

**EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LA VELOCIDAD
DE CORROSIÓN POR SULFIDACIÓN DEL ACERO AISI-316 EXPUESTO A UN
CRUDO SINTÉTICO**

MICHELLE BARRIENTOS OSPINA

INDIRA ISABEL SAJONERO GALLEGOS

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2018

**EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LA VELOCIDAD
DE CORROSIÓN POR SULFIDACIÓN DEL ACERO AISI-316 EXPUESTO A UN
CRUDO SINTÉTICO**

**MICHELLE BARRIENTOS OSPINA
INDIRA ISABEL SAJONERO GALLEGOS**

Trabajo de grado para optar el título de Ingeniero Químico

Directores

**Ph.D. DIONISIO LAVERDE CATAÑO
M.sc. JAVIER ALBERTO SANABRIA CALA**

Codirector

Ing. GERSON RAFAEL CONDE RODRÍGUEZ

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2018

DEDICATORIA

A **Dios** principalmente por ser mi protector y mi guía, quien me brinda la sabiduría y la inteligencia en cada paso que doy.

A mi madre **Marybel Ospina García**, quien desde mi niñez bajo el fundamento del amor y la disciplina me ha inculcado valores, principios y las bases que hoy en día me hacen la persona que soy, ha sido mi ejemplo a seguir, mi mentora y mi ángel.

A mi padre **Orlando Barrientos Marulanda**, el profesor de mi vida. Ha compartido su conocimiento y su tiempo para enseñarme sobre historia, ética, política, amor hacia la naturaleza y en especial el amor por la ciencia y por la vida.

A mi hermana menor **Valentina Barrientos Ospina**, el mejor regalo que pudieron haberme dado mis padres, la amo con todo mi corazón y es mi motivo para ser cada día mejor persona.

A mis abuelos y demás miembros de la familia que con cada palabra de aliento han apoyado y contribuido a la realización de mis sueños.

A mis amigos y compañeros que me enseñaron el verdadero significado de la amistad y el trabajo en equipo.

A mis profesores por enseñarme que la universidad no es solo un lugar donde se adquiere conocimiento, sino también un lugar donde se forman personas con calidad humana.

Michelle

DEDICATORIA

A la memoria de mis abuelos, Ana y Roberto, que permanecerán por siempre en mi mente y corazón en cada camino que decida recorrer.

A mis padres, Fabiola y Oscar, por ser el motor de mi vida y poseer una fortaleza inquebrantable.

A mis hermanos, Mauricio y Cristian, por creer siempre en mí y en cada una de mis metas.

A mis sobrinos, Danna e Ian, que son la luz que ilumina mi camino y me dan la energía para seguir luchando.

A mis tíos, Elizabeth y Ronald, por su amor y apoyo incondicional a lo largo de toda mi vida.

A mi amada familia, por creer en mis capacidades, ser mi fuente de motivación y enseñarme el valor de la vida.

A todos aquellos que de una u otra forma contribuyeron para que este sueño se hiciera realidad.

Indira

AGRADECIMIENTOS

Las autoras de este proyecto manifiestan sus más sinceros agradecimientos a:

Los profesores **Dionisio Laverde** y **Javier Sanabria**, por transmitirnos su conocimiento y asesorarnos en cada etapa de esta investigación.

Al Ingeniero **Rafael Conde**, por su dedicación, paciencia, entrega y disponibilidad para la culminación satisfactoria del proyecto.

Al profesor **Darío Peña**, director del **Grupo de Investigaciones en Corrosión (GIC)**, por permitirnos desarrollar este trabajo haciendo uso de sus instalaciones.

A los **Laboratorios de Microscopía y de Rayos X**, del Parque Tecnológico Guatiguará – UIS, por la colaboración en las pruebas realizadas.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	16
1. MARCO TEÓRICO	18
1.1. CORROSIÓN EN REFINERÍA	18
1.2. CORROSIÓN POR CRUDOS PESADOS	18
1.3. CORROSIÓN POR SULFIDACIÓN	20
2. ESTADO DEL ARTE	22
3. OBJETIVOS.....	25
3.1. OBJETIVO GENERAL	25
3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	25
4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	26
4.1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	26
4.2. DISEÑO DE EXPERIMENTOS.....	27
4.3. PREPARACIÓN DE MATERIALES Y REACTIVOS	27
4.4. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	28
4.5. DETERMINACIÓN DE LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN	29
4.6. CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL	29
5. RESULTADOS Y ANÁLISIS	30
5.1. CARACTERIZACIÓN DEL ACERO AISI-316.....	30
5.2. GANANCIA DE MASA DEL ACERO AISI-316.....	30
5.3. VELOCIDAD DE CORROSIÓN DEL ACERO AISI-316.....	31

5.4. CARACTERIZACIÓN POR SEM-EDS DE LOS PRODUCTOS DE CORROSIÓN FORMADOS EN EL ACERO AISI-316	32
5.5. CARACTERIZACIÓN POR DRX DE LOS PRODUCTOS DE CORROSIÓN FORMADOS EN EL ACERO AISI-316	34
5.6. DETERMINACIÓN DE LA ENERGÍA DE ACTIVACIÓN.....	35
5.7. MODELO ESTADÍSTICO PREDICTIVO PARA LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN DEL ACERO AISI-316	37
5.8. VALIDACIÓN DE RESULTADOS	38
6. CONCLUSIONES	41
7. RECOMENDACIONES.....	42
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	43
BIBLIOGRAFÍA.....	47
ANEXOS.....	49

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Parámetros de operación.....	27
Tabla 2. Variables de operación.	27
Tabla 3. Volúmenes empleados para la preparación del crudo sintético.	28
Tabla 4. Composición química del acero AISI–316.	30
Tabla 5. Control del proceso según la energía de activación.	35
Tabla 6. Coeficientes de regresión múltiple para el modelo predictivo.	38
Tabla 7. Porcentaje de error de los modelos de Arrhenius y de regresión múltiple en el cálculo de la velocidad de corrosión del acero AISI–316.	40
Tabla 8. Ganancia de masa y velocidad de corrosión del acero AISI–316 expuesto a un crudo sintético con DMDS para el ensayo 1.	52
Tabla 9. Ganancia de masa y velocidad de corrosión del acero AISI–316 expuesto a un crudo sintético con DMDS para el ensayo 2.	53
Tabla 10. Valores promedio de ganancia de masa y velocidad de corrosión del acero AISI–316 expuesto a un crudo sintético con DMDS.	54
Tabla 11. Valores de $1/T$ vs $\ln(v_c)$ para el cálculo de la energía de activación a 24 y 48 horas.	63
Tabla 12. Ecuaciones para el cálculo de la energía de activación.....	63
Tabla 13. Energía de activación obtenida para 24 y 48 horas.	63
Tabla 14. Análisis ANOVA para la velocidad de corrosión del acero AISI–316.	65

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Intervalos de viscosidad y gravedad API para diferentes crudos.....	19
Figura 2. Posibles mecanismos de daño en unidades de destilación de crudo.	19
Figura 3. Esquema del mecanismo de corrosión por sulfidación.	20
Figura 4. Representación gráfica de la metodología experimental.	26
Figura 5. Ganancia de masa del acero AISI–316 expuesto a Dimetil Disulfuro.	31
Figura 6. Velocidad de corrosión del acero AISI–316 expuesto Dimetil Disulfuro.	32
Figura 7. Análisis de SEM–EDS del acero AISI–316 expuesto a 300 °C.....	33
Figura 8. Análisis de DRX del acero AISI–316 expuesto 24 horas a 300 °C.	34
Figura 9. Análisis de DRX del acero AISI–316 expuesto 48 horas a 300 °C.	35
Figura 10. Determinación de la energía de activación.	36
Figura 11. Comparación de la velocidad de corrosión experimental y calculada mediante los modelos de Arrhenius y de regresión múltiple.	39
Figura 12. Acero AISI–316 preparado metalográficamente.	55
Figura 13. Acero AISI–316 con productos de corrosión.....	55
Figura 14. Análisis de SEM–EDS del acero AISI–316 expuesto a un crudo sintético a 300 °C durante 24 horas (magnificación 50 000 X).	56
Figura 15. Análisis de SEM–EDS del acero AISI–316 expuesto a un crudo sintético a 300 °C durante 24 horas (magnificación 80 000 X).	57
Figura 16. Análisis de SEM–EDS del acero AISI–316 expuesto a un crudo sintético a 300 °C durante 48 horas (magnificación 20 000 X).	58
Figura 17. Análisis de SEM–EDS del acero AISI–316 expuesto a un crudo sintético a 300 °C durante 48 horas (magnificación 50 000 X).	59
Figura 18. Diagrama estandarizado de Pareto para la velocidad de corrosión del acero AISI–316.	64

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. Cálculo de volúmenes para la preparación del crudo sintético	49
ANEXO B. Composición química del acero AISI-316	51
ANEXO C. Ganancia de masa y velocidad de corrosión del acero AISI-316.....	52
ANEXO D. Formación de productos de corrosión sobre el acero AISI-316	55
ANEXO E. Análisis de SEM de los productos de corrosión formados en la superficie del acero AISI-316	56
ANEXO F. Análisis de EDS de los productos de corrosión formados en la superficie del acero AISI-316	60
ANEXO G. Cálculos para la energía de activación	62
ANEXO H. Diagrama de Pareto y Análisis ANOVA	64

RESUMEN

TÍTULO: EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN POR SULFIDACIÓN DEL ACERO AISI-316 EXPUESTO A UN CRUDO SINTÉTICO*

AUTORES: MICHELLE BARRIENTOS OSPINA
INDIRA ISABEL SAJONERO GALLEGOS**

PALABRAS CLAVE: Corrosión por sulfidación, crudo sintético, Dimetil Disulfuro, temperatura.

DESCRIPCIÓN: En la industria petroquímica, la corrosión por sulfidación es una de las principales causas de los daños ocurridos en las aleaciones de unidades de destilación primaria y sus líneas de transferencia. Esto es ocasionado por la descomposición térmica de los compuestos azufrados presentes en el crudo, la cual genera H₂S en el sistema, el cual es directamente responsable del fenómeno de sulfidación.

En el presente trabajo, se evaluó la influencia de la temperatura sobre la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI-316 expuesto a un crudo sintético, en un reactor tipo Batch a volumen constante. El crudo sintético fue elaborado a partir de aceite mineral comercial de alta pureza y un compuesto de azufre modelo, Dimetil Disulfuro (DMDS). Las pruebas se realizaron variando la temperatura entre 200 y 300 °C a tiempos de exposición de 24 y 48 horas. La ganancia de masa y la velocidad de corrosión del material se determinaron mediante gravimetría. La caracterización de los productos de corrosión formados en la superficie del acero AISI-316 se realizó mediante las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido combinada con Espectrometría de Energía Dispersa de Rayos X (SEM-EDS) y Difracción de Rayos X (DRX).

Los resultados obtenidos revelan un comportamiento creciente, tanto en la ganancia de masa como en la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI-316, a medida que aumentan la temperatura y el tiempo de exposición, siendo la temperatura la variable más influyente en el sistema debido a que acelera la descomposición térmica del Dimetil Disulfuro.

* Trabajo de grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Directores: Dionisio Laverde Cataño, Doctor en Ingeniería Industrial. Javier Alberto Sanabria Cala, Magíster en Ingeniería Química. Codirector: Gerson Rafael Conde Rodríguez, Ingeniero Químico.

ABSTRACT

TITLE: EVALUATION OF TEMPERATURE EFFECT ON THE SULFIDATION CORROSION RATE OF AISI-316 STEEL EXPOSED TO A SYNTHETIC CRUDE*

AUTHORS: MICHELLE BARRIENTOS OSPINA
INDIRA ISABEL SAJONERO GALLEGOS**

KEYWORDS: Sulfidation corrosion, synthetic crude, Dimethyl Disulfide, temperature.

DESCRIPTION: In the petrochemical industry, corrosion by sulfidation is one of the main causes of damage to the alloys of primary distillation units and their transfer lines. This is caused by the thermal decomposition of the sulfur compounds present in the crude oil, which generates H₂S in the system, which is directly responsible for the sulfidation phenomenon.

In the present work, the influence of the temperature on the sulfidation corrosion rate of the AISI-316 steel exposed to a synthetic crude was evaluated in a Batch reactor at constant volume. The synthetic crude was made from high purity commercial mineral oil and a model sulfur compound, Dimethyl Disulfide (DMDS). The tests were carried out varying the temperature between 200 and 300 ° C at exposure times of 24 and 48 hours. The mass gain and corrosion rate of the material were determined by gravimetry. The characterization of the corrosion products formed on the surface of the AISI-316 steel was carried out by the techniques of Scanning Electron Microscopy combined with X-ray Dispersed Energy Spectrometry (SEM-EDS) and X-ray Diffraction (XRD).

The results obtained reveal an increasing behavior, both in the mass gain and in the sulfidation corrosion rate of the AISI-316 steel, as the temperature and exposure time increase, with temperature being the most influential variable in the system because it accelerates the thermal decomposition of Dimethyl Disulfide.

* Bachelor Thesis

** Faculty of Physicochemical Engineering. School of Chemical Engineering. Directors: Dionisio Laverde Cataño, Doctor in Industrial Engineering. Javier Alberto Sanabria Cala, Master in Chemical Engineering. Codirector: Gerson Rafael Conde Rodríguez, Chemical Engineer.

INTRODUCCIÓN

La Organización de Países Exportadores de Petróleo (OPEP) dio a conocer que el mundo alcanzará una marca de consumo de 100 millones de barriles por día (mb/d) en el 2018, en un tiempo menor al que se había proyectado. Esto demuestra que el petróleo sigue siendo el principal combustible del mundo, representando aproximadamente un tercio del consumo mundial de energía [1].

