

**Efecto del ion sulfato sobre la resistencia a la corrosión localizada por picado del acero  
inoxidable dúplex DIN/EN 1.4517**

**Edgar Steven González Mendoza**

**Trabajo de Grado para Optar el título de Ingeniero Metalúrgico**

**Directora**

**Ana María Pérez Ceballos**

**Doctora en Ingeniería**

**Codirector**

**Mauricio Rincón Ortiz**

**Doctor en Ciencia y Tecnología Mención Materiales**

**Universidad Industrial de Santander**

**Facultad de Ingenierías Físicoquímicas**

**Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales**

**Bucaramanga**

**2020**

### Dedicatoria

*A mi madre, por brindarme su apoyo, comprensión y sobre todo su amor que me brinda todos los días y me permite ser la persona que soy hoy en día.*

*A mi padre y hermano, por sus esfuerzos, enseñanzas y el apoyo que siempre me han brindado.*

*A Aleja por su compañía y colaboración cuando más lo necesitaba, en fin, por ser la mejor amiga que se puede tener.*

*A mis amigos en especial a los que conocí este último año por apoyarme, acompañarme y ser parte de este proceso.*

***Edgar Steven Gonzalez Mendoza***

### **Agradecimientos**

A mis directores Ana María Pérez Ceballos y Mauricio Rincón Ortiz, quienes siempre estuvieron disponibles y me orientaron a lo largo del proyecto y a cada uno de los profesores de la Escuela que hicieron parte de mi formación y colocaron una semilla para la realización de este proyecto.

Al Laboratorio de Microscopía de la Universidad Industrial de Santander- Parque Tecnológico Guatiguará y su personal, y a los técnicos de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencias de Materiales por toda la ayuda y servicios prestados para la realización de este proyecto de grado.

## Contenido

	<b>Pág.</b>
Introducción .....	15
1. Objetivos .....	17
1.1 Objetivo General .....	17
1.2 Objetivos Específicos.....	17
2. Marco Referencial.....	18
2.1 Aceros inoxidables dúplex (DSS).....	18
2.2 Industria de la pulpa y papel .....	19
2.3 Corrosión.....	20
2.3.1 Corrosión generalizada. ....	20
2.3.2 Corrosión localizada. ....	20
2.4 Pasividad.....	21
2.5 Técnicas electroquímicas .....	21
2.5.1 Técnica de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP). ....	21
2.5.2 Método de Extrapolación de Tafel.....	22
2.5.3 Técnica de Resistencia a la Polarización lineal (Rp). ....	22
2.5.4 Técnica de Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS). ....	22
2.6 Corrosión en aceros inoxidables dúplex .....	23
3. Metodología experimental .....	25

---

3.1 Fase 1. Caracterización microestructural .....	26
3.2 Fase 2. Caracterización electroquímica .....	27
3.3 Fase 3 Análisis morfológico .....	30
4. Resultados .....	31
4.1 Caracterización microestructural .....	31
4.2 Caracterización electroquímica.....	35
4.2.1 Velocidad de corrosión del acero dúplex DIN/EN 1.4517. ....	35
4.2.2 Técnica de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS). ....	36
4.2.3 Técnica de Resistencia a la Polarización Lineal (LPR).....	38
4.2.4 Método de Extrapolación de Tafel.....	41
4.2.5 Técnica electroquímica de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP).....	43
4.3 Análisis morfológico.....	46
5. Conclusiones .....	48
6. Recomendaciones .....	50
Referencias Bibliográficas .....	51
Apéndices.....	56

## Lista de Tablas

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. <i>Electrolitos usados en los ensayos electroquímicos y sus respectivos pH.</i> .....	28
Tabla 2. <i>Condiciones de trabajo para los ensayos electroquímicos.</i> .....	30
Tabla 3. <i>Composición química de un acero inoxidable dúplex DIN/EN 1.4517.</i> .....	32
Tabla 4. <i>Datos de fracción volumétrica y espaciamiento interaustenítico.</i> .....	34
Tabla 5. <i>Coeficiente de partición para las secciones estudiadas de acero DIN/EN 1.4517.</i> .....	34
Tabla 6. <i>Datos obtenidos de la técnica de Resistencia a la Polarización Lineal y EIS.</i> .....	40
Tabla 7. <i>Comparación entre la técnica EIS y el método de extrapolación de Tafel.</i> .....	43
Tabla 8. <i>Potenciales de picado y repasivación de la aleación DIN/EN 1.4517 determinados por CPP en soluciones aireadas a temperatura ambiente.</i> .....	45
Tabla 9. <i>Topografía de los pozos de picado en los distintos electrolitos empleados.</i> .....	47

**Lista de Figuras**

	<b>Pág.</b>
<i>Figura 1.</i> Metodología experimental usada en el proyecto de grado. ....	25
<i>Figura 2.</i> Micrografías ópticas obtenidas por SEM del acero DIN/EN 1.4517 sección longitudinal tomadas: a) a 300X b) a 1000X. ....	32
<i>Figura 3.</i> Micrografías ópticas obtenidas por SEM del acero DIN/EN 1.4517 sección transversal tomadas: a) a 300X b) a 1000X. ....	33
<i>Figura 4.</i> Diagramas de Bode de la aleación DIN/EN 1.4517 en los distintos electrolitos a temperatura ambiente, en la sección transversal: a) y c) y en la sección longitudinal b) y d). ....	37
<i>Figura 5.</i> Diagramas de Nyquits en la sección: a) Transversal y b) Longitudinal, con los distintos electrolitos estudiados a temperatura ambiente. ....	38
<i>Figura 6.</i> Curvas de Resistencia a la Polarización lineal en la sección: a) Transversal y b) Longitudinal, con los distintos electrolitos estudiados a temperatura ambiente. ....	39
<i>Figura 7.</i> Curvas del método de Extrapolación de Tafel con los distintos electrolitos estudiados a temperatura ambiente, en la sección: a) Transversal y b) Longitudinal. ....	42
<i>Figura 8.</i> Técnica electroquímica de Polarización Potenciodinámica Cíclica de la aleación DIN/EN 1.4517, en los distintos electrolitos estudiados a temperatura ambiente, en la sección: a) Transversal y b) Longitudinal. ....	45

*Figura 9.* Micrografías ópticas 3D de la aleación DIN/EN 1.4517, tomadas a 140X, utilizando NaCl 0,61M con su respectiva reconstrucción tridimensional de la topografía a 560X, en la sección transversal. ....46

**Lista de Apéndices**

	<b>Pág.</b>
Apéndice A. Técnica electroquímica de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP) .....	56
Apéndice B. Método de Extrapolación de Tafel.....	57
Apéndice C. Técnica de Resistencia a la Polarización Lineal .....	58
Apéndice D. Técnica de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica.....	59
Apéndice E. Análisis EDS en la zona oscura y clara de la capa del acero DIN/EN 1.4517.....	60
Apéndice F. Parámetros de los circuitos equivalentes.....	63
Apéndice G. Micrografías ópticas 3D con su respectiva reconstrucción tridimensional de la topografía de las muestras después de la técnica CPP.....	64

### Glosario

CPE1	Elemento de fase constante
CPP	Curva de Polarización Potenciodinámica Cíclica
DSS	Aceros Inoxidables Dúplex
$E_{\text{corr}}$	Potencial de corrosión
EIS	Espectroscopía de Impedancia Electroquímica
$E_{\text{OCP}}$	Potencial de circuito abierto
$E_p$	Potencial de picado
$E_{\text{rp}}$	Potencial de repasivación
$i_{\text{corr}}$	Densidad de corriente
LPR	Resistencia a la Polarización Lineal
$R_1$	Resistencia de la solución
$R_p$	Resistencia a la polarización
$V_{\text{corr}}$	Velocidad de corrosión
$\alpha$	Ferrita
$\beta_a$	Pendiente Tafel anódica
$\beta_c$	Pendiente Tafel catódica
$\delta$	Austenita

## Resumen

**Título:** Efecto del ion sulfato sobre la resistencia a la corrosión localizada por picado del acero inoxidable dúplex DIN/EN 1.4517\*

**Autor:** González Mendoza Edgar Steven\*\*

**Palabras clave:** Acero inoxidable dúplex, corrosión localizada, sulfato, potenciales críticos.

### Descripción:

El acero inoxidable dúplex (DSS) ha sido un importante desarrollo durante los últimos años para las industrias en donde se requiere alta resistencia a la corrosión localizada y alta resistencia mecánica, debido a que presenta mejores propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión que los aceros inoxidables austeníticos y ferríticos, por lo que es de alta empleabilidad en la industria del papel. En el proceso Kraft, en la zona de cocción se emplea licor blanco que contiene principalmente hidróxido de sodio (NaOH) y sulfuro de sodio (Na<sub>2</sub>S), lo cual favorece la presencia de iones sulfato. Razón por la cual, el presente proyecto tiene como objetivo determinar los efectos generados por el ion sulfato sobre la resistencia a la corrosión generalizada y corrosión localizada por picado, lo cual implica, que el material sea expuesto a diferentes medios, en los cuales se varió la concentración del ion. Mediante una caracterización electroquímica; primero, se realizó el estudio de la corrosión generalizada para ello se midió la velocidad de corrosión mediante técnicas electroquímicas como extrapolación de Tafel, Resistencia a la Polarización Lineal y Espectroscopía de Impedancia Electroquímica, donde se observó que al incrementar la concentración del ion sulfato había un incremento en la velocidad de corrosión. Por otra parte, para la corrosión localizada por picado se empleó la técnica electroquímica de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP) con el propósito de estudiar el efecto de la concentración del ion sulfato en los potenciales críticos de la aleación, los resultados muestran que al incrementar la concentración de sulfato la aleación se hace más susceptible a la corrosión por picado.

---

\* Proyecto de grado

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

### Abstract

**Title:** Effect of the sulfate ion on the localized pitting corrosion resistance of duplex stainless steel DIN/EN 1.4517\*

**Authors:** González Mendoza Edgar Steven\*\*

**Keywords:** duplex stainless steel, localized corrosion, sulfate, critical potentials.

#### Description:

Duplex stainless steel (DSS) has been an important development in recent years for industries where high localized corrosion resistance and high mechanical resistance are required, because it has better mechanical properties and corrosion resistance than stainless steels. austenitic and ferritic, so it is highly employable in the paper industry. In the Kraft process, white liquor, which contains sodium hydroxide (NaOH) and sodium sulphide (Na<sub>2</sub>S), is used in the cooking zone, as it favors the presence of sulfate ions. For this reason, this project aims to determine the effects generated by the sulfate ion on resistance to generalized corrosion and pitting localized corrosion. This implies that the material is exposed to different environments in which the concentration of the ion is varied by means of an electrochemical characterization. First, the study of generalized corrosion was carried out. The corrosion rate was measured using electrochemical techniques such as extrapolation of Tafel, Resistance to Linear Polarization, and Electrochemical Impedance Spectroscopy. It was observed that by increasing the sulfate ion concentration, there was an increase in the corrosion rate. The electrochemical technique of Cyclic Potentio-dynamic Polarization (CPP) was also used for localized pitting for the purpose of studying the effect of sulphate ion concentration on the alloy's critical potentials; the results show that by increasing this concentration, the alloy was more susceptible to pitting corrosion.

---

\* Degree Work

\*\* Faculty of Physicochemical Engineering. School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Adviser: Ph.D. Ana María Pérez Ceballos. Coadviser: Ph.D Mauricio Rincón Ortiz

## Introducción

El acero inoxidable dúplex (DSS) ha sido un importante desarrollo en la industria de la pulpa y el papel, durante los últimos años, debido a que presenta mejores propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión que los aceros inoxidables austeníticos y ferríticos, por ende, su empleo principal está en las industrias del papel, químicas, del gas y del petróleo (Zappa, Pérez, Svoboda, & Surian, 2018).

La fabricación de papel tiene su origen en China hacia el año 100 d.C, donde las materias primas eran golpeadas contra morteros para separar la fibra original; hasta el siglo XIX se empezó a emplear máquinas continuas para producir papel.

Para elaborar el papel se prepara una pulpa, donde los enlaces dentro de la estructura de la madera se rompen mecánica o químicamente. Las pulpas químicas se pueden producir en medio alcalino (por ejemplo, sulfato o kraft) o en medio ácido (por ejemplo, sulfito). La mayor parte de la pulpa se obtiene por el procedimiento al sulfato (Teschke & Demers, 2009). La pulpa kraft se procesa generalmente en digestores continuos, y con frecuencia, revestidos de acero inoxidable, con el fin de prolongar la vida útil del equipo debido a las condiciones corrosivas en que se encuentra. El digestor Kraft es un reactor que tiene zonas bien delimitadas: zona de impregnación, zona de calentamiento, zona de cocción, zona de lavado y zona de enfriamiento (Méndez & Ruiz, 2011).

En la zona de cocción se emplea licor blanco que contiene principalmente hidróxido de sodio (NaOH) y sulfuro de sodio (Na<sub>2</sub>S), lo cual favorece la presencia de iones sulfato (Carmona, 2000).

Con base en lo anteriormente mencionado, este trabajo tiene como objetivo determinar el efecto del ion sulfato sobre la corrosión generalizada y corrosión localizada por picado en un acero inoxidable dúplex DIN/EN 1.4517 utilizado en digestores continuos Kraft. Para lograr dicho objetivo el material será expuesto a diferentes medios donde la concentración del ion variará. Mediante una caracterización electroquímica, primero se determinará la velocidad de corrosión utilizando el método de extrapolación de Tafel, las técnicas de Resistencia a la Polarización Lineal y Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS); también se encontrarán los potenciales críticos de corrosión como el potencial de picado y repasivación, empleando la técnica de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP).

## 1. Objetivos

### 1.1 Objetivo General

Evaluar el efecto del ion sulfato sobre la corrosión localizada por picado y generalizada en un acero inoxidable dúplex DIN/EN 1.4517 utilizado en digestores continuos Kraft.

### 1.2 Objetivos Específicos

Determinar la velocidad de corrosión en un acero inoxidable dúplex DIN/EN 1.4517 a diferentes concentraciones de iones sulfato, utilizando técnicas electroquímicas.

Determinar los potenciales críticos de corrosión en un acero inoxidable dúplex DIN/EN 1.4517, empleando la técnica de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP).

Evaluar el efecto del ion sulfato sobre la corrosión localizada por picado en un acero inoxidable dúplex DIN/EN 1.4517, empleando la técnica de microscopia óptica.

## 2. Marco Referencial

### 2.1 Aceros inoxidable dúplex (DSS)

Los aceros inoxidable se empezaron a desarrollar durante las primeras décadas del siglo XX en el Reino Unido y Alemania, desde entonces han tenido diversas aplicaciones a nivel industrial debido a sus excelentes propiedades mecánicas conferidas por los elementos de aleación que lo componen, entre las propiedades más importante está la mejor resistencia a la corrosión que en comparación con los aceros al carbono o de baja aleación (Bensalah, 2012). Los aceros inoxidable contienen un porcentaje de cromo mayor a 12% p/p y se clasifican en aceros austeníticos, ferríticos, martensíticos, endurecidos por precipitación y dúplex (González, 2004). Los aceros inoxidable dúplex se caracterizan por tener una matriz bifásica (ferrita + austenita), en proporciones casi iguales, y al cual pertenece el acero DIN/EN 1.4517. Este último, es una aleación base hierro con Cr, Mo, además de Ni y N como estabilizadores de austenita para obtener dicha matriz. El nitrógeno reduce la velocidad de la formación de compuestos intermetálicos frágiles. El acero inoxidable dúplex es usado en entornos agresivos, debido a su buena resistencia contra la corrosión bajo tensión inducida por cloruros y sulfuros (Ibarra, Núñez, & Huerta, 2010). Sin embargo, se forman muchos tipos de precipitados y fases intermetálicas cuando se exponen a temperaturas mayores de 300°C o por encima de 650°C se puede formar carburos y nitruros de cromo, estas fases perjudican tanto a la resistencia a la corrosión como las propiedades mecánicas del mismo, generando fallas una vez puesto en servicio (Claudel, 2006; Gil & Aponte, 2013).

