

**EVALUACIÓN DEL EFECTO SINÉRGICO EROSIÓN-CORROSIÓN DE UN  
ACERO AISI SAE 4330 EN UN MEDIO MULTIFÁSICO SALMUERA-SÍLICE,  
POR MÉTODOS ELECTROQUÍMICOS Y GRAVIMÉTRICOS.**

**YELSIN ENRIQUE MENDEZ CAMACHO  
LIZETH VIVIANA BARRETO HERNÁNDEZ**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES  
BUCARAMANGA**

**2014**

**EVALUACIÓN DEL EFECTO SINÉRGICO EROSIÓN-CORROSIÓN DE UN  
ACERO AISI SAE 4330 EN UN MEDIO MULTIFÁSICO SALMUERA-SÍLICE,  
POR MÉTODOS ELECTROQUÍMICOS Y GRAVIMÉTRICOS.**

**YELSIN ENRIQUE MENDEZ CAMACHO  
LIZETH VIVIANA BARRETO HERNÁNDEZ**

**Proyecto de grado presentado como requisito para optar a los títulos de:  
Ingeniero Metalúrgico - Ingeniera Química**

**Director:**

**DARIO YESID PEÑA BALLESTEROS  
Ing. Metalúrgico M.Sc. Ph. D**

**Codirector:**

**JHON EDINSON TORRES RAMIREZ  
Ing. Metalúrgico**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES  
BUCARAMANGA**

**2014**

## **AGRADECIMIENTOS**

A nuestro director PhD Darío Yesid Peña Ballesteros y codirector Ing. Jhon Torres, por su guía y colaboración para la realización de este proyecto.

A Custodio Vásquez por sus conocimientos y apoyo en el desarrollo de esta investigación.

A los profesores y estudiantes del grupo de investigación en corrosión (GIC) de la Universidad Industrial de Santander, por los servicios y la asesoría que nos brindaron.

## DEDICATORIA

A Dios por darme sabiduría, entendimiento y fortaleza en este largo camino.

A los precursores de mis sueños, mis padres, gracias por el apoyo incondicional, la confianza y la fe que depositan en mí, cada uno de mis logros siempre será para ustedes.

A mis hermanos por compartir mis victorias y también mis fracasos, por enseñarme el significado de familia.

A la memoria de mi segunda madre, Ana Lucía, siempre te llevo en mí.

A Yessi, Clari y Gina por ser mis compañeras de aventuras en este gran camino a la vida profesional.

A Diego Armando por creer en mí a pesar de mis errores, y por darme siempre un motivo para sonreír.

Lizeth Viviana Barreto Hernández

## TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN .....	15
1. PRELIMINARES .....	17
1.1 OBJETIVOS.....	17
1.1.1 Objetivo general.....	17
1.1.2 Objetivos específicos .....	17
2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS .....	18
2.1 EROSIÓN - CORROSIÓN .....	18
2.1.1 Corrosión aumentada por erosión ( $\Delta K_c$ ).....	18
2.1.2 Erosión aumentada por corrosión ( $\Delta K_e$ ).....	19
2.2 VARIABLES INFLUYENTES EN EL FENÓMENO EROSIÓN- CORROSIÓN.....	20
2.2.1 Influencia de la velocidad .....	20
2.2.2 Influencia del tamaño de partícula .....	22
2.2.3 Influencia del pH .....	23
3. METODOLOGÍA.....	25
3.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA .....	26
3.2 DETERMINACIÓN DE VARIABLES.....	26
3.3 ADAPTACIÓN DE LA CELDA PARA LAS PRUEBAS .....	27
3.4 CARACTERIZACIÓN DEL SISTEMA.....	28
3.4.1 Material de trabajo.....	28
3.4.2 Solución de trabajo.....	30
3.5 DISEÑO EXPERIMENTAL ESTADÍSTICO .....	30
3.6 PRUEBAS EXPERIMENTALES .....	31
3.7 ANÁLISIS DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES.....	32
3.8 INFORME FINAL.....	32
4 RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	33
4.1 INFLUENCIA DE LA ADICIÓN DE PARTÍCULAS EN EL POTENCIAL DE CORROSIÓN DEL ACERO AISI 4330. ....	33

4.2 INFLUENCIA DE LA VELOCIDAD DE FLUJO, PH Y TAMAÑO DE PARTÍCULAS DE SÍLICE EN EL DETERIORO POR EROSIÓN- CORROSIÓN DEL ACERO AISI 4330. ....	34
4.2.1 Influencia del pH y el tamaño de partícula a una velocidad constante.....	34
4.2.2 Influencia de la velocidad de flujo y el tamaño de partícula a pH constante .	37
4.2.3 Influencia de la velocidad de flujo y pH a tamaño de partícula constante. ...	39
4.3 CIRCUITO EQUIVALENTE.....	40
4.4 ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO .....	41
4.5 ANÁLISIS SUPERFICIAL .....	43
4.6 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS DATOS EXPERIMENTALES .....	44
4.7 ANÁLISIS DE PARETO .....	45
5 CONCLUSIONES.....	46
6 RECOMENDACIONES.....	47
REFERENCIAS .....	48
BIBLIOGRAFÍA.....	53
ANEXOS.....	58

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Diagrama de las etapas del proyecto de investigación. ....	25
<b>Figura 2.</b> Microestructura del acero AISI 4330, magnificación 1000 X.....	29
<b>Figura 3.</b> Potencial de corrosión en función del tiempo, para un electrodo de acero AISI 4330, a 1800 rpm en una solución sin y con 10 % Wt de partículas de Sílice (105 $\mu\text{m}$ ) a pH 7.....	33
<b>Figura 4.</b> Curvas obtenidas a 2800 rpm, variando el pH y tamaño de partículas..	34
<b>Figura 5.</b> Curvas obtenidas a pH 3, variando la velocidad de rotación y tamaño de partículas .....	37
<b>Figura 6.</b> Curvas obtenidas a tamaño de partícula malla 140, variando la velocidad de rotación y el pH.....	39
<b>Figura 7.</b> Circuito equivalente.....	41
<b>Figura 8.</b> Velocidades de corrosión a partir de método gravimétrico y electroquímica.....	42
<b>Figura 9.</b> Micrografía superficial del acero AISI 4330 mediante- SEM a condiciones de 2800 rpm – pH 7- malla 140. Magnificación 500 X .....	44
<b>Figura 10.</b> Micrografía superficial del acero AISI 4330 mediante- SEM a condiciones de 1800 rpm – pH 3- malla 270. Magnificación 500 X.....	44
<b>Figura 11.</b> Diagrama de Pareto y efectos principales.....	45

## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Variables a ensayar en el desarrollo del proyecto. ....	26
<b>Tabla 2.</b> Dimensiones, densidad y peso equivalente del electrodo de acero AISI 4330. ....	28
<b>Tabla 3.</b> Composición del acero AISI 4330. ....	29
<b>Tabla 4.</b> Matriz para las pruebas experimentales .....	30

## LISTA DE ANEXOS

Anexo A. Fotografías Del Montaje .....	58
Anexo B. Método De Cálculo De La Velocidad De Corrosión A Partir De La Resistencia A La Polarización Lineal. ....	59
Anexo C. Método De Cálculo De Velocidad De Corrosión A Partir De Gravimetría .....	64
Anexo D. Curvas Adicionales Correspondientes A Potencial A Circuito Abierto, Resistencia A La Polarización Lineal, Diagramas De Nyquist Y Curvas De Polarización Potenciodinámicas. ....	65
Anexo E. Resistencias A La Polarización, Densidades De Corriente De Corrosión Y Velocidades De Corrosión A Partir De La Técnica De Resistencia A La Polarización Lineal. ....	68
Anexo F. Circuito Equivalente. ....	68
Anexo G. Cálculo De La Desviación Estándar Y Porcentaje De Diferencia Entre La Velocidad De Corrosión Medida Por Gravimetría Con Respecto A Velocidad De Corrosión Medida Por Resistencia A La Polarización. ....	74
Anexo H. Análisis De Caracterización. ....	76
Anexo I. Análisis De Varianza. ....	78

## RESUMEN

**TÍTULO:** EVALUACIÓN DEL EFECTO SINÉRGICO EROSIÓN-CORROSIÓN DE UN ACERO AISI SAE 4330 EN UN MEDIO MULTIFÁSICO SALMUERA-SÍLICE, POR MÉTODOS ELECTROQUÍMICOS Y GRAVIMÉTRICOS\*.

**AUTORES:** Méndez Camacho, Yelsin Enrique. Hernández Barreto, Lizeth Barreto\*\*

**PALABRAS CLAVE:** Erosión- corrosión, acero AISI 4330, técnicas electroquímicas, técnicas gravimétricas, pH.

### DESCRIPCIÓN:

En este estudio se evaluó el daño ocasionado en un acero AISI SAE 4330 expuesto al fenómeno de erosión - corrosión. Los ensayos se realizaron en condiciones de flujo turbulento en una celda de electrodo de cilindro rotatorio, en la que se acopló un potencióstato para obtener curvas de polarización potenciodinámicas, resistencia a la polarización lineal y espectroscopía de impedancia electroquímica, a distintas velocidades de rotación, adicionando partículas de cuarzo con diferentes tamaños a un electrolito compuesto por una concentración constante de 3% de NaCl, variando su pH. Adicionalmente, se realizaron mediciones de pérdida de masa por efectos mecánicos sin aplicación de potencial externo, por medio de gravimetría, y la topografía de las superficies se evaluó usando microscopía electrónica de barrido (SEM), difracción de rayos x (DRX) y fluorescencia de rayos X (XRF) aplicada a la sílice. Del análisis de los resultados obtenidos en los ensayos experimentales, se concluyó que la influencia del pH ácido genera el impacto más significativo en la velocidad de erosión- corrosión del electrodo de acero, mientras que el aumento del tamaño de partícula es considerada la variable de menor influencia. Por otra parte, el factor de rugosidad superficial causada por el impacto de las partículas es indicado por la presencia de lazos inductivos en los diagramas de impedancia.

---

\*Proyecto de grado

\*\*Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Director. PhD. Darío Yesid Peña Ballesteros. Codirector. Ing. Jhon Édison Torres Ramírez.

## ABSTRACT

**TITLE:** EVALUATION OF THE SYNERGISTIC EFFECT OF EROSION-CORROSION ON STEEL AISI-SAE 4330 IN A MULTIPHASE FLOW BRINE-SILICA BY ELECTROCHEMICAL AND GRAVIMETRIC TECHNIQUES.\*

**AUTHORS:** Méndez Camacho, Yelsin Enrique. Hernández Barreto, Lizeth Barreto\*\*.

**KEY WORDS:** Erosion- corrosion, AISI SAE 4330 steel, electrochemical techniques, gravimetric techniques, pH.

### DESCRIPTION:

In this study was evaluated the damage caused in an AISI SAE 4330 steel exposed to erosion-corrosion phenomenon. The tests were made in turbulent flow conditions in a rotating cylinder electrode cell, in which coupled a potentiostat to obtain potentiodynamic polarization, lineal polarization resistance and electrochemistry impedance spectroscopy curves, to different rotation speed, adding silica particles with different size to electrolyte compound of 3% NaCl constant concentration, varying its pH. As well as, it were performed mass loss measurements by mechanical effects without applying external potential, by means of gravimetry, and surfaces topography was evaluated by means of scanning electronic microscopy (SEM), X-ray diffraction (DRX) and X-ray florescence (XRF) applied to the sand. From analysis of results obtained from experimental tests, was concluded that the influence of acid pH, generates the most significant impact in erosion- corrosion velocity of steel electrode, whilst particle size increasing is considered minor influence variable. On the other hand, the surface roughness effect caused by particles impact is indicated by presence of inductive loops in impedance plots.

---

\*Degree Project

\*\*Faculty Physicochemical Engineering, School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Director. PhD. Darío Yesid Peña Ballesteros. Codirector. Ing. Jhon Édison Torres Ramírez.

## INTRODUCCIÓN

La erosión-corrosión es el desgaste causado por la acción conjunta de los procesos mecánicos de las partículas sólidas y los procesos electroquímicos de corrosión. Este fenómeno afecta los componentes de máquinas usadas en las industrias mineras, al igual que piezas específicas utilizadas en la industria petrolera y petroquímica, tales como las líneas de tuberías involucradas en el transporte de fluidos provenientes de pozos de petróleo y gas. Cuando la erosión y la corrosión actúan sinérgicamente: 1) los mecanismos de daños son más complejos, y las medidas de pérdidas de masa son mayores que cuando operan separadamente; 2) se aceleran las velocidades de deterioro de los materiales, puesto que los fluidos que circulan llevan consigo elementos sólidos como sílice y alúmina, que al impactar los componentes metálicos remueven las capas protectoras de la superficie, dejando expuesto el sustrato metálico a ambientes agresivos, en algunos casos, en presencia de gases como el  $\text{CO}_2$  y  $\text{H}_2\text{S}$ , o de cloruros y ácidos, que influyen de manera drástica en el deterioro de los diferentes componentes ingenieriles.

Este tipo de desgaste representa para la industria la pérdida de material y la consecuente falla de las piezas, repercutiendo en su funcionamiento, en virtud del tiempo asociado a la reparación de equipos y sustituciones de las unidades desgastadas. Por tanto, el entendimiento de los mecanismos de remoción de material involucrados durante el desgaste erosivo-corrosivo, así como el reconocimiento y la caracterización de las diferentes variables involucradas, son líneas relevantes de investigación en la ingeniería actual.

De acuerdo a lo anterior, este trabajo se enfoca en la identificación, descripción e influencia de las variables que repercuten en la degradación superficial de un acero AISI 4330 (empleado comúnmente en la industria petrolera para la

perforación de pozos) sometido a condiciones de erosión- corrosión por medio de un fluido multifásico compuesto de 10% sílice y 3% NaCl constantes, en una celda de electrodo de cilindro rotatorio (para garantizar la formación del régimen de flujo turbulento y simular condiciones de perforación mediante flujo rotacional), por medio de técnicas electroquímicas y gravimétricas, variando el pH, el tamaño de partícula y la velocidad de rotación.

## **1. PRELIMINARES**

### **1.1 OBJETIVOS**

#### **1.1.1 Objetivo general**

Evaluar el daño ocasionado por el fenómeno de erosión-corrosión en un acero AISI SAE 4330 inmerso en un fluido multifásico salmuera-sílice, mediante el uso de técnicas electroquímicas y gravimétricas.

#### **1.1.2 Objetivos específicos**

- Determinar la velocidad de erosión-corrosión del acero AISI 4330 en un medio multifásico salmuera-sílice, por medio de resistencia a la polarización lineal y gravimetría.
- Establecer la influencia que tienen la velocidad de rotación, el pH y el tamaño de partícula del fluido, sobre la velocidad de erosión-corrosión del acero AISI 4330 expuesto a un fluido multifásico salmuera-sílice.
- Caracterizar la formación de productos de corrosión influenciados por las variaciones en el pH, la velocidad de rotación y el tamaño de partícula mediante SEM y DRX.

## 2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

### 2.1 EROSIÓN - CORROSIÓN

La pérdida de material total puede ser cuantificada por [1]:

$$T = K_{eo} + K_{co} + \Delta K_e + \Delta K_c \quad (1)$$

Donde T es la pérdida de masa en un ensayo de erosión-corrosión,  $K_{eo}$  es la pérdida de masa medida en un ensayo de erosión, sin la influencia de agentes corrosivos.  $K_{co}$  es la pérdida de masa obtenida a través de densidad de corriente sin la influencia de la erosión,  $\Delta K_e$  es el aumento en la erosión influenciado por la corrosión y  $\Delta K_c$  es el aumento en la corrosión influenciada por la erosión. El sinergismo (S) comprende [2]:

$$S = \Delta K_e + \Delta K_c \quad (2)$$

#### 2.1.1 Corrosión aumentada por erosión ( $\Delta K_c$ )

El daño por corrosión puede ser incrementado por la erosión, por medio de la remoción de la capa pasiva y exponiendo la superficie del metal al electrolito. Si la repasivación es lenta, el daño causado por la corrosión será significativo [2].

De igual forma la influencia de la erosión genera [3]:

- Incremento de turbulencia local en la vecindad del electrodo.
- Aumento en la rugosidad superficial causada por el impacto de las partículas, aumenta el área expuesta al medio corrosivo [4], generando un incremento en la actividad electroquímica y permitiendo el daño por corrosión localizada [3].

Zhou, Stack, y Newman [3] determinaron dos mecanismos del efecto de la erosión en la corrosión, mediante el uso de técnicas electroquímicas y una celda de electrodo de cilindro rotatorio (RCE), estableciendo que el mecanismo cambia dependiendo del voltaje aplicado. En el régimen de disolución activa, la corrosión está bajo control por transferencia de masa. En el régimen de pasivación, la corrosión es acelerada por el rompimiento de la capa pasiva.

Guo, Lu y Luo [5], investigaron la interacción de factores mecánicos y electroquímicos en los procesos de erosión- corrosión del acero A1045 en una solución de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ - sílice con un sistema RCE. Los experimentos indicaron que aunque la perturbación de la arena acelera el transporte de masa en la interfase, esta no afecta la velocidad de corrosión, cuando el acero muestra un comportamiento de disolución activa. Conclusión que difiere de los sistemas pasivos, en los cuales la corrosión puede ser aumentada por el efecto erosivo.