Las fracciones de crudo más livianas y menos densas, derivadas del proceso de destilación simple, son las más valiosas. No obstante, con la gran demanda y los altos precios del petróleo, y estando en declinación la producción de la mayoría de los yacimientos de petróleo convencionales, la atención de la industria en muchos lugares del mundo se está desplazando hacia la explotación de petróleo pesado. Este tipo de crudo corresponde a hidrocarburos viscosos, que son difíciles de extraer y refinar, debido a que poseen mayores concentraciones de metales y otros elementos, lo que exige más esfuerzos para la obtención de productos deseables y la disposición final de los residuos [2].

De igual forma, la producción de crudos pesados (no convencionales) en Colombia experimentó un incremento dinámico, pasando del 10% en el año 2000 hasta el 53% en el 2015. El panorama actual muestra que, de acuerdo con proyecciones de Ecopetrol, la proporción de crudos convencionales disminuirá en los próximos 10 años de 15% a 10%, mientras que el total de no convencionales aumentará de 53% a 69% del total de la producción [3].

Los problemas que ocurren en la explotación y procesamiento de crudos pesados se pueden dividir en dos: un problema relacionado con la movilidad, debido a que poseen una viscosidad mayor a 100 cP a 30 °C, lo cual hace necesario implementar métodos alternativos de explotación y transporte; el otro inconveniente está relacionado con los altos contenidos de azufre (>1% p/p) y de ácidos nafténicos que hace susceptible a la corrosión de los materiales [4].

La corrosión por sulfidación típica en refinerías puede ocurrir en una gran cantidad de componentes, como accesorios y recipientes a presión, pero es más prominente en las tuberías [5]. Los daños causados por este tipo de corrosión en las aleaciones de unidades de destilación primaria y sus líneas de transferencia se agravan por la alta presión y condiciones de temperatura a las que se someten constantemente (entre 200 y 400 °C). En estas condiciones, la descomposición térmica de los compuestos azufrados genera la formación de H₂S, que es directamente responsable del fenómeno de sulfidación [6].

Los crudos pesados contienen una fracción abundante de macromoléculas compuestas por asfaltenos, resinas, hidrocarburos saturados (n, iso y ciclo parafinas) superiores a 20 carbonos, hidrocarburos aromáticos superiores a 20 carbonos [7], concentraciones de metales, alto porcentaje de ácidos orgánicos y azufre. Por esta razón, es necesario realizar el estudio de la sulfidación empleando crudos sintéticos, que permiten aislar el efecto de otros contaminantes y estudiar con mayor precisión el fenómeno de corrosión por sulfidación, donde las variables más influyentes son la temperatura y el tiempo de exposición del acero.

En consecuencia, la presente investigación evalúa el efecto de la temperatura y el tiempo de exposición sobre la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI-316 expuesto a un crudo sintético con el compuesto orgánico modelo Dimetil Disulfuro (DMDS). Este reactivo se escoge teniendo en cuenta la cadena lineal más corta del compuesto azufrado en fase líquida, para evitar la aparición de subproductos que alteren el comportamiento termodinámico del fenómeno [8]. Además, la industria petroquímica requiere materiales alternativos en las líneas de transferencia para el procesamiento de crudos pesados con alto contenido de azufre, que presenten alta resistencia mecánica y a la corrosión, como es el caso del acero AISI-316, el cual contiene cromo, molibdeno y níquel que lo hacen idóneo para este tipo de aplicaciones, evitando así paradas no programadas en la producción que reducen la rentabilidad de la operación.

1. MARCO TEÓRICO

1.1. CORROSIÓN EN REFINERÍA

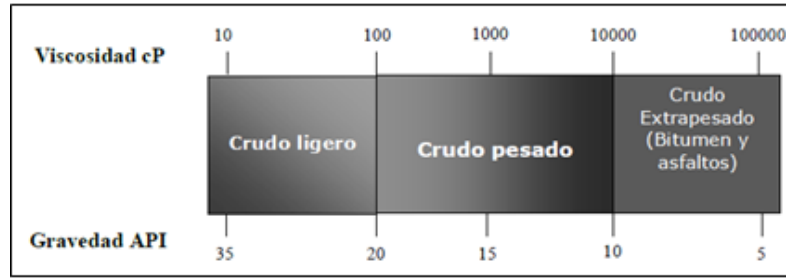
La industria petroquímica, junto con sus difíciles operaciones de producción, experimenta enormes problemas de corrosión causados principalmente por cloruros, dióxido de carbono, amoníaco, cloruro de hidrógeno, ácido sulfúrico, hidrógeno y azufre, entre otros [9]. El azufre es uno de los principales componentes que causa problemas en la refinería ya que se encuentra presente en el petróleo crudo, a varias concentraciones y en una variedad de compuestos químicos, incluyendo sulfuro de hidrógeno, mercaptanos, sulfuros, polisulfuros, tiofenos y azufre elemental [10].

El fenómeno de sulfidación de las estructuras de acero en la industria petroquímica se relaciona con dos aspectos de la corrosión. Un aspecto se refiere a la degradación externa de las estructuras, debida a la formación de capas de sulfuro en las superficies del acero; mientras el otro está conectado con la degradación interna, es decir, cambios en la microestructura del acero y formación de productos internos de corrosión [10].

1.2. CORROSIÓN POR CRUDOS PESADOS

El crudo pesado es una mezcla de hidrocarburos con alto contenido de azufre, vanadio, níquel, molibdeno y ácidos nafténicos, entre otros, que puede presentar una apariencia líquida o semisólida. Como se muestra en la Figura 1, se caracteriza por su alta viscosidad y baja gravedad API, la cual puede variar entre 8 y 20 °; en las arenas bituminosas la gravedad API es menor de 10 ° y en cuanto a la viscosidad, ésta varía entre 100 y 10 000 cP a temperatura de yacimiento [11].

Figura 1. Intervalos de viscosidad y gravedad API para diferentes crudos.

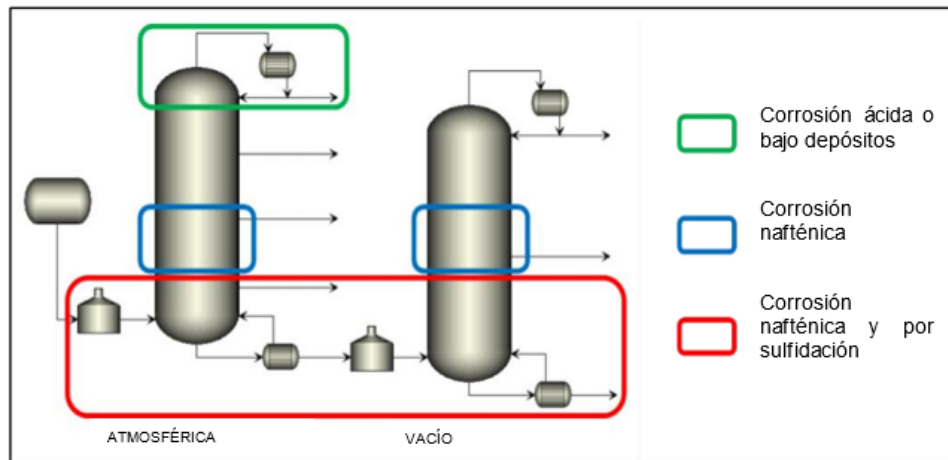


Fuente: Mejía, 2009 [4].

Este tipo de crudos contienen un porcentaje alto de ácidos orgánicos y azufre que, a temperaturas y velocidades de flujo altas, resultan corrosivos en hornos, torres y líneas de transferencia de unidades de destilación, deteriorando los equipos al generar incrustaciones y productos de corrosión en la superficie de los materiales [12].

Estos productos de corrosión provocan que la capacidad de fraccionamiento del crudo disminuya y que su transporte se vuelva más complejo. Como se muestra en la Figura 2, los principales procesos que involucran los mecanismos de daño por corrosión en los procesos de destilación de crudos son: corrosión por HCl, ácidos nafténicos y sulfidación [12].

Figura 2. Posibles mecanismos de daño en unidades de destilación de crudo.



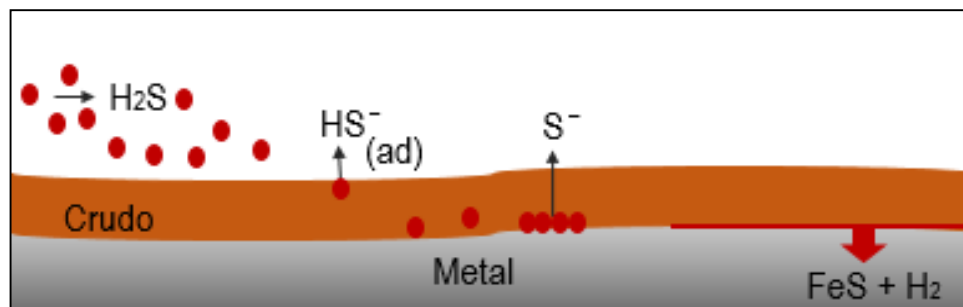
Fuente: Barrera y Ortíz, 2018 [8].

1.3. CORROSIÓN POR SULFIDACIÓN

En general, la sulfidación puede referirse a la modificación o transformación de un metal causada por la exposición a diversos compuestos de azufre, y se usa más comúnmente en geoquímica, ciencia de la corrosión y ciencia de materiales para metales con fuertes afinidades por el sulfuro [13]. Los factores importantes que afectan la sulfidación son la composición de la aleación, el tiempo de exposición, la temperatura y la concentración de los compuestos de azufre. La susceptibilidad de una aleación a la sulfidación es determinada por su capacidad de formar capas protectoras de sulfuros de hierro u otros elementos metálicos [12].

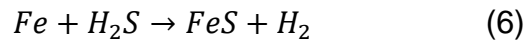
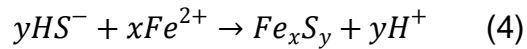
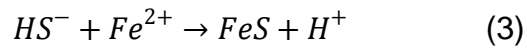
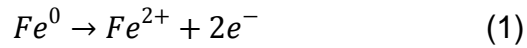
En refinería, la corrosión a alta temperatura por compuestos de azufre se observa generalmente en unidades de proceso a temperaturas superiores a 230 °C, y normalmente acompañada por la corrosión por ácidos nafténicos [13]. Los compuestos de azufre se originan en aceites crudos e incluyen polisulfuros, sulfuro de hidrógeno, mercaptanos, sulfuros alifáticos, disulfuros y tiofenos. Con la excepción de los tiofenos, los compuestos de azufre se descomponen térmicamente formando H_2S , el cual reacciona con las superficies metálicas a temperaturas elevadas, formando sulfuros metálicos y ciertas moléculas orgánicas como se muestra en la Figura 3 [14].

Figura 3. Esquema del mecanismo de corrosión por sulfidación.



Fuente: Adaptado de Rodríguez y Sanmiguel, 2013 [15].

El fenómeno de sulfidación es representado por las siguientes ecuaciones:



En la ecuación (1) se presenta una reacción anódica de oxidación del hierro donde se liberan electrones, mientras que en la ecuación (2) se presenta una reacción de disociación en donde el H₂S se ioniza y el hidrógeno conserva el mismo estado de oxidación. En la ecuación (3) se encuentra la reacción de los productos obtenidos de las reacciones (1) y (2), formando sulfuros de hierro en la superficie del acero estequiométricos, o no estequiométricos en la ecuación (4). En la ecuación (5) se muestra la reacción catódica de reducción del hidrógeno para formar H₂. Por último, la ecuación (6) indica la reacción global que se lleva a cabo en este proceso [8].

2. ESTADO DEL ARTE

En el 2014, **Pengpeng Bai et al** realizaron pruebas para estudiar los efectos de la presión, la temperatura y el tiempo de reacción sobre las propiedades de los productos de corrosión en el acero comercial de tubería X52, en un ambiente con H_2S en fase vapor y líquida. Se investigó la morfología, composición química y estructura cristalina de los productos de corrosión, los cuales fueron caracterizados por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), Difracción de Rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM). Se evidenció que los productos de corrosión cambian con diferentes tiempos de reacción entre el hierro y el H_2S , dando lugar a variaciones en las reacciones posteriores. De igual forma, dependiendo del pH, la presión parcial de H_2S y el potencial de oxidación del ambiente, los productos de corrosión en esta reacción pueden tomar varias formas moleculares como FeS_2 o Fe_7S_8 [16].

En el año 2016, **Lepore** estudió el comportamiento corrosivo de ocho compuestos de azufre: dos mercaptanos, un sulfuro y disulfuro alifáticos, un sulfuro y disulfuro aromáticos y dos tioéteres cíclicos, en cinco aceros: 5Cr, 9Cr, inoxidable 410, inoxidable 316 y al carbono. Se realizaron una serie de experimentos para determinar la temperatura de descomposición de cada compuesto de azufre en H_2S . La estabilidad térmica que poseen los compuestos cíclicos no permitió que éstos se descompusieran en sulfuro de hidrógeno. Se obtuvo como resultado que el disulfuro alifático fue el compuesto más corrosivo debido a que fue el que más fácilmente se descompuso en H_2S . El acero inoxidable 316 resultó ser el más resistente a la corrosión, mientras que el acero al carbono fue el material más corroído. En el caso de los aceros con contenido de cromo, se evidencia una disminución en la corrosión a mayor cantidad de Cr, ya que éste es un elemento aleante que protege contra la corrosión por sulfidación [17].

En el año 2017, **Sharifi et al** evaluaron la cinética de la corrosión por sulfidación de un acero al carbono en función de la temperatura, el tiempo y la concentración del compuesto de azufre modelo, que en este caso fue el dimetil disulfuro (DMDS). En los resultados obtenidos se encontró que el parámetro más importante en la corrosión por sulfidación es la temperatura, ya que a medida que ésta aumenta, la velocidad de corrosión también lo hace. Así mismo, la concentración de dimetil disulfuro influye significativamente sobre la velocidad de corrosión del acero al carbono, ya que el H₂S generado por su descomposición puede reaccionar con átomos de hierro formando capas de sulfuro de hierro, las cuales pueden ser protectoras, semiprotectoras o no protectoras. Estas capas protectoras o semiprotectoras disminuyen la velocidad de corrosión del material a tiempos de exposición largos [18].

