

**CORROSIÓN A ALTA TEMPERATURA DE UN ACERO INOXIDABLE AISI  
316L EN PRESENCIA DE UNA MEZCLA DE  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{KNO}_3$  Y  $\text{NaNO}_2$ .**

**CLAUDIA CAROLINA AMAYA CÁCERES  
AYLEN JANINE SANTANDER VEGA**

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

**2015**

**CORROSIÓN A ALTA TEMPERATURA DE UN ACERO INOXIDABLE AISI  
316L EN PRESENCIA DE UNA MEZCLA DE  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{KNO}_3$  Y  $\text{NaNO}_2$ .**

**CLAUDIA CAROLINA AMAYA CÁCERES  
AYLEN JANINE SANTANDER VEGA**

**Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Metalúrgico.**

**Directores:**

**DARIO YESID PEÑA BALLESTEROS**

**Ph.D en Corrosión**

**ANDERSON SANDOVAL AMADOR**

**Físico**

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

**2015**

## CONTENIDO

	<b>Pág.</b>
INTRODUCCIÓN .....	15
1. OBJETIVOS.....	16
1.1 OBJETIVO GENERAL .....	16
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	16
2. FUNDAMENTO TEÓRICO .....	17
2.1 ESPECIFICACIONES DE LOS ACEROS USADOS A ALTAS TEMPERATURAS .....	17
2.1.1 Acero inoxidable AISI 316L.....	18
2.1.1.1 Propiedades y composición del acero 316L.....	18
2.2 SALES FUNDIDAS Y SU UTILIDAD .....	19
2.2.1 Corrosión por sales fundidas .....	20
2.3 ENERGÍA DE ACTIVACIÓN .....	22
3. ESTADO DEL ARTE.....	24
4. METODOLOGÍA. ....	29
5. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS .....	34
5.1 VELOCIDAD DE DEGRADACIÓN.....	34
5.2 ANÁLISIS METALOGRAFÍCO.....	38
5.3 ANÁLISIS DE DUREZA .....	42
5.4 CARACTERIZACIÓN DE LOS PRODUCTOS DE CORROSIÓN.....	44
5.4.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS).....	44
5.4.2 Difracción de rayos X.....	47
5.5 ENERGÍA DE ACTIVACIÓN .....	52
6. CONCLUSIONES .....	54
7. RECOMENDACIONES.....	55

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... 56  
BIBLIOGRAFÍA..... 60  
ANEXOS..... 64

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
Figura 1. Aplicaciones de las sales fundidas en plantas de energía solar .....	20
Figura 2. Mecanismo de precipitación del óxido y sus compuestos en la sal fundida. ....	22
Figura 3. Metodología experimental utilizada .....	29
Figura 4. Micrografía del acero inoxidable 316L en su estado inicial tomada en un microscopio óptico OLYMPUS GX71F (100 aumentos) .....	39
Figura 5. Micrografía del acero inoxidable 316L en su estado inicial tomada en un microscopio óptico OLYMPUS GX71F. 5a, 500 aumentos; 5b, 1000 aumentos. .	40
Figura 6. Micrografía del acero inoxidable 316L después de la exposición a 450 oC y 150 horas, tomada en un microscopio óptico OLYMPUS GX71F (100 aumentos). ....	40
Figura 7. Micrografía del acero inoxidable 316L después de la exposición a 500 oC y 150 horas tomada en un microscopio óptico OLYMPUS GX71F (100 aumentos). ....	41
Figura 8. Micrografía del acero inoxidable 316L después de la exposición a 550 oC y 150 horas tomada en un microscopio óptico OLYMPUS GX71F(100 aumentos). ....	41
Figura 9. Micrografía del acero inoxidable 316L después de la exposición a 450 oC (9a), 500 oC (9b) y 550 oC (9c) a 150 horas tomada en un microscopio óptico OLYMPUS GX71F(100 aumentos) .....	42
Figura 10. Capa superficial de acero 316L en contacto con la sal fundida de NaNO <sub>3</sub> , KNO <sub>3</sub> Y NaNO <sub>2</sub> a 550°C y 150 horas de exposición. ....	45
Figura 11. Espesor de la capa superficial de acero 316L en contacto con la sal fundida de NaNO <sub>3</sub> , KNO <sub>3</sub> Y NaNO <sub>2</sub> a 550°C y 150 horas de exposición. ....	45

Figura 12. Micrografía de la capa superficial de acero 316L en contacto con la sal fundida de NaNO<sub>3</sub>, KNO<sub>3</sub> y NaNO<sub>2</sub> a 550°C y 150 horas de exposición con su respectivo espectro en distintas zonas ..... 46

Figura 13. Difractograma de productos de corrosión a 450°C y 150 horas de exposición ..... 49

Figura 14. Difractograma de productos de corrosión a 500°C y 150 horas de exposición ..... 50

Figura 15. Difractograma de productos de corrosión a 550°C y 150 horas de exposición..... 51

## LISTA DE GRÁFICAS

	<b>Pág.</b>
Gráfica 1. Variación de la ganancia de masa en el tiempo a 450 °C .....	35
Gráfica 2. Variación de la ganancia de masa en el tiempo a 500 °C .....	35
Gráfica 3. Variación de la ganancia de masa en el tiempo a 550 °C .....	36
Gráfica 4. Variación de la ganancia de masa vs temperatura a tiempo constante.	36
Gráfica 5. Variación de la ganancia de masa con el tiempo a temperatura constante. ....	38
Gráfica 6. Gráfica de Ln (ganancia de masa (g/cm <sup>2</sup> ) vs 1/T (oK <sup>-1</sup> ).....	52

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. Composición y propiedades del acero 316L fue proporcionado por la empresa Compañía General de Aceros S.A.....	19
Tabla 2. Mecanismo de control, según la energía de activación. ....	22
Tabla 3. Análisis químico del acero 316L por espectroscopía de emisión óptica. ....	31
Tabla 4. Microdureza Vickers del acero inoxidable 316L a 450oC y tiempos de 1, 3, 10, 30,100 y 150 horas. ....	43
Tabla 5. Microdureza Vickers del acero inoxidable 316L a 500 oC y tiempos de 1, 3, 10, 30,100 y 150 horas. ....	44
Tabla 6. Microdureza Vickers del acero inoxidable 316L a 550 oC y tiempos de 1, 3, 10, 30,100 y 150 horas .....	44
Tabla 7. Compuestos detectados por difracción de rayos X después de la deposición de sales de la probeta de acero inoxidable 316L expuesta a 450°C , 500°C , 550°C durante 150 horas.....	48

## LISTA DE ANEXOS

	<b>Pág.</b>
ANEXO A. Medidas de las probetas. L, a y e, corresponden a el largo ancho y espesor en milímetros.....	64
ANEXO B. Promedios de ganancia de masa, para cada prueba a los tiempos y temperaturas de exposición.....	67
ANEXO C. Datos para la gráfica de logaritmo natural de ganancia de peso en términos de mg/cm <sup>2</sup> vs temperatura en grados kelvin con la que se halla la energía de activación.....	73
ANEXO D. Calibración del horno rotatory cabolite.L1, L2 y L3 son las distancias desde el extremo derecho del horno a 7.5 ,15 y 22.5 cm. ....	74

## RESUMEN

**TÍTULO:** CORROSIÓN A ALTA TEMPERATURA DE UN ACERO INOXIDABLE AISI 316L EN PRESENCIA DE UNA MEZCLA DE  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{KNO}_3$  Y  $\text{NaNO}_2$ \*

**AUTORES:** AMAYA CÁCERES Claudia Carolina\*\*  
SANTANDER VEGA Aylen Janine

**PALABRAS CLAVES:** Acero inoxidable 316L, ganancia de masa, corrosión a alta temperatura.

### DESCRIPCIÓN

El acero inoxidable 316 es utilizado en las centrales solares en presencia de sales fundidas encargadas de almacenar la energía solar. Una variante de este acero es el 316L, que se ha iniciado a estudiar en la corrosión por sales fundidas, con el fin de ampliar el conocimiento respecto a esta aplicación.

La corrosión (oxidación) de acero AISI 316L en sal fundida de  $\text{NaNO}_3$  -  $\text{NaNO}_2$  -  $\text{KNO}_3$  ha sido investigada en temperaturas de 450 °C ,500°C y 550 °C para períodos de exposición hasta 150 horas. La mezcla de sal se rocía mediante spray sobre la superficie del acero 316L, que ha sido precalentada a 170°C. Al obtener una capa delgada de la sal en las muestras estas son llevadas al horno en presencia de una atmosfera oxidante y sometidas a alta temperatura durante 1, 3, 10, 30, 100 y 150 horas. Se realizaron pruebas de metalografía y dureza al acero antes y después del ensayo con el fin de observar los cambios microestructurales. Los resultados de la ganancia de masa y la caracterización por SEM-EDS y DRX de las superficies muestran la formación de una película pasiva que consiste principalmente en Magnetita  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  y hematita  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . El engrosamiento de la película de óxido está de acuerdo con una ley parabólica cuya velocidad depende de la temperatura de la sal fundida. También fue hallada la energía de activación y se encontró que el mecanismo de corrosión fue por difusión.

---

\* Trabajo de grado

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Directores: Darío Yesid Peña Ballesteros, PhD En Corrosión; Anderson Sandoval Amador, Físico.

## ABSTRACT

**TITLE:** HIGH TEMPERATURE CORROSION OF A AISI 316L STAINLESS STEEL IN THE PRESENCE OF A MIXTURE OF  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{KNO}_3$  and  $\text{NaNO}_2$

**AUTHORS:** AMAYA CÁCERES Claudia Carolina\*\*  
SANTANDER VEGA Aylene Janine

**KEYWORDS:** 316L stainless steel, mass gain, high temperature corrosion.

### DESCRIPTION

The 316 stainless steel is used in the solar power stations in presence of molten salts entrusted of storing the solar power. A variant of this steel is 316L, which has begun to study corrosion by molten salts in order to broaden knowledge regarding this application.

The corrosion (oxidation) of AISI 316L steel in molten salt of  $\text{NaNO}_3$  -  $\text{NaNO}_2$  -  $\text{KNO}_3$  has been investigated in temperatures of 450 °C, 500°C and 550 °C for periods of exposure up to 150 hours. The mixture of salt is sprayed on the surface of the 316Lsteel, which has been preheated to 170°C. On having obtained a thin cap of the salt in these samples, they are taken to the furnace in presence of an oxidizing atmosphere and submitted to high temperature for 1, 3, 10, 30, 100 and 150 hours. Metallography and hardness test were performed to the steel before and after the test in order to observe the microstructural changes. The results of the mass profit and the SEM-EDS and DRX characterization of the surfaces show the formation of a passive film that consists principally of Magnetite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  and Hematite  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . The thickness of the oxide layer agrees with a parabolic law which speed depends on the temperature of the molten salt. Also the activation energy found and the corrosion mechanism was determined as diffusion.

---

\* Bachelor thesis

\*\* Faculty Physical Chemistry of Engineering. School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Directors: Dario Yesid Peña Ballesteros, Ph.D. in Corrosion; Anderson Sandoval Amador, physical

## INTRODUCCIÓN

El deterioro de los materiales como aceros inoxidable AISI 316 y AISI 304 usados en la fabricación de tanques de almacenamiento térmico y receptores térmicos que se utilizan en plantas de energía solar, puede presentarse como consecuencia del contacto con sales fundidas, empleadas para la absorción del calor sensible, conocida como aquella energía térmica que se almacena por cambios de temperatura sin presentarse cambio de fase .Este deterioro es un motivo de investigación debido a la utilización actual de la energía térmica generada en las plantas solares como alternativa al uso de los recursos naturales que son cada vez más escasos . Por tanto es necesario evaluar la corrosión del acero 316L bajo condiciones que simulen su puesta en funcionamiento en una planta de energía solar.

