

Efecto de la Formación de Fases Indeseables sobre la Resistencia a la Corrosión de un Acero
Inoxidable Súper Dúplex UNS-S32760 expuesto a soluciones de Agua de Mar Sintética

Cristian de Jesús Garavito Martínez

Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Metalúrgico

Director

Mauricio Rincón Ortiz

Doctor en Ciencia y Tecnología de Materiales

Codirector

Dra. Ana María Pérez Ceballos

Doctora en Ingeniería

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas

Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales

Bucaramanga

2023

Dedicatoria

A mi madre hermosa por todo el apoyo y amor que me ha brindado. A pesar de la lejanía estos años, cada llamada con ella me daba fuerza y motivación para lograr este logro.

A mi padre, por ser esa persona que siempre creyó en mí, por esforzarse para que no me falte nunca nada y por enseñarme a ser una persona de bien con valores y principios.

A mi tía Estela y su esposo Gonzalo, por brindarme la oportunidad de seguir estudiando, por brindarme esa confianza desde el primer momento que llegué a Bucaramanga y acogerme de la mejor manera. Mi corazón siempre estará agradecido con ustedes.

A mi abuelita querida, que siempre quiso que fuera un profesional. Gracias por todo el amor brindado y por cuidar de mí por muchos años.

A mi novia Sara, por siempre estar para mí este último tiempo, por entenderme, darme ánimos, motivarme y quererme de la forma tan bonita como lo haces.

A mis amigos de la universidad Ferney, Camilo Gallardo, Gabriela Gámez por brindarme una amistad sincera, compartir buenos/malos momentos conmigo y hacer mucho más llevaderos los años en la universidad.

Agradecimientos

A mi director Mauricio Rincón Ortiz, por confiar en mí a pesar de los inconvenientes al comienzo de este proyecto. Agradezco el acompañamiento en los múltiples ensayos realizados, por siempre estar pendiente de que todo saliera bien y enseñarme a hacer las cosas de la mejor manera posible.

A mi codirectora Ana María Pérez Ceballos, por todo el conocimiento compartido durante mi proceso universitario y especialmente, durante el desarrollo del proyecto.

A los profesores de ingeniería metalúrgica y en especial mención a Pedro Delvasto por compartirme su conocimiento y generar en mí el amor por la carrera.

A Sergio González, Laura Arenas y Mayerly Fernández por ayudarme en la realización del proyecto prestándome sus servicios.

Al Grupo de Investigación en Desarrollo y Tecnología de Nuevos Materiales (GIMAT) por brindarme el espacio y todos los recursos que pude necesitar en mi proyecto.

A la Universidad Industrial de Santander -VIE por financiar este trabajo de grado a través del proyecto N°2685 "Evaluación de la resistencia a la corrosión en presencia de cloruros de aceros inoxidables súper dúplex para uso en desalinizadores de agua de mar". Así mismo, agradecer al Proyecto UIS-VIE No. 2512, titulado "Evaluación de la microestructura, propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión de recubrimientos de Cr_2O_3 y $Cr_2O_3-Al_2O_3$ elaborados a partir de proyección térmica por combustión para aplicaciones en ambientes marinos", por la colaboración en la adquisición de reactivos indispensables en la caracterización del material de estudio.

Contenido

	Pág.
Introducción	13
1. Objetivos	15
1.1 Objetivo General	15
1.2 Objetivos Específicos	15
2. Marco Teórico y Estado del Arte	16
2.1 Corrosión	16
2.2 Corrosión Generalizada	16
2.3. Corrosión Localizada	17
2.3.1 Corrosión por Picaduras	17
2.4 Aceros Inoxidables	19
2.5 SDSS UNS-S32760	20
2.6 Precipitación de Fases Intermetálicas Secundarias	20
2.7 Tratamiento Térmico de Envejecimiento	22
3. Metodología Experimental	24
3.1. Caracterización Microestructural	24
3.2 Diseño y Aplicación del Tratamiento Térmico	25
3.3 Análisis Morfológico	26
3.3.1. Cuantificación de Fases en la Microestructura del Material	26
3.4. Caracterización Electroquímica	27
4. Resultados	28
4.1. Caracterización de la Microestructura	28

FORMACIÓN DE FASES INDESEABLES EN SDSS	5
4.1.1 Análisis Fase Precipitada	33
4.2 Caracterización Electroquímica	35
4.2.1 Polarización Potenciodinámica Cíclica.....	35
4.2.2 Espectroscopía de Impedancia Electroquímica.....	39
4.2.3. Método de Extrapolación de Tafel.....	43
4.2.4. Velocidad de Corrosión	45
4.3 Análisis Morfológico del Picado	47
5. Conclusiones	51
6. Recomendaciones.....	53
Referencias Bibliográficas	54
Apéndices.....	59

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1. <i>Composición Química del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS-S32760</i>	20
Tabla 2. <i>Datos de Fracción Volumétrica Acero SDSS UNS S32760.....</i>	30
Tabla 3. <i>Coeficiente de Partición para las Fases Estudiadas del Acero SDSS UNS S32760</i>	32
Tabla 4. <i>Composición Química de Fase Sigma</i>	34
Tabla 5. <i>Potenciales Críticos Del Acero UNS S32760 en sus Dos Estados Metalúrgicos y Temperaturas Trabajadas.....</i>	38
Tabla 6. <i>Parámetros Obtenidos por el Método de Extrapolación de Tafel y EIS del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS S32760 en su Estado de Suministro y Tratado Térmicamente en Agua de Mar Sintética a Temperatura Ambiente y a 60°C</i>	46

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1. <i>Formación de una Picadura</i>	18
Figura 2. <i>Diagrama Esquemático TTT Acero SDSS S32760 Encontrado en la Literatura</i>	23
Figura 3. <i>Metodología Experimental Implementada en el Presente Trabajo de Grado</i>	24
Figura 4. <i>a) Microestructura Acero SDSS UNS-S32760, b) Microestructura Acero SDSS UNS-S32760 Tratado Térmicamente a 900°C por 40 minutos</i>	29
Figura 5. <i>Microscopía acero SDSS UNS S32760 tratada Térmicamente obtenida a Través de SEM</i>	30
Figura 6. <i>Análisis Composicional por medio de EDS del Acero SDSS UNS S32760 para cada Fase de Austenita/Ferrita: a) γ sin TT b) α sin TT c) γ con TT d) α sin TT</i>	31
Figura 7. <i>Espectro Precipitación de Fase Sigma</i>	34
Figura 8. <i>Acero SDSS UNS S32760 tratado Térmicamente con Presencia de Fases Indeseables (color rojo en imagen derecha)</i>	35
Figura 9. <i>Curvas de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP) para un Acero Inoxidable SDSS UNS S32760 en Diferentes Condiciones Metalúrgicas Evaluadas a Temperatura Ambiente y a 60°C</i>	37
Figura 10. <i>Circuito Equivalente Tipo Randles</i>	40
Figura 11. <i>Diagrama de Nyquist del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS S32760 en su estado de Suministro y Tratado Térmicamente en Agua de Mar Sintética a Temperatura Ambiente y a 60°C</i>	40

Figura 12. <i>Diagramas de Bode del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS S32760 en su Estado de Suministro y Tratado Térmicamente en Agua de Mar Sintética a Temperatura Ambiente y a 60°C</i>	41
Figura 13. <i>Resistencia a la Polarización del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS S32760 en su Estado de Suministro y Tratado Térmicamente en Agua de Mar Sintética a Temperatura Ambiente y a 60°C</i>	43
Figura 14. <i>Curvas del Método de Extrapolación de Tafel del SDSS UNS S32760 en su Estado de Suministro y Tratado Térmicamente en Agua de Mar Sintética a Temperatura Ambiente y a 60°C</i>	45
Figura 15. <i>Reconstrucción Digital 3D de un Pozo de Picado del SDSS UNS S32760 Expuesto a la Técnica CPP en Agua de Mar Sintética a 60°</i>	49
Figura 16. <i>Presencia de Picaduras en la Matriz Ferrítica del Acero SDSS UNS S32760 Expuesto a la Técnica CPP en Agua de Mar Sintética a 60°C después de Aplicación de Tratamiento Térmico</i>	50

Lista de Apéndices

	Pág.
Apéndice A. <i>Características Equipo Microscopio Electrónico de Barrido FEG (Field Emission Gun) QUANTA FEG 650.</i>	59
Apéndice B. <i>Composición Química de Agua de Mar Sintética.</i>	60
Apéndice C. <i>Condiciones de Trabajo para las Pruebas Electroquímicas</i>	61
Apéndice D. <i>Micrografías Mediante SEM Donde Se Evidencia Precipitados De Fase Sigma. ..</i>	62
Apéndice E. <i>Mapeo Composicional Por Medio De EDS de los Elementos Cr, Mo, W, Ni Y Fe de Cada Muestra del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS S32760.</i>	63
Apéndice F. <i>Reconstrucción Digital 3D del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS S32760 Después de Sometimiento a Técnica CPP.</i>	64

Glosario

DSS	Aceros Inoxidables Dúplex
SDSS	Aceros Inoxidables Súper Dúplex
EIS	Espectroscopía de Impedancia Electroquímica
CPP	Curva de Polarización Potenciodinámica Cíclica
LPR	Resistencia a la Polarización Lineal
V_{corr}	Velocidad de corrosión
i_{corr}	Densidad de corriente
E_{corr}	Potencial de corrosión
β_a	Pendiente de Tafel Anódica
β_c	Pendiente de Tafel Catódica
CPE_1	Elemento de fase constante
E_p	Potencial de picado
E_{rp}	Potencial de repasivación
E_{ocp}	Potencial de circuito abierto
σ	Fase sigma
χ	Fase chi
R_1	Resistencia de la solución
PREN	Número equivalente de resistencia al picado
R_p	Resistencia a la polarización
SEM	Microscopía Electrónica de Barrido

Resumen

Título: Efecto de la formación de fases indeseables sobre la resistencia a la corrosión de un acero inoxidable súper dúplex UNS-S32760 expuesto a soluciones de agua de mar sintética *

Autor: Cristian de Jesús Garavito Martínez**

Palabras Clave: Acero inoxidable súper dúplex, fases deletéreas, resistencia a la corrosión, velocidad de corrosión

Descripción: La presente investigación busca obtener información sobre el efecto de la precipitación de fases secundarias en los aceros inoxidables súper dúplex, este estudio presenta gran relevancia a nivel industrial ya que los requerimientos de fabricación exigen que la presencia de fases secundarias sea prácticamente nula en el producto final. Razón por la cual, el objetivo principal del proyecto fue evaluar el efecto de la formación de fases deletéreas sobre la resistencia a la corrosión de un acero inoxidable súper dúplex UNS-S32760 expuesto a soluciones de agua de mar sintética. Como primera medida se realizó un tratamiento de envejecimiento isotérmico a dos muestras representativas del material, se observó su microestructura por medio de técnicas como Microscopía Óptica Confocal y Microscopía Electrónica de Barrido, realizando una comparación entre las micrografías obtenidas de los dos estados metalúrgicos. Por otro lado, para evaluar el comportamiento del material frente a la corrosión localizada, se sometió a ensayos mediante la técnica electroquímica de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP). Adicionalmente, para el estudio de corrosión generalizada, se implementaron diversas técnicas como Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS), la técnica de Extrapolación de Tafel y la técnica de Resistencia a la Polarización Lineal que fueron complementarias entre sí para calcular las velocidades de corrosión de las diferentes muestras ensayadas.

Los resultados obtenidos demuestran una disminución considerable de los potenciales críticos para la muestra tratada térmicamente, por lo cual se confirma que la presencia de fases deletéreas afecta negativamente la resistencia a la corrosión localizada del material. Por otro lado, se observó una tendencia similar al incrementar la temperatura en los ensayos, obteniendo valores mucho más negativos de los potenciales de repasivación y picaduras para las muestras sometidas a una temperatura de 60°C. Cabe destacar que el material, a pesar del tratamiento térmico, continuó presentando buena resistencia a la corrosión generalizada.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales. Director: Mauricio Rincón Ortiz. Doctor en Ciencia y Tecnología Mención Materiales. Codirector: Ana María Pérez Ceballos. Doctora en Ingeniería

Abstract

Title: Effect of undesirable phase formation on the corrosion resistance of a super duplex stainless steel UNS-S32760 exposed to synthetic sea water solutions¹

Author: Cristian de Jesús Garavito Martínez²

Key words: Super duplex stainless steel, deleterious phases, corrosion resistance, corrosion rate

Description: The present research seeks to obtain information about the effect of secondary phase precipitation in super duplex stainless steels, this study implies a great relevance at industrial level, due to the fact that the manufacturing requirements need that the final product has a presence of secondary phases practically null. For this reason, the main objective of the project was to evaluate the effect of the formation of deleterious phases on the corrosion resistance of a super duplex stainless steel UNS-S32760 exposed to synthetic sea water solutions. In the first instance, an isothermal aging treatment was performed on two representative samples of the material, its microstructure was observed by means of techniques such as Confocal Optical Microscopy and Scanning Electron Microscopy, making a comparison between the micrographs obtained from the two metallurgical states. On the other hand, to evaluate the behavior of the material against localized corrosion, it was tested by means of the electrochemical technique of Cyclic Potentiodynamic Polarization (CPP). Additionally, for the study of generalized corrosion, several techniques such as Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS), Tafel Extrapolation technique and Linear Polarization Resistance technique were implemented, which were complementary to each other to calculate the corrosion rates of the different samples tested.

The results obtained show a considerable decrease in the critical potentials for the heat-treated sample, thus confirming that the presence of deleterious phases negatively affects the localized corrosion resistance of the material. In addition, a similar trend was observed with increasing temperature in the tests, obtaining much more negative values of the repassivation and pitting potentials for the samples subjected to a temperature of 60°C. It should be noted that the material, despite the heat treatment, continued to show good resistance to generalized corrosion.

¹ Degree Work

² Faculty of physical chemical engineering. School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Adviser: Mauricio Rincón Ortiz. PhD in Science and Technology with specialization on Materials Science. Co-adviser: Ana María Pérez Ceballos. PhD in Engineering

Introducción

En 1920, se encontró que los aceros al carbono se corroían aceleradamente por la acción química o electroquímica del medio en el cual eran usados, este fenómeno afectó a la mayoría de las industrias de todo el mundo y provocó problemas devastadores en la economía mundial. Según AMPP (*The Association for Materials Protection and Performance*) la corrosión cuesta aproximadamente 2,5 billones de dólares y equivale al 3,4 % del PIB global, se estima que las prácticas de control reducen esta cantidad astronómica entre 375 y 875 mil millones de dólares anualmente a nivel mundial. Otro estudio por parte de la misma asociación concluyó que el costo anual de la corrosión en las refinerías de EE.UU. supera los 3,700 millones de dólares, cifras que ameritaron investigaciones para controlar y mejorar las propiedades de los aceros (Asrar et al., 2016).

Dentro de los diversos estudios se “evidenció que el hierro aleado con ciertos metales como cromo, níquel y cobre resistía mejor a la oxidación que el hierro ordinario” (Palacios et al., 2005), este tipo de aleaciones fueron catalogadas posteriormente como aceros inoxidable. Actualmente, se cuenta con un gran número de tipos y grados de acero inoxidable, de los cuales se destaca el acero inoxidable súper dúplex, ampliamente utilizado en plantas petroquímicas, intercambiadores de calor, plantas de desalinización, entre muchas más aplicaciones. Los SDSS (*Super Duplex Stainless Steel*) presentan una estructura bifásica de austenita (γ) y ferrita (α), cuya sinergia mejora las propiedades del acero, aumentando la ductilidad y la resistencia mecánica, respectivamente (Palacios et al., 2005; Calliari et al., 2012).