En el año 2017, **Monnot et al** investigaron la pérdida abrupta de la resistencia a la corrosión del acero martensítico inoxidable EN 1.4418, en condiciones de pH inferiores a 4, mediante Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS) y diferentes técnicas de caracterización fisicoquímica como: Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) y Difracción de Electrones Retrodispersados (EBSD), destacando el papel de los productos de corrosión en el mecanismo de falla de dichos aceros. Los resultados indicaron que, por debajo de pH 4.0, la superficie metálica está cubierta por una capa de productos de corrosión gruesa (aprox. 40 µm), porosa, rica en sulfuro y propensa al desprendimiento debido a grietas y defectos a través de la estructura amorfa. Así mismo, demostraron que esta capa se encuentra directamente relacionada con el inicio de fenómenos de corrosión mecánica por hidrógeno y sulfuro, ya que el H₂S contenido en la solución se difunde a través de la película o se filtra a lo largo de la estructura porosa y forma sulfuros metálicos a medida que reacciona en la interfaz de la película metálica, liberando el hidrógeno que puede ser absorbido por la aleación [19].

En el 2017, **Duarte et al** evaluaron la resistencia a la corrosión de los depósitos formados sobre la superficie de acero al carbono AISI/SAE–1020 y acero 5%Cr–0.5%Mo expuestos en fracciones de crudo obtenidas de una torre de destilación atmosférica. Para ello, en la etapa de tratamiento preliminar realizaron pruebas de gravimetría dinámica en autoclave, exponiendo probetas de acero AISI/SAE–1020 y acero 5%Cr–0.5%Mo en una fracción de crudo obtenida de una torre de destilación, para posteriormente exponer estas muestras tratadas y las no tratadas en otras dos diferentes fracciones de crudo obtenidas de la torre. La evaluación evidenció que las muestras tratadas en la etapa preliminar disminuyeron la tendencia a la corrosión por ácidos nafténicos y sulfidación en comparación con las muestras no tratadas, posiblemente debido a que la capa de depósitos, formada durante la etapa de tratamiento previo, actúa como barrera de protección de dichos materiales, disminuyendo el efecto corrosivo de la fracción de crudo de la etapa de exposición [20].

En el año 2017, **Sanabria et al** evaluaron la influencia de la temperatura y el tiempo de exposición sobre la velocidad de corrosión por sulfidación de un acero inoxidable AISI–316, al entrar en contacto con un crudo pesado con alto contenido de azufre, exponiendo cupones rectangulares de acero a 36, 48, y 60 horas y temperaturas de 250, 290 y 330 °C. De acuerdo con los resultados obtenidos en la caracterización superficial y las pruebas gravimétricas, se logra destacar la influencia de la temperatura y el tiempo de exposición sobre la evolución de la corrosión en torno a una morfología termodinámicamente estable, siendo las temperaturas de 250 y 330 °C y un intervalo entre 36 y 60 horas de exposición los que mostraron una disminución continua en la velocidad de corrosión del acero AISI–316. Además, las capas de sulfuro de hierro (FeS) formados como productos de corrosión en la superficie de acero AISI–316, redujeron el deterioro del material debido a que actuaron como una barrera de protección frente a otras especies corrosivas en el sistema [21].

3. OBJETIVOS

3.1. OBJETIVO GENERAL

Evaluar el efecto de la temperatura sobre la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI-316 expuesto a un crudo sintético.

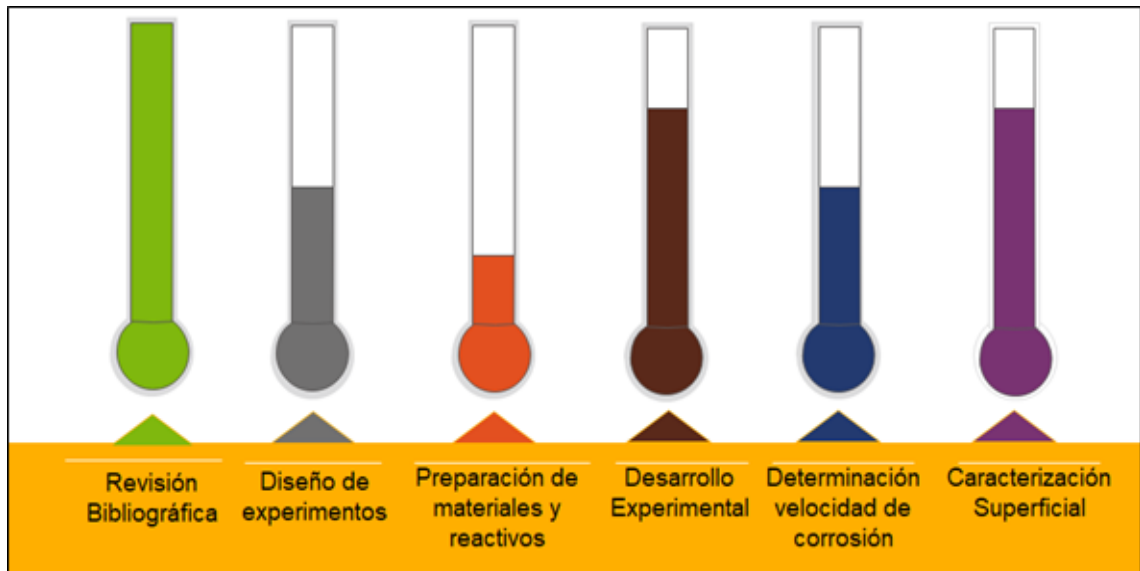
3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar mediante gravimetría el efecto de la temperatura y el tiempo de exposición sobre la velocidad de corrosión del acero AISI-316.
- Evaluar la morfología de los productos de corrosión formados por la sulfidación del acero AISI-316.
- Determinar la energía de activación de la reacción de corrosión por sulfidación del acero AISI-316 expuesto a un crudo sintético.

4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En la Figura 4 se observa la metodología experimental para la evaluación del efecto de la temperatura sobre la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI-316 expuesto a un crudo sintético.

Figura 4. Representación gráfica de la metodología experimental.



4.1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

Para desarrollar esta investigación fue necesario realizar una búsqueda de fuentes de información que aportan a los temas de interés como: corrosión en refinería, corrosión por crudos pesados, corrosión por sulfidación y las variables que tienen mayor influencia sobre la velocidad de corrosión, tales como la temperatura y el tiempo de exposición del acero.

4.2. DISEÑO DE EXPERIMENTOS

De acuerdo con la revisión bibliográfica, las variables con mayor influencia en la velocidad de corrosión son la temperatura y el tiempo de exposición del acero. Por tanto, se simularon las condiciones de operación de una línea de transferencia en el procesamiento de un crudo pesado para evaluar la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI-316, usando un crudo sintético con el compuesto orgánico modelo Dimetil Disulfuro (DMDS). A continuación, se presentan las Tablas 1 y 2 con los parámetros y variables de operación, respectivamente, que se tuvieron en cuenta en el desarrollo del proyecto.

Tabla 1. Parámetros de operación.

Parámetro	Unidad	Valor
Material	AISI-316	–
Volumen de crudo sintético	[mL]	12
Presión inicial	[psi]	100

Tabla 2. Variables de operación.

Tiempo [h]	Temperatura [°C]				
24	200	225	250	275	300
48	200	225	250	275	300

4.3. PREPARACIÓN DE MATERIALES Y REACTIVOS

Se emplearon cupones de acero AISI-316 de dimensiones promedio: 1 [cm] de ancho, 1 [cm] de largo y 0.2 [cm] de espesor. Estos cupones se prepararon metalográficamente de acuerdo con la norma ASTM G1-03 [22], la cual sugiere hacer una limpieza empleando un papel abrasivo de carburo de silicio N° 150, 220, 400, 600, 1200 y 2000 para desbastar las superficies y los bordes de cada cupón, y así disminuir la rugosidad. Posteriormente, se midieron los cupones y se registró

su masa promedio. Para determinar la composición química elemental del material, se escogió un cupón previamente lijado para ser caracterizado por medio de Espectroscopía de Emisión Atómica según la norma ASTM E1086–14 [23].

El crudo sintético consistió en una solución de aceite mineral comercial de alta pureza y Dimetil Disulfuro (DMDS). Inicialmente se realizó una prueba con el aceite a una temperatura de 300 °C durante 48 horas para asegurar que no existiera presencia de azufre, y así evitar alteraciones en las pruebas. Partiendo de una concentración de azufre deseada del 1% p/p y las densidades de las sustancias, se calcularon los volúmenes requeridos para la elaboración del crudo sintético, tal y como se observa en el Anexo A. Posteriormente, el aceite mineral y el DMDS se mezclaron hasta obtener una solución homogénea. Los resultados obtenidos de dichos volúmenes se exponen en la Tabla 3.

Tabla 3. Volúmenes empleados para la preparación del crudo sintético.

Sustancia	Volumen
Dimetil Disulfuro (DMDS)	4.0 mL
Aceite mineral	500 mL

4.4. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Antes de iniciar cada prueba fue necesario pesar los cupones gravimétricos, este proceso se llevó a cabo en una balanza analítica con una precisión de ± 0.0001 [g]. Luego, se adicionó 12 [mL] de crudo sintético en un tubo pyrex y se sumergió dentro de él dos cupones de acero AISI–316 separados por una pieza de vidrio que permitiera evitar el contacto entre las dos piezas metálicas. Posteriormente, el tubo pyrex se insertó dentro del reactor tipo Batch. Se procedió a realizar una purga con nitrógeno de alta pureza en ciclos de 6 repeticiones para eliminar el oxígeno que pudiese encontrarse en el reactor y garantizar una atmósfera inerte. Seguidamente, se ajustó la chaqueta de calentamiento y el termopar al reactor para así conectarlo al sistema de control de temperatura. La prueba comenzó con

una presión inicial del sistema de 100 [psi]. Al finalizar cada prueba, se desconectó el sistema de control de temperatura y se permitió que el reactor llegara a temperatura ambiente, para después retirar los cupones, pesarlos y almacenarlos para su posterior análisis superficial.

4.5. DETERMINACIÓN DE LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN

Se calculó mediante gravimetría según la norma ASTM G1–03 [22] haciendo uso de la ecuación (7). Para ello se determinó el área superficial total inicial del cupón de acero AISI–316 y la masa ganada durante la prueba. Cada ensayo se realizó por duplicado para garantizar la reproducibilidad de los resultados.

$$Velocidad\ de\ corrosión = \frac{K \cdot W}{A \cdot t \cdot \rho} \quad (7)$$

Dónde:

- ❖ **K**: Constante [mm/y]
- ❖ **W**: Ganancia de masa [g]
- ❖ **A**: Área del cupón [cm²]
- ❖ **t**: Tiempo de exposición [h]
- ❖ **ρ**: Densidad [g/cm³]

4.6. CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL

Los productos de corrosión formados sobre el acero AISI–316 se caracterizaron por medio de las técnicas: Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) combinada con Espectrometría de Energía Dispersa de Rayos X (EDS), para determinar la morfología de estos productos; y Difracción de Rayos X (DRX), para identificar las fases cristalinas formadas.

5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

5.1. CARACTERIZACIÓN DEL ACERO AISI-316

Los resultados obtenidos mediante Espectroscopía de Emisión Atómica se pueden observar en la Tabla 4 y el Anexo B, donde se presenta una comparación de la composición estándar del material proporcionada por el proveedor [24] y los valores obtenidos por Espectroscopía, evidenciando que los elementos químicos presentes en el acero se encuentran dentro del rango establecido.

Tabla 4. Composición química del acero AISI-316.

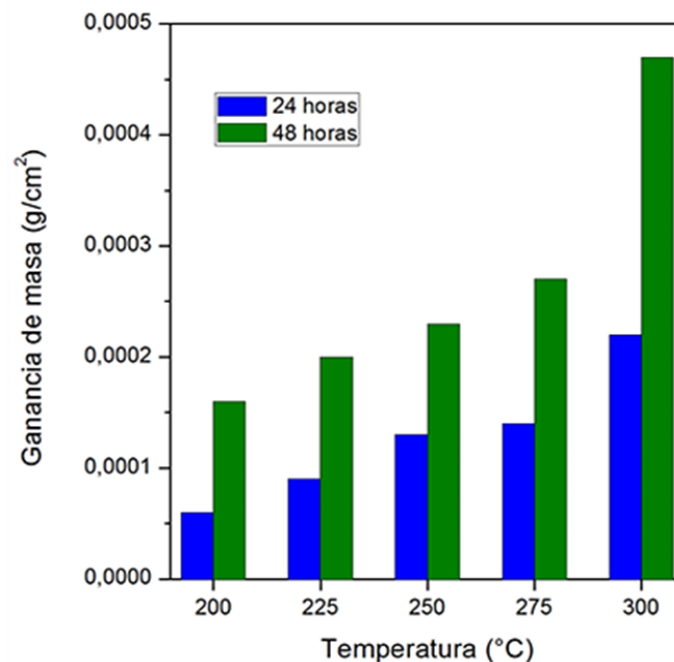
Elemento	C	S	Cr	Mn	Fe	Ni	Mo
Estándar [%p/p]	≤ 0.080	≤ 0.030	16.00 a 18.00	≤ 2.000	Balance	10.00 a 14.00	2.00 a 3.00
Espectroscopía [%p/p]	0.02	< 0.150	16.48	1.4	68.22	10.27	1.95

Fuente: Laboratorio de Microscopía, Parque Tecnológico Guatiguará – UIS.