Niu y Cheng [6], estudiaron el efecto sinérgico de la velocidad del fluido y la presencia de sílice sobre una aleación de aluminio 3003 en una solución de etilenglicol con un sistema RCE, por medio de técnicas electroquímicas. Se encontró que, el transporte de masa juega un rol importante en el proceso de corrosión del electrodo, indicado por la presencia de la impedancia difusiva de Warburg, para un fluido sin partículas. Con la adición de éstas, la desestabilización del electrodo es predominante, aumentando el efecto de rugosidad en el electrodo e indicado por la formación de lazos inductivos en los diagramas de Nyquist.

### **2.1.2 Erosión aumentada por corrosión ( $\Delta K_e$ )**

Matsumura [7] estableció uno de los primeros mecanismos de erosión aumentada por corrosión, en el cual el impacto repetitivo de partículas sobre la superficie del material, incrementa la rugosidad superficial e induce la formación de una capa endurecida por trabajo, cuyo comportamiento es anódico.

Li et al [8] propusieron un mecanismo adicional bajo el cual la corrosión puede aumentar el daño causado por erosión mediante ataque localizado en sitios donde la capa pasiva es removida. Estos sitios conllevan a la formación de zonas activas. Por otra parte, Aiming et al [9] establecieron que, la degradación de las propiedades mecánicas a causa de la corrosión, hace más susceptible el metal a la erosión.

Finalmente, Stack y Pungwiwat [10] ejecutaron un estudio acerca del efecto de la erosión- corrosión sobre hierro a diferentes pH, estableciendo que a pH 7 en una solución de NaCl, los mecanismos de desgastes son los mismos establecidos por Matsumura y Li et al [7,8].

## **2.2 VARIABLES INFLUYENTES EN EL FENÓMENO EROSIÓN- CORROSIÓN**

### **2.2.1 Influencia de la velocidad**

La velocidad de erosión es proporcional a la velocidad de impacto según la relación [11]:

$$E = KV^n f(\theta) \quad (3)$$

Donde E=erosión, K= constante, V=velocidad, n= exponente, y  $\theta$ = ángulo de impacto. Los exponentes de velocidad usualmente reportados para la erosión de los metales varían entre 2 y 3 [12,13]

La velocidad del fluido tiene un efecto directo sobre la transferencia de masa de las especies. Una mayor velocidad del fluido acelerará el intercambio de especies entre el seno de la solución y la superficie metálica [14]. La velocidad alta del fluido provee a las partículas suspendidas tener o exceder un umbral de energía

cinética, es decir con un aumento de velocidad, más partículas alcanzan la energía crítica necesaria para dar lugar a la deformación y la eliminación de los productos de corrosión, causando un mayor daño sobre la superficie del material [15]. Esta energía cinética es función de la masa de las partículas y su velocidad de impacto [16].

López et al [17], construyeron curvas potenciodinámicas y aplicaron espectroscopia electrónica de barrido y microscopia de fuerza atómica, para determinar el mecanismo de desgaste de un acero AISI 304 y un inoxidable 420, en un medio compuesto de 0.5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 3.5% NaCl y 30 wt% de sílice, variando la velocidad de flujo y el ángulo de impacto. Los resultados obtenidos mostraron que la degradación del acero AISI 304, es causada principalmente por la acción mecánica mientras para el AISI 420 por la acción química.

Por su parte, Zúñiga [18], evaluó la resistencia a la erosión de un acero AISI 1020, en un sistema multifásico agua-sílice-nitrógeno, por gravimetría. Los resultados mostraron que la variable más relevante fue la alta velocidad de flujo, independientemente de los rangos manipulados por las otras variables (concentración y tamaño de partícula), puesto que la energía cinética de estas es lo suficientemente alta para producir deformaciones plásticas y remoción de material.

Posteriormente Machuca [14], estudió el efecto sinérgico de la erosión- corrosión, en un sistema multifásico salmuera-CO<sub>2</sub>-arena, cuyas variables y material de ensayo fueron las mismas establecidas por Zúñiga [18]. Del análisis se obtuvieron dos regímenes de erosión-corrosión, concluyendo del primero que a bajas velocidades la contribución de la corrosión es la que controla el fenómeno, y del segundo, que a altas velocidades la erosión controla la degradación del sistema. De igual forma, Zhang et al [19] estudiaron el efecto de un fluido en movimiento con partículas de sílice sobre la velocidad de erosión- corrosión de una aleación

de aluminio 3003, indicando que a altas velocidades de flujo, la pasividad de la aleación no puede ser mantenida y el potencial de corrosión tiende a moverse hacia valores más negativos (potenciales más activos). Mediante los diagramas de Nyquist se evidenció la presencia de lazos inductivos a bajas frecuencias, característicos de la rugosidad superficial del electrodo de trabajo.

Recientemente Elles [20] realizó un estudio para evaluar la velocidad de corrosión de un acero AISI 4330 por lodo de perforación, mediante técnicas electroquímicas, variando la temperatura y velocidades de rotación. Concluyó que la variable más influyente en el proceso de corrosión fue la velocidad, debido al desprendimiento de la capa a causa del impacto de partículas, y adicionalmente, por la existencia de iones  $\text{Cl}^-$ , que penetran y destruyen la capa protectora del óxido formado. La penetración de cloruros en el metal es debido a la presencia de diferentes mecanismos, principalmente difusión y absorción capilar [21].

### **2.2.2 Influencia del tamaño de partícula**

Los estudios han demostrado que el aumento del tamaño de partícula en el fluido genera un incremento en la energía cinética de impacto requerida para la remoción del material, acrecentando su desgaste [22]. Sin embargo, Shewmon [23] establece un nuevo mecanismo de daño diferente al de la energía cinética. Acorde a su investigación, infiere que durante la deformación plástica, hay generación de calor y se alcanza una temperatura en la cual los metales pierden dureza. Este aumento de temperatura causa plasticidad local tendiendo a la formación de bordes alargados, los cuales pueden ser removidos por el impacto de partículas. Por otro lado, hay un tamaño de partícula crítico arriba del cual la velocidad de erosión llega a ser independiente de este [24]; una de las explicaciones de la literatura para este efecto limitado indica que las partículas más grandes tienden a fragmentarse resultando una energía de impacto menor. Por su parte, otros estudios han reportado que el incremento del tamaño de

partícula en una concentración de sólidos constante, decrece el número de partículas, es decir, hay una disminución en la fracción de volumen, lo cual le confiere una disminución en la velocidad de corrosión [25].

Estudios subsiguientes del fenómeno erosión-corrosión fueron los realizados por Muñoz y González [26], mediante pruebas electroquímicas, en un sistema salmuera-CO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>-aceite mineral, variando la velocidad de rotación, temperatura, tamaño de partícula y la concentración de las mismas. Determinaron según un análisis de gráficos de interacción y efectos principales, que la interacción velocidad- temperatura tiene un impacto significativo en la erosión-corrosión. En el mismo año, Zheng et al [27] investigaron, la influencia del lodo de mar de Zhoushan en un acero al carbono 3C y uno de baja aleación 10CrMoAl. De sus investigaciones evidenciaron que la corrosión predomina sobre la erosión, debido a que las partículas por ser tan finas (6.6 µm), no alcanzaban la energía de impacto capaz de remover los óxidos superficiales.

En 2010, Suthan Rajahram [2] desarrolló un estudio para establecer un mejor entendimiento de los parámetros que afectan la erosión-corrosión, mediante pruebas gravimétricas y electroquímicas. Determinó que el incremento en la velocidad tiende a una mayor remoción de material, debido al aumento de la frecuencia de impacto. Sin embargo, para altos tamaños de partículas o elevadas concentraciones, se aumenta la posibilidad de impacto entre las partículas que rebotan de la superficie y las incidentes, generando un efecto de apantallamiento sobre la superficie del electrodo de trabajo.

### **2.2.3 Influencia del pH**

El cambio de pH tiene gran influencia en el comportamiento corrosivo de los metales, ya que de este depende la estabilidad de las películas protectoras [28]. De modo que para fluidos multifásicos que contengan CO<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>O, el incremento

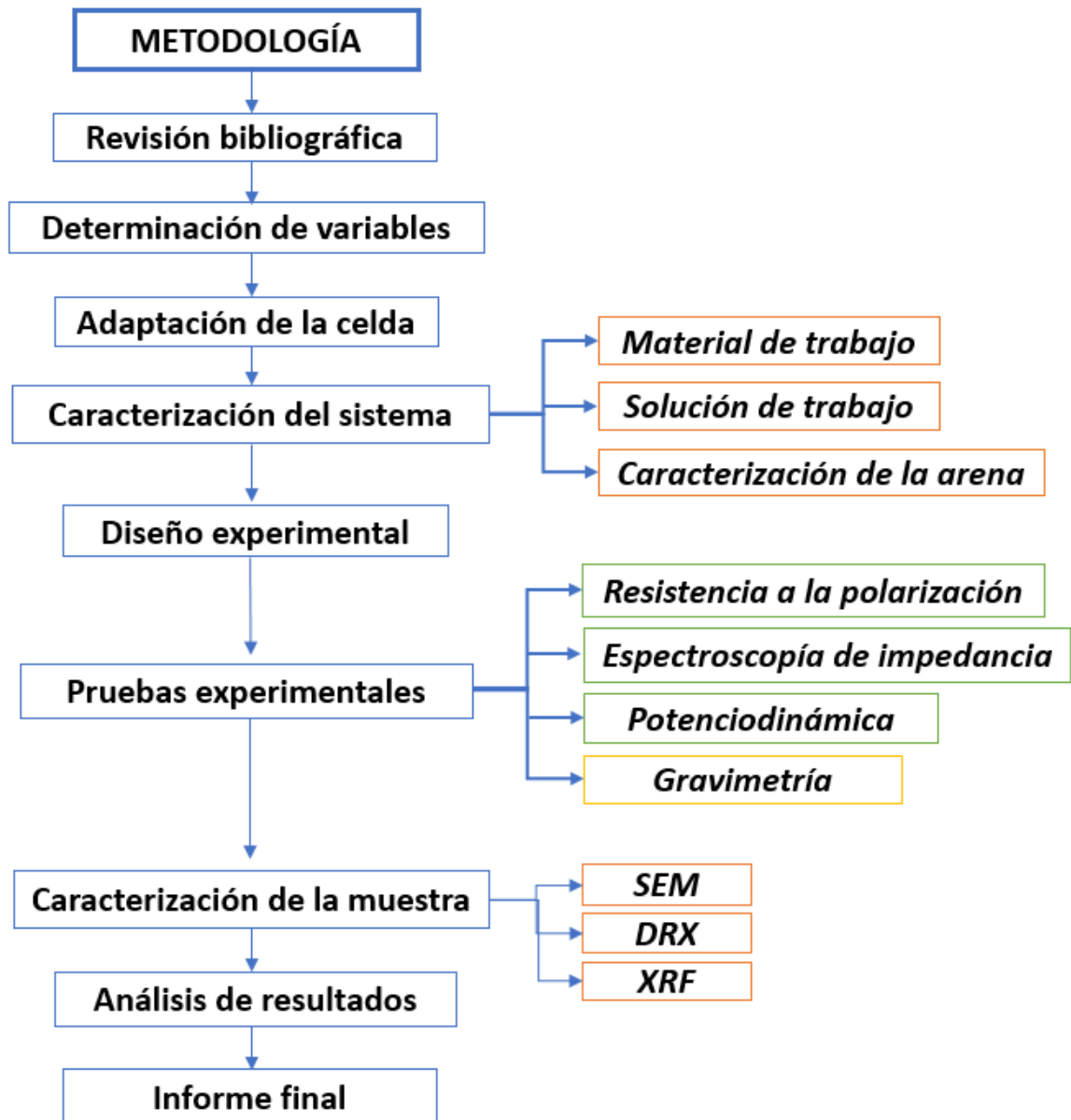
del pH disminuye la solubilidad del  $\text{FeCO}_3$ , dando altas probabilidades de formación de una película protectora [14]. De tal forma, cuando el valor de pH decrece, se acelera la reacción de reducción catódica, por la alta concentración de iones  $\text{H}^+$  [28], en tal sentido, la presencia de iones de hidrogeno ataca y destruye la superficie del acero e incrementa la pérdida de masa [21].

PV Scheers estudió el efecto simultáneo de la velocidad de flujo y el pH en la velocidad de corrosión de un acero al carbono en agua de mar sintética. Trabajo del cual concluyó que a pH 10, se forma una capa adherente de carácter protector, la cual reduce la velocidad de corrosión creando una barrera a la difusión; mientras a pH 3, hay ruptura de la película a causa de la evolución de hidrógeno la cual expone la superficie del metal al electrolito [29].

### 3. METODOLOGÍA

La metodología empleada para el desarrollo del proyecto de investigación consta de las siguientes etapas:

**Figura 1.** Diagrama de las etapas del proyecto de investigación.



Fuente: Los autores.

### 3.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

En esta primera etapa del proceso, se realizó una revisión al estado del arte proveniente de diferentes fuentes como libros, revistas nacionales e internacionales y normas técnicas, utilizando para ello las bases de datos de la biblioteca de la Universidad Industrial de Santander.

### 3.2 DETERMINACIÓN DE VARIABLES

Con la información recolectada en la revisión del estado del arte se determinaron las variables y los rangos de trabajo de cada una de estas, así:

**Tabla 1.** Variables a ensayar en el desarrollo del proyecto.

% p/v NaCl	Velocidad de Rotación (rpm)	PH solución	%p/v Arena	Tamaño de partículas ( $\mu\text{m}$ )
3%	1800 rpm	3	10%	53 (malla 270)
	2300 rpm	5		74 (malla 200)
	2800 rpm	7		105 (malla 140)

**Fuente:** Los autores.

En vista que los lodos de perforación de yacimientos son de carácter básico [30], se evaluó la influencia del pH ácido y neutro en la velocidad de erosión- corrosión del acero AISI 4330 (comúnmente empleado para la perforación de pozos). Puesto que, el presente trabajo es subsiguiente al desarrollado por Elles [20], para el mismo acero, se estudió la influencia del tamaño de partícula en la velocidad de deterioro por erosión- corrosión del electrodo de acero.

Los rangos establecidos para la velocidad de rotación (que garantizan la formación del régimen de flujo turbulento) y el tamaño de partícula se encuentran dentro del rango establecido por Machuca [14].

La concentración de partículas en el medio se mantuvo en un valor de constante de 10%, de tal forma que se garantice el impacto continuo de partículas sobre la superficie del acero, evitando el efecto de apantallamiento sobre este [2].

### **3.3 ADAPTACIÓN DE LA CELDA PARA LAS PRUEBAS**

La celda consta de 3 partes principales: el cuerpo, los baffles y el eje. El cuerpo está fabricado en vidrio con una capacidad aproximada de 1 litro, el cual contiene un acople en la sección media donde se articula el capilar de Luggin, dentro del cual se sumerge el electrodo de referencia, para este caso, un electrodo de plata – cloruro de plata. La sección superior del cuerpo contiene 3 orificios de los cuales uno fue usado para introducir el contraelectrodo cilíndrico de acero inoxidable AISI SAE 316 (ver Fig. A-1, Anexo A), otro para articular un baffle, y el restante, ubicado en el centro para el eje. Los baffles tienen como función garantizar un flujo turbulento y minimizar el efecto de vórtice producido por el giro del electrodo de trabajo en el eje.

Por su parte, el eje está fabricado en acero inoxidable y recubierto con teflón, en el cual se acopla el electrodo de trabajo, terminado por una hélice cuyo propósito es evitar la sedimentación de las partículas de arena durante el ensayo (ver Fig. A-2, Anexo A).

La celda se ensambló y montó en el sistema de electrodo de cilindro rotatorio, el cual es un equipo de ensayos dinámicos con velocidad de rotación variable, como se observa en la Fig. A- 3, Anexo A.

### 3.4 CARACTERIZACIÓN DEL SISTEMA

#### 3.4.1 Material de trabajo

El material utilizado para el desarrollo de esta investigación fue el Acero AISI 4330, el cual fue maquinado para obtener probetas cilíndricas como se muestra en la Fig. A-2, Anexo A. Las dimensiones, densidad y peso equivalente del electrodo de trabajo se presentan en la Tabla 2.

**Tabla 2.** Dimensiones, densidad y peso equivalente del electrodo de acero AISI 4330.

<b>Diámetro externo</b>	<b>12 mm</b>
<b>Diámetro interno</b>	<b>6 mm</b>
<b>Altura</b>	<b>8 mm</b>
<b>Área superficial</b>	<b>3 cm<sup>2</sup></b>
<b>Densidad</b>	<b>7.7503 g/cm<sup>3</sup></b>
<b>Peso equivalente según norma ASTM G102-89</b>	<b>26.682</b>

**Fuente:** Los autores.

Para la realización de los ensayos las probetas fueron limpiadas con agua y detergente, luego desengrasadas con etanol en un baño ultrasónico, por último, secadas e incorporarlas al montaje.

