta.....	32
4.2.2 Desbaste mecánico.	33
4.2.3 Análisis metalográfico.	33
4.3 ENSAYO DE INMERSIÓN EN SOLUCIÓN ELECTROLÍTICA	33
4.4 EVALUACIÓN DE LA DEGRADACIÓN DE LAS SUPERFICIES MEDIANTE TÉCNICAS ELECTROQUÍMICAS	34
4.4.1 Ruido electroquímico.	36

4.5 CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL DE LAS PROBETAS	36
4.5.1 Microscopia electrónica de barrido (SEM).	36
4.6. DISEÑO EXPERIMENTAL.....	37
5. RESULTADOS Y ANÁLISIS	40
5.1 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DEL ACERO INOXIDABLE AISI/SAE 430	40
5.2 EVALUACIÓN DE LA CORROSIÓN MEDIANTE LA TÉCNICA DE RUIDO ELECTROQUÍMICO.	41
5.2.1 Inspección Directa de Registros Experimentales.....	42
5.2.2 Análisis Estadístico en el Dominio Temporal.	58
5.3. CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL DE LAS PROBETAS	66
5.3.1. Microscopia electrónica de barrido (SEM).	66
5.4. COMPARACIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS MEDIANTE LA TÉCNICA DE RUIDO ELECTROQUÍMICO EN ESTUDIO CON RESULTADOS REPORTADOS EN LA LITERATURA.	71
5.4.1.1. Resistencia a la polarización y resistencia de ruido.....	71
5.4.1.2. Micrografías SEM.	72
6. CONCLUSIONES	73
7. RECOMENDACIONES.....	74
BIBLIOGRAFÍA.....	80
ANEXOS.....	85

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Composición típica de un acero AISI/SAE 430 ^[3]	20
Tabla 2. Valores estándar de potencial y corriente	27
Tabla 3. Correlación entre el índice de localización y el tipo de corrosión	27
Tabla 4. Variables a evaluar en el desarrollo de la investigación.....	37
Tabla 5. Diseño de experimentos	38
Tabla 6. Condiciones para el análisis de resultados	39
Tabla 7. Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 600; expuesta a una solución de ácido acético al 3% V/V, durante cero días a una temperatura de 25 °C.....	44
Tabla 8. <i>Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1500; expuesta a una solución de ácido acético AL 3% V/V, durante diez a una temperatura de 60°C...</i>	56
Tabla 9. <i>Condición 1. Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 600; expuesta a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante cero días a una temperatura de 25°C.....</i>	59
Tabla 10 <i>Condición 7. Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1500; expuesta a una solución de acético al 3% v/v, durante diez días a una temperatura de 60°C.....</i>	60

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Curva de ruido en potencial típica de un material pasivado.....	24
Figura 2. Fluctuaciones del potencial de un sistema con ataque localizado.....	24
Figura 3. Fluctuaciones del Potencial de un sistema en corrosión localizada severa.	25
Figura 4. Esquema del desarrollo experimental.....	31
Figura 5. Probeta acero AISI/SAE 430	32
Figura 6. Montaje de las probetas sometidas al ensayo de inmersión en la solución electrolítica.....	34
Figura 7 (a) <i>Potenciostato/galvanostato utilizado en el desarrollo de las pruebas electroquímicas; (b) Celda electroquímica con jaula de Faraday; (C) celda electroquímica sin jaula Faraday.</i>	35
Figura 8. <i>Jaula de Faraday.</i>	36
Figura 9. Equipo de microscopia electrónica de barrido (SEM) JEOL JSM5910 LV, universidad Nacional de Colombia sede Medellín.	37
Figura 10. Micrografía óptica del acero inoxidable AISI/SAE 430 previo al ataque químico a 400x.....	40
Figura 11. Micrografía óptica del acero inoxidable AISI 430 posterior al ataque químico.	41
Figura 12. a) Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 600; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante cero días a una temperatura de 25°C.....	43
Figura 13. a) Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1500; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante cero días a una temperatura de 60°C.....	45

Figura 14 a) Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial de 1500; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante cuatro días a una temperatura de 25°C.....	47
Figura 15. a) <i>Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 600; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante cuatro días a una temperatura de 60°C.....</i>	49
Figura 16. a) <i>Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial de 1200; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante siete días a una temperatura de 45°C.....</i>	51
Figura 17. a) <i>Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1200; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante diez días a una temperatura de 45°C.....</i>	53
Figura 18. a) <i>Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1500; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante diez días a una temperatura de 60°C.....</i>	55
Figura 19. a) <i>Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 600; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante diez días a una temperatura de 60°</i>	57
Figura 20. Comparación entre los valores estadísticos de sesgo en potencial y corriente de las diferentes condiciones experimentales.....	61
Figura 21. Comparación entre los valores estadísticos de kurtosis en potencial y corriente de las diferentes condiciones experimentales.....	62
Figura 22. Comparación entre los valores estadísticos de desviación estándar en (a) potencial y (b) corriente de las diferentes condiciones experimentales	63

Figura 23. Comparación entre los valores estadísticos de índice de localización en corriente de las diferentes condiciones experimentales.....	65
Figura 24. Comparación entre los valores estadísticos de resistencia de ruido corriente de las diferentes condiciones experimentales.....	65
Figura 25. Micrografía SEM para la muestra de 7 días con acabado superficial 1200 y temperatura 45°C.....	67
Figura 26. Micrografía SEM para la muestra de 10 días con acabado superficial 1200 y temperatura 45°C.....	67
Figura 27. Micrografía SEM para la muestra de 10 días con acabado superficial 1500 y la temperatura 60 ° C.....	68
Figura 28. Micrografía SEM-EDS para la muestra de 10 días con acabado superficial 1500 y la temperatura 60 °C.....	68
Figura 29. Micrografía SEM para las muestra de 10 días con acabado superficial 600 y temperatura 60°C.....	69
Figura 30. (a) Micrografía SEM para las muestra de 10 días con acabado superficial 600 y temperatura 60°C. (b) Análisis EDS.....	70

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
Anexos A. Análisis Estadístico en el Dominio Temporal	85
Anexo B. Comparación de resultados de resistencia a la polarización (Rp) y resistencia de ruido (Rn)	88
Anexo C. Comparaciones de micrografías SEM.....	89

RESUMEN

TITULO: EVALUACIÓN ELECTROQUÍMICA DE UN ACERO AISI/SAE 430 EXPUESTO A UNA SOLUCIÓN QUE SIMULA ALIMENTO MEDIANTE RUIDO ELECTROQUÍMICO*

AUTOR: CABALLERO BARRERA, Mayerly, GOMEZ CAMACHO, Jeisson David**

PALABRAS CLAVES: Acero inoxidable AISI/SAE 430, Velocidad de corrosión, Ruido electroquímico, SEM, Métodos estadísticos, Alimento simulado

DESCRIPCIÓN:

Los Aceros Inoxidables son una gama de aleaciones que contienen mínimo de 11% de Cromo. El Cromo forma en la superficie del acero una capa pasiva, extremadamente delgada, continua y estable que deja la superficie inerte a las reacciones químicas.

Con la presente investigación se busca evaluar el tipo de corrosión y las propiedades electroquímicas del acero AISI/ SAE 430, el cual es expuesto a la interacción con una solución que simula el contacto con un alimento (ácido acético al 3% v/v). Utilizando tres acabados superficiales distintos (600, 1200 y 1500) después de ser sumergidos por 4, 7 y 10 días, en esta solución y mediante la técnica de ruido electroquímico y análisis de datos estadísticos, se determinó el posible daño superficial del acero después del contacto con la solución, por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM).

Los resultados por medio de ruido electroquímico indican que el tipo de corrosión sobre la superficie del metal es dependiente de la temperatura, acabado superficial y tiempo de exposición. Para alta temperatura y un acabado superficial más fino es decir 1500; el acero tiende a una corrosión por picadura, mientras que para un acabado superficial mayor es decir 600 se presenta una tendencia a corrosión uniforme, lo cual se corrobora mediante el análisis SEM. Así para una baja temperatura y rugosidad, el acero presenta un menor comportamiento frente a la corrosión.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Directores: Ph.D. Darío Yesid Peña Ballesteros y Físico. Anderson Andrés Sandoval Amador

ABSTRACT

TITLE: EVALUATION OF AN ELECTROCHEMICAL AISI / SAE 430 STEEL EXPOSED TO A SOLUTION THROUGH FOOD SIMULATING ELECTROCHEMICAL NOISE*

AUTHORS: CABALLERO BARRERA, Mayerly, GOMEZ CAMACHO, Jeisson David**

KEYWORDS: Stainless Steel AISI / SAE 430, Corrosion rate, electrochemical noise, SEM, statistical Methods

DESCRIPTION:

Stainless Steels are a range of alloys containing a minimum of 11% chromium. Chrome surface form a passivating layer of steel, extremely thin, continuous and stable passive layer. That makes the surface inert to chemical reactions. This is the main characteristic of corrosion resistance of stainless steels.

with this investigation purpose is evaluate the type of corrosion and electrochemical properties of the steel ASI / SAE 430, which is exposed to interaction with a solution that simulates contact with food (acetic acid 3 % v/v). Using three different surface finishes (600, 1200 and 1500) after being submerged for 4, 7 and 10 days, in this solution and by electrochemical noise and statistical data analysis it was determined surface damage of the steel after contact with the solution, by scanning electron microscopy (SEM).

Using results indicate that electrochemical noise corrosion pattern on the surface of metal is dependent on temperature, surface finish and exposure time. For high temperature and a finer surface finish that is 1500; the steel tends to pitting, whereas a higher surface finish 600 that is a tendency to uniform corrosion occurs, which is confirmed by SEM analysis. And to a low temperature and roughness, the steel has a lower corrosion behavior.

* DegreeWork

** Faculty of PhysicalChemistryEngineering. School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Directors: Ph.D. Darío Yesid Peña Ballesteros. Y Físico. Anderson Andrés Sandoval Amador

INTRODUCCIÓN

Hoy por hoy se ha desarrollado diversos materiales los cuales han sido de gran utilidad en procesos y productos facilitando la vida del ser humano. Uno de los principales problemas que surgen en la fabricación de los productos es la elección del material, el cual es un asunto de gran importancia en las aplicaciones que incluyen contacto directo o indirecto con los seres humanos, en especial aquellas relacionadas con los alimentos.

Últimamente se ha manifestado una preocupación general por la calidad del producto y la salud, por lo tanto se ha convertido en el motor impulsor de trabajos de investigación conducentes a la detección y control temprano de los defectos sufridos en equipos fabricados en acero inoxidable, tales como contaminación de la superficie, incrustación de hierro, daño mecánico, etc. cuyo resultado más común es un ataque corrosivo, situación que se debe prevenir antes, durante ni después de la manufactura del producto.

En algunas investigaciones se han analizado los diferentes factores que se podrían producir los aceros inoxidables especialmente, el acero ASI/SAE 430 debido a su buena resistencia a la corrosión y características de conformado con propiedades mecánicas útiles. Sin embargo su mayor aplicación es en la fabricación de utensilios de cocina, especialmente en ollas debido a que tiene buena resistencia a una amplia variedad de medios corrosivos, incluyendo el ácido nítrico y otros ácidos orgánicos.

De acuerdo a lo mencionado anteriormente, la actual investigación está fundamentada en establecer la relación existente en la liberación de iones del acero AISI 430 a diferente acabado superficial, en una solución que simula

alimentos (ácido acético al 3%). Para establecer esta relación se modificará superficialmente el acero utilizando tres diferentes pulidos mecánicos: Papel abrasivo 600, 1200 y 1500. Posteriormente se evaluarán las propiedades electroquímicas mediante la técnica de ruido electroquímico y aplicando métodos estadísticos como: Resistencia al ruido (R_n), Índice de localización (IL), kurtosis, sesgo y la desviación estándar (D_s). Finalmente se determinará el daño superficial del acero por medio de la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).

1. OBJETIVOS

1.1. OBJETIVO GENERAL

Evaluar el comportamiento electroquímico del acero inoxidable AISI/SAE 430 en contacto con una solución de alimento simulado mediante la técnica de ruido electroquímico.

1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar la morfología del daño superficial del acero AISI/SAE 430 con diferentes acabados superficiales, bajo diferentes tiempos de inmersión y temperatura en una solución que simula un alimento mediante SEM.
- Evaluar la degradación del acero AISI/SAE 430 durante el contacto con una solución de alimento simulado mediante la técnica de ruido electroquímico aplicando métodos estadísticos como: Resistencia al ruido (R_n), Índice de localización (IL), kurtosis, sesgo y la desviación estándar (D_s).

2. CONCEPTOS TEÓRICOS

2.1. ACERO

Un acero inoxidable AISI/SAE 430 pertenece a la serie 400 tipo ferríticos (según la norma ASTM A 176 / A 240) ^[1] y presenta la composición mostrada en la tabla 1. La fase ferrítica le confiere ciertas propiedades como la resistencia a la corrosión a altas temperaturas pero se sacrifican otras como la resistencia al impacto, baja soldabilidad y no templable; en comparación con los demás aceros inoxidables es más económico pero difiere en algunas propiedades como la dureza y facilidad de maquinado ^[2].

Tabla 1. Composición típica de un acero AISI/SAE 430^[3].

	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni
430	0.12	1.0	0.04	0.03	1.0	16-18	0.75

Fuente: Fabricación y caracterización del acero inoxidable 430 de acuerdo a la norma ASTM 176/A 240.

2.2 CORROSIÓN

La corrosión es el deterioro de un material metálico o no metálico, al estar expuesto en ambientes que modifican su estructura atómica, debilitando el material y ocasionando problemas en el desempeño del mismo. El proceso por el cual el metal vuelve a su estado natural y que corresponde a una “oxidación” se conoce como corrosión y representa la conversión paulatina del metal en sus formas combinadas. Todo material sufre deformaciones, desgastes o efectos

dañinos que acaban con su estructura llevándolo a una forma inicial de materia orgánica ^[4].

El deterioro de los metales es consecuencia de un proceso corrosivo que se produce por muchos factores y en determinadas condiciones con lo cual existen gran cantidad de tipos de corrosión; como lo es la corrosión bajo tensión, atmosférica, electroquímica, etc. Este proceso de pérdida de metal es de gran interés en los aceros inoxidable que sufren picadura, es un tipo de corrosión localizada que afecta fundamentalmente la integridad del material, generando daños catastróficos en una estructura si esta degradación no es controlada y monitoreada adecuadamente ^[5].

Los aceros inoxidable poseen una particularidad que les da ese nombre y es la formación de una capa de óxido que los protege de diversos agentes corrosivos, y al momento que esta capa se rompe como consecuencia de la disolución no uniforme localizada y acelerada del metal se produce la corrosión por picadura o pitting ^[6].

2.3 ALIMENTO SIMULADO

Los aceros inoxidable son de gran uso en la industria de alimentos, ya sea en la producción, almacenamiento y preparación de los mismos, por lo cual los equipos y materiales utilizados para preparación de estos alimentos deben cumplir todas las especificaciones de higiene y seguridad exigidas por las normas ^[7].

La simulación de alimento consiste en el uso de productos químicos con características similares de composición de algunos alimentos. Un reactivo químico de gran uso es el ácido acético. Para efectos de ensayo se usa ácido acético al 3% tal como lo sugiere la norma italiana 21-03-1973 DM, art. 37, con el

fin de producir daños en el acero y evaluar el efecto de la liberación de iones metálicos como consecuencia de la corrosión.

2.4 TÉCNICAS ELECTROQUÍMICAS

Las técnicas electroquímicas consisten en introducir una señal eléctrica al sistema en estudio y obtener información del mismo mediante el análisis de la respuesta eléctrica que genera dicha señal. Mediante las técnicas electroquímicas se puede determinar el comportamiento y la cinética de las reacciones que sufre el material en una solución electrolítica. Algunas de las técnicas electroquímicas más ampliamente usadas son la medición del potencial de corrosión, son las curvas de polarización potenciodinámicas, la espectroscopia de impedancia electroquímica y Ruido electroquímico ^[8].

2.4.1 Ruido electroquímico. Es la técnica que estudia las fluctuaciones de las señales de potencial y de corriente menor a 10 Hz y baja amplitud, cuando un metal se corroe en un medio corrosivo. El ruido que se origina es en parte a la cinética en los procesos electroquímicos durante la corrosión, es considerado un fenómeno estocástico ^[9].

En relación al ensayo o método de ruido electroquímico, consiste en el análisis de los datos proporcionados por el ruido, adquiridos durante el seguimiento del proceso corrosivo mediante diversos métodos potencioestáticos o galvanostáticos ^[10].

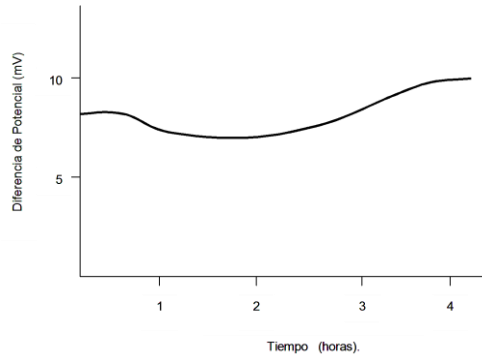
Es un método de bajo costo el cual obtiene información relevante sobre el proceso corrosivo ya que identifica el tipo de corrosión (uniforme, generalizada, localizada). El ruido electroquímico se trata de oscilaciones en el potencial y corrientes electroquímicas, por ello su medición se divide en dos:

Primero el ruido en potencia el cual se estudia respecto a las oscilaciones estocásticas del potencial respecto a un electrodo de referencia y segundo el ruido electroquímico en corriente el cual mide la oscilación de corriente entre dos electrodos idénticos^[11].

Las fluctuaciones del potencial se explican en términos de un proceso de corrosión. En un material pasivo el potencial se mantiene más o menos constante con fluctuaciones de 3 mV aproximadamente, (ver Figura 1). Cualquier inicio de corrosión localizada ocasionará variaciones intermitentes del potencial, caída lineal seguida de una recuperación exponencial, (ver Figura 2) Conforme el medio sea más agresivo y el sistema entre en un proceso de corrosión localizada, los transitorios serán más frecuentes, ver Figura 3.