Existe una forma teórica para clasificar los DSS de acuerdo con su índice de resistencia a la corrosión por picado ( $PRE_N$  o  $PRE_w$ ) ecuación 1, la cual es función de la composición química.

$$PRE_w = \%Cr + 3.3 * (\%Mo + 0.5 * \%W) + 16 * (\%N) \quad (1)$$

Los números  $PRE_N$  o  $PRE_w$  no se pueden usar para predecir si un grado en particular será adecuado para una aplicación determinada, donde la corrosión por picado puede ser peligrosa (Rodríguez & Biezma, 2014).

## 2.2 Industria de la pulpa y papel

El proceso Kraft, o de sulfato, es un proceso para la fabricación de la pulpa de papel, el cual consiste en la conversión de la madera.

En la actualidad el 85% de la pulpa de papel se obtiene por este método. Las astillas de madera se llevan a un proceso de cocción empleando una solución acuosa, conocida como licor blanco, que contiene principalmente hidróxido de sodio (NaOH) y sulfuro de sodio (Na<sub>2</sub>S) bajo presión en un digestor para su fabricación. La función del licor blanco es romper las uniones de lignina y liberar las fibras de celulosa (Bajpai, 2015; Vian Ortuño, 1999).

Cuando se habla o estudia la industria de la pulpa y el papel, la corrosión siempre resulta ser más representativa que cualquier otro proceso de transformación química. La amplia gama de materiales y métodos de fabricación de componentes dispuestos en este sector industrial, están siempre expuestos a diversos mecanismos de falla, siendo la corrosión uno de los más relevantes, debido a la presencia de ambientes que implican mezclas de constituyentes orgánicos e inorgánicos, presiones variables y rangos de pH que varían de concentraciones muy ácidas a concentraciones muy básicas.

## 2.3 Corrosión

La corrosión es la interacción fisicoquímica entre el material y el entorno que lo rodea, produciendo cambios en las propiedades que pueden llevar a un deterioro significativo de la función del material y el medio ambiente (Callister, 1995). En la práctica, los diferentes tipos o formas como se puede presentar la corrosión se dan en conjunto, por lo cual se hace importante el reconocimiento de cada una de ellas para tomar las prevenciones y medidas correctivas.

La corrosión se puede dividir en dos tipos de acuerdo con la forma de manifestación, en corrosión generalizada y localizada (Palacios & Vega, 2004; Burt, 1995).

**2.3.1 Corrosión generalizada.** Se caracteriza por presentar una película delgada de corrosión de forma uniforme sobre la superficie del material, lo cual lleva al deterioro y pérdida de éste, llevándolo a la falla. Generalmente, no se puede predecir el sitio de comienzo del ataque, pero se puede controlar con el uso de inhibidores o protección catódica, este tipo de corrosión es muy común en metales y aleaciones, caso contrario a los aceros inoxidable ya que es muy escasa (Roberge, 2007;Gunn, 2003; Salinas, 2010).

**2.3.2 Corrosión localizada.** Se caracteriza por producirse en determinados lugares del material, y es considerada una de las más perjudiciales, debido a que no se puede predecir y su propagación es relativamente alta (Gunn, 2003; Bensalah, 2012). Una de las más nocivas es la corrosión por picado, la cual consiste en un ataque corrosivo localizado, que produce pequeños hoyos o agujeros en un metal. Normalmente la picadura comienza en un defecto superficial localizado, como puede

ser una pequeña grieta o alguna modificación en su composición, indicando que la capa de pasividad ha desaparecido en algunos puntos de la superficie (Bensalah, 2012; Outokumpu, 2013).

## 2.4 Pasividad

La pasividad según la norma ASTM G15 *Standard Terminology Relating to Corrosion and Corrosion Testing* (ASTM International, 2004), se define como el estado de la superficie metálica, caracterizado por bajas velocidades de corrosión, en una región de potencial fuertemente oxidante para el metal. La pasividad en los materiales se debe a la formación de una película de óxido o hidróxido adherente, invisible, densa y estable, denominada capa pasiva, que aísla el acero del medio agresivo. Los aceros inoxidable pierden su pasividad por incrementos en la temperatura y ante la presencia de iones agresivos. La ruptura de la capa pasiva se puede originar por mecanismos químicos, electroquímicos y mecánicos, pero esta es capaz de regenerarse espontáneamente siempre y cuando existan las condiciones suficientes, lo que comúnmente se conoce como repasivación (Guiñón Pina Virginia, 2011; Escrivá Cerdan, 2013).

## 2.5 Técnicas electroquímicas

**2.5.1 Técnica de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP).** Esta técnica permite visualizar el comportamiento electroquímico de la aleación frente a la corrosión y la susceptibilidad del material a corrosión generalizada o al ataque localizado. Las CPP permiten obtener parámetros como, el potencial de picado ( $E_p$ ), potencial donde el metal pierde o rompe su capa pasiva y el cual depende del tipo de aleación, el ion al cual se esté exponiendo y la

temperatura; por otra parte, el potencial de repasivación ( $E_{rp}$ ) es donde la aleación retoma su pasividad, y una vez que este aparezca, no se inicia ni se propaga ninguna picadura, como se observa en el apéndice A (Rao, Atkinson, Singh, & Patil, 2011).

**2.5.2 Método de Extrapolación de Tafel.** El método de extrapolación de Tafel permite calcular la velocidad de corrosión, debido a que en ella se calculan las pendientes de Tafel anódica y catódica empleadas para hallar la densidad de corriente ( $i_{corr}$ ) esto se logra con la intersección de dichas pendientes en el potencial de corrosión ( $E_{corr}$ ). En este método, los potenciales se aplican dentro del rango de  $\pm 300$  mV alrededor del  $E_{corr}$  generando las curvas de polarización cómo se observa en el apéndice B (Zaki Ahmad, 2006).

**2.5.3 Técnica de Resistencia a la Polarización lineal ( $R_p$ ).** Es una técnica basada en la relación que existe entre la medida del potencial y la densidad de corriente, mediante señales de corriente continua que hacen que el sistema entre en un estado de excitación. La velocidad de corrosión se determina una vez obtenida la resistencia a la polarización ( $R_p$ ) ya que se encuentran directamente relacionadas, en el apéndice C permite observar una curva representativa de dicha técnica (Poulson, 1983). Este tipo de técnica ya se encuentra estandarizada con la norma ASTM G3-89 Standard Practice for Conventions Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing (ASTM International, 1999).

**2.5.4 Técnica de Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS).** Es una técnica electroquímica muy versátil, ya que permite el estudio tanto de la corriente como de la impedancia de transferencia del sistema estudiado. La interpretación de los resultados experimentales en

términos de parámetros de corrosión requiere el uso de una analogía entre el sistema material-medio estudiado y un circuito eléctrico, por ejemplo, en el apéndice D se representa un circuito sencillo, utilizado para modelar una interfaz metal-solución, del gráfico de Nyquist se puede identificar parámetros como  $R_p$  (resistencia a la polarización del material estudiado), CPE1 (Elemento de fase constante) y  $R_l$  (resistencia eléctrica del medio de trabajo). A partir de dichos parámetros, se pueden realizar comparaciones y estimaciones del comportamiento frente a la corrosión del material estudiado. Otra representación gráfica de la técnica EIS es el diagrama de Bode, el cual permite conocer la impedancia de transferencia del material (Flores, Romero, & Llongueras, 2014; Cottis & Turgoose, n.d.).

## 2.6 Corrosión en aceros inoxidables dúplex

Bhattacharya y Singh midieron la sensibilidad de los aceros inoxidables dúplex UNS S32110, S32205 y S32304 en soluciones causticas de pH elevado, donde se varió la temperatura de dos soluciones sintéticas, una con 150 g/L de NaOH sin sulfuro y la segunda agregando 153,8 g/L de  $Na_2S$ . Aplicando la técnica de Polarización Potenciodinámica, se determinó que el contenido de sulfuro de sodio y el incremento de la temperatura aumenta la velocidad de corrosión de los aceros dúplex estudiados (Ananya Bhattacharya & Singh, 2008; Ananya Bhattacharya & Singh, 2011).

Feng y colaboradores, estudiaron el efecto de la temperatura sobre el comportamiento de la corrosión de un acero dúplex inoxidable S32750 y S32205 en licor blanco (NaOH 3,75M +  $Na_2S$  0,64M) mediante técnicas electroquímicas de Polarización Potenciodinámica y Potenciostática, EIS y Mott-Schottky, donde se obtuvo que al incrementar la temperatura hay una disminución en la capacidad protectora de la película pasiva (Feng et al., 2014).

Rodríguez y colaboradores investigaron el efecto que tiene incrementar la temperatura sobre los potenciales críticos usando como electrolito NaCl al 3,5% p/p en el acero dúplex UNS S32760, se usaron técnicas electroquímicas como CPP y Potenciodinámica–Galvanostática–Potenciodinámica, además se realizó el estudio de la velocidad de corrosión con las técnicas de extrapolación de Tafel, EIS y Resistencia de la Polarización Lineal, donde se encontró que al aumentar la temperatura la aleación era más susceptible a la corrosión, lo que indica un aumento en la velocidad de corrosión (Rodríguez, Pabón, & Rincón, 2019).

Esteves y colaboradores estudiaron el comportamiento a la corrosión en licor blanco a elevadas condiciones de presión y temperatura utilizaron aceros UNS S31803 y UNS S32304 expuestos a una temperatura de 200°C con ayuda de un autoclave, con lo cual se simulaba el procesamiento de los digestores. Mediante el método de extrapolación de Tafel y pérdida de peso, se concluyó que al incrementar la temperatura había un incremento en la velocidad de corrosión (Esteves, Schvartzman, Da Costa Campos, & Lins, 2018).

Hillane y colaboradores estudiaron el efecto del porcentaje de Cu en el comportamiento a la corrosión de un acero inoxidable dúplex fundido, para ello utilizaron los aceros ASTM A890 1B y 3A. Mediante pruebas electroquímicas usando como electrolitos: NaCl 0,6M, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,3M y NaCl 0,6M + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,3M. Los resultados de Polarización Potenciodinámica y EIS muestran que el efecto del cobre dependía del medio estudiado (Hillane Mirelle Lopes Ferreira De Lima, Tavares, Martins, & Araújo, 2019).

### 3. Metodología experimental

Para cumplir los objetivos propuestos de la tesis se realizaron una serie de actividades que se dividieron de la siguiente manera: caracterización microestructural, caracterización electroquímica y análisis morfológico (Ver figura 1).

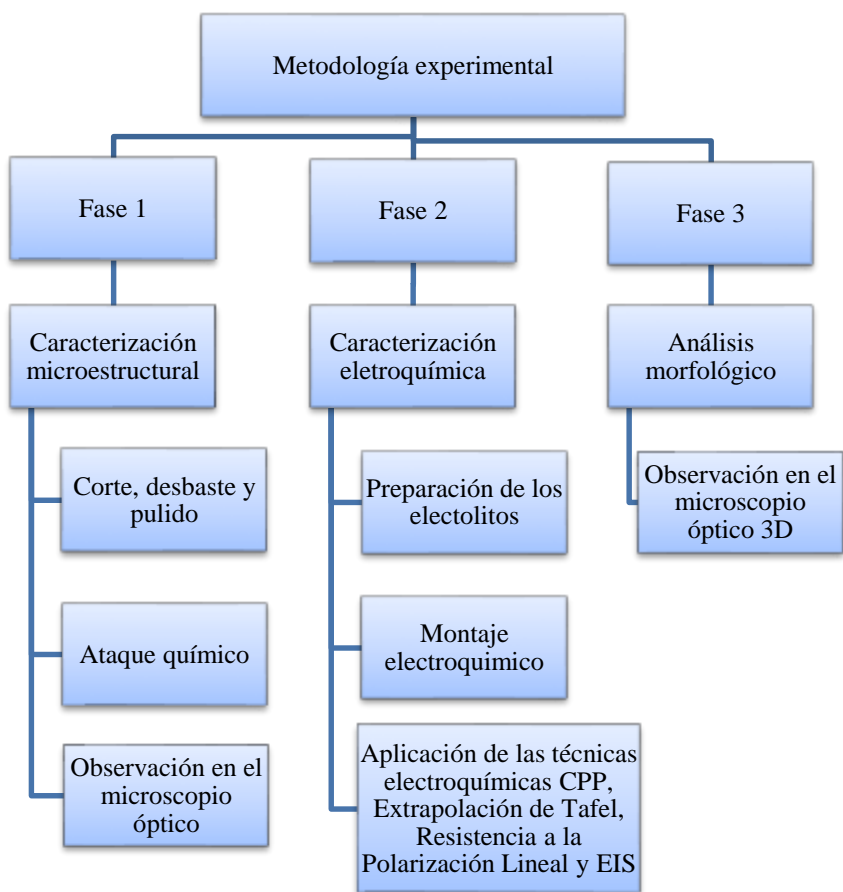


Figura 1. Metodología experimental usada en el proyecto de grado.

### 3.1 Fase 1. Caracterización microestructural

El material empleado es un acero inoxidable dúplex DIN/EN 1.4517 en bruto de colada “*as cast*”; inicialmente se verificó la composición química suministrada por el fabricante mediante la técnica de Espectrometría de Emisión óptica, empleando el espectrómetro Bruker QM/V/L de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales UIS, con el fin de calcular el número  $PRE_N$  y verificar que el acero está en concordancia con la literatura.

Para la caracterización microestructural del acero se emplearon dos muestras representativas de corte transversal y longitudinal con un área superficial aproximada de  $2 \text{ cm}^2$ ; estas muestras fueron obtenidas mediante una cortadora de disco horizontal Metaserv. Luego, se efectuó el montaje en caliente empleando una resina termoestable (Baquelita), para facilitar su manipulación. La preparación metalográfica fue realizada desbastando la superficie utilizando lijas de carburo de silicio desde número 80 hasta 1200. Con el fin de lograr una superficie especular, las muestras se pulieron utilizando pasta de diamante de  $3 \mu\text{m}$  y  $1 \mu\text{m}$  en paño, según lo establece la norma ASTM E3–11 *Standard Guide for Preparation of metallographic specimens* (ASTM International, 2017).

Para revelar la microestructura, las superficies pulidas fueron sometidas a un ataque químico por inmersión usando para ello una solución de *Behara* modificada (60ml  $\text{H}_2\text{O}$ , 40 ml HCl y 1g de  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ); el tiempo de ataque fue de 45 segundos. Después de tener las muestras preparadas, se empleó un Microscopio Electrónico de Barrido FEG (Field Emission Gun) QUANTA FEG 650 para observar su microestructura, a su vez, fueron realizados análisis de composición química mediante Espectrometría de Dispersión de Rayos X (EDS), empleando un detector EDAX APOLO X con resolución de 126,1 eV, en el cual se emplearon electrones retrodispersados (BSE) para observar variaciones de composición, esta técnica semicuantitativa tuvo el propósito de estimar el

porcentaje de elementos en cada fase y sección estudiada, con el fin de calcular el coeficiente de partición, para ello se realizaron mediciones en tres zonas distintas en cada fase para obtener mayor reproductibilidad de los resultados.