Previo a este proceso, se revisó la composición del acero, cuya caracterización fue suministrada por Material Xpert Ltda, conforme a la Tabla 3.

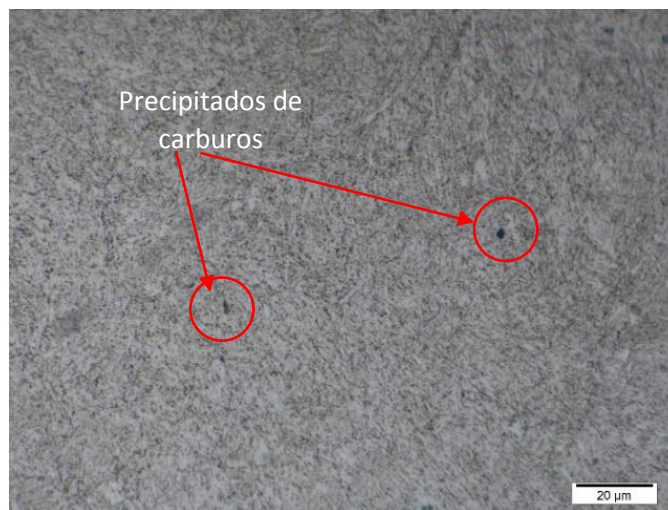
**Tabla 3.** Composición del acero AISI 4330.

Elemento	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	Cu	Sn	Al	V
%	0.31	0.88	0.011	0.003	0.31	1.74	0.88	0.41	0.26	0.01	0.03	0.061

**Fuente:** Material Xpert Ltda.

La preparación superficial de la probeta se llevó a cabo siguiendo los parámetros establecidos por la norma ASTM E3-11, realizando ataque con Nital al 2% para revelar su microestructura (ver Fig. 2). La microestructura es típica de una martensita revenida, con pequeños precipitados finamente dispersos de carburos; estos carburos obedecen a la precipitación propia del tratamiento térmico de revenido que se realiza posterior al temple.

**Figura 2.** Microestructura del acero AISI 4330, magnificación 1000 X.



**Fuente:** Los autores.

### 3.4.2 Solución de trabajo

La solución de trabajo se compuso de agua desionizada, 3% p/v de NaCl, con 10% p/v de SiO<sub>2</sub>; además, el pH de trabajo se varió con NaOH y HCl, según corresponde.

### 3.5 DISEÑO EXPERIMENTAL ESTADÍSTICO

Para evaluar la influencia de cada variable y la interacción entre estas, se elaboró un diseño experimental que permitió, con un número mínimo de ensayos, obtener la información requerida para llevar a cabo el estudio. El modelo estadístico establecido fue de 2<sup>3</sup> el cual genera 8 experimentos, y para garantizar la veracidad de los resultados obtenidos cada ensayo fue realizado dos veces. Adicionalmente, se realizaron cuatro ensayos con solución sin partículas como pruebas preliminares, y una prueba con valores intermedios de cada de una de las variables ensayadas. (Ver Tabla 4).

**Tabla 4.** Matriz para las pruebas experimentales

Velocidad de rotación (rpm)	pH	Tamaño de Partículas (µm)	Pruebas a realizar
2000	3	105 (malla 270)	RP EIS Potenciodinámica Gravimetría SEM DRX
		53 (malla 140)	
	7	105 (malla 270)	
		53 (malla 140)	
3000	3	105 (malla 140)	
		53 (malla 270)	
	7	105 (malla 140)	
		53 (malla 270)	
2500	5	74 (malla 200)	

**Fuente:** Los autores.

### 3.6 PRUEBAS EXPERIMENTALES

Para la realización de los ensayos experimentales se utilizó el Electrodo de Cilindro Rotatorio (ECR) junto con la celda modificada de erosión – corrosión, conectada a un potenciostato/galvanostato GAMRY 750. El desarrollo de las pruebas experimentales se dividió en dos etapas, una electroquímica y otra gravimétrica:

1) Etapa electroquímica: Esta etapa se inicia con la prueba de Potencial a Circuito Abierto (OCP) durante 30 minutos, tiempo en el cual el sistema se estabiliza. Luego se procede a realizar la técnica de Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (norma ASTM G106-89), cuya duración es de 35 minutos. Realizado lo anterior, se requiere estabilizar nuevamente el sistema con Potencial a Circuito Abierto (OCP) durante 15 minutos. Transcurridos estos 80 minutos se aplicó la Resistencia a la Polarización Lineal (norma ASTM G59-97), durante 7 minutos, para determinar la velocidad de corrosión en ese instante, es decir transcurridos 87 minutos. Finalmente, se procedió a realizar la Curva de Polarización Potenciodinámica (norma ASTM G5-94).

Completada la etapa electroquímica, se procede a caracterizar la superficie del material mediante microscopía electrónica de barrido, y caracterizar las fases cristalinas presentes en la arena por medio de fluorescencia y difracción de rayos X.

2) Etapa gravimétrica: Se realizaron los ensayos gravimétricos para calcular la velocidad de corrosión a partir de la pérdida de peso del material. Para ello los ensayos se realizaron en un lapso estimado de 87 minutos, puesto que fue el tiempo en el cual se determinó la velocidad de corrosión instantánea a partir de la técnica de Resistencia a la Polarización Lineal para la etapa electroquímica. Esto con la finalidad de contrastar las velocidades de corrosión por ambos métodos.

### **3.7 ANÁLISIS DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES**

Obtenidos los resultados de las pruebas experimentales, se analizaron los efectos producidos por la interacción de las variables ensayadas sobre el acero AISI SAE 4330, y se calcularon las velocidades de corrosión para la etapa electroquímica y gravimétrica (ver Anexo B y C, respectivamente).

### **3.8 INFORME FINAL**

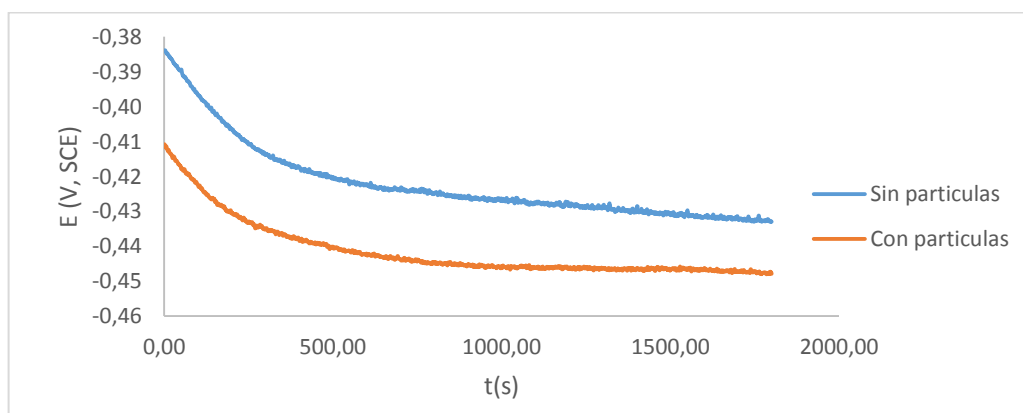
En esta etapa del proyecto se presentó un informe por escrito que contiene la información pertinente del estudio llevado a cabo.

## 4 RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

### 4.1 INFLUENCIA DE LA ADICIÓN DE PARTÍCULAS EN EL POTENCIAL DE CORROSIÓN DEL ACERO AISI 4330.

Tras la adición de las partículas de sílice en la solución, el potencial de corrosión del electrodo cae inmediatamente, tal como se muestra en la Fig. 3. Generalmente, el valor del potencial de corrosión es un indicador de la actividad electroquímica y estado superficial del electrodo en la solución. En este sentido, el salto positivo de potencial de corrosión en el sistema sin partículas es debido a la difusión de oxígeno acelerada hacia la superficie del electrodo en rotación, generando un aumento en la oxidación del acero. Por ende, cuando la capa de óxido se desestabiliza por el impacto de las partículas, se observa un decrecimiento en el potencial y el material queda de nuevo expuesto a procesos de corrosión.

**Figura 3.** Potencial de corrosión en función del tiempo, para un electrodo de acero AISI 4330, a 1800 rpm en una solución sin y con 10 % Wt de partículas de Sílice (105  $\mu\text{m}$ ) a pH 7.



**Fuente:** Los autores.

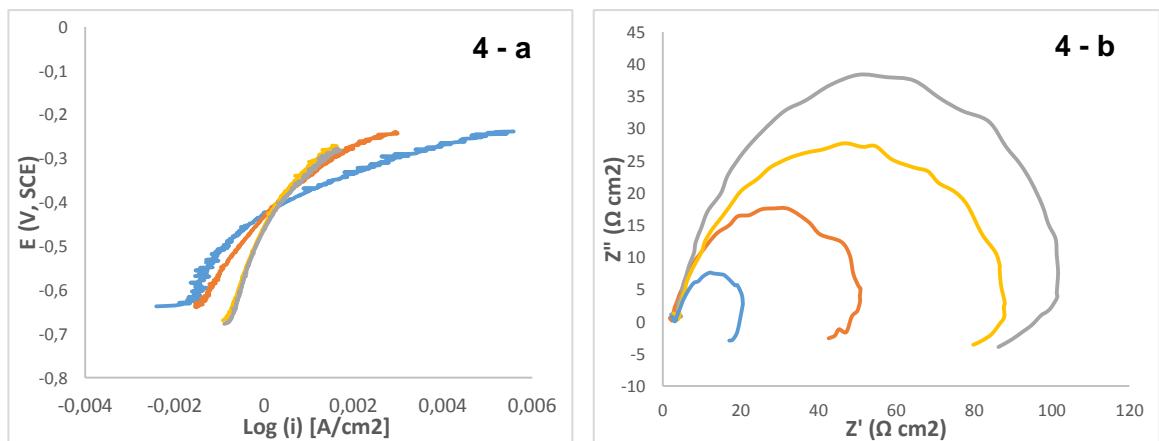
Se evidencia un comportamiento similar al estudiar la influencia de las partículas en el medio a una velocidad de rotación de 2800 rpm (ver Fig. D-1, Anexo D).

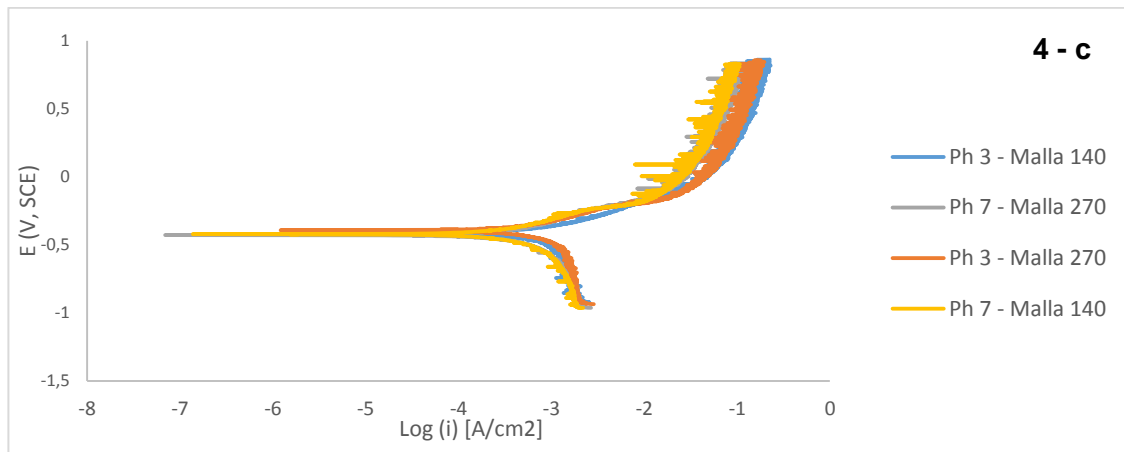
## 4.2 INFLUENCIA DE LA VELOCIDAD DE FLUJO, PH Y TAMAÑO DE PARTÍCULAS DE SÍLICE EN EL DETERIORO POR EROSIÓN- CORROSIÓN DEL ACERO AISI 4330.

### 4.2.1 Influencia del pH y el tamaño de partícula a una velocidad constante

En la Fig. 4 se muestran las curvas correspondientes a: resistencia a la polarización lineal (a), diagramas de Nyquist (b) y curvas de polarización potenciodinámicas (c), obtenidas a 2800 rpm variando el pH y el tamaño de partícula, las cuales se analizaran a continuación. (Se observa un comportamiento similar al evaluar la influencia del pH y el tamaño de partícula a una velocidad de rotación constante de 1800 rpm, tal como se presenta en la Fig. D-2, Anexo D).

**Figura 4.** Curvas obtenidas a 2800 rpm, variando el pH y tamaño de partículas





**Fuente:** Los autores

La Fig. 4-a) evidencia las curvas de resistencias a la polarización, mediante las cuales se observa que al disminuir el pH y aumentar el tamaño de partícula, el valor de la resistencia a la polarización determinada a partir de la recta tangente a la curva en  $i = 0$ , disminuye considerablemente, generando un aumento en la velocidad de corrosión (ver Tabla E-1, Anexo E). Este comportamiento es de esperarse teniendo en cuenta que a pH ácido crece la solubilidad de los productos de corrosión, dejando el sustrato metálico en contacto con el electrolito, y conjuntamente, se aumenta la concentración de iones de hidrógeno que tienden a destruir las capas de óxido.

Por su parte, en la Fig. 4-b), se observan dos características en común para los diagramas de Nyquist: i) la formación de semicírculos capacitivos en el rango de altas frecuencias, y ii) la formación de lazos inductivos en el rango de bajas frecuencias. Con la disminución del pH y el aumento del tamaño de partícula, el diámetro de los semicírculos decrece notoriamente, ocasionando una disminución en la resistencia a la transferencia de carga, y de esta forma, repercutiendo en un aumento de la velocidad de corrosión. Derivado de lo anterior, la variación de un nivel de pH 7 a pH 3, es más significativa en la disminución del diámetro del

semicírculo capacitivo, es decir, en el valor de la resistencia a la transferencia de carga, que cuando se varía el tamaño de partícula.

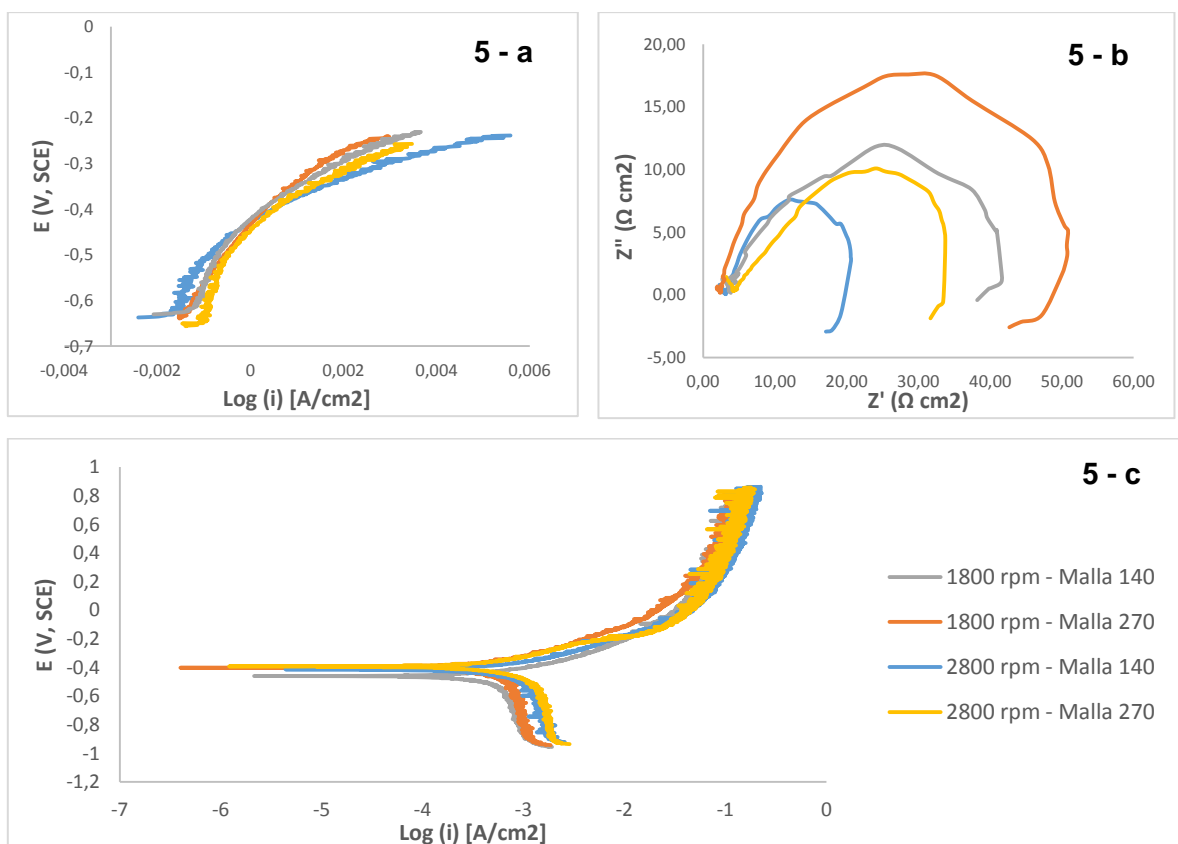
Por su parte, la presencia de lazos inductivos en el rango de bajas frecuencias se atribuye al aumento de la rugosidad superficial del material originada por el impacto sucesivo de partículas. Aunque la adsorción superficial podría también generar lazos inductivos, es evidente que ninguna adsorción típica ocurra en el sistema dado [6,19].