5.2. GANANCIA DE MASA DEL ACERO AISI-316

Los cálculos correspondientes a la ganancia de masa y la velocidad de corrosión del acero AISI-316 se encuentran en el Anexo C. La Figura 5 muestra el comportamiento de la ganancia de masa del acero AISI-316 expuesto a un crudo sintético, donde es posible observar que la ganancia de masa aumenta en función de la temperatura y el tiempo de exposición. Esto se debe a que el aumento de la temperatura acelera la descomposición del DMDS en H₂S, el cual reacciona con el hierro del acero AISI-316 para producir sulfuros de hierro en la superficie del material, y por ende se evidencia un incremento en la masa del acero. De igual forma, al someter el acero a tiempos de exposición más largos existe mayor difusión de los iones de azufre hacia el metal, por lo cual se genera mayor cantidad de productos de corrosión, aumentando la masa final del cupón [6].

Figura 5. Ganancia de masa del acero AISI-316 expuesto a Dimetil Disulfuro.



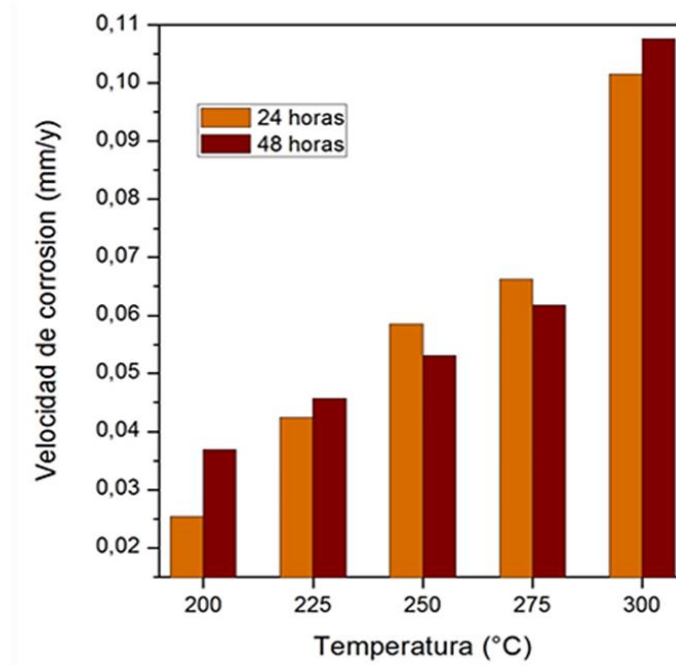
5.3. VELOCIDAD DE CORROSIÓN DEL ACERO AISI-316

La Figura 6 representa la velocidad de corrosión del acero AISI-316 para los tiempos de 24 y 48 horas, donde es posible observar la influencia de la temperatura y el tiempo de exposición sobre este parámetro, ya que se muestra un comportamiento creciente en la velocidad de corrosión conforme aumentan las dos variables. Este comportamiento se atribuye a la descomposición térmica del compuesto de azufre en sulfuro de hidrógeno a altas temperaturas, elevando la concentración de H_2S en el sistema y favoreciendo su reacción química en la superficie del material, resultando en la formación por quimisorción de productos de corrosión de tipo FeS en la superficie del acero [6].

Por otra parte, el mayor deterioro del acero AISI-316 se produce a una temperatura de 300 °C para los dos tiempos de exposición. Esto se debe a que el incremento de la temperatura acelera la descomposición térmica del Dimetil Disulfuro en H_2S , generando mayor cantidad de iones que reaccionan con los

átomos de hierro presentes en el acero, dando lugar a velocidades de corrosión mayores en el material [6]. Sin embargo, el máximo valor de velocidad de corrosión obtenido para el acero AISI-316 es de 0.1077 [mm/y], el cual es relativamente menor en comparación a los valores calculados para diferentes materiales: 4.3 [mm/y] para el acero al carbono [18], 1.9 [mm/y] para el acero Q235 [14] y 1.6 [mm/y] para el acero 5Cr1/2Mo [14]. Estas bajas velocidades de corrosión del acero AISI-316 se atribuyen a los elementos aleantes del acero, como el cromo y el molibdeno, que evitan la interacción del H₂S con el hierro [21].

Figura 6. Velocidad de corrosión del acero AISI-316 expuesto Dimetil Disulfuro.



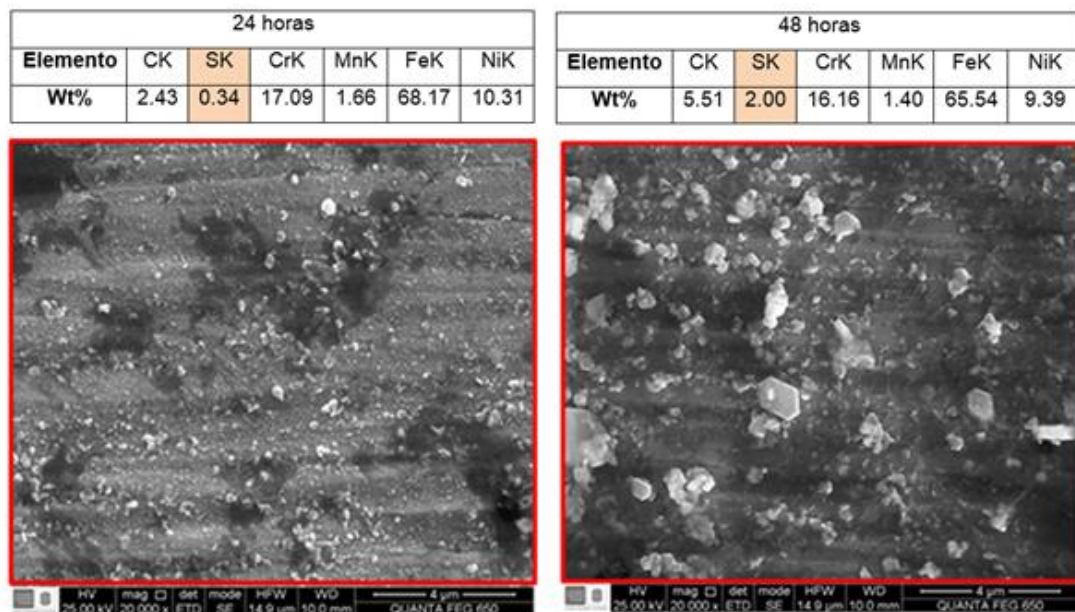
5.4. CARACTERIZACIÓN POR SEM-EDS DE LOS PRODUCTOS DE CORROSIÓN FORMADOS EN EL ACERO AISI-316

Se realiza un análisis de caracterización superficial para los cupones gravimétricos de acero AISI-316 expuestos a un crudo sintético a temperatura de 300 °C para ambos tiempos de exposición (24 y 48 horas), por medio de la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido combinada con Espectrometría de Energía

Dispersa de Rayos X (SEM–EDS). Se selecciona esta temperatura teniendo en cuenta que a estas condiciones existe mayor ganancia de masa y velocidad de corrosión, de acuerdo con los resultados obtenidos en el análisis gravimétrico.

La Figura 7 confirma la tendencia creciente en la ganancia de masa y la velocidad de corrosión del acero AISI–316 conforme se incrementa el tiempo de exposición, puesto que se observa un porcentaje superior de azufre en el acero en un tiempo de 48 horas (2% p/p) respecto al de 24 horas (0.34% p/p). Adicionalmente, se evidencia la formación de una capa con productos de corrosión en la superficie del acero, tal y como se presenta en el Anexo D; sin embargo, esta capa no es continua ni homogénea en toda el área del material debido a la presencia de cromo y molibdeno, lo cual lo hace resistente a la corrosión [17]. Teniendo en cuenta lo anterior y el estado del arte, la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI-316 no tiende a disminuir al evaluar tiempos de exposición mayores, como si ocurre en materiales de baja aleación como el acero al carbono [18], en el cual se forma una capa protectora que actúa como barrera física, impidiendo la interacción entre los iones de azufre y el metal expuesto [6].

Figura 7. Análisis de SEM–EDS del acero AISI–316 expuesto a 300 °C.



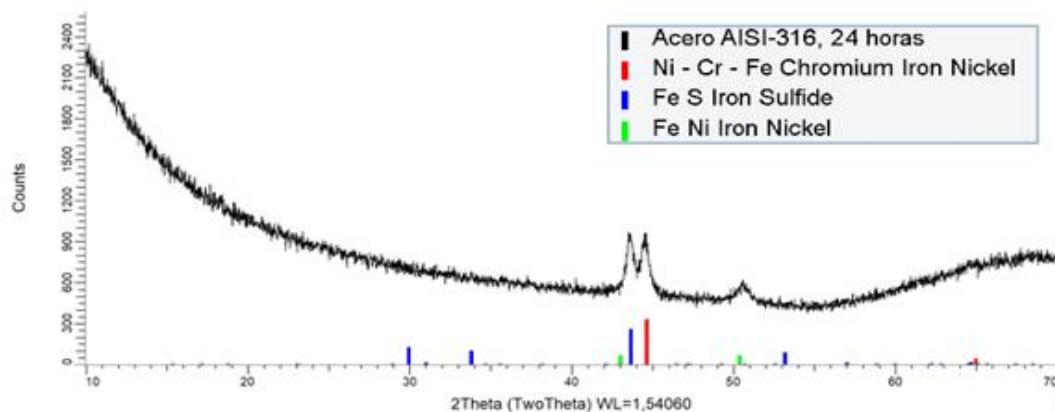
Fuente: Laboratorio de Microscopía, Parque Tecnológico Guatiguará – UIS.

Igualmente, en la Figura 7 y en los Anexos E y F se observa que los productos de corrosión formados sobre el acero AISI-316 corresponden a estructuras hexagonales con un tamaño de grano promedio de 218 [nm] para el acero expuesto a 24 horas, alcanzando un valor máximo de 319 [nm]; mientras que estos productos tienen un tamaño de grano promedio de 490 [nm] para el acero expuesto a 48 horas, con valores máximos de hasta 1439 [nm]. Esto corrobora el aumento del tamaño de los productos de corrosión, lo que resulta en un incremento en la ganancia de masa a medida que se eleva el tiempo de exposición.

5.5. CARACTERIZACIÓN POR DRX DE LOS PRODUCTOS DE CORROSIÓN FORMADOS EN EL ACERO AISI-316

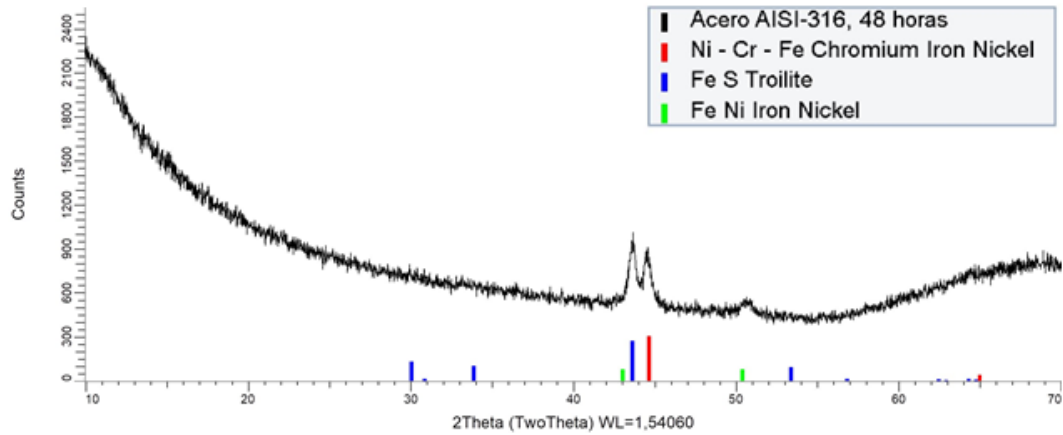
Las Figuras 8 y 9 indican los resultados del análisis de Difracción de Rayos X a una temperatura de 300 °C para tiempos de exposición de 24 y 48 horas. En ellas se demuestra la existencia de los productos de corrosión formados en la superficie del material con un carácter estable debido a sus estructuras hexagonales [16], cuyas fases cristalinas presentes con mayor intensidad son sulfuro de hierro y troilita para 24 y 48 horas, respectivamente.

Figura 8. Análisis de DRX del acero AISI-316 expuesto 24 horas a 300 °C.



Fuente: Laboratorio de Rayos X, Parque Tecnológico Guatiguará – UIS.

Figura 9. Análisis de DRX del acero AISI-316 expuesto 48 horas a 300 °C.



Fuente: Laboratorio de Rayos X, Parque Tecnológico Guatiguará – UIS.

5.6. DETERMINACIÓN DE LA ENERGÍA DE ACTIVACIÓN

Al ser la temperatura la variable más importante que gobierna la corrosión por sulfidación [18], es posible calcular la energía de activación para determinar el mecanismo de control del sistema utilizando la ecuación de Arrhenius. En la Tabla 5 se indican los tipos de control que existen de acuerdo con el rango de la energía de activación. El control por transferencia de masa hace referencia a la difusión lenta del H₂S presente en la fase líquida hacia las cercanías del acero, la cual es necesaria para compensar el gradiente de concentración. Por su parte, el control por reacción química indica la existencia de una velocidad de reacción baja o un alto coeficiente de difusión, ya que el transporte de masa es más rápido que la reacción química [25].