Por otra parte, también se determinó la fracción volumétrica presente en cada sección, para ello se utilizó el software de análisis de imagen ImageJ y Photoshop Cs6, en las micrografías previamente tomadas en un microscopio óptico Olympus GX41, realizando 20 capturas en toda la superficie de análisis a un aumento de 200X. A partir de las micrografías obtenidas se determinó la cantidad de cada fase (austenita o ferrita).

Finalmente, el espaciamiento interaustenítico se calculó según la norma ASTM E112 *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size* (ASTM International, 2013) y el software ImageJ, lo cual consistió en tomar 20 micrografías a un aumento de 200X, donde se trazaron tres rectas verticales paralelas y se midió la distancia entre las fases mediante un análisis estadístico. Además, se calculó el porcentaje de exactitud relativa (%RA) de las mediciones realizadas, este valor debe ser menor a 10%, en caso de ser superior se deben realizar nuevas mediciones.

### **3.2 Fase 2. Caracterización electroquímica**

Los ensayos electroquímicos tuvieron la finalidad de estudiar la susceptibilidad a la corrosión, para ello el material fue expuesto a diferentes medios en los cuales la concentración del ion sulfato varió como se presenta en la tabla 1. Se empleó una concentración de 0,35M de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ya que Chandra reporta en su investigación que el licor blanco contiene dicha cantidad de sulfato de sodio (Chandra, 2004). Además se prepararon soluciones de NaOH 3,75M y  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  0,64M debido a que en la investigación de Bhattacharya y col. (Ananya Bhattacharya & Singh, 2011) el licor

blanco sintético empleado contenía NaOH 3,75M + Na<sub>2</sub>S 0,64M, por ende se asumió que toda la cantidad de sulfuro de sodio correspondía a sulfato de sodio, con el fin de observar el comportamiento que se obtiene al agregar Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,64M a la solución de NaOH 3,75M. Finalmente, se empleó NaCl 0,61M, debido a que investigaciones reportan que el ion cloruro genera un medio agresivo (Rodrig & Lorena, 2019). En todos los casos se midió el pH de la solución, cabe aclarar que las soluciones de NaCl 0,61M y NaOH 3,75M se utilizaron como referencia ya que son dos medios altamente corrosivos y la soda caustica es la base del licor blanco.

Tabla 1.

*Electrolitos usados en los ensayos electroquímicos y sus respectivos pH.*

<b>Electrolito</b>	<b>pH</b>
NaOH 3,75M + Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,64M	14
NaOH 3,75M	13
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,35M	7
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,64M	7
NaCl 0,61M	6

Las muestras de trabajo consistieron en dos probetas de sección transversal y longitudinal con área superficial de 1,69 cm<sup>2</sup> y 1,44 cm<sup>2</sup> respectivamente, montadas en resina epóxica unidas a un hilo conductor de cobre, con la finalidad de cerrar el circuito eléctrico con el potencióstato. Se desbaste la superficie utilizando lijas de carburo de silicio desde número 80 hasta 800, una vez terminado el lijado se prosiguió a la limpieza de la superficie con alcohol y agua desionizada para lograr su adecuada preparación.

Las pruebas electroquímicas se realizaron en un potencióstato/galvanostato GAMRY Interface 1000 que se conectó a los respectivos electrodos y a una computadora que permitió la adquisición

adecuada de los datos. Posteriormente se llevó a cabo el montaje de una celda convencional para realizar pruebas electroquímicas, la cual está constituida por tres electrodos: electrodo de trabajo de acero inoxidable dúplex DIN/EN 1.4517, contraelectrodo de platino (Pt) y un electrodo de referencia de Calomel Saturado (ECS) con capilar luggin inmersos en las distintas soluciones.

Para el estudio de la corrosión generalizada se utilizaron las técnicas electroquímicas de Extrapolación de Tafel, Resistencia a la Polarización Lineal según la norma ASTM G59 *Standard Test Methods for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements* (ASTM International, 2014) y la técnica de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica según la norma ASTM G106-89 *Standard Test Methods for Verification of Algorithm and Equipment for Electrochemical Impedance Measurements* (ASTM International, 2015). Para determinar la velocidad de corrosión en los diferentes electrolitos se utilizó la norma ASTM E102 *Standard Test Methods for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements* (ASTM International, 2010).

Luego, se aplicó la técnica de Polarización Potenciodinámica Cíclica según la norma ASTM G61 *Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion Susceptibility of Iron-, Nickel-, or Cobalt-Based Alloys* (ASTM International, 2018) con el fin de evaluar los potenciales críticos de la aleación, es decir el potencial de picado y de repasivación en los diversos medios empleados.

Las técnicas descritas anteriormente se realizaron por triplicado con el fin de verificar la reproducibilidad de los resultados. Las condiciones de trabajo de las pruebas electroquímicas se presentan en la tabla 2.

Tabla 2.

*Condiciones de trabajo para los ensayos electroquímicos.*

<b>Técnica de Polarización</b>	<b>Técnica de Espectroscopía de Impedancia</b>
<b>Potenciodinámica Cíclica (CPP)</b>	<b>Electroquímica (EIS)</b>
Potencial inicial: -0,02 vs $E_{ocp}$	Voltaje AC: 10 mV
Potencial límite: 2,5 V vs $E_{ocp}$	Frecuencia inicial: 100000 Hz
Potencial final: 0 V vs $E_{ocp}$	Frecuencia final: 0,01 Hz
Velocidad de barrido: 0,167 mV/s	Puntos por década: 10
Periodo de muestreo: 1 s	Tiempo de estabilización: 7200 s
Densidad de corriente límite: 5 mA/cm <sup>2</sup>	
Tiempo de estabilización: 7200 s	
<b>Método de Extrapolación de Tafel</b>	<b>Técnica Resistencia a la Polarización lineal (LPR)</b>
Potencial inicial: -0,3V vs $E_{ocp}$	Potencial inicial: -0,025V vs $E_{ocp}$
Potencial final: 0,3V vs $E_{ocp}$	Potencial final: 0,025V vs $E_{ocp}$
Velocidad de barrido: 0,167 mV/s	Velocidad de barrido: 0,167 mV/s
Periodo de muestreo: 2 s	Periodo de muestreo: 2 s
Tiempo de estabilización: 7200 s	Tiempo de estabilización: 7200 s

### 3.3 Fase 3 Análisis morfológico

Para el análisis morfológico de las probetas después de realizar la técnica de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP), fue necesario introducir las muestras en un vaso de precipitado con alcohol etílico para realizar un baño ultrasónico durante 30 minutos y finalmente se secaron con aire caliente, el análisis de la superficie de las probetas se realizó mediante un microscopio óptico 3D Marca Hirox Modelo KH 7700 a un aumento de 140X para identificar la morfología de los pozos de picado, por otra parte la reconstrucción tridimensional de la morfología de la

superficie tiene como fin apreciar la agresividad que tienen los distintos medios en la aleación de estudio, esta se realizó a un aumento de 560X.

## 4. Resultados

### 4.1 Caracterización microestructural

En la tabla 3 se presentan los resultados de composición química de los elementos de aleación más significativos, determinados a partir de análisis por Espectrometría de Emisión Óptica y los suministrados por el fabricante en el certificado de calidad, se comprueba que a partir del contenido de cromo, el material en estudio corresponde a un acero dúplex de alta aleación, el cual contiene cromo entre 24-27% p/p (Alsarraf, 2010). Con base en los resultados de composición química se encontró la resistencia equivalente a la corrosión por picado ( $PRE_N$ ) del material problema según la ecuación (1); el resultado obtenido está en concordancia con lo esperado para los aceros de alta aleación que presentan valores de  $PRE_N$  entre 35 y 39 (Alsarraf, 2010). El contenido de nitrógeno de la aleación no pudo ser determinado experimentalmente, por lo que para el cálculo del  $PRE_N$  se usó el valor especificado por el fabricante del acero.

Tabla 3.

*Composición química de un acero inoxidable dúplex DIN/EN 1.4517.*

Ensayo	%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%Ni	%Cu	%N	%Fe	$PRE_N$
Experimental	0,030	0,571	1,172	25,450	2,866	6,773	3,090	-	60,009	37,940
Fabricante	0,028	0,640	1,070	25,580	2,760	6,760	2,970	0,190	59,975	37,720

A continuación, se observan las micrografías del material de estudio obtenidas por SEM, se evidencia una microestructura dendrítica característica de las fundiciones, en la sección longitudinal y transversal figura 2 y 3 respectivamente; también se identifica una microestructura bifásica, la cual consiste en proporciones casi iguales de ferrita  $\alpha$  (fases oscuras) y austenita  $\gamma$  (fases claras). Una característica microestructural importante de los DSS fundidos es la presencia de inclusiones no metálicas con forma redonda (H. M.L.F. de Lima, Tavares, Araujo, Dille, & Malet, 2019), como se observan en las micrografías tomadas a 300X y 1000X en la sección longitudinal.

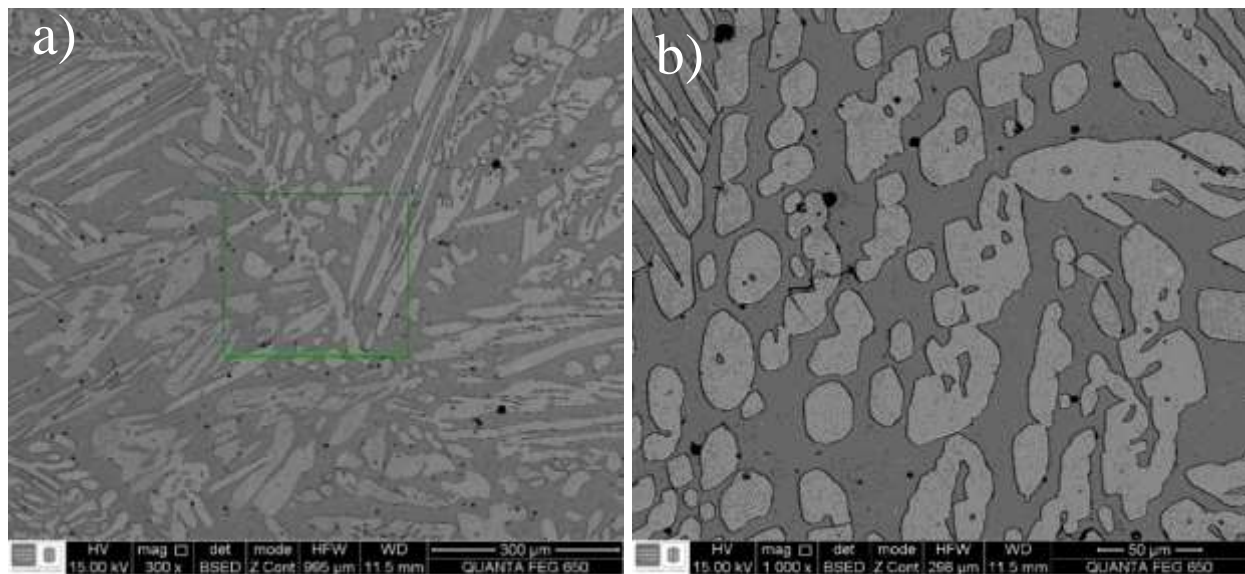


Figura 2. Micrografías ópticas obtenidas por SEM del acero DIN/EN 1.4517 sección longitudinal tomadas: a) a 300X b) a 1000X.

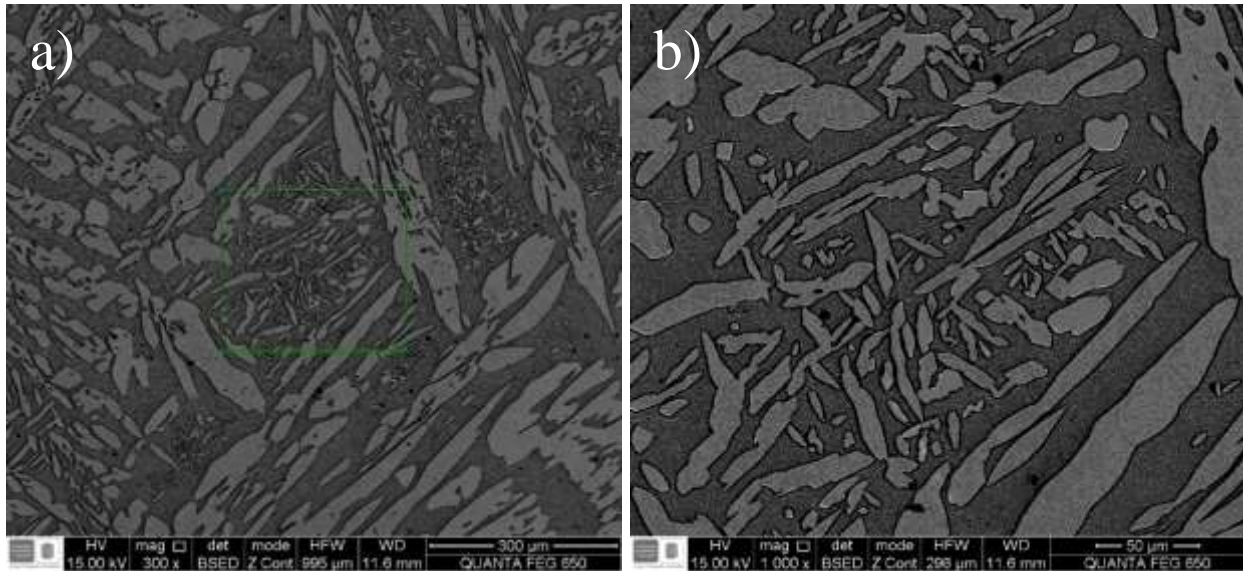


Figura 3. Micrografías ópticas obtenidas por SEM del acero DIN/EN 1.4517 sección transversal tomadas: a) a 300X b) a 1000X.

A partir de las micrografías se logró calcular la fracción volumétrica y el espaciamiento interaustenítico (Ver tabla 4), se observa una cantidad proporcional entre ferrita y austenita en las dos secciones, por lo tanto, el material tiene la fracción volumétrica ideal para adquirir las propiedades mecánicas y químicas óptimas de servicio. De igual manera, se observa que el espaciamiento entre las fases es homogéneo en las dos secciones y presenta un porcentaje de exactitud relativa menor a 10%, lo que significa que la medida es confiable según la norma ASTM E112 *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*.

Tabla 4.

*Datos de fracción volumétrica y espaciamiento interaustenítico.*

<b>Sección</b>	<b>Fracción de volumen de la ferrita (%)</b>	<b>Fracción de volumen de la austenita (%)</b>	<b>Espaciamiento inter-austenítico (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Exactitud relativa (%R.A)</b>
<b>Transversal</b>	48,97 $\pm$ 0,88	51,03 $\pm$ 0,88	18,631	4,953
<b>Longitudinal</b>	50,226 $\pm$ 0,52	49,774 $\pm$ 0,52	19,442	4,084

En la tabla 5, se presentan los resultados promedio de los análisis SEM-EDS (Ver apéndice E), donde se puede observar los elementos estabilizadores de ferrita como el Mo, Si y Cr, mientras que los elementos como el Ni, Cu, Mn y N son estabilizadores de austenita. Los coeficientes de partición calculados están en concordancia con lo esperado, valores mayores que uno ( $>1$ ) para los elementos estabilizadores de la ferrita y menores que uno ( $<1$ ) para los elementos que promueven la formación de austenita (H. M.L.F. de Lima et al., 2019; Pérez Ceballos Ana María, 2015).