Ahora bien, en la Fig. 4-c) se aprecian las curvas de polarización potenciodinámicas, mediante las cuales se concluye que al disminuir el pH y aumentar el tamaño de partícula, las curvas tienden a desplazarse hacia la derecha, generando un crecimiento en la densidad de corriente anódica y catódica, por tanto un aumento en la densidad de corriente de corrosión y de esta manera, repercutiendo en una mayor velocidad de corrosión del sistema (ver Tabla E-1, Anexo E). Otra conclusión derivada de la presente figura, es el mecanismo de disolución activa que presentan las curvas de polarización anódicas, indicando un comportamiento disolución constante del metal y rompimiento de los óxidos formados sobre la superficie de este, esto último se debe a la presencia de cloruros y las condiciones de flujo de turbulento que destruyen e inhiben la formación de productos de corrosión sobre la superficie del acero. Finalmente, a pesar de que la corriente catódica se acerca a la corriente límite de difusión, no se puede establecer que el proceso de corrosión del electrodo es controlado por difusión pura, debido a que los diagramas de Nyquist no mostraron un comportamiento Warburg en el rango de bajas frecuencias, por tanto, se deduce que hay un control mixto en el proceso de corrosión del acero [26].

#### 4.2.2 Influencia de la velocidad de flujo y el tamaño de partícula a pH constante

En la Fig. 5 se presentan las curvas correspondientes a: resistencia a la polarización lineal (a), diagramas de Nyquist (b) y curvas de polarización potenciodinámicas (c), obtenidas a pH 3 variando la velocidad de rotación y el tamaño de partícula. Se muestra un comportamiento análogo al variar la velocidad de rotación del fluido y el tamaño de partícula a condiciones de pH neutro (ver Fig D-3, Anexo D).

**Figura 5.** Curvas obtenidas a pH 3, variando la velocidad de rotación y tamaño de partículas



Fuente: Los autores.

De la Fig. 5-a) es posible inferir que al aumentar la velocidad de rotación y el tamaño de partícula, la resistencia a la polarización disminuye considerablemente, acrecentando la velocidad de corrosión (ver Tabla E-1, Anexo E).

En los diagramas de Nyquist de la Fig. 5-b), se aprecia cómo las curvas a velocidad de rotación de 2800 rpm generan los valores más pequeños de resistencia a la transferencia de carga, es decir, las mayores velocidades de corrosión. Estas velocidades altas del fluido le confieren a las partículas la energía cinética crítica necesaria, para llevar a cabo la deformación, destrucción y desestabilización de los productos de corrosión. De igual forma, el aumento del tamaño de las partículas, también genera un incremento en la energía cinética de impacto, debido a que estas tienen una mayor masa.

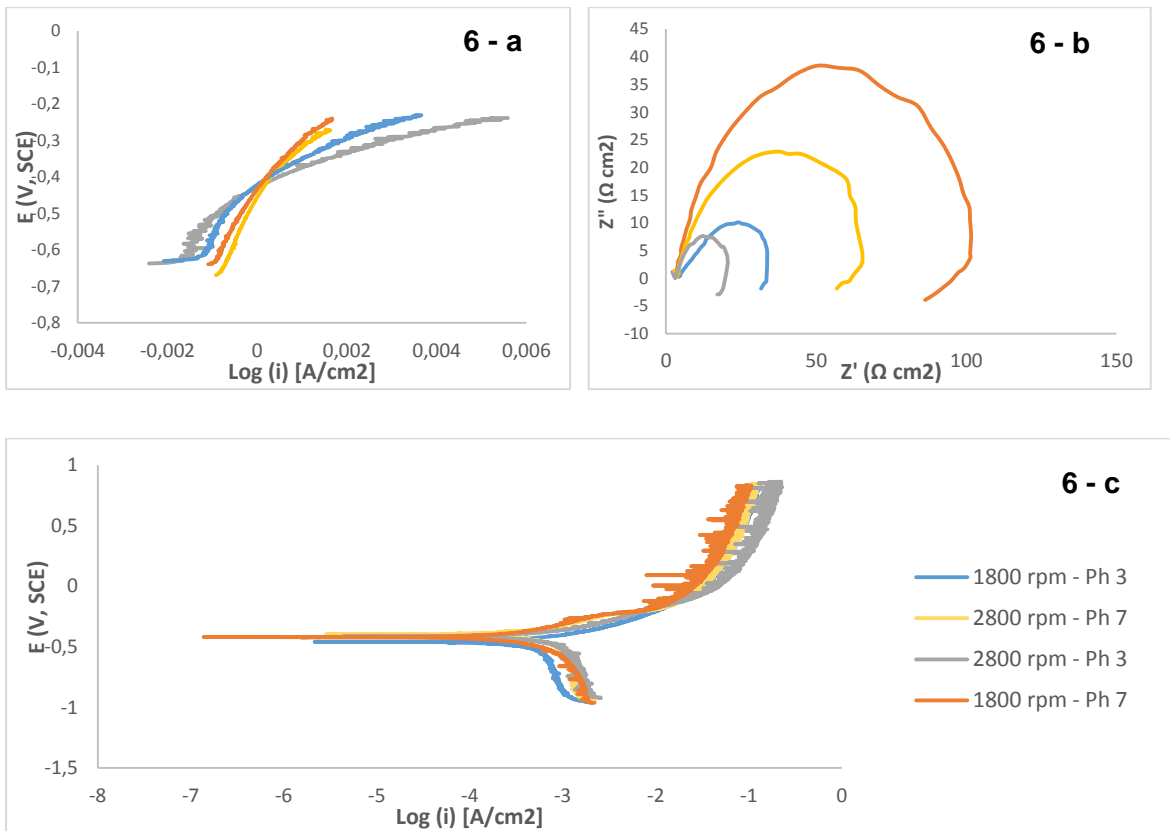
En todo caso, si bien es cierto, que el aumento del tamaño de partícula genera también una disminución en la resistencia a la transferencia de carga, esta no es tan significativa como si se aumentara la velocidad del fluido.

Las curvas de polarización potenciodinámicas presentadas en la Fig. 5-c), para este caso, indican que al aumentar la velocidad de rotación y el tamaño de partícula, las curvas tienden a desplazarse hacia la derecha, generando un aumento en la densidad de corriente anódica y catódica, y por consiguiente, un aumento en la velocidad de corrosión (ver tabla E-1, Anexo E). Bajo los mismos criterios establecidos en el sistema anterior se infiere que el mecanismo de disolución activa domina el comportamiento anódico, y que el sistema está controlado por la transferencia de masa y activación, es decir un control mixto. Con el incremento de la velocidad del fluido, aunque la reacción de reducción del oxígeno se acelera (incrementa la densidad de corriente catódica), la severidad del daño por el impacto mecánico de las partículas sobre la superficie del material se aumenta significativamente. Resultando en un estado de electrodo más activo, y de esta forma, presentando un incremento en la densidad de corriente anódica.

### 4.2.3 Influencia de la velocidad de flujo y pH a tamaño de partícula constante.

En la Fig. 6 se muestran las curvas correspondientes a: resistencia a la polarización lineal (a), diagramas de Nyquist (b) y curvas de polarización potenciodinámicas (c), obtenidas con tamaño de partícula correspondiente a la malla 140 variando el pH y la velocidad de rotación. La influencia de la velocidad de rotación y pH se asemeja a los resultados obtenidos a tamaño de partícula correspondiente a la malla 270 (ver Fig. D-4, Anexo D).

**Figura 6.** Curvas obtenidas a tamaño de partícula malla 140, variando la velocidad de rotación y el pH.



**Fuente:** Los autores

Las curvas de resistencias a la polarización correspondientes a la Fig. 6-a), revelan que a pH 3, en los dos niveles de velocidad de rotación estudiados,

producen una disminución considerable en la resistencia a la polarización (ver Tabla E-1, Anexo E), comportamiento que se reafirma con el estudio de los diagramas de Nyquist de la Fig. 6-b), por lo cual se reitera la influencia del pH, como la variable de mayor impacto en comparación con la velocidad de rotación.

Ahora bien, las curvas de polarización potenciodinámicas tienden a generar un aumento en las densidades de corrientes anódicas y catódicas cuando se disminuye el pH y se aumentan las velocidades de rotación del fluido, conforme se expresa en la Fig. 6-c. Bajo los mismos criterios establecidos anteriormente, se infiere que el mecanismo de disolución activa domina el comportamiento anódico, y que el sistema está bajo control mixto. Esto se denomina corrosión mejorada o asistida por la erosión continua de las capas de óxido formadas.

### 4.3 CIRCUITO EQUIVALENTE

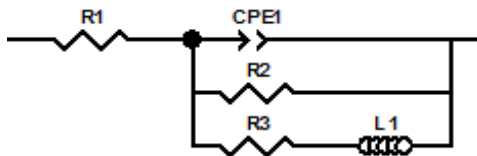
En la Fig. 7 se muestra el circuito equivalente que se ajusta a los resultados obtenidos con la técnica de espectroscopía de impedancia. Para simular el efecto de dispersión por el semicírculo capacitivo presente en el rango de altas frecuencias, un elemento de fase constante (CPE) es usado en el circuito para reemplazar la capacitancia de la doble capa ideal. Este elemento de fase constante se asocia a la componente imaginaria del diagrama de Nyquist, y este efecto capacitivo se produce en la superficie debido al almacenamiento de carga. Matemáticamente, una impedancia de CPE ( $Z_{CPE}$ ) está dada por:

$$Z_{CPE} = \frac{(j\omega)^{-n}}{Y_0} \quad (4)$$

Donde  $W$  es la frecuencia angular,  $Y_0$  y  $n$  son constantes. Generalmente,  $0 < n < 1$ , se ha establecido que cuando  $n=1$ , se considera un capacitor ideal y no ideal (superficie rugosa o porosa) cuando  $n$  está en el rango de  $0.5 < n < 1$ .

El componente  $R_2$  del circuito se asocia al valor de la resistencia a la transferencia de carga en la interfase óxido - electrolito. El  $R_3$  se considera la resistencia del inductor y el componente inductivo  $L$  se genera a partir de la rugosidad superficial del electrodo causada por el impacto continuo de partículas. Se sabe que con la disminución del pH e incremento de la velocidad, la inductancia y la impedancia inductiva decrecen indicando un incremento de la actividad superficial del electrodo a causa del impacto de las partículas. La simulación del circuito equivalente y los valores de los componentes que lo constituyen se presentan en el Anexo F.

**Figura 7.** Circuito equivalente.



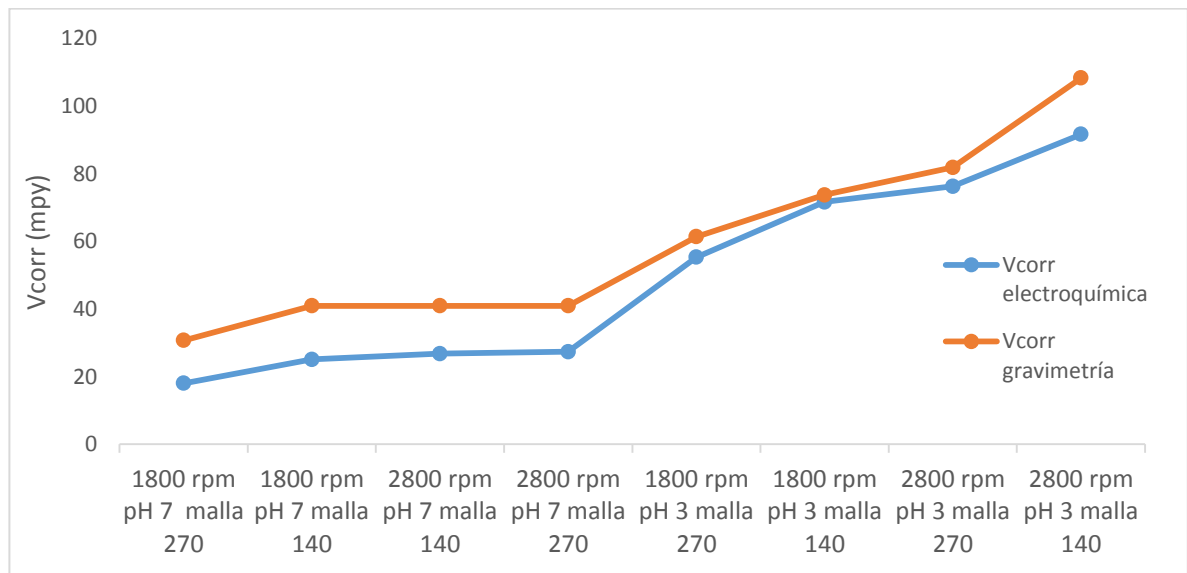
**Fuente:** Los autores.

#### 4.4 ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO

Con los resultados obtenidos de velocidad de corrosión por pérdidas de masa después de 87 minutos de ensayo a las diferentes condiciones del sistema (ver Tabla C-2, Anexo C), se observó que al disminuir el pH se aumenta significativamente la velocidad de corrosión, aunque la velocidad de rotación y el tamaño de partícula superior también contribuyen a velocidades más altas de corrosión. Este comportamiento es análogo al obtenido por medio de las técnicas

electroquímicas como se muestra en la Fig. 8, sin embargo, la velocidad de corrosión por gravimetría es en promedio 23.1% mayor a la velocidad de corrosión calculada mediante resistencia a la polarización. Esta diferencia se debe a la alta variedad del método en un sistema corrosión - erosión, ya que a pesar de que tiene una medida directa de la corrosión, contrario a electroquímica, la seguridad y reproducibilidad son relativamente bajas; por ello se calculó la desviación estándar y se obtuvo que las velocidades de corrosión oscilan en el rango de  $60,12 \pm 22,5$  mpy. El cálculo de la desviación estándar y el porcentaje de diferencia con respecto a la velocidad de corrosión determinada por la resistencia a la polarización se presentan en el Anexo G.

**Figura 8.** Velocidades de corrosión a partir de método gravimétrico y electroquímica.



**Fuente:** Los autores.

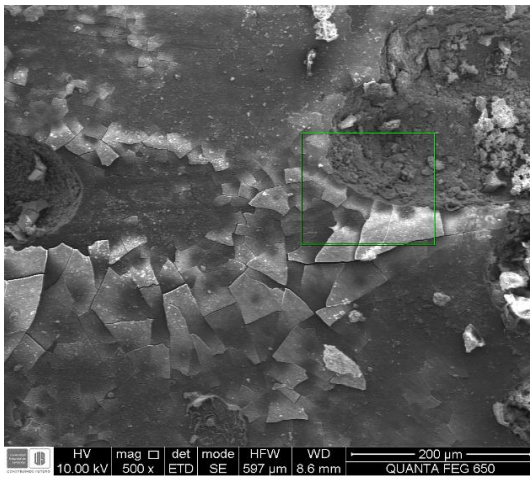
## 4.5 ANÁLISIS SUPERFICIAL

La adición de partículas al sistema de estudio, permite la formación de cráteres sobre la superficie del acero, en ambas condiciones de velocidad de rotación y pH, tal como se indica en las Fig. 9 y 10.

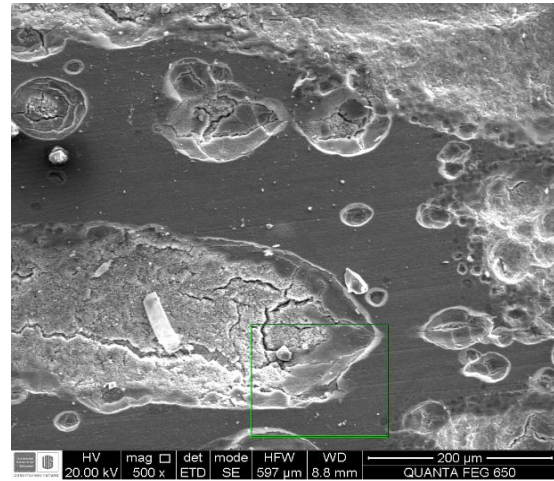
En la micrografía de la Fig. 9, para el sistema a pH 7, se observa la formación de una capa de óxido de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (ver Tabla H-1, Anexo H), la cual previene reacciones electroquímicas en la superficie, y por ende, disminuye la velocidad de corrosión. Por otra parte, con respecto a la Fig. 10, bajo condiciones de pH 3, a pesar de que no se evidencia la formación de ninguna capa de óxido, se encontró mediante un análisis de Fluorescencia de rayos X (XRF) aplicado a la sílice, que el producto de corrosión formado fue el  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (ver Anexo H). Este sistema, debido a la alta agresividad del medio, mantiene el material en una constante remoción de la capa de óxido en formación, lo que implica la exposición directa del sustrato metálico a la concentración de iones de hidrógeno y cloruros presentes en el electrolito, que influyen de manera significativa en la velocidad de corrosión.