Los SDSS presentan buena soldabilidad con diversas técnicas (SMAW, TIG, PAW, SAW) (Biezma et al., 2021), por lo que usualmente se utilizan estos procesos de unión, principalmente en la industria petroquímica, sin embargo, se ha observado un decaimiento drástico en su resistencia a la corrosión después de los procesos de soldadura. Este fenómeno ocurre por la inestabilidad de la matriz ferrítica a altas temperaturas, lo que los hace muy susceptibles a la formación de fases intermetálicas indeseables (fases secundarias), dichas fases alteran la relación α/γ , disminuyendo la resistencia a la corrosión de los SDSS.

Debido al detrimento de las propiedades de estos aceros por la formación de las fases secundarias, se hace relevante estudiar y analizar el comportamiento frente a la corrosión del acero inoxidable súper dúplex UNS-S32760 en presencia de estas fases mediante técnicas electroquímicas. Para lograr dicho objetivo, el material será sometido a un proceso de tratamiento térmico y se evaluará su resistencia a la corrosión en los dos estados metalúrgicos, simulando así la temperatura de un proceso de soldadura común.

1. Objetivos

1.1 Objetivo General

Evaluar el efecto de la formación de fases deletéreas sobre la resistencia a la corrosión de un acero inoxidable súper dúplex UNS-S32760 expuesto a soluciones de agua de mar sintética.

1.2 Objetivos Específicos

Diseñar un tratamiento térmico que permita precipitar fases secundarias indeseables en el acero inoxidable súper dúplex UNS-S32760.

Identificar las fases secundarias indeseables formadas durante el tratamiento térmico del acero inoxidable súper dúplex UNS-S32760.

Evaluar la resistencia a la corrosión del acero inoxidable súper dúplex UNS-S32760 con presencia de fases secundarias indeseables mediante la aplicación de técnicas electroquímicas.

2. Marco Teórico y Estado del Arte

2.1 Corrosión

La corrosión es un ataque destructivo de los metales en el que se involucran las reacciones químicas o electroquímicas del material al estar en contacto directo con el medio ambiente. La corrosión de metales se considera un proceso inverso de su obtención debido a que, generalmente, la mayoría de materiales que presentan corrosión son obtenidos de procesos de beneficio de minerales, pirometalurgia, hidrometalurgia o cualquier proceso que altere su estado energético; el fenómeno de la corrosión ocurre debido a que con el tiempo, los materiales tratan de estar nuevamente en su estado de equilibrio termodinámico, es decir, su estado natural (óxidos, sulfuros, silicatos o carbonatos) (Al-Moubaraki & Obot, 2021; Zamrodah, 2016).

Así como el fenómeno corrosivo está presente en los metales, existen otros materiales como la madera, cerámica, plásticos, concreto, entre otros, los cuales presentan una degradación similar al exponerse con el medio ambiente. En el caso de los aceros inoxidable, el fenómeno corrosivo se da de una manera particular, debido a que este tipo de material presenta una capa pasiva de óxido de cromo que los hace menos susceptibles a corroerse. Sin embargo, en ambientes con presencia de cloruros, los iones Cl^- reemplazan a los iones de oxígeno, creando un déficit de estos últimos y deteriorando la capa pasiva (Salazar, 2015; Zamrodah, 2016).

2.2 Corrosión Generalizada

La corrosión generalizada, también conocida como corrosión uniforme, ocurre sobre toda la superficie del material de forma homogénea” (Salazar, 2015), reduciendo así su espesor hasta que finalmente se alcanza la ruptura. (Palacios et al., 2005). Este ataque generalizado suele dar

lugar a capas de productos de corrosión que abarcan la mayor parte de la superficie, en ocasiones, dichas capas pueden tener características protectoras (Schweitzer P. A, 2009).

“La velocidad de corrosión, es altamente influenciada por la existencia de impurezas y fases distintas en el material, ya que estas inducen a una variación en la energía potencial, formando electrodos a pequeña escala, propiciando el proceso de corrosión” (ECCA, 2011). Generalmente, en la industria, para la mayoría de los equipos y estructuras de procesos químicos, las tasas de corrosión generales de menos de 3 mpy se consideran aceptables. Mientras que, en ambientes severos, los materiales que exhiben entre 20 y 50 mpy se consideran tasas de corrosión altas y generalmente inaceptables (Schweitzer P. A, 2009).

2.3. Corrosión Localizada

Este tipo de corrosión se manifiesta en zonas específicas del material, por lo que representa un riesgo potencial mayor. Su difícil detectabilidad y alta velocidad de corrosión hacen que este tipo de ataque sea mucho más nocivo que la corrosión uniforme (Palacios et al., 2005; ECCA, 2011). La corrosión localizada se clasifica en: galvánica, por rendijas (*crevice*), filiforme, picado (*pitting*), intergranular, disolución selectiva, por erosión, por cavitación, por fricción, bajo tensión (SCC, por sus siglas en inglés), corrosión por fatiga, microbiana, por corriente desviada. Sin embargo, para efectos prácticos, solo se explicará brevemente el tipo de corrosión localizada estudiada en esta investigación.

2.3.1 Corrosión por Picado

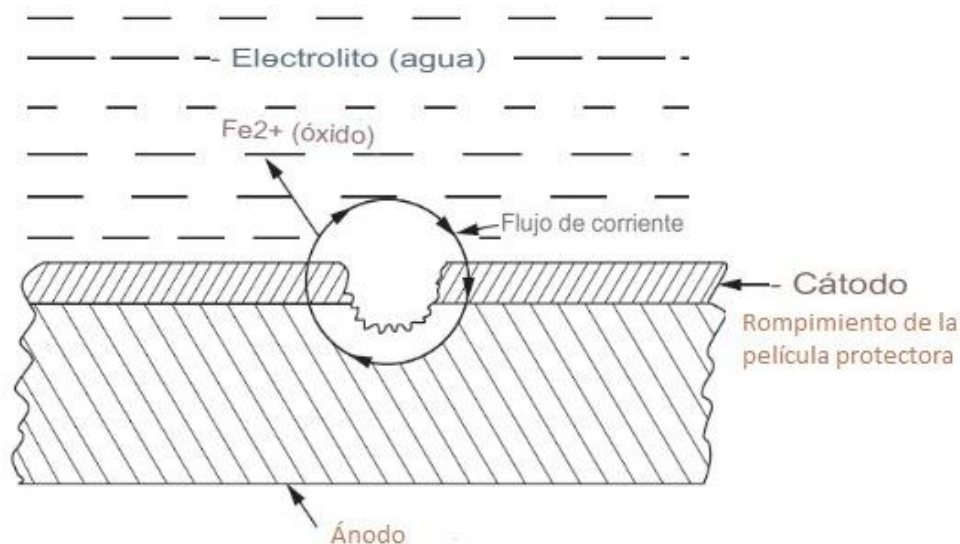
El picado es una de las formas más destructivas de la corrosión. Generalmente, se da en materiales pasivados y su inicio está asociado con el rompimiento de la película protectora en la

superficie del metal. Una vez formada la picadura, su velocidad de penetración es creciente, propagándose hacia el interior del metal (Zamrodah,2016).

En la figura 1 se observa la representación de una picadura, nótese la oxidación del hierro (Fe^{2+}), este catión reacciona con el agua, produciendo la reacción de hidrolisis, de la cual se liberan protones, alterando el pH en el interior de la picadura, dicho fenómeno crea un microclima ácido dentro de la cavidad, interfiriendo con la regeneración de la capa pasiva. Es importante mencionar que, para que lo anterior ocurra, se necesita la presencia de un electrolito para permitir el flujo de corriente entre el ánodo y el cátodo.

Figura 1.

Formación de una Picadura



Nota. Tomado de Rajaguru & Arunachalam, 2021.

La presencia de un anión agresivo es necesario para que se origine y avance la picadura, sin embargo, para que la misma siga profundizando, se requiere que el metal opere a un potencial por encima a un cierto valor crítico conocido como potencial de picadura (E_p), cuanto más noble es este potencial, menos susceptible es la aleación para el inicio del ataque localizado (Argandoña,

2017). Además del valor de E_p , al trazar la curva Potenciodinámica Cíclica, se obtiene un potencial al cual la aleación retoma su pasividad, conocido como potencial de protección o repasivación (E_{rp}), “cuanto más positivo es este potencial, menor probabilidad existe para que la corrosión localizada se propague” (Otero et al., 2001; Argandoña, 2017). Si el material trabaja a un potencial situado entre E_p y E_{rp} , no se formarán nuevas picaduras, pero progresarán las ya existentes (Dong et al., 2011).

2.4 Aceros Inoxidables

Los aceros inoxidable son aleaciones a base de hierro y otros elementos, donde predomina principalmente la presencia de *Cr*, *Ni*, *Mo*, *Mn*, *Si* y *Ti*. Según la norma UNE-EN 10088 se definen los aceros inoxidable como aquellas aleaciones ferrosas que contienen cromo en una proporción mínima del 10,5% (Mandolell et al., 2006). Dentro de la familia de los aceros inoxidable existen diferentes tipos según su composición química. Entre ellos, los aceros DSS (*Duplex Stainless Steel*) y SDSS (*Super Duplex Stainless Steel*) que son materiales ampliamente utilizados a causa de su elevada resistencia mecánica y alta resistencia a la corrosión (Biezma et al., 2021). Estas propiedades se atribuyen a un buen refinamiento de grano, además de elementos de aleación como el Cr, Mo y Ni disueltos en estas fases.

Además del contenido de cromo, los SDSS también se pueden clasificar por el número equivalente de resistencia al picado ($PRE_{N,W}$), el cual es una “fórmula empírica que intenta correlacionar el efecto benéfico complejo de los principales elementos de aleación” (Haugan et al., 2017). La expresión puede variar dependiendo de los elementos de aleación presentes. Se ilustra la ecuación 1, la cual involucra tungsteno, ya que el acero estudiado en este trabajo posee este elemento en su composición química para aumentar su resistencia a la corrosión por picado.

$$PRE_{N,W} = Cr + 3.3 * (Mo + 0.5 * W) + 16 * N (I)$$

Los SDSS se definen, por lo tanto, como aceros inoxidable con un 25% de cromo y un $PRE_{N,W} \geq 40$ (Elsabbagh et al., 2014).

2.5 SDSS UNS-S32760

El acero UNS-S32760 se encuentra certificado para uso en ambientes corrosivos salinos, sin embargo, presenta una tendencia mayor a la precipitación de fases intermetálicas respecto a otros aceros inoxidables dúplex y austeníticos comunes, debido a los altos contenidos de Cr y Mo (Elsabbagh et al., 2014). En la tabla 1 se observa la composición química del acero inoxidable súper dúplex UNS-S32760.

Tabla 1.

Composición Química del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS-S32760

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	W	N	Fe
MIN	-	-	-	-	-	24.0	6.0	3.0	0.5	0.5	0.2	-
MAX	0.03	1.0	1.0	0.03	0.01	26.0	8.0	4.0	1.0	1.0	0.3	bal

Nota. Tomado de (Elsabbagh, F. M., Hamouda, R. M., & Taha, M. A., 2014).

2.6 Precipitación de Fases Intermetálicas Secundarias

Los aceros inoxidables súper dúplex (SDSS) son materiales muy utilizados en aplicaciones industriales petroquímicas, dado que, exhiben excelentes propiedades mecánicas atribuidas a una fase ferrítica y austenítica en una relación volumétrica aproximada de 1:1, que confiere respectivamente una alta tenacidad y una buena resistencia a la corrosión (Biezma et al., 2021; Ferro et al., 2011). Sin embargo, estos aceros inoxidables son susceptibles a corrosión intergranular, por picado y bajo tensión debido a la precipitación de fases intermetálicas secundarias, inducidas

por ciclos térmicos durante procesos de soldadura, conformado en caliente y tratamientos térmicos (Cojocarú et al., 2020; Chan & Kai Wang., 2014).

La formación de estas fases nocivas compromete el uso de estos materiales en condiciones severas y pueden causar fallas por fragilidad en servicio. Se ha comprobado que todos los aceros inoxidables súper dúplex presentan tendencia a formar fases secundarias intermetálicas Fe-Cr-Mo como: sigma (σ), chi (χ), austenita secundaria γ_2 , carburos (M_7C_3 , $M_{23}C_6$), nitruros de cromo (CrN , Cr_2N) y otras fases menos comunes como π , ξ , r y G (Biezma et al., 2021). El rango de temperatura de precipitación de estas fases deletéreas ha sido determinado por diferentes autores; según *Chan & Tjong*, las fases se presentan cuando el material se expone a temperaturas que oscilan entre 350 y 900°C, mientras que *Biezma, Pohl, Storz y Glogowski* indican que las fases críticas se presentan entre 650 y 950°C. A pesar de las discrepancias halladas sobre el rango exacto de temperatura de precipitación de las fases indeseables, los autores mencionados concuerdan en que la presencia de estas fases tiene efectos perjudiciales sobre la tenacidad al impacto y la resistencia a la corrosión del material (Chan & Kai Wang., 2014; Biezma et al., 2021; Pohl et al., 2007).

El compuesto intermetálico más peligroso y, por ende, más estudiado en los aceros inoxidables súper dúplex es la fase sigma (σ) caracterizada por ser una solución sólida termodinámicamente estable y paramagnética, que se forma enriquecida en cromo y molibdeno con una estructura tetragonal compleja (Elsabbagh et al., 2014; Biezma et al., 2021). Dicha fase se nuclea en los límites de grano de las fases α/γ y α/α propagándose posteriormente hacia la fase ferrítica con una composición química de 30% Cr, 4% Ni y 7% Mo (Biezma et al., 2021; Silva et al., 2021; Stradomski & Dyja, n.d.). En cuanto a su precipitación *Chan y Tjong* indican temperaturas de 700 a 950°C, por otro lado, *Elsabbagh, Hamouda, y Taha* señalan que la fase

precipita rápidamente de 600 a 1000 °C, mientras que, *Hosseini*, es una investigación más reciente, determina un rango de 750 a 900 °C. (Chan & Tjong, 2014; Elsabbagh et al., 2014; Hosseini et al., 2018).

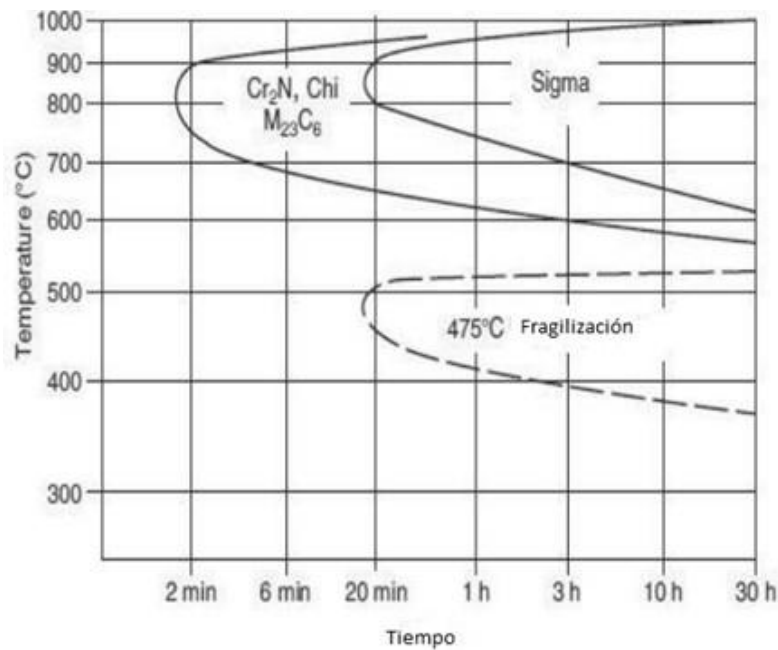
En relación con otras fases como los carburos y nitruros estos presentan una menor importancia en los aceros inoxidable súper dúplex comparados con los aceros inoxidable austeníticos tradicionales, debido a su bajo contenido de carbono. La precipitación de estos compuestos ocurre en un rango de temperatura de 550 a 800 °C donde se forman precipitados ricos en cromo en los límites de grano que producen corrosión intergranular (Elsabbagh et al., 2014).