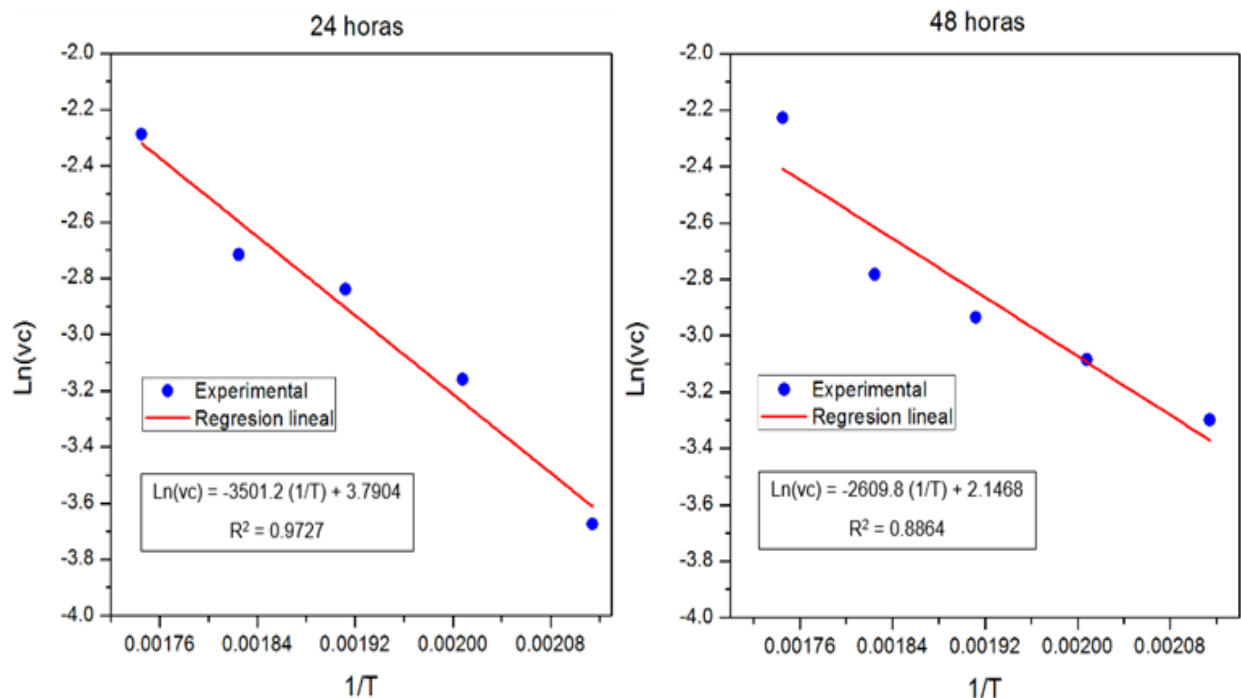
Tabla 5. Control del proceso según la energía de activación.

Tipo de control	Transf. de masa	Mixto	Reacción química
Energía de activación [Kcal/mol]	1–5	5–10	>10

Fuente: Rodríguez y Sanmiguel, 2013 [15].

Los cálculos realizados para determinar la energía de activación de la reacción de sulfidación por el modelo de Arrhenius para ambos tiempos (24 y 48 horas) se muestran en el Anexo G y los resultados se presentan en la Figura 10. Así, es posible observar que el ajuste de las curvas para la determinación de la energía de activación tiene coeficientes de regresión cercanos a 1, siendo $R^2=0.9727$ a 24 horas y $R^2=0.8864$ a 48 horas. Este último ajuste se debe a que la velocidad de corrosión a 300 °C y tiempo de exposición de 48 horas es elevada en comparación con los otros valores de temperatura, puesto que la descomposición térmica del DMDS a estas condiciones se acelera, genera mayor presencia de H_2S y provoca que este reaccione más rápido con el acero AISI-316 [6]. Por tal motivo, el coeficiente de ajuste de la ecuación de Arrhenius a 48 horas es menor en comparación al coeficiente de ajuste calculado a 24 horas.

Figura 10. Determinación de la energía de activación.



Como se puede observar en la Tabla 13 presente en el Anexo G, la energía de activación correspondiente para un tiempo de 24 horas es de 6.9569 [Kcal/mol] y de 5.1857 [Kcal/mol] para 48 horas. Esto indica que, para los dos tiempos de exposición analizados, el control del sistema es de tipo mixto, es decir, el proceso

está controlado por la velocidad de transferencia de masa debido a la falta de agitación, y por la cinética de reacción química, puesto que la presencia de cromo y molibdeno en el material hacen que la reacción sea más lenta [25, 17]. Sin embargo, la transferencia de masa afecta en mayor medida este fenómeno, dado que los valores obtenidos son más cercanos a su rango de control.

Las siguientes ecuaciones describen la velocidad de corrosión para tiempo de 24 y 48 horas empleando la ecuación de Arrhenius.

$$vc(24 h) = 44.2741 e^{\frac{-3501.2}{T}} \quad (8)$$

$$vc(48 h) = 8.5574 e^{\frac{-2609.8}{T}} \quad (9)$$

Por su parte, la energía de activación reportada por Sharifi [18] fue de 19.8 [Kcal/mol] y la de Qu [14] fue de 20.7 [Kcal/mol]. Esto quiere decir que, en ambos casos, el control es dirigido por reacción química, debido a la agitación constante que fue empleada en ambas investigaciones y que garantiza la transferencia de masa en el sistema. Por lo tanto, se puede afirmar que la agitación es un factor de gran incidencia sobre el mecanismo de control del sistema [14, 18].

5.7. MODELO ESTADÍSTICO PREDICTIVO PARA LA VELOCIDAD DE CORROSIÓN DEL ACERO AISI-316

Para determinar un modelo estadístico que relacione el efecto de la temperatura y el tiempo de exposición sobre la velocidad de corrosión del acero AISI-316 se realiza un análisis empleando un software de versión libre. Para ello, se establece como variable dependiente la velocidad de corrosión y como variables independientes la temperatura y el tiempo de exposición. A continuación, se indica el modelo de regresión múltiple obtenido en este análisis, mientras que el diagrama de Pareto y el análisis ANOVA se presentan en el Anexo H. En la Tabla 6 se evidencian los 5 coeficientes obtenidos por el análisis estadístico para el

modelo de regresión múltiple, el cual describe la relación de la velocidad de corrosión del material con las variables independientes temperatura (T) y tiempo de exposición (t).

Tabla 6. Coeficientes de regresión múltiple para el modelo predictivo.

Coeficiente	Valor
Constante	2.251E-01
A: Temperatura	-2.184E-03
B: Tiempo	8.508E-04
AA	5.920E-06
AB	-3.033E-06

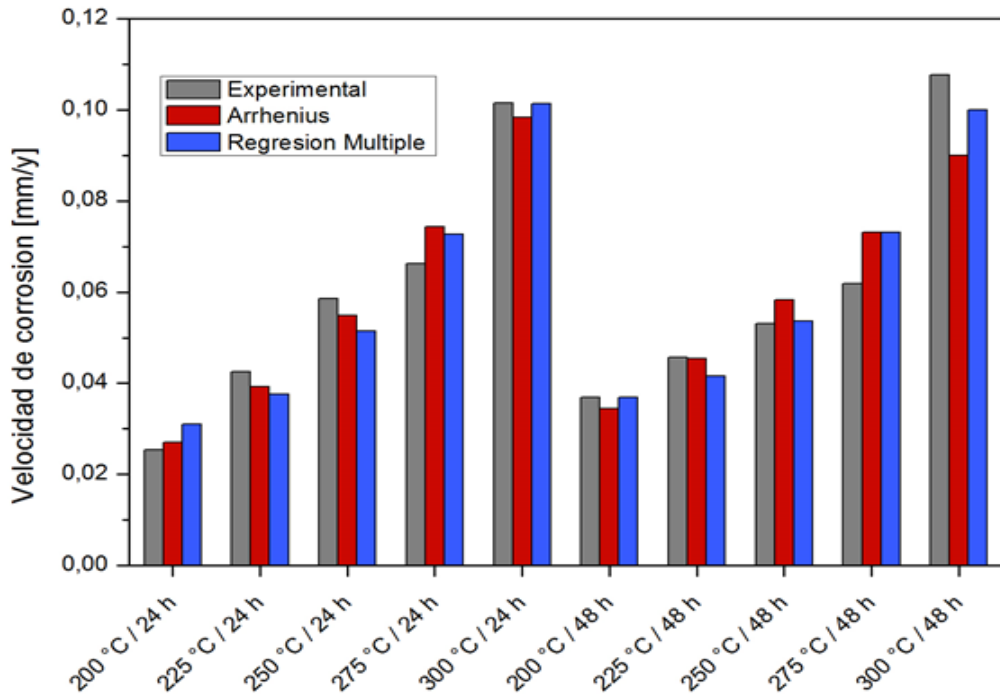
La ecuación (10) representa el modelo ajustado matemáticamente para el sistema, donde la temperatura se encuentra en [°C], el tiempo de exposición en [h] y la velocidad de corrosión en [mm/y].

$$vc = 2.251 * 10^{-1} - (2.184 * 10^{-3} T) + (8.508 * 10^{-4} t) + (5.920 * 10^{-6} T^2) - (3.033 * 10^{-6} T t) \quad (10)$$

5.8. VALIDACIÓN DE RESULTADOS

En la Figura 11 se presenta un diagrama de barras comparativo de la velocidad de corrosión del acero AISI-316 entre los resultados experimentales y los valores calculados mediante los modelos de Arrhenius y de regresión múltiple. En este se visualiza que los resultados obtenidos, tanto en el modelo de Arrhenius como en el modelo de regresión múltiple, se aproximan a los valores experimentales.

Figura 11. Comparación de la velocidad de corrosión experimental y calculada mediante los modelos de Arrhenius y de regresión múltiple.



Por otra parte, como se muestra en la Tabla 7, el porcentaje de error promedio para el modelo de regresión múltiple y para el modelo de Arrhenius es menor al 10%, calculado para cada condición por medio de la ecuación (11) donde se toma como referencia los valores experimentales. Por lo tanto, se puede afirmar que ambos modelos pueden predecir la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI-316, para temperaturas entre 200 y 300 °C y tiempos de exposición de 24 y 48 horas, con valores de error que pueden ser aceptados por la industria petroquímica.

$$\% \text{ Error} = \frac{|Valor \text{ experimental} - Valor \text{ modelo predictivo}|}{Valor \text{ experimental}} \quad (11)$$

Tabla 7. Porcentaje de error de los modelos de Arrhenius y de regresión múltiple en el cálculo de la velocidad de corrosión del acero AISI-316.

Tiempo [h]	Temperatura [°C]	Velocidad de corrosión Experimental [mm/y]	Modelo de Arrhenius		Modelo de Regresión Múltiple	
			Velocidad de corrosión [mm/y]	Error [%]	Velocidad de corrosión [mm/y]	Error [%]
24	200	0.0254	0.02701	6.41	0.03104	22.31
	225	0.0425	0.03916	7.76	0.03753	11.59
	250	0.0585	0.05480	6.31	0.05142	12.09
	275	0.0662	0.07437	12.36	0.07271	9.84
	300	0.1015	0.09828	3.16	0.10140	0.09
48	200	0.0369	0.03436	6.95	0.03690	0.08
	225	0.0457	0.04533	0.84	0.04157	9.06
	250	0.0531	0.05824	9.69	0.05364	1.04
	275	0.0618	0.07312	18.27	0.07311	18.25
	300	0.1077	0.09001	16.46	0.09998	7.21
Error promedio			8.82 %		9.16 %	

6. CONCLUSIONES

- Los resultados gravimétricos revelan un comportamiento creciente en la ganancia de masa y la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI-316 a medida que aumentan la temperatura y el tiempo de exposición, siendo la temperatura la variable más influyente en el sistema debido a que acelera la descomposición térmica del Dimetil Disulfuro.
- Las técnicas de caracterización SEM-EDS y DRX, aplicadas a los productos de corrosión formados sobre el acero AISI-316 a condiciones de 300 °C durante 24 y 48 horas, permitieron observar estructuras de tipo hexagonal que aumentan su tamaño de grano conforme aumenta el tiempo de exposición.
- De acuerdo con la energía de activación, el control del proceso es de tipo mixto ya que la falta de agitación afecta la velocidad de transferencia de masa, mientras que la presencia de cromo y molibdeno en el material disminuyen la cinética de la reacción química de sulfidación.

7. RECOMENDACIONES

- Ampliar el rango de tiempos de exposición para la evaluación de la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI-316, empleando un crudo sintético de mayor resistencia térmica.
- Implementar un sistema de agitación para garantizar la difusión del H₂S hacia la matriz metálica del material, evaluando su efecto sobre la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI-316.
- Realizar ensayos gravimétricos variando el contenido de azufre del crudo sintético para determinar la influencia de este parámetro sobre la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI-316.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Global Energy. Consumo mundial de petróleo alcanzará los 100 millones de barriles en 2018. [En línea]. Recuperado en 6 de Septiembre de 2018. Disponible en: www.globalenergy.mx
- [2] ALBOUDWAREJ, H., *et al.* La importancia del petróleo pesado. Oilfield Review. 2006.
- [3] PEÑUELA, J. Crudos pesados: la realidad del sector hidrocarburos de Colombia. ISSN 1900–6241, No 184. 2017.
- [4] MEJIA, C. Deposición electroforética sobre el acero 316L de películas de A/MgO (A: K o Cs) para su utilización en la remoción de ácidos nafténicos de crudos pesados colombianos. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería metalúrgica y Ciencia de materiales. Bucaramanga, Colombia. 2009.
- [5] REBAK, R. Sulfidic corrosion in refineries – a review. GE Global Research. Schenectady, NY, USA. Corros Rev 29. 2011. p. 123–133.
- [6] SANABRIA, J. *et al.* Evaluation of corrosion products formed by sulfidation as inhibitors of the naphthenic corrosion of AISI–316 steel. Journal of Physics: Conf. Series 935. 2017.
- [7] GPA Estudios y Servicios Petroleros S.R.L. Viscosidad y estructura en crudos pesados de la C.G.S.J. Nota Técnica N° 75. Buenos Aires, Argentina. 2011.
- [8] BARRERA, S. y ORTÍZ, Y. Determinación de la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI 1020 en función del tiempo y la estructura

molecular de compuestos de azufre. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería química. Bucaramanga, Colombia. 2018.