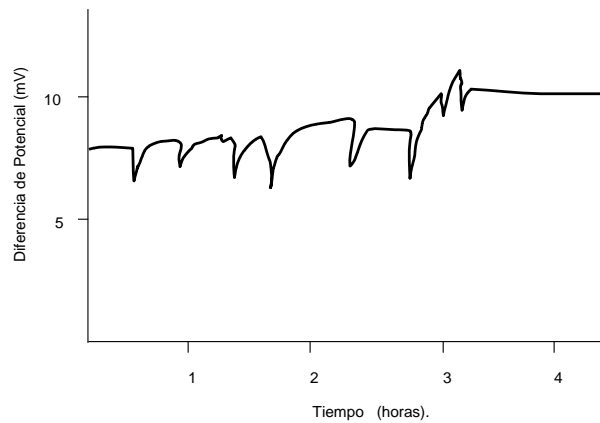
La técnica de ruido electroquímico es sensible a las fluctuaciones de potencial causadas por fenómenos de repasivación – despasivación y es ideal para una evaluación rápida de la susceptibilidad de un material a la corrosión por picaduras, antes de que aparezca el primer indicio de que se está formando alguna picadura^[12].

Figura 1. Curva de ruido en potencial típica de un material pasivado.



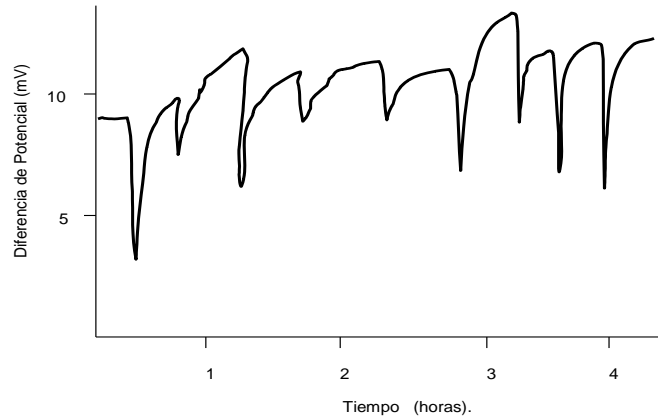
Fuente: MEJÍA CAJICÁ, Nubia Esperanza. Evaluación de la corrosión por picado de un acero AISI/1|SAE 1020 en un fluido sintético de pozo de petróleo mediante técnicas electroquímicas.

Figura 2. Fluctuaciones del potencial de un sistema con ataque localizado.



Fuente: MEJÍA CAJICÁ, Nubia Esperanza. Evaluación de la corrosión por picado de un acero AISI/1|SAE 1020 en un fluido sintético de pozo de petróleo mediante técnicas electroquímicas.

Figura 3. Fluctuaciones del Potencial de un sistema en corrosión localizada severa.



Fuente: MEJÍA CAJICÁ, Nubia Esperanza. Evaluación de la corrosión por picado de un acero AISI/1|SAE 1020 en un fluido sintético de pozo de petróleo mediante técnicas electroquímicas.

Una clasificación en cuanto a la morfología del fenómeno de corrosión, por medio de esta técnica es la siguiente:

- **Corrosión ligera o pasivación:** Caracterizado por bajas frecuencias y altas amplitudes. Procesos controlados por difusión, caracterizado por desviación estándar media ($1 E^{-3}$, $1 E^{-4}$ volts).
- **Corrosión localizada o picado:** Caracterizado por altas frecuencias y altas amplitudes. Procesos transitorios de rompimiento – repasivación, caracterizado por un aumento en la desviación estándar o valores altos ($1 E^{-3}$, $1 E^{-2}$ volts).
- **Corrosión generalizada:** Altas frecuencias y bajas amplitudes. Procesos de transferencia de carga, caracterizada por una desviación estándar pequeña ($1 E^{-5}$ o menores).

En años más recientes, se han desarrollados un gran número de métodos analíticos para la identificación de la ocurrencia de datos de ruido electroquímico [13,14]. Los parámetros estadísticos obtenidos de las técnicas de procesamiento de señales digitales incluyen índice de localización, sesgo, kurtosis, coeficiente de variación, frecuencia/carga característica y factor de picado. A continuación se presentan los parámetros estadísticos más importantes obtenidos a partir del análisis estadístico de los registros de ruido de corriente y ruido de potencial.

$$\text{Media} \quad \bar{X} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N X_i \quad (1)$$

$$\text{Desviación Estándar} \quad \sigma = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2} \quad (2)$$

$$rms = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N X_i^2}$$

$$\text{Índice de localización} \quad LI = \frac{\sigma_I}{rms_i} \quad (3)$$

$$\text{Resistencia al Ruido} \quad Rn = \frac{\sigma_V}{\sigma_I} \quad (4)$$

$$\text{Sesgo} \quad S = \frac{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^3}{\sigma^3} \quad (5)$$

$$\text{Kurtosis} \quad K = \frac{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^4}{\sigma^4} \quad (6)$$

Tabla 2. Valores estándar de potencial y corriente

Tipo de Corrosión	Potencial		Corriente	
	Sesgo	Kurtosis	Sesgo	Kurtosis
General	<±1	< 3	< ±1	< 3
Picado	< -2	>> 3	>±2	>> 3

Fuente: H.A.A. Al-Mazeedi, R.A. Cottis. A practical evaluation of electrochemical noise parameters as indicators of corrosion type.

Tabla 3. Correlación entre el índice de localización y el tipo de corrosión

Tipo de Corrosión	Valores de índice de localización	
	Max	Min
Localizada	1.0	0.1
Mixta	0.1	0.01
Uniforme	0.01	0.001

Fuente: D.A. Eden, Electrochemical Noise- The first two octaves, Corrosion 98, Paper 386, NACE, Houston, USA, 1998.

3. ESTADO DEL ARTE

Los aceros inoxidable debido a su alta resistencia a las corrosión y al manchado, presenta un buen aspecto superficial lo que les brinda alta higiene, por lo cual estos aceros tiene aplicaciones casi que ilimitadas, por ejemplo para adornos y molduras automotrices, materiales de construcción, equipo químico de proceso, cremalleras, partes para quemadores, intercambiadores de calor, adornos interiores arquitectónicos y paneles, adornos y equipo de cocinas, equipo para proceso de ácido nítrico, equipo para refinación de petróleo, tubos de protección de pirómetros, aparatos científicos, recipientes para procesamiento y almacenamiento de alimentos, entre muchos más^[15]. No se precisa actualmente cuantos tipos de aceros inoxidable existen comercialmente a nivel mundial debido a los cambios de composición de cada diferente aleación, pero las normas los clasifican, brindando una designación y respectivas especificaciones de aplicación, en donde el uso final del acero es el factor determinante a la hora de seleccionar o diseñar una aleación.

Todos los alimentos antes de llegar al consumidor pasan por controles y registros específicos de higiene y riesgos para la salud humana, para poder ser comercializados legalmente, por tal motivo más del 30% de todo el acero producido es utilizado en productos relacionados con alimentos y bebidas^[16].

Debido a la indiscutiblemente alta resistencia a la corrosión y propiedades mecánicas beneficiosas en comparación con otros materiales, los aceros inoxidable se utilizan comúnmente en aplicaciones de procesamiento de alimentos, en utensilios de cocina y en cuchillería. Los grados de uso más frecuente dentro de este contexto son los grados austeníticos tales como AISI 304 y AISI 316, ambos conteniendo 8-10% en peso de Ni, aun así el níquel es

significativamente costoso y es puesto en duda desde el punto de vista toxicológico ^[17]. En los artículos de investigación el ácido acético es recomendado para las pruebas experimentales cuando el metal está en contacto con alimentos (Food Standards Agency, 2003), sin embargo no existe ninguna prueba estandarizada para determinar el cromo liberado de acero inoxidable en contacto con alimentos ^[18].

G. Herting, I. Odnevall Wallinder, C. Leygraf^[18] realizaron estudios importantes respecto a la corrosión inducida por la liberación de cromo del acero 430 en contacto con alimento simulado, los experimentos se realizaron con tres diferentes acabados superficiales del acero, el primer acabado fue una superficie espejo, el segundo una superficie erosionada y por ultimo una superficie rayada, con el objetivo de evaluar las tasas de liberación de metal (cromo) y los cambios respectivos en las superficies de las muestras, sometiendo estas a un proceso de inmersión en una solución de ácido acético al 3% (alimento simulado) con dos temperaturas y tiempos diferentes; 40° C durante diez días y 100° C durante tres inmersiones de 30 minutos cada una. Los parámetros de la prueba fueron fijados por un texto reglamentario para la liberación de metal en aplicaciones alimenticias que es la ley italiana 21-03-1973 DM, art. 37. Los resultados obtenidos demostraron que la liberación de cromo era altamente dependiente del área superficial en contacto con el alimento simulado, los tiempos de inmersión y las variaciones de temperatura. La norma italiana recomienda que la liberación debe estar entre 0,5 y 2 mg L⁻¹, para una área superficial grande se obtuvo 0,5 mg L⁻¹ y para un área menor se obtuvo liberaciones de 0,2 mg L⁻¹, datos acordes a los sugeridos por la norma ^[19].

G. Herting, D. Lindström I. Odnevall Wallinder, C. Leygraf^[20] continuaron realizando estudios de la liberación de cromo en soluciones que simulan alimento, pero en esta nueva investigación profundizaron en el análisis microestructural relacionándolo con las propiedades del acero inoxidable. Con un enfoque

multianálitico el objetivo de este estudio fue proporcionar datos de emisiones de metales en simulación de alimentos en contacto con ácido acético a partir de dos grados diferentes de acero inoxidable 420. Los resultados obtenidos para ambos grados de acero inoxidable 420 muestran un contenido bastante bajo de cromo para un acero inoxidable; 13% en peso en el acero cuchillo, y 12,6% en peso en el acero.

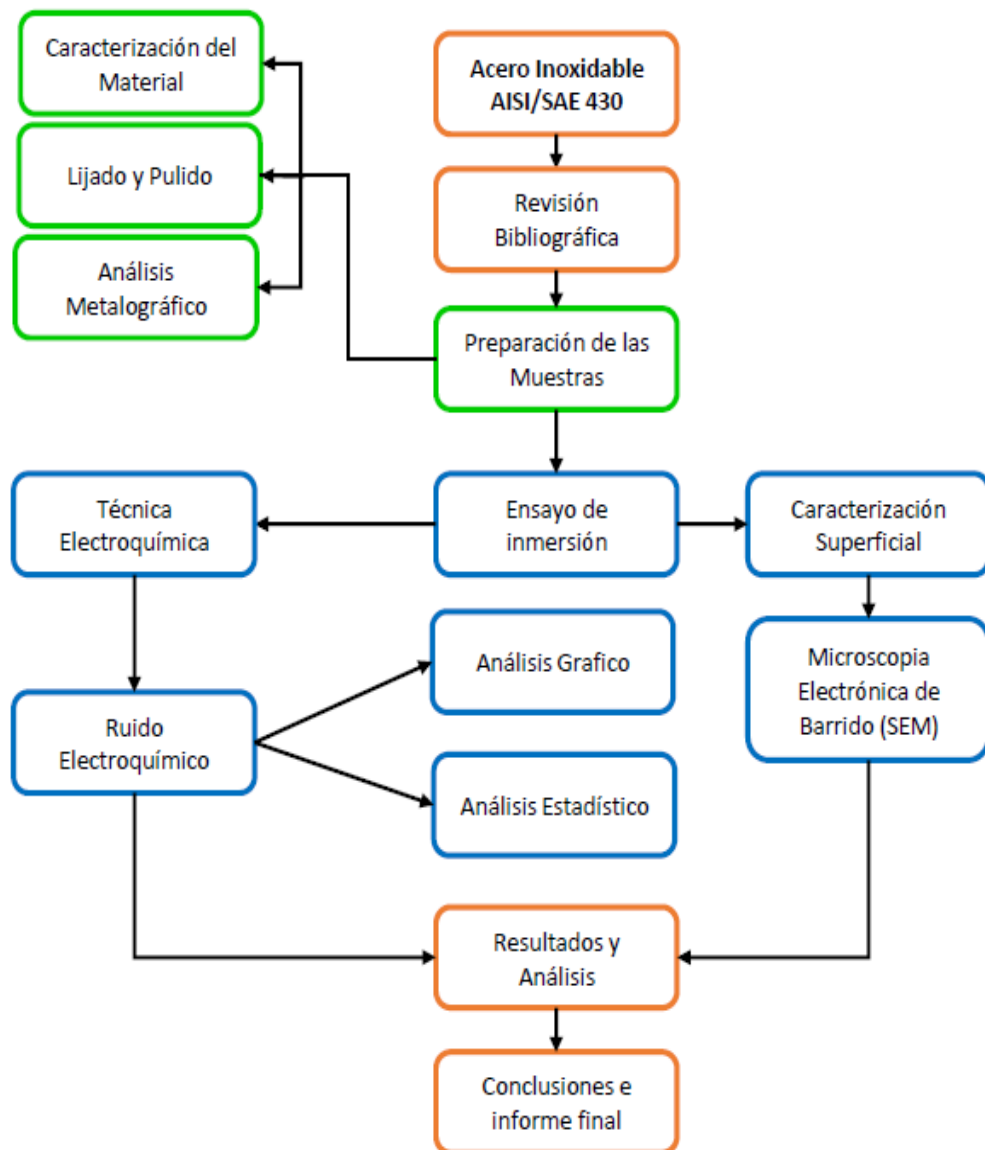
La resistencia a la corrosión está fuertemente correlacionada con el grado de aleación, en particular, con el contenido de cromo. A pesar de que el acero se define para ser de acero si su contenido mayor de cromo excede 10,5% en peso, una protección suficiente contra la corrosión, rara vez se alcanzó un contenido de cromo a menos de 13% en peso. Por medio del análisis microestructural se identifican la respectiva matriz martensítica con pequeñas cantidades de carburos de cromo lo cual le da una alta dureza pero tiende a fragilizar las piezas que sean expuestas a estos ambientes corrosivos ^[20].

VARGAS CASTRO, Diana Yiseth Y CÁCERES NÚÑEZ, Jhonatann Ramiro evaluaron las propiedades electroquímicas del acero AISI/SAE 430 en contacto con soluciones que simulan alimento bajo condiciones de tiempo, temperatura y acabado superficiales, las cuales fueron 25, 45 y 60 grados con acabados superficiales (600, 1200 y 1500), durante 4,7 y 10 días de inmersión, aplicando las técnicas electroquímicas de potencial de circuito abierto (OCP), resistencia a la polarización (RP) y curvas de polarización potenciodinámica. Los resultados obtenidos luego de las pruebas experimentales mostraron liberación de hierro, cromo y níquel en las soluciones finales luego de la inmersión para cada una de las condiciones trabajadas, presentando mayor liberación de metal la muestra con mayor rugosidad y temperatura, lo que indica que esta liberación está determinada por las condiciones superficiales de las muestras ^[21].

4. DESARROLLO EXPERIMENTAL

El desarrollo del trabajo investigativo se llevó a cabo en varias etapas las cuales son distribuidas como se representa en el siguiente diagrama de flujo:

Figura 4. Esquema del desarrollo experimental



4.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

En esta primera sección se realizó una revisión detallada de los conceptos relacionados con la técnica de ruido electroquímico y el efecto de la velocidad de corrosión del acero ASI/SAE 430, utilizando una solución que simula un alimento, para ello se consultaron diversas fuentes de información: libros, artículos de revista, tesis de grado, páginas web y normas que fueron proporcionadas por la universidad industrial de Santander a través de las bases de datos, biblioteca e internet. Esto, con el objeto de recopilar información que fuera útil en lo referente a las propiedades y el comportamiento del acero ASI/SAE 430, las pruebas electroquímicas, el uso adecuado de equipos y las normas para el análisis de los resultados.

4.2 PREPARACIÓN SUPERFICIAL DE LAS MUESTRAS

Las probetas analizadas se obtuvieron de una lámina de acero inoxidable ASI/SAE 430 suministrada por la escuela de Ingeniería metalúrgica.

4.2.1 Tamaño de la probeta. Se obtuvieron probetas con unas dimensiones aproximadas de 1 cm^2 , y espesor de $0,045 \text{ mm}$ de una lámina de acero inoxidable ASI/SAE 430. Para su posterior análisis se realizó el montaje de la probeta en resina en frío como se muestra en la figura 5.

Figura 5. Probeta acero ASI/SAE 430



4.2.2 Desbaste mecánico. Las probetas se prepararon superficialmente mediante un desbaste en húmedo utilizando un papel abrasivo de carburo de silicio hasta lograr tres acabados superficiales diferentes (600, 1200 y 1500), luego fueron lavadas con agua desionizada, secadas y guardadas herméticamente en bolsas Ziploc. El procedimiento aplicado se realizó siguiendo las indicaciones de la norma ASTM E3-01[22].

4.2.3 Análisis metalográfico. Una de las muestras se seleccionó aleatoriamente, y se le realizó el proceso de desbaste con lijas N°. 180, 240, 320, 400, 600, 1200, 1500 y posteriormente a paños con alúmina de 3 μm y 0,05 μm hasta alcanzar una superficie especular la cual se expuso a un ataque químico utilizando un reactivo de 5 mL de HNO_3 , 10 mL de HCl y 15 mL de agua por un tiempo aproximado de 1 minutos para revelar su microestructura. Este procedimiento se basó en la norma según norma ASTM E407 ^[23], para análisis metalográficos en aceros inoxidables ferríticos.

4.3 ENSAYO DE INMERSIÓN EN SOLUCIÓN ELECTROLÍTICA

Se realizaron varias prueba de inmersión para evaluar el comportamiento del acero donde se simuló condiciones de trabajo reales, para ello las muestras fueron inmersas en una solución de agua desionizada con ácido acético al 3% en volumen durante 4, 7 y 10 días a 25, 45 y 60 °C, como se observa en la figura 6.

Los parámetros de prueba se hicieron basados en la Norma Italiana DM 2103-1972, Art. 37 con el fin de estudiar la influencia de las variables experimentales incluyendo, acabado superficial, temperatura y tiempo de inmersión sobre los efectos cinéticos.

Figura 6. Montaje de las probetas sometidas al ensayo de inmersión en la solución electrolítica.



4.4 EVALUACIÓN DE LA DEGRADACIÓN DE LAS SUPERFICIES MEDIANTE TÉCNICAS ELECTROQUÍMICAS

El ensayo de ruido electroquímico se realizó con inmersión de las muestras en una solución de alimento simulado. El objetivo fue determinar la degradación de la corrosión en la superficie de las probetas.