Mediante un análisis de EDS, se mostró un aumento relevante de la cantidad de sílice en una de las zonas de mayor impacto, para el sistema 1800 rpm - pH 3- malla 270, debido a que las partículas de sílice por ser tan finas, tienden a incrustarse allí (ver anexo H).

**Figura 9.** Micrografía superficial del acero AISI 4330 mediante- SEM a condiciones de 2800 rpm – pH 7- malla 140. Magnificación 500 X.



**Figura 10.** Micrografía superficial del acero AISI 4330 mediante- SEM a condiciones de 1800 rpm – pH 3- malla 270. Magnificación 500 X.



**Fuente:** Universidad Industrial de Santander- Sede UIS – Guatiguará – Edificio de Investigaciones- Laboratorio de Microscopía.

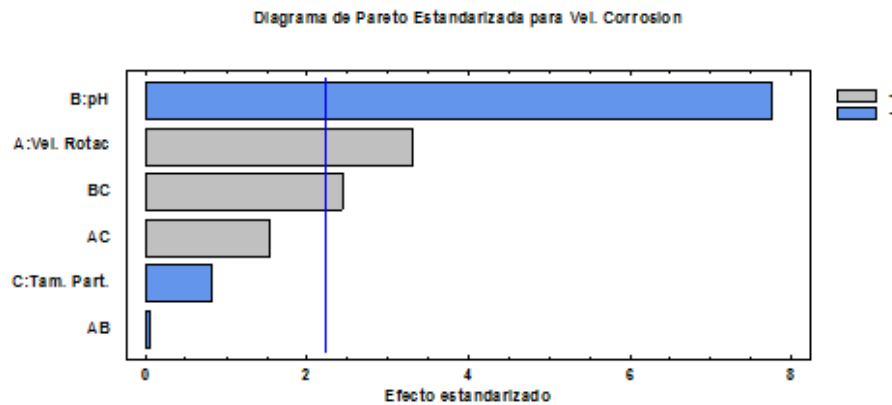
#### 4.6 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS DATOS EXPERIMENTALES

Después de recopilar los datos de las pruebas realizadas para los diferentes sistemas estudiados con base en el diseño experimental y con la ayuda del ANOVA (análisis de varianza), curvas de Pareto y gráfica de efectos principales, se realizó el análisis estadístico con el cual se estudiaron la interacción entre las variables y los efectos e influencia de cada una de estas en la velocidad de corrosión. Se obtuvo la correlación matemática que asocia la variable respuesta (velocidad de corrosión determinada a partir de la técnica de resistencia a la polarización lineal) como una función de los factores (variables independientes) y sus respectivas interacciones. El polinomio respuesta para el sistema evaluado se presenta en la ecuación 1- Anexo I.

## 4.7 ANÁLISIS DE PARETO

Con base en el diagrama de Pareto expuesto en la Fig. 11, se evidencia que la variable más influyente en el deterioro por erosión- corrosión del acero ASIS SAE 4330 corresponde al pH, seguido de la contribución de la velocidad de rotación, lo cual es acorde con los resultados anteriormente expuestos. Adicionalmente, debe indicarse que la acción conjunta del pH con el tamaño de partículas tiene un efecto significativo en la velocidad de corrosión.

**Figura 11.** Diagrama de Pareto y efectos principales.



**Fuente:** Los autores.

La influencia de cada variable independiente en función de la velocidad de corrosión, se presenta en el gráfico de efectos principales expuesto en la Fig. I-1, anexo I.

Del análisis de varianza presente en la Tabla I -1, Anexo I, se obtiene que el factor que contribuye con la máxima varianza es el pH, resultado acorde al análisis de las curvas electroquímicas.

## 5 CONCLUSIONES

Las velocidades de corrosión determinadas bajo las condiciones establecidas en el presente trabajo, mediante la técnica de resistencia a la polarización lineal y método gravimétrico, superan el valor de velocidad crítica permitida (10 mpy) para el uso de aceros al carbono en los sistemas de producción de petróleo [31].

A partir del diagrama de Pareto, se evidencia que la variable con la mayor contribución en el deterioro por erosión- corrosión del acero AISI 4330 se asocia al valor de pH, seguido de la velocidad de rotación. Del mismo modo, se establece que la acción conjunta del pH y el tamaño de partícula, genera un impacto menor en la velocidad por erosión- corrosión del acero evaluado, que la acción individual de las variables anteriores. Finalmente, el tamaño de las partículas, en los niveles evaluados, no produce un impacto significativo en la velocidad de erosión – corrosión del acero AISI 4330.

A partir de Difracción de Rayos X (DRX), se determinó la existencia de una capa de óxido ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) a condiciones de pH neutro, la cual previene reacciones electroquímicas en la superficie, por ende, disminuye la velocidad de corrosión. Por otra parte, bajo condiciones de pH 3 se determinó la existencia de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , mediante un análisis de Fluorescencia de Rayos X (XRF) aplicado a la sílice.

## 6 RECOMENDACIONES

Realizar los ensayos electroquímicos y gravimétricos con un tamaño de partícula mayor, en la medida que genere un mayor impacto en la velocidad de erosión-corrosión del sistema.

Construir un mapa del fenómeno estudiado, que permita identificar los regímenes de erosión corrosión para condiciones específicas.

Para determinar la velocidad de corrosión a partir de gravimetría se recomienda el uso de una balanza de mayor precisión, puesto que una variación del orden de  $10^{-4}$  en la medida de pérdida de peso del material, genera un aumento aproximado de 10 mpy en la velocidad de corrosión.

Realizar un estudio para determinar la influencia de la concentración de cloruros en el deterioro por erosión- corrosión del acero AISI 4330.

## REFERENCIAS

- [1] Madsen, B.W., 'Measurement of erosion corrosion synergism with a slurry wear test apparatus'. 1988. En: Wear 123, Issue 2, pp. 127-142.
- [2] S. Suthan Rajahram, 'Erosion-corrosion mechanisms of stainless steel UNS S31603'. University of Southampton, Faculty of Engineering, Science and Mathematics, School of Engineering Sciences. 2010. pp. 257.
- [3] S. Zhou, M. M. Stack and R. C. Newman, 'Characterization of synergistic effects between erosion and corrosion in an aqueous environment using electrochemical techniques'. En: Corrosion, NACE International, 52, No.12. 1996. pp. 934-946.
- [4] D. López, N.A. Falleiros, A.P. Tschiptschin, 'Sinergismo erosión- corrosión en un acero inoxidable martensítico AISI 410'. En: Dyna, Año 76, No. 159. 2009. pp. 53-60.
- [5] H.X. Guo, B.T. Lu, J.L. Luo, 'Interaccion of mechanical and electrochemical factor in erosion-corrosion of carbón Steel'. 2005. En: Electrochimica Acta 51, pp. 315 – 323.
- [6] L. Niu, Y.F. Cheng, 'Synergistic effects of fluid flow and sand particles on erosion-corrosion of aluminum in ethylene glycol-water solution'. 2008. En: Wear 265, pp. 367 – 374.
- [7] M. Matsumura, Y. Oka, H. Hiura and M. Yano, 'The role of passivating film in preventing slurry erosion-corrosion of austenitic stainless steel'. En: ISU International, 31. 1991. pp.168-176.

- [8] Y. Li, G. T. Burstein and I. M. Hutchings, 'The influence of corrosion on the erosion of aluminium by aqueous silica slurries'. 1995. En: *Wear*, 186-187, pp. 515-522.
- [9] F. Aiming, L. Jinming and T. Ziyun, 'An investigation of the corrosive wear of stainless steel in aqueous slurries'. 1996. En: *Wear*, 193 , pp. 73-77.
- [10] M. M. Stack, N. Pungwiwat 'Erosion- Corrosion mapping of Fe in aqueous slurries: some views on a new rationale for defining the erosion- corrosion interaction'. 2004. En: *Wear* 256, pp. 565- 576.
- [11] M. M. Stack, J. Chachon-Nava, F. H. Stott, 'Relationship between the effects of velocity an alloy corrosion resistance in erosion-corrosion environments at elevated temperatures'. 1995. En: *Wear* 180, pp. 91-99.
- [12] B.A. Lindsley, A.R. Marder, 'The effect of velocity on the solid particle erosion rate of alloys'. 1999. En: *Wear*, 225–229, pp. 510–516
- [13] Z.B. Zheng, Y.G. Zheng, X. Zhou, S.Y. He, W.H. Sun, J.Q. Wang, 'Determination of the critical flow velocities for erosion–corrosion of passive materials under impingement by NaCl solution containing sand'. 2014. En: *Corrosion Science*, 88, pp. 187–196.
- [14] J. Machuca, 'Evaluación del daño por erosión-corrosión de un acero AISI-SAE 1020 por medio de técnicas electroquímicas, en un medio multifásico salmuera-CO<sub>2</sub>-arena'. Trabajo de grado para optar al título de Magíster en Ingeniería – Área Ingeniería Metalúrgica, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2007, pp. 92.

- [15] Md. Aminul Islam n, Zoheir N. Farhat, 'Effect of impact angle and velocity on erosion of API X42 pipeline steel under high abrasive feed rate'. 2014. En: Wear 311, p.p. 180–190.
- [16] G. T. Burstein, K. Sasaki, 'Detecting electrochemical transients generated by erosion-corrosion'. 2001. En: Electrochimica Acta 46, pp. 3675-3683.
- [17] D. López, J.P. Congote, J.R. Cano, A. Toro, A.P. Tschiptschin, 'Effect of particle velocity and impact angle on the corrosion–erosion of AISI 304 and AISI 420 stainless steels'. 2005. En: Wear 259, pp. 118-124.
- [18] A. Zúñiga Liñan, 'Evaluación de la resistencia a la erosión de un acero AISI 1020 en un sistema multifásico agua – sílice – nitrógeno'. Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Metalúrgico, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2006, pp. 76.
- [19] G. A. Zhang, L.Y. Xu, Y. F. Cheng, 'Investigation of erosion-corrosion of 3003 aluminum alloy in ethyleneglicol-water solution by impingement jet system' 2009. En: Corrosion Science, 53, pp. 283-290.
- [20] V. Elles Macías, 'Determinación de la velocidad de corrosión por lodo de perforación en un acero AISI 4330, por medio de técnicas electroquímicas en electrodo de cilindro rotatorio'. Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Metalúrgico, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2011, pp. 71.
- [21] Y. Prawoto, K. Ibrahim, W. B. Wan, 'Effect of pH and chloride concentration on the corrosion of duplex stainless steel'. 2009. En: The Arabian Journal for Science and Engineering, Volume 34, No 2C.

- [22] G. R. Desale, B. K. Gandhi, S.C. Jain, 'Particle size effects on the slurry erosion of aluminium alloy' (AA 6063). 2009. En: Wear 266, pp. 1066-1071.
- [23] P. G. Shewmon, 'Particle size threshold in the erosion of metals'. 1981. En: Wear 68, pp. 253-258.
- [24] R. Desale, K. Gandhi, S.C. Jain, 'Particle size effects on the slurry erosion of aluminium alloy (AA 6063)'. 2009. En: Wear 266, pp. 1066–1071.
- [25] M.M. Stack, J.S. James and Q. Lu, 'Erosion-corrosion of chromium Steel in a rotating cylinder electrode system: some comments on particle size effects'. 2004. En: Wear 256, pp. 557-564.
- [26] H. Muñoz, L. González, 'Evaluación de la velocidad de corrosión-erosión en un acero API 5l grado 65 en un sistema salmuera-CO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>-aceite mineral, por medio de técnicas electroquímicas'. Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Metalúrgico, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2008, pp. 60.
- [27] Y.G. Zheng, H. Yu, S.L. Jiang, Z.M. Yao, 'Effect of the sea mud on erosion–corrosion behaviors of carbon steel and low alloy steel in 2.4% NaCl solution'. 2008. En: Wear 264, pp. 1051-1058.
- [28] R. Ambat, E. S. Dwarakadasa, 'Studies on the influence of chloride ion and pH on the electrochemical behavior of aluminium alloys 8090 and 2014'. 1993. En: Journal of Applied Electrochemistry 24, pp. 911-916.
- [29] P.V. Seheers. 'The effects of flow velocity and pH on the corrosion rate of mild steel in a synthetic minewater'. J. S. Afr. Inst. Min. Metall., vol. 92, n010. Oct. 1992. pp. 275-281.

[30] Manual de Fluidos de Perforación. Procedimiento Estandar para las Purebas de Fluidos de Perforación, Instituto Americano del Petróleo- API-, Dallas, TX, EEUU, 2001.

[31] NACE INTERNATIONAL 'Standard Recommended Practice, Preparation, Installation, Analysis, and Interpretation of Corrosion Coupons in Oilfield Operations', NACE Standard RP0775-2005, Item No. 21017

## BIBLIOGRAFÍA

A. Zúñiga Liñan, 'Evaluación de la resistencia a la erosión de un acero AISI 1020 en un sistema multifásico agua – sílice – nitrógeno'. Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Metalúrgico, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2006, pp. 76.

B.A. Lindsley, A.R. Marder, 'The effect of velocity on the solid particle erosion rate of alloys'. 1999. En: *Wear*, 225–229, pp. 510–516

D. López, J.P. Congote, J.R. Cano, A. Toro, A.P. Tschiptschin, 'Effect of particle velocity and impact angle on the corrosion–erosion of AISI 304 and AISI 420 stainless steels'. 2005. En: *Wear* 259, pp. 118-124.

D. López, N.A. Falleiros, A.P. Tschiptschin, 'Sinergismo erosión- corrosión en un acero inoxidable martensítico AISI 410'. En: *Dyna*, Año 76, No. 159. 2009. pp. 53-60.

F. Aiming, L. Jinming and T. Ziyun, 'An investigation of the corrosive wear of stainless steel in aqueous slurries'. 1996. En: *Wear*, 193 , pp. 73-77.

G. A. Zhang, L.Y. Xu, Y. F. Cheng, 'Investigation of erosion-corrosion of 3003 aluminum alloy in ethyleneglicol-water solution by impingement jet system' 2009. En: *Corrosion Science*, 53, pp. 283-290.

G. R. Desale, B. K. Gandhi, S.C. Jain, 'Particle size effects on the slurry erosion of aluminium alloy' (AA 6063). 2009. En: *Wear* 266, pp. 1066-1071.

G. T. Burstein, K. Sasaki, 'Detecting electrochemical transients generated by erosion-corrosion'. 2001. En: *Electrochimica Acta* 46, pp. 3675-3683.

H. Muñoz, L. González, 'Evaluación de la velocidad de corrosión-erosión en un acero API 5l grado 65 en un sistema salmuera-CO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>-aceite mineral, por medio de técnicas electroquímicas'. Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Metalúrgico, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2008, pp. 60.

H.X. Guo, B.T. Lu, J.L. Luo, 'Interaccion of mechanical and electrochemical factor in erosion-corrosion of carbón Steel'. 2005. En: *Electrochimica Acta* 51, pp. 315 – 323.

J. Machuca, 'Evaluación del daño por erosión-corrosión de un acero AISI-SAE 1020 por medio de técnicas electroquímicas, en un medio multifásico salmuera-CO<sub>2</sub>-arena'. Trabajo de grado para optar al título de Magíster en Ingeniería – Área Ingeniería Metalúrgica, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2007, pp. 92.

L. Niu, Y.F. Cheng, 'Synergistic effects of fluid flow and sand particles on erosion-corrosion of aluminum in ethylene glycol-water solution'. 2008. En: *Wear* 265, pp. 367 – 374.

M. M. Stack, J. Chachon-Nava, F. H. Stott, 'Relationship between the effects of velocity an alloy corrosion resistance in erosion-corrosion environments at elevated temperatures'. 1995. En: *Wear* 180, pp. 91-99.

M. M. Stack, N. Pungwiwat 'Erosion- Corrosion mapping of Fe in aqueous slurries: some views on a new rationale for defining the erosion- corrosion interaction'. 2004. En: *Wear* 256, pp. 565- 576.

M. Matsumura, Y. Oka, H. Hiura and M. Yano, 'The role of passivating film in preventing slurry erosion-corrosion of austenitic stainless steel'. En: ISU International, 31. 1991. pp.168-176.

M.M. Stack, J.S. James and Q. Lu, 'Erosion-corrosion of chromium Steel in a rotating cylinder electrode system: some comments on particle size effects'. 2004. En: Wear 256, pp. 557-564.

Madsen, B.W., 'Measurement of erosion corrosion synergism with a slurry wear test apparatus'. 1988. En: Wear 123, Issue 2, pp. 127-142.

Manual de Fluidos de Perforación. Procedimiento Estandar para las Purebas de Fluidos de Perforación, Instituto Americano del Petróleo- API-, Dallas, TX, EEUU, 2001.

Md. Aminul Islam n, Zoheir N. Farhat, 'Effect of impact angle and velocity on erosion of API X42 pipeline steel under high abrasive feed rate'. 2014. En: Wear 311, p.p. 180–190.