- [9] LOTO, R. Study of the corrosion behaviour of S32101 duplex and 410 martensitic stainless steel for application in oil refinery distillation systems. *Journal of Materials Research and Technology*. 2017. p. 203–212.
- [10] HUCIŃSKA, J. Influence of sulphur on high temperature degradation of steel structures in the refinery industry. *Advances in materials science*. Vol. 6, No. 1. 2006.
- [11] GONZÁLEZ, R; PEÑA, D y SERNA, J. Determinación de la corrosividad de crudos pesados a alta temperatura sobre un acero ferrítico bajo condiciones de agitación. *Scientia et Technica Año XIII, No 36*. 2007.
- [12] PEÑA, D., *et al.* Evaluación del efecto corrosivo de los crudos pesados sobre el acero 5Cr–1/2Mo utilizado en las unidades de destilación. *Revista ION*. 2010. p. 99–110.
- [13] FAN, D., *et al.* Sulfidation of Iron–Based Materials: A Review of Processes and Implications for Water Treatment and Remediation. *Environmental Science & Technology*. 2017. p. 13070–13085.
- [14] QU, D.R., *et al.* High temperature naphthenic acid corrosión and sulphidic corrosion of Q235 and 5Cr1/2Mo steels in synthetic refining media. *Corrosion Science* 48. 2006. p. 1960–1985.
- [15] RODRÍGUEZ, F y SANMIGUEL, D. Evaluación de la influencia del azufre en la velocidad de corrosión de un acero ASTM A335–P9, en ambientes que simulen el procesamiento de un crudo pesado por medio del método gravimétrico. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías

Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería metalúrgica y Ciencia de materiales. Bucaramanga, Colombia. 2013.

- [16] BAI, P *et al.* Investigations of the diverse corrosion products on steel in a hydrogen sulfide environment. *Corrosion Science* 87. 2014. p. 397–406.
- [17] LEPORE, J. The Role of Sulfur Species in Establishing the Corrosion Reactions in Refinery Metallurgies. Department of Chemical and Materials Engineering. University of Alberta. 2016.
- [18] SHARIFI-ASL, S., *et al.* High-Temperature Sulfidic Corrosion of Carbon Steel in Model Oil/Sulfur Compound Blends. NACE International. 2017.
- [19] MONNOT, M., *et al.* Sulfide stress corrosion study of a super martensitic stainless steel in H₂S sour environments: Metallic sulfides formation and hydrogen embrittlement. *Applied Surface Science* 394. 2017. p. 132–141.
- [20] DUARTE, G., *et al.* Evaluación del efecto protector de los depósitos formados por corrosión nafténica y sulfidación sobre acero al carbono y acero 5Cr–0,5Mo expuestos en fracciones de destilación atmosférica. *Revista de Metalurgia*. Vol. 53, Número 2. 2017.
- [21] SANABRIA, J., *et al.* Influence of Temperature and Time on the Corrosion by Sulfidation of AISI–316 Steel exposed under Transfer Line. *Chemical Engineering Transactions*. Vol. 57. 2017.
- [22] Norma ASTM G1–03. Standard Practice for Preparing, Cleaning and Evaluating Corrosion Test Specimens. 2011.
- [23] Norma ASTM E1086–14. Standard Test Method for Analysis of Austenitic Stainless Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry. 2014.

- [24] RGP BALLS. Bolas de acero inoxidable AISI 316/316L. [En línea]. Recuperado en 23 de septiembre de 2018. Disponible en: www.rgpballs.com
- [25] Centro Científico Tecnológico Bahía Blanca. Transferencia de masa en procesos con reacciones heterogéneas. [En línea]. Recuperado en 01 de octubre de 2018. Disponible en: www.criba.edu.ar
- [26] StatPoint, Inc. Análisis de Pareto – Statgraphics. [En línea]. Recuperado en 01 de octubre de 2018. Disponible en: www.scribd.com
- [27] UC3M. Análisis de la varianza con Statgraphics Plus. [En línea]. Recuperado en 25 de septiembre de 2018. Disponible en: www.est.uc3m.es

BIBLIOGRAFÍA

AGUDELO, J. y GÓMEZ, J. Efecto del tiempo y la temperatura sobre la velocidad de corrosión por sulfidación a partir del dimetil disulfuro del acero API P110 a condiciones de una línea de transporte de crudos. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería química. Bucaramanga, Colombia. 2016.

AGUILERA, O. Determinación de los mecanismos de degradación asociados a la corrosión interna de las tuberías de crudo diluyente de las unidades de producción de crudo pesado y extra-pesado del distrito San Tomé. Universidad del oriente. Anzoátegui. 2011. p. 17–33.

ARDILA, W. y BARRERA, G. Evaluación de la velocidad de corrosión por sulfidación del acero AISI 317L expuesto a condiciones de una línea de transferencia en el procesamiento de un crudo pesado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería química. Bucaramanga, Colombia. 2016.

BADILLO, E. y URIBE, J. Evaluación del deterioro a alta presión de un acero inoxidable AISI 316 y un acero AISI–SAE 1020 en un crudo pesado por medio de la técnica de gravimetría. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería metalúrgica y Ciencia de materiales. Bucaramanga, Colombia. 2014.

BARRERA, G. y CABEZAS, M. Evaluación de la corrosión por ácidos nafténicos de recubrimientos de níquel–alúmina–molibdeno expuestos a altas temperaturas mediante técnica gravimétrica. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería metalúrgica y Ciencia de materiales. Bucaramanga, Colombia. 2010.

ELMAWGOUD, H. *et al.* Modeling of hydrogen sulfide removal from Petroleum production facilities using H₂S scavenger. Egyptian Journal Petroleum. Enero 2015. Vol. 24, p.131–137.

FARNEZE, H. *et al.* Degradation of mechanical and corrosion resistance properties of AISI 317L Steel exposed at 550°C. Engineering Failure Analysis. Brasil. 2015.

FENGXIAN, S., *et al.* Polymorphous FeS corrosion products of pipeline steel under highly sour conditions. Corrosion Science. 2015.

FLÓREZ, C. Deterioro de un acero austenítico AISI 316 expuesto al procesamiento de crudo pesado con alto contenido de azufre a elevadas temperaturas. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería química. Bucaramanga, Colombia. 2017.

HAZELTON, M. *et al.* Sulfide promoted chronic fouling in a refinery: A broad phenomenon spanning a range of heat transfer surfaces and oil types. University of Alberta. 2015.

SHUQI, Z. *et al.* The Accelerated Corrosion of Elemental Sulfur for Carbon Steel In Wet H₂S Environment. China University of Petroleum. Department of Materials Science and Engineering. 2012.

VARGAS, N. y YAYA A. Influencia del tiempo y la temperatura en la velocidad de corrosión del acero AISI–316 en fase gaseosa en el procesamiento de un crudo pesado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería química. Bucaramanga, Colombia. 2015.

VIJAYA, K. *et al.* Experimental study of concurrent naphthenic acid and sulfidation corrosion. Institute for Corrosion and Multiphase Technology. Ohio University. Paper No. 2764. 2009. p. 5–6.

ANEXOS

ANEXO A. Cálculo de volúmenes para la preparación del crudo sintético

❖ Parámetros:

Aceite mineral comercial de alta pureza

Dimetil Disulfuro (DMDS)

Densidad: $\rho_{AM} = 0.832 \text{ g/cm}^3$

Densidad: $\rho_{DMDS} = 1.060 \text{ g/cm}^3$

Volumen: $V_{AM} = 500 \text{ mL}$

Se procede a calcular el volumen necesario del compuesto Dimetil Disulfuro (DMDS) con una concentración deseada del 1% p/p. Para esto se utiliza la ecuación de fracción másica:

$$w_{DMDS} = \frac{\text{masa}_{DMDS}}{\text{masa}_{DMDS} + \text{masa}_{AM}}$$

Expresando la masa como el producto entre la densidad y el volumen:

$$w_{DMDS} = \frac{\rho_{DMDS} \cdot V_{DMDS}}{(\rho_{DMDS} \cdot V_{DMDS}) + (\rho_{AM} \cdot V_{AM})}$$

Despejando el volumen de Dimetil Disulfuro:

$$w_{DMDS} \cdot (\rho_{DMDS} \cdot V_{DMDS}) + w_{DMDS} \cdot (\rho_{AM} \cdot V_{AM}) = \rho_{DMDS} \cdot V_{DMDS}$$

$$\rho_{AM} \cdot V_{AM} \cdot w_{DMDS} = \rho_{DMDS} \cdot V_{DMDS} \cdot (1 - w_{DMDS})$$

$$V_{DMDS} = \frac{w_{DMDS}}{1 - w_{DMDS}} \cdot \frac{\rho_{AM}}{\rho_{DMDS}} \cdot V_{AM}$$

Reemplazando:

$$V_{DMDS} = \frac{0.01}{1 - 0.01} \cdot \frac{0.832 \frac{g}{cm^3}}{1.060 \frac{g}{cm^3}} \cdot 500 \text{ mL}$$

$$V_{DMDS} = 4.0 \text{ mL}$$

ANEXO B. Composición química del acero AISI-316

RESULTADOS DE ANALISIS

Sample Identification										
SampleNo										
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	Al
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
1.	0.019	0.453	1.396	0.039	<0.150	16.47	1.954	10.39	0.097	<0.0050
2.	0.021	0.445	1.399	0.039	<0.150	16.50	1.948	10.22	0.096	<0.0050
3.	0.020	0.434	1.404	0.038	<0.150	16.48	1.950	10.21	0.096	<0.0050
Ø	0.020	0.444	1.400	0.039	<0.150	16.48	1.951	10.27	0.096	<0.0050
σ	0.0010	0.0095	0.0041	0.00071		0.016	0.0031	0.101	0.00071	
v	5.000	2.140	0.293	1.821		0.097	0.159	0.983	0.740	
	As	B	Bi	Ca	Co	Mg	N	Nb	Pb	Sb
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
1.	0.0074	0.0016	0.067	<0.0	0.061	0.024	0.070	0.012	0.015	<0.010
2.	0.0077	0.0015	0.070	<0.0	0.060	0.026	0.056	0.011	0.017	<0.010
3.	0.0076	0.0018	0.069	<0.0	0.060	0.025	0.048	0.013	0.017	<0.010
Ø	0.0076	0.0016	0.069	0.0	0.060	0.025	0.058	0.012	0.016	<0.010
σ	0.00016	0.00016	0.0016		0.00071	0.00100	0.011	0.0010	0.0012	
v	2.105	10.00	2.319		1.183	4.000	18.97	8.333	7.500	
	Sn	Ta	Ti	V	W	Zn	Zr	Se	Fe	
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	
1.	<0.0050	0.495	0.034	0.110	0.029	0.018	0.0074	0.022	68.09	
2.	<0.0050	0.457	0.033	0.110	0.028	0.019	0.0078	0.022	68.28	
3.	<0.0050	0.487	0.033	0.111	0.031	0.018	0.0076	0.020	68.29	
Ø	<0.0050	0.480	0.033	0.110	0.029	0.018	0.0076	0.021	68.22	
σ		0.020	0.00071	0.00071	0.0016	0.00071	0.00020	0.0012	0.113	
v		4.167	2.152	0.645	5.517	3.944	2.632	5.714	0.166	

Fuente: Laboratorio de Microscopía, Parque Tecnológico Guatiguará – UIS.

ANEXO C. Ganancia de masa y velocidad de corrosión del acero AISI-316

Tabla 8. Ganancia de masa y velocidad de corrosión del acero AISI-316 expuesto a un crudo sintético con DMDS para el ensayo 1.

Ensayo 1									
Tiempo [h]	Temperatura [°C]	Largo [cm]	Ancho [cm]	Espesor [cm]	Área [cm ²]	Peso inicial [g]	Peso final [g]	Ganancia de masa normalizada [g/cm ²]	Velocidad de corrosión [mm/y]
24	200	0.98	0.96	0.20	2.6576	1.4146	1.4148	0.00008	0.0344
	225	0.98	0.98	0.19	2.6656	1.4175	1.4177	0.00008	0.0343
	250	0.98	1.00	0.19	2.7124	1.3362	1.3367	0.00018	0.0843
	275	0.98	0.99	0.20	2.7284	1.4959	1.4961	0.00007	0.0335
	300	0.96	0.98	0.20	2.6576	1.4406	1.4412	0.00023	0.1033
48	200	0.99	1.00	0.20	2.7760	1.4998	1.5003	0.00018	0.0412
	225	1.00	1.00	0.20	2.8000	1.4507	1.4512	0.00018	0.0408
	250	1.00	1.00	0.20	2.8000	1.5276	1.5282	0.00021	0.0490
	275	0.98	1.00	0.20	2.7520	1.4792	1.4800	0.00029	0.0665
	300	0.98	1.00	0.20	2.7520	1.4740	1.4758	0.00065	0.1496

Tabla 9. Ganancia de masa y velocidad de corrosión del acero AISI-316 expuesto a un crudo sintético con DMDS para el ensayo 2.

Ensayo 2									
Tiempo [h]	Temperatura [°C]	Largo [cm]	Ancho [cm]	Espesor [cm]	Área [cm ²]	Peso inicial [g]	Peso final [g]	Ganancia de masa normalizada [g/cm ²]	Velocidad de corrosión [mm/y]
24	200	1.00	1.00	0.20	2.8000	1.5949	1.5950	0.00004	0.0163
	225	0.99	0.99	0.19	2.7126	1.4094	1.4097	0.00011	0.0506
	250	1.00	1.00	0.20	2.8000	1.6381	1.6383	0.00007	0.0327
	275	1.00	0.99	0.20	2.7760	1.5115	1.5121	0.00022	0.0989
	300	0.98	1.00	0.20	2.7520	1.5403	1.5409	0.00022	0.0997
48	200	1.00	1.00	0.20	2.8000	1.4546	1.4550	0.00014	0.0327
	225	1.00	0.98	0.19	2.7124	1.3612	1.3618	0.00022	0.0506
	250	1.00	1.00	0.20	2.8000	1.4880	1.4887	0.00025	0.0572
	275	1.00	1.00	0.20	2.8000	1.4612	1.4619	0.00025	0.0572
	300	1.00	0.99	0.20	2.7760	1.5437	1.5445	0.00029	0.0659

Tabla 10. Valores promedio de ganancia de masa y velocidad de corrosión del acero AISI-316 expuesto a un crudo sintético con DMDS.