2.7 Tratamiento Térmico de Envejecimiento

Este tipo de tratamiento busca la precipitación de partículas duras en el acero y se conoce como envejecimiento, cuyo principio se basa en la solubilidad de un elemento en otro en función de la temperatura (Argandoña, 2017). En el caso de los DSS y SDSS, durante los tratamientos térmicos de envejecimiento la fase χ es la primera fase intermetálica en precipitar en los límites α/γ (Calliari et al., 2012). La figura 2 corresponde al diagrama TTT del acero UNS-S32760. Se observa que la nariz más pronunciada se encuentra aproximadamente a 850°C, a esta temperatura se da la tasa más alta de precipitación.

Figura 2.

Diagrama Esquemático TTT acero SDSS S32760 encontrado en la Literatura



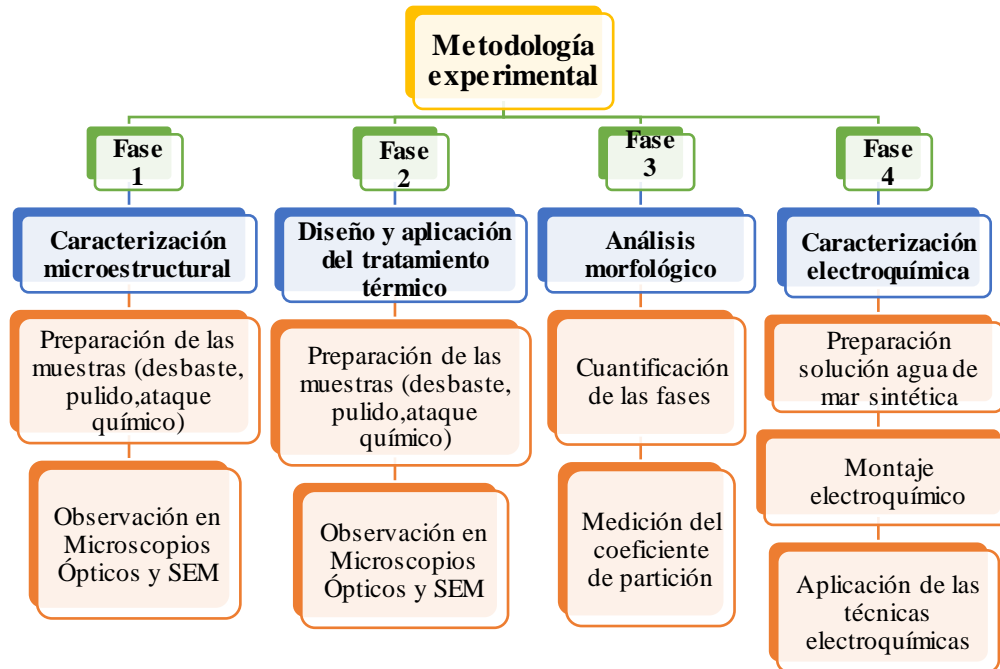
Nota. Tomado de (Berlanga et al., 2017).

En la literatura se encuentran distintos tratamientos térmicos de envejecimiento realizados a SDSS. *Calliari & Ramous* experimentaron con el acero UNS-S32760, donde obtuvieron un porcentaje de precipitación de fases secundarias de 9.5% (fase sigma y chi, principalmente) a una temperatura de 900°C con un tiempo de envejecimiento de 15 min. Otro de sus ensayos arroja que para una temperatura de 950°C y con un tiempo de envejecimiento de 25 min se obtiene un porcentaje de precipitados indeseables del 15.4%, destacándose el aumento de los granos de la fase sigma, como nos indica la literatura. Por otro lado, *Berlanga* evidenció un 18,62% de fase sigma al tratar al UNS-S32760 a una temperatura de 850°C con un tiempo de envejecido de 25 minutos. (Calliari et al., 2012; Berlanga., 2017).

3. Metodología Experimental

Figura 3.

Metodología Experimental Implementada en el Presente Trabajo de Grado



3.1. Caracterización Microestructural

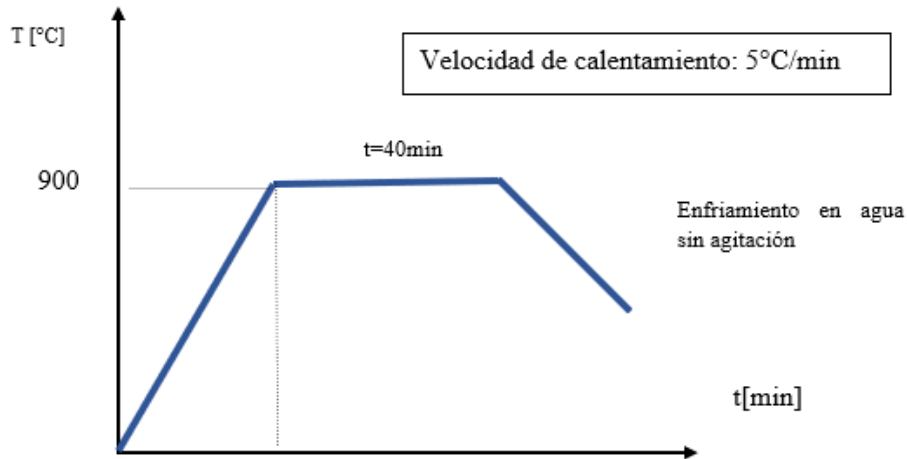
Para el desarrollo del proyecto se partió de una barra cilíndrica de acero inoxidable súper dúplex UNS-S32760 de diámetro de 1.5 cm. La preparación de la muestra se realizó con base a la norma ASTM E3 (*Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens*). Inicialmente, se llevó a cabo el proceso de corte del acero inoxidable súper dúplex, se realizaron cortes de 7mm para 4 probetas diferentes. Una muestra representativa se montó en frío con una relación de 100 de resina y 25 de catalizador. Otra probeta se destinó para análisis metalográfico, implementando un montaje en caliente con resina termoestable (baquelita), ambas muestras en su estado metalúrgico de suministro de fábrica. Por otro lado, las dos probetas restantes se les aplicó los

mismos montajes, pero después de realizarle un tratamiento térmico. Posteriormente, se continuó con el proceso de desbaste en el que se emplearon papeles abrasivos desde un grano grueso #60 hasta abrasivos más finos (#600 para pruebas electroquímicas y #1500 para caracterizaciones microestructurales). Seguidamente, se realizó el proceso de pulido para las muestras destinadas a microscopía. Con el fin de obtener una superficie especular, se empleó pasta de diamante de 3 y 1 μm . Para revelar la microestructura de la pieza sin tratamiento térmico se efectuó un ataque por inmersión utilizando el reactivo Behara Modificado (60ml H_2O , 40 ml HCl y 1g de $K_2S_2O_5$). Las muestras fueron observadas en 3 equipos diferentes: Microscopio Óptico Olympus GX41, Microscopio Óptico Confocal HIROX modelo KH770 y el Microscopio Electrónico de Barrido FEG (Field Emission Gun) QUANTA FEG 650, las características de las imágenes tomadas para este último equipo se encuentran en el apéndice A.

3.2 Diseño y Aplicación del Tratamiento Térmico

El tratamiento térmico seleccionado fue envejecimiento isotérmico. Con este tratamiento se busca simular las temperaturas de los diferentes procesos de soldadura a los que son sometidos estos aceros y estudiar la cantidad de precipitados intermetálicos presentes a causa de este. A continuación, se presenta el diseño del tratamiento térmico para el acero SDSS UNS-S32760 basado en el diagrama TTT (Temperatura-Tiempo-Transformación) mostrado en la figura 2 y en los diversos estudios experimentales expuestos anteriormente. Se ha decidido someter la muestra a una temperatura de 900°C por un tiempo de 40 minutos, dicha temperatura se ha considerado por diversos autores como temperatura crítica de precipitación de fase sigma en aceros inoxidables dúplex y súper dúplex (Calliari et al., 2012; Ferro et al., 2014, Berlanga, 2017). Con respecto al tiempo implementado, se seleccionó con el fin de que la fase primordial precipitada sea sigma y no chi (χ , fase secundaria que se forma a la misma temperatura) ya que el efecto de esta fase sobre

las propiedades del material es difícil de cuantificar, debido a que suele coexistir con la fase σ y su proporción respecto a ésta es muy baja (Rodríguez et al., 2003).



Posterior al tratamiento térmico, se procedió a desbastar y pulir la muestra de la misma manera cómo se realizó con la probeta en su estado metalúrgico de suministro (sin tratamiento térmico) a excepción del ataque químico, ya que la probeta fue atacada con el reactivo Murakami Modificado ($15\text{g } K_3Fe(CN)_6$, $15\text{g } KOH$ y $30\text{ ml } H_2O$), esto se hizo con el fin de revelar la fase precipitada sigma.

3.3 Análisis Morfológico

3.3.1. Cuantificación de Fases en la Microestructura del Material

Se determinó la fracción volumétrica presente en cada sección, para ello se utilizó el software de análisis de imagen ImageJ, para lo cual fue necesario tomar 20 micrografías a un aumento de 280X. A partir de las micrografías obtenidas se determinó la cantidad de cada fase de austenita y ferrita para los dos estados metalúrgicos trabajados (pieza sin tratamiento térmico y pieza tratada térmicamente).

3.4. Caracterización Electroquímica

Para llevar a cabo dicha caracterización electroquímica, se realizó un montaje en una celda convencional comprendida por tres electrodos: un electrodo de trabajo que corresponde al acero inoxidable súper dúplex, un contra electrodo de platino (Pt) y un electrodo de referencia (Calomel saturado). Los electrodos fueron sumergidos dentro de una solución de agua de mar sintética a un volumen de 500 ml. Previamente es necesario realizar la unión eléctrica mediante un cable conductor (comprobar conductividad a través de un multímetro) y haber realizado el montaje en frío para aislar la probeta. Cabe resaltar que algunos ensayos fueron realizados a temperatura ambiente y otros fueron llevados a cabo a una temperatura crítica de 60°C.

Antes de llevar a cabo los ensayos, es necesario preparar el agua de mar sintética, cuya composición química se encuentra en el apéndice B. Para esto, se tomó como referencia la norma ASTM D1141-98, *Standard Practice for Preparation of Substitute Ocean Water*. Dicha norma indica que para la preparación se deben diluir 41.953g de sal marina en 1000ml de agua desionizada (resistividad de 18.2 $M\Omega/cm$) hasta garantizar solubilidad total.

Con el fin de conocer la susceptibilidad del material a la corrosión localizada, se empleó la técnica de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP, por sus siglas en inglés), descrita en la norma ASTM G61-86, *Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion Susceptibility of Iron, Nickel or Cobalt Based Alloys*. A través de esta técnica, es posible evaluar los potenciales críticos de la aleación, es decir, el potencial de picado y de repasivación a las diferentes condiciones expuestas. Al finalizar, se analizó la superficie de las probetas para identificar si hubo corrosión por picado mediante un Microscopio Óptico 3D HIROX modelo KH770.

Por otro lado, para evaluar la corrosión uniforme en la aleación, se emplearon las técnicas de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS, por sus siglas en inglés), Extrapolación de Tafel y Polarización Lineal para determinar la velocidad de corrosión. Por medio de la técnica de EIS, bajo la norma ASTM G106-89: *Standard Practice for Verification of Algorithm and Equipment for Electrochemical Impedance Measurement*, pudo calcularse los valores de resistencia a la polarización (R_p). Mientras que, con ayuda de la técnica de Extrapolación de Tafel, se estimaron los valores de las pendientes anódicas y catódicas basándose en la normativa ASTM G59-97: *Standard Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements*. Por último, la técnica de Resistencia a la Polarización Lineal fue llevada a cabo con el fin de corroborar los resultados obtenidos mediante EIS. Las condiciones de trabajo de las pruebas electroquímicas se presentan en el apéndice C.

4. Resultados

En este capítulo se desarrollará una descripción de los resultados obtenidos, incluyendo el análisis microestructural del material y los ensayos electroquímicos llevados a cabo.

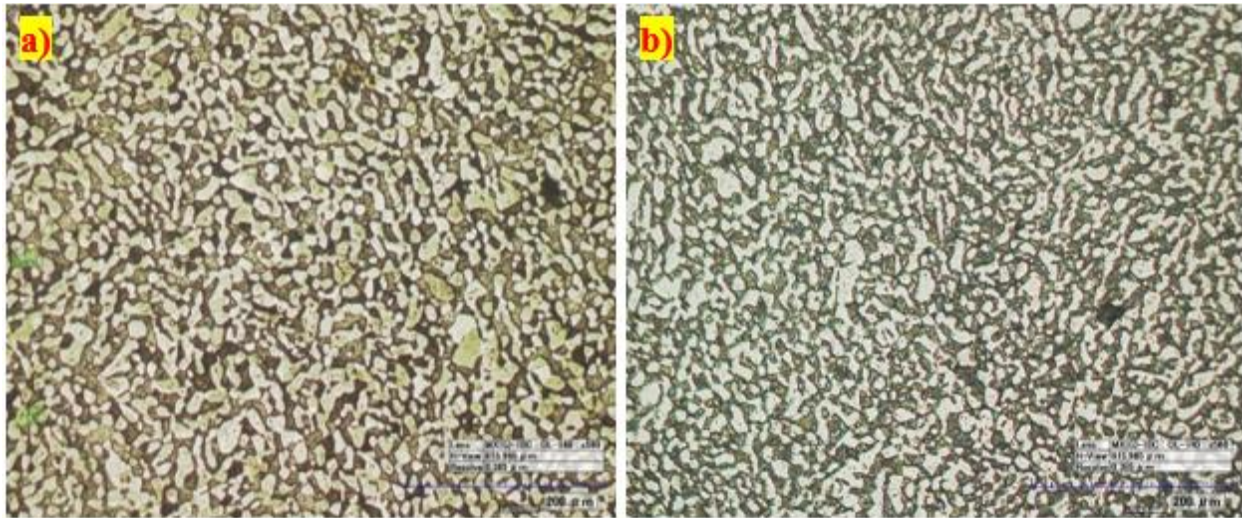
4.1. Caracterización de la Microestructura

El material en estudio se caracterizó mediante las técnicas de análisis metalográfico descritas en el capítulo anterior. Primeramente, se ha usado el Microscopio Óptico convencional, sin embargo, al momento de identificar las fases precipitadas presentes en la estructura bifásica del acero, no se lograron distinguir entre sí, por lo que, se procedió a observar las microestructuras con la ayuda de un Microscopio Óptico Confocal y posteriormente en el Microscopio Electrónico

de Barrido. La figura 4 corresponde a las microestructuras del material como se recibió de fabrica (sin tratamiento térmico) y post aplicación del tratamiento térmico.