NACE INTERNATIONAL 'Standard Recommended Practice, Preparation, Installation, Analysis, and Interpretation of Corrosion Coupons in Oilfield Operations', NACE Standard RP0775-2005, Item No. 21017

P. G. Shewmon, 'Particle size threshold in the erosion of metals'. 1981. En: Wear 68, pp. 253-258.

P.V. Seheers. 'The effects of flow velocity and pH on the corrosion rate of mild steel in a synthetic minewater'. J. S. Afr. Inst. Min. Metall., vol. 92, n010. Oct. 1992. pp. 275-281.

R. Ambat, E. S. Dwarakadasa, 'Studies on the influence of chloride ion and pH on the electrochemical behavior of aluminium alloys 8090 and 2014'. 1993. En: Journal of Applied Electrochemistry 24, pp. 911-916.

R. Desale, K. Gandhi, S.C. Jain, 'Particle size effects on the slurry erosion of aluminium alloy (AA 6063)'. 2009. En: Wear 266, pp. 1066–1071.

S. Suthan Rajahram, 'Erosion-corrosion mechanisms of stainless steel UNS S31603'. University of Southampton, Faculty of Engineering, Science and Mathematics, School of Engineering Sciences. 2010. pp. 257.

S. Zhou, M. M. Stack and R. C. Newman, 'Characterization of synergistic effects between erosion and corrosion in an aqueous environment using electrochemical techniques'. En: Corrosion, NACE International, 52, No.12. 1996. pp. 934-946.

V. Elles Macías, 'Determinación de la velocidad de corrosión por lodo de perforación en un acero AISI 4330, por medio de técnicas electroquímicas en electrodo de cilindro rotatorio'. Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Metalúrgico, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2011, pp. 71.

Y. Li, G. T. Burstein and I. M. Hutchings, 'The influence of corrosion on the erosion of aluminium by aqueous silica slurries'. 1995. En: Wear, 186-187, pp. 515-522.

Y. Prawoto, K. Ibrahim, W. B. Wan, 'Effect of pH and chloride concentration on the corrosion of duplex stainless steel'. 2009. En: The Arabian Journal for Science and Engineering, Volume 34, No 2C.

Y.G. Zheng, H. Yu, S.L. Jiang, Z.M. Yao, 'Effect of the sea mud on erosion–corrosion behaviors of carbon steel and low alloy steel in 2.4% NaCl solution'. 2008. En: Wear 264, pp. 1051-1058.

Z.B. Zheng, Y.G. Zheng, X. Zhou, S.Y. He, W.H. Sun, J.Q. Wang, 'Determination of the critical flow velocities for erosion–corrosion of passive materials under impingement by NaCl solution containing sand'. 2014. En: Corrosion Science, 88, pp. 187–196.

## ANEXOS

### ANEXO A. Fotografías del montaje

**Figura A-1.** Contraelectrodo de acero inoxidable AISI 316



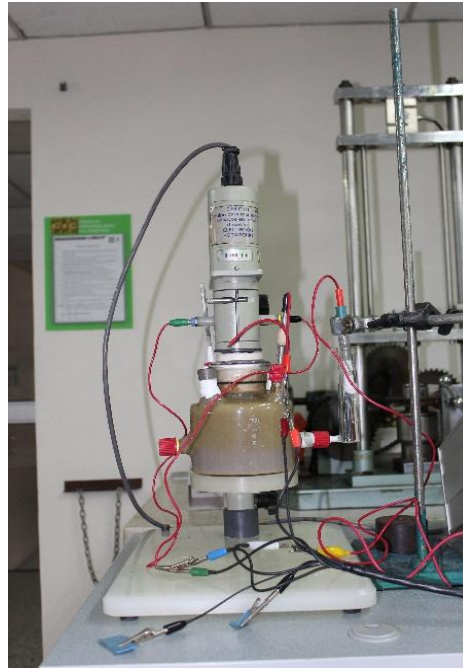
**Fuente:** Los autores.

**Figura A-2.** Eje y electrodo cilíndrico de acero AISI 4330.



**Fuente:** Los autores.

**Figura A-3.** Montaje experimental electrodo de cilindro rotatorio



**Fuente:** Los autores.

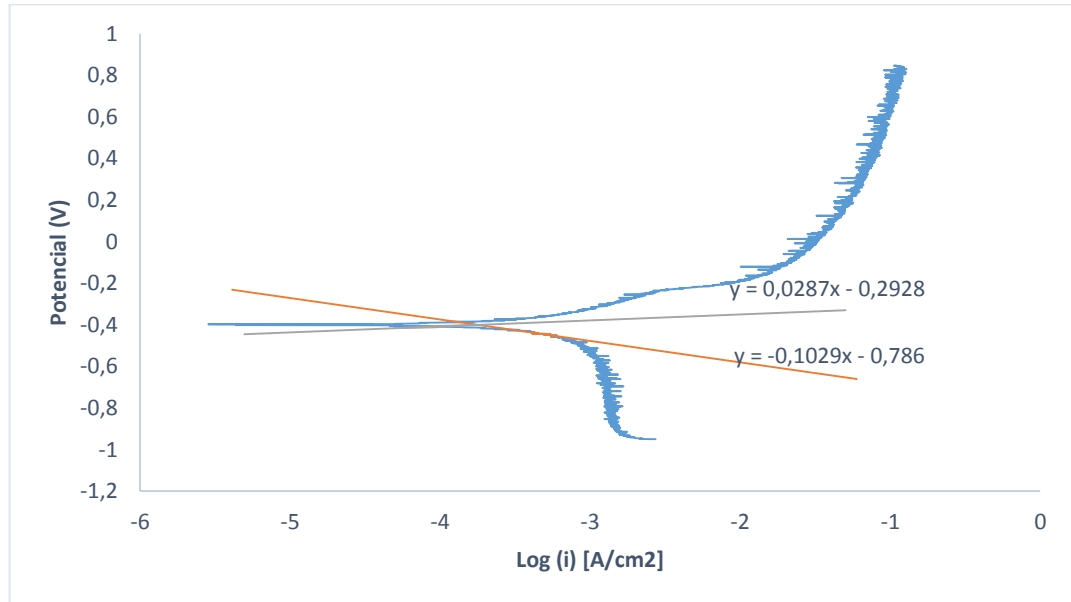
### **ANEXO B. Método de cálculo de la velocidad de corrosión a partir de la resistencia a la polarización lineal.**

Para determinar la velocidad de corrosión a partir de la resistencia a la polarización lineal se requiere calcular las pendientes anódicas y catódicas de la curva potenciodinámica.

- **Cálculo de las pendientes de Tafel a partir de curva potenciodinámica.**

Para determinar las pendientes catódicas y anódicas de los datos obtenidos en la curva potenciodinámica, se hace uso de la norma ASTM G102-89.

**Figura B -1.** Curva potenciodinámica del acero AISI SAE 4330 bajo condiciones de 1800 rpm – pH 7 – Malla 140.



**Fuente:** Los autores.

**Tabla B -1.** Potencial de corrosión a 1800 rpm – pH 7 – Malla 140

	Potencial (V)	Log (i)
<b>E<sub>corr</sub></b>	-0,3975	5,54495201

**Fuente:** Los autores.

En primer lugar se ubicó el potencial de corrosión por medio de la gráfica, luego para realizar el cálculo se tomó un valor de 50 mv arriba del potencial de corrosión, ubicándose en la zona de la curva catódica; en este nuevo potencial se tomaron 10 puntos continuos arriba y abajo, y se realizó una regresión lineal para dicho rango. De ésta modo se obtuvo la ecuación de la recta catódica.

$$E (V) = -0.1029 \log(I_c) - 0.786$$

Posteriormente, se tomaron 6 puntos aleatorios entre el potencial de corrosión y el potencial a 50 mv arriba, y con el uso de la ecuación de la recta se obtuvo valores de densidad de corriente catódica. Luego para calcular la densidad de corriente anódica se aplicó la siguiente ecuación:

$$I_a = I_c - I_{app}$$

**Tabla B - 2.** Datos obtenidos para calcular pendiente anódica en un sistema 1800 rpm – pH 7 – malla 140.

E (V)	Log (Ic)	Ic (A/cm2)	I <sub>app</sub> (A/cm2)	I <sub>a</sub> (A/cm2)	Log (I <sub>a</sub> )
-0,4154	3,601554908	0,000250291	0,000200733	4,9558E-05	4,30488986
-0,4124	3,630709427	0,00023404	0,0001435	9,054E-05	4,04315826
-0,4094	3,659863946	0,000218845	0,0001164	0,00010244	3,98951046
-0,4064	3,689018465	0,000204636	0,000116667	8,7969E-05	4,05566987
-0,4035	3,717201166	0,000191778	5,49333E-05	0,00013684	3,86377206
-0,4003	-3,74829932	0,000178526	0,00001847	0,00016006	3,79572893

**Fuente:** Los autores

Finalmente se grafican los datos obtenidos de densidad de corriente anódica y nuevamente se realiza una regresión lineal obteniéndose la ecuación de la recta anódica.

$$E (V) = 0.0287 \log(I_a) - 0.2928$$

**Tabla B - 3.** Valor de las pendientes catódica y anódica.

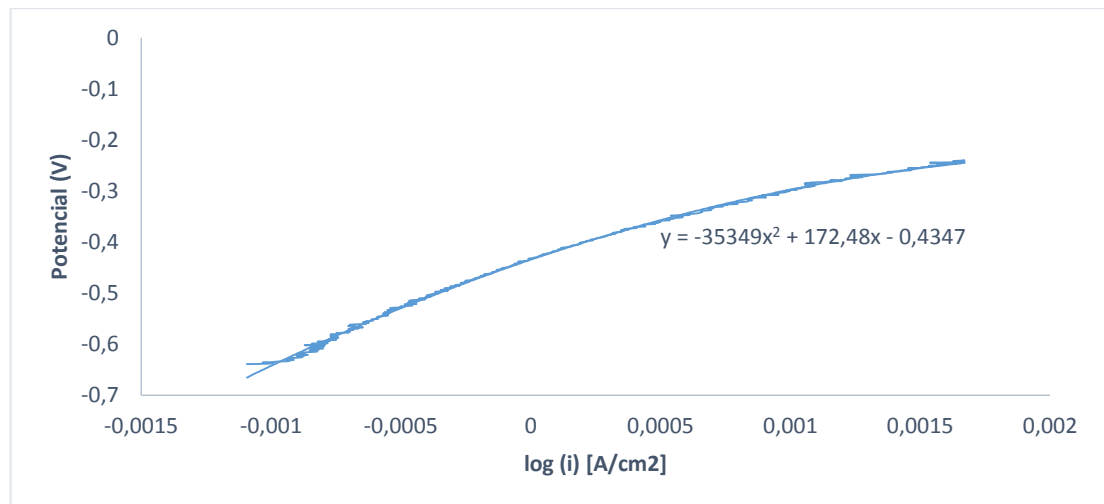
$b_c$	$b_a$
0,1029	0,0287

**Fuente:** Los autores.

- **Cálculo de la velocidad de corrosión a partir de la curva de resistencia a la polarización lineal.**

Para calcular la velocidad de corrosión se debe determinar el valor de la pendiente de la recta tangente a la curva en  $i = 0$ .

**Figura B - 2.** Curva resistencia a la polarización 1800 rpm – pH 7 – Malla 140.



**Fuente:** Los autores.

Inicialmente se ajusta un polinomio de segundo grado a la curva, dicho polinomio se deriva, luego se calcula el límite de esta derivada cuando  $x$  tiende a 0. Esto con el fin de encontrar la pendiente de la recta tangente en  $x = 0$ , lo que representa el valor de la resistencia a la polarización.

$$y = -35349x^2 + 172.48x - 0.4347$$

$$\frac{\partial y}{\partial x} = -70698x + 172.48$$

$$\lim_{x \rightarrow 0} \frac{\partial y}{\partial x} = 172.48$$

$$\underline{Rp = 172.48}$$

Para finalizar se calcula el valor de la densidad de corriente de corrosión a partir del valor resistencia a la polarización y las pendientes de las curvas anódicas y catódicas de la curva potenciodinámica, y por último la velocidad de corrosión a partir de la norma ASTM G102-89.

$$B = \frac{ba * bc}{2.3 (ba + bc)}$$

$$B = \frac{0.0287 * 0.1029}{2.3 (0.0287 + 0.1029)}$$

$$\underline{B = 0.0097569}$$

$$i_{corr} = \frac{B}{Rp}$$

$$i_{corr} = \frac{0.0097569}{172.48}$$

$$i_{corr} = 56.568 \mu A/cm^2$$

$$CR (mpy) = \frac{K1 * i_{corr} * EW}{\rho}$$

**Tabla B - 4.** Datos necesarios para calcular velocidad de corrosión

K1	EW	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )
0,1288	26,682	7,75

**Fuente:** Los autores.

$$\underline{CR (mpy) = 25.084}$$

## ANEXO C. Método de cálculo de velocidad de corrosión a partir de gravimetría

El cálculo de la velocidad de corrosión por pérdidas de peso se realiza según la norma ASTM G1-03, que especifica la siguiente ecuación:

$$V_{corr} = \frac{K * W}{A * T * \rho}$$

Donde, K es la constante para cálculo de velocidad en mpy. A, el área superficial del electrodo de trabajo. T, el tiempo de inmersión y  $\rho$ , la densidad del material.

**Tabla C - 1.** Datos necesarios para calcular velocidad de corrosión por gravimetría

$\rho$ (g/cm <sup>2</sup> )	A (cm <sup>2</sup> )	T (h)	K
7,75	3	1,45	3450000

**Fuente:** Los autores.

El valor de W expresa la pérdida de peso en gramos, este dato se obtuvo calculando la diferencia entre el peso inicial de la probeta y el peso obtenido después de 87 minutos de estar bajo las condiciones de ensayo específicas. Posteriormente, se realizó el decapado del acero siguiendo los estándares de la norma ASTM G1-03, para determinar la pérdida de peso real del metal.

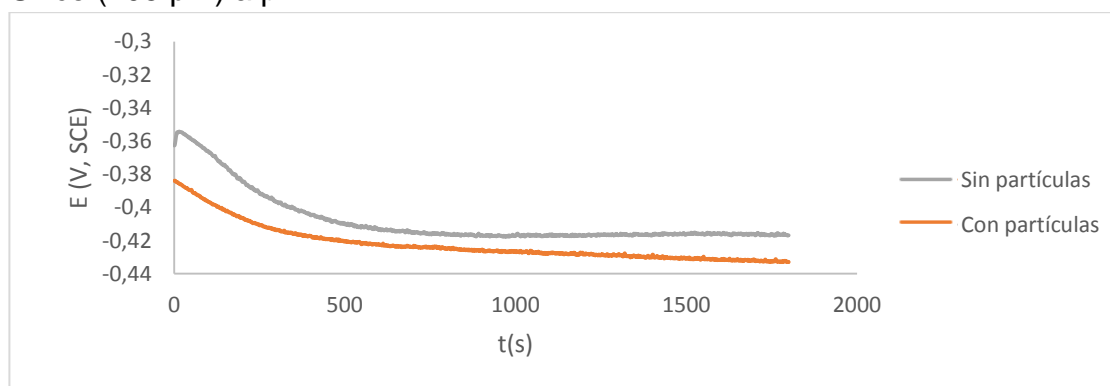
**Tabla C – 2.** Velocidades de corrosión a partir de método gravimétrico.

Prueba	peso inicial (g)	peso final (g)	Diferencia de peso (g)	Velocidad (mpy)
1800 rpm - pH 7 - malla 270	5,4346	5,4343	0,0003	30,70
1800 rpm - pH 7 - malla 140	5,4407	5,4403	0,0004	40,93
1800 rpm - pH 3 - malla 270	5,3943	5,3937	0,0006	61,40
1800 rpm - pH 3 - malla 140	5,4603	5,4596	0,0007	71,63
2800 rpm - pH 7 - malla 270	5,3593	5,3589	0,0004	40,93
2800 rpm - pH 7 - malla 140	5,4569	5,4564	0,0005	51,16
2800 rpm - pH 3 - malla 270	5,356	5,3552	0,0008	81,86
2800 rpm - pH 3 - malla 140	5,3837	5,3827	0,001	102,33

Fuente: Los autores.