El equipo utilizado en todos los ensayos fue un potencióstato / galvanostato Gamry 750, como se observa en la figura 7a. En el montaje se utilizaron 19 probetas las cuales se distribuyeron de la siguiente forma:

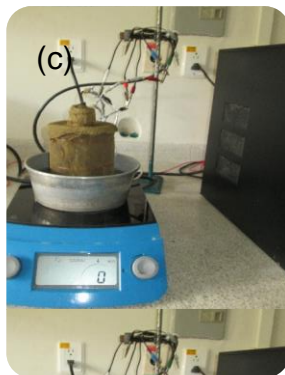
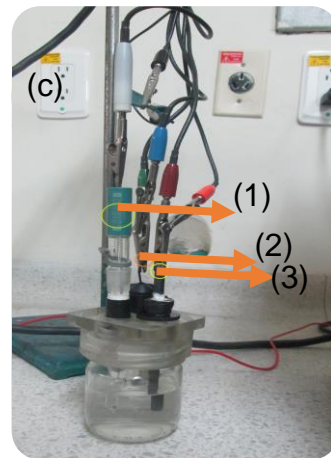
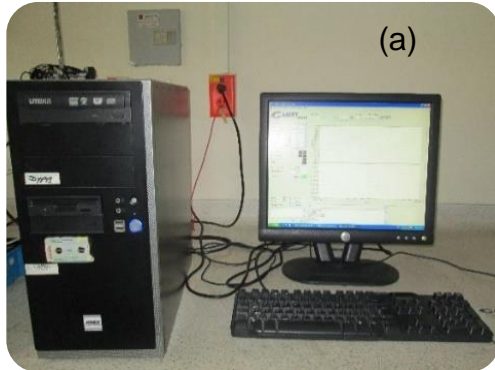
- 7 probetas con acabado superficial de 600
- 4 probetas con acabado superficial de 1200

- 8 probetas con acabado superficial de 1500

La temperatura de trabajo utilizada para los ensayos fue de 25°C, 45°C y 60°C \pm 5 °C, que se alcanzó con ayuda de la plancha térmica, como se observa en la figura 7b. Tanto las muestras como los electrodos empleados se limpiaron con agua destilada y se secaban al aire antes de ser sumergidos en la solución.

Todos los elementos utilizados fueron adjudicados por el laboratorio del grupo de investigaciones en corrosión (GIC) de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales de la Universidad Industrial de Santander (UIS).

Figura 7 (a) Potenciostato/galvanostato utilizado en el desarrollo de las pruebas electroquímicas; (b) Celda electroquímica con jaula de Faraday; (C) celda electroquímica sin jaula Faraday.



1. Electrodo de referencia Ag/AgCl
2. Electrodo de trabajo: Muestra de acero inoxidable AISI/SAE 430
3. Contra electrodo: Grafito

4.4.1 Ruido electroquímico. La degradación electroquímica del acero AISI 430 en contacto con un alimento simulado se evaluó mediante la técnica de ruido electroquímico (RE) utilizando la jaula de Faraday, como se observa en la figura 8, cuyo objetivo es anular el efecto externo de campos electromagnéticos. Se utilizó una celda electroquímica, compuesta de un electrodo de referencia de Ag/AgCl, un contra electrodo de grafito y un área expuesta de 1 cm^2 , como se observa en la figura 7c. Este ensayo se realizó durante 1 hora con una frecuencia de 1 Hz, a diferentes tiempos de inmersión (cero, cuatro, siete y diez días), temperaturas (25, 45 y 60 grados) y acabados superficiales (600, 1200 y 1500).

Figura 8. Jaula de Faraday.



4.5 CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL DE LAS PROBETAS

4.5.1 Microscopia electrónica de barrido (SEM). Con esta técnica se obtuvieron imágenes en alta resolución, donde se llevó a cabo un análisis de las superficies deterioradas mediante el Microscopio Electrónico de Barrido QUANTATMFEG 650 para conocer el cambio morfológico que sufrieron. Este ensayo se realizó en el laboratorio de Microscopia Electrónica de Barrido de la Universidad Nacional de Colombia (sede Medellín).

Figura 9. Equipo de microscopía electrónica de barrido (SEM) JEOL JSM5910 LV, universidad Nacional de Colombia sede Medellín.



Fuente: Universidad Nacional de Colombia sede Medellín, [Internet] Disponible en: <http://www.laboratorios.unal.edu.co/Medellin/lif/microscopiaa.htm>

4.6. DISEÑO EXPERIMENTAL

Las variables a evaluar fueron: Temperatura (T), Tiempo de inmersión (t), Acabado superficial (A) como se observa en la tabla 4:

Tabla 4. Variables a evaluar en el desarrollo de la investigación.

VARIABLE	NIVELES	
Temperatura [C]	25	60
Tiempo [días]	7	10
Acabado [lija No.]	600	1500

Con el objetivo de correlacionar las variables independientes con la variable dependiente se desarrolló un diseño experimental de 2^k , donde 2 es el número de niveles y K el número de variables (acabado superficial, tiempo de inmersión, temperatura). Según el diseño se realizaran 8 ensayos ($2^3 = 8$), Logrando ofrecer la mayor información posible en la investigación. En la tabla 5 se muestra el diseño de experimentos realizado:

Tabla 5. Diseño de experimentos

Días	Acabado superficial		
	25 °C	45 °C	60 °C
0	600 - 1500	1200	600 - 1500
4	600 - 1500	1200	600 - 1500
7	600 - 1500	1200	600 - 1500
10	600 - 1500	1200	600 - 1500

Teniendo en cuenta la tabla anterior, el procedimiento se llevó a cabo en dos etapas:

- ❖ Temperaturas de 25°C y 60°C, dos acabados superficiales (600, 1500) y tiempo de inmersión de 0,4 y 10 días.
- ❖ Temperatura de 45°C, único acabado superficial (1200) y tiempos de inmersión de 0, 4,7 y 10 días.

Para el análisis de resultados se siguió una secuencia de comportamiento con el fin de observar el daño superficial y el tipo de corrosión; los cuales se observan en la tabla 6, las demás pruebas realizadas se muestran en anexos.

Tabla 6. Condiciones para el análisis de resultados

Condición	Inmersión [Días]	Temperatura [°C]	Acabado superficial
1	Cero	25	600
2	Cero	60	1500
3	Cuatro	25	1500
4	Cuatro	60	600
5	Siete	45	1200
6	Diez	45	1200
7	Diez	60	1500
8	Diez	60	600

5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

5.1 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DEL ACERO INOXIDABLE AISI/SAE 430

En la figura 10 se presenta la micrografía de la muestra de acero inoxidable 430 antes del ataque con el reactivo químico, llevada a paño de 5 μm . Al ser un corte longitudinal y provenir de un proceso de laminación, se evidencian inclusiones no metálicas como óxidos globulares dada la forma de las mismas.

Figura 10. Micrografía óptica del acero inoxidable AISI/SAE 430 previo al ataque químico a 400x.

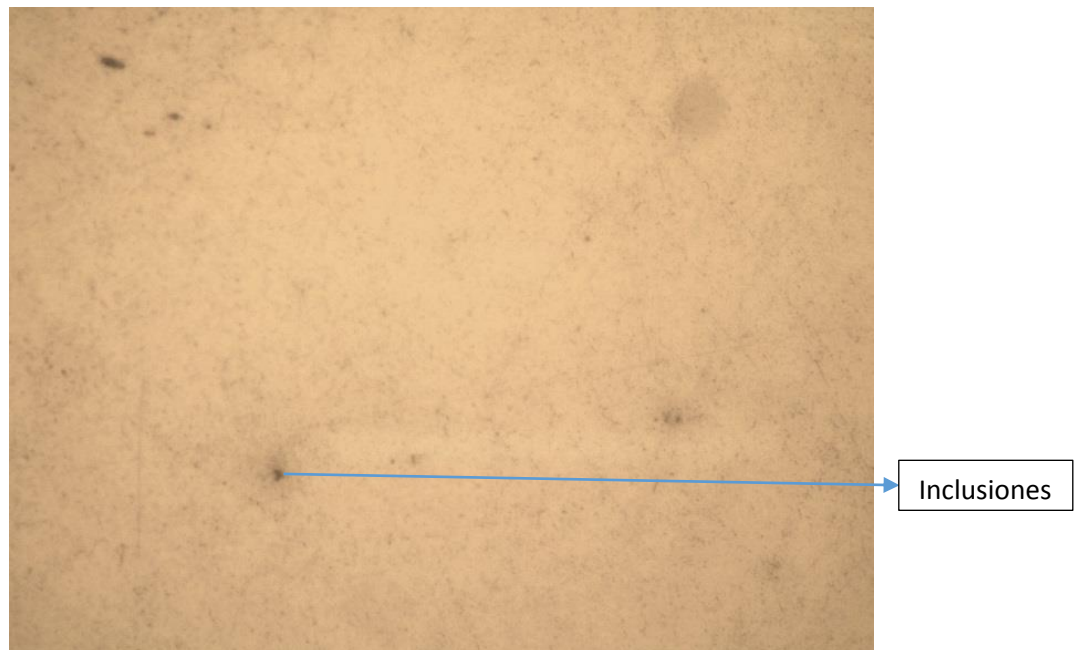
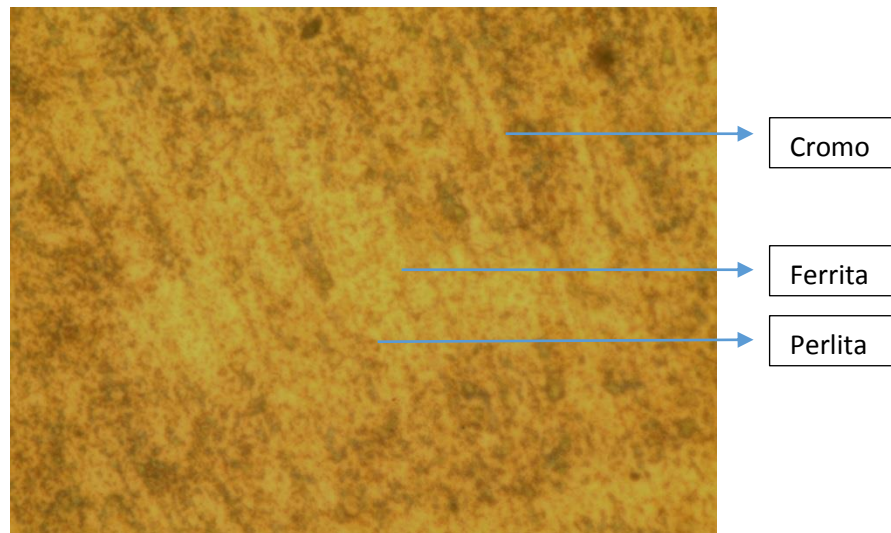


Figura 11. Micrografía óptica del acero inoxidable AISI 430 posterior al ataque químico.



En la figura 11 se observa una estructura típica de un acero inoxidable con granos de perlita (claros) en una matriz ferrítica y precipitados de cromo. Así mismo se evidencian rayas significativas producto del desgaste.

5.2 EVALUACIÓN DE LA CORROSIÓN MEDIANTE LA TÉCNICA DE RUIDO ELECTROQUÍMICO.

Para la realización de las pruebas se consideró la guía recomendada por la ASTM G199-09 denominada *Standardization of Electrochemical Noise Measurement* ^[24].

La técnica de ruido electroquímico aplicada a la evaluación del tipo de corrosión en el acero AISI/SAE 430 presentó unas curvas de potencial y corriente, y una serie de datos estadísticos de gran importancia para la determinación de las condiciones de daño. Dichos resultados se analizaron mediante dos métodos; el primero consistió en una inspección directa y detallada de los registros gráficos experimentales y el segundo método se basó en un análisis estadístico en el

dominio temporal complementado con un análisis del acabado superficial por medio micrografías obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido SEM. En base a la tabla 6 se realizan los respectivos análisis de las condiciones que representan mayor interés dado el aumento de los días de inmersión, la variación de temperatura y el acabado superficial.

5.2.1 Inspección Directa de Registros Experimentales

- **CONDICIÓN 1: Cero días de inmersión, temperatura 25°C y acabado superficial 600.**

Para la inmersión de cero días, bajo estas condiciones se obtuvieron series de potencial y corriente Vs tiempo como se observa en la figura 12, donde muestra un potencial constante en el tiempo, con una misma señal base y sin transientes significativo, característico de un material pasivo. Con ello se confirmó la presencia de una capa pasiva. De igual forma, la serie en corriente presenta una pequeña variación alrededor de 50,0 μA en un corto periodo de tiempo hasta llegar a una corriente constante cercana a 0 μA . En un tiempo de 1000 y 1500 segundos se observan pequeños cambios que no representan interés en corrosión pues son señales externas que perturban el sistema.

Figura 12. a) Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 600; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante cero días a una temperatura de 25°C.

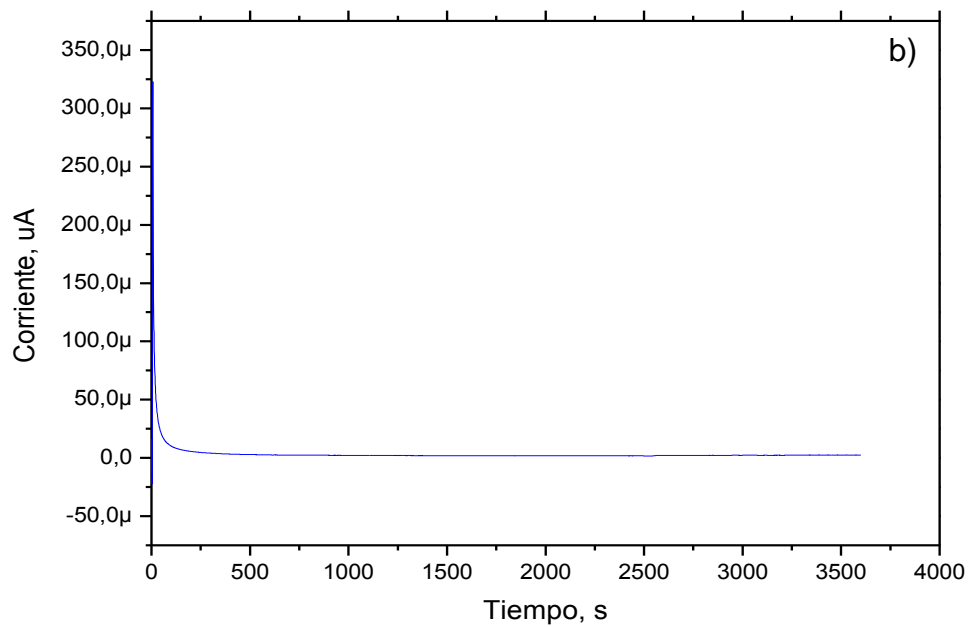
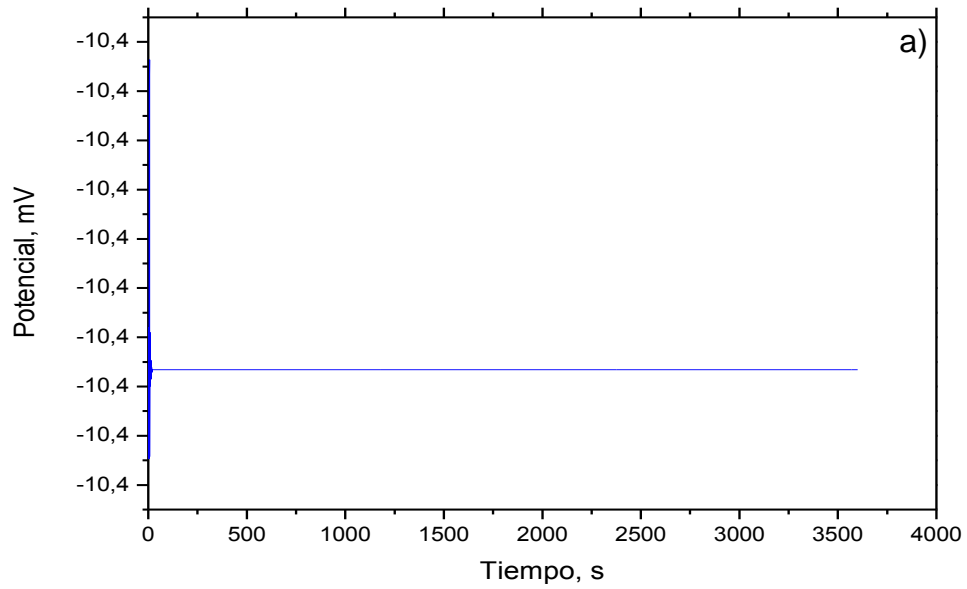


Tabla 7. Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 600; expuesta a una solución de ácido acético al 3% V/V, durante cero días a una temperatura de 25 °C.