Tabla 5.

*Coefficiente de partición para las secciones estudiadas de acero DIN/EN 1.4517.*

<b>Sección</b>	<b>Elemento</b>	<b>Ferrita</b>	<b>Austenita</b>	<b>Coefficiente de Partición K</b>
<b>Transversal</b>	Mo	15,490	3,620	4,278
	Si	0,820	0,750	1,090
	Cr	23,27	23,12	1,006
	N	0,460	0,700	0,651
	Ni	6,770	9,550	0,709
	Cu	6,110	4,060	1,504
	Mn	0,940	1,240	0,757
<b>Longitudinal</b>	Mo	10,430	2,923	3,567
	Si	0,840	0,800	1,050

Sección	Elemento	Ferrita	Austenita	Coefficiente de Partición K
	Cr	26,096	23,196	1,125
	N	0,443	0,763	0,580
	Ni	5,923	8,676	0,682
	Cu	5,473	4,843	1,130
	Mn	0,986	1,356	0,727

## 4.2 Caracterización electroquímica

**4.2.1 Velocidad de corrosión del acero dúplex DIN/EN 1.4517.** Para determinar la velocidad de corrosión en mpy (milésimas de pulgada por año) a temperatura ambiente a partir de las técnicas electroquímicas realizadas: método de Extrapolación de Tafel, técnica de Resistencia a la Polarización Lineal y técnica de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica, las cuales se realizaron bajo la norma ASTM G59 *Standard Practice for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements* y la norma ASTM G102 *Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements*, se empleó la ecuación (2) para hallar la velocidad de corrosión (CR), siendo k: 0,1288 (mpy g/  $\mu\text{A cm}$ ),  $i_{\text{corr}}$ : densidad de corriente ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ ), EW: peso equivalente: 23,972 (g/eq),  $\rho$ : densidad del material: 7,85 ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ),  $R_p$ : resistencia a la polarización y  $\beta_a$  y  $\beta_c$ : pendientes de Tafel anódicas y catódicas respectivamente. Los valores de  $i_{\text{corr}}$  para las pruebas electroquímicas se determinaron a partir de las curvas obtenidas de cada técnica mediante la ecuación (3), las unidades de  $R_p$  son  $\text{ohm}\cdot\text{cm}^2$  y para las pendientes anódicas y catódicas en V.

$$CR = K * \frac{i_{\text{corr}} * EW}{\rho} \quad (2) \qquad i_{\text{corr}} = \frac{\beta_a * \beta_c}{2,303 R_p (\beta_a + \beta_c)} \quad (3)$$

Inicialmente se llevó a cabo la medición de la susceptibilidad a la corrosión generalizada, mediante las técnicas de EIS, LPR y el método de extrapolación de Tafel, para ello se realizaron

las curvas experimentales de cada ensayo; sin embargo, para la técnica de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica se graficaron los datos experimentales utilizando puntos y mediante una línea continua los datos obtenidos del ajuste de datos del circuito planteado.

**4.2.2 Técnica de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS).** Para las soluciones estudiadas se propuso el circuito equivalente mostrado en el apéndice F, el cual está compuesto por tres elementos: la resistencia de la solución ( $R_1$ ), la resistencia a la polarización ( $R_p$ ) y el elemento de fase constante (CPE1). Se observó un buen comportamiento de los circuitos equivalentes, ya que la confiabilidad de los circuitos se determinó por el valor de Chi cuadrado siendo la desviación estándar entre los datos experimentales y el ajuste de los datos, del orden de  $10^{-3}$  para todos los casos.

Para los diagramas de Bode (Ver figura 4), el medio en el que se obtuvo mayor módulo de impedancia ( $|Z|$ ) fue el de NaCl 0,61M, sin embargo, los demás medios presentaron un módulo de impedancia similar, lo cual indica buena capacidad protectora del material a la corrosión en los medios y secciones estudiados, este comportamiento también se presentó en el trabajo de Pinzón y colaboradores (Pinzón, Urrego, González-Hernández, Rincón Ortiz, & Vargas Galvis, 2018). Por otra parte, en el diagrama de Bode de ángulo de fase vs frecuencia se observa que a frecuencias bajas a partir de 10 Hz el material tiene un comportamiento similar en los electrolitos utilizados, pero a frecuencias altas entre 100 a 10k Hz hay una diferencia en su comportamiento. Finalmente, se observa que el ajuste de los datos tiene una variación mínima respecto a los datos experimentales, es decir, el circuito equivalente se ajustó correctamente a los resultados obtenidos de EIS.

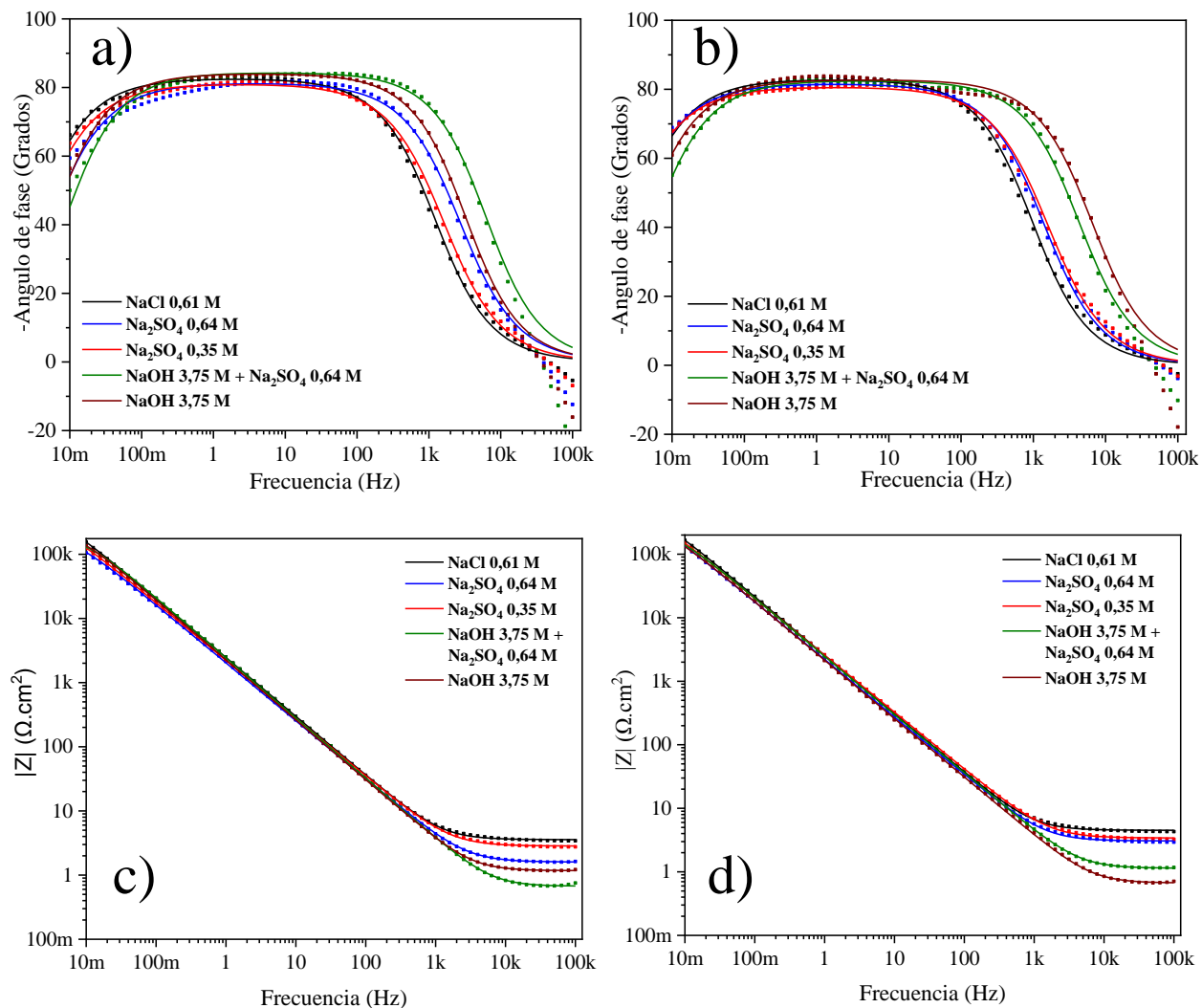


Figura 4. Diagramas de Bode de la aleación DIN/EN 1.4517 en los distintos electrolitos a temperatura ambiente, en la sección transversal: a) y c) y en la sección longitudinal b) y d).

En los diagramas de Nyquist mostrados en la figura 5, se puede observar la resistencia a la polarización ( $R_p$ ) del material en los distintos medios, definido por la tendencia semicircular formada en la gráfica, además, se identifica la diferencia de  $R_p$  de cada solución, en la cual la solución de NaCl 0,61M presentó la mayor resistencia a la polarización en las dos secciones estudiadas y la solución que presentó menor  $R_p$  fue la de NaOH 3,75M + Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,64M en las dos

secciones. Dado que la resistencia a la polarización es inversamente proporcional a la velocidad de corrosión, el medio de NaOH 3,75M + Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,64M fue el más corrosivo para el material.

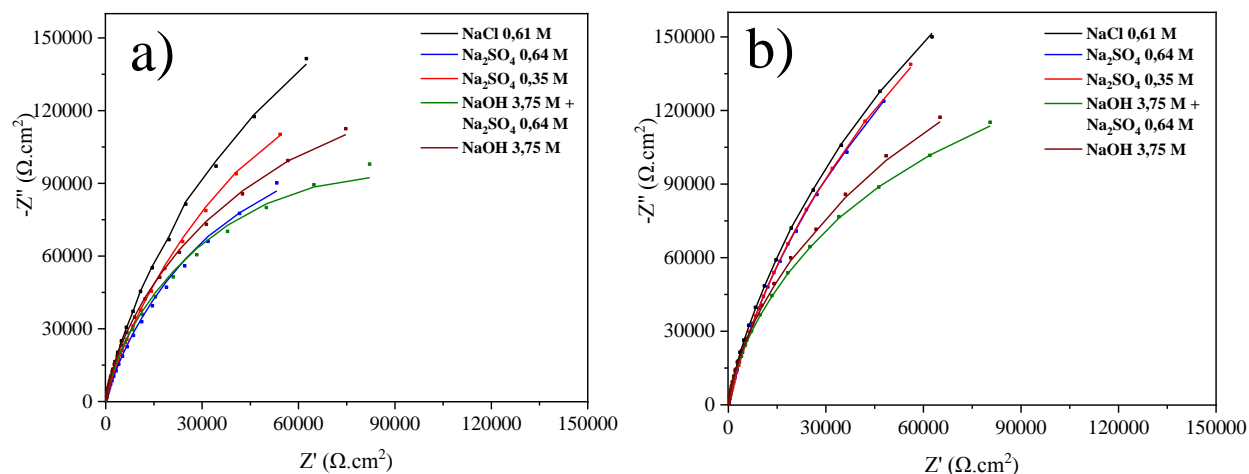


Figura 5. Diagramas de Nyquits en la sección: a) Transversal y b) Longitudinal, con los distintos electrolitos estudiados a temperatura ambiente.

**4.2.3 Técnica de Resistencia a la Polarización Lineal (LPR).** A partir de las curvas de Resistencia a la Polarización Lineal mostradas en la figura 6, se puede observar la resistencia a la polarización ( $R_p$ ) del material en los distintos medios utilizados, definido por la pendiente entre la densidad de corriente y el potencial, se identifica que las dos secciones tienen un comportamiento similar, donde las soluciones de NaOH 3,75M + Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,64M y NaOH 3,75M tienen una pendiente menor que los otros medios, es decir presentan menor  $R_p$  lo que está en concordancia con lo encontrado por la técnica de EIS. Por otra parte, los medios de NaCl 0,61M, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,64M y Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,35M presentan pendientes similares y mayores que las soluciones causticas.

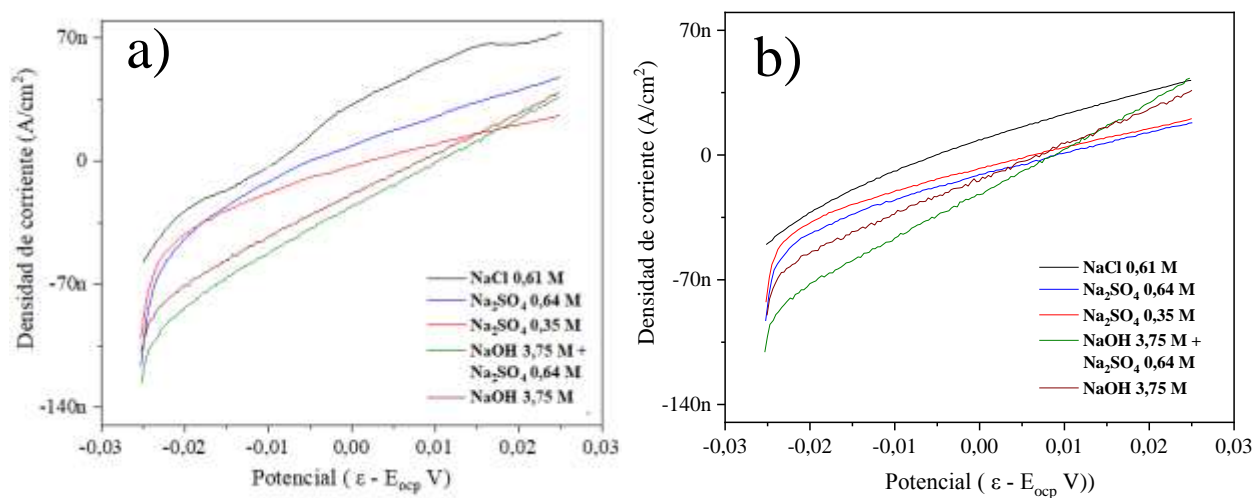


Figura 6. Curvas de Resistencia a la Polarización lineal en la sección: a) Transversal y b) Longitudinal, con los distintos electrolitos estudiados a temperatura ambiente.

En la tabla 6, se presenta los resultados de  $R_p$  y velocidad de corrosión hallados por la técnica de Resistencia a la Polarización Lineal (LPR) realizados con el programa EC Lab<sup>TM</sup> y de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS) empleando el programa Zview, donde a partir de las técnicas mencionadas anteriormente no hay una variación notable entre los resultados de velocidad de corrosión en los electrolitos empleados, además se puede corroborar lo visto en la figura 5, donde la solución de NaOH 3,75M + Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,64M es más corrosiva en las dos secciones, con valores de velocidad de corrosión de 0,9149  $\mu\text{m/yr}$  y 1,1117  $\mu\text{m/yr}$  en la sección longitudinal y transversal respectivamente; por otro lado, la aleación presenta mayor resistencia a la corrosión ante el medio de NaCl 0,61M con un valor de velocidad de corrosión de 0,4553  $\mu\text{m/yr}$  y 0,3921  $\mu\text{m/yr}$  en la sección longitudinal y transversal respectivamente. Finalmente, se puede determinar que la aleación presenta buena resistencia a la corrosión debido a que la velocidad de corrosión en los medios estudiados es menor a 1  $\mu\text{m/yr}$ , siendo una velocidad muy baja.

Tabla 6.