Figura 4.

a) Microestructura Acero SDSS UNS-S32760, b) Microestructura Acero SDSS UNS-S32760 Tratado Térmicamente a 900°C por 40 minutos



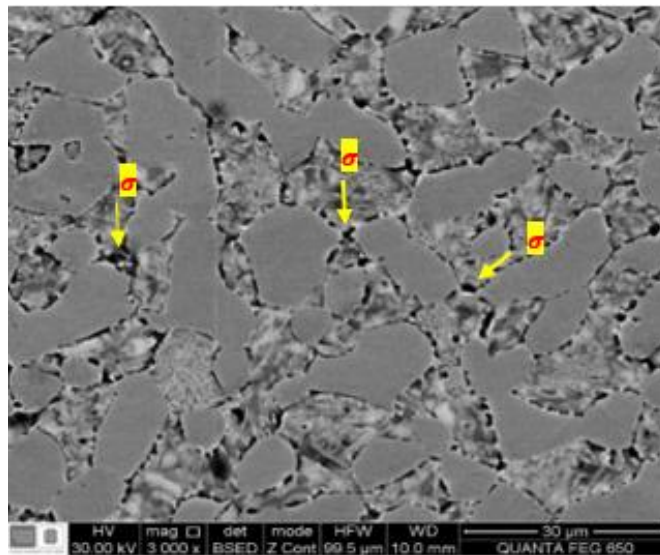
En las figuras 4a y 4b, la microestructura está constituida por islas de austenita en una matriz ferrítica. γ se observa en tonos más claros (color blanco), mientras que α aparece en tonos un poco más oscuros (amarillo-marrones), dichas micrografías fueron tomadas a un aumento de 560X. Por otro lado, “las fases secundarias se destacarán por su color negro tras realizarse el ataque con reactivo Murakami modificado” (Argandoña, 2017). En cuanto al tamaño de las partículas, con base en la revisión bibliográfica llevada a cabo, se afirma que, al aumentar el tiempo de envejecimiento, las dimensiones de las partículas precipitadas también aumentan, dando como resultado un efecto de fragilización cada vez más nocivo (Calliari et al., 2012).

Para observar las fases precipitadas, se empleó el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM, por sus siglas en inglés). En la figura 5 puede observarse la fase sigma en color negro, la cual nuclea en la interfase ferrita/austenita y en las uniones triples de los límites de grano (Biezma

et al., 2021). En el apéndice D se encuentran micrografías adicionales donde se evidencia presencia de fases deletéreas tomadas a través de SEM.

Figura 5.

Microscopía Acero SDSS UNS S32760 Tratada Térmicamente Obtenida a Través de SEM



Por otro lado, con las micrografías tomadas en el Microscopio Óptico Confocal y la ayuda del Software ImageJ se calculó la fracción volumétrica de austenita y ferrita presente para el acero UNS-S32760 en los dos estados metalúrgicos trabajados en la presente investigación. Los resultados se muestran a continuación en la tabla 2.

Tabla 2.

Datos de Fracción Volumétrica Acero SDSS UNS S32760

Estado metalúrgico	Fracción volumétrica Ferrita (%)	Fracción volumétrica Austenita (%)
UNS S32760	55,011 ± 4,425	44,989 ± 4,425
UNS S32760 TT	50,87 ± 1,23	49,13 ± 1,23

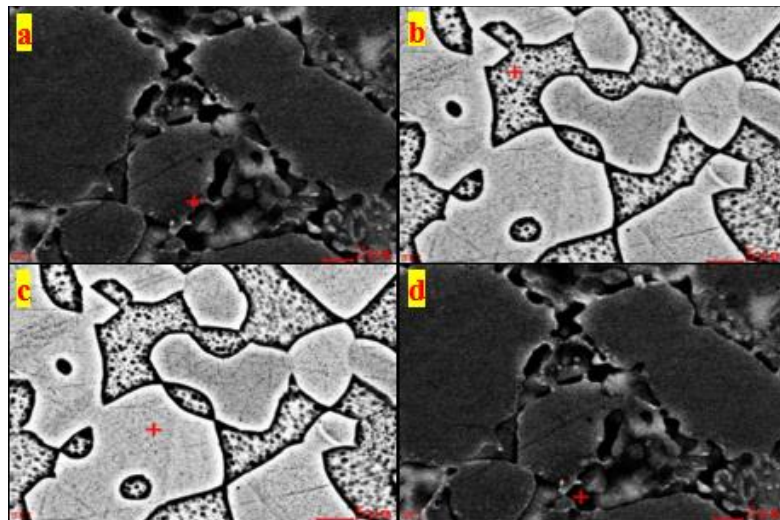
Los resultados arrojan una cantidad volumétrica proporcional para ambas fases, lo que le otorga al material óptimas propiedades de resistencia a la corrosión y ductilidad (Biezma et al.,

2021). Sin embargo, se observa un ligero decrecimiento del porcentaje de ferrita después del tratamiento térmico influenciado por la precipitación de fases secundarias como sigma. La formación de esta fase, a partir de la descomposición de la ferrita crea zonas empobrecidas y enriquecidas en Cr y Mo, creando un desequilibrio entre la estructura cristalográfica de estos dominios, lo que genera gran cantidad de dislocaciones inmobilizadas (Argandoña, 2017).

Para la determinación de la composición química de las fases se empleó el método de análisis de dispersión de energía de rayos X (EDX, por sus siglas en inglés). En la Figura 6 se muestra los puntos tomados para cada fase en sus estados metalúrgicos correspondientes.

Figura 6.

Análisis Composicional por Medio de EDS del Acero SDSS UNS S32760 para Cada Fase de Austenita/Ferrita: a) γ sin TT b) α sin TT c) γ con TT d) α sin TT



En la tabla 3 se encuentran los resultados promedio de los análisis SEM-EDS, en la cual se presenta la composición química de cada fase estudiada.

Tabla 3.*Coefficiente de Partición para las Fases Estudiadas del Acero SDSS UNS S32760*

Elemento	UNS S32760 sin tratar		UNS S32760 tratado		Coeficiente de	
	térmicamente		térmicamente		partición K	
	ferrita	austenita	ferrita	austenita	UNS S32760	UNS S32760TT
Mo	5,13	3,06	4,83	3,35	1,68	1,44
Cr	28,11	25,05	29,74	25,02	1,12	1,18
Mn	0,23	0,41	0,48	0,63	0,56	0,76
Ni	5,44	8,92	4,35	8,42	0,61	0,52
Fe	60,17	62,56	61,09	63,21	0,96	0,97

Se observa que los elementos estabilizadores de la ferrita (Cr, Mo) se encuentran en mayor proporción en dicha fase, análogamente, la austenita está enriquecida en sus elementos estabilizadores (Ni, Mn). Por otro lado, se observa que el tratamiento térmico efectuado produce variación en la composición química de las fases al comparar los dos estados metalúrgicos trabajados, este cambio en la composición altera propiedades como la tenacidad al impacto y la resistencia a la corrosión del material (Biezma et al., 2021).

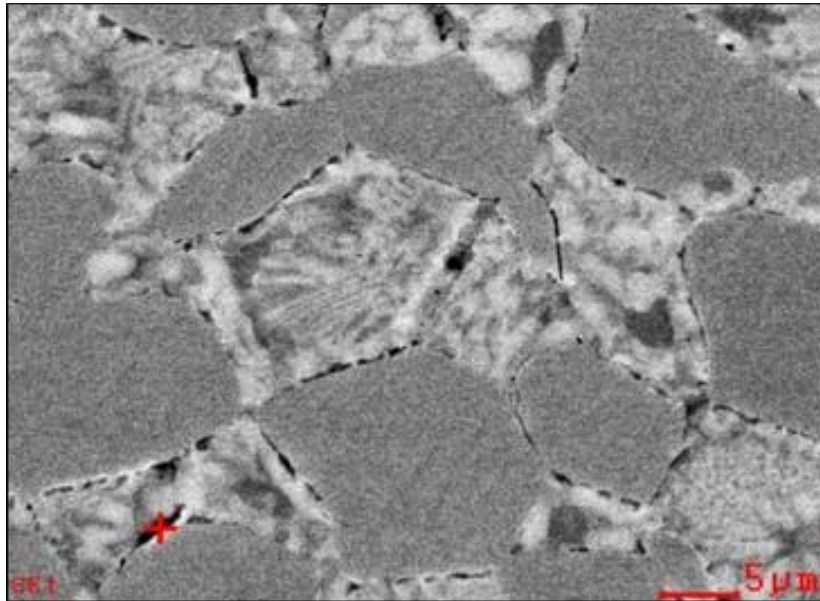
Resulta significativo conocer la cantidad de todos los elementos en cada fase ya que, a medida que aumenta la cantidad de estabilizadores de ferrita como Cr, Mo y Si, aumenta la probabilidad de que precipite la fase sigma en la microestructura del acero (Calliari et al., 2012). Además de los resultados de composición química, en la tabla 3 podemos observar el coeficiente de partición K, el cual se calcula con la finalidad de analizar la variación de las composiciones químicas de cada fase en función de la temperatura, dicho valor de K, para los aceros dúplex y súper dúplex, tiende al valor de la unidad cuando el material se somete al proceso de recocido

(Pérez Ceballos Ana María, 2015). Los coeficientes de partición de los elementos químicos reportados confirman que la ferrita y la austenita tienen una composición balanceada: valores superiores a 1 para los elementos estabilizadores de la ferrita y menores que 1 para los elementos que estabilizan la austenita (Calliari et al., 2012; Pérez Ceballos Ana María, 2015).

En el apéndice E podemos observar la distribución de los elementos de aleación del acero SDSS UNS S32760, donde los primeros mapeos corresponden a la muestra en su estado de suministro seguidos de los mapeos realizados después del tratamiento térmico implementado. Dichos resultados son acordes a lo expuesto en el análisis SEM-EDS en cuanto a la composición química del material. Sin embargo, puede observarse que algunos elementos (Cr, principalmente) se distribuyeron uniformemente en ambas fases (austenita y ferrita) después de ser sometidos al tratamiento de alta temperatura. *Westin* propuso que la partición de Cr entre ferrita y austenita está relacionada con el contenido de Ni. Un mayor contenido de Ni promueve una mayor transformación de ferrita en austenita y, por lo tanto, el Cr estaría más concentrado en la fase ferrita (Zhang et al., 2018).

4.1.1 Análisis Fase Precipitada

Para el análisis de los precipitados obtenidos después del tratamiento térmico empleado al acero UNS S32760, se procedió a cuantificar la composición química tomando bajo estudio un espectro de la micrografía ilustrada en la figura 7. Los resultados arrojados confirman que se trata de la precipitación de fase sigma, cuyos valores obtenidos de composición química están en concordancia con lo expuesto anteriormente en el ítem teórico.

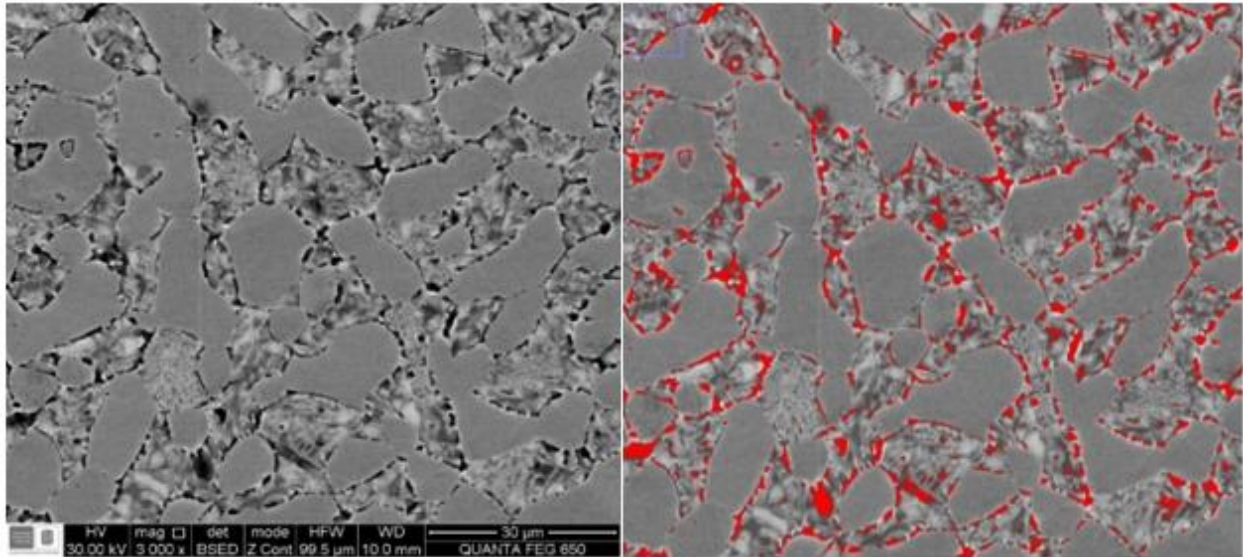
Figura 7.*Espectro Precipitación de Fase Sigma***Tabla 4.***Composición Química de Fase Sigma*

Element	Wt%	At%
MoL	03,13	01,82
CrK	24,24	26,02
FeK	63,52	63,49
NiK	09,12	08,67
Matrix	Correction	ZAF

Con la ayuda del software ImageJ se estimó el porcentaje de fases precipitadas, se resaltó con color rojo a la fase sigma (ver figura 8), el valor promedio obtenido fue de 6,062% con una desviación estándar de $\pm 5,03$.

Figura 8.