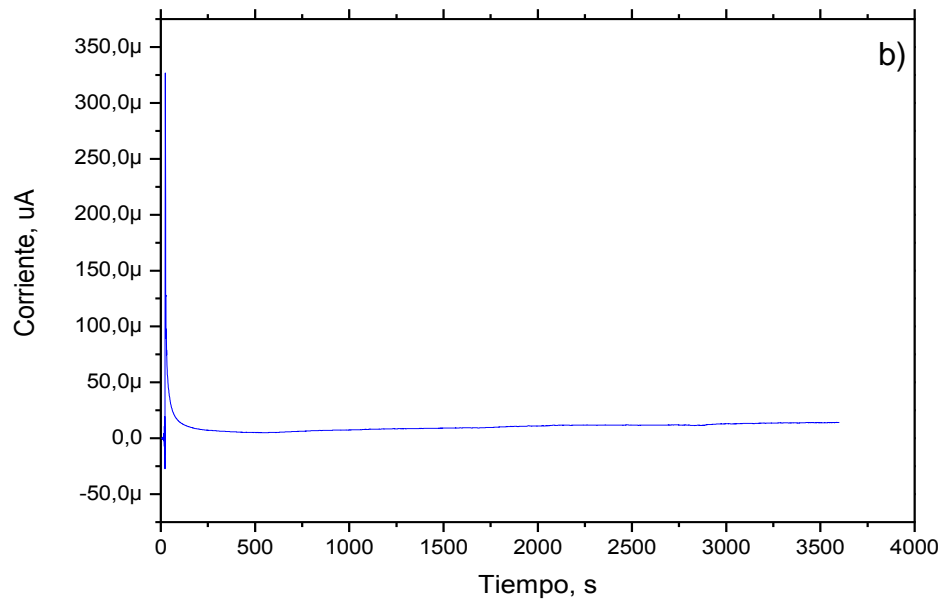
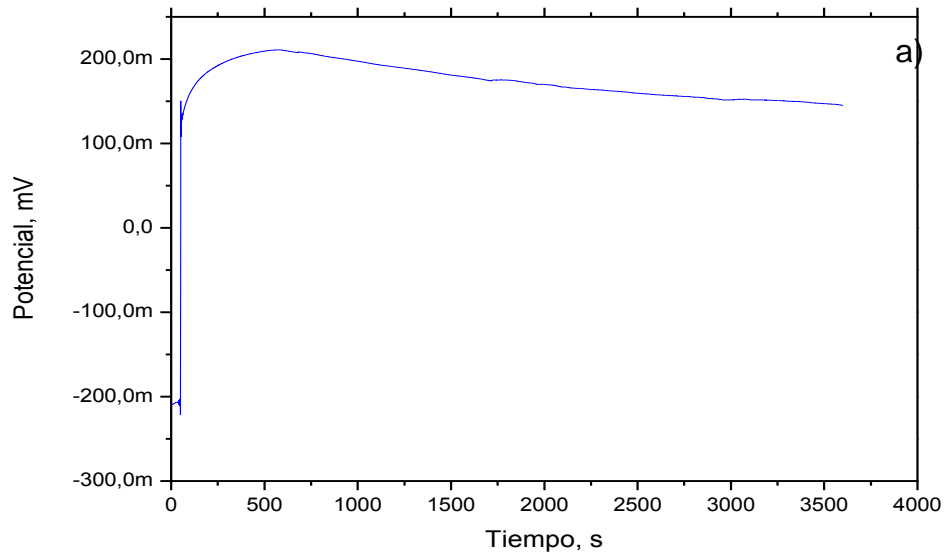
Datos Estadísticos	Potencial	Corriente	Tipo de corrosión
Sesgo	-1,279	-7,26	Pasivo
kurtosis	0,905	70,13	
Desviación Estándar	1,213E-02	1,295E-06	
RMS	-	1,395E-06	
Índice de localización	-	9,28E-01	
Resistencia	9,368E+03	9,368E+03	

- **CONDICIÓN 2: Cero días de inmersión, temperatura 60°C y acabado superficial 1500.**

En la figura 13, se produce una corta señal base, seguida de un aumento significativo del potencial de -200 mV a 200 mV. Posteriormente se observa una disminución asociada al equilibrio eléctrico y demarcado por una trayectoria constante, característica de un material pasivo. Dicho cambio en el potencial no está asociado a eventos de corrosión, si no que el comportamiento de la curva se relaciona con la temperatura de inmersión, la cual genera eventos en la superficie del metal que son registrados por el software.

El comportamiento en corriente confirma el estado pasivo por medio de una señal base constante cercana a 0µA luego de un aumento y disminución de la corriente en un intervalo de -25 µA a 325 µA en un corto periodo de tiempo, lo cual está asociado a perturbaciones ajenas y a señales de ruido por eventos de corrosión.

Figura 13. a) Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1500; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante cero días a una temperatura de 60°C.



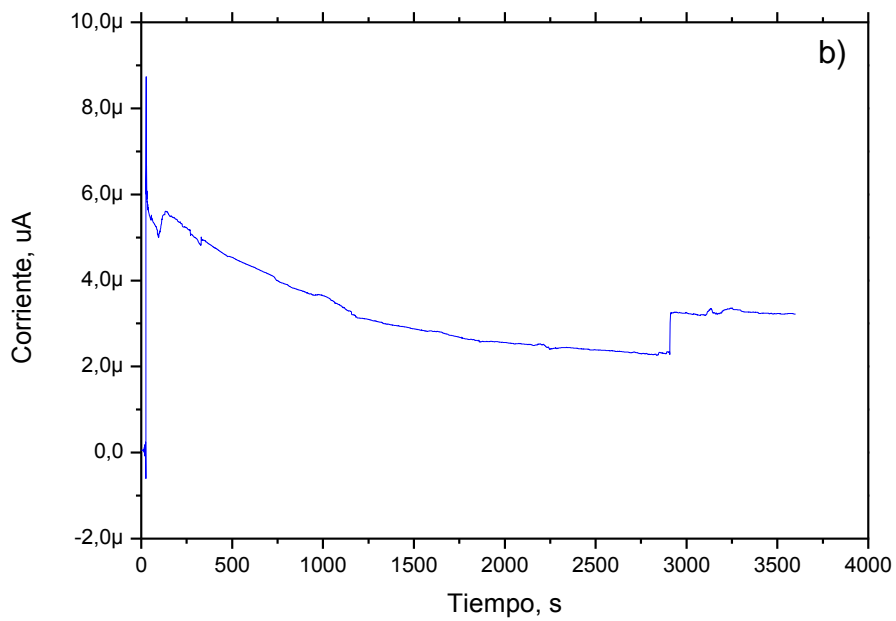
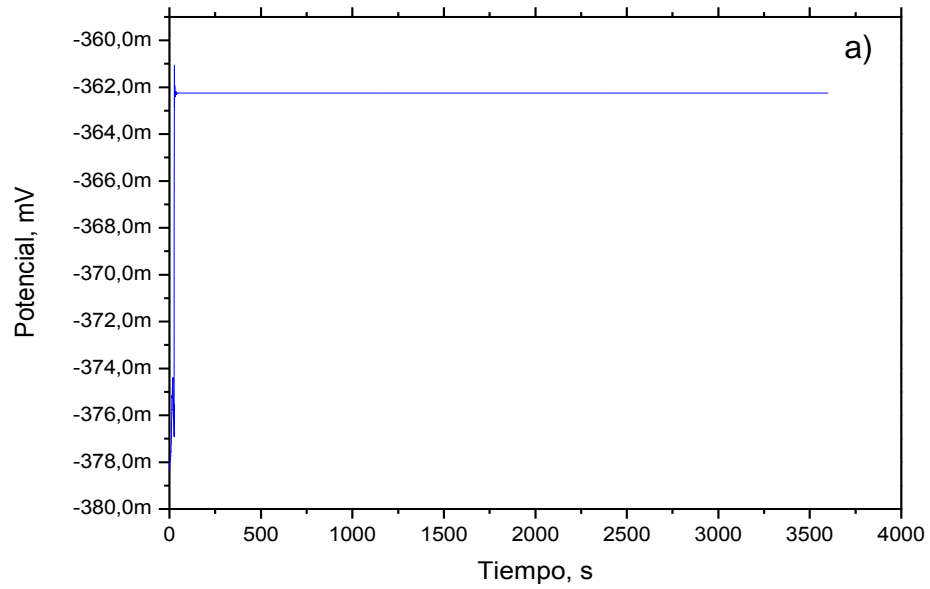
- **CONDICIÓN 3: Cuatro días de inmersión, temperatura 25°C y acabado superficial 1500.**

En las figuras 12 y 13 se presenta un comportamiento pasivo en el acero asociado a un mínimo daño superficial y con ello un bajo nivel de corrosión dado por el poco tiempo de inmersión. En la figura 14 se presentan las series de potencial y corriente Vs tiempo para una muestra inmersa durante cuatro días, esta grafica presenta un potencial inicial de -378 mV al momento de realizar el monitoreo, el cual aumenta hasta -362 mV en donde se hace constante, este aumento de potencial en un corto rango de tiempo al inicio de la prueba, es asociado a un efecto pasivo en la superficie del metal al estar en contacto con la solución electrolítica. Aun así al ser bajo el potencial, se podría afirmar, al analizar la curva que el acero durante el tiempo de inmersión presento un comportamiento pasivo y durante el registro de datos se mantuvo constante el potencial siendo señal de una actividad de repasivación.

La serie de corriente Vs tiempo en la figura 14b al igual que el potencial presenta un aumento de corriente al inicio del monitoreo señal de un proceso corrosivo, iniciando en 0 μA hasta aproximadamente 9 μA , posteriormente desciende hasta 6 μA , donde se establece una señal base y con ello un descenso permanente en la corriente indicando así una baja demanda de electrones y un comportamiento pasivo ^[25]

Alrededor de los 3000 segundos se presenta un cambio rápido en la señal de corriente, estableciendo un valor con tendencia constante cercano a 4 μA con pequeñas perturbaciones en la trayectoria, esto es asociado a un proceso corrosivo menor de tipo general o uniforme en etapa de iniciación ^[25].

Figura 14 a) Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial de 1500; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante cuatro días a una temperatura de 25°C

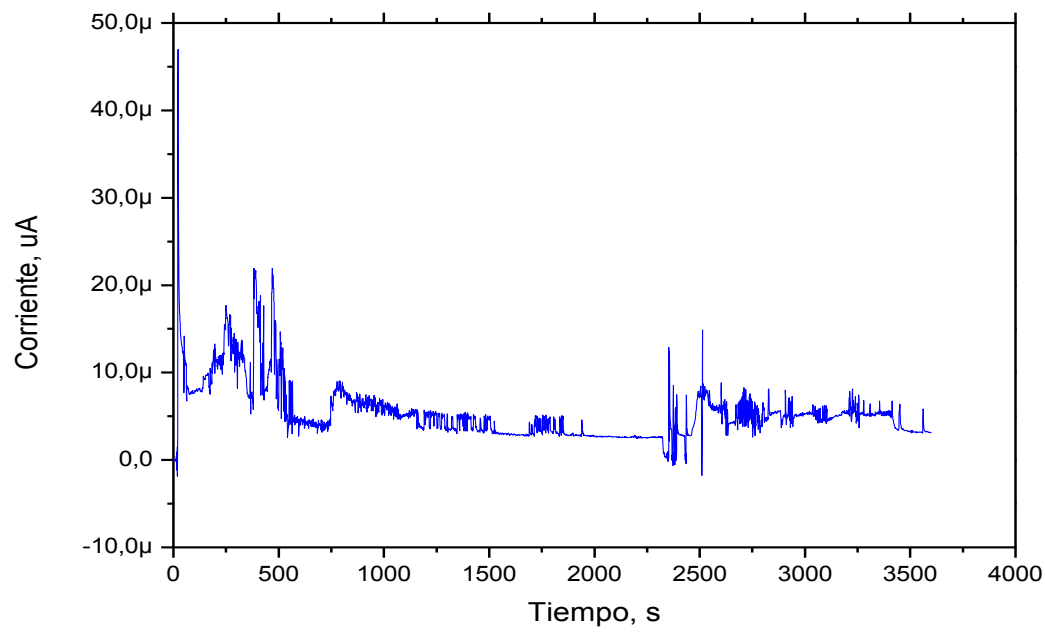
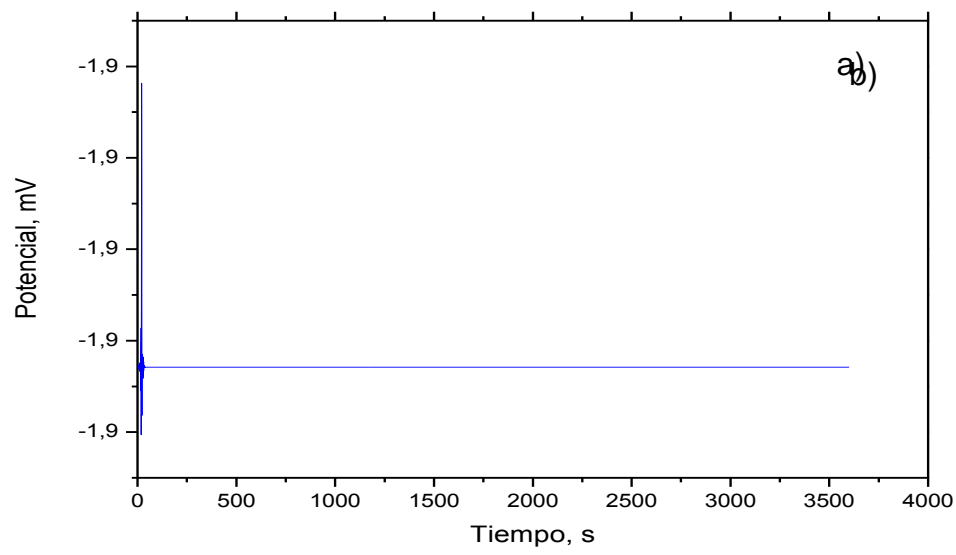


- **CONDICIÓN 4: Cuatro días de inmersión, temperatura 60°C y acabado superficial 600.**

Al presentarse una serie de potencial con un valor constante, no representa indicaciones de fluctuaciones estocásticas, por tal motivo no se genera disolución del metal y este se encuentra en un estado pasivo, tal como se observa en la figura 15a. En cambio la serie de corriente no encaja dentro de una clasificación de material pasivo, sino que presenta un comportamiento característico de un material bajo un estado corrosivo metaestable. Tomando como referencia la señal base se atribuyen los transientes a una corrosión general o mixta, debido a los picos dentro de un rango de corriente constante y dentro del mismo unos transientes de menor amplitud con una frecuencia equivalente. Lo que indica una transferencia de carga dada por una demanda de electrones en la interface metal – electrolito y por ello el acero no se encuentra en estado pasivo y se genera en él una disolución asociada a un proceso corrosivo relacionado con un evento de corrosión uniforme.

El comportamiento descrito bajo la condición 4 de trabajo, refleja un proceso atípico, caracterizado por la técnica de ruido electroquímico; el cual consiste en diferencias de registros entre el potencial y la corriente, en donde las fluctuaciones en potencial indican un material pasivo y al analizar las fluctuaciones en corriente se asocian a un proceso metaestable de corrosión^[26]. Esto se asocia posiblemente a la presencia de una gran cantidad de burbujas incrustadas en medio de las heterogeneidades de la superficie, provocadas por una relativa alta temperatura de trabajo, productos de la reacción catódica o a efectos fisicoquímicos en la interface metal – solución electrolítica.

Figura 15. a) Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 600; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante cuatro días a una temperatura de 60°C.



- **CONDICIÓN 5: Siete días de inmersión, temperatura 45 y acabado superficial 1200.**

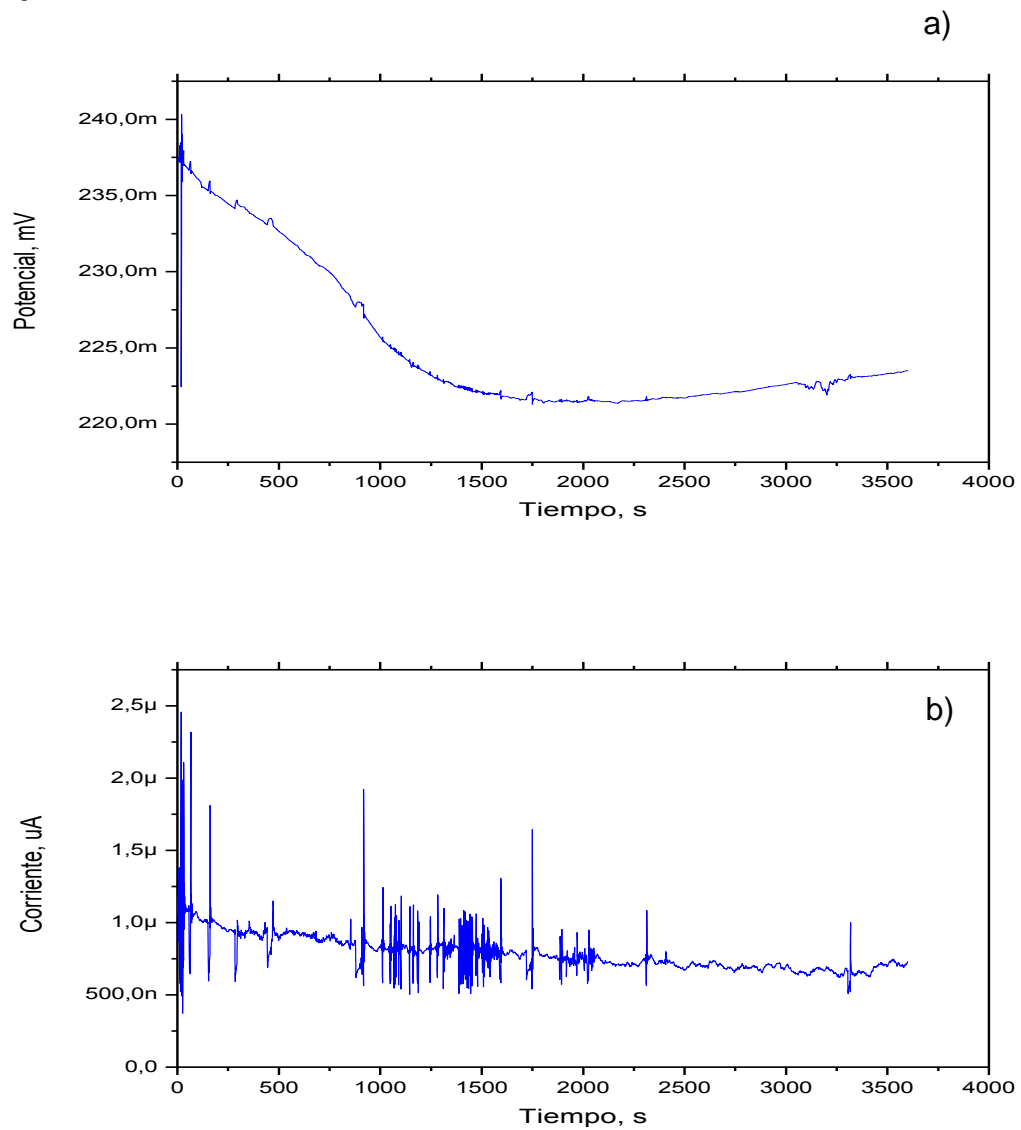
A medida que el tiempo de inmersión aumenta, el potencial disminuye como se observa en las series de potencial, donde el daño superficial se hace mayor, presentando corrosión uniforme y posiblemente corrosión localizada. Un ejemplo de ello son las series de potencial y corriente Vs tiempo, mostradas en la figura 16.

En la serie de potencial, este presenta un valor positivo a diferencia del valor observado en la figura 15a, esto es debido a los cambios en la superficie del acero influenciados por la variación de la temperatura, dado que la concentración y la solución siguen siendo las mismas. Así se determina una disminución en la serie de potencial, siendo indicativo de una reacción anódica en un largo período de tiempo, donde se presentan transientes de baja amplitud asociados a eventos en la interface. También se puede observar que alrededor de los 2000 segundos se presenta un cambio de pendiente positiva, llevando la serie a potenciales mayores que son representativos de una reacción catódica en proceso y este tipo de variaciones en ruido se asocian a un evento de activación y repasivación en un largo periodo de tiempo.