Aunque se han desarrollado estudios acerca de la velocidad de corrosión del acero inoxidable AISI 316 en presencia de sales fundidas de nitratos debido a su aplicación, en este trabajo investigativo se evaluó la corrosión mediante pruebas gravimétricas, donde se usó una variante del acero AISI 316 ,acero AISI 316L, que tiene menos contenido de carbono permitiendo mayor temperatura de resistencia a la corrosión intergranular que el resto de aceros austeníticos; además el contenido de molibdeno ayuda con la resistencia a la corrosión por picado. Pruebas como SEM, DRX, dureza, gravimetría y metalografía fueron llevadas a cabo para analizar el comportamiento del material.

## **1. OBJETIVOS**

### **1.1 OBJETIVO GENERAL**

Determinar la velocidad de degradación del acero AISI 316L en presencia de sales fundidas  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{KNO}_3$  Y  $\text{NaNO}_2$ .

### **1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Determinar la velocidad de degradación del acero AISI 316L en contacto con una mezcla de sales de  $\text{NaNO}_3$ - $\text{KNO}_3$ - $\text{NaNO}_2$ , mediante pruebas gravimétricas.
- Analizar el efecto de la temperatura y el tiempo de exposición sobre la corrosión del acero AISI 316L en presencia de sales fundidas de  $\text{NaNO}_3$ - $\text{KNO}_3$ - $\text{NaNO}_2$ .
- Caracterizar productos de corrosión a través de difracción de rayos X y espectroscopía electrónica de barrido SEM – EDS.

## 2. FUNDAMENTO TEÓRICO

### 2.1 ESPECIFICACIONES DE LOS ACEROS USADOS A ALTAS TEMPERATURAS

La resistencia a la oxidación depende del contenido de cromo de la aleación cromo-hierro. La mayoría de los aceros austeníticos, con contenido de cromo de por lo menos 18%, pueden ser usados a temperaturas hasta aproximadamente 870°C y grados como el 309 y 310 incluso a mayores temperaturas. La mayoría de los aceros martensíticos y ferríticos tienen menores resistencias a la oxidación y por lo tanto resisten menores temperaturas de operación. Una excepción a esto es el grado ferrítico 446 con aproximadamente 24% de Cromo, el cual puede ser usado para resistir el scaling a temperaturas de hasta 1100°C. [1] (

La selección de los aceros que se utilizan en condiciones de temperaturas elevadas se realiza en función de sus propiedades. Estos aceros suelen tener una mayor resistencia a la degradación química y mecánica a temperaturas elevadas.

Los requerimientos que se han de exigir a los materiales que vayan a trabajar en plantas de generación de energía, y en general en cualquier proceso industrial que opere a temperatura elevada, son:

- Facilidad de fabricación y buena soldabilidad.
- Alto límite de rotura por fluencia en caliente hasta temperaturas de 600-650°C.
- Resistencia a fatiga térmica.
- Alta tenacidad y resistencia a la fragilización a temperatura alta durante largos periodos de tiempo [14].

**2.1.1 Acero inoxidable AISI 316L.** Es un acero inoxidable austenítico aleado al Cromo-Níquel- Molibdeno. La adición de Molibdeno le confiere una alta resistencia a la corrosión por picado (pitting). No es templable ni magnético. Gran resistencia a la acción corrosiva de reactivos químicos (en especial al ácido sulfúrico) y a la atmósfera marina. Su aplicación es frecuente en la industria alimenticia, papelera y construcción.

El grado 316L, tiene un más bajo contenido de carbono, que todos los otros aceros inoxidables austeníticos, lo cual aumenta la temperatura de resistencia a la corrosión intergranular, además de mejorar su soldabilidad.

Las aplicaciones para las que se usan estos tipos de aceros son: Piezas que demandan alta resistencia a la corrosión localizada; equipo de las industrias química, farmacéutica, textil, petrolera, papel, celulosa, caucho, nylon y tintas; cubas de fermentación; piezas de válvulas; tanques; agitadores y evaporadores, condensadores; piezas expuestas al ambiente marítimo, y demás usos donde se necesite las propiedades del acero 316L. [1]

**2.1.1.1 Propiedades y composición del acero 316L:** La siguiente composición y propiedades del acero 316L fue proporcionado por la empresa Compañía General de Aceros S.A., donde fue comprado el material. Estos datos hacen parte del certificado de inspección realizado por YEN CHYANG INDUSTRIAL CO., LTD.

**Tabla 1. Composición y propiedades del acero 316L fue proporcionado por la empresa Compañía General de Aceros S.A**

Composición química											Ensayo de tensión		
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N	Cu	Límite elás-tico (N/mm <sup>2</sup> )	Resistencia a la tracción (N/mm <sup>2</sup> )	Elongación
<b>Max</b>	0,03	0,75	2	0,045	0,03	14	18	3	0,1				
<b>Min</b>						10	16	2			170	485	40
<b>316L</b>	0,012	0,49	0,78	0,035	0,003	10,11	16,46	2,05	0,013		297	566	58

Fuente: Compañía general de aceros S.A.

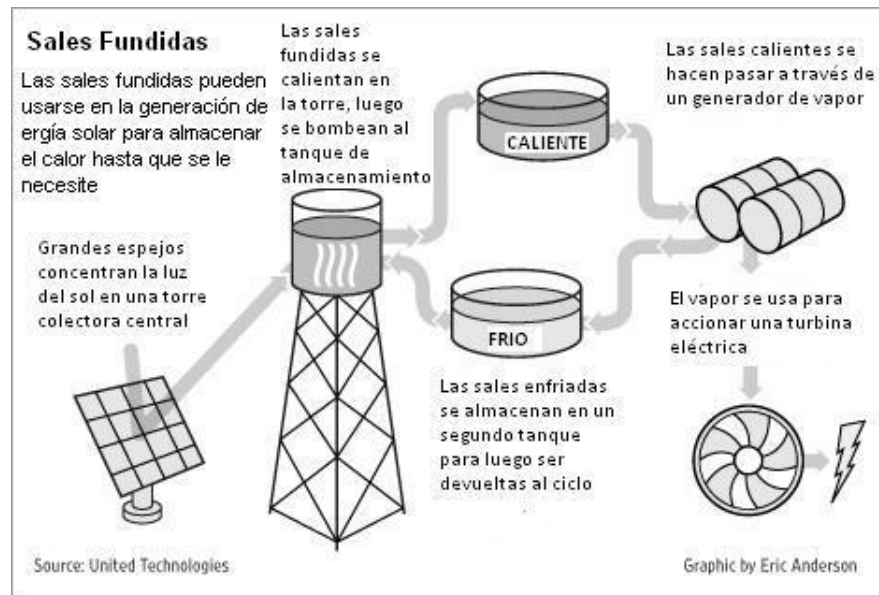
## 2.2 SALES FUNDIDAS Y SU UTILIDAD

Las sales fundidas a diferencia del agua pueden operar a presión ambiente a altas temperaturas, haciendo innecesario un sistema de alta presión.

Las sales fundidas en los últimos años se ha enfocado hacia el almacenamiento de energía térmica (TES) (por sus siglas en ingles), indispensable para las aplicaciones en las plantas de energía solar térmica. Esta energía térmica asociada a las sales fundidas está basada en sistemas de almacenamiento de calor sensible donde se utiliza el aumento o disminución de la temperatura tanto en sólidos (cerámica) como en líquidos (sales fundidas) para mantener la estratificación térmica natural debido a las diferentes densidades de los flujos en caliente y frío. Los TES sensibles consisten en un medio de almacenamiento, en un contenedor (comúnmente un tanque) y dispositivos de entrada y salida. Los

tanques deben retener el material de almacenamiento y evitar las pérdidas de energía térmica. [4]

**Figura 1. Aplicaciones de las sales fundidas en plantas de energía solar**



Fuente: MARULANDA, José Luddey; TRISTANCHO, José Luis. Protection against the hot corrosion of steel hot rolled, between temperatures of 400°C- 600°C, coated by thermal spray, with stainless steel 312.Dyna.2009.

**2.2.1 Corrosión por sales fundidas.** La corrosión por sales fundidas se presenta en plantas industriales que operan a altas temperaturas consumiendo combustibles fósiles con contenidos de azufre, vanadio, sodio, potasio y asfáltenos que los hacen altamente agresivos. Una vez se ha formado el depósito salino sobre la superficie de la aleación, la magnitud del daño, depende de si el depósito se funde o no, de que tan adherente es y de la extensión de superficie sobre la cual se encuentra. Para que el ataque sea severo el depósito de sales debe estar líquido. La corrosión por sales fundidas presenta básicamente dos etapas:

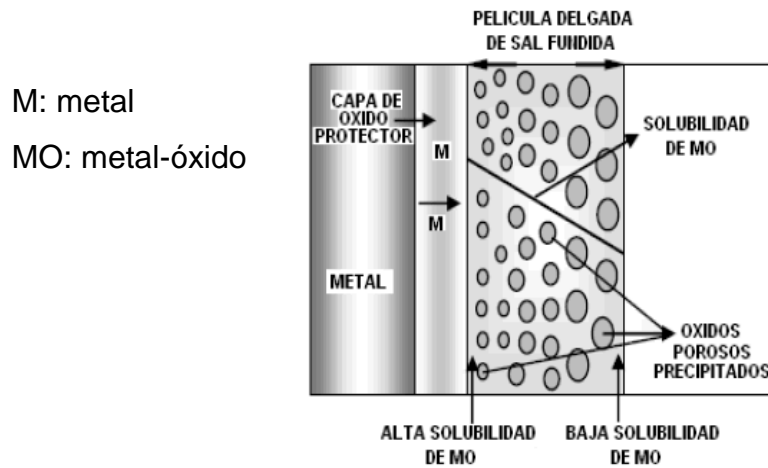
**Etapas de Iniciación:** puede tener una duración desde unos pocos segundos hasta miles de horas y está dependiente de un gran número de variables en donde se incluyen la composición y microestructura de la aleación, la composición de la sal, la geometría de la capa y la presencia o ausencia de condiciones corrosivas.

**Etapas de Propagación:** es la penetración local de la sal a través de la capa y el subsiguiente avance a lo largo de la interface óxido-aleación, en donde la sal alcanza los sitios de baja actividad de oxígeno con una aleación agotada en Al, Si o Cr. Esta etapa se puede desarrollar de varias formas, dependiendo de las condiciones de exposición y de la aleación.

La deposición de la ceniza es inevitable y se lleva a cabo por diferentes procesos dependiendo de la naturaleza química y del tamaño de la partícula: por difusión, condensación y/o impacto. La operación de materiales bajo condiciones severas de trabajo genera el aumento de la velocidad de corrosión en depósitos de sales fundidas y depende de varios factores:

- ✓ La composición química del depósito, que está en función del contenido de contaminantes en el combustible y de la calidad de la combustión.
- ✓ El tipo de material sobre el cual se deposita la sal fundida.
- ✓ La temperatura de los gases de combustión.
- ✓ La temperatura de las superficies metálicas que dependen del diseño específico del equipo (Tristancho et al., 2010).