Acero SDSS UNS S32760 Tratado Térmicamente con Presencia de Fases Indeseables (color rojo en imagen derecha)



4.2 Caracterización Electroquímica

4.2.1 Polarización Potenciodinámica Cíclica

Esta técnica consiste en hacer un barrido de potencial anódico desde el valor de E_{corr} hasta el valor de potencial al cual se alcanza una densidad de corriente de $5\text{mA}/\text{cm}^2$, en dicho valor se inicia un barrido inverso (dirección catódica) hasta que éste cruza la curva de ida (anódica). Una vez alcanzada la densidad de corriente límite, la curva empieza a formar un ciclo de histéresis, dicho tamaño de ciclo indica si después de deteriorarse la capa pasiva, ésta es capaz o no de recuperarse y continuar protegiendo la aleación (Esteves et al., 2018). Además, en el gráfico obtenido podemos observar las zonas de activación o inmunidad del material, su rango de pasivación, el potencial de picado, el cual representa el límite de potencial por encima del cual nuclea picaduras y el potencial de protección o repasivación, en donde la cavidad se sitúa en condiciones de inmunidad termodinámica, atendiendo a las propiedades del sistema (Argandoña,

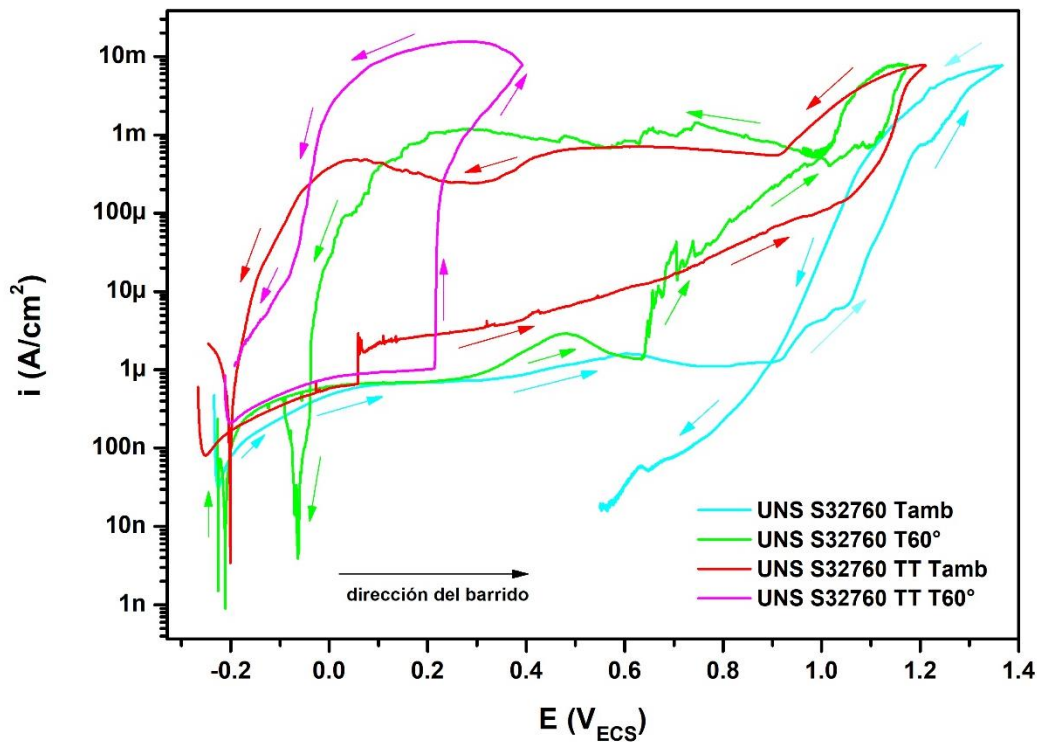
2017). Este último valor se obtiene cuando la curva en el barrido de vuelta cruza la curva de polarización del barrido de ida, mientras que, E_p es calculado al definir un valor constante de densidad de corriente de $10\mu\text{A}/\text{cm}^2$.

En la figura 9; se ilustra el ensayo realizado a través de la técnica de Polarización Potenciodinámica Cíclica para las dos (2) muestras del material evaluadas. Se decidió trabajar a dos temperaturas distintas (T_{amb} , 60°C), con el fin de analizar el comportamiento de la fase sigma a una temperatura superior a 50°C , ya que se conoce que los aceros súper dúplex con presencia de fases deletéreas son afectados severamente por el picado a partir de esta temperatura (Lacoviello et al., 2017; Chavez et al., 2019).

La curva representativa de la muestra UNS S32760 T_{amb} (ver figura 9) cuenta con mejor resistencia a la corrosión localizada ya que alcanza la zona de pasividad muy rápidamente y se mantiene así hasta aproximadamente 900 mV vs ECS, además, es evidente un bucle de histéresis con un área relativamente pequeña, confirmando que el material logra tener una buena zona de pasividad, por lo cual se tiene una mayor resistencia al picado (Comer & Looney, 2006). Las curvas restantes arrojan una susceptibilidad mayor a sufrir corrosión localizada, sin embargo, es notable que la muestra UNS S32760 TT T_{60° es la más susceptible a presentar este fenómeno corrosivo (nótese la gran área abarcada por el bucle de histéresis), dicho material no presenta repasivación por lo que se encuentra muy vulnerable para que iones cloruro ingresen a la película pasiva, desestabilizando la misma y causando corrosión en el material. Esta disminución en la resistencia a la corrosión localizada está asociada con la formación de fases deletéreas y el cambio sufrido por el material en su composición química al someterse a altas temperaturas, lo que produjo un cambio significativo en el comportamiento del material al ser evaluado en este medio (agua de mar sintética).

Figura 9.

Curvas de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP) para un Acero Inoxidable SDSS UNS S32760 en Diferentes Condiciones Metalúrgicas Evaluadas a Temperatura Ambiente y a 60°C



Ahora bien, la tabla 5 presenta los valores de E_p y E_{rp} , denominados potencial de picado y potencial de repasivación, respectivamente. Es bien sabido que cuando existe poca diferencia entre estos dos valores, se espera una buena regeneración de la capa pasiva del material y, por ende, una mejor resistencia a la corrosión localizada (Comer & Looney, 2006). De acuerdo con los resultados, se sigue manteniendo que el material más resistente es el UNS S32760 Tamb cuyos valores de potenciales (E_p y E_{rp}) oscilan los 1000 mV vs ECS, arrojando índices de mayor resistencia al picado, con una pequeña diferencia entre sus valores ($E_p - E_{rp} = 171.1 \text{ mV}$). Por otro lado, resulta significativo como el valor de E_p disminuye aproximadamente a la mitad (585

mV vs ECS) después de someterse al tratamiento térmico de envejecimiento. Para la muestra UNS S32760 TT T60° no se obtuvo un potencial de protección, es decir, el material no logra estabilizar su capa pasiva y sufre procesos corrosivos continuamente.

Para la muestra UNS S32760 TT Tamb se observa un bajo potencial de repasivación (-198.6 mV vs ECS), además, dicho valor se encuentra muy próximo al potencial de circuito abierto ($E_{corr} = -237$ mV vs ECS), indicando que la muestra no es capaz de regenerar completamente la capa pasiva en presencia de picaduras, de hecho, la curva presenta una pseudo-pasivación ya que, trata de buscar el estado pasivo, pero presenta un leve aumento sostenido de la corriente a medida que aumenta el potencial.

Por otro lado, para las muestras trabajadas a 60°C, se cumple que, a medida que aumenta la temperatura, la película pasiva rica en cromo, se disuelve en la solución y se vuelve más delgada, haciéndose más fácil de romper (Dong et al., 2011), este fenómeno se ve reflejado en la disminución de los valores de E_p y E_{rp} .

Tabla 5.

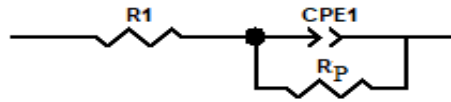
Potenciales Críticos Del Acero UNS S32760 en sus Dos Estados Metalúrgicos y Temperaturas Trabajadas

Solución	Muestras	E_p (mV) vs ECS	E_{rp} (mV) vs ECS	$\Delta E (E_p - E_{rp})$
	UNS S 32760 Tamb	1068	896.88	171.11
Agua de mar sintética	UNS S 32760 T60°	656.4	-38.9	695.3
	UNS S 32760 TT Tamb	585	-198.6	783.6
	UNS S 32760 TT T60°	216.6	---	---

4.2.2 Espectroscopía de Impedancia Electroquímica

Dentro de los diferentes métodos electroquímicos implementados para el estudio de la corrosión, la EIS (por sus siglas en inglés), resulta ser la técnica más utilizada, ya que se obtiene una respuesta electroquímica que permite estudiar a profundidad la cinética de los procesos corrosivos. En este método se mide la variación de la impedancia en función de la frecuencia, dichas medidas pueden ser representadas en dos gráficos distintos (Nyquist y Bode). En la representación de Bode, se grafica $\log |Z|$ y el ángulo de fase ϕ Vs logaritmo de la frecuencia, $\log \omega$. Mientras que, en el gráfico de Nyquist, se representa la impedancia imaginaria (Z'') Vs impedancia real (Z') para diferentes valores de ω .

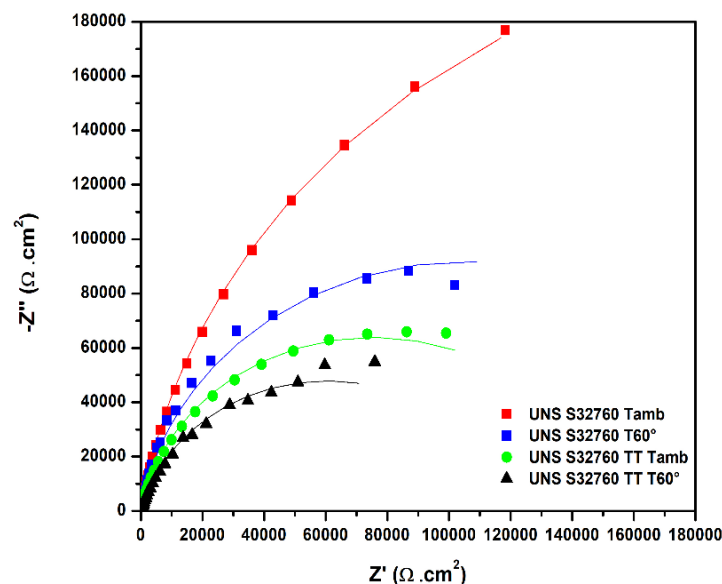
Para el espécimen estudiado se propuso el circuito equivalente tipo Randles mostrado en la figura 10, el cual se ajusta muy bien a cada frecuencia en relación al sistema electroquímico de este trabajo, con un margen de error muy pequeño (χ^2 del orden de 10^{-3}) determinado por el cuadrado de la desviación estándar entre los datos del ensayo y los simulados. Dicho circuito está compuesto por tres elementos: Resistencia a la solución (R_1), resistencia a la polarización (R_p) y un elemento de fase constante (CPE_1) en lugar de un capacitor ideal con el fin de mejorar el ajuste de los datos. En la figura 11 podemos observar el diagrama de Nyquist para el acero UNS S32760 en los dos estados metalúrgicos trabajados en este estudio, donde los puntos son equivalentes a los datos experimentales del ensayo electroquímico y las líneas sólidas al ajuste obtenido a partir del circuito equivalente. En este diagrama se puede observar la resistencia a la polarización (R_p) del material, cuyo valor es inversamente proporcional a la densidad de corriente de corrosión y se determina por el diámetro del semicírculo del gráfico.

Figura 10.*Circuito Equivalente Tipo Randles*

En el acero UNS S32760 Tamb, se obtuvo un diámetro de semicírculo mayor que el observado para las demás muestras, lo que significa que dicho acero se encuentra con una mejor protección frente al ataque por corrosión generalizada. Por otro lado, el menor valor de R_p fue para la muestra UNS S32760 TT T60°, este resultado va acorde a la literatura y ocurre principalmente por la precipitación de fases deletéreas en los límites de grano (Biezma et al., 2021). En cuanto a la variable de temperatura, se observa también una disminución en los valores de R_p para las muestras tratadas a 60°C, indicando que a medida que aumenta la temperatura, disminuye el valor de R_p , por ende, disminuye la resistencia a la corrosión.

Figura 11.

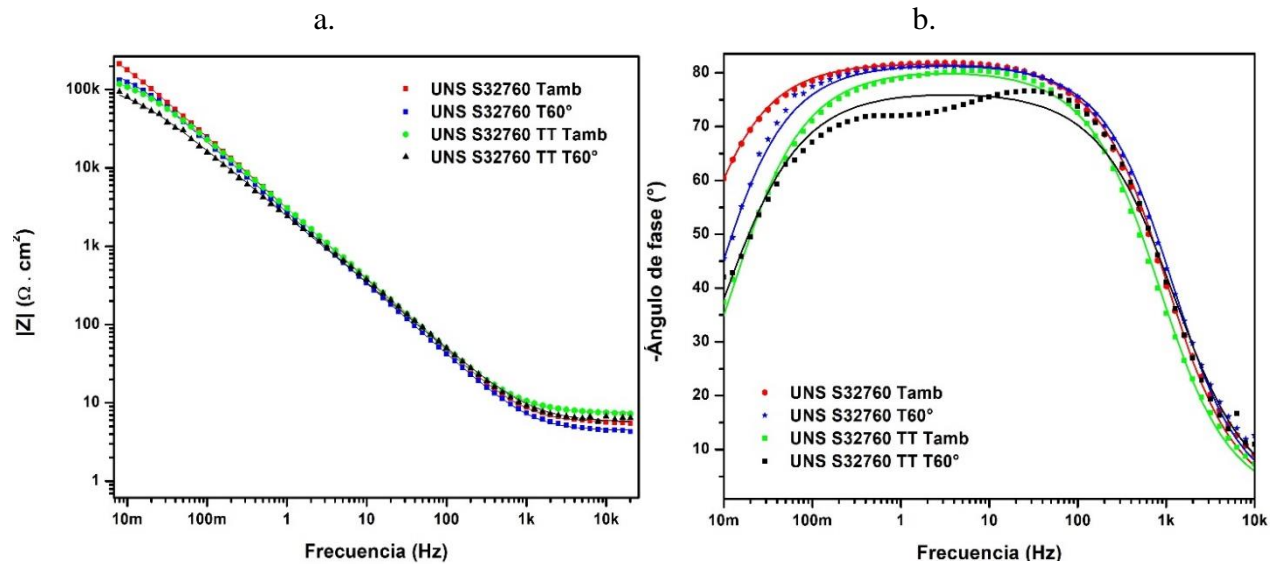
Diagrama de Nyquist del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS S32760 en su Estado de Suministro y Tratado Térmicamente en Agua de Mar Sintética a Temperatura Ambiente y a 60°C



Para los diagramas de Bode (ver figura 12) el espécimen con mayor módulo de impedancia ($|Z|$) a bajas frecuencias se obtuvo para el acero UNS S32760 Tamb, presentando menor velocidad de corrosión. Por otro lado, el acero UNS S32760 TT T60° arrojó el menor módulo de impedancia si se compara con los demás especímenes estudiados, sin embargo, se observan valores de impedancia similares para las 4 muestras sometidas a la solución de agua de mar sintética, lo que nos da un indicio de que, a pesar de las fases precipitadas y una disminución en su resistencia a la corrosión, en general, el material sigue teniendo buena capacidad protectora en este medio. Por otro lado, de la figura 12a también podemos inferir si se trata de una región dominada por elementos resistivos o capacitivos, dependiendo de la pendiente de la curva. En este caso podemos observar una pendiente de valor -1 en gran parte del gráfico, este valor indica que el diagrama tiende a ser capacitivo, a excepción de la zona de altas frecuencias, donde se observa una pendiente de 0, es decir, predominan elementos resistivos. La figura 12b corrobora lo mencionado anteriormente, donde nuevamente el acero UNS S32760 TT T60° es el que tiene menor ángulo de fase, por lo que, se le asocian procesos corrosivos mayores en comparación con el resto de probetas ensayadas.

Figura 12.