Promedio					
Tiempo [h]	Temperatura [°C]	Ganancia de masa normalizada [g/cm ²]	Des. Estándar [g]	Velocidad de corrosión [mm/y]	Des. Estándar [mm/y]
24	200	0.00006	0.000028	0.0254	0.0128
	225	0.00009	0.000025	0.0425	0.0115
	250	0.00013	0.000080	0.0585	0.0365
	275	0.00014	0.000101	0.0662	0.0462
	300	0.00022	0.000005	0.1015	0.0025
48	200	0.00016	0.000026	0.0369	0.0060
	225	0.00020	0.000030	0.0457	0.0069
	250	0.00023	0.000025	0.0531	0.0058
	275	0.00027	0.000029	0.0618	0.0066
	300	0.00047	0.000259	0.1077	0.0592

Para el cálculo de la velocidad de corrosión se utilizaron los siguientes parámetros:

Densidad [g/cm ³]	7.98
Constante K [mm/y]	87600

ANEXO D. Formación de productos de corrosión sobre el acero AISI-316

Figura 12. Acero AISI-316 preparado metalográficamente.



Figura 13. Acero AISI-316 con productos de corrosión.



ANEXO E. Análisis de SEM de los productos de corrosión formados en la superficie del acero AISI-316

Figura 14. Análisis de SEM-EDS del acero AISI-316 expuesto a un crudo sintético a 300 °C durante 24 horas (magnificación 50 000 X).

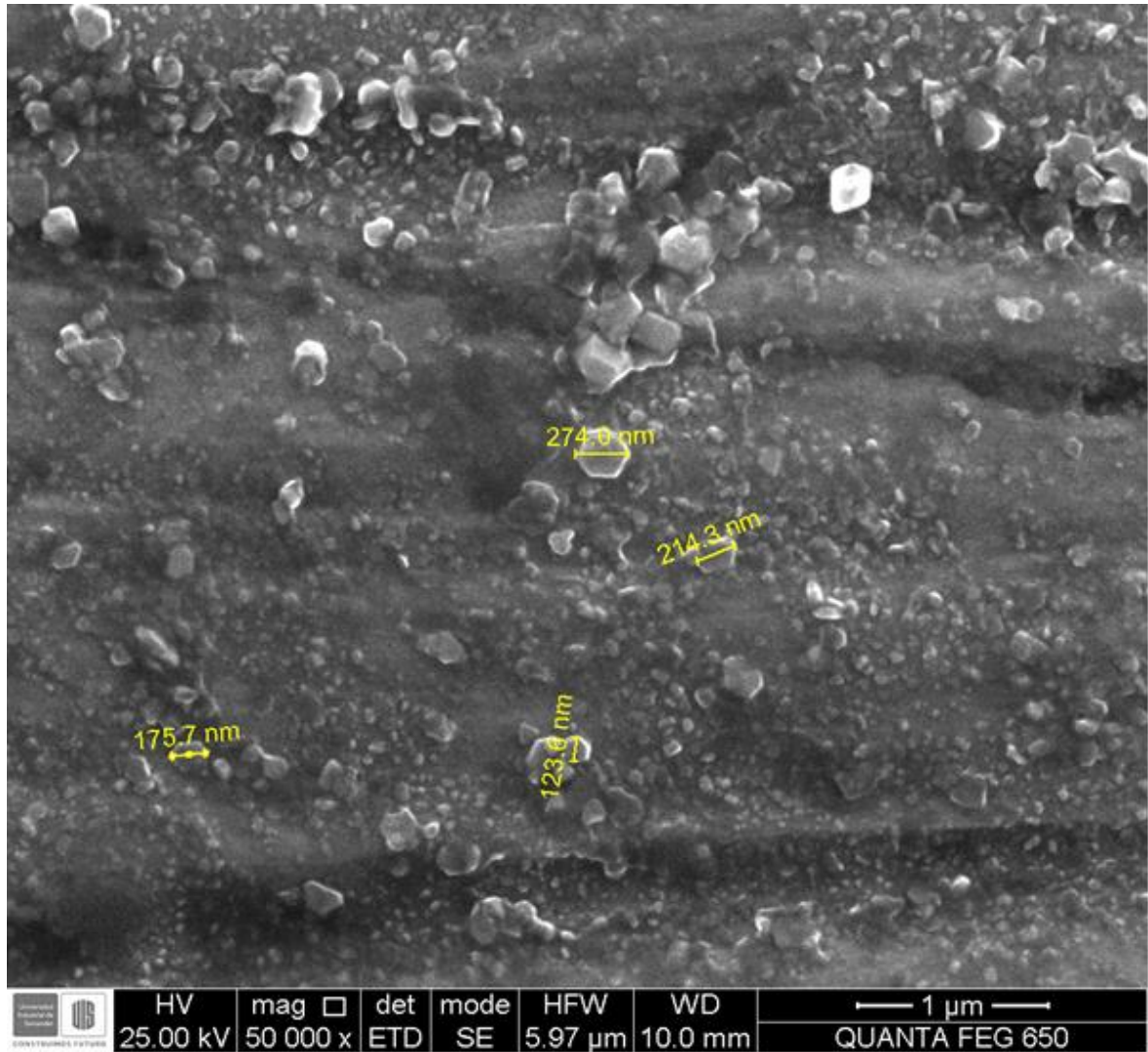


Figura 15. Análisis de SEM-EDS del acero AISI-316 expuesto a un crudo sintético a 300 °C durante 24 horas (magnificación 80 000 X).

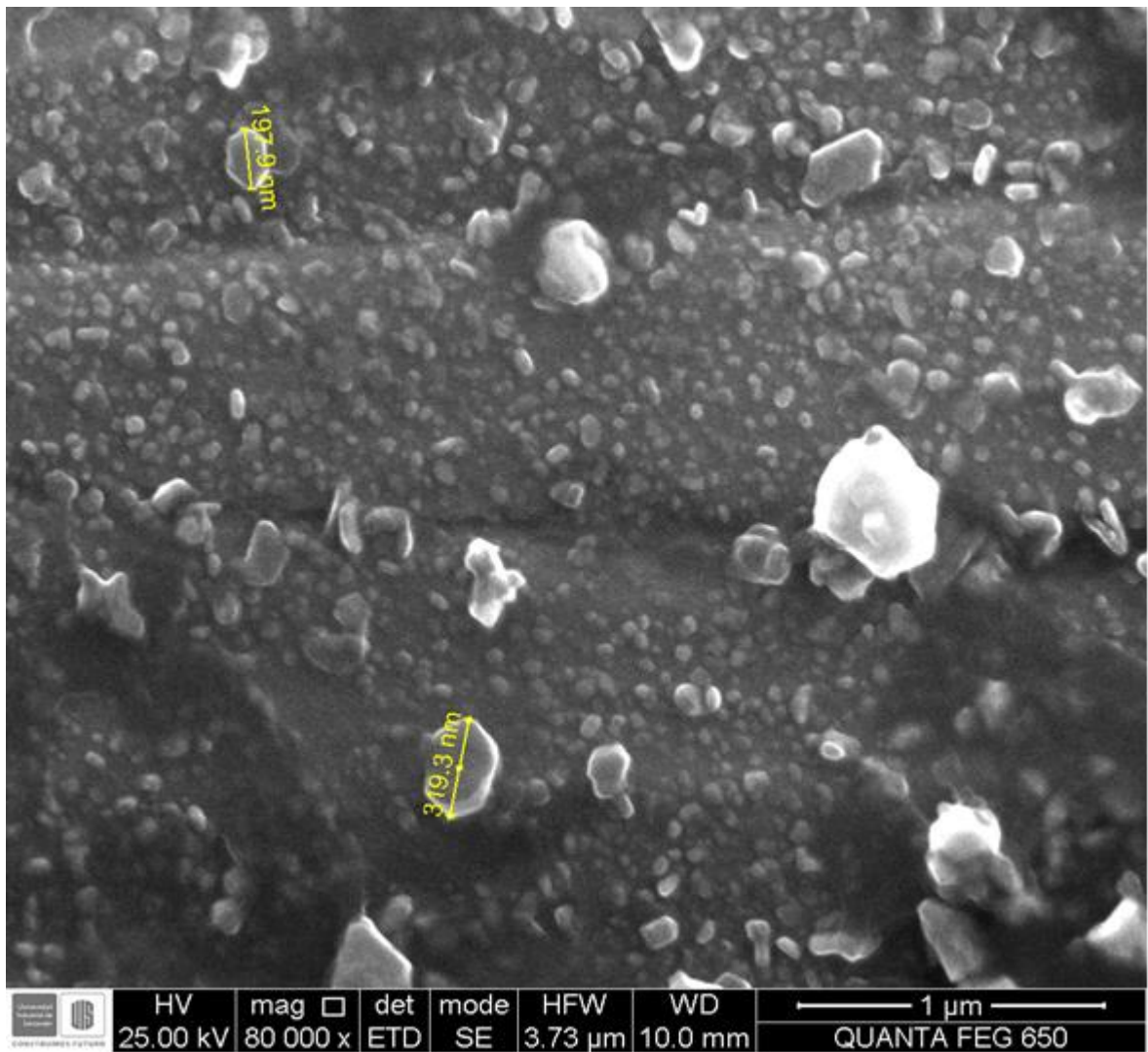


Figura 16. Análisis de SEM-EDS del acero AISI-316 expuesto a un crudo sintético a 300 °C durante 48 horas (magnificación 20 000 X).

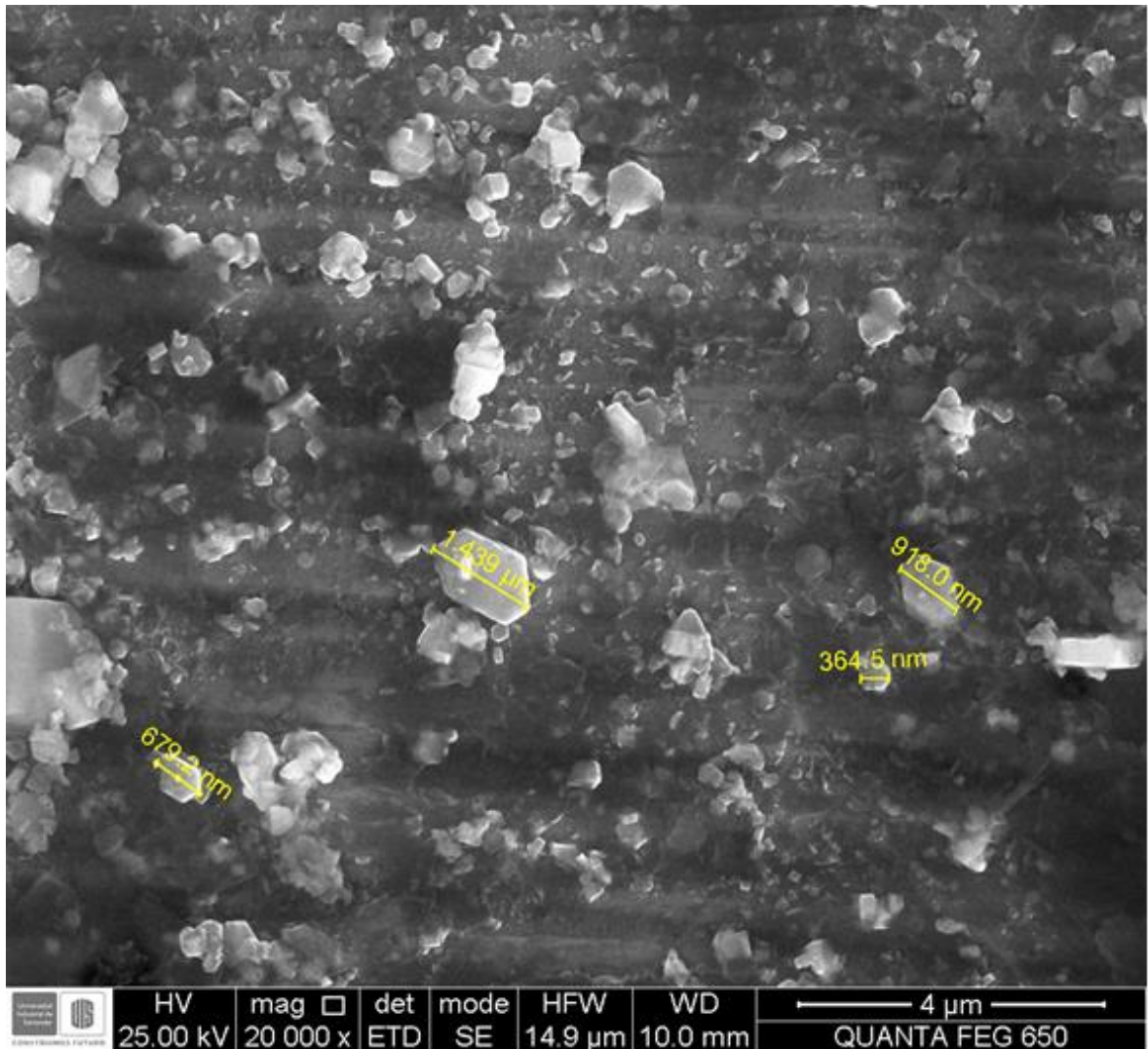
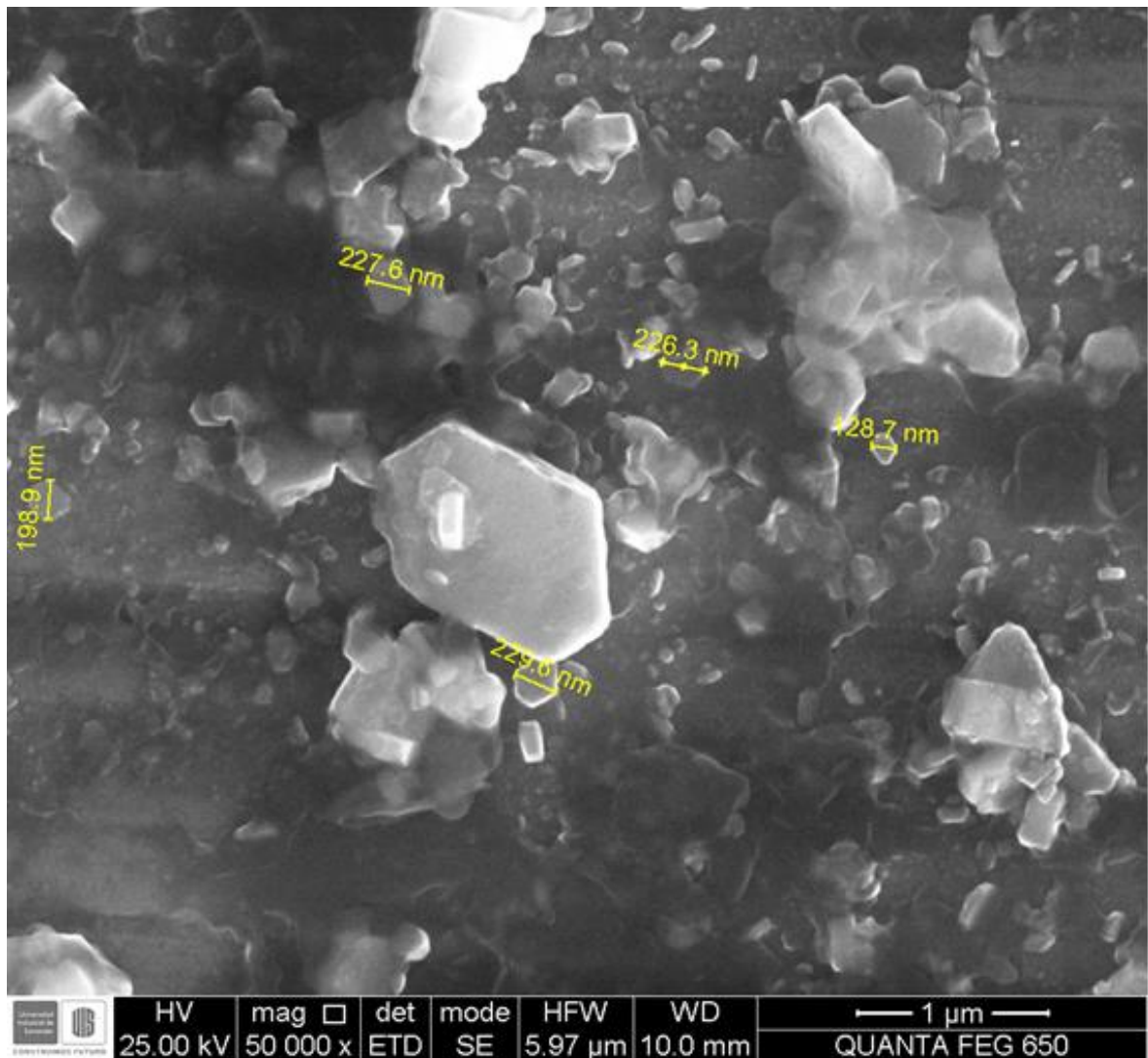