Datos obtenidos de la técnica de Resistencia a la Polarización Lineal y EIS.

	Prueba	$\beta_a$	$\beta_c$	$R_p$ por	$i_{corr}$ por	$V_{corr}$	$R_p$ por	$i_{corr}$ por	$V_{corr}$
		[mV]	[mV]	LPR	LPR	por	EIS	EIS	por
				[ohm*cm <sup>2</sup> ]	[μA/cm <sup>2</sup> ]	LPR	[ohm*cm <sup>2</sup> ]	[μA/cm <sup>2</sup> ]	EIS
				[μmpy]			[μmpy]		
Longitudinal	NaOH 3,75M	162,8	226,4	470000	0,0876	0,8745	508795,2	0,0808	0,8081
	NaOH 3,75M + Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,64M	148,5	224,0	393380	0,0987	0,9860	423734,4	0,0916	0,9149
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,35M	258,2	142,2	817010	0,0488	0,4872	919123,2	0,0434	0,4331
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,64M	251,1	166,0	807036	0,0538	0,5383	768470,4	0,0565	0,5646
	NaCl	244,8	136,3	855091	0,0445	0,4452	834955,2	0,0456	0,4553
	Prueba	$\beta_a$	$\beta_c$	$R_p$ por	$i_{corr}$ por	$V_{corr}$	$R_p$ por	$i_{corr}$ por	$V_{corr}$
		[mV]	[mV]	LPR	LPR	por	EIS	EIS	por
				[ohm*cm <sup>2</sup> ]	[μA/cm <sup>2</sup> ]	LPR	[ohm*cm <sup>2</sup> ]	[μA/cm <sup>2</sup> ]	EIS
				[μmpy]			[μmpy]		
Transversal	NaOH 3,75M	175,8	228,0	428463	0,1007	1,0058	454069,2	0,0950	0,9491
	NaOH 3,75M + Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,64M	158,9	198,5	401591	0,0955	0,9541	343137,6	0,1118	1,1117
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,35M	252,3	122,0	703727	0,0508	0,5073	617830,2	0,0578	0,5778
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,64M	315,6	117,4	491129	0,0758	0,7564	390744,9	0,0952	0,9507
	NaCl	268,0	103,9	710000	0,0458	0,4578	828995,7	0,0392	0,3921

**4.2.4 Método de Extrapolación de Tafel.** En la figura 7 se observan las curvas de polarización utilizadas para aplicar el método de extrapolación de Tafel, para las secciones estudiadas y diversos electrolitos. Las pendientes de Tafel se calcularon a 50 mV del potencial de corrosión ( $E_{\text{corr}}$ ) para minimizar el error.

Se puede observar que los valores de potencial de corrosión ( $E_{\text{corr}}$ ) tienen un desplazamiento hacia una zona más activa termodinámicamente, es decir hacia la parte izquierda de las gráficas cuando es aumentada la concentración a 0,64M de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  y al añadir  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  0,64M en la solución de  $\text{NaOH}$  3,75M. En el medio de  $\text{NaOH}$  3,75M +  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  0,64M el material se hace más susceptible a corrosión, comportamiento que se presentó en las dos secciones. Por otra parte, el material en la solución de  $\text{NaCl}$  fue menos susceptible a la corrosión en las dos secciones estudiadas, sin embargo, al evaluar el comportamiento cinético mediante la densidad de corriente ( $i_{\text{corr}}$ ) el incremento no fue tan notable.

En la tabla 7, se presentan los resultados del método de Extrapolación de Tafel realizados con el programa EC Lab<sup>TM</sup> y la técnica de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS) empleando el programa Zview. Se realizó la comparación solamente con EIS debido a que en el ensayo de Resistencia a la Polarización Lineal no se obtuvo una variación significativa entre ambas técnicas. Se encontró que las tasas de velocidad de corrosión generalizada del DSS son bajas, menores que  $1 \mu\text{m/a}$ , lo que permite concluir que la aleación no es susceptible a corrosión generalizada a temperatura ambiente en los diferentes medios estudiados. Esto puede explicarse, a partir de estudios previos, en los que se ha demostrado que la buena resistencia a la corrosión del DSS se puede atribuir al mayor contenido de cromo y al contenido controlado de níquel en el acero (Anyana Bhattacharya, 2008).

Las soluciones causticas presentaron mayor  $V_{\text{corr}}$  en las dos secciones, indicando que la cinética del proceso corrosivo fue mayor que el observado en las demás soluciones. Las variaciones de  $E_{\text{corr}}$  se atribuyen principalmente al estado de la superficie y el proceso de preparación de los electrodos de trabajo, tal como Rondón y Col. (Rondón & Sierra, 2017) reportaron en su investigación.

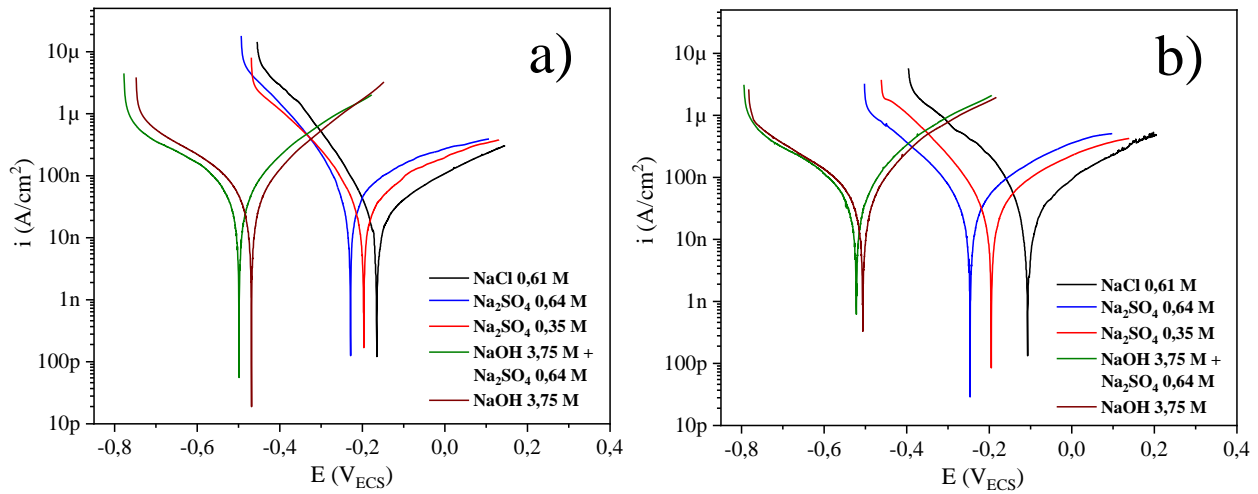


Figura 7. Curvas del método de Extrapolación de Tafel con los distintos electrolitos estudiados a temperatura ambiente, en la sección: a) Transversal y b) Longitudinal.

Tabla 7.

*Comparación entre la técnica EIS y el método de extrapolación de Tafel.*

	Prueba	$\beta_a$	$\beta_c$	$E_{corr}$ [mV]	$i_{corr}$ por	$V_{corr}$ por	$i_{corr}$ por EIS	$V_{corr}$ por
		[mV]	[mV]		Tafel	Tafel		EIS
					[ $\mu$ A/cm <sup>2</sup> ]	[ $\mu$ mpy]	[ $\mu$ A/cm <sup>2</sup> ]	[ $\mu$ mpy]
Longitudinal	NaOH 3,75M	162,8	226,4	-508,537	0,0510	0,8745	0,0808	0,8081
	NaOH 3,75M + Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,64M	148,5	224,0	-521,692	0,0520	0,9860	0,0916	0,9149
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,35M	258,2	142,2	-196,623	0,0410	0,4874	0,0434	0,4331
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,64M	251,1	166,0	-246,752	0,0430	0,5377	0,0565	0,5646
	NaCl	244,8	136,3	-105,170	0,0270	0,4448	0,0456	0,4553
Transversal	NaOH 3,75M	175,8	228,0	-467,954	0,0570	1,0063	0,0950	0,9491
	NaOH 3,75M + Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,64M	158,9	198,5	-497,975	0,0490	0,9545	0,1118	1,1117
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,35M	252,3	122,0	-197,359	0,0370	0,5075	0,0578	0,5778
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,64M	315,6	117,4	-229,966	0,0570	0,7567	0,0952	0,9507
	NaCl	268,0	103,9	-164,810	0,0440	0,4582	0,0392	0,3921

**4.2.5 Técnica electroquímica de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP).** En la figura 8, se muestra la superposición de los ensayos realizados por la técnica electroquímica de Polarización Potenciodinámica Cíclica, para las secciones y electrolitos estudiados. En las curvas se distinguen las zonas características para estos ensayos: la zona catódica, anódica y de pasividad perfecta e imperfecta (Guiñón Pina Virginia, 2011), se observa que no existe diferencia entre los valores del potencial de picado ( $E_p$ ) para la sección longitudinal y transversal al emplear las soluciones de NaCl y Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, sin embargo, respecto al potencial de repasivación no hay un

comportamiento similar para las dos secciones estudiadas. En el caso de la solución de NaOH 3,75M no hay una variación en el potencial de picado y repasivación al adicionar Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,64M en las dos secciones, en cambio las curvas presentan un incremento en la densidad de corriente hasta llegar a un potencial de 0,02 V<sub>ECS</sub> tanto en la sección transversal como en la longitudinal, debido posiblemente a la oxidación de magnetita a hematita, lo cual resultó en una disminución posterior de la densidad de corriente, resultados similares son reportados por Bhattacharya y col. (Ananya Bhattacharya & Singh, 2011).

La tabla 8 presenta los valores de  $E_p$  y  $E_{rp}$  con su respectiva desviación estándar. La regeneración de la capa pasiva es mejor cuando la diferencia entre  $E_p$  y  $E_{rp}$  es menor, por ende, va a tener mejor resistencia a la corrosión localizada, por consiguiente, las soluciones causticas no presentan una curva de histéresis notable debido al pH presente, es decir la presencia de OH<sup>-</sup> está beneficiando la cinética de la formación de la capa pasiva (Caballero Sarmiento, Correa Muñoz, & Estupiñan Duran, 2017). A partir de los datos obtenidos se observa que al aumentar la concentración de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,35M a 0,64M los potenciales de repasivación disminuyen en la sección longitudinal, sin embargo, para la sección trasversal ocurre lo contrario. Por otra parte, se observa que no hay una variación notable en los potenciales de picado en las soluciones de sulfato de sodio y cloruro de sodio. Finalmente se puede apreciar que no existe grandes diferencias en las desviaciones estándar, es decir que los resultados son reproducibles.

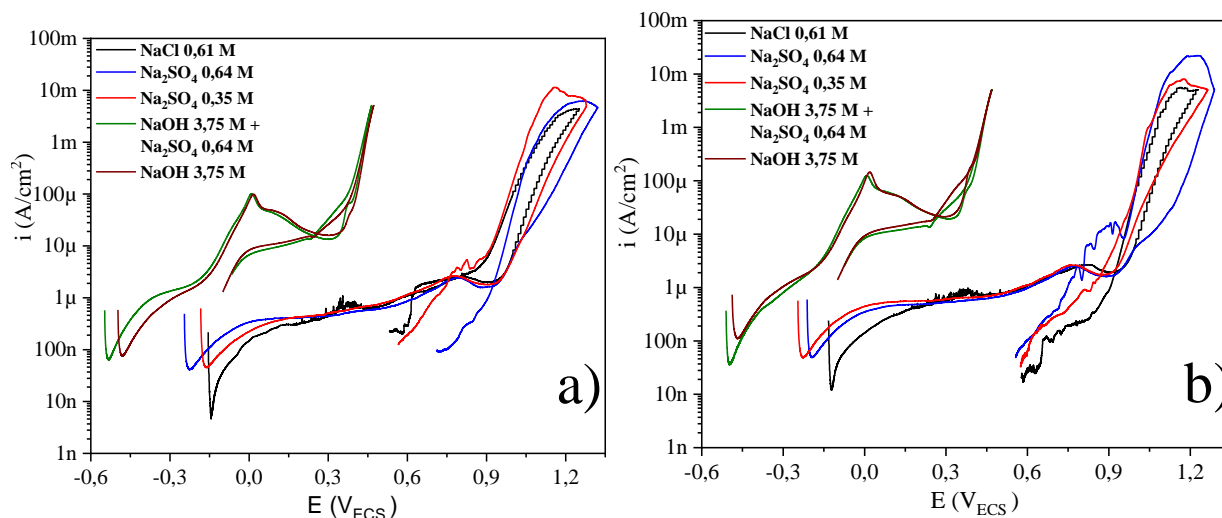


Figura 8. Técnica electroquímica de Polarización Potenciodinámica Cíclica de la aleación DIN/EN 1.4517, en los distintos electrolitos estudiados a temperatura ambiente, en la sección: a) Transversal y b) Longitudinal.

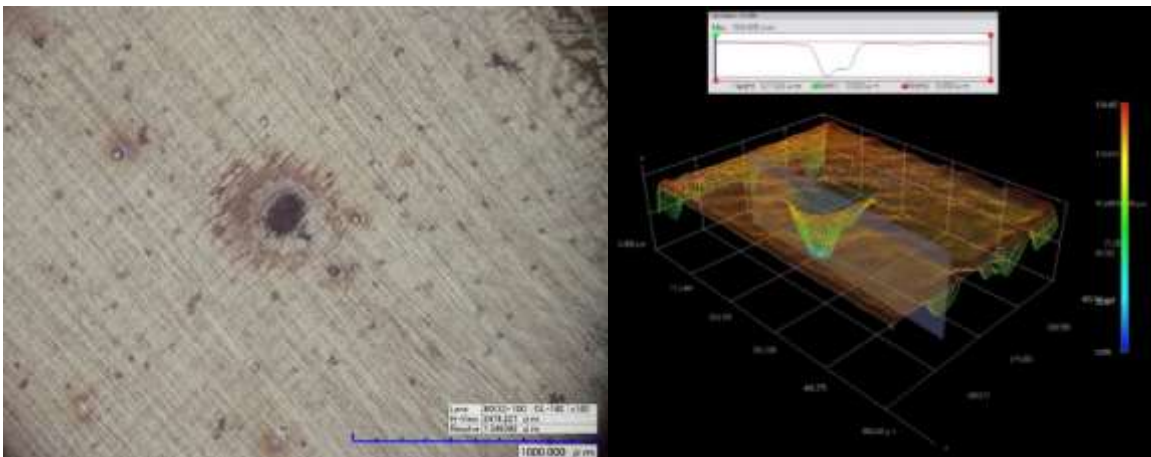
Tabla 8.

Potenciales de picado y repasivación de la aleación DIN/EN 1.4517 determinados por CPP en soluciones aireadas a temperatura ambiente.

Prueba	Longitudinal		Transversal	
	$E_p$ [mV]	$E_{rp}$ [mV]	$E_p$ [mV]	$E_{rp}$ [mV]
NaCl 0,61M	950,803±	938,8728 ±	924,693 ±	757,704 ±
	8,436	28,391	6,681	32,639
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,35M	934,086 ±	868,831 ±	933,925 ±	762,601 ±
	18,501	0,285	11,996	1,127
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,64M	957,215 ±	806,644 ±	961,001 ±	922,2325 ±
	74,427	69,111	67,687	58,840
NaOH 3,75M	322,061 ±	262,781 ±	333,486 ±	259,446 ±
	8,079	2,358	8,079	2,358
NaOH 3,75M + Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,64M	329,503 ±	270,225 ±	324,026 ±	244,775 ±
	3,874	17,996	3,874	17,996

### 4.3 Análisis morfológico

En el apéndice G, se presentan las micrografías ópticas 3D y la reconstrucción tridimensional de la topografía de la superficie tomadas después de aplicada la técnica CPP de las zonas donde se presentó corrosión por picado, en las micrografías ópticas 3D se puede observar la morfología típica del picado donde se aprecian diferentes tonalidades alrededor de los pozos de picado, posiblemente pueden estar relacionadas con las altas densidades de corriente de trabajo, también que el picado tiene una morfología circular bien definida (Ver figura 9).