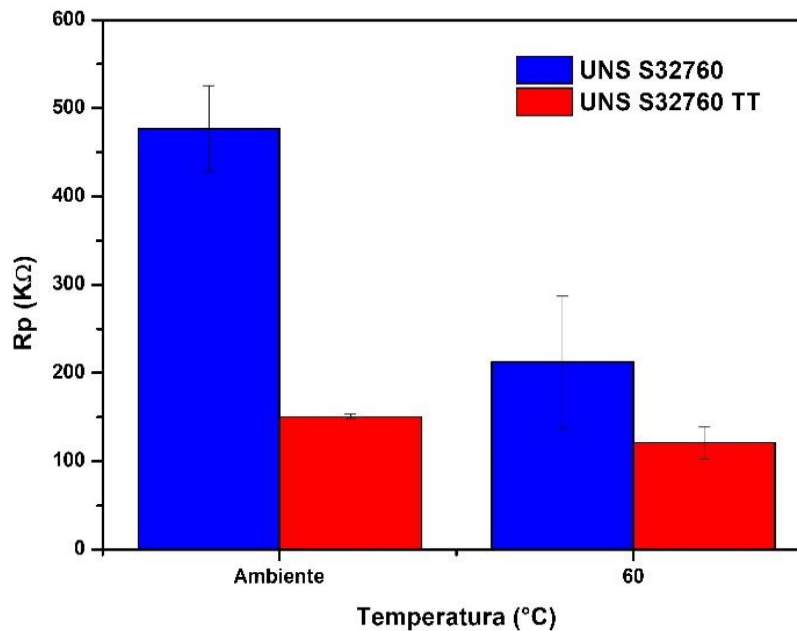
Diagramas de Bode del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS S32760 en su Estado de Suministro y Tratado Térmicamente en Agua de Mar Sintética a Temperatura Ambiente y a 60°C



Ahora bien, para una mejor facilidad de interpretación de los resultados, en la figura 13 se expone un histograma con los valores de R_p tomados de la técnica EIS para las 4 muestras sometidas a pruebas. Como se mencionó anteriormente, entre mayor valor de R_p , el material tendrá menor susceptibilidad a la corrosión generalizada (Cottis y Turgoose, 1999; Torres Delgado, 2022). Con base en lo mencionado, el material que mayor resistencia a la corrosión presentó fue el acero UNS S32760 Tamb, con un valor de R_p de $476.900 \text{ omhs} \cdot \text{cm}^2$, seguido de la muestra UNS S32760 T60° ($212.300 \text{ omhs} \cdot \text{cm}^2$) y, por último, las muestras tratadas térmicamente a temperatura ambiente y a 60°C, con valores de R_p de 150.600 y $121.000 \text{ omhs} \cdot \text{cm}^2$, respectivamente. Cabe mencionar que la resistencia a la polarización también puede ser calculada por medio de la técnica Resistencia a la Polarización Lineal (LPR, por sus siglas en inglés), cuyo dato se obtiene del valor de la pendiente entre la densidad de corriente y el potencial.

Figura 13.

Resistencia a la Polarización del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS S32760 en su Estado de Suministro y Tratado Térmicamente en Agua de Mar Sintética a Temperatura Ambiente y a 60°C



4.2.3. Método de Extrapolación de Tafel

La relación de Tafel se involucra habitualmente con la medición de la velocidad de corrosión de un metal bajo la norma ASTM 59-97: *Standard Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements*. Los gráficos representativos de este método ilustran como el logaritmo de la densidad de corriente en una reacción electroquímica varía linealmente con el potencial (Amin et al., 2009). Es importante aclarar que, al menos, una de las ramas de las curvas de polarización debe estar bajo control de proceso de transferencia de carga en la interfase electrodo/electrolito (McCafferty, 2005).

En la figura 14 se exponen las curvas de polarización obtenidas para aplicar el método de Extrapolación de Tafel. Dichas pendientes, se calcularon de acuerdo a la norma mencionada

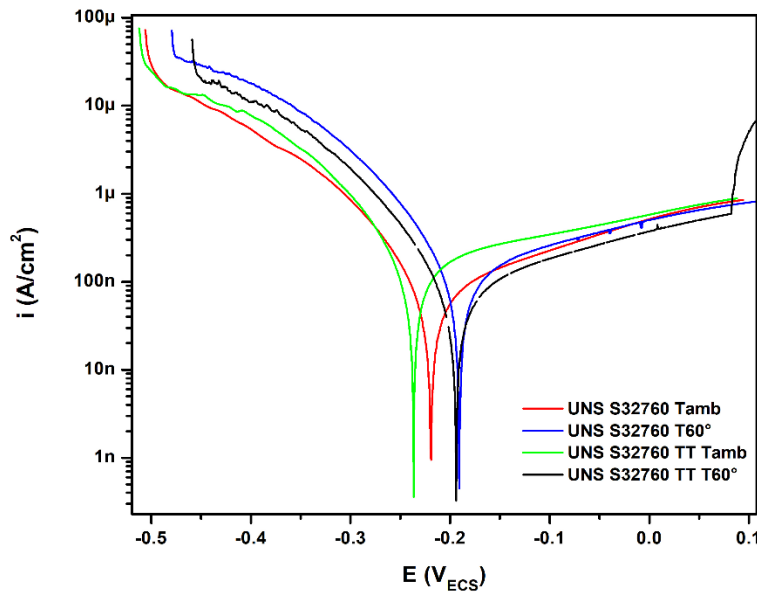
anteriormente, a 30 mV del potencial de corrosión (E_{corr}), ya que, en las proximidades de E_{corr} , los procesos anódicos y catódicos se influyen mutuamente, lo que provoca que las curvas de polarización no satisfagan la ley de Tafel (Amin et al., 2009; McCafferty, 2005).

Los valores de E_{corr} permiten conocer la tendencia del material a corroerse desde el punto de vista termodinámico. Un valor alto de E_{corr} se asocia con una baja probabilidad de que el material se encuentre expuesto a procesos corrosivos. Con base en esto, podemos analizar de la figura 14 que el metal con mejor protección, termodinámicamente hablando, es el acero UNS S32760 T60°, mientras que, el material con E_{corr} más negativo es el UNS S32760 TT Tamb. Ahora bien, desde el punto de vista cinético se debe analizar la densidad de corriente del material, la cual es directamente proporcional a la velocidad de corrosión. Sin embargo, al analizar este aspecto en la figura 14, visualmente no fue posible realizar una clara interpretación y lectura de los resultados, por lo que, dicho análisis se realizará en la siguiente sección de una manera más exacta y detallada.

Resulta importante mencionar que los análisis cinéticos y termodinámicos no siempre concuerdan en su totalidad, ya que este último, a diferencia del primero, está relacionado directamente con la ecuación de Nernst y la espontaneidad de las reacciones involucradas.

Figura 14.

Curvas del Método de Extrapolación de Tafel del SDSS UNS S32760 en su Estado de Suministro y Tratado Térmicamente en Agua de Mar Sintética a Temperatura Ambiente y a 60°C



4.2.4. Velocidad de Corrosión

A partir de la norma ASTM G59-97: *Standard Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements*, se determinó la velocidad de corrosión en $\mu\text{m/año}$ (micrómetros por año) a las dos temperaturas manejadas en el presente trabajo (ambiente y 60°C) empleando la ecuación 2, siendo k una constante con un valor de 0.00327 mm g/ $\mu\text{A cm año}$, i_{corr} es densidad de corriente ($\mu\text{A/cm}^2$), PE es el peso equivalente del material 23,972 (g/eq) y ρ hace referencia a la densidad del material: 7,85 g/cm^3 . Para calcular i_{corr} se empleó la ecuación 3, donde se tomaron los resultados de Rp de EIS, tales valores están relacionados con la velocidad de corrosión a través de las pendientes de Tafel (β_a y β_c), de modo que deben ser medidas o estimadas por medio de la ecuación de Stern-Geary.

$$V_{corr} = \frac{k \cdot i_{corr} \cdot PE}{\rho} \quad (2)$$

$$i_{corr} = \frac{\beta_a \cdot \beta_c}{2.303(\beta_a + \beta_c)} * \frac{1}{R_p} \quad (3)$$

En la tabla 6, se visualizan los valores obtenidos a partir de las ecuaciones 2 y 3. Al analizar los valores de i_{corr} , se puede observar que hay un comportamiento acorde a lo expuesto por diferentes autores en cuanto al efecto de las fases deletéreas precipitadas en los SDSS (Argandoña, 2017; Comer & Looney, 2006), en donde el mayor valor de i_{corr} se encuentra en la muestra UNS S32760 TT Tamb con un valor de $0,19 \frac{\mu A}{cm^2}$, mientras que el valor más bajo se obtuvo para la muestra UNS S32760 Tamb con un valor mucho menor de $0,059 \frac{\mu A}{cm^2}$.

A diferencia de las técnicas descritas anteriormente, en la extrapolación de Tafel la muestra UNS S32760 TT T60° no fue la que obtuvo menor resistencia a la corrosión uniforme. Estas diferencias halladas pueden ocurrir por diferentes razones, desde la posible deposición de una película pasivante o inclusive, una diferencia en el estado superficial de las muestras trabajadas, éste último factor ha sido expuesto por diferentes autores en sus investigaciones como posible responsable de desviaciones en el comportamiento de las curvas (Amin et al., 2009; McCafferty, 2005, Argandoña, 2017). “Un aumento en la rugosidad de la superficie de los aceros inoxidable da como resultado un aumento en la susceptibilidad a las picaduras y en la tasa de corrosión general” (Amin et al., 2009).

Tabla 6.

Parámetros Obtenidos por el Método de Extrapolación de Tafel y EIS del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS S32760 en su Estado de Suministro y Tratado Térmicamente en Agua de Mar Sintética a Temperatura Ambiente y a 60°C

Muestra	Temperatura (°C)	E _{corr} (mV) vs ECS	β_a (mV/dec)	β_c (mV/dec)	i_{corr} ($\mu A/cm^2$)	V _{corr} ($\mu m/año$)
UNS S32760	Ambiente	-219	356.4	78.2	0.059	0.59
	60	-191	521.8	81.5	0.14	1.45
UNS S32760	Ambiente	-237	392.6	85.2	0.19	1.91
TT	60	-194	178.8	58.1	0.16	1.61

4.3 Análisis Morfológico del Picado

A continuación, se presentan algunas micrografías ópticas 3D con su respectiva reconstrucción tridimensional de la topografía de la superficie del material después de ser sometido a la técnica CPP. En el apéndice F se encuentran capturas para cada condición estudiada.

En el caso de los aceros DSS y SDSS se ha estudiado cómo se da la nucleación y propagación de las picaduras en estos materiales. *B. Deng et al.* concluyeron tras su estudio sobre el efecto de los ciclos térmicos sobre un acero DSS UNS S31803, que “las picaduras nuclean de forma preferencial en la ferrita en las muestras sometidas a ciclos térmicos superiores a 600°C” (*B. Deng et al.*, 2009; Argandoña, 2017), es decir, que la presencia de fase sigma altera el lugar donde se nuclean inicialmente las picaduras, ya que, la formación de esta fase genera una reducción de cromo y molibdeno en la ferrita, creando zonas con menor resistencia a la corrosión, siendo más sensibles al ataque químico (Elsabbagh et al., 2014).

Para las muestras evaluadas a temperatura ambiente, a pesar de que el valor de E_p disminuyó considerablemente en la muestra UNS S32760 TT Tamb, no se reportó presencia de picaduras en ninguna de las dos probetas bajo esta condición de temperatura. De hecho, Beavers et al. indican en su investigación que el valor de E_p no es lo suficientemente confiable para evaluar el inicio de una picadura (Beavers, J. et al., 1998; Chavez et al., 2019). Por otro lado, Argandoña,

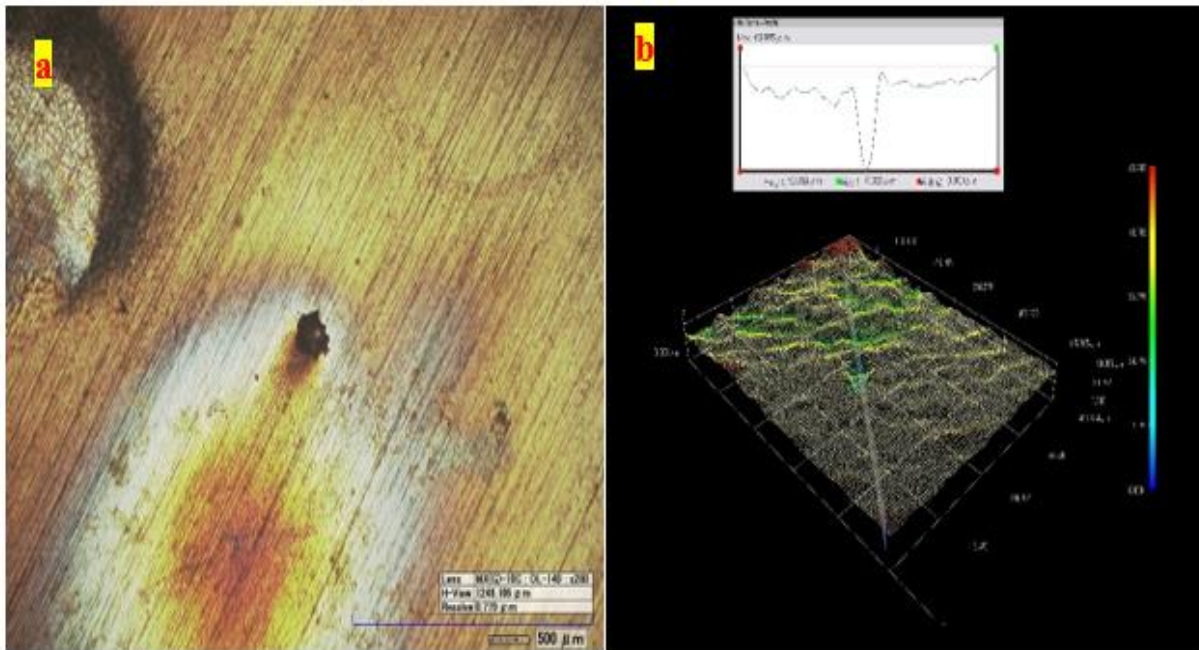
en su tesis doctoral, trabajó con el acero UNS S32760 en una disolución de 5% de NaCl, sus resultados arrojaron que fue necesario una precipitación de 18.62% de fase sigma para que el material sufriera picaduras (Argandoña, 2017). A pesar de que los ensayos realizados en este proyecto se trabajaron en un medio diferente, se puede inferir que, el porcentaje de fase σ precipitado en esta investigación (6.062%) no fue un factor suficiente para desestabilizar la capa pasiva y nuclear picaduras a temperatura ambiente.

Ahora bien, se conoce de antemano que un aumento de la temperatura propicia la nucleación de picaduras, alterando su forma y densidad (Dong et al., 2011). Para la muestra UNS S32760 T60°, a diferencia del ensayo realizado a temperatura ambiente, si se observó corrosión por picado en diferentes zonas de la probeta. En la figura 15 se muestra uno de los pozos medidos en el material, el cual tuvo una profundidad de 52.383 μm . La tonalidad de los pozos varía en su alrededor, esto posiblemente ocurre debido a la densidad de corriente aplicada en el ensayo (Torres Delgado, 2022; Chavez et al., 2019).

Así mismo, para el material UNS S32760 sin tratamiento térmico evaluado a 60°C se observa un ligero aumento de la densidad de corriente alrededor de los 900 mV vs ECS durante el barrido de regreso (ver curva verde, figura 9), hecho que se interpreta como una posible reactivación de la corrosión por picado, formándose nuevas picaduras dentro de las preexistentes. Con relación a esto, *Dong et al.* señalaron que los pozos crecen en capas concéntricas, “una vez que un pozo alcanza una cierta relación de volumen con respecto a una superficie, se inicia un nuevo pozo en el fondo del pozo anterior” (Dong et al., 2011).

Figura 15.