**Figura 2. Mecanismo de precipitación del óxido y sus compuestos en la sal fundida.**



Fuente: MARULANDA, José Luddey; TRISTANCHO, José Luis. Protection against the hot corrosion of steel hot rolled, between temperatures of 400°C- 600°C, coated by thermal spray, with stainless steel 312.Dyna.2009.

## 2.3 ENERGÍA DE ACTIVACIÓN

La energía de activación es la mínima energía que necesita un sistema antes de iniciar algún proceso, dando información acerca del mecanismo de que controla el sistema. [13]

**Tabla 2. Mecanismo de control, según la energía de activación.**

Energía de Activación kcal/mol	Tipo de control
1-5	Transferencia de masa
5-10	Mixto
>10	Reacción química

Fuente: Pilling J., Paul W., Reaction kinetics, Oxford University, 1995.Pag 19-25.

La energía de activación (su valor) puede ser encontrada de acuerdo según la ecuación de Arrhenius; tal y como se muestra a continuación:

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

Aplicando logaritmo natural:

$$\ln k = -\frac{Ea}{R} * \frac{1}{T} + \ln A$$

La anterior ecuación se relaciona a la ecuación de línea recta ( $y = -mx + b$ ), con pendiente negativa. El término cinético  $k$  representará la velocidad de corrosión  $V_c$  y la ecuación se puede representar de la siguiente forma:

$$\ln V_c = -\frac{Ea}{R} * \frac{1}{T} + const$$

Al graficar  $\ln V_c$  contra  $1/T$ , la pendiente de la recta está definida como,  $-Ea/R$ , donde  $Ea$  es la energía de activación del sistema y  $R$  es la constante universal de los gases que corresponde a  $1,987\text{cal/mol K}$ . [13]

### 3. ESTADO DEL ARTE.

Procedió a un estudio acerca de la corrosión del acero inoxidable 316L y FeAl ODS en la sal de carbonato  $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$  a  $650^\circ\text{C}$  en presencia de la mezcla de gases  $\text{CO}_2$  y  $\text{O}_2$ , utilizando probetas con 10 mm de diámetro y 2 mm de diámetro. Estas probetas fueron introducidas en un horno vertical luego de aplicar capas de la sal de carbonato en cada una de ellas (había exposición de  $\text{CO}_2$  y  $\text{O}_2$ ) y la cinética de reacción de la corrosión se analizó extrayendo los cupones en intervalos seleccionados y evaluando sus cambios de peso. En el siguiente paso se examinaron las probetas con pruebas de microscopía óptica, análisis SEM y microanálisis por dispersión de energías de rayos X (EDX). En los resultados se observó que la resistencia a la corrosión del acero inoxidable FeAl ODS es superior que el acero inoxidable austenítico AISI 316L en las condiciones de trabajo referente a los gases presentes. Además en la mezcla de gases 67%  $\text{CO}_2$ -33%  $\text{O}_2$ , ambas aleaciones están sujetas a la pérdida de peso, en el caso del acero AISI 316L se debe a la alta actividad de  $\text{O}_2$  del medio ocurriendo una disolución continua de la capa de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , y para el acero Fe Al debido a la elevada presión parcial de  $\text{CO}_2$  produciéndose un fundente ácido de partículas de óxido de itrio. [6]

Se realizaron pruebas de inmersión a tres tipos de aceros: acero inoxidable 316, acero inoxidable 316L y acero inoxidable 304 (que tenían unas dimensiones de ensayo de 20 mm x 50 mm x 2 mm), en un horno de crisol que contenía sales fundidas de  $\text{KNO}_3$  y  $\text{NaNO}_3$  con el fin de obtener resultados acerca de la velocidad de corrosión. Estos aceros estuvieron expuestos a 120, 240, 480, 800, 1600, 2400, 4000 horas y 500 ciclos térmicos a una temperatura máxima de  $565^\circ\text{C}$ . En los resultados del SEM-EDS se observaron pérdidas de metal de 5 a 16 micras relacionadas detectadas a mayores valores de velocidad de corrosión hallados. También se muestra que el acero inoxidable 316L presentó mejor

comportamiento hacia la corrosión que los otros aceros inoxidable. Pruebas de ensayo como Microscopía óptica y análisis de microsonda de electrones revelaron productos de corrosión como la espinela de hierro-cromo, la magnetita y ferrita de sodio, organizada en capas separadas. El Microanálisis de composición elemental de los productos de corrosión demostró que el contenido de cromo de la capa de espinela de hierro-cromo era mayor para las condiciones cinéticas parabólicas. Sin embargo, se observó una cinética lineal cuando la capa de espinela contenía cromo en pequeñas cantidades. [9]

Evaluaron el comportamiento de la corrosión isotérmica de tres aceros: acero al carbono A36, acero inoxidable 304, y acero inoxidable 316 en las mezclas de la  $\text{NaNO}_3$  y  $\text{KNO}_3$ , determinando si las impurezas que se encuentran en grados de los productos básicos de nitratos alcalinos agravan la corrosividad como aplicación a un sistema de energía solar avanzada. Se llevaron a cabo ensayos de corrosión por aproximadamente 7000 horas con los aceros inoxidables 304 y 316 a  $570^\circ\text{C}$  y en el acero al carbón A36 a  $316^\circ\text{C}$  en siete mezclas de la  $\text{NaNO}_3$  y  $\text{KNO}_3$  que contenían variaciones en las concentraciones de impurezas. Estas pruebas también fueron aplicadas en una mezcla ternaria de  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{KNO}_3$ , y  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ . A través de la pérdida de peso de las probetas se determinó la tasa de corrosión, mientras que los productos de oxidación fueron examinadas por microscopía electrónica de barrido (SEM), análisis de microsonda de electrones (EPMA), y difracción de rayos X (DRX). En los resultados se muestra una pérdida de peso entre 6 y 15 micras / año en los aceros inoxidable a  $570^\circ\text{C}$  dependiendo de la mezcla en particular y para el acero al carbón a  $316^\circ\text{C}$ , 1-4 micras / año. En general, para el rango típico de impurezas en sales de nitrato, las tasas de corrosión fueron aceptables para los materiales examinados. [3]

A través de varias consultas bibliográficas recopilaron información acerca de la oxidación de aceros en contacto con sales fundidas de nitratos y nitritos y la termodinámica de ellas, donde a través de autores como Singh y Attia, y sus

investigaciones, concluyeron que en el hierro y sus aleaciones se forman películas de óxido como barrera protectora al estar en contacto con sales de nitratos fundidos siendo pasivadoras de la oxidación con estabilidad en medio acuoso. [27]

Se realiza ensayos en los aceros 304H ,316L usados para la construcción de supercalentadores, recalentadores paredes y tuberías de caldera los cuales son altamente sensibles al desgaste corrosivo a altas temperaturas, causado por el depósito de sales fundidas o cenizas de aceite en fase líquida. En este trabajo se usan solo 2 temperaturas una de 700°C y otra de 750°C se conoce la velocidad de corrosión en 2 aceros inoxidables y en un acero de bajo carbono como el 1020 a altas temperaturas. De los 3 diferentes tipos de aceros, se determinó que entre los 3 aceros usados para esta tesis el acero 304H es más resistente a la corrosión en sales fundidas que los demás y como era de esperarse el que menos resistencia tiene es el 1020. También se comprueba que a mayor temperatura hay mayor velocidad de corrosión en un ambiente corrosivo en sales fundidas. [16]

Se evaluó la corrosión que presenta el acero AISI 304 ante la presencia de la sal solar compuesta por 53% de  $\text{KNO}_3$ , 40 % de  $\text{NaNO}_2$ , y 7%  $\text{NaNO}_3$  en peso, utilizando seis probetas que fueron sumergidas en la sal fundida contenida en un recipiente de alúmina que estaba compuesto por unos espaciadores tubulares de cuarzo. Posteriormente las muestras se llevaron a un horno eléctrico a temperatura de 530°C con intervalos de tiempo de 250, 500, y 750 horas, usando dos probetas en cada caso. A través del análisis los resultados del SEM-EDS y el DRX, se concluyó acerca de la corrosión del acero AISI 304 enunciando que a 530°C los productos de corrosión están comprendidos por 3 compuestos principales: el  $\text{NaFeO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , y el  $(\text{Cr}, \text{Fe})_2\text{O}_3$ , presentando una modificación de la composición, además que la cinética de corrosión se comporta de forma parabólica, donde el espesor medido a intervalos de prueba muestra una proporcionalidad directa con la raíz cuadrada del tiempo de exposición. [23]

Según la necesidad actual de ahorrar energía se ha desarrollado una técnica para el almacenamiento de energía solar usando una sal binaria compuesta de  $\text{NaNO}_3$  y  $\text{KNO}_3$ , a la cual se le está buscando un reemplazo como una mezcla cuaternaria usando aditivos de  $(\text{LiNO}_3, \text{Ca}(\text{NO}_3)_2)$  cuyo objetivo es su aplicación tanto en funciones de captación de la radiación solar como de almacenamiento de la misma. En esta tesis básicamente se realizó un estudio de las sales HITEC y la sal binaria adicionando algunos elementos como calcio y litio para sal ternaria por separado y los dos elementos para sal cuaternaria, se realizó una simulación de fluidos en centrales solares de concentración, trabajando a una temperatura desde  $390^\circ\text{C}$  hasta  $550^\circ\text{C}$  donde se usaban para la temperatura más baja aceros al carbono y con bajo contenido de cromo y para la temperatura más alta, aceros inoxidable ferríticos, austeníticos y experimentales. Llegando la conclusión que al adicionar  $\text{LiNO}_3$  se mejoran las propiedades físico-químicas del compuesto, también realizó una transformación de la temperatura de trabajo ampliando el rango de trabajo a  $130^\circ\text{C} - 586^\circ\text{C}$ . También se comprobó que había mejora en la durabilidad de los materiales frente a la corrosión. [7]

Procedió a realizar pruebas con aleaciones en base níquel como el acero inoxidable 321 y 347 con el fin de observar la susceptibilidad a la corrosión en sales de nitrato binarios, al ver que el acero inoxidable 316 mostraba agrietamiento en los tanques de almacenamiento en las plantas solares. Inició pruebas. El experimento consistió en sumergir las aleaciones en sales de nitrato binarias a temperaturas de  $400, 500, 600, \text{ y } 680^\circ\text{C}$ , con burbujeo de aire y retirar las muestras en intervalos de 500, 1000, 2000, y 3000 horas; seguido se registraron las variaciones de peso. Para lograr la interpretación de resultados se utilizaron pruebas como difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido con espectrómetro de energía dispersa de rayos X. Se encontraron tasas de corrosión para temperaturas de  $600^\circ\text{C}$  y pérdida menos de  $16\mu\text{m}$  de por año. Bajo estas condiciones se encontró que 347SS corroe a una velocidad de 30 a 40% menos de 321SS; además los productos de corrosión observadas a  $500^\circ\text{C}$  fueron

principalmente de óxido de hierro en la superficie exterior con óxidos de hierro y cromo en la superficie interna. [11]

Examina el proceso de corrosión a alta temperatura en los materiales usados en los sistemas de torres de energía solar concentrada como son las aleaciones en base níquel HA230 e In625 en mezclas de sales fundidas de  $\text{NaNO}_3$  al 60% y  $\text{KNO}_3$  al 40% en peso. Se realizaron dos ensayos de corrosión por separado, uno a  $600^\circ\text{C}$  y una a  $680^\circ\text{C}$  donde ambas pruebas consistían en sumergir muestras metálicas adquiridas en SpecialMetals en sales fundidas durante largos períodos de tiempo, hasta 4000 h. Los vasos utilizados para sumergir las probetas fueron hechos de material 316, y se acondicionaron previamente para formar una capa protectora de óxido en la superficie. A  $680^\circ\text{C}$  se encontró que los vasos sufrieron de una corrosión significativa, que impactó contenido de metal disuelto en la sal. Con el fin de evitar la estratificación térmica, se burbujeó aire a través de la masa fundida durante toda la prueba. Como resultados, en algunas aleaciones de níquel, las tasa de corrosión fue mínima a  $600^\circ\text{C}$ , pero severa a  $680^\circ\text{C}$ . Algunas aleaciones tenían tasas de pérdida de metal de más de 500 micras / año para  $680^\circ\text{C}$  de temperatura de funcionamiento. [17]

## 4. METODOLOGÍA.

Figura 3. Metodología experimental utilizada



### **Etapa 1: Revisión bibliográfica.**

Se realizó una recopilación y selección de información bibliográfica en artículos, libros científicos y demás, que puedan ampliar el conocimiento de temas relacionados a la investigación, como base para el planteamiento de ensayos y análisis finales de los resultados experimentales.