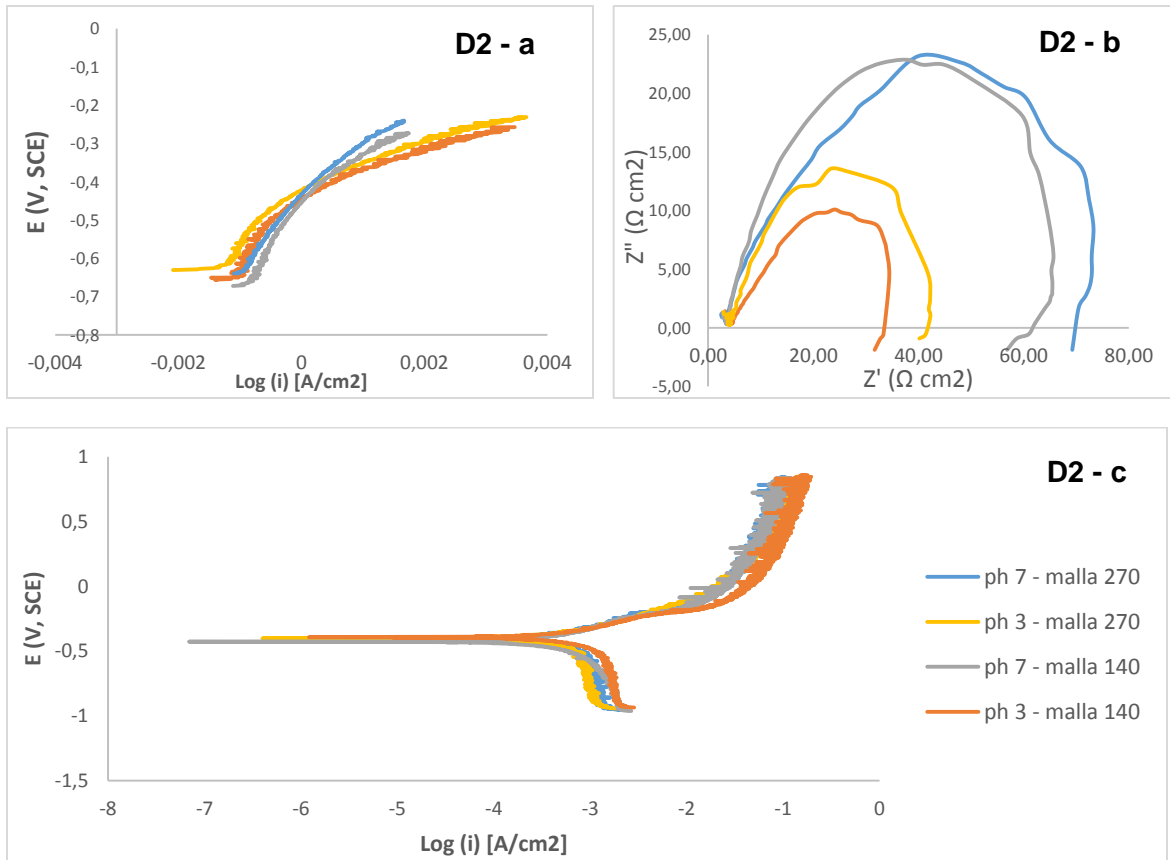
**ANEXO D. Curvas adicionales correspondientes a potencial a circuito abierto, resistencia a la polarización lineal, diagramas de Nyquist y curvas de polarización potencio dinámicas.**

**Figura D-1.** Potencial de corrosión en función del tiempo, para un electrodo de acero AISI 4330, a 2800 rpm en una solución sin y con 10 % Wt de partículas de Sílice (105  $\mu\text{m}$ ) a pH 7.



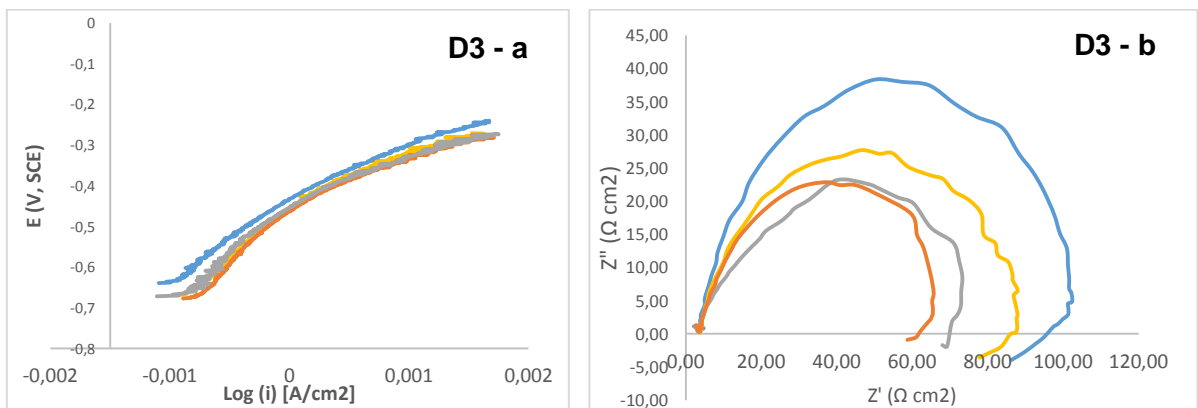
Fuente: Los autores.

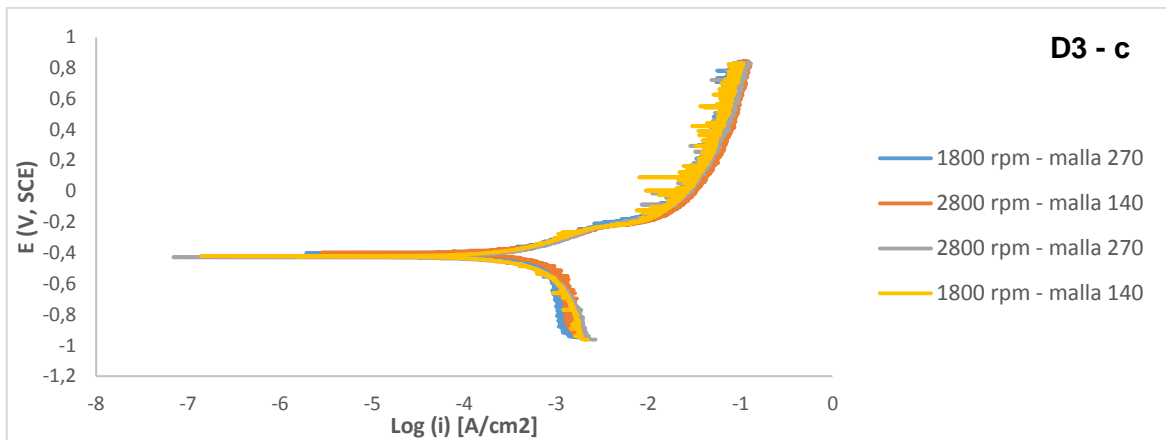
**Figura D -2.** Curvas obtenidas a 1800 rpm, variando el pH y tamaño de partículas



**Fuente:** Los autores

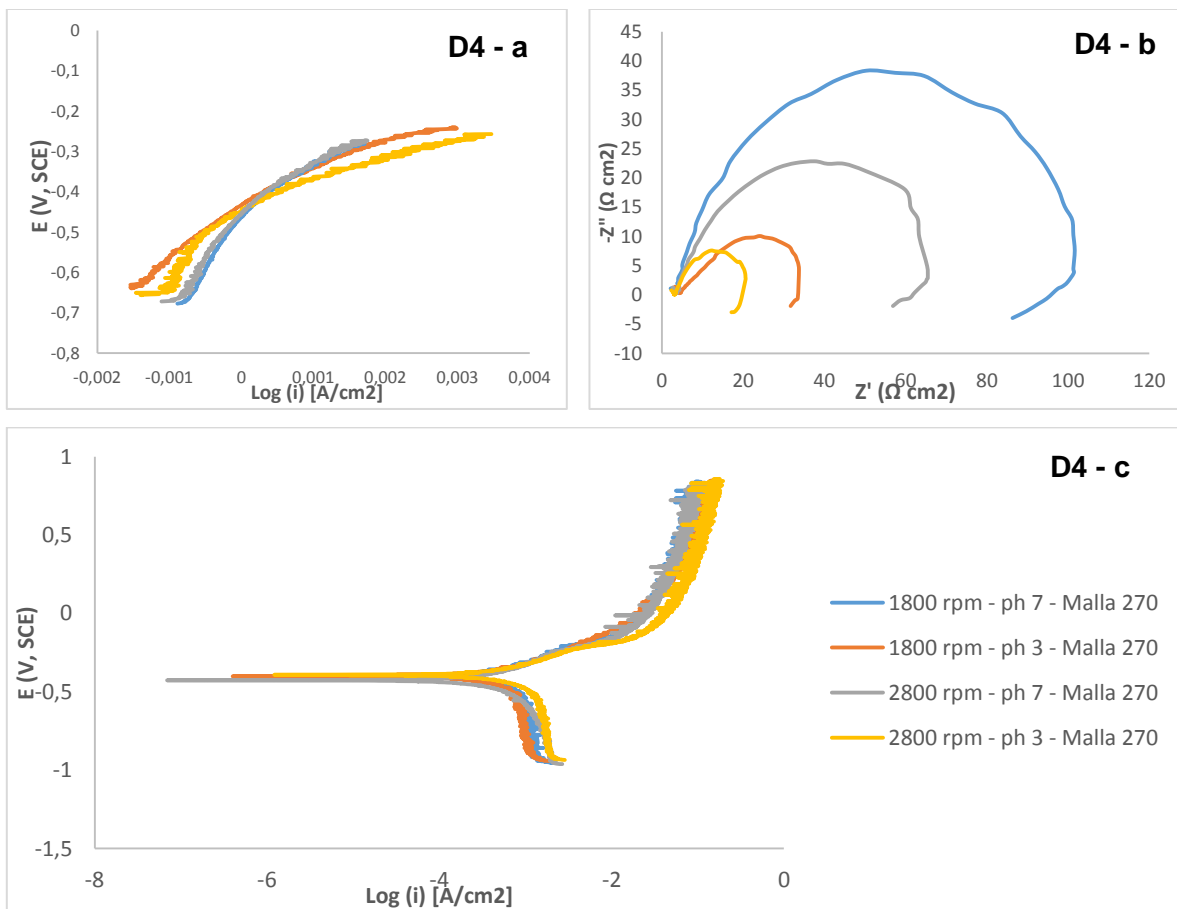
**Figura D-3.** Curvas obtenidas a pH 7, variando la velocidad de rotación y tamaño de partículas





Fuente: Los autores.

**Figura D-4.** Curvas obtenidas a tamaño de partícula malla 270, variando la velocidad de rotación y el pH.



Fuente: Los autores.

**ANEXO E. Resistencias a la polarización, densidades de corriente de corrosión y velocidades de corrosión a partir de la técnica de Resistencia a la Polarización Lineal.**

**Tabla E - 1.** Resistencias a la polarización, corriente de corrosión y velocidades de corrosión a partir de la técnica de Resistencia a la Polarización Lineal.

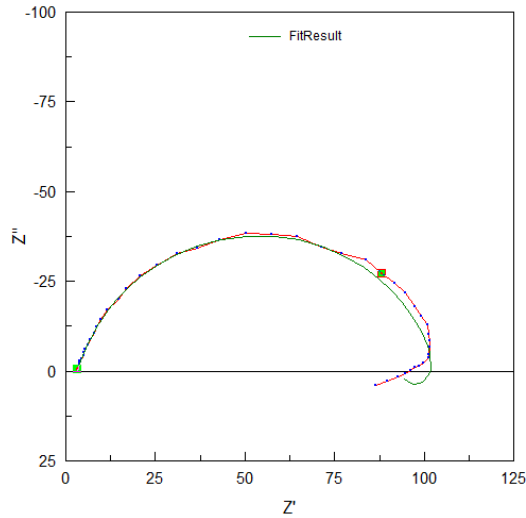
<b>Prueba</b>	<b>Rp (<math>\Omega</math> *cm<sup>2</sup>)</b>	<b>i<sub>corr</sub> (<math>\mu</math>A/cm<sup>2</sup>)</b>	<b>Vcorr (mpy)</b>
1800 rpm - pH 7 - malla 270	188.59	40.66	18.02
1800 rpm - pH 7 - malla 140	172.48	56.56	25.08
1800 rpm - pH 3 - malla 270	96.19	124.89	55.38
1800 rpm - pH 3 - malla 140	88.17	166.29	73.73
2800 rpm - pH 7 - malla 270	193.52	61.68	27.35
2800 rpm - pH 7 - malla 140	203.24	60.37	26.77
2800 rpm - pH 3 - malla 270	73.13	126.92	76.28
2800 rpm - pH 3 - malla 140	64.277	206.77	91.69

**Fuente:** Los autores.

**ANEXO F. Circuito equivalente.**

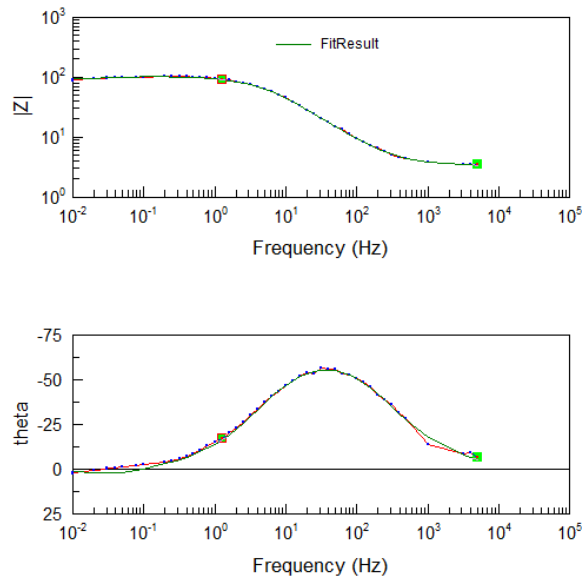
La simulación de los circuitos para los ensayos más representativos se presentan a continuación.

**Figura F-1.** Simulación del diagrama de Nyquits del ensayo a 1800 rpm- pH 7- malla 270 para la obtención del circuito equivalente por medio del programa ZVIEW y ZPlot.



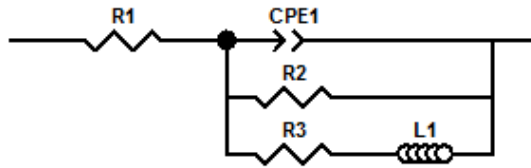
**Fuente:** Los autores.

**Figura F-2.** Simulación del diagrama de Bode para el ensayo a 1800 rpm- pH 7- malla 270 para la obtención del circuito equivalente por medio del programa ZVIEW y ZPlot.



**Fuente:** Los autores.

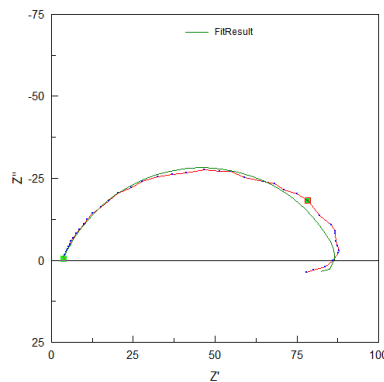
**Figura F-3.** Circuito equivalente a partir del programa ZView y ZPlot para el sistema 2800 rpm- pH 7- malla 140.



<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	3.341	0.03569	1,0841
CPE1-T	Free(+)	0.00066362	1,34E-01	2,0854
CPE1-P	Free(+)	0.71109	0.0037657	0,46082
R2	Free(+)	159.9	0.77134	0,76295
R3	Free(+)	857.8	102.01	11,891
L1	Free(+)	4010	771.38	20,967
Chi-Squared:		0,0030606		
Weighted Sum of Squares:		0,28157		

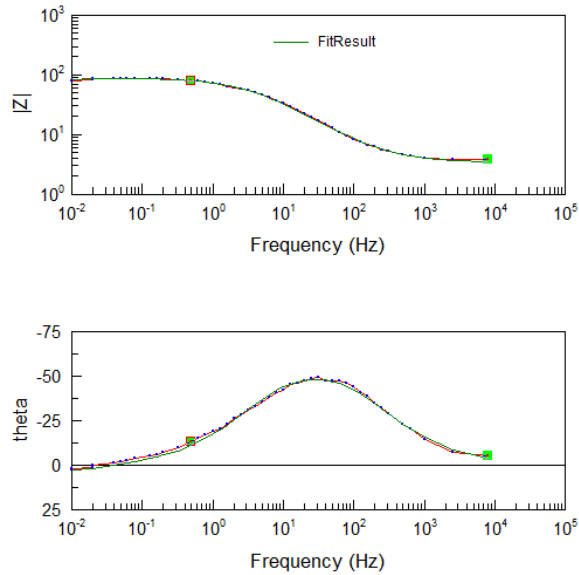
**Fuente:** Los autores.

**Figura F-4.** Simulación del diagrama de Nyquits del ensayo a 2800 rpm- pH 7- malla 140 para la obtención del circuito equivalente por medio del programa ZVIEW y ZPlot.



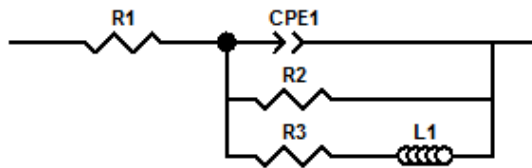
**Fuente:** Los autores.

**Figura F-5.** Simulación del diagrama de Bode para el ensayo a 1800 rpm- pH 7- malla 270 para la obtención del circuito equivalente por medio del programa ZVIEW y ZPlot.



**Fuente:** Los autores.

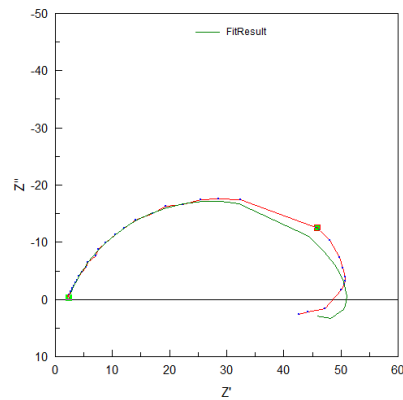
**Figura F-6.** Circuito equivalente a partir del programa ZView y ZPlot para el sistema 1800 rpm- pH 7- malla 270.