*Reconstrucción Digital 3D de un Pozo de Picado del SDSS UNS S32760 sin Tratamiento Térmico
Expuesto a la Técnica CPP en Agua de Mar Sintética a 60°*

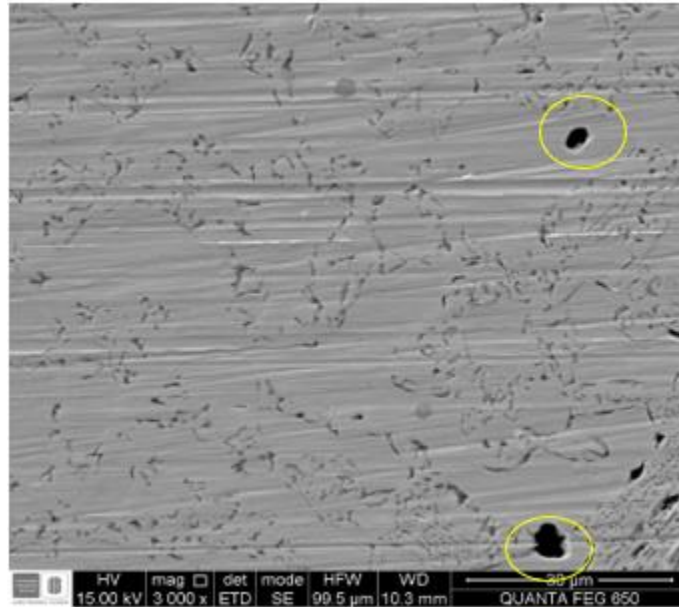


Para la muestra UNS S32760 TT T60° no se evidenció corrosión por picado al observarse en el Microscopio Óptico Confocal, sin embargo, al mirar la muestra en el SEM (por sus siglas en inglés) a una mayor magnificación, pueden observarse picaduras superficiales en diferentes zonas, las cuales no crecieron lo suficientemente para ser observadas a través del Microscopio Óptico.

La figura 16 muestra cómo la picadura crece en la matriz ferrítica del material, como otros autores señalaron anteriormente (Elsabbagh et al., 2014; Argandoña, 2017). Este fenómeno está influenciado principalmente por el cambio en la composición química del material al someterse a tratamiento térmico. De hecho, analizando nuevamente el coeficiente de partición (K) de la fase ferrita de los dos estados metalúrgicos trabajados (Ver tabla 3), nótese como la presencia de molibdeno (Mo) en la ferrita disminuye una vez realizado el tratamiento térmico, la ausencia de este elemento estabilizador de la fase ferrítica, propicia la nucleación de picaduras en la misma.

Figura 16.

Presencia de Picaduras en la Matriz Ferrítica del Acero SDSS UNS S32760 Expuesto a la Técnica CPP en Agua de Mar Sintética a 60°C después de Aplicación de Tratamiento Térmico



5. Conclusiones

Con base en el análisis metalográfico desarrollado, el acero inoxidable súper dúplex UNS S32760 presenta una microestructura constituida por islas de austenita en una matriz ferrítica. Fue posible realizar un tratamiento de envejecimiento isotérmico al material, del cual se obtuvo la precipitación de fase sigma con una fracción volumétrica aproximada de 6,062%. Esta aparición de la fase deletérea propició una disminución del porcentaje de ferrita presente en el acero en su estado de suministro de fábrica.

Los ensayos realizados implementando la técnica de Polarización Potenciodinámica Cíclica fueron útiles para calcular los potenciales de picado (E_p) y repasivación E_{rp} del acero SDSS UNS S32760. La precipitación de fase sigma, inducida por el tratamiento de envejecimiento isotérmico a 900°C causó una disminución significativa en los potenciales críticos. El valor de E_p disminuyó a la mitad en comparación con la muestra inicial sin tratamiento térmico, mientras que el potencial de protección pasó de 896.885 mV vs ECS a -198.6 mV vs ECS, evidenciándose lo perjudicial que resulta para los aceros inoxidables dúplex y súper dúplex la presencia de fases deletéreas sobre la resistencia a la corrosión localizada. Asimismo, se concluye que, al aumentar la temperatura, el material tiende a corroerse más fácilmente por la inestabilidad de la capa pasiva, evidenciado en valores menores de los potenciales críticos, de hecho, para la muestra tratada térmicamente a 60°C no se obtuvo un potencial de protección, es decir, la muestra presenta un ataque continuo a esta temperatura.

Las técnicas implementadas para evaluar la corrosión generalizada del acero SDSS UNS S32760 permitieron determinar la velocidad de corrosión del material. Como era de esperarse, el

acero en su estado de suministro obtuvo la menor velocidad de corrosión ($0.59 \mu\text{m/año}$), mientras que el valor más alto lo obtuvo la muestra tratada térmicamente y expuesta a temperatura ambiente ($1.91 \mu\text{m/año}$).

Con base en el análisis cinético, es posible concluir que la aleación no es susceptible a presentar corrosión generalizada ya que, a pesar de un leve aumento en la densidad de corriente de corrosión al modificar las variables de tratamiento térmico y temperatura, las velocidades de corrosión obtenidas fueron bajas. Por lo que, la presencia de fase sigma no influye significativamente sobre la corrosión uniforme del material, como si lo hace con la corrosión localizada.

6. Recomendaciones

Para los proyectos a futuro relacionados con esta línea de investigación se recomienda contemplar la posibilidad de detectar fases deletéreas mediante la técnica no destructiva de ultrasonido ya que la formación de fases secundarias en los límites de grano de los DSS y SDSS, se podría traducir en una atenuación de las ondas ultrasónicas. De este modo, se puede discernir mediante un método no destructivo la presencia de estas fases perjudiciales. Además, la formación de fases deletéreas no solo disminuye la resistencia a la corrosión, también afecta significativamente propiedades mecánicas, como por ejemplo la tenacidad a la fractura, por lo cual podría contemplarse la posibilidad de complementar esta investigación con ensayos mecánicos.

Referencias Bibliográficas

- Al-Moubaraki, A. H., & Obot, I. B. (2021). Corrosion challenges in petroleum refinery operations: Sources, mechanisms, mitigation, and future outlook. In *Journal of Saudi Chemical Society* (Vol. 25, Issue 12). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2021.101370>
- Amin, M. A., Abd El Rehim, S. S., & Abdel-Fatah, H. T. M. (2009). Electrochemical frequency modulation and inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy methods for monitoring corrosion rates and inhibition of low alloy steel corrosion in HCl solutions and a test for validity of the Tafel extrapolation method. *Corrosion Science*, 51(4), 882–894. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2009.01.006>
- Asrar, N., Mackay, B., Jackson, J. E., Aberdeen, A. J., Stavanger, J. S., & Vittonato, N. J. (2016). <http://www.g2mtlabs.com/corrosi>
- ASTM G102-89 (2015) Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurement. ASTM International. p. 1-7. doi: 10.1520/G0102-89R15E01
- ASTM G59 - 97(2014) Standard Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements ASTM International. p. 1-4. doi: 10.1520/G0059-97R14
- ASTM International. p. 1-12. doi: 10.1520/E0003-11R17
- ASTM, E3-11. (2017). Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens.
- Berlanga Labari, C & Biezma Moraleda M. (2017). *Influencia de bajas cantidades de fase sigma en las propiedades mecánicas y en la resistencia a corrosión localizada en tubos de acero*

- inoxidable dúplex UNS S32760*. 20/04/2022, de Universidad Pública de Navarra Sitio web: <https://academica-e.unavarra.es/xmlui/handle/2454/32176>
- Biezma, M. v., Martin, U., Linhardt, P., Röss, J., Rodríguez, C., & Bastidas, D. M. (2021). Non-destructive techniques for the detection of sigma phase in duplex stainless steel: A comprehensive review. *Engineering Failure Analysis*, 122(January), 105227. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2021.105227>
- Calliari, I., Breda, M., Ramous, E., Brunelli, K., Pizzo, M., & Menapace, C. (2012). Impact toughness of an isothermally treated Zeron® 100 SDSS. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 21(10), 2117–2123. <https://doi.org/10.1007/s11665-012-0138-y>
- Chan, Kai Wang, y Sie Chin Tjong. 2014. “Effect of secondary phase precipitation on the corrosion behavior of duplex stainless steels”. *Materials* 7(7): 5268–5304.
- Chávez, I. K. R., Calderón, S. L. P., & Ortiz, M. R. (2019). Use of electrochemical techniques to determine the resistance of a localized corrosion on a super duplex UNS s-32760. *Revista Materia*, 24(1). <https://doi.org/10.1590/s1517-707620190001.0626>
- Cojocar, E. M., Raducanu, D., Vintila, A. N., Alturaihi, S. S., Serban, N., Berbecaru, A. C., & Cojocar, V. D. (2020). Influence of ageing treatment on microstructural and mechanical properties of a solution treated UNS S32750/EN 1.4410/F53 Super Duplex Stainless Steel (SDSS) alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(4), 8592– 8605. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.05.127>
- Comer, A., & Looney, L. (2006). Corrosion and fatigue characteristics of positively polarised Zeron 100 base & weld metal in synthetic seawater. *International Journal of Fatigue*, 28(8), 826–834. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2005.11.012>

Dong, C., Luo, H., Xiao, K., Sun, T., Liu, Q., & Li, X. (2011). Effect of temperature and Cl⁻ concentration on pitting of 2205 duplex stainless steel. *Journal Wuhan University of Technology, Materials Science Edition*, 26(4), 641–647. <https://doi.org/10.1007/s11595-011-0283-4>

Ductile Irons and Austempered Ductile Irons View project Acciaio inossidabile Memorie Sigma phase precipitation modelling in a UNS S32760 superduplex stainless steel. <https://www.researchgate.net/publication/256497774>

Duplex stainless steel. *Corrosion Science*, 141, 30–45. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.06.030>

ECCA. (2011). *The Basics of Corrosion Technical paper Contents Introduction*.

Elsabbagh, F. M., Hamouda, R. M., & Taha, M. A. (2014). On microstructure and microhardness of isothermally aged UNS S32760 and the effect on toughness and corrosion behavior. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 23(1), 275–284. <https://doi.org/10.1007/s11665-013-0619-7>

ESTEVEZ, Luiza; CARDOSO, Marcelo; CUNHA LINS, Vanessa de Freitas. Corrosion Behavior of Duplex and Lean Duplex Stainless Steels in Pulp Mill. En: *Materials Research*. 2018, vol 21, p. 2-8.

Ferro, P., Bonollo, F., Timelli, G., Ferro, P., Bonollo, F., & Timelli, G. (2014). Sigma phase precipitation modelling in a UNS S32760 superduplex stainless steel New material standards for

Haugan, E. B., Næss, M., Rodriguez, C. T., Johnsen, R., & Iannuzzi, M. (2017). Effect of tungsten on the pitting and crevice corrosion resistance of Type 25Cr super duplex stainless steels. *Corrosion*, 73(1), 53–67. <https://doi.org/10.5006/2185>

- Hosseini, V. A., Karlsson, L., Engelberg, D., Wessman, S., & Karlsson, L. (2018). *Time-temperature-precipitation and property diagrams for super duplex stainless steel weld metals*. 517–533.
- Hwang, H., & Park, Y. (2009). Effects of heat treatment on the phase ratio and corrosion resistance of duplex stainless steel. *Materials Transactions*, 50(6), 1548–1552. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MER2008168>
- McCafferty, E. (2005). Validation of corrosion rates measured by the Tafel extrapolation method. *Corrosion Science*, 47(12), 3202–3215. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2005.05.046>
- Palacios D., Félix Leonel Vega P. (2004). Análisis de los efectos de la corrosión en los aceros inoxidables. 2005, de Universidad Tecnológica de Bolívar Sitio web: <https://repositorio.utb.edu.co/bitstream/handle/20.500.12585/1482/0026156.pdf?sequen>
- PEÑA, Dario *et al.* *Evaluación experimental de la resistencia a la corrosión de un acero AISI-SAE 4140 implantado con iones de nitrógeno*. En: Dyna. Septiembre, 2009, vol. 76 no. 159., p 43-52.
- Pérez Ceballos Ana María. (2015). *Estudio de la difusión y fragilización por hidrógeno de un acero inoxidable súper dúplex*. PhD Thesis, (November 2015), 26–31.
- Pohl, Michael, Oliver Storz, y Thomas Glogowski. 2007. “Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel”. *Materials Characterization* 58(1): 65–71.
- Salazar, J. A. (2015). Introduction to Corrosion Phenomena: Types, Influencing Factors and Control for Material’s Protection. *Tecnología En Marcha*, 28(3),
- Schweitzer P. A. (2009). Fundamentals of corrosion: mechanisms, causes, and preventative methods. CRC Press 2009-09-14
- Stradomski, Z., & Dyja, D. (n.d.). *Sigma phase precipitation in duplex phase stainless steels*.

Torres Delgado Ángela Viviana. (2022). *Evaluación de la resistencia a la corrosión de un acero inoxidable dúplex DIN/EN 1.4517 para uso en desalinizadores de agua de mar*. Tesis pregrado.

Zhang, Z., Jing, H., Xu, L., Han, Y., Zhao, L., & Lv, X. (2018). Effect of post-weld heat treatment on microstructure evolution and pitting corrosion resistance of electron beam-welded

Apéndices

Apéndice A. Características Equipo Microscopio Electrónico de Barrido FEG (Field Emission Gun) QUANTA FEG 650.

Las imágenes fueron tomadas con las siguientes características:

Alto vacío

Voltaje de aceleración (kV)

30

Electrones secundarios (**SE**): Everhart Thornley detector ETD

Detector para imágenes

Electrones retrodispersados(**BSE**): Back scattered electrón detector (BSED) tipo SSD

Análisis químico

Voltaje de aceleración (kV)

30

Detector

EDAX APOLO X resolución de 126.1 eV (en. Mn $K\alpha$)

EDS (Energy-Dispersive Spectroscopy). Software

Análisis

EDX Genesis. información semi-cuantitativa de los elementos químicos.

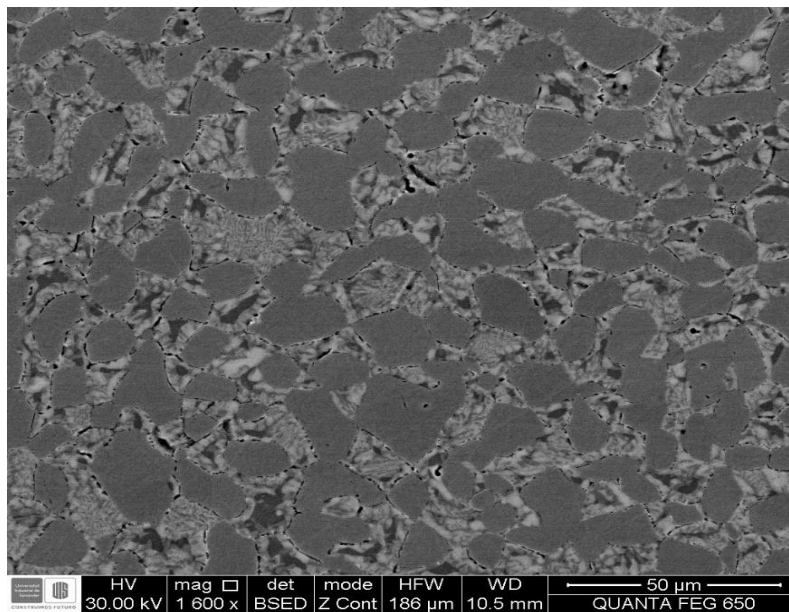
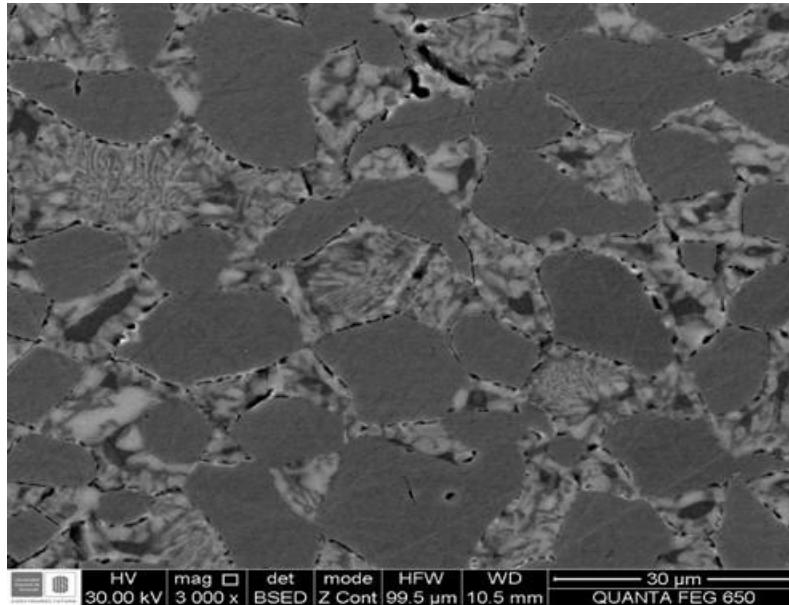
Apéndice B. Composición Química de Agua de Mar Sintética.