### **Etapa 2: Especificación de las variables, como el tiempo y temperaturas de exposición.**

Se utilizaron variables como temperatura y tiempo de exposición.

#### Temperatura.

Las temperaturas de exposición en el ensayo fueron de 450, 500, y 550 °C como temperatura máxima.

#### Tiempo de exposición.

Los tiempos de ensayo de las probetas fueron de 1, 3, 10, 30, 100 y 150 horas de exposición según lo indica la norma europea Discontinuous Corrosion Testing in High Temperature Gaseous Atmospheres.

### **Etapa 3: Preparación de las probetas y la preparación de la mezcla.**

#### Preparación de las probetas de ensayo.

Con el fin de comprobar si el acero inoxidable que se utilizó fue el 316L se realizó la espectroscopía de emisión óptica para observar su composición, elaborado en el Laboratorio de Espectroscopia LE- PTG UIS Guatiguará, y los resultados se encuentran en la tabla 3. Los resultados comprobaron que la composición química del acero suministrada por la Compañía general de aceros S.A (proveedor), es de un 316L, (ver tabla 1).

**Tabla 3. Análisis químico del acero 316L por espectroscopía de emisión óptica.**

Composición química									
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N
316L	0.020	0.506	0.852	< 0.150	0.003	10.11	16.43	1.896	0.221

Fuente: Laboratorio de Espectroscopia LE- PTG UIS Guatiguará.

El acero inoxidable AISI 316L utilizado, se cortó con dimensiones de 20 mm x 15 mm x 2 mm aproximadamente. Las probetas fueron desbastadas con papel abrasivo de carburo de silicio hasta número 600 y después desengrasadas con alcohol etílico. Se realizó la toma de dimensiones con el calibrador registrando los datos. Por último se introdujeron en un desecador. Estas muestras se prepararon según la Norma ASTM G1-03 *Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens*.

Con el fin de comparar la microestructura antes y después del ensayo, se preparó una probeta en condiciones inicial y final a las pruebas utilizando papel abrasivo de carburo de silicio 180 hasta grado 600, luego se pulió en paño (Rodríguez Jessica, Santos Eduardo, 2010), y finalmente se sometió a ataque electrolítico con 10g de ácido oxálico y 100ml H<sub>2</sub>O a 3 v (voltios) por 3.5 minutos según la norma ASTM E407 *Standard Practice or Microetching Metals and Alloys*.

#### Preparación de la mezcla de sales fundidas.

Para la preparación de la mezcla ternaria de sales fundidas, se utilizó una proporción de NaNO<sub>3</sub>, KNO<sub>3</sub> y NaNO<sub>2</sub> del 7-53-40% en peso respectivamente en agua destilada (Estos porcentajes de las sales se escogieron debido a que son los empleados en las plantas solares (Gil Antoni, *et al.*, 2010) (Bauer Thomas, *et al.*, 2013) (Fernández Díaz-Carralero Ángel Gabriel, 2013). Cada sal fundida se prepara por separado en igual cantidad para ser mezcladas a continuación.

#### **Etapa 4: Calibración del horno rotatory.**

Este horno está construido de un acero recubierto con zinc y epoxi estufado, y tiene un rango de operación de 100-1000°C; cuenta con un controlador eléctrico de temperatura cuya precisión es de  $\pm 5^{\circ}\text{C}$ . En esta etapa se lleva a cabo la calibración con el fin de obtener resultados acertados. Se utiliza el horno rotatory debido al fácil manejo de las muestras por ser placas delgadas.

En el anexo D se encuentra las gráficas de temperatura de la termocupla vs la temperatura del horno. De acuerdo a las gráficas y valores de temperatura obtenidos por la termocupla y horno, en las pruebas realizadas, los cupones de acero inoxidable 316L fueron ubicados en el horno a 15 cm (L2) del extremo derecho del horno de, y a cada temperatura de ensayo se aumentó los nueve grados de desfase del horno.

#### **Etapa 5: Montaje experimental.**

Se inició con el calentamiento del horno rotatory a la temperatura de ensayo, y se aplicó la mezcla de sales fundidas con un atomizador a cada una de las probetas que se introdujeron al horno rotatory.

Para cada tiempo se usaron 3 probetas en las temperaturas mencionadas en la etapa 2, utilizando un total de 54 probetas.

#### **Etapa 6: Aplicación de la mezcla corrosiva, inicio del experimento.**

##### Aplicación de la mezcla corrosiva

Se precalentaron las probetas aproximadamente a  $170^{\circ}\text{C}$  durante 3-4 min. Después del paso anterior se roció la mezcla de sales fundidas de nitratos y nitrito de sodio a una misma distancia de las probetas, hasta un peso promedio de 1-10  $\text{mg}/\text{cm}^2$  que se mide con la diferencia del peso de la probeta inicial y la probeta

con la sal adherida ,dando como efecto una capa fina y homogénea del depósito de sales.

#### Inicio del experimento

Las probetas fueron ubicadas en el horno rotatory. Luego del tiempo especificado (1, 3, 10, 30, 100 y 150 horas) las probetas se retiraron del horno, y posterior al enfriamiento, fueron pesadas y almacenadas.

#### **Etapa 7: Ensayos para análisis.**

Al terminar el experimento, se realizaron pruebas de microscopia electrónica de barrido (SEM – EDS), difracción de rayos x (DRX), pruebas de dureza y metalografía.

#### **Etapa 8: Análisis de resultado y conclusiones.**

A partir de los resultados obtenidos durante el ensayo se realizó un análisis exhaustivo de ellos, con el fin de dar respuestas a los objetivos propuestos y concluir de manera adecuada.

#### **Etapa 9: Realización del final del informe.**

El informe tiene toda la información que se utilizó durante las pruebas, desde la revisión bibliográfica, hasta los análisis y conclusiones.

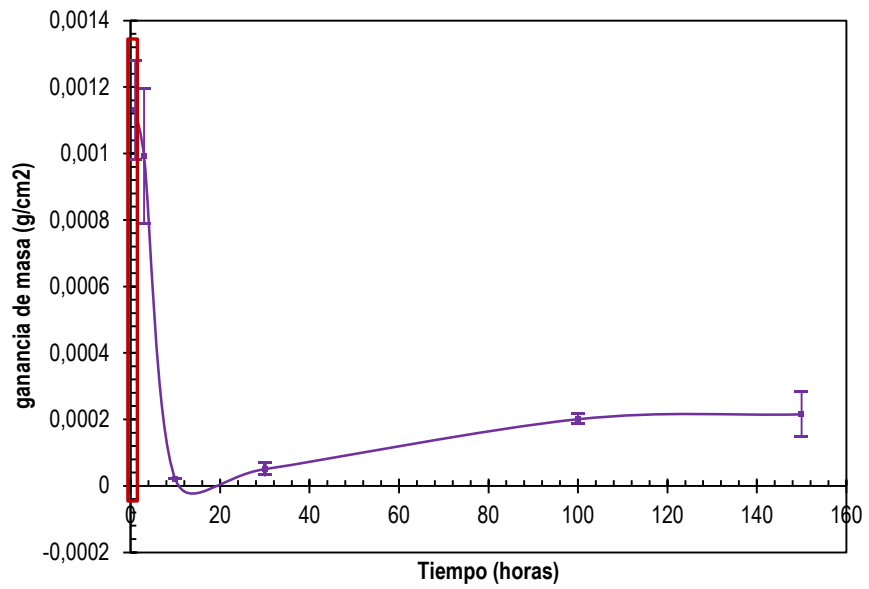
## 5. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

### 5.1 VELOCIDAD DE DEGRADACIÓN

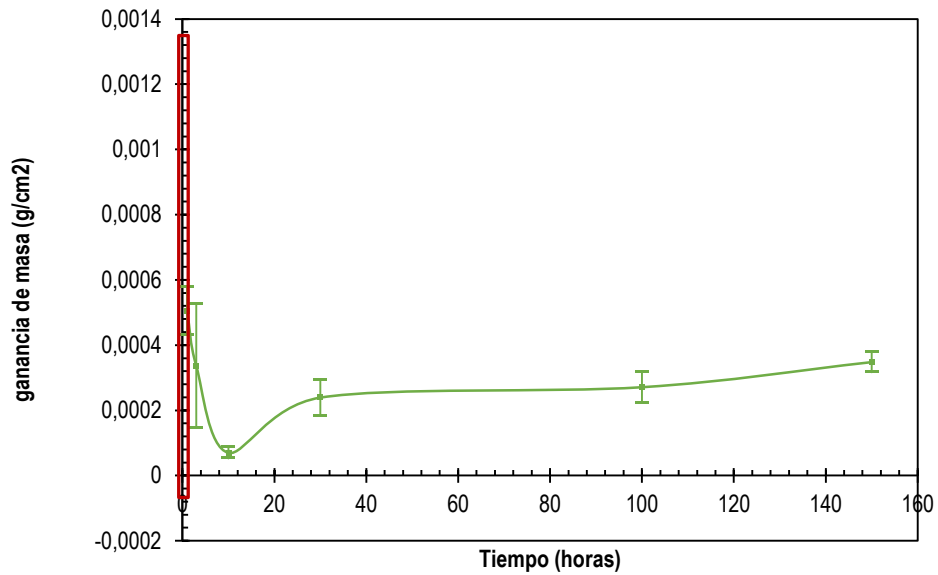
La velocidad de degradación en este proyecto, fue hallada a través de la ganancia de peso del material por unidad de área ( $\text{g}/\text{cm}^2$ ). Los datos usados para el cálculo de la ganancia de masa se encuentra en el anexo A.