La serie de corriente concuerda con lo observado en la serie de potencial, dado que luego de un periodo corto de tiempo menor a 75 segundos se estabiliza la corriente en una señal base de $1,0 \mu\text{A}$. Posteriormente se presentan cambios significativos en los rangos de corriente entre 500 nA y $2,0 \mu\text{A}$, denotados por una serie de transientes de igual amplitud en diversos periodos de tiempo como son 125, 900 y 1750 segundos. Dichos transientes son asociados a eventos de corrosión localizada. También se observan transientes de menor amplitud en un rango de 500nA a $1,25 \mu\text{A}$, los cuales se asocian a eventos de corrosión localizada de menor energía, es decir menos demanda de electrones y con lo cual es menor el daño.

Luego de los 2500 segundos se estabiliza la serie en una señal base constante y el daño disminuye indicando un fuerte proceso de activación y repasivación en la interface metal – electrolito.

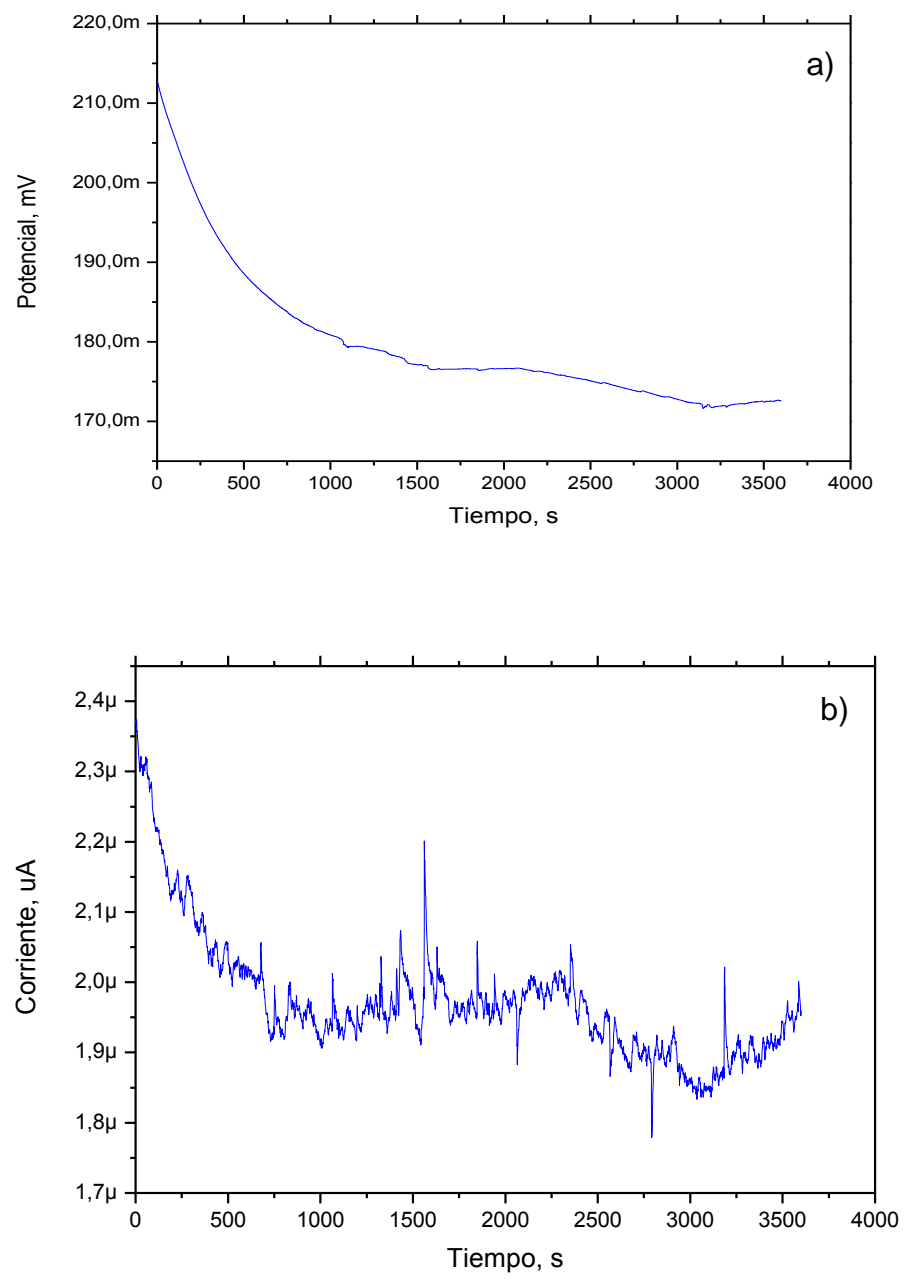
Figura 16. a) Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial de 1200; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante siete días a una temperatura de 45°C.



- **CONDICIÓN 6: Diez días de inmersión, temperatura 45 y acabado superficial 1200.**

Luego de 10 días de inmersión, se obtienen las series de potencial y corriente Vs tiempo, presentándose en el potencial una caída de 212 mV a 170 mV tal como se observa en la figura 17a, asociándose a un posible proceso corrosivo en la superficie del electrodo. Es por ello que se hace predominante la reacción anódica debido a la disminución del potencial, generando transporte de masa producto del intercambio de aniones, lo cual es asociado a un rompimiento de la capa protectora ^[27]. La serie de corriente mostrada en la figura 17b, a pesar que presenta una disminución, indicativo de una baja corrosión, se hace estable en una señal base a una corriente de 1,9 μA donde se presentan transientes de baja amplitud y baja frecuencia, dicho comportamiento es característico de una corrosión uniforme.

Figura 17. a) Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1200; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante diez días a una temperatura de 45°C.



- **CONDICIÓN 7: Diez días de inmersión, temperatura 60 y acabado superficial 1500.**

Teniendo en cuenta las condiciones anteriores, se observan los picos característicos de corrosión localizada en la figura 18. La serie de potencial exhibe un comportamiento activo – pasivo determinado por el cambio constante en las pendientes, es decir aumentos y caídas de potencial, donde la disminución del potencial indica una reacción anódica dominante del proceso con lo cual el acero está sufriendo un daño significativamente alto con rompimiento de la capa pasiva, a pesar de presentar procesos de repasivación.

El potencial como se evidencia en la figura 18a aumenta de 242 mV a 244 mV en un periodo de tiempo menor a 500 segundos y desciende progresivamente hasta 240 mV, esto indica que el acero presento un gran daño en su superficie durante la inmersión y ello se evidencio durante el monitoreo hasta los 3500 segundos. La serie en corriente mostrada en la figura 18b presenta mayor sensibilidad una vez se alcanza la propagación del picado, esto se observa en los cambio significativos de amplitud en la corriente y a la formación de picos. Se presentan transientes de gran amplitud y alta frecuencia dentro de un rango en corriente de 400 nA a 1,5 μ A en promedio para un periodo de tiempo de 1750 a 3500 segundos.

El aumento de corriente en cada uno de los transientes para los periodos de tiempo mencionados anteriormente, es señal de una alta demanda de electrones por parte del acero debido a que se presenta una liberación significativa de iones metálicos a la solución electrolítica. Por otra parte se evidencian reducciones de corriente en un rango de tiempo de 2250 a 2500 segundos, que es atribuido a las heterogeneidades del acero, la detección de corrosión uniforme y la activación de nuevas zonas de la superficie metálica.

Las series de potencial y corriente Vs tiempo de la figura 18, representan las condiciones de trabajo en las que se produce corrosión por picadura con un daño significativamente alto.

Figura 18. a) Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1500; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante diez días a una temperatura de 60°C.

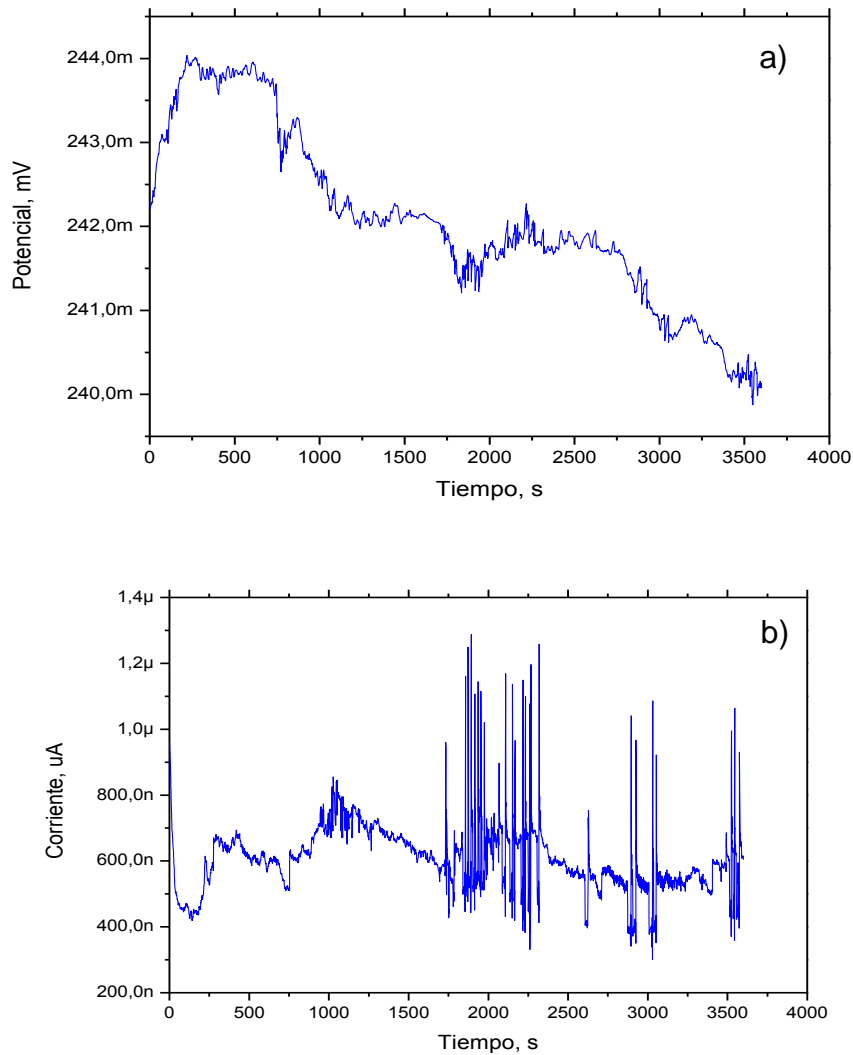


Tabla 8. Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1500; expuesta a una solución de ácido acético AL 3% V/V, durante diez a una temperatura de 60°C.

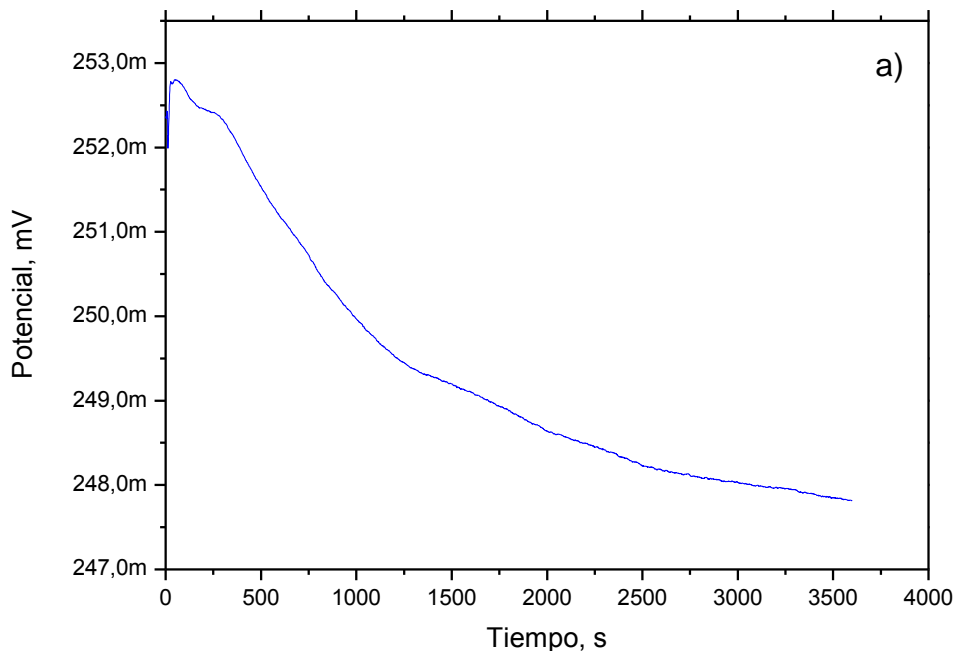
Datos Estadísticos	Potencial	Corriente	Tipo de corrosión
Sesgo	0,227	-0,907	Picado
Kurtosis	-0,637	4,848	
Desviación Estándar	1,042E-03	8,417E-06	
RMS	-	3,192E-05	
Índice de localización	-	2,637E-01	
Resistencia	1,238E+02	1,238E+02	

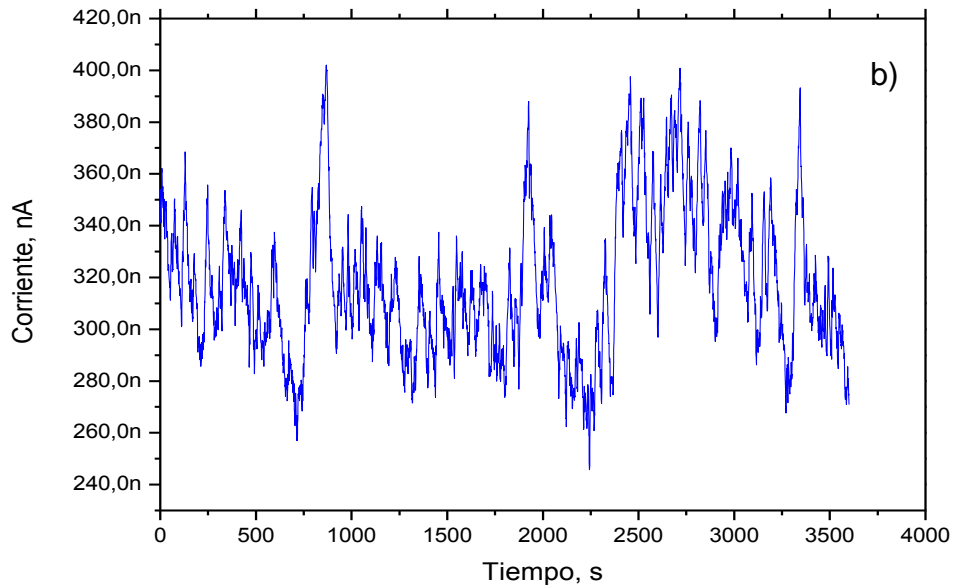
- **CONDICIÓN 8 (prueba 19): Diez días de inmersión, temperatura 60°C y acabado superficial 600.**

Con un aumento en la temperatura, el acabado superficial y el tiempo de inmersión se esperaría un mayor daño superficial y con ello una alta corrosión, sin dar distinción al tipo de corrosión y en este sentido es donde la técnica de ruido electroquímico permite hacer esta distinción. En la figura 18 se presenta un comportamiento típico de corrosión por picadura mientras que en la figura 19 se observan las series de potencial y corriente vs tiempo para una mayor rugosidad, indicando una disminución constante del potencial lo cual es señal de una reacción anódica en proceso. El potencial inicia en 252 mV y desciende hasta 248 mV continuando con esa tendencia en el tiempo, no se presentan aumentos de potencial con lo cual un proceso de repasivación no se da en el transcurso de tiempo de monitoreo.

La figura 19b presenta la serie de corriente vs tiempo con un comportamiento característico de un proceso de corrosión uniforme indicado por los transientes de alta amplitud y mediana frecuencia. En el rango de 0 – 2000 segundos se establece una señal base entre 280 nA y 360 nA con variaciones en amplitud, luego de 2500 segundos se observa un aumento en la corriente, cambiando la señal base y posteriores transientes de mediana frecuencia, lo cual es indicativo de una demanda de electrones ^[27]. Dado por un intercambio alto de cargas en la interface metal – solución electrolítica y por lo tanto un daño significativo en el metal.

Figura 19. a) Serie de potencial Vs tiempo, b) Serie de corriente Vs tiempo, para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 600; expuesto a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante diez días a una temperatura de 60°





5.2.2 Análisis Estadístico en el Dominio Temporal. Por medio del análisis estadístico aplicado a los resultados obtenidos mediante la técnica de ruido electroquímico en el acero AISI/SAE 430 en potencial y corriente se realizó una clasificación de los valores numéricos de los parámetros estadísticos proporcionados por el software, con los cuales se determinó el tipo de corrosión presente en cada una de las condiciones de prueba, tal como se indican en la tabla 9 a la tabla 16.

Los valores estadísticos de la tabla 9 son típicos de un material que se encuentra en estado pasivo ya que presentan un alto sesgo y kurtosis comparados con los valores de la tabla 2; producto de la baja dispersión de los datos de las curvas en potencial y corriente, la desviación estándar es significativamente baja lo cual indica poco daño a nivel superficial del acero, el índice de localización se establece en valores de corrosión fuera de especificación como se observan en la tabla 3, finalmente la resistencia de ruido es alta, lo que se relaciona con un

ataque no significativo por parte del medio agresivo y por ende el daño superficial es bajo, es decir la corrosión es mínima.

Tabla 9. Condición 1. Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 600; expuesta a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante cero días a una temperatura de 25°C.

Datos Estadísticos	Potencial	Corriente	Tipo de corrosión
Sesgo	-1,279	-7,26	Pasivo
Curtosis	0,905	70,13	
Desv Est	1,213E-02	1,295E-06	
RMS	-	1,395E-06	
Índice de localización	-	9,28E-01	
Resistencia	9,368E+03	9,368E+03	

La tabla 10 presenta los valores estadísticos de la condición que presentó un daño indicado corrosión por picadura, con un sesgo y kurtosis dentro de los valores establecidos en la tabla 2, una desviación estándar alta comparada con la tabla 6, una resistencia de ruido baja, señal del daño que presenta el acero ante un medio agresivo con lo cual la corrosión es significativamente alta.

Tabla 10 Condición 7. Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1500; expuesta a una solución de acético al 3% v/v, durante diez días a una temperatura de 60°C.