Figura 17. Análisis de SEM-EDS del acero AISI-316 expuesto a un crudo sintético a 300 °C durante 48 horas (magnificación 50 000 X).



ANEXO F. Análisis de EDS de los productos de corrosión formados en la superficie del acero AISI-316

Microanalysis Report

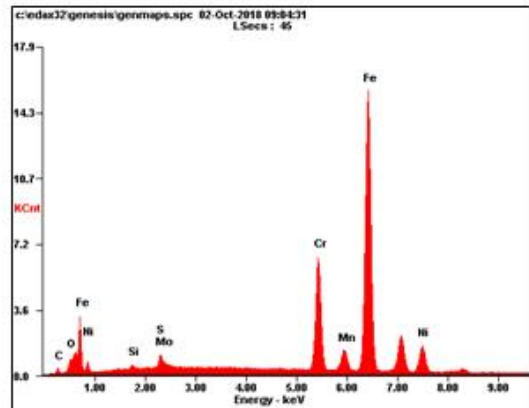
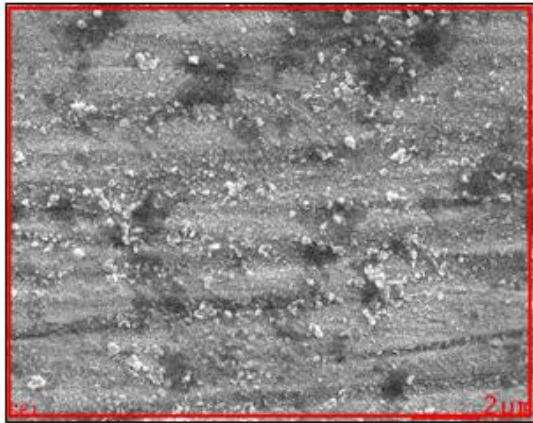
LABORATORIO DE MICROSCOPIA

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

10/2/2018



TIEMPO DE EXPOSICIÓN DE 24 HORAS



<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	02.31	09.38
<i>OK</i>	02.30	06.99
<i>SiK</i>	00.50	00.87
<i>MoL</i>	02.20	01.11
<i>SK</i>	00.32	00.48
<i>CrK</i>	16.24	15.21
<i>MnK</i>	01.58	01.40
<i>FeK</i>	64.76	56.44
<i>NiK</i>	09.79	08.12
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF

Microanalysis Report

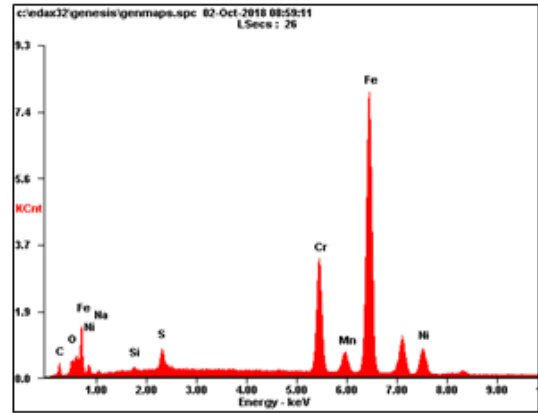
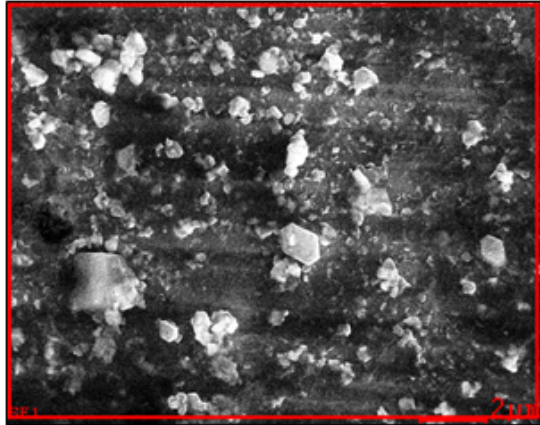
LABORATORIO DE MICROSCOPIA

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

10/2/2018



TIEMPO DE EXPOSICIÓN DE 48 HORAS



<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	05.31	19.14
<i>OK</i>	02.39	06.47
<i>NaK</i>	00.74	01.38
<i>SiK</i>	00.48	00.74
<i>SK</i>	01.93	02.60
<i>CrK</i>	15.58	12.97
<i>MnK</i>	01.35	01.07
<i>FeK</i>	63.18	48.96
<i>NiK</i>	09.05	06.67
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF

ANEXO G. Cálculos para la energía de activación

Para calcular la energía de activación se emplea la ecuación de Arrhenius, donde k representará la velocidad de corrosión del acero AISI-316.

$$k = Ae^{\frac{-Ea}{RT}}$$

$$vc = Ae^{\frac{-Ea}{RT}}$$

Aplicando propiedades de logaritmos:

$$\ln(vc) = \ln\left(Ae^{\frac{-Ea}{RT}}\right)$$

$$\ln(vc) = \ln(A) - \frac{Ea}{R} \frac{1}{T}$$

Al graficar el logaritmo de la velocidad de corrosión vs $1/T$, la pendiente de la recta está representada por la expresión $-Ea/R$, siendo Ea la energía de activación del sistema y R la constante universal de los gases correspondiente a 1.987 [cal/mol·K].

Tabla 11. Valores de 1/T vs Ln(vc) para el cálculo de la energía de activación a 24 y 48 horas.

Tiempo [h]	Temperatura [K]	1/T	Velocidad de corrosión [mm/y]	Ln(vc)
24	473	0.002114	0.0254	-3.6739
	498	0.002008	0.0425	-3.1594
	523	0.001912	0.0585	-2.8388
	548	0.001825	0.0662	-2.7152
	573	0.001745	0.1015	-2.2878
48	473	0.002114	0.0369	-3.2987
	498	0.002008	0.0457	-3.0854
	523	0.001912	0.0531	-2.9358
	548	0.001825	0.0618	-2.7834
	573	0.001745	0.1077	-2.2280

Tabla 12. Ecuaciones para el cálculo de la energía de activación.

Tiempo [h]	Ecuación	R ²
24	$y = -3501.2x + 3.7904$	0.9727
48	$y = -2609.8x + 2.1468$	0.8864

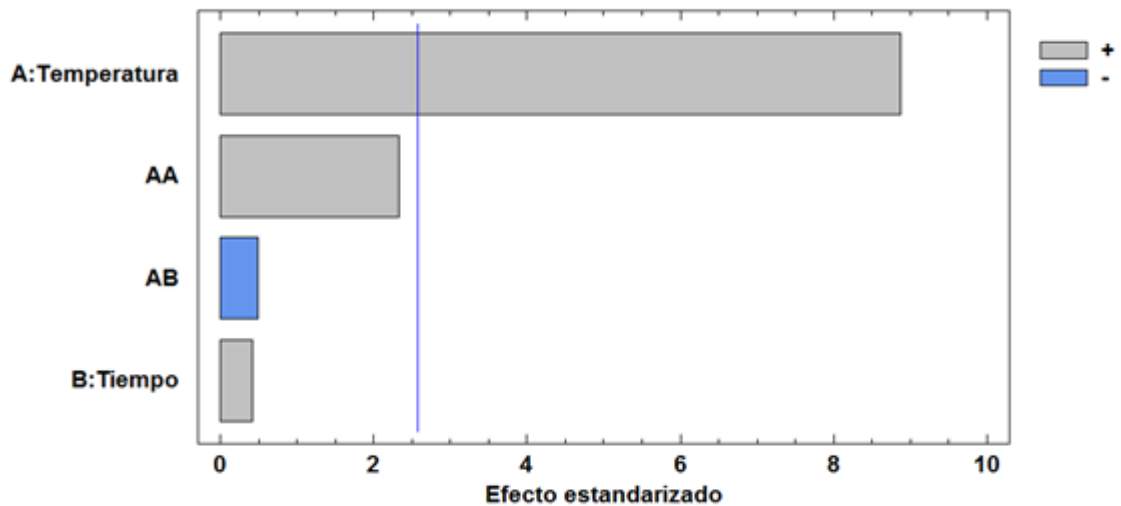
Tabla 13. Energía de activación obtenida para 24 y 48 horas.

Tiempo [h]	M	R [cal/mol·K]	Ea [Kcal/mol]
24	3501.2	1.987	6.9569
48	2609.8		5.1857

ANEXO H. Diagrama de Pareto y Análisis ANOVA

Diagrama de Pareto. Muestra de manera jerárquica las variables independientes, la interacción entre ellas y sus términos cuadráticos, según su efecto sobre la variable dependiente [26]. La línea vertical indica el valor mínimo que debe superar una variable para ser estadísticamente relevante. La Figura 18 muestra el diagrama de Pareto para la velocidad de corrosión del acero AISI-316.

Figura 18. Diagrama estandarizado de Pareto para la velocidad de corrosión del acero AISI-316.



En la Figura anterior, se denota la temperatura como la variable más influyente sobre la velocidad de corrosión del acero AISI-316, la cual tiene un efecto positivo, es decir, la velocidad de corrosión incrementa al aumentar la temperatura. De igual forma, se puede apreciar que el término cuadrático de la temperatura, el tiempo y la interacción de ambas variables no son estadísticamente predominantes, debido a que no superan el margen de relevancia. Por otro lado, el término cuadrático del tiempo no se evidencia en el diagrama ya que su contribución es muy baja comparada con las otras variables.

Análisis de varianza ANOVA. Es un procedimiento que permite descomponer la variabilidad de un experimento en variables independientes que puedan asignarse a causas distintas. El análisis de la varianza permite determinar si la media de la variable respuesta varía en diferentes niveles de cada factor experimental [27]. En la Tabla 14 se encuentra el análisis de varianza para la velocidad de corrosión del acero AISI–316.

Tabla 14. Análisis ANOVA para la velocidad de corrosión del acero AISI–316.

Fuente	Suma de cuadrados	GI	Cuadrado medio	Razón F	Valor P
A: Temperatura	0.00556445	1	0.00556445	78.62	0.0003
B: Tiempo	0.000012321	1	0.000012321	0.17	0.6938
AA	0.00038332	1	0.00038332	5.42	0.0674
AB	0.000016562	1	0.000016562	0.23	0.6490
Error Total	0.00035389	5	0.000070778		
Total (Corr.)	0.00633054	9			
R ²			94.4098		

En esta Tabla se observa el fraccionamiento de la variabilidad de la velocidad de corrosión para cada uno de los términos influyentes en el sistema, donde se indica con un nivel de confianza del 95% que el parámetro más significativo estadísticamente es la temperatura, ya que su Valor P es menor que 0.05. Por otro lado, el valor de R² de 94.4% del ajuste representa una buena predicción de la variabilidad de la velocidad de corrosión del acero AISI–316.