Las gráficas 1,2 y 3 representan la ganancia de masa por unidad de tiempo, para las temperaturas de ensayo en las probetas de acero inoxidable 316L, donde cada dato de ganancia de masa es el promedio de las tres repeticiones realizadas para cada prueba (ver anexo B). Cabe resaltar que las gráficas muestran un intervalo (encerrado en la franja roja) que representa el efecto del comportamiento de la sal fundida por encima de la velocidad de corrosión del acero, es decir, la sal fundida se vuelve líquida y se desplaza de la probeta perdiendo peso la mezcla. Por este motivo en la graficas 4 y 5 donde se representa la variación de la ganancia de masa vs temperatura a tiempo constante y la variación de la ganancia de masa con el tiempo a temperatura constante, no se muestra el intervalo de 1 a 3 horas donde el efecto de la sal prevalece. Este efecto se debe a la descomposición térmica que sufre la sal ternaria, debido a la atmósfera oxidante de trabajo. [7]

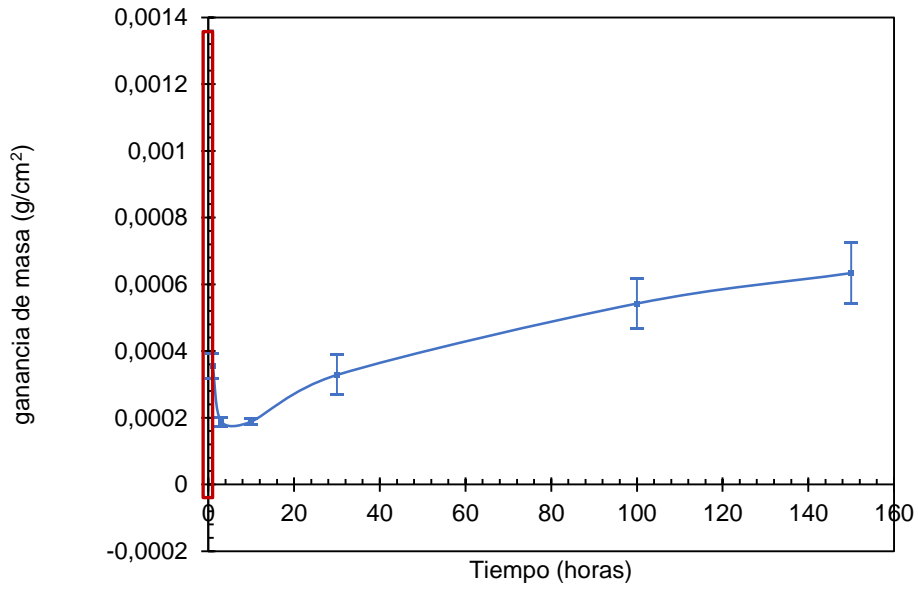
**Gráfica 1. Variación de la ganancia de masa en el tiempo a 450 °C**



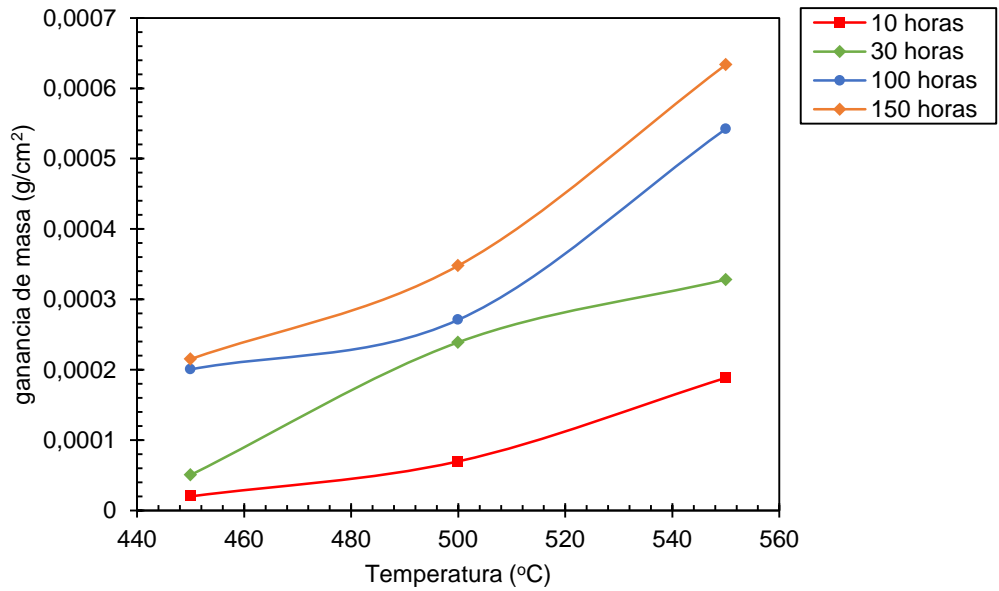
**Gráfica 2. Variación de la ganancia de masa en el tiempo a 500 °C**



**Gráfica 3. Variación de la ganancia de masa en el tiempo a 550 °**



**Gráfica 4. Variación de la ganancia de masa vs temperatura a tiempo constante.**

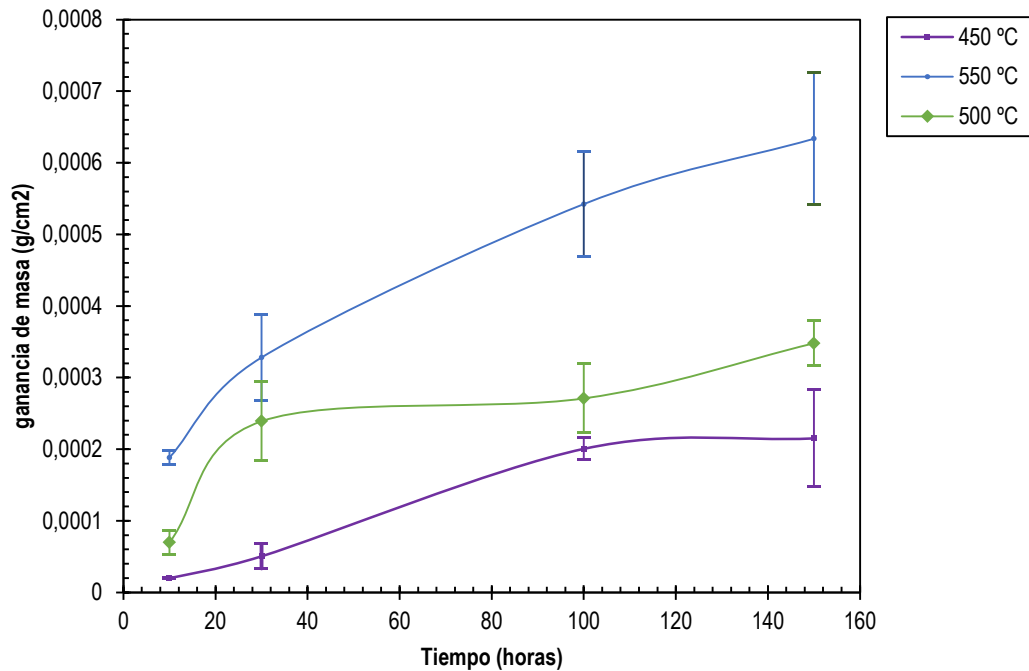


Las gráficas anteriores muestran la influencia del tiempo relacionada con el incremento de la ganancia de masa del material, donde se obtiene un mayor aumento para tiempos más prolongados. A 550°C y 150 horas de exposición la corrosividad es mayor que a 550°C y 10 horas de exposición, obteniéndose valores de  $6.336 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^2$  y  $1.884 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^2$  respectivamente; de igual forma a 450°C a 150 horas y 10 horas de exposición, valores de  $2.151 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^2$  y  $1.99 \times 10^{-5} \text{ g/cm}^2$ , y para 500°C a 150 horas y 10 horas de exposición, valores de  $3.479 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^2$  y  $6.97 \times 10^{-5} \text{ g/cm}^2$ .

En todos los casos, se observa un comportamiento parabólico en las curvas con algunas diferencias en las gráficas. A 450°C entre las 10 y 30 horas se muestra un comportamiento un poco más acelerado que entre las 30 y 100 horas, y de 100 a 150 la gráfica se estabiliza (ver gráfica 1). En la temperatura de 500°C (gráfica 2) en el intervalo de 10 a 30 horas, se aprecia un comportamiento acelerado en la ganancia de masa y posterior a ese tiempo, la gráfica tiende a estabilizarse hasta las 100 horas de exposición debido al comportamiento de la capa de óxidos protectores; a partir de las 100 horas hay un incremento en la velocidad de degradación. En la gráfica 3 (temperatura de 550°C) la velocidad de degradación es mayor, que en las anteriores temperaturas y se observa en el intervalo de 10 a 30 horas una pendiente mayor al resto de la gráfica.

En la gráfica 5 muestra con claridad el efecto que tiene la temperatura respecto a la ganancia de masa, presentando valores más altos a 550°C y más bajos a 450°C. También se puede ver en las gráficas de 500°C y 550°C a 10 horas una intersección en los rangos de desviación estándar, que se debe al uso de temperaturas de trabajo muy cercanas entre ellas.

**Gráfica 5. Variación de la ganancia de masa con el tiempo a temperatura constante.**



## 5.2 ANÁLISIS METALOGRÁFICO

El análisis metalográfico fue realizado con el fin de poder ver los posibles cambios microestructurales del acero 316L debido a la temperatura y tiempo de exposición con la sal fundida.

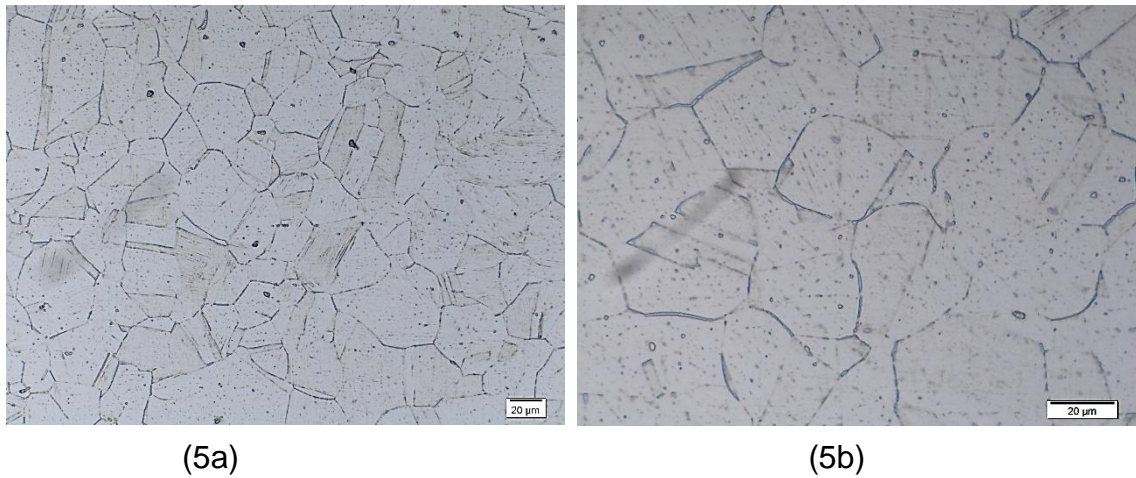
En la figura 4, se puede examinar la micrografía del acero inoxidable 316L en su estado inicial (sin ser sometido a pruebas) .Se detalla un grano equiaxial con tamaño de grano No 6 ½ según la norma ASTM E 112: *Methods for estimating the average grain size of metals* .En las figuras 5a y 5b se muestra a mayores aumentos la microestructura, donde cabe resaltar la matriz austenítica que presenta.

Las figuras 6, 7 y 8 muestran las microestructuras después de la exposición al ensayo, a 450°C, 500°C y 550°C en el tiempo de 150 horas a 100 aumentos y las figuras 9a, 9b, y 9c a 500 aumentos. Aunque no hay mucha diferencia entre la micrografías antes y después de la exposición, se puede percibir que los granos son un poco más redondeados en sus límites y algo más grandes, acercándose al tamaño de grano No 6 según la norma ASTM, llegando a bajar la dureza del acero 316L como se observa en la tablas 4, 5 y 6 de la sección de análisis de dureza.