Composición	Mezcla Sal-Mar (%)	Sustituto de solución de agua de mar (g/l)
NaCl	58.49	24.53
$MgCl_2 - 6H_2O$	26.46	5.2
Na_2SO_4	9.75	4.09
$CaCl_2$	2.765	1.16
KCl	1.645	0.695
$NaHCO_3$	0.477	0.201
KBr	0.238	0.101
H_3BO_3	0.071	0.027
$SrCl_2 - 6H_2O$	0.095	0.025
NaF	0.007	0.003

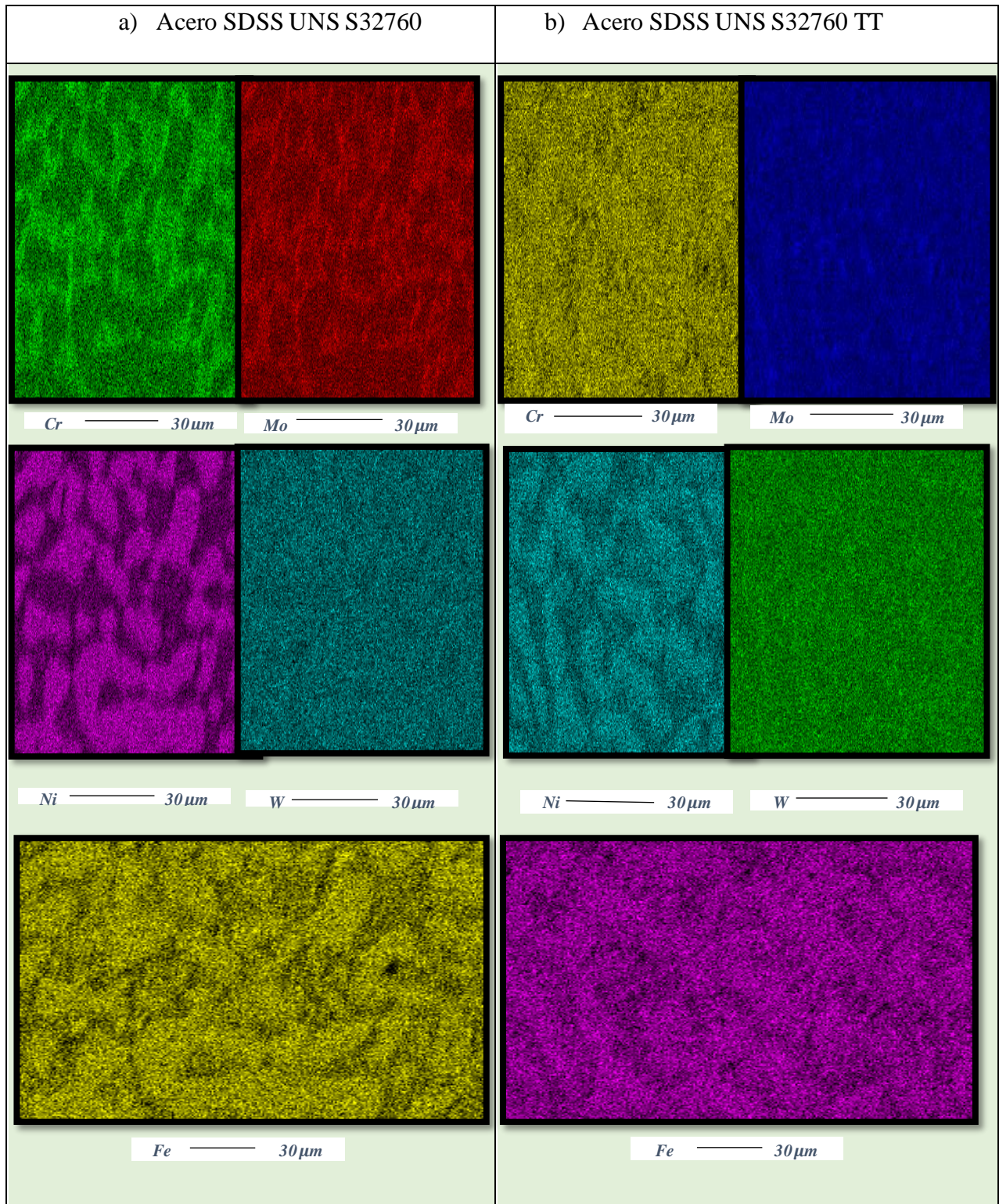
Apéndice C. Condiciones de Trabajo para las Pruebas Electroquímicas

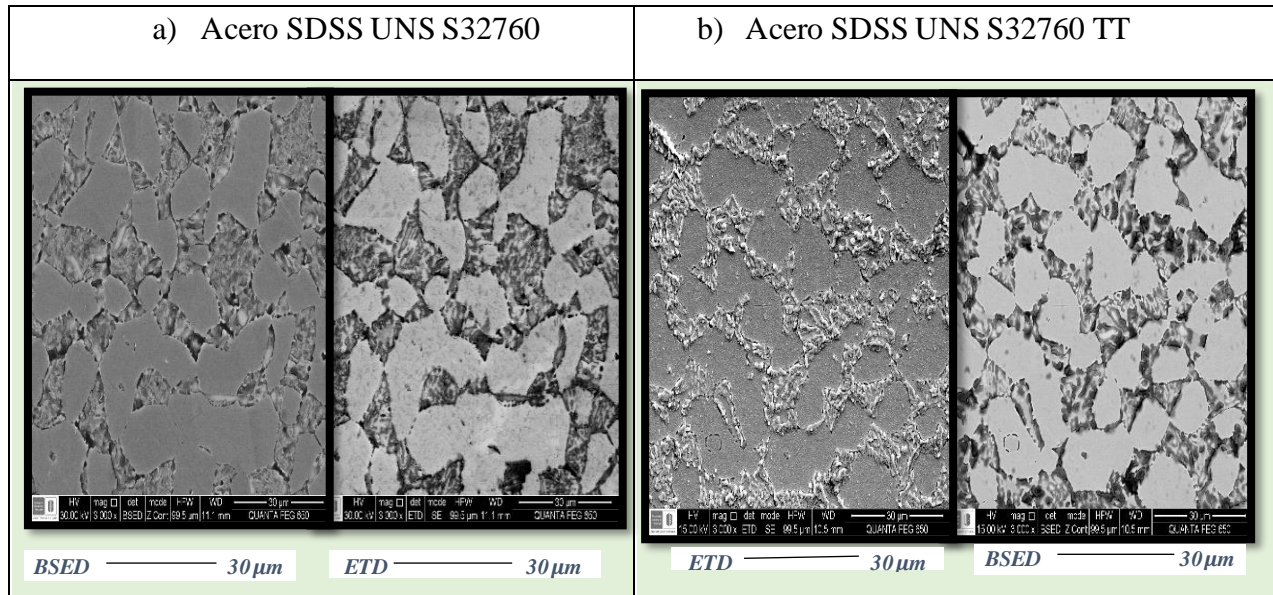
Parámetro	LPR	TAFEL	EIS	CPP
Potencial inicial (V vs E_{ocp})	-0.025	-0.3	---	-0.02
Potencial límite (V vs E_{ocp})		---	---	2.5
Potencial final (V vs E_{ocp})	0.025	0.3	---	0
Velocidad de barrido (mV/s)	0.167	0.167	---	0.167
Densidad de corriente límite (mA/cm ²)		---	---	5
Periodo de muestreo (s)	2	2	---	1
Frecuencia inicial (Hz)		---	20000	---
Frecuencia final (Hz)		---	0.01	---
Puntos/década		---	10	---
Voltaje AC (mV/rms)		---	10	---

Apéndice D. *Micrografías Mediante SEM donde se Evidencia Precipitados De Fase Sigma.*

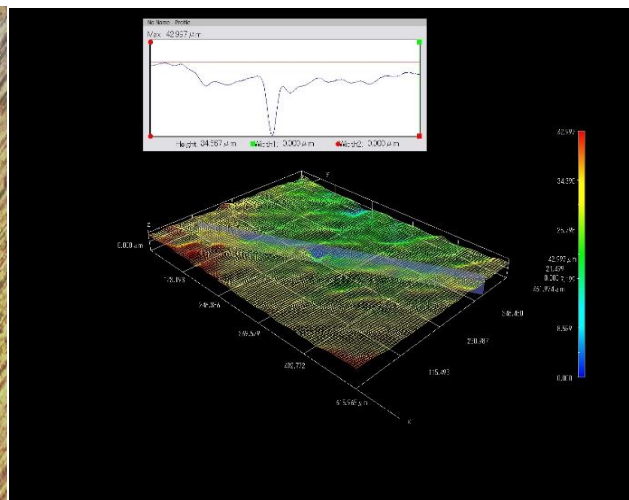


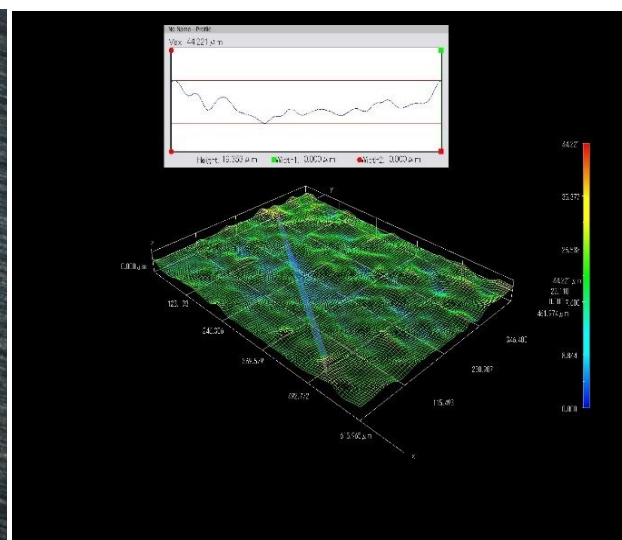
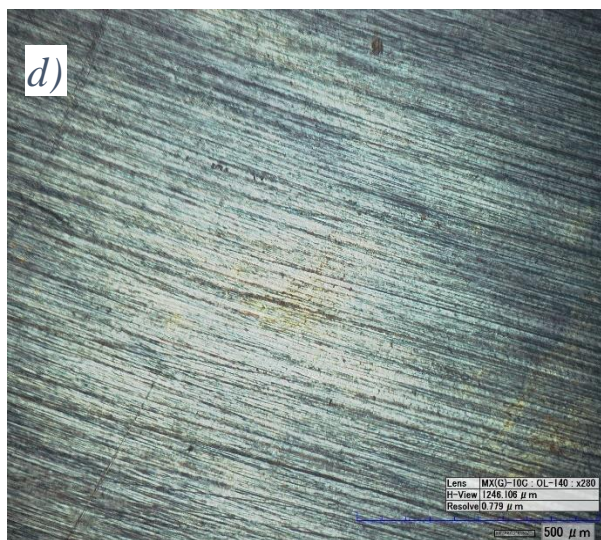
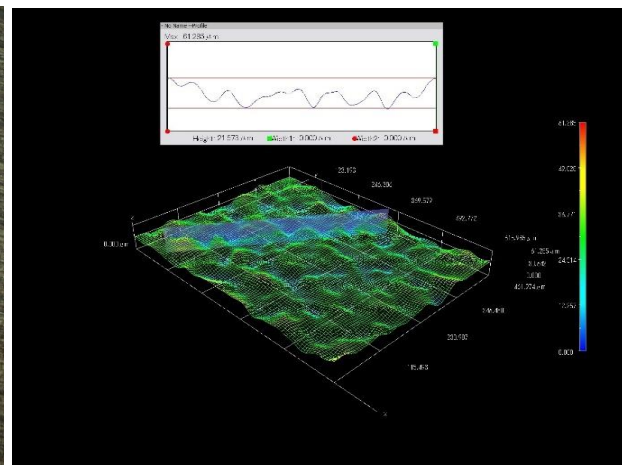
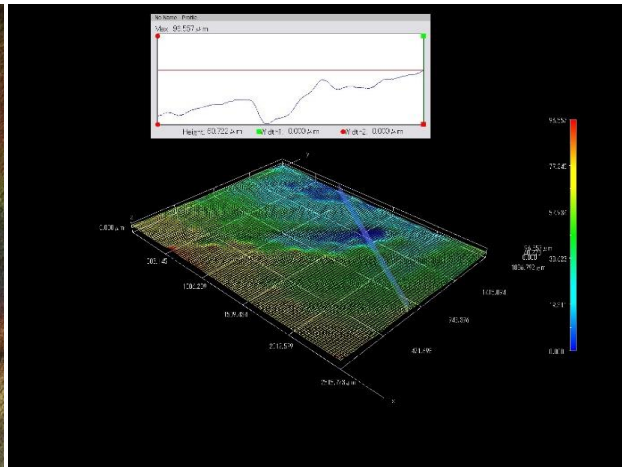
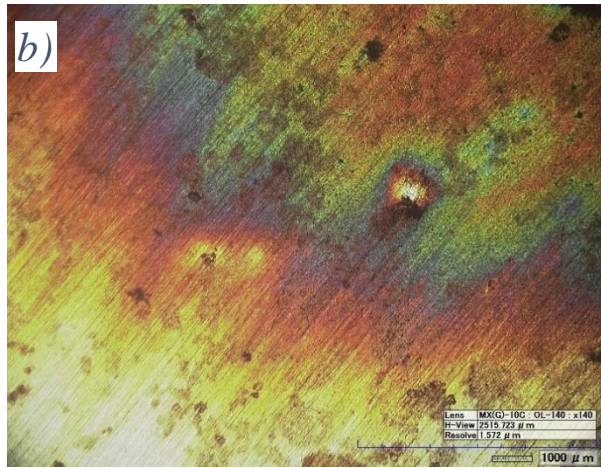
Apéndice E. *Mapeo Composicional por Medio De EDS de los Elementos Cr, Mo, W, Ni Y Fe de Cada Muestra del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS S32760.*





Apéndice F. Reconstrucción Digital 3D del Acero Inoxidable Súper Dúplex UNS S32760 Después de Sometimiento a Técnica CPP.





Reconstrucción digital 3D del acero inoxidable súper dúplex UNS S32760 después de sometimiento a técnica CPP. **a) y b)** Agua de mar sintética temperatura ambiente, **c) y d)** Agua de mar sintética a 60°C