*Figura 9.* Micrografías ópticas 3D de la aleación DIN/EN 1.4517, tomadas a 140X, utilizando NaCl 0,61M con su respectiva reconstrucción tridimensional de la topografía a 560X, en la sección transversal.

Por otra parte, a partir de los resultados de la reconstrucción tridimensional de la topografía de la superficie (Ver tabla 9), se evidencia la profundidad de las zonas donde se generaron pozos de picado. Al someter la aleación a los medios cáusticos no se presentó corrosión por picado, por el contrario, las muestras mantuvieron una rugosidad superficial menor a  $17 \mu\text{m}$  en las dos secciones estudiadas, sin embargo, en las demás soluciones utilizadas si hubo corrosión por picado,

revelando que al aumentar la concentración de la solución de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  a 0,64M se produce un aumento en la profundidad del pozo de picado, presentando una agresividad similar a la solución de  $\text{NaCl}$  0,61M, evidenciando que la aleación de estudio es susceptible a corrosión localizada en soluciones de sulfato de sodio y cloruro de sodio.

Tabla 9.

*Topografía de los pozos de picado en los distintos electrolitos empleados.*

<b>Electrolito</b>	<b>Picado longitudinal</b>	<b>Picado transversal</b>	<b>Sección longitudinal</b>	<b>Sección transversal</b>
NaOH 3,75M + $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 0,64M	No	No	16,138 $\mu\text{m}$	16,005 $\mu\text{m}$
NaOH 3,75M	No	No	15,451 $\mu\text{m}$	14,493 $\mu\text{m}$
$\text{Na}_2\text{SO}_4$ 0,35M	Si	No	26,784 $\mu\text{m}$ 64,965 $\mu\text{m}$	12,556 $\mu\text{m}$
$\text{Na}_2\text{SO}_4$ 0,64M	Si	Si	49,989 $\mu\text{m}$	100,068 $\mu\text{m}$ 151,486 $\mu\text{m}$
NaCl 0,61M	Si	Si	41,492 $\mu\text{m}$ 53,260 $\mu\text{m}$	132,526 $\mu\text{m}$ 84,124 $\mu\text{m}$ 154,405 $\mu\text{m}$ 81,700 $\mu\text{m}$

## 5. Conclusiones

El estudio microestructural de la aleación mediante la técnica de microscopía óptica permitió observar las características esenciales del acero inoxidable dúplex fundido, como su estructura dendrítica y una distribución de fases apropiada, de igual forma se identificó que el acero estudiado corresponde a un acero inoxidable dúplex de alta aleación, debido a que presenta un porcentaje de cromo de 25,45% y una resistencia equivalente a la corrosión por picadura de 37,94.

Las diversas técnicas electroquímicas planteadas para hallar la densidad de corriente y el potencial de corrosión ( $i_{\text{corr}}$  y  $E_{\text{corr}}$  respectivamente) mostraron el comportamiento termodinámico y cinético de la aleación. A partir de la termodinámica del proceso, se determina que la aleación se hace más susceptible a presentar corrosión a medida que se aumenta la concentración de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  o se añade a la solución de  $\text{NaOH}$  3,75M, debido a que los valores de  $E_{\text{corr}}$  se hacen más activos, este comportamiento fue similar en las dos secciones estudiadas, por otro lado, la cinética evidencia que la aleación no era susceptible a presentar corrosión generalizada ya que las velocidades de corrosión en las dos secciones estaban entre 0,3921 a 1,1117  $\mu\text{mpy}$ , un valor bajo de velocidad de corrosión.

Los resultados de microscopía óptica 3D y reconstrucción tridimensional de la topografía muestran la morfología y el daño que sufrió la superficie donde se presentó corrosión localizada por picado en presencia de iones  $\text{SO}_4^{2-}$  en el acero dúplex DIN/EN 1.4517, donde hubo una profundidad máxima de picadura de 151,486  $\mu\text{m}$  en la solución de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  0,64M teniendo una agresividad similar a la solución de  $\text{NaCl}$  0,61M, con una profundidad máxima de 154,405  $\mu\text{m}$ , un

medio conocido por ser agresivo. Por otra parte, al agregar  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  0,64M al medio de NaOH 3,75M no hay una influencia negativa en ninguna de las dos secciones estudiadas.

Se determinaron los potenciales de picado y repasivación del acero DIN/EN 1.4517, se encontró que el potencial de picado era igual en los medios de NaCl y  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , en cambio el potencial de repasivación variaba de forma distinta en las dos secciones estudiadas. Por otra parte, al agregar  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  0,64M a NaOH 3,75M no hay cambios significativos en los potenciales críticos.

## 6. Recomendaciones

Para los próximos proyectos relacionados a este tipo de investigación se recomienda:

Realizar ensayos de SEM-EDS en los pozos de picado para determinar la concentración de los iones en el interior del pozo después de realizar la técnica electroquímica CPP.

Estudiar el comportamiento del acero con la variación de la temperatura en las técnicas electroquímicas utilizadas, recomendablemente en un autoclave donde permita un rango de temperatura cercano a los utilizados en el proceso Kraft empleado en la industria de la pulpa y el papel (el rango de temperatura de cocción donde se emplea licor blanco varía entre 130 y 170 °C).

Realizar la técnica de Espectrometría de Fotoelectrones Inducidos por Rayos X (XPS) para analizar las películas pasivas formadas.

Analizar la relación entre las características morfológicas de la microestructura sobre la resistencia a la corrosión de la aleación en los medios estudiados.

### Referencias Bibliográficas

- Alsarraf, J. (2010). *Hydrogen Embrittlement Susceptibility of Super Duplex Stainless Steels*. Cranfield University.
- ASTM International. (1999). ASTM G3 Standard Practice for Conventions Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing. *ASTM International*, 89(Reapproved), 1–10. <https://doi.org/10.1520/G0003-14.2>
- ASTM International. (2004). *ASTM G15 Standard Terminology Relating to Corrosion and Corrosion Testing*. 1–5.
- ASTM International. (2010). ASTM G102 - Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements. *ASTM Standards*, 89(Reapproved), 1–7. <https://doi.org/10.1520/G0102-89R10.2>
- ASTM International. (2013). ASTM E112-13: Standard test methods for determining average grain size. *ASTM Standards*, 1–28. <https://doi.org/10.1520/E0112-13.1.4>
- ASTM International. (2014). ASTM G59 - Standard test method for conducting potentiodynamic polarization resistance measurements. *ASTM Standards*, 97(Reapproved), 1–4. <https://doi.org/10.1520/G0059-97R14.2>
- ASTM International. (2015). *ASTM G106-89 Standard Test Methods for Verification of Algorithm and Equipment for Electrochemical Impedance Measurements*. 1–11. <https://doi.org/10.1520/E0407-07R15E01.2>
- ASTM International. (2017). ASTM E3.34776 Standard Guide for Preparation of metallographic specimens. *ASTM Standards*, 11(Reapproved 2017), 1–17. <https://doi.org/10.1520/E0003-11R17.1>

- ASTM International. (2018). ASTM G61.19448 Standar Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion Susceptibility of Iron-Nickel or Cobalt-Based Alloys. *ASTM Standards*, 86(Reapproved), 1–5. <https://doi.org/10.1520/G0061-86R18.2>
- Bajpai, P. (2015). *Pulp and Paper Industry: Chemicals* (ELSEVIER). India.
- Bensalah, N. (2012). Pitting Corrosion. In N. Bensalah (Ed.), *Sciences-New York*. March 2012.
- Bhattacharya, Ananya, & Singh, P. (2008). Corrosion of Duplex Stainless Steels in High pH caustic solution. *NACE*, (08194), 1–14.
- Bhattacharya, Ananya, & Singh, P. M. (2011). Electrochemical behaviour of duplex stainless steels in caustic environment. *Corrosion Science*, 53(1), 71–81. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2010.09.024>
- Bhattacharya, Anyana. (2008). *Stress Corrosion Cracking of Duplex Stainless Steels in Caustic Solutions*. (December), 288.
- Burt, V. (1995). Corrosion in the petrochemical industry. *British Corrosion Journal*, 30(3), 190–190. <https://doi.org/10.1179/bcj.1995.30.3.190>
- Caballero Sarmiento, J., Correa Muñoz, E., & Estupiñan Duran, H. (2017). Análisis de la biocompatibilidad de Ti6Al4V y acero inoxidable 316 LVM basado en efectos de pH, aplicando criterios de la norma ASTM F2129. *Ingeniare*, 25(1), 95–105. <https://doi.org/10.4067/S0718-33052017000100095>
- Callister, W. (1995). Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales. *Reverté*, p. 804.
- Carmona, V. M. O. (2000). *Monitoreo electroquímico de un evaporador de licor negro en la industria de la pulpa y papel*. Centro de investigación en materiales avanzados S.C.
- Chandra, Y. (2004). Alkaline pulping : deadload reduction studies in chemical recovery system. <https://doi.org/10.1021/ja02061a021>

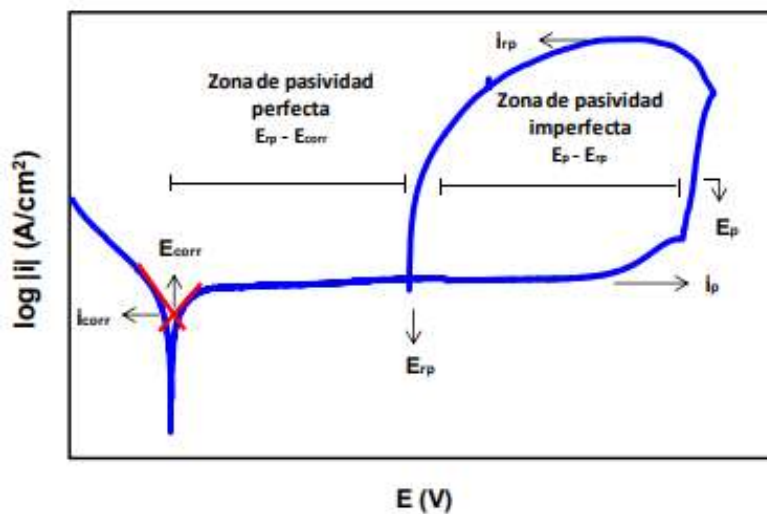
- Claudel, A. (2006). *Efectos de los tratamientos térmicos en la resistencia a la corrosión de un acero súperduplex*.
- Cottis, R., & Turgoose, S. (n.d.). *Electrochemical Impedance and Noise*. NACE INTERNATIONAL.
- de Lima, H. M.L.F., Tavares, S. S. M., Araujo, W. S., Dille, J., & Malet, L. (2019). Characterization of a Cast Duplex Stainless Steel with 3.0%Cu and Modeling of Precipitation Hardening. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 28(4), 2421–2426. <https://doi.org/10.1007/s11665-019-04013-2>
- De Lima, Hillane Mirelle Lopes Ferreira, Tavares, S. S. M., Martins, M., & Araújo, W. S. (2019). The effect of copper addition on the corrosion resistance of cast duplex stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(2), 2107–2119. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.01.018>
- Escriva Cerdan, C. (2013). *Caracterización de la pasividad del acero Inoxidable Uns N08031 En Ácido Fosfórico contaminado mediante técnicas electroquímicas*. 377.
- Esteves, L., Schwartzman, M. M. A. M., Da Costa Campos, W. R., & Lins, V. F. C. (2018). Corrosion behavior of duplex stainless steel in industrial white liquor. *Corrosion*, 74(5), 543–550. <https://doi.org/10.5006/2558>
- Feng, H., Li, H., Zhang, S., Wang, Q., Jiang, Z., Li, G., ... Fan, G. (2014). Corrosion behavior of super duplex stainless steel S32750 in white liquor. *International Journal of Electrochemical Science*, 10(5), 4116–4128.
- Flores, J. M., Romero, R. D., & Llongueras, J. G. (2014). Espectroscopía De Impedancia Electroquímica En Corrosión. *Journal of Chemical Information and Modeling*, 41(7), 3–5. <https://doi.org/10.3989/collectbot.1989.v17.143>
- Gil, L., & Aponte, C. (2013). Resistencia a la corrosión de aceros inoxidable super duplex tratados térmicamente. *11th Latin American and Caribbean Conference for Engineering and Technology*, 1–10.
- González, M. (2004). *Curso de Metalurgia Física Prof: Mario González*. 2, 1–40.

- Guiñón Pina Virginia. (2011). *Estudio de la influencia de la polarización anódica y catódica sobre el comportamiento electroquímico de níquel, cromo y aceros inoxidable en LiBr*. 244. Retrieved from <https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/14015/tesisUPV3701.pdf?sequence=1>
- Gunn, R. N. (2003). *Duplex Stainless Steel Microstructure, properties and applications*. Abington.
- Ibarra, M., Núñez, E., & Huerta, J. (2010). Manual Aceros Inoxidables. *Indura, Marzo*, 21–24.
- Méndez, C., & Ruiz, E. (2011). Evaluación de aceros inoxidables duplex para la construcción de un digestor. *Revista de Ciencia y Tecnología ?-A*, 44–48.
- Outokumpu. (2013). *Handbook of Stainless Steel*. 1–89. Retrieved from <http://www.outokumpu.com/sitecollectiondocuments/outokumpu-stainless-steel-handbook.pdf>
- Palacios, F. L., & Vega, J. (2004). Análisis de los efectos de la corrosión en los aceros inoxidable (Universidad Tecnológica de Bolívar). Retrieved from <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/cbdv.200490137/abstract>
- Pérez Ceballos Ana María. (2015). Estudio de la difusión y fragilización por hidrógeno de un acero inoxidable súper duplex. *PhD Thesis*, (November 2015), 26–31.
- Pinzón, A. V., Urrego, K. J., González-Hernández, A., Rincón Ortiz, M., & Vargas Galvis, F. (2018). Corrosion protection of carbon steel by alumina-titania ceramic coatings used for industrial applications. *Ceramics International*, 44(17), 21765–21773. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.08.273>
- Poulson, B. (1983). Electrochemical measurements in flowing solutions. *Corrosion Science*, 23(4), 391–430. [https://doi.org/10.1016/0010-938X\(83\)90070-7](https://doi.org/10.1016/0010-938X(83)90070-7)
- Rao, J., Atkinson, J., Singh, H., & Patil, A. (2011). Pitting Corrosion Mechanisms of Lean Duplex, duplex and super duplex stainless steels in chloride solutions. *NACE*, (11255), 1–13.