**Figura 4. Micrografía del acero inoxidable 316L en su estado inicial tomada en un microscopio óptico OLYMPUS GX71F (100 aumentos)**



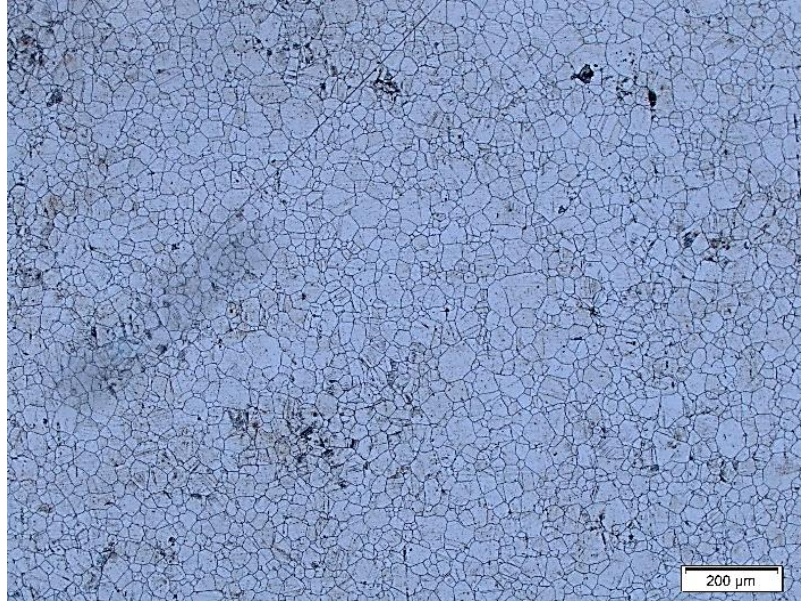
**Figura 5. Micrografía del acero inoxidable 316L en su estado inicial tomada en un microscopio óptico OLYMPUS GX71F. 5a, 500 aumentos; 5b, 1000 aumentos.**



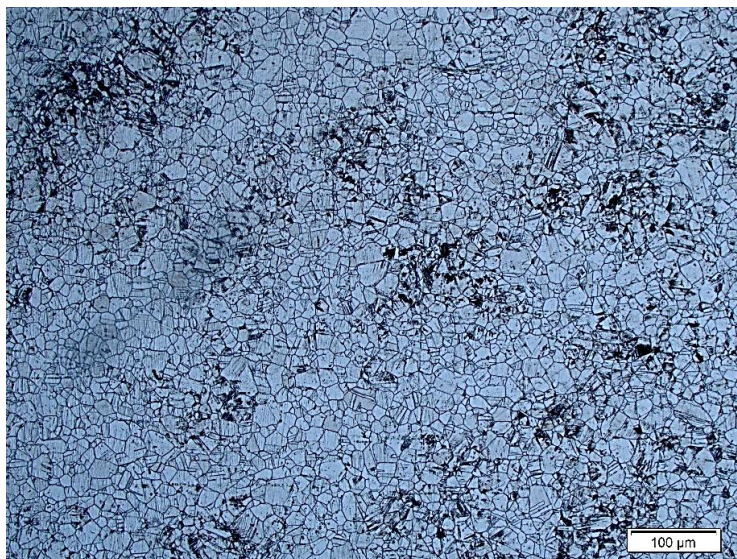
**Figura 6. Micrografía del acero inoxidable 316L después de la exposición a 450 °C y 150 horas, tomada en un microscopio óptico OLYMPUS GX71F (100 aumentos).**



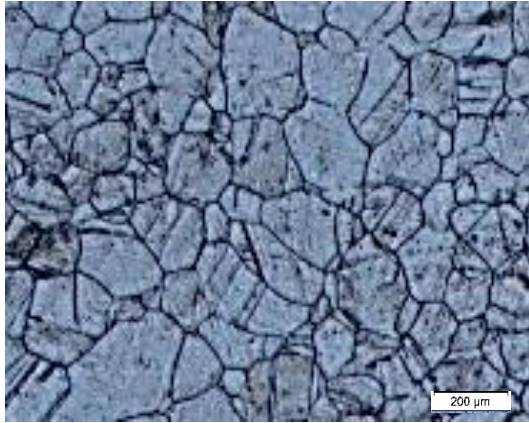
**Figura 7. Micrografía del acero inoxidable 316L después de la exposición a 500 °C y 150 horas tomada en un microscopio óptico OLYMPUS GX71F (100 aumentos).**



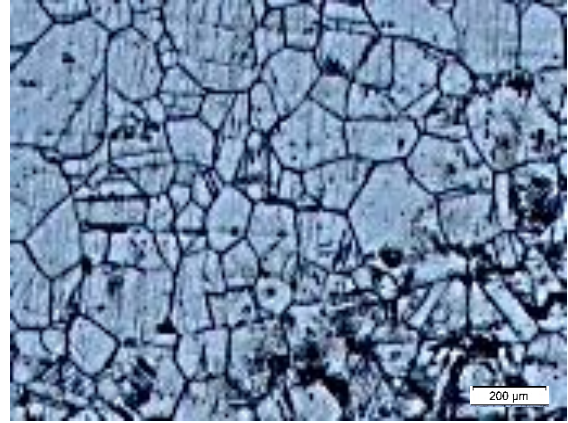
**Figura 8. Micrografía del acero inoxidable 316L después de la exposición a 550 °C y 150 horas tomada en un microscopio óptico OLYMPUS GX71F (100 aumentos).**



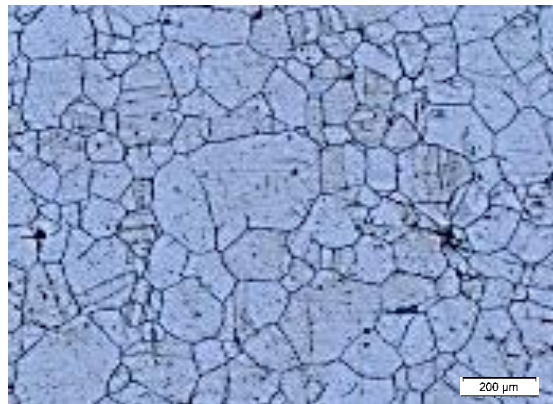
**Figura 9. Micrografía del acero inoxidable 316L después de la exposición a 450 °C (9a), 500 °C (9b) y 550 °C (9c) a 150 horas tomada en un microscopio óptico OLYMPUS GX71F(100 aumentos)**



(9a)



(9b)



(9c)

### **5.3 ANÁLISIS DE DUREZA**

El valor de microdureza Vickers inicial del acero inoxidable 316L utilizado en las pruebas es el siguiente:

**Inicial:** 312.6 - 353.0 - 341.3, promedio: 335.6

Los valores de microdureza Vickers del acero inoxidable 316L después de la exposición a las temperaturas y tiempos de ensayo se encuentran registrados en las tablas de datos 4, 5 y 6. Esta microdureza fue tomada con el microdurómetro INNNOVATEST GX71F que se encuentra en la Universidad Industrial de Santander. Los datos que están en azul es el promedio de tres tomas de datos. La letra A representa la cara opuesta a la cara representada por la letra B, que es la que es la expuesta a la sal fundida. De acuerdo a lo anterior se considera que el efecto de la sal fundida sobre la dureza de la aleación afecta, debido a que el valor de dureza es menor en el lado donde está la sal.

Comparando el valor inicial de dureza con los obtenidos después de los ensayos, hay un descenso de la dureza debido a el leve cambio microestructural (aumento del tamaño de grano) (Martínez M.A. *et,al* 2005).

**Tabla 4. Microdureza Vickers del acero inoxidable 316L a 450°C y tiempos de 1, 3, 10, 30,100 y 150 horas.**

	1 hora		3 horas		10 horas		30 horas		100 horas		150 horas	
	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
Promedio	282	250.2	279.1	239.5	268.7	247.3	287.2	256.2	265.6	240.3	311.4	259.7
Desviación estándar	13.75	12.70	17.04	22.81	7.92	6.26	17.83	12.31	42.07	10.71	59.27	17.25

**Tabla 5. Microdureza Vickers del acero inoxidable 316L a 500 °C y tiempos de 1, 3, 10, 30,100 y 150 horas.**

	1 hora		3 horas		10 horas		30 horas		100 horas		150 horas	
	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
Promedio	284.3	247.2	303.2	267.3	257.4	257.1	327.6	263.8	233.3	227.1	254.1	239.9
Desviación estándar	38.35	26.92	21.01	37.73	7.89	14.55	39.00	9.63	29.30	6.52	11.39	23.41

**Tabla 6. Microdureza Vickers del acero inoxidable 316L a 550 °C y tiempos de 1, 3, 10, 30,100 y 150 horas**

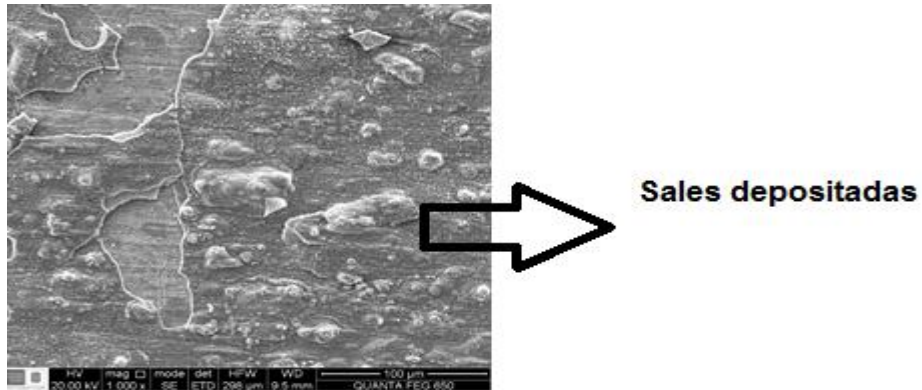
	1 hora		3 horas		10 horas		30 horas		100 horas		150 horas	
	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
Promedio	251.8	241.8	251.3	250.1	321.8	240.6	252.9	230.9	264.1	226.1	250.3	219.1
Desviación estándar	36.76	43.86	19.46	42.86	37.04	16.72	40.94	17.56	11.65	12.50	14.56	24.80

## 5.4 CARACTERIZACIÓN DE LOS PRODUCTOS DE CORROSIÓN.

**5.4.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS).** En la figura 10 se muestra la capa superficial del acero 316L en contacto con la sal fundida o sales depositadas revelando la caída de la capa en algunas partes. La figura 11 revela el espesor de la capa de sales que es en promedio 801.35 nanómetros.