Datos Estadísticos	Potencial	Corriente	Tipo de corrosión
Sesgo	0,227	-0,907	Picado
Curtosis	-0,637	4,848	
Desv Est	1,042E-03	8,417E-06	
RMS	-	3,192E-05	
Índice de localización	-	2,637E-01	
Resistencia	1,238E+02	1,238E+02	

En la Tabla 11 (Anexo 1), se presentan los parámetros estadísticos registrados a partir de la técnica de ruido electroquímico, a 60 grados y cero días de inmersión. Donde el Índice de localización obtenido comparado con los valores de la tabla 3, revela que el tipo de corrosión presente a cero días es pasivo, confirmando lo observado por la técnica de ruido electroquímico.

En las tabla 12 y 16 (anexo 1), se presentan los parámetros estadísticos obtenidos mediante la técnica de ruido electroquímico que evidencian que el tipo de corrosión presente en el acero ASI/SAE 430 expuesto a la solución durante cuatro y diez días es generalizada. Mientras los valores mostrados en la tabla 14 y 15 (anexo1), con temperatura de 45°C, acabado superficial 1200 y tiempo de inmersión de siete y diez días, presentan corrosión general y corrosión por picado en corriente. Sin embargo en un tiempo de inmersión de 4 días, a temperatura 60°C y con un acabado superficial de 600, se efectúa corrosión por picadura en corriente mientras en el potencial el material se encuentra pasivo como se observa en la tabla 12 (Anexo1).

En las figuras 20, 21, 22, 23 y 24 se realizan las comparaciones entre los valores estadísticos para una mejor clasificación del tipo de corrosión en función del valor numérico.

Los valores de sesgo en potencial y corriente mostrados en la figura 20, permiten identificar unos altos valores en las primeras 4 condiciones de trabajo, lo cual es indicio de pasivación o baja corrosión, a partir de la condición 5 los valores comienzan a disminuir lo cual permite una mejor clasificación dentro de los rangos del tipo de corrosión establecidos en la tabla 2, siendo muy marcada la condición 7 como corrosión por picadura y la condición 8 como corrosión general.

En la figura 21 se observa que para los valores estadísticos de kurtosis en potencial y corriente de las condiciones 5 y 6 en las cuales, según la tabla 2, el acero presenta corrosión general en potencial y corrosión por picadura en corriente, producto de tiempo de inmersión de siete y diez días a temperatura 45 grados y acabado superficial de 1200.

Figura 20. Comparación entre los valores estadísticos de sesgo en potencial y corriente de las diferentes condiciones experimentales.

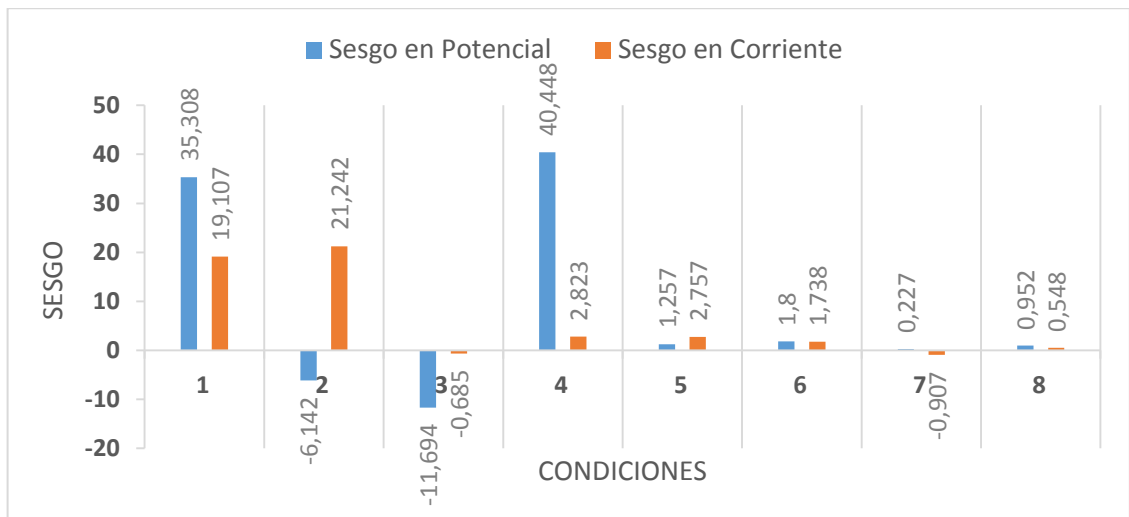
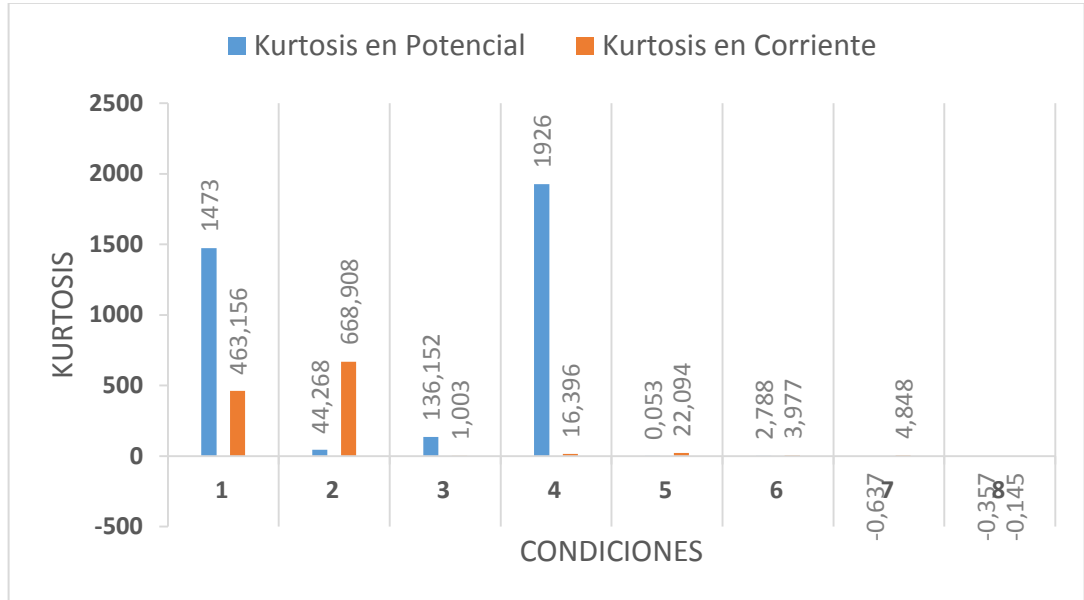


Figura 21. Comparación entre los valores estadísticos de kurtosis en potencial y corriente de las diferentes condiciones experimentales.

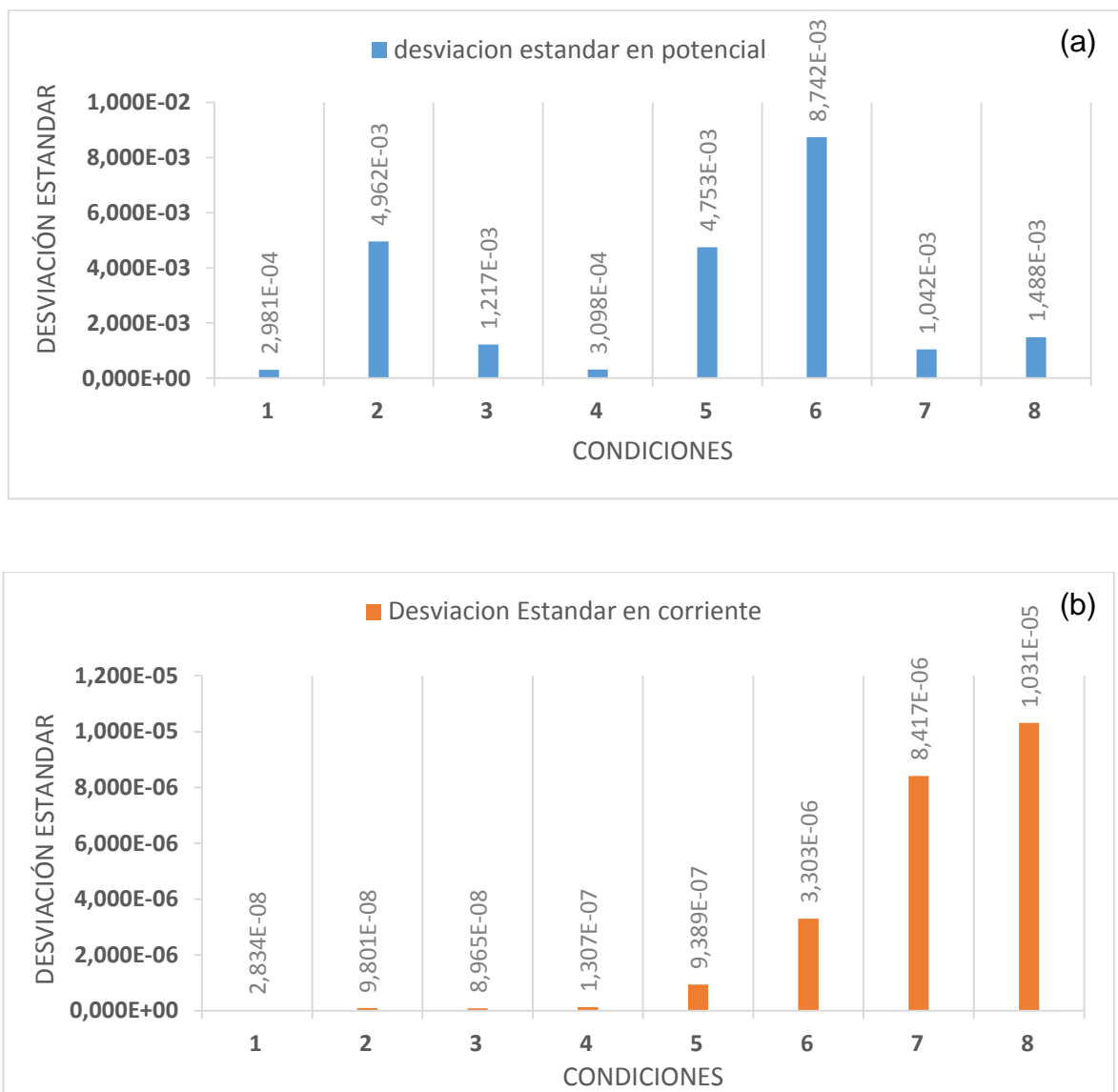


La desviación estándar es utilizada para calcular la resistencia de ruido (R_n), la corriente I_{rms} y el índice de localización, como se observa en la ecuación 2. El valor de la desviación estándar de potencial se ve sobre todo influido por la polarizabilidad de la superficie más que por la actividad corrosiva. Sin embargo, se presenta corrosión localizada si su desviación estándar es mayor comparada con procesos de corrosión uniforme, las cuales se puede analizar en la figura 22 donde se muestran los valores estadísticos de desviación estándar en potencial y corriente a diferentes condiciones experimentales.

No se presenta un aumento o disminución progresiva de la desviación estándar en potencial en función de las condiciones de trabajo, como se observa en la figura 22(a), esto se debe a que la desviación estándar en potencial no es un parámetro indicativo del tipo de corrosión debido a la dispersión y comportamiento de los datos, diferente a como lo es la desviación estándar en la corriente, tal como se observa en la figura 22(b), en donde se evidencia un aumento de la desviación a

medida que aumenta la temperatura, los días de inmersión y la rugosidad. Siendo las condiciones 7 y 8 las que presentan mayores valores de desviación, lo cual puede ser un indicio de una alta corrosión en proceso, relacionando un mayor daño superficial.

Figura 22. Comparación entre los valores estadísticos de desviación estándar en (a) potencial y (b) corriente de las diferentes condiciones experimentales



El índice de localización, es otro parámetro estadístico que se ha utilizado en el análisis de la señal de ruido en corriente y que se define como la relación que existe entre la desviación estándar (σ) y el valor rms (I_{rms}) de la corriente, como se observa en la ecuación 3. En la figura 23 se muestran los valores estadísticos de índice de localización en potencial y corriente, donde se muestra que en las condiciones 4, 5, 6 y 8 con temperatura 60 y 45 grados, acabado superficial 1200 y 600, tiempo de inmersión durante 7 días se encuentra corrosión mixta según la tabla 3, las cuales Eden ^[28] y Botana-Aballe ^[29] han reportado la clasificación para el índice de Localización.

La Resistencia de ruido relaciona la desviación estándar de ruido en potencial con corriente, Como se observa en la ecuación 4. En la figura 24 se muestran los valores estadísticos de resistencia de ruido bajo diferentes condiciones, de allí se puede analizar que la condición número dos tiene la mayor resistencia de ruido en comparación con las otras condiciones y por lo tanto no es significativo su ataque corrosivo debido a que el acero ASI/SAE 430 se expuso a cero días, con temperatura 60 grados y con acabado superficial de 1500.

Se evidencia cierta tendencia a la disminución de la resistencia de ruido, a partir de la condición 2 siendo menor la resistencia de ruido en las condiciones 7 y 8, donde se confirma el mayor daño tanto por corrosión localizada y corrosión uniforme respectivamente.

Figura 23. Comparación entre los valores estadísticos de índice de localización en corriente de las diferentes condiciones experimentales.

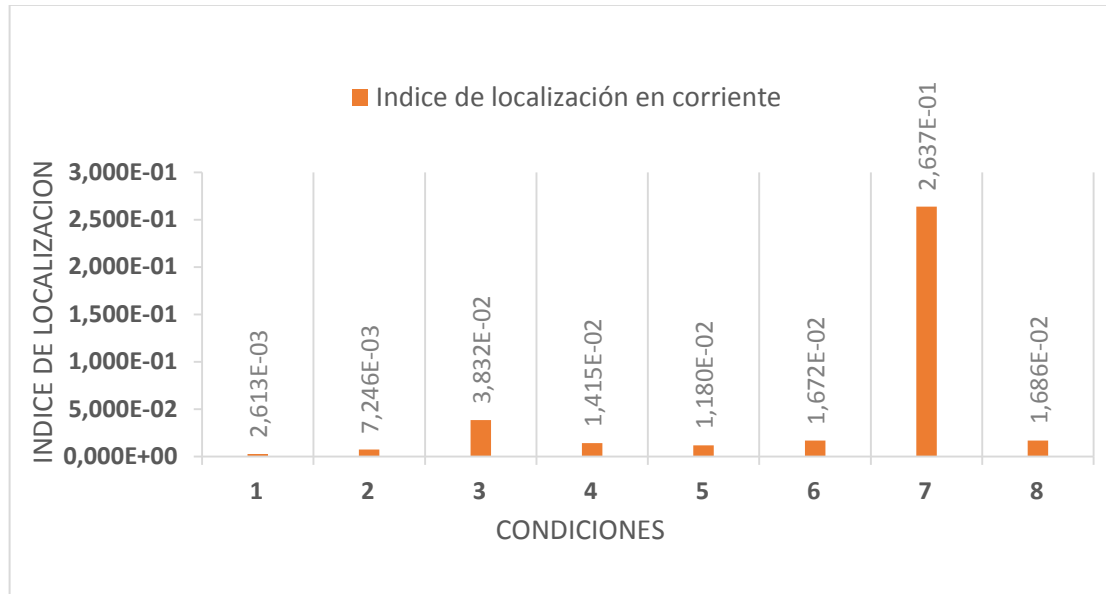
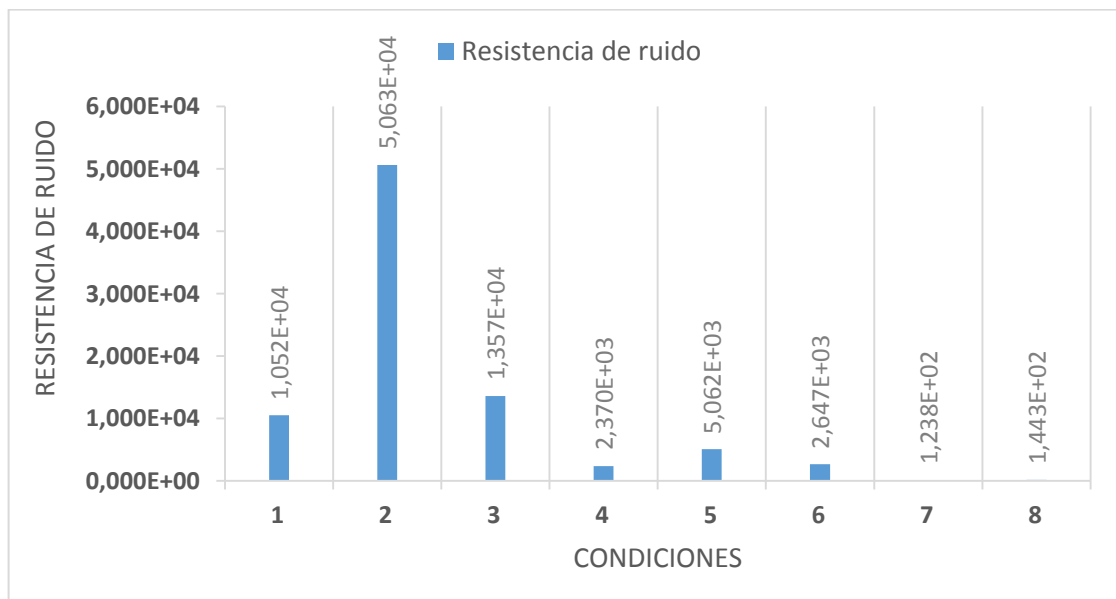


Figura 24. Comparación entre los valores estadísticos de resistencia de ruido corriente de las diferentes condiciones experimentales.



5.3. CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL DE LAS PROBETAS

5.3.1. Microscopia electrónica de barrido (SEM). Con el fin de obtener las características superficiales apropiadas del acero inoxidable AISI/SAE 430, para un uso adecuado al entrar en contacto con alimentos, sin consecuencias posteriores a la salud de los consumidores, se evaluaron tres parámetros críticos durante el uso del acero los cuales son: el acabado superficial, el tiempo de inmersión y la temperatura de trabajo.

En las figuras 25, 26, 27, 28 y 29 se presentan las micrografías SEM de las muestras de acero AISI/SAE 430 expuestas a pruebas de inmersión y electroquímicas. Las figuras 25 y 26 presentan una superficie no homogénea con cierta tendencia a la corrosión uniforme, la figura 27 muestra una tendencia homogénea al picado, con una alta alteración superficial y ciertas manchas de óxidos.