<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	3.058	0.03569	1,0841
CPE1-T	Free(+)	0.0034764	1,34E-01	2,0854
CPE1-P	Free(+)	0.79362	0.0037657	0,46082
R2	Free(+)	160.59	0.77134	0,76295
R3	Free(+)	64.34	102.01	11,891
L1	Free(+)	725.4	671.38	15,967
Chi-Squared:		0,0025709		
Weighted Sum of Squares:		0,21539		

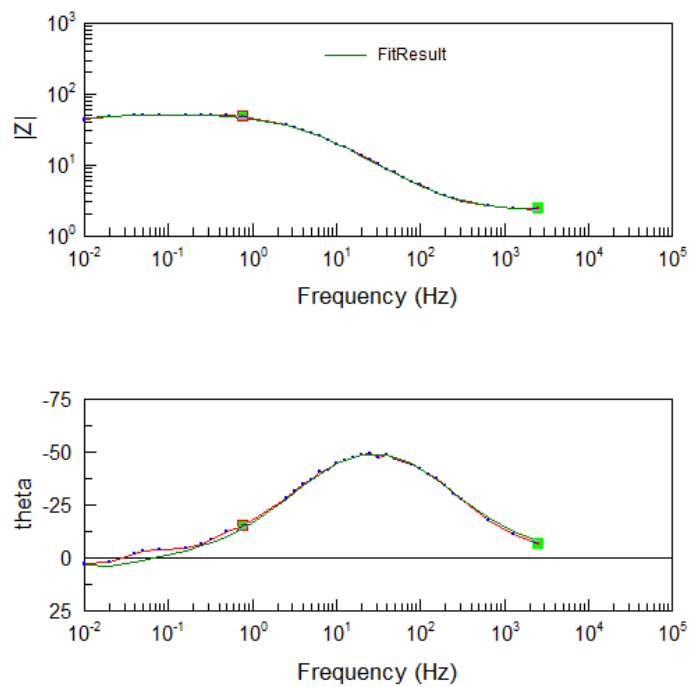
**Fuente:** Los autores.

**Figura F-7.** Simulación del diagrama de Nyquits del ensayo a 2800 rpm- pH 3- malla 270 para la obtención del circuito equivalente por medio del programa ZVIEW y ZPlot.



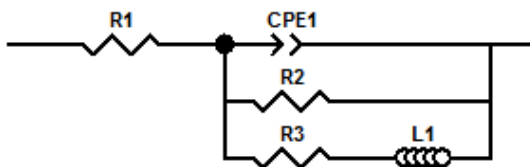
**Fuente:** Los autores.

**Figura F-8.** Simulación del diagrama de Bode para el ensayo a 2800 rpm- pH 3- malla 270 para la obtención del circuito equivalente por medio del programa ZVIEW y ZPlot.



**Fuente:** Los autores.

**Figura F-9.** Circuito equivalente a partir del programa ZView y ZPlot para el sistema 1800 rpm- pH 3- malla 270.



<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	3.908	0.03569	1,0841
CPE1-T	Free(+)	0.0028363	1,34E-01	2,0854
CPE1-P	Free(+)	0.54223	0.0037657	0,46082
R2	Free(+)	81.93	0.77134	0,76295
R3	Free(+)	59.71	102.01	11,891
L1	Free(+)	712.5	671.38	15,967
Chi-Squared:		0,0024546		
Weighted Sum of Squares:		0,162		

**Fuente:** Los autores.

**Tabla F-1.** Valores de los elementos que componen el circuito equivalente.

<b>Pruebas</b>	<b>R1</b>	<b>CPE- T</b>	<b>CPE- P= n</b>	<b>R2</b>	<b>R3</b>	<b>L</b>
1800 rpm- pH 3- malla 140	3.976	0.0031346	0.478	70.71	58.2	709.7
1800 rpm- pH 3- malla 270	3.908	0.0028363	0.54223	81.93	59.71	712.5
1800 rpm- pH 7- malla 270	3.058	0.0034764	0.79362	160.59	64.34	725.4
1800 rpm- pH 7- malla 140	3.131	0.0045068	0.75769	153.59	63.2	720.74
2800 rpm- pH 3- malla 140	3.179	0.0035959	0.45986	42.4	42.42	452.3
2800 rpm- pH 3- malla 270	2.329	0.002984	0.47319	49.46	47.9	475.2
2800 rpm- pH 7- malla	3.621	0.00092917	0.75074	171.56	62.81	719.4

270						
2800 rpm- pH 7- malla 140	3.341	0.00066362	0.71109	159.9	61.2	717.25

**Fuente:** Los autores.

R1 = Resistencia del electrolito, en la que se muestra una disminución de la resistencia al disminuir el pH y aumentar la velocidad del fluido. ( $\Omega \text{ cm}^2$ )

R2 = Resistencia a la transferencia de carga del proceso de oxidación. ( $\Omega \text{ cm}^2$ )

R3= Resistencia de la inductancia. ( $\Omega \text{ cm}^2$ )

L1= Componente inductivo.

### **ANEXO G. Cálculo de la desviación estándar y porcentaje de diferencia entre la velocidad de corrosión medida por gravimetría con respecto a velocidad de corrosión medida por resistencia a la polarización.**

Para el cálculo de la desviación estándar de las velocidades de corrosión por gravimetría, se inició calculando el promedio de estas, luego de ello, se calculó la diferencia de la media con respecto a cada valor, se elevaron estas cantidades al cuadrado y se calculó nuevamente un promedio conocido como varianza. Finalmente, se calculó la raíz cuadrada de este valor, el cual constituye la desviación estándar.

**Tabla G- 1.** Promedio y varianza para calcular la desviación estándar.

Promedio	60,12
Varianza	508,9
<b>Desviación estándar</b>	<b>22,55</b>

**Fuente:** Los autores.

$$60,12 \pm 22,5$$

El cálculo de porcentaje de diferencia entre la velocidad de corrosión por gravimetría con respecto a velocidad de corrosión obtenida por técnicas electroquímicas, se realizó por medio de la siguiente ecuación:

$$\%Diferencia = \frac{Vc(gav) - Vc(elct)}{Vc(gav)} * 100$$

Se calculó el porcentaje para todas las pruebas y se obtuvo un promedio de porcentaje de diferencia aproximado a 23.13%.

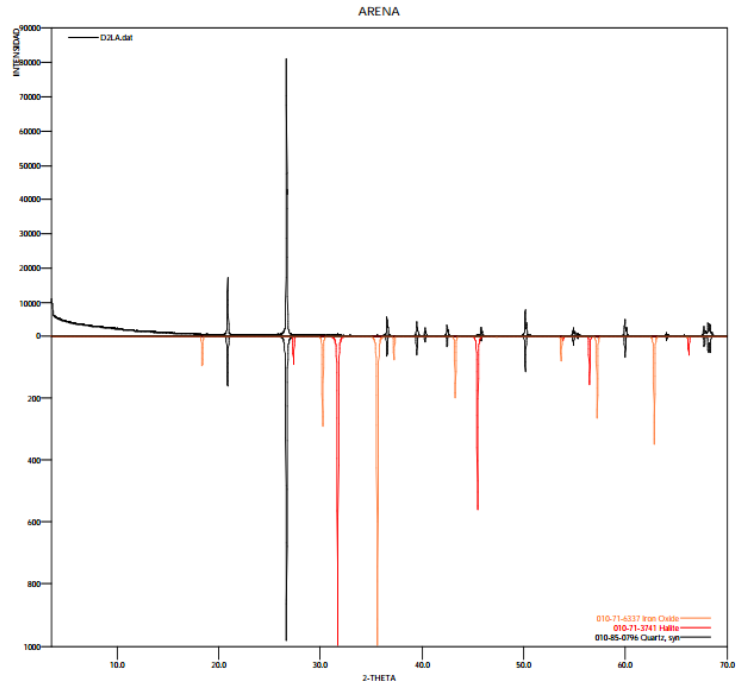
**Tabla G- 2.** Cálculo de % de diferencia de velocidad de corrosión por gravimetría con respecto a las obtenidas por electroquímica.

Prueba	Vcorr, gravimetría (mpy)	Vcorr, electroquímica (mpy)	% Diferencia
1800 rpm - pH 7 - malla 270	30,7	18,02	41,30%
1800 rpm - pH 7 - malla 140	40,93	25,08	38,72%
1800 rpm - pH 3 - malla 270	61,4	55,33	9,89%
1800 rpm - pH 3 - malla 140	71,63	73,73	-2,93%
2800 rpm - pH 7 - malla 270	40,93	27,35	33,18%
2800 rpm - pH 7 - malla 140	51,16	26,77	47,67%
2800 rpm - pH 3 - malla 270	81,86	76,28	6,82%
2800 rpm - pH 3 - malla 140	102,33	91,69	10,40%
	<b>% Error promedio</b>		<b>23,13%</b>

Fuente: Los autores.

## ANEXO H. Análisis de caracterización.

**Figura H-1.** Espectro de difracción de rayos X de la sílice.



**Fuente:** Universidad industrial de Santander- Sede UIS-Guatiguará- Edificio de Investigaciones

Laboratorio de Rayos X. Espectro de difracción de rayos X de la arena.

**Tabla H-1.** Fases cristalinas presentes en la arena.

AREN A (D2LA)

	FASE	NOMBRE
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo
	Na Cl	Halita
	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Magnetita

**Fuente:** Universidad industrial de Santander- Sede UIS-Guatiguará- Edificio de Investigaciones

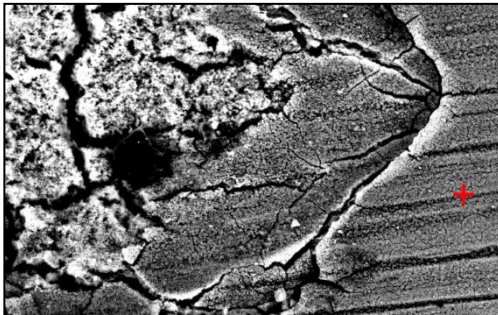
Laboratorio de Rayos X. Espectro de difracción de rayos X de la arena.

**Tabla H-2.** Fluorescencia de la arena.

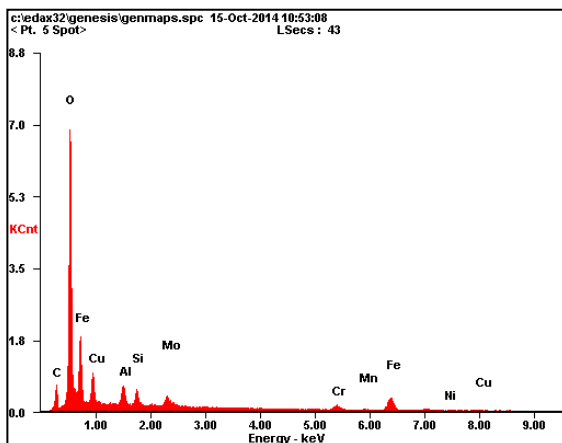
Elemento	Número atómico (Z)	Concentración	Óxido	Concentración
Si	14	45,69%	SiO <sub>2</sub>	97,75%
Na	11	0,39%	Na <sub>2</sub> O	0,52%
Fe	26	0,26%	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,37%

**Fuente:** Universidad industrial de Santander- Sede UIS-Guatigará- Edificio de Investigaciones Laboratorio de Rayos X. Espectro de difracción de rayos X de la arena.

**Figura H-2.** Micrografía superficial del acero AISI 4330 mediante SEM a condiciones de 1800 rpm – pH 3- malla 140. Magnificación 2000 X.



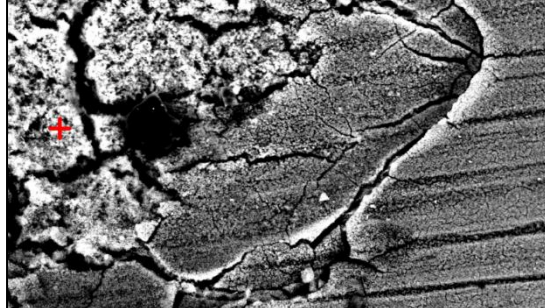
**Figura H-3.** Espectro EDS de la superficie del electrodo de Acero AISI 4330 sometido a 1800 rpm- pH 3- malla 270



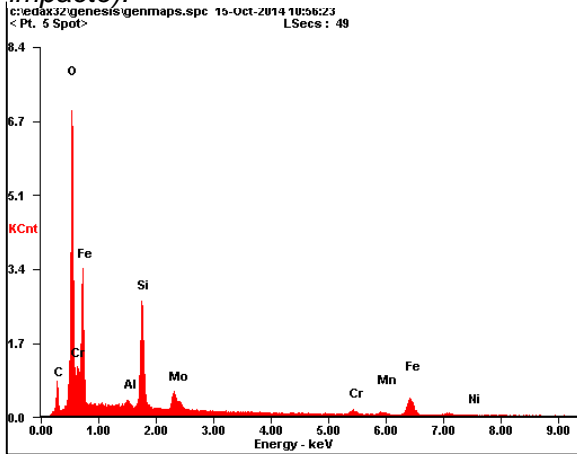
**Tabla H-2.** Análisis elemental mediante espectroscopía de dispersión de energía (EDS) del Acero AISI 4330 sometido a 1800 rpm- pH 3- malla 270

Element	Wt%	At%
CK	03.45	09.80
OK	19.95	42.59
AlK	02.50	03.16
SiK	02.12	02.58
MoL	03.79	01.35
CrK	05.81	03.82
MnK	00.88	00.55
FeK	39.42	24.11
NiK	04.02	02.34
CuK	18.06	09.70
Matrix	Correction	ZAF

**Figura H-4.** Micrografía superficial del acero AISI 4330 mediante- SEM a condiciones de 1800 rpm – pH 3- malla 140. Magnificación 2000 X.



**Figura H-5.** Espectro EDS de la superficie del electrodo de Acero AISI 4330 sometido a 1800 rpm- pH 3- malla 270. (zona de mayor impacto).



**Tabla H-3.** Análisis elemental mediante espectroscopía de dispersión de energía (EDS) del Acero AISI 4330 sometido a 1800 rpm- pH 3- malla 270. (Zona de mayor impacto).

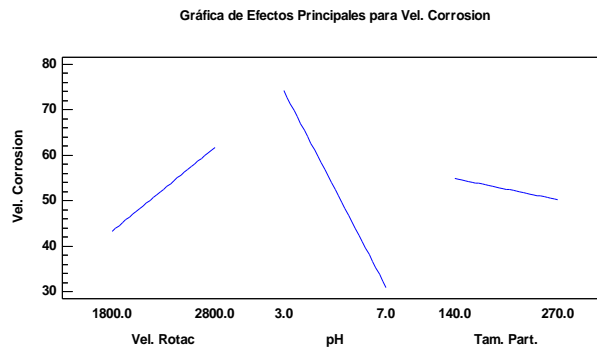
Element	Wt%	At%
CK	04.24	11.62
OK	18.02	37.10
AlK	00.64	00.78
SiK	10.88	12.75
MoL	05.94	02.04
CrK	05.39	03.41
MnK	03.85	02.31
FeK	47.30	27.89
NiK	03.75	02.10
Matrix	Correction	ZAF

$$V_{\text{corr}} = 185.987 - 0.00803745 \cdot \text{Vel. Rotac} - 21.2142 \cdot \text{pH} - 0.601782 \cdot \text{Tam. Part.} - 0.000135625 \cdot \text{Vel. Rotac} \cdot \text{pH} + 0.000132558 \cdot \text{Vel. Rotac} \cdot \text{Tam. Part.} + 0.0522356 \cdot \text{pH} \cdot \text{Tam. Part.}$$

## ANEXO I. Análisis de varianza

Dónde:  $V_{\text{corr}}$  = Velocidad de corrosión (MPY), Vel. Rotac = velocidad de rotación (rpm), Tam. Part = Tamaño de partícula ( $\mu\text{m}$ ) (1)

**Figura I-1.** Gráfico de efectos principales para la velocidad de corrosión.



**Fuente:** Los autores

La tabla de análisis de varianza particiona la variabilidad de la Vel. Corrosion en función de las tres variables. El objetivo del presente análisis es estimar el valor con el que contribuyen a la varianza las diferentes variables de estudio, las cuales comúnmente se conocen como componentes de la varianza. En este caso, el factor que contribuye con la máxima varianza es el pH, su contribución representa 60.24% del total de la variación de la velocidad de corrosión. En este caso, 3 efectos tienen un valor-P menor que 0.05, indicando que son significativamente diferentes de cero con un nivel de confianza del 95.0%.

**Tabla I-1.** Análisis de Varianza

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A: Vel. Rotac	1362.9	1	1362.9	10.96	<b>0.0079</b>
B:pH	7489.6	1	7489.6	60.23	<b>0.0011</b>
C: Tam. Part.	86.2577	1	86.2577	0.69	0.4244
AB	0.294306	1	0.294306	0.00	0.9622
AC	296.959	1	296.959	2.39	0.1533
BC	737.801	1	737.801	5.93	<b>0.0351</b>
bloques	144.217	1	144.217	1.16	0.3068
Error total	1243.49	10	124.349		
Total (corr.)	11361.5	17			

**Fuente:** Los autores