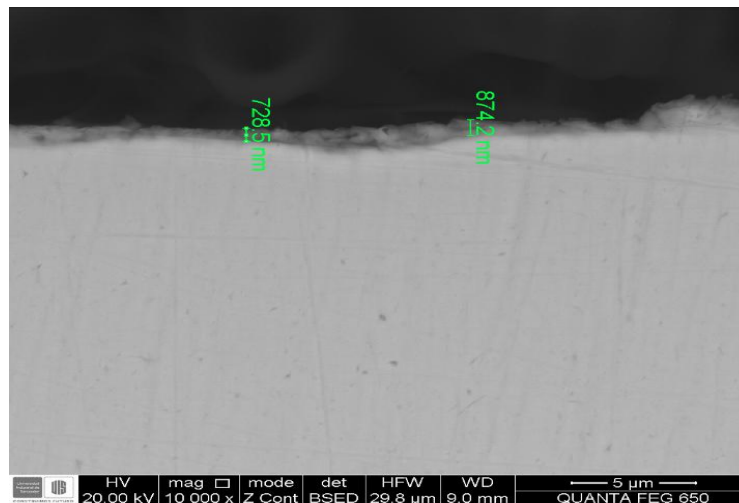
Los resultados del SEM-EDS que se ven la micrografía de la figura 12, permiten detallar que los elementos con mayor intensidad detectados en las distintas zonas del cupón fueron el Cr, O, Fe, Ni que son los que forman los distintos compuestos hallados con técnica de DRX.

**Figura 10. Capa superficial de acero 316L en contacto con la sal fundida de  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{KNO}_3$  Y  $\text{NaNO}_2$  a  $550^\circ\text{C}$  y 150 horas de exposición.**



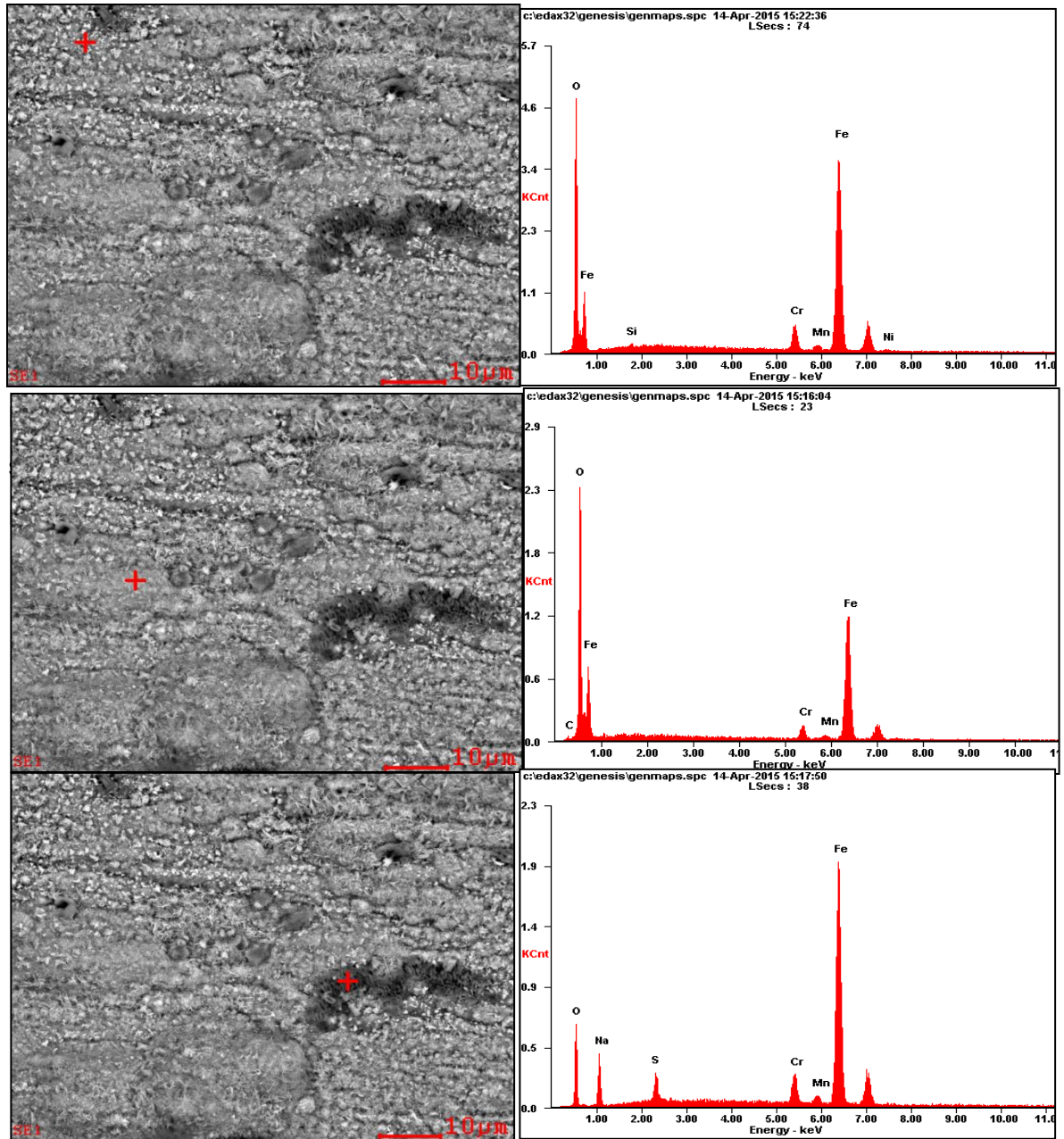
Fuente: Laboratorio de microscopía, Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará.

**Figura 11. Espesor de la capa superficial de acero 316L en contacto con la sal fundida de  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{KNO}_3$  Y  $\text{NaNO}_2$  a  $550^\circ\text{C}$  y 150 horas de exposición.**



Fuente: Laboratorio de microscopía, Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará.

Figura 12. Micrografía de la capa superficial de acero 316L en contacto con la sal fundida de  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{KNO}_3$  y  $\text{NaNO}_2$  a  $550^\circ\text{C}$  y 150 horas de exposición con su respectivo espectro en distintas zonas



Fuente: Laboratorio de microscopía, Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará.

**5.4.2 Difracción de rayos X.** Las pruebas de difracción de rayos X fueron realizadas con el fin de detectar las fases cristalinas formadas a las tres temperaturas de ensayo (450 °C, 500 °C, 550 °C) y al mayor tiempo de exposición, que en este caso es de 150 horas.

El análisis cualitativo de las fases presentes en la muestra se realizó mediante comparación del perfil observado con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del International Centre for Diffraction Data (ICDD).

En la tabla 7 y figura 13, figura 14 y figura 15 se muestran las fases cristalinas o compuestos encontrados a través de la técnica de DRX de las probetas de acero inoxidable 316L expuestas a 450°C ,500°C 550°C durante 150 horas. Algunos óxidos como la magnetita, hematita, cromita y nicromita detectados en los tres difractogramas, pertenecen a la capa protectora que se caracterizan por permitir una velocidad de degradación constante y no catastrófica a la aleación. La formación de bernalita e hidróxido óxido de hierro que se observa en el difractograma a 450°C, se atribuye al contacto de la sal con la humedad del medio ambiente cuando la probeta es sacada del horno.

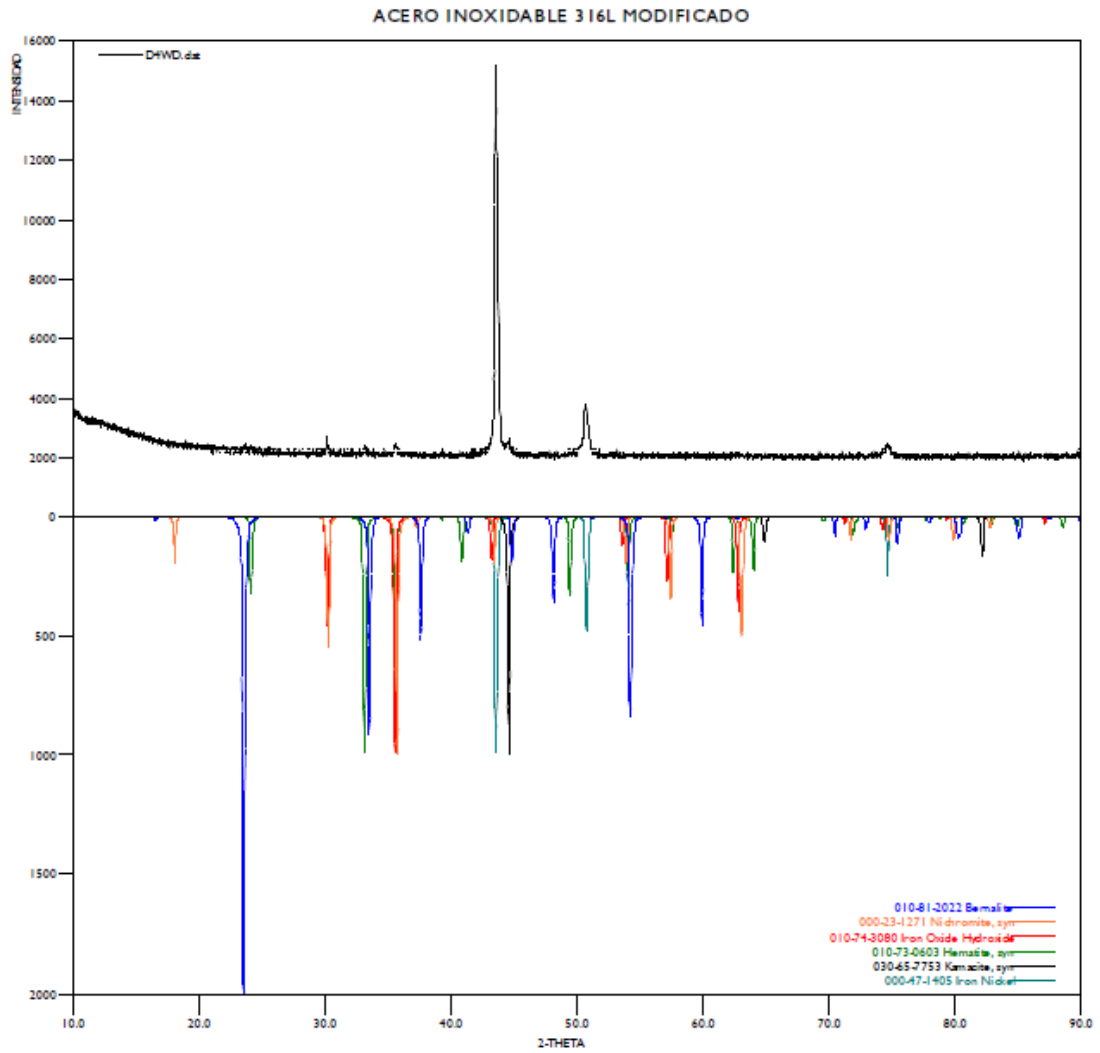
Además se observa que en los difractogramas de productos de corrosión a 500°C y 150 horas, y 550°C y 150 horas de exposición se detecta algunos óxidos de sodio pero en el caso de mayor temperatura(550°C y 150 horas), estos óxidos de sodio, presentan más picos y con mayor intensidad que a menor temperatura (500°C y 150 horas), comprobándose la variación en la descomposición térmica de la mezcla al oxidarse los nitritos presentes en ella y el efecto al aumentar la temperatura. [7]

**Tabla 7. Compuestos detectados por difracción de rayos X después de la deposición de sales de la probeta de acero inoxidable 316L expuesta a 450°C , 500°C , 550°C durante 150 horas.**