- Roberge, P. R. (2007). Corrosion Inspection and Monitoring. In *Corrosion Inspection and Monitoring*. <https://doi.org/10.1002/0470099763>
- Rodrig, I. K., & Lorena, pAbón S. (2019). Uso de técnicas electroquímicas para determinar la resistencia a la corrosión localizada de un acero inoxidable super dúplex UNS S-32760 (Vol. 53). <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>
- Rodríguez, C., & Biezma, M. V. (2014). Detección de la corrosión por picadura en aceros inoxidables empleando ultrasonidos. *Revista de Metalurgia*, 50(1), 1–11. <https://doi.org/10.3989/revmetalm.005>
- Rodriguez, I. K., Pabón, S. L., & Rincón, M. (2019). Uso de técnicas electroquímicas para determinar la resistencia a la corrosión localizada de un acero inoxidable súper dúplex UNS S-32760. *Matéria (Rio de Janeiro)*, 24(1). <https://doi.org/10.1590/s1517-707620190001.0626>
- Rondón, C., & Sierra, L. (2017). *Efecto de la temperatura del licor blanco en la resistencia a la corrosión por picado de un acero super dúplex UNS S-32760* (Universidad Industrial de Santander). <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>
- Salinas, Q. C. (2010). Conceptos básicos de la corrosión. *Ingenio Libre*, 202. Retrieved from <http://www.unilibre.edu.co/revistaingeniolibre/revista5/articulos/Conceptos-basicos-de-la-corrosion-2.pdf>
- Teschke, K., & Demers, P. (2009). Industria del papel y de la pasta de papel. *Enciclopedia de Salud y Seguridad En El Trabajo*, 72,2-72,19.
- Vian Ortuño, Á. (1999). *Introducción a la Química Industrial* (Second).
- Zaki Ahmad. (2006). *Principles of Corrosion Engineering and Corrosion Control* (Elsevier).
- Zappa, S., Pérez, H., Svoboda, H., & Surian, E. (2018). Caracterización del comportamiento frente a la corrosión en soldaduras de recargue de aceros inoxidables superdúplex. *Matéria (Rio de Janeiro)*, 23(2). <https://doi.org/10.1590/s1517-707620180002.0351>

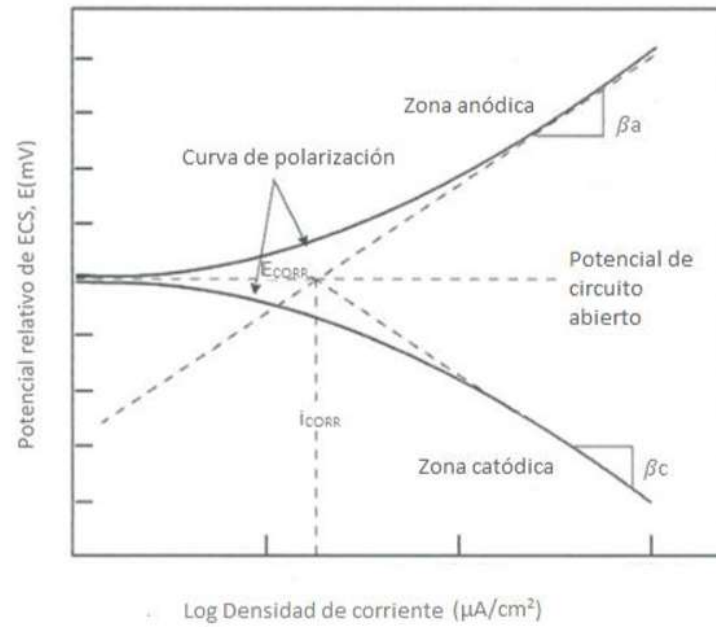
## Apéndices

## Apéndice A. Técnica electroquímica de Polarización Potenciodinámica Cíclica (CPP)

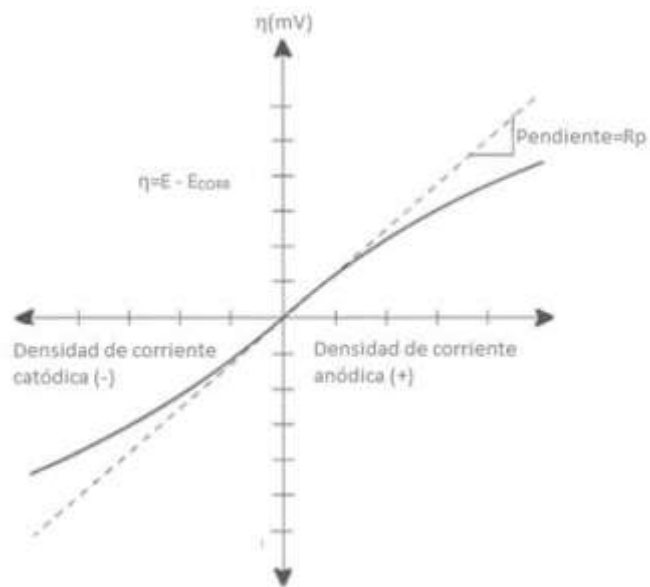


Curva representativa de la técnica electroquímica Polarización Potenciodinámica Cíclica (Guiñón Pina Viginia, 2011).

## Apéndice B. Método de Extrapolación de Tafel

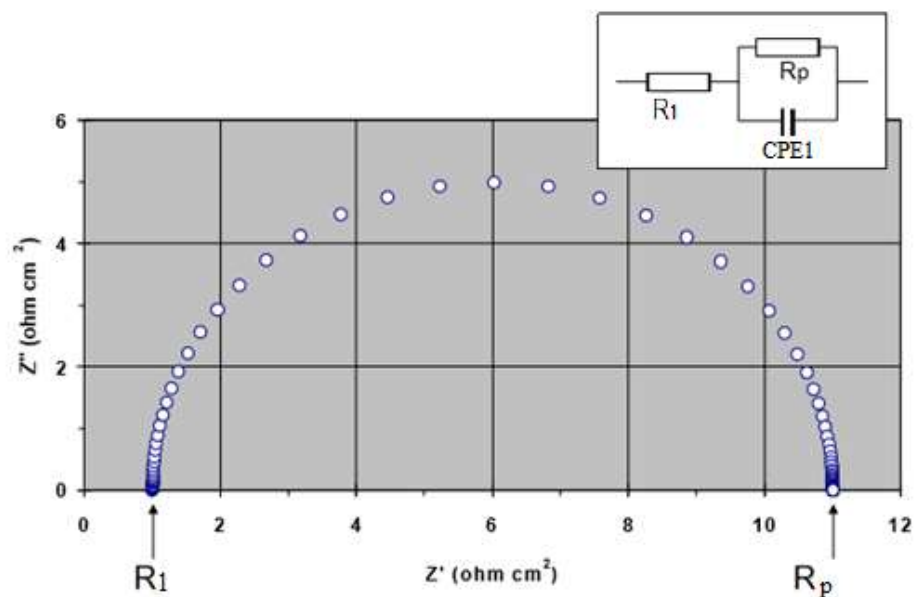


Curva representativa obtenida por medio el método de extrapolación de Tafel (Rodrig & Lorena, 2019).

**Apéndice C. Técnica de Resistencia a la Polarización Lineal**

Curva representativa obtenida por medio de la técnica de resistencia a la polarización lineal (Rodrig & Lorena, 2019).

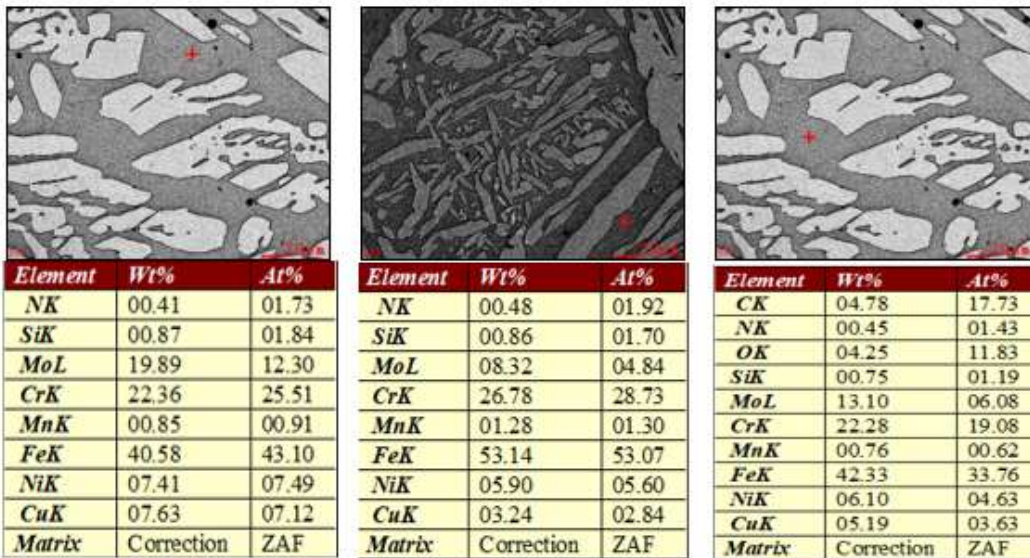
## Apéndice D. Técnica de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica

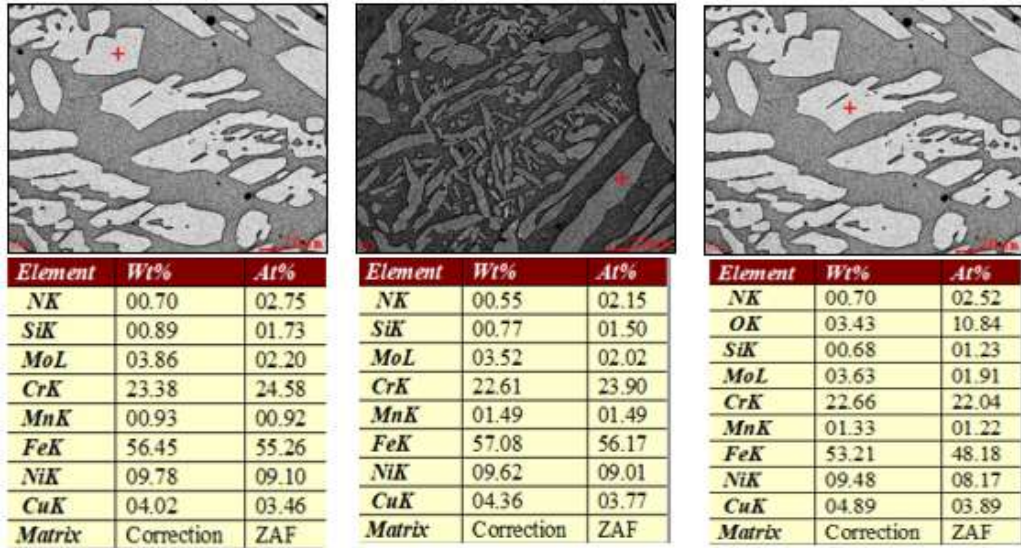


Curva representativa obtenida por medio de la técnica de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica y su respectivo circuito equivalente. (Flores et al., 2014)

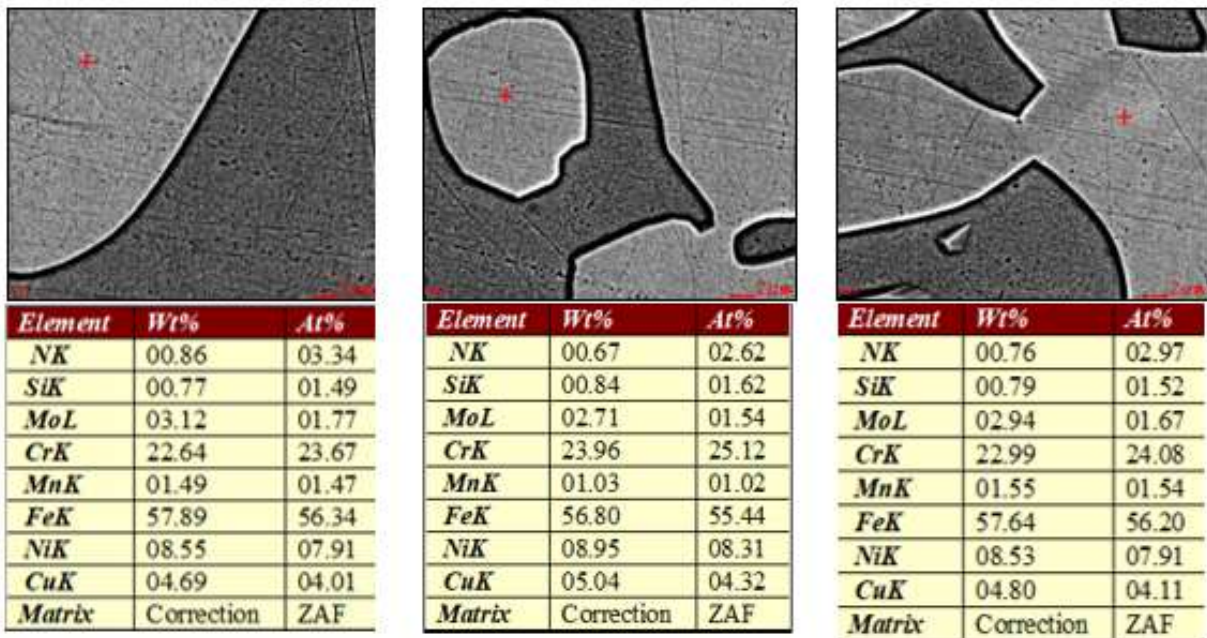
**Apéndice E. Análisis EDS en la zona oscura y clara de la capa del acero DIN/EN 1.4517**

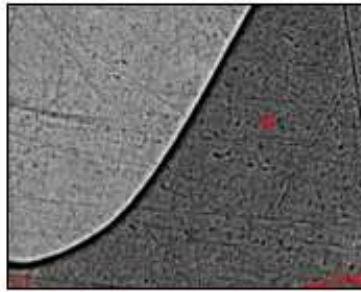
A continuación, se muestran las micrografías obtenidas por SEM y tablas de composición de los espectros EDS de la muestra DIN/EN 1.4517 en la ubicación señalada de la muestra (x roja), primero se muestran las seis mediciones realizadas en la sección transversal en la zona clara (austenita) y la zona oscura (ferrita), por último, se realizaron las mismas mediciones, pero en la sección longitudinal.



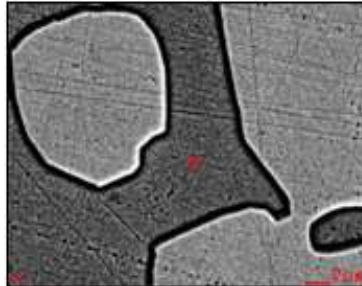


Micrografías obtenidas por SEM y tablas de composición de los espectros EDS de la muestra DIN/EN 1.4517 en la sección transversal.

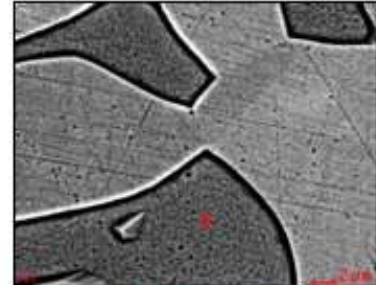




<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>NK</i>	00.45	01.84
<i>SiK</i>	00.87	01.76
<i>MoL</i>	10.72	06.32
<i>CrK</i>	25.53	27.78
<i>MnK</i>	00.95	00.97
<i>FeK</i>	49.89	50.55
<i>NiK</i>	06.14	05.92
<i>CuK</i>	05.45	04.86
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF



<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>NK</i>	00.41	01.67
<i>SiK</i>	00.88	01.77
<i>MoL</i>	10.46	06.16
<i>CrK</i>	26.37	28.68
<i>MnK</i>	01.08	01.11
<i>FeK</i>	49.31	49.94
<i>NiK</i>	05.95	05.73
<i>CuK</i>	05.53	04.93
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF

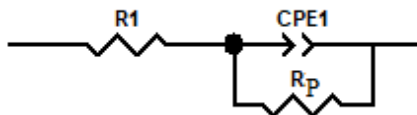


<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>NK</i>	00.47	01.90
<i>SiK</i>	00.77	01.54
<i>MoL</i>	10.11	05.95
<i>CrK</i>	26.39	28.64
<i>MnK</i>	00.93	00.95
<i>FeK</i>	50.22	50.75
<i>NiK</i>	05.68	05.46
<i>CuK</i>	05.44	04.83
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF

Micrográficas obtenidas por SEM y tablas de composición de los espectros EDS de la muestra DIN/EN 1.4517 en la sección longitudinal.