También se presenta un ataque corrosivo disperso en ciertas zonas de la muestra, haciendo al acero inestable debido al rompimiento de la capa pasiva. La figura 28 indica el análisis por EDS presentándose elementos como Fe, Cr y Si; propios de la composición del acero. Sin embargo, la figura 29 muestra una mayor rugosidad, en la cual se observa principalmente una tendencia a la corrosión uniforme dada a la forma del daño superficial.

Allí se observa ciertos puntos indicadores de corrosión por picadura, esto se debe al comportamiento observado en las curvas de ruido electroquímico, donde luego de 4 días de inmersión, no se puede afirmar si predomina la corrosión uniforme o el picado, pero si se evidencia una tendencia a un daño por picadura a medida que el acabado superficial se hace más fino. Se muestra mediante la figura 30 el análisis por EDS presentándose elementos como Fe, Cr y Mn los cuales hacen parte de la composición del acero.

Figura 25. Micrografía SEM para la muestra de 7 días con acabado superficial 1200 y temperatura 45°C.

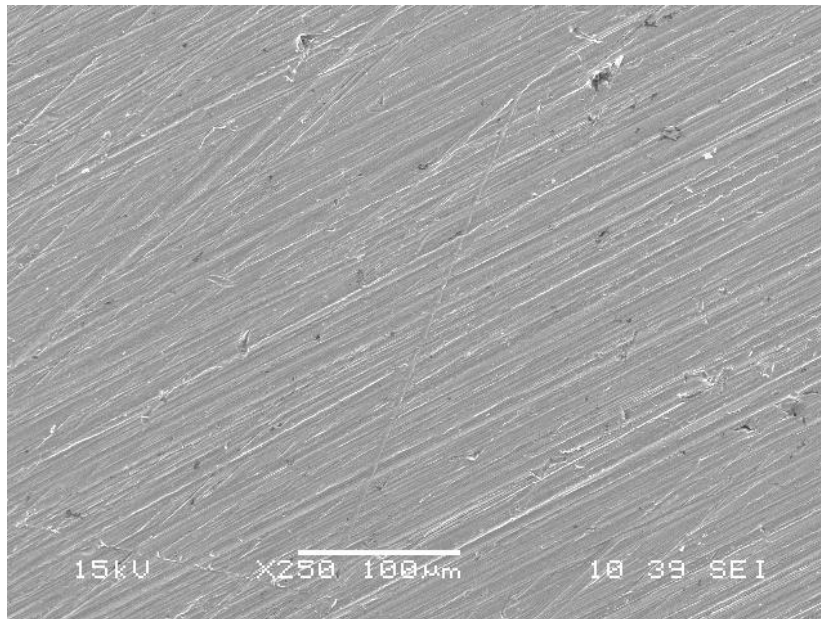


Figura 26. Micrografía SEM para la muestra de 10 días con acabado superficial 1200 y temperatura 45°C.

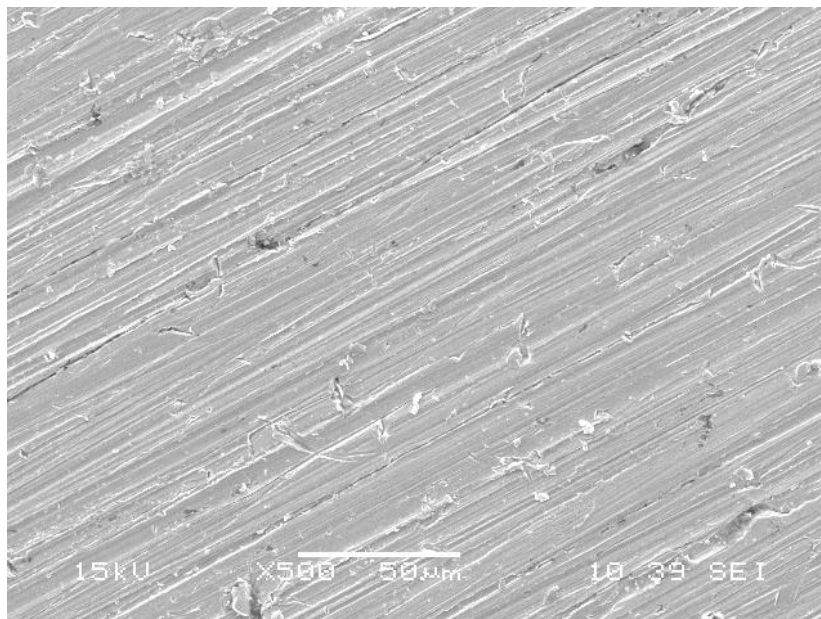
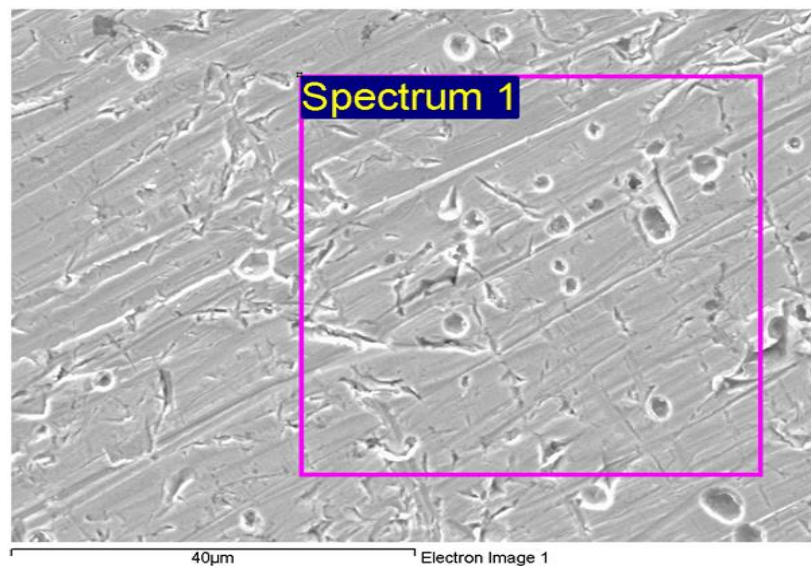


Figura 27. Micrografía SEM para la muestra de 10 días con acabado superficial 1500 y la temperatura 60 ° C.



Figura 28. Micrografía SEM-EDS para la muestra de 10 días con acabado superficial 1500 y la temperatura 60 °C.



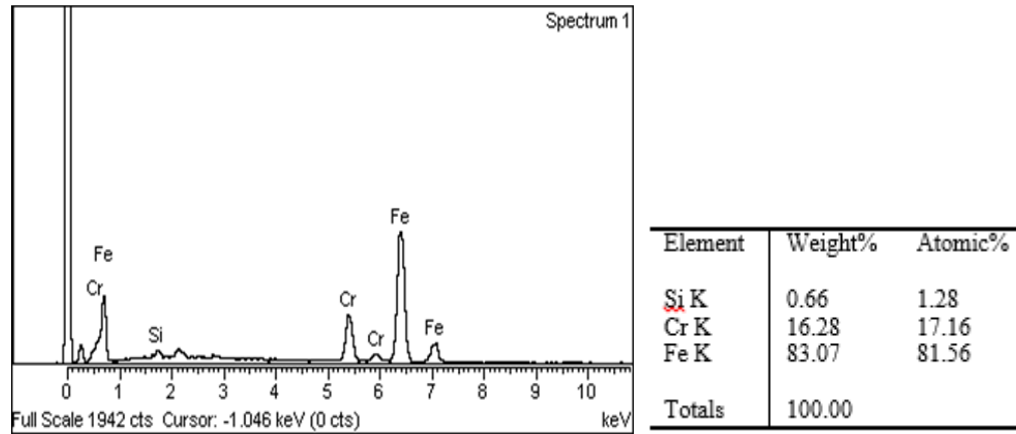


Figura 29. Micrografía SEM para las muestra de 10 días con acabado superficial 600 y temperatura 60°C.

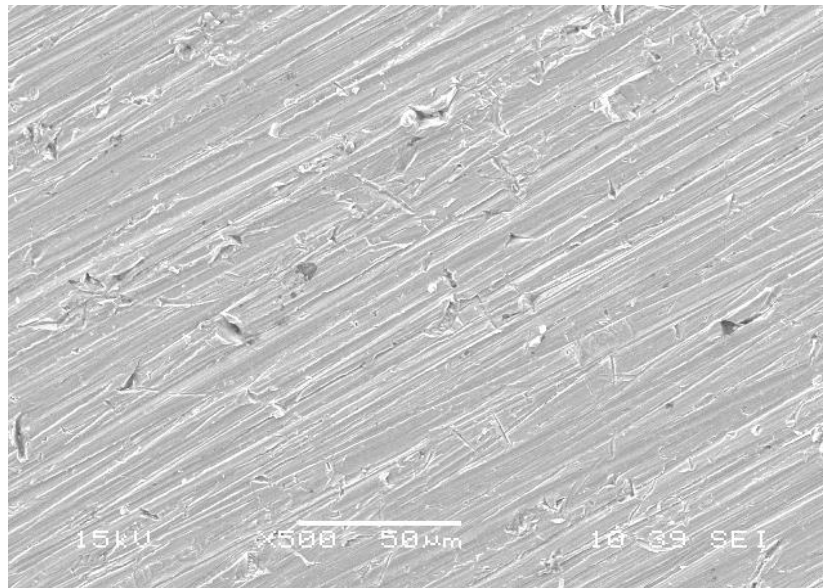
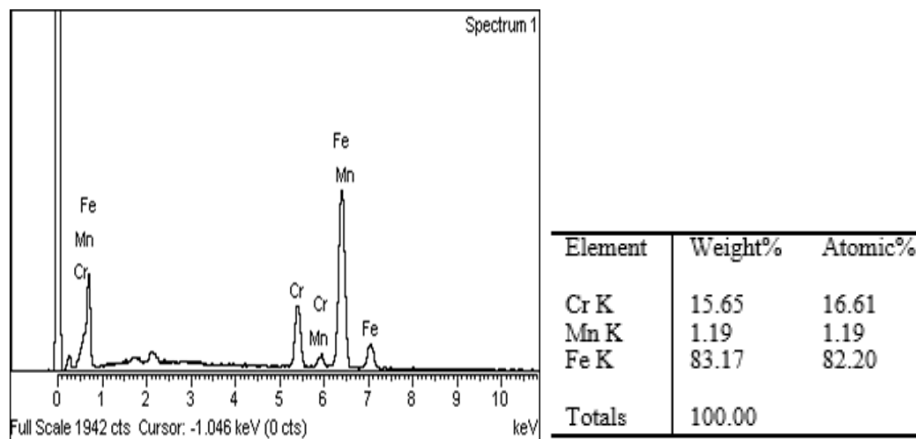
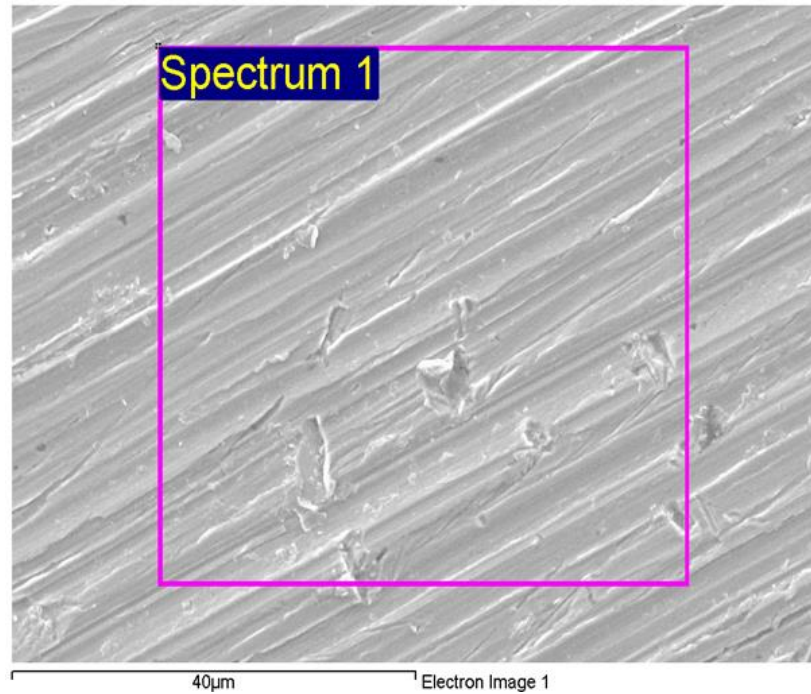


Figura 30. (a) Micrografía SEM para las muestra de 10 días con acabado superficial 600 y temperatura 60°C. (b) Análisis EDS.



La intensidad de los transientes se representa por los porcentajes en peso de la composición, donde se observa que estos valores de porcentaje en peso de Cr aumentan a medida que el acabado superficial se hace más fino

Con base en las micrografías SEM, se estableció que la mayor cantidad de picadura se presentó para la condición de trabajo a 10 días de inmersión, acabado superficial 1500 y temperatura 60°C, tal y como se observa en la figura 27, mientras que para la condición de trabajo con 10 días de inmersión, acabado superficial 600 y temperatura 60°C presenta mayor tendencia a la corrosión uniforme, como se observa en la figura 29. Lo cual permite deducir la relación existente entre la rugosidad y el tipo de corrosión que puede predominar, así al aumentar la rugosidad, disminuir la temperatura y tiempo de inmersión, existe una mayor tendencia a una corrosión general como se observan en las figuras 25 y 26. Mientras que al disminuir la rugosidad, aumentar la temperatura y tiempo de inmersión, se presentara una mayor tendencia al picado.

5.4. COMPARACIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS MEDIANTE LA TÉCNICA DE RUIDO ELECTROQUÍMICO EN ESTUDIO CON RESULTADOS REPORTADOS EN LA LITERATURA.

La presente investigación hace parte de una secuencia de análisis basada en la tesis titulada; Estudio electroquímico de un acero inoxidable AISI 430 en contacto con soluciones que simulan alimentos; de los autores VARGAS CASTRO, Diana Yiseth y CÁCERES NUÑEZ, Jhonatann Ramiro.

Los autores aplicaron las técnicas de OCP, Rp y polarización potenciodinámica, a la evaluación del acero inoxidable AISI/SAE 430 en contacto con ácido acético al 3% v/v con acabados superficiales de 600, 1200 y 1500 bajo temperaturas de trabajo de 25°C, 45°C y 60°C \pm 2°C.

5.4.1.1. Resistencia a la polarización y resistencia de ruido. En concordancia con la técnica de ruido electroquímico autores a nivel mundial señalan la relación y equivalencia entre la resistencia a la polarización y la resistencia de ruido para determinar el tipo y velocidades de corrosión, lo cual asocia estas dos técnicas.

Los autores de la tesis de la investigación de referencia, mediante la técnica de Rp señalan que la muestras con acabado superficial 600 (mayor rugosidad) y 1500 (menor rugosidad) presentan un menor daño superficial para bajas temperaturas de trabajo mostrado por los valores de Rp (tabla17, anexo 2), lo cual concuerda con lo visto en la figura 24, en donde las condiciones 1 y 2 a una temperatura de trabajo menor presentan la mayor resistencia de ruido y las condiciones 7 y 8 con una temperatura de trabajo de 60° C presentan una menor resistencia de ruido.

5.4.1.2. Micrografías SEM. Las micrografías SEM de la presente investigación confirman la presencia de picado bajo las condiciones de trabajo de diez días de inmersión, temperatura de 60°C y acabado superficial de 600 y 1500, en comparación con las micrografías SEM (Figuras 31 y 32, Anexo 3). La diferencia radica en el tipo de corrosión predominante en cada uno de los acabados superficiales; así, una rugosidad de 600 se caracteriza por un tipo de corrosión uniforme y en una rugosidad de 1500 predomina una corrosión por picadura, lo cual se corrobora mediante las curvas de ruido electroquímico y el respectivo análisis estadístico.

6. CONCLUSIONES

- Se observó que, mediante el empleo de la técnica de ruido electroquímico en el acero AISI/SAE 430, que a medida que se produce un aumento de la temperatura, acabado superficial y bajo diferentes tiempos de inmersión en este tipo de acero es más susceptible a la corrosión por picadura.
- Realizando la evaluación de los datos estadísticos obtenidos mediante la técnica de ruido electroquímico en potencial y corriente se logró establecer el tipo de corrosión presentado en cada una de las condiciones experimentales.
- La evaluación de la degradación del acero AISI/SAE 430 en contacto con el ácido acético aplicando la técnica de ruido electroquímico, se encontró que para un acabado superficial de 1500, temperatura de 60°C y tiempo de inmersión de 10 días, el método estadístico de índice de localización es 0,16 estando dentro de los parámetros de corrosión localizada y bajo estas mismas condiciones el sesgo, kurtosis y desviación estándar es -0.907, 4,848 y 9,80E-8 indicando que se ha presentado picadura en el material.
- El uso de la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM), permitió concluir que la temperatura, acabado superficial y tiempo de inmersión influye en el desarrollo del proceso de picado, ya que luego de diez días de inmersión, el mayor daño de corrosión por picado se presentó en acabados menos rugosos (1500) y a temperaturas de 60°C. confirmando los resultados obtenidos por la técnica de ruido electroquímico.

7. RECOMENDACIONES

- Para estudios posteriores, se recomienda realizar un análisis estadístico utilizando las técnicas de espectros de frecuencia, teoría del caos y la transformada de wavelets.
- En investigaciones con la técnica de ruido electroquímico, se recomienda realizar monitoreo en montajes con sistemas de presión, temperaturas y fluidos en circulación.

REFERENCIA BIBLIOGRÁFICA

- **[1] AVNER, Syney H.** Introducción a la Metalurgia Física. Mexico: McGraw-HILL, 1988. ISBN 968-6046-01-1.
- **[2] G. Herting , I. Odnevall Wallinder, C. Leygraf.** Corrosion-induced release of chromium and iron from ferritic stainless steel grade AISI 430 in simulated food contact. School of Chemical Science and Engineering, Division of Corrosion Science, Royal Institute of Technology, DrKristinas v. 51, SE-100 44 Stockholm. Journal of FoodEngineering 87 (2008) 291–300
- **[3] Ferríticos. OBTESOL:** Observatorio Tecnológico de la Soldadura. 9 de febrero de 2007. [Internet] Disponible en: http://www.obtesol.es/index2.php?option=com_content&do_pdf=1&id=147. Acceso 4 de marzo de 2013
- **[4] KALPAKJIAN, SEROPE y SCHMID, STEVEN R.** Manufactura, Ingeniería y tecnología. Pearson Educación, México. 2002, ISBN: 970-26-0137-1. Pags. 148 – 150. [En línea]. [Consulta: 5 de marzo de 2014]. Disponible en: http://books.google.com.co/books?id=gilYI9_KKAoC&pg=PA148&dq=aceros+para+cocina&hl=es-419&sa=X&ei=m4kaU_igH8aEkQelsYDAAQ&ved=0CCoQ6AEwAA#v=onepage&q=aceros%20para%20cocina&f=false
- **[5] ASKELAND, Donald R.** Ciencia e ingeniería de los materiales. México: International Thomson Editores, 1998. ISBN 968-7529-36-9.

- **[6] CALLISTER, William D. Jr.** Introducción a la ingeniería de los materiales. Barcelona. España: Editorial Reverte, S.A. 2007. ISBN 978-84-291-7253-9. Volumen 1.
- **[7] SOLÀ, Pere Molera.** Metales Resistentes a la Corrosión. Barcelona, España: Marcombo S.A, 1990. Colección “Productica”.
- **[8] ASM HANDBOOK VOLUME 13,** Corrosion. ASM INTERNATIONAL 9 Edition 1987.
- **[9] S. Feliu Y M.C. Andrade.** Corrosión y protección Metálicas. Madrid: RAYCAR, S.A. Impresores [en línea], Vol. 1, p. 3. [citado el 01 de marzo de 2014]. Disponible en Internet: <http://books.google.com.co/books?id=2N6oTjbigfEC&printsec=frontcover&dq=corrosion&hl=es>
- **[10] KEARNS, Jefferry R. SCULLY, John R. ROBERGE, Pierre R. REICHERT, David L. and DAWSON, John L. Eds.** Electrochemical Noise Measurement for Corrosion Applications. ASTM publication code Number (PCN) 04-012770-27, 1996, printed in the U.S.A.
- **[11] J.M. Malo Tamayo y J. Uruchurtu Chavarin.** La técnica de ruido electroquímico para el estudio de la corrosión. Instituto de investigaciones eléctricas. 2003 Disponible en internet: <http://depa.fquim.unam.mx/labcorr/libro/RuidoElectroquimico.PDF>
- **[12] Malo T.J. y Uruchurtu Ch. J.;** “Corrosión Electroquímica”. I.I.E. Cuernavaca Morelos (1992).

- **[13] Koch G.H., Brongers M.P.H., Thompson N.G., Virmani Y.P. and Payer J.H.**, “Corrosion Costs and preventive Strategies in the United States”, Report FHWA-RD-01-156, Supplement to Materials Performance, (2002).
- **[14] Kane R.D., Eden D.A. and Eden D.C.**, “Online Real-Time Corrosion Monitoring for Improving Pipeline Integrity – Technology and Experience”, Paper No. 03175, CORROSION/2003, San Diego, California (2003).
- **[15] Centro Nacional para el Desarrollo del Acero Inoxidable (CENDI)**. [En línea] [Citado el: 10 de marzo de 2014.] Disponible en: <http://www.ingefilter.com/pdf/Manual%20Acero%20Inoxidable.pdf>.
- **[16] INTERNATIONAL STAINLESS STEEL FORUM.FOOD AND BEVERAGE INDUSTRY**. [En línea] 7 de Julio de 2012. [Citado el: 3 de Agosto de 2013.] http://www.worldstainless.org/industrial_applications/food_and_beverage_industry.
- **[17] H.A.A. Al-Mazeedi, R.A. Cottis**.A practical evaluation of electrochemical noise parameters as indicators of corrosion type
- **[18] G. Herting, I. Odnevall Wallinder, C. Leygraf**. Corrosion-induced release of chromium and iron from ferritic stainless steel grade AISI 430 in simulated food contact. Corrosión Science, Pag 291-300. London: El Sevier, 2007.
- **[19] LEGGI ED ALTRI ATTI NORMATIVI**, Gazzetta ufficiale della repubblica italiana, serie generale – n. 166, 17-7-12004. Ministero della salute. Disponible en: [<http://cardiniacque.it/wp-content/uploads/2012/10/DM-174-2004.pdf>]
- **[20] G. Herting, I. Odnevall Wallinder, C. Leygraf**. Multi-analytical investigation of stainless steel grade AISI 420 in simulated food contact. Corrosión Sceince, Pág. 23 – 31. London: El Sevier, 2009

- **[21] VARGAS CASTRO, Diana Yiseth, NÚÑEZ CÁCERES Jhonatann Ramiro.** Estudio Electroquímico de un acero inoxidable AISI 430 en contacto con soluciones que simulan alimentos. Escuela de ingeniería metalúrgica y ciencia de materiales, Universidad Industrial de Santander. 2013
- **[22] NORMA ASTM E3-01.** Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens
- **[23] NORMA ASTM E407** Standard Practice for Microetching Metals and Alloys
- **[24] NORMA ASTM G199-09.** Standard Guide for Electrochemical Noise Measurement
- **[25] VILLALBA BOLAÑOS, Ana Lucia;** Influencia de las condiciones de pasivación sobre la susceptibilidad a la corrosión localizada del acero inoxidable tipo AISI – SAE 304 mediante la técnica de ruido electroquímico. Bucaramanga, universidad industrial de Santander 2011. 47 p.
- **[26] TRISTANCHO R, José Luis. BAEZ P, Sandro. PEÑA B, Darío Yesid. VASQUEZ Q, Custodio.** Aplicación de la técnica de ruido electroquímico para la evaluación de la corrosión en caliente por sales fundidas. Red de revistas científicas de américa latina, el caribe, España y Portugal. Noviembre 2004, vol. 71, núm. 144, p. 85 – 92.
- **[27] CHAVEZ GOMEZ, Luis Eduardo.** Medición de la velocidad de corrosión mediante la técnica de ruido electroquímico en aceros inoxidables 304 y 316L. Instituto politécnico nacional CICATA-IPN, unidad Altamira. Centro de investigación en ciencia aplicada y tecnología avanzada. 2007

- **[28] D.A. Eden**, Electrochemical Noise- The first two octaves, Corrosion 98, Paper 386,NACE, Houston, USA, 1998.
- **[29] BOTANA Javier, ABALLE Álvaro, BÁRCENA Mariano Marcos**; Ruido Electroquímico: Métodos de Análisis; Universidad de Cádiz, Septem Ediciones, España, 2002.

BIBLIOGRAFÍA

ASKELAND, Donald R. Ciencia e ingeniería de los materiales. México: International Thomson Editores, 1998. ISBN 968-7529-36-9.

ASM HANDBOOK VOLUME 13, Corrosion. ASM INTERNATIONAL 9 Edition 1987.

AVNER, Syney H. Introducción a la Metalurgia Física. Mexico: McGraw-HILL, 1988. ISBN 968-6046-01-1.

BOTANA Javier, ABALLE Álvaro, BÁRCENA Mariano Marcos; Ruido Electroquímico: Métodos de Análisis; Universidad de Cádiz, Septem Ediciones, España, 2002.

CALLISTER, William D. Jr. Introducción a la ingeniería de los materiales. Barcelona. España: Editorial Reverte, S.A. 2007. ISBN 978-84-291-7253-9. Volumen 1.

(CENDI). Centro Nacional para el Desarrollo del Acero Inoxidable. [En línea] [Citado el: 10 de marzo de 2014.] Disponible en: <http://www.ingefilter.com/pdf/Manual%20Acero%20Inoxidable.pdf>.

CHAVEZ GOMEZ, Luis Eduardo. Medición de la velocidad de corrosión mediante la técnica de ruido electroquímico en aceros inoxidables 304 y 316L. Instituto politécnico nacional CICATA-IPN, unidad Altamira. Centro de investigación en ciencia aplicada y tecnología avanzada. 2007

D.A. Eden, Electrochemical Noise- The first two octaves, Corrosion 98, Paper 386, NACE, Houston, USA, 1998.

FERRÍTICOS. OBTESOL: Observatorio Tecnológico de la Soldadura. 9 de febrero de 2007. [Internet] Disponible en: http://www.obtesol.es/index2.php?option=com_content&do_pdf=1&id=147. Acceso 4 de marzo de 2013

G. Herting , I. Odnevall Wallinder, C. Leygraf. Corrosion-induced release of chromium and iron from ferritic stainless steel grade AISI 430 in simulated food contact. School of Chemical Science and Engineering, Division of Corrosion Science, Royal Institute of Technology, DrKristinas v. 51, SE-100 44 Stockholm. Journal of FoodEngineering 87 (2008) 291–300

G. Herting, I. Odnevall Wallinder, C. Leygraf. Corrosion-induced release of chromium and iron from ferritic stainless steel grade AISI 430 in simulated food contact. Corrosión Science, Pag 291-300. London: El Sevier, 2007.

G. Herting, I. Odnevall Wallinder, C. Leygraf. Multi-analytical investigation of stainless steel grade AISI 420 in simulated food contact. Corrosión Sceince, Pág. 23 – 31. London: El Sevier, 2009

H.A.A. Al-Mazeedi, R.A. Cottis. A practical evaluation of electrochemical noise parameters as indicators of corrosion type

INTERNATIONAL STAINLESS STEEL FORUM.FOOD AND BEVERAGE INDUSTRY. [En línea] 7 de Julio de 2012. [Citado el: 3 de Agosto de 2013.] http://www.worldstainless.org/industrial_applications/food_and_beverage_industry.

J.M. Malo Tamayo y J. Uruchurtu Chavarin. La técnica de ruido electroquímico para el estudio de la corrosión. Instituto de investigaciones eléctricas. 2003 Disponible en internet: <http://depa.fquim.unam.mx/labcorr/libro/RuidoElectroquimico.PDF>

KALPAKJIAN, SEROPE y SCHMID, STEVEN R. Manufactura, Ingeniería y tecnología. Pearson Educación, México. 2002, ISBN: 970-26-0137-1. Pags. 148 – 150. [En línea]. [Consulta: 5 de marzo de 2014]. Disponible en: http://books.google.com.co/books?id=gilYI9_KKAoC&pg=PA148&dq=aceros+para+cocina&hl=es-419&sa=X&ei=m4kaU_igH8aEkQelsYDAAQ&ved=0CCoQ6AEwAA#v=onepage&q=aceros%20para%20cocina&f=false

Kane R.D., Eden D.A. and Eden D.C., “Online Real-Time Corrosion Monitoring for Improving Pipeline Integrity – Technology and Experience”, Paper No. 03175, CORROSION/2003, San Diego, California (2003).

KEARNS, Jeffery R. SCULLY, John R. ROBERGE, Pierre R. REICHERT, David L. and DAWSON, John L. Eds. Electrochemical Noise Measurement for Corrosion Applications. ASTM publication code Number (PCN) 04-012770-27, 1996, printed in the U.S.A.

Koch G.H., Brongers M.P.H., Thompson N.G., Virmani Y.P. and Payer J.H., “Corrosion Costs and preventive Strategies in the United States”, Report FHWA-RD-01-156, Supplement to Materials Performance, (2002).

LEGGI ED ALTRI ATTI NORMATIVI, Gazzetta ufficiale della repubblica italiana, serie generale – n. 166, 17-7-12004. Ministero della salute. Disponible en: [<http://cardiniacque.it/wp-content/uploads/2012/10/DM-174-2004.pdf>]

Malo T.J. y Uruchurtu Ch. J.; “Corrosión Electroquímica”. I.I.E. Cuernavaca Morelos (1992).

NORMA ASTM E3-01. Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens

NORMA ASTM E407 Standard Practice for Microetching Metals and Alloys

NORMA ASTM G199-09. Standard Guide for Electrochemical Noise Measurement

S. Feliu Y M.C. Andrade. Corrosión y protección Metálicas. Madrid: RAYCAR, S.A. Impresores [en línea], Vol. 1, p. 3. [citado el 01 de marzo de 2014]. Disponible en Internet: <http://books.google.com.co/books?id=2N6oTjbigfEC&printsec=frontcover&dq=corrosion&hl=es>

SOLÀ, Pere Molera. Metales Resistentes a la Corrosión. Barcelona, España: Marcombo S.A, 1990. Colección “Productica”.

TRISTANCHO R, José Luis. BAEZ P, Sandro. PEÑA B, Darío Yesid. VASQUEZ Q, Custodio. Aplicación de la técnica de ruido electroquímico para la evaluación de la corrosión en caliente por sales fundidas. Red de revistas científicas de américa latina, el caribe, España y Portugal. Noviembre 2004, vol. 71, núm. 144, p. 85 – 92.

VARGAS CASTRO, Diana Yiseth, NÚÑEZ CÁCERES Jhonatann Ramiro. Estudio Electroquímico de un acero inoxidable AISI 430 en contacto con soluciones que simulan alimentos. Escuela de ingeniería metalúrgica y ciencia de materiales, Universidad Industrial de Santander. 2013

VILLALBA BOLAÑOS, Ana Lucia; Influencia de las condiciones de pasivación sobre la susceptibilidad a la corrosión localizada del acero inoxidable tipo AISI – SAE 304 mediante la técnica de ruido electroquímico. Bucaramanga, universidad industrial de Santander 2011. 47 p.

ANEXOS

Anexos A. Análisis Estadístico en el Dominio Temporal

Condición 2: Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1500; expuesta a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante cero días a una temperatura de 60°C.

Datos Estadísticos	Potencial	Corriente	Tipo de corrosión
Sesgo	35,308	19,107	Pasivo
kurtosis	1473	463,156	
Desviación Estándar	2,981E-04	2,834E-08	
RMS	-	1,085E-05	
Índice de localización	-	2,613E-03	
Resistencia	1,052E+04	1,052E+04	

Condición 3: Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1500; expuesta a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante cuatro días a una temperatura de 25oC.

Datos Estadísticos	Potencial	Corriente	Tipo de corrosión
Sesgo	-11,694	-0,685	General (Corriente)
Kurtosis	136,152	1,003	
Desviación Estándar	1,217E-03	8,965E-08	
RMS	-	3,411E-06	
Índice de localización	-	3,832E-02	
Resistencia	1,357E+04	1,357E+04	

Condición 4: Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 600; expuesta a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante cuatro días a una temperatura de 60oC.

Datos Estadísticos	Potencial	Corriente	Tipo de corrosión
Sesgo	40,448	2,823	Picado (Corriente)
Kurtosis	1926	16,396	
Desviación Estándar	3,098E-04	1,307E-07	
RMS	-	6,336E-06	
Índice de localización	-	1,415E-02	
Resistencia	2,370E+03	2,370E+03	

Condición 5: Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1200; expuesta a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante siete días a una temperatura de 45oC.

Datos Estadísticos	Potencial	Corriente	Tipo de corrosión
Sesgo	1,257	2,757	General (Corriente)
kurtosis	0,053	22,094	
Desviación Estándar	4,753E-03	9,389E-07	
RMS	-	7,959E-05	
Índice de localización	-	1,180E-02	
Resistencia	5,062E+03	5,062E+03	

Condición 6: Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 1200; expuesta a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante diez días a una temperatura de 45oC.

Datos Estadísticos	Potencial	Corriente	Tipo de corrosión
Sesgo	1,8	1,738	Picado (Corriente)
Kurtosis	2,788	3,977	
Desviación Estándar	8,742E-03	3,303E-06	
RMS	-	1,976E-04	
Índice de localización	-	1,672E-02	
Resistencia	2,647E+03	2,647E+03	

Condición 8: Valores estadísticos de sesgo, kurtosis, desviación estándar, RMS, índice de localización, de las series de potencial y corriente para el acero inoxidable AISI/SAE 430 con un acabado superficial 600; expuesta a una solución de ácido acético al 3% v/v, durante diez días a una temperatura de 60oC.

Datos Estadísticos	Potencial	Corriente	Tipo de corrosión
Sesgo	0,952	0,548	General
kurtosis	-0,357	-0,145	
Desviación Estándar	1,488E-03	1,031E-05	
RMS	-	6,115E-04	
Índice de localización	-	1,686E-02	
Resistencia	1,443E+02	1,443E+02	

Anexo B. Comparación de resultados de resistencia a la polarización (R_p) y resistencia de ruido (R_n)

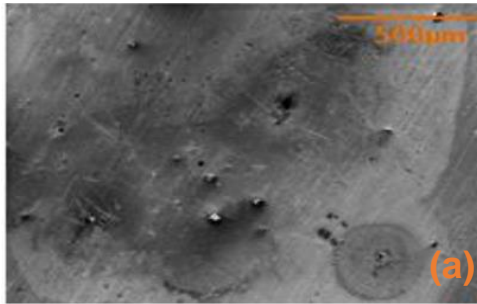
Valores de R_p para las muestras expuestas a 60°C, durante 10 días de inmersión

T [°C]	A [Lija No.]	t [Días]	R_p [Ω/Cm^2]
60	600	10	3,40E+04
	1500	10	6,41E+04
25	600	10	6,90E+04
	1500	10	1,06E+06

Fuente: VARGAS CASTRO, Diana Yiseth, NÚÑEZ CÁCERES Jhonatann Ramiro. Estudio Electroquímico de un acero inoxidable AISI 430 en contacto con soluciones que simulan alimentos. Escuela de ingeniería metalúrgica y ciencia de materiales, Universidad Industrial de Santander. 2013

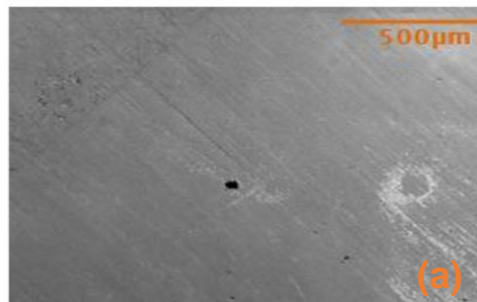
Anexo C. Comparaciones de micrografías SEM

Micrografía SEM para la muestra con acabado superficial 600, temperatura 60°C y diez días de inmersión.



Fuente: VARGAS CASTRO, Diana Yiseth, NÚÑEZ CÁCERES Jhonatann Ramiro. Estudio Electroquímico de un acero inoxidable AISI 430 en contacto con soluciones que simulan alimentos. Escuela de ingeniería metalúrgica y ciencia de materiales, Universidad Industrial de Santander. 2013

Micrografía SEM para la muestra con acabado superficial 1500, temperatura 60°C y diez días de inmersión



Fuente: VARGAS CASTRO, Diana Yiseth, NÚÑEZ CÁCERES Jhonatann Ramiro. Estudio Electroquímico de un acero inoxidable AISI 430 en contacto con soluciones que simulan alimentos. Escuela de ingeniería metalúrgica y ciencia de materiales, Universidad Industrial de Santander. 2013