Apéndice F. Parámetros de los circuitos equivalentes

a)



Element	Freedom	Value	Error	Error %
R1	Free(±)	4,52	0,025885	0,57268
CPE1-T	Free(±)	7,1719E-05	3,3085E-07	0,46131
CPE1-P	Free(±)	0,92127	0,00099708	0,10823
R2	Free(±)	5,7983E05	30006	5,175

Chi-Squared: 0,0039085

Weighted Sum of Squares: 0,53937

Circuit Model File:

Mode: Run Fitting / Freq. Range (0,001 - 1000000)

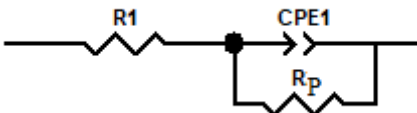
Maximum Iterations: 100

Optimization Iterations: 0

Type of Fitting: Complex

Type of Weighting: Calc-Modulus

b)



Element	Freedom	Value	Error	Error %
R1	Free(±)	3,534	0,019548	0,55314
CPE1-T	Free(±)	7,7212E-05	3,389E-07	0,43892
CPE1-P	Free(±)	0,91856	0,00092807	0,10104
R2	Free(±)	4,7006E05	20358	4,3309

Chi-Squared: 0,0032996

Weighted Sum of Squares: 0,45535

Mode: Run Fitting / Freq. Range (0,001 - 1000000)

Maximum Iterations: 100

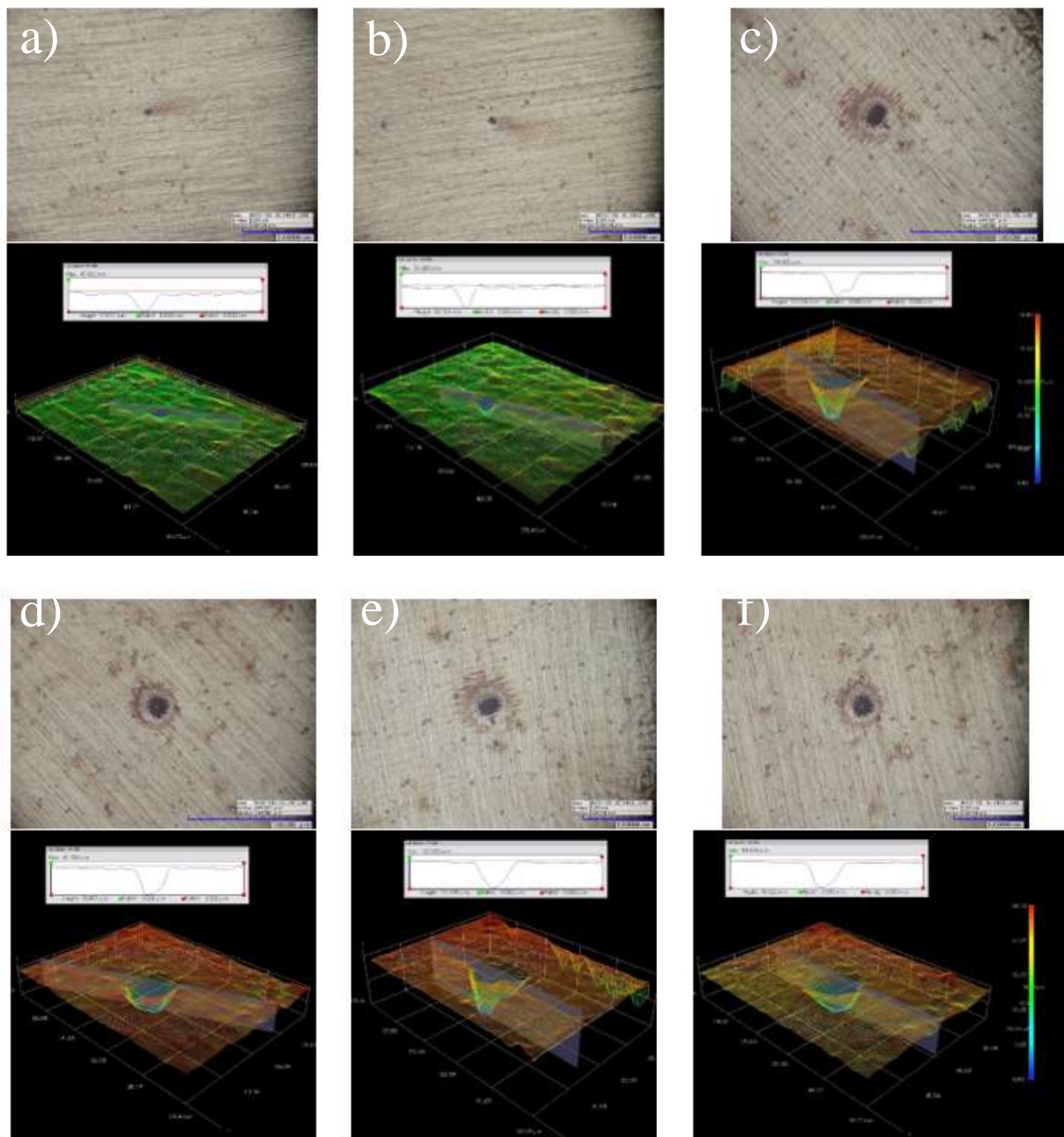
Optimization Iterations: 0

Type of Fitting: Complex

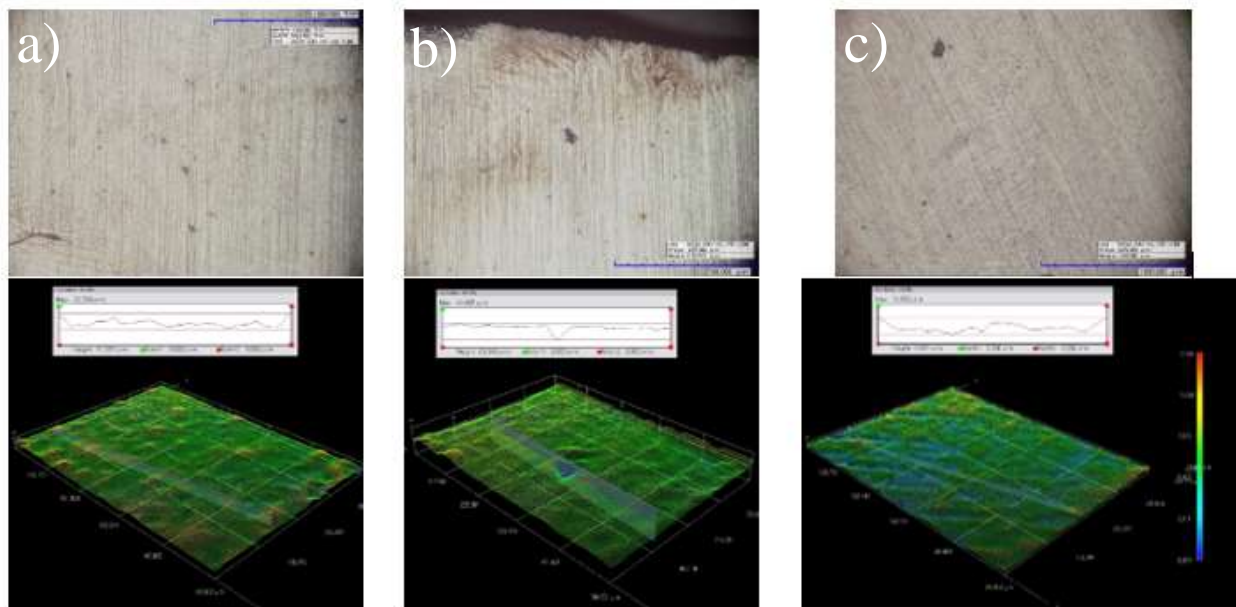
Type of Weighting: Calc-Modulus

Parámetros de los circuitos equivalentes con los que se realizó el ajuste para EIS con NaCl 0,61M con el programa Zview, en la sección: a) Longitudinal y b) Transversal.

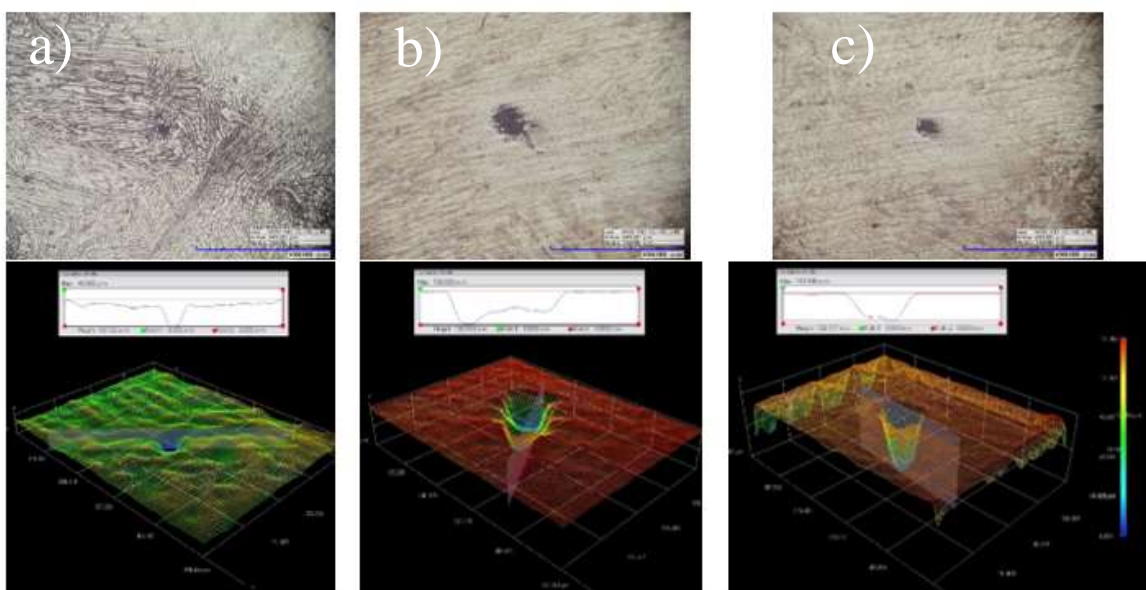
Apéndice G. Micrografías ópticas 3D con su respectiva reconstrucción tridimensional de la topografía de las muestras después de la técnica CPP.



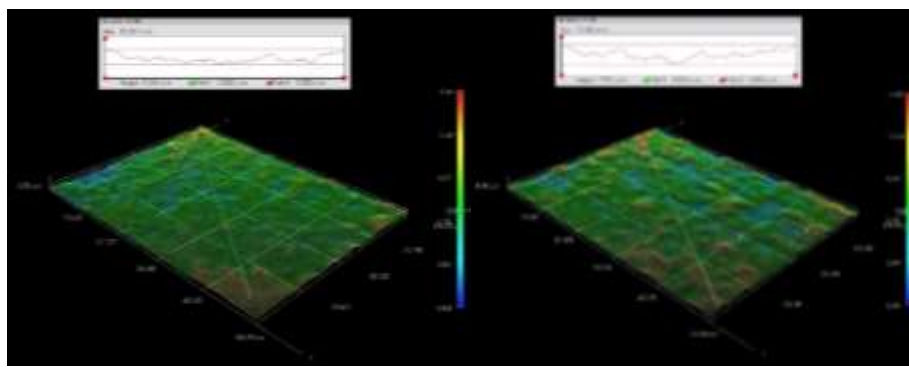
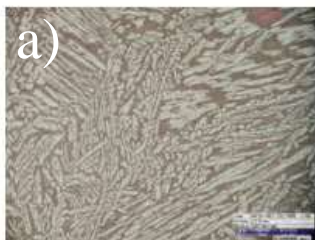
Micrografías ópticas 3D de la aleación DIN/EN 1.4517, tomadas a 140X, utilizando NaCl 0,61M con su respectiva reconstrucción tridimensional de la topografía, sección longitudinal: a), b) y sección transversal: c), d), e) y f).



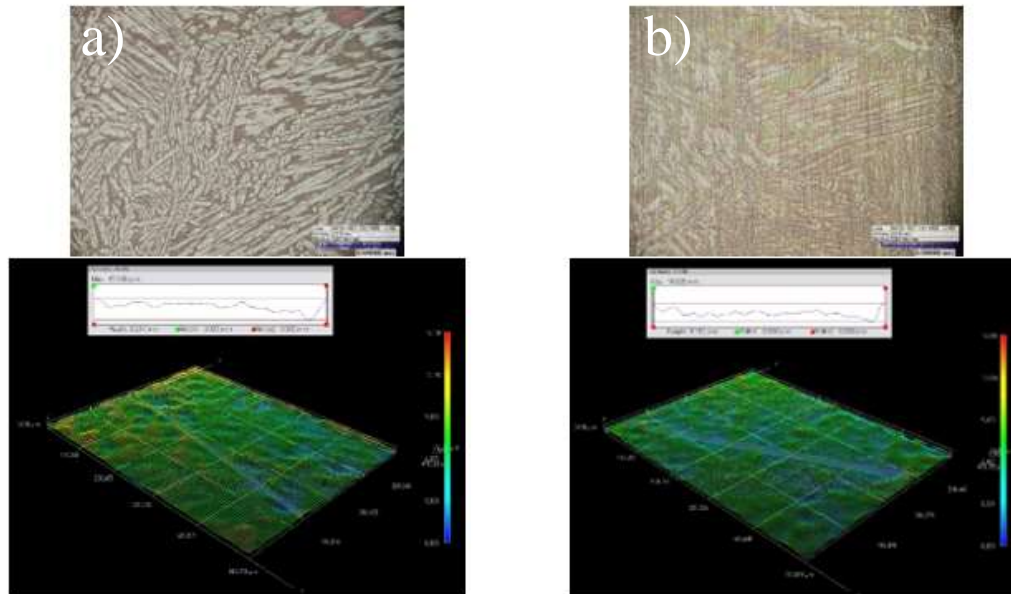
Micrografías ópticas 3D de la aleación DIN/EN 1.4517, tomadas a 140X, utilizando Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,35M con su respectiva reconstrucción tridimensional de la topografía, sección longitudinal: a), b) y sección transversal: c).



Micrografías ópticas 3D de la aleación DIN/EN 1.4517, tomadas a 140X, utilizando  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  0,64M con su respectiva reconstrucción tridimensional de la topografía, sección longitudinal: a) y sección transversal: b) y c).



Micrografías ópticas 3D de la aleación DIN/EN 1.4517, tomadas a 140X, utilizando  $\text{NaOH}$  3,75M con su respectiva reconstrucción tridimensional de la topografía, sección longitudinal a) y sección transversal b).



Micrografías ópticas 3D de la aleación DIN/EN 1.4517, tomadas a 140X, utilizando NaOH 3,75M + Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,64M con su respectiva reconstrucción tridimensional de la topografía, sección longitudinal a) y sección transversal b).