	450°C y 150 horas		500°C y 150 horas		550°C y 150 horas	
	Fase	Nombre	Fase	Nombre	Fase	Nombre
<b>Cristalinos</b>	$Fe_{0.64}Ni_{0.36}$	Hierro Níquel	$Fe_{0.64}Ni_{0.36}$	Hierro Níquel	$Fe_{0.64}Ni_{0.36}$	Hierro Níquel
	$Fe_{10.8}Ni$	Kamacita	$Na_{1.03}Ni_{0.95}O_2$	Oxido de Níquel y Sodio	$Fe_{2.942}O_3$	Magnetita
	$FeO(OH)$	Hidróxido óxido de Hierro	$FeO \cdot Cr_2O_3$	Cromita	$Fe_2O_3$	Hematita
	$NiCr_2O_4$	Nicromita	$Fe_3O_4$	Magnetita	Na O	Oxido de sodio
	$Fe(OH)_3(H_2O)_{0.25}$	Bernalita	Na (N O <sub>2</sub> )	Nitrito de sodio	( Cr Ni <sub>3</sub> )	Níquel Cromo
	$Fe_2O_3$	Hematita	$Fe_2O_3$	Hematita		

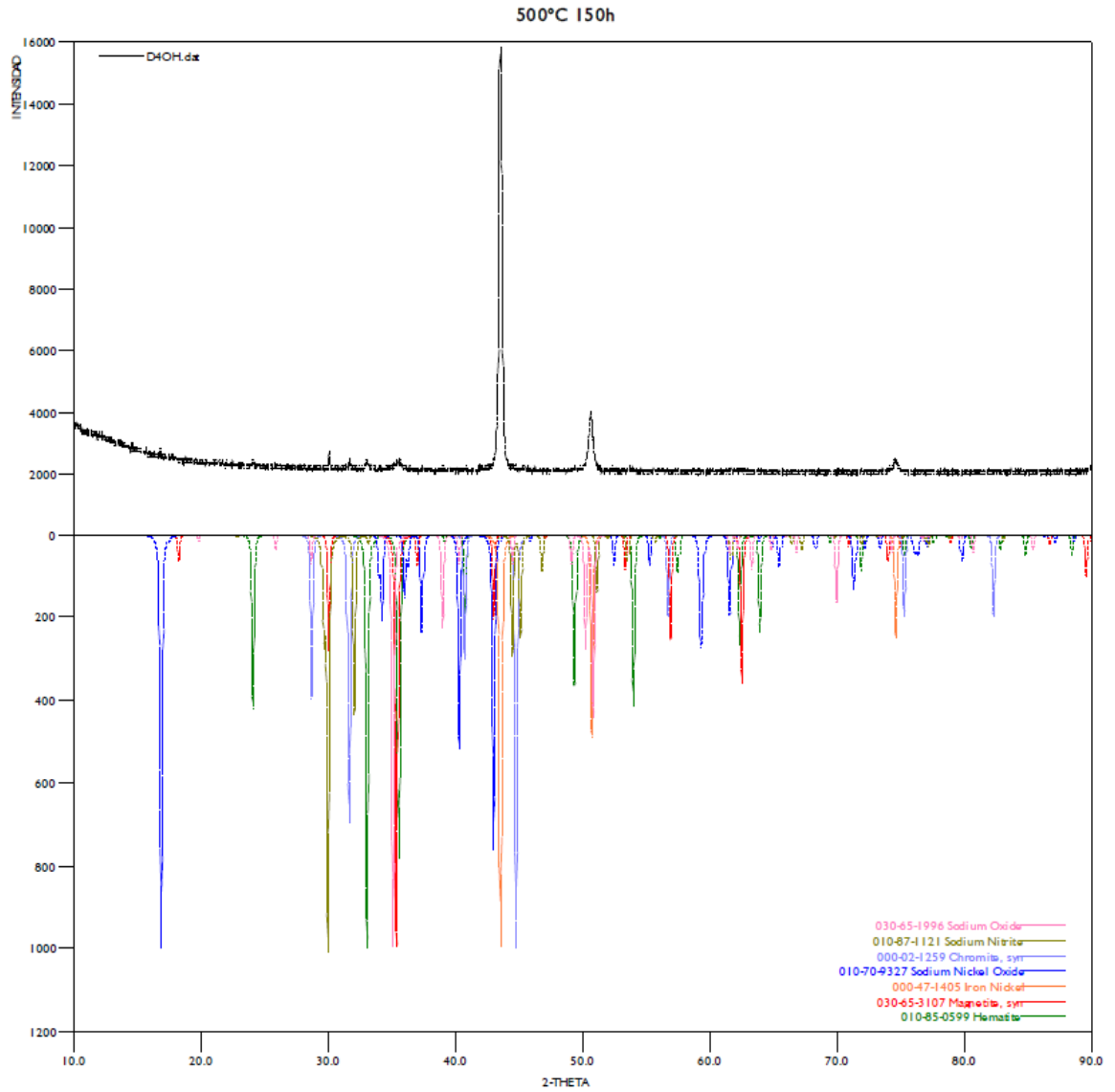
Fuente: Laboratorio de Rayos X, Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará.

**Figura 13. Difractograma de productos de corrosión a 450°C y 150 horas de exposición**



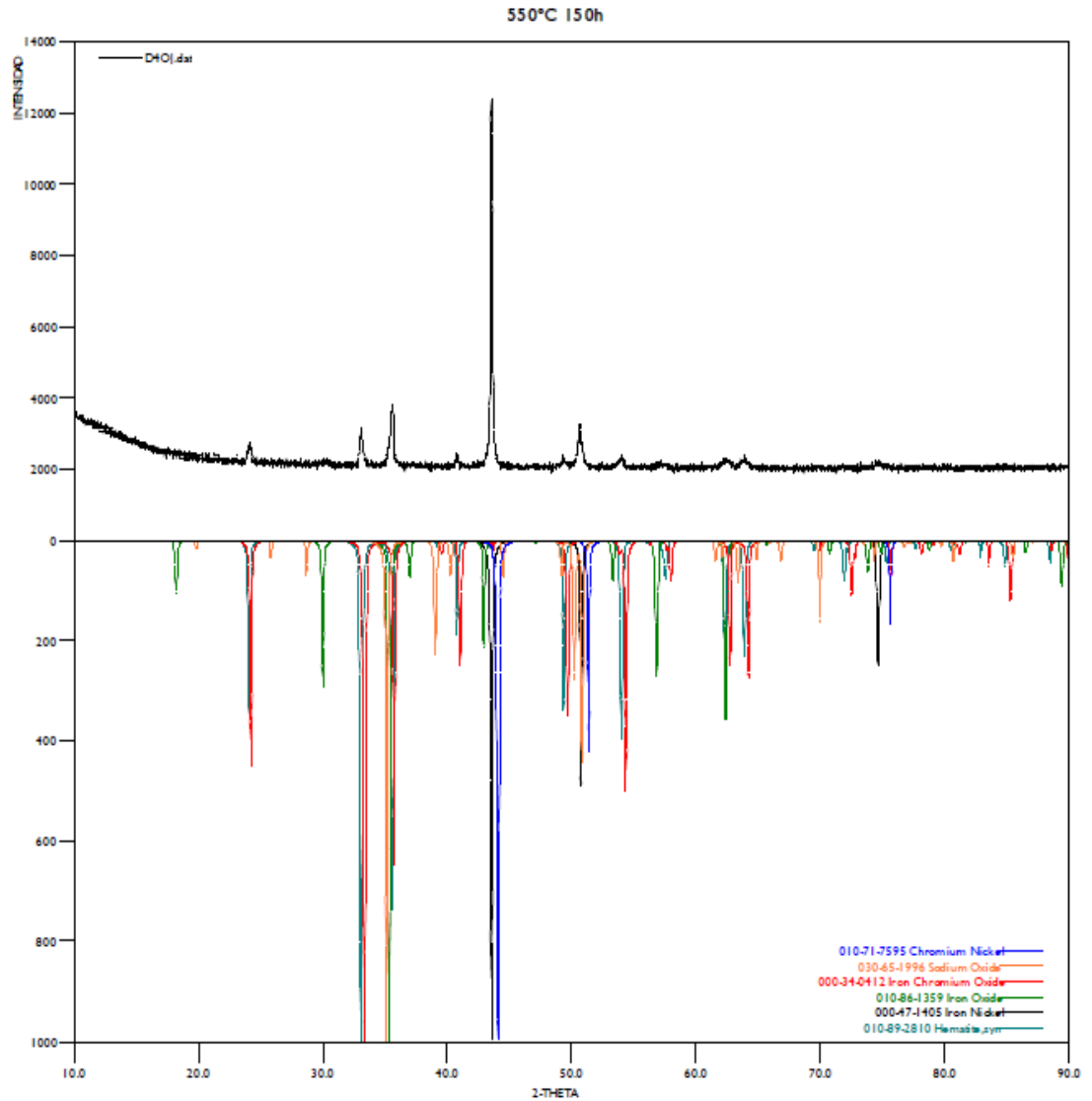
Fuente: Laboratorio de Rayos X, Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará.

**Figura 14. Difractograma de productos de corrosión a 500°C y 150 horas de exposición**



Fuente: Laboratorio de Rayos X, Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará.

**Figura 15. Difractograma de productos de corrosión a 550°C y 150 horas de exposición.**



Fuente: Laboratorio de Rayos X, Universidad industrial de Santander, Km. 2 Vía al Refugio Sede UIS-Guatiguará.

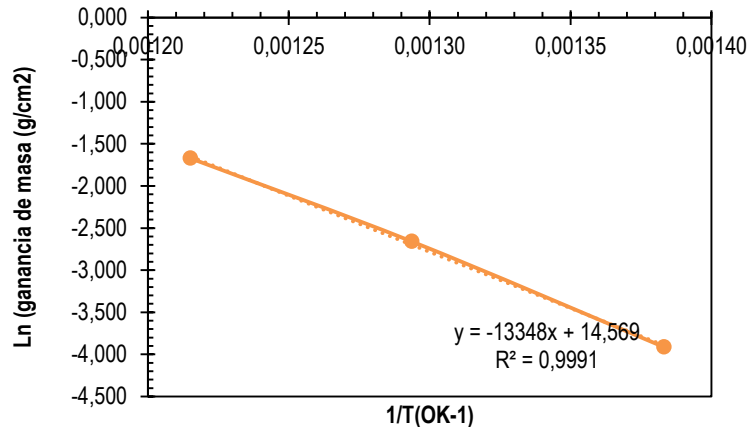
## 5.5 ENERGÍA DE ACTIVACIÓN

Los datos usados para hallar la energía de activación del sistema se encuentran registrados en el anexo C.

**Gráfica 6. Gráfica de Ln (ganancia de masa (g/cm<sup>2</sup>) vs 1/T (°K<sup>-1</sup>).**

$$y = -13348x + 14.569$$

$$R^2 = 0.9991$$



De la gráfica se obtiene la pendiente, y es la siguiente:  $m = -13348 \text{ K}^{-1}$

Como  $m = -E_a/R$ , donde  $R = 1,987 \times 10^{-3} \text{ cal/mol} \cdot \text{K}$

Despejando, se obtiene que la energía de activación del sistema es:

$$E_a = 26522.476 \text{ cal/mol.}$$

$$E_a = 26.52 \text{ kcal/mol}$$

El valor de la energía de activación del sistema es de 26.52 kcal/mol K para el rango de temperaturas de 450°C a 550°C. A esas temperaturas predomina la oxidación, por lo que este valor de energía de activación la formación de capas con determinadas características dependiendo de las condiciones de trabajo.

Aunque corresponda al mecanismo de control por reacción química debe manejarse con cuidado, ya que su valor representa un conjunto de fenómenos que suceden juntos a temperatura alta y es más adecuado hablar en términos de difusión cuando hay un comportamiento parabólico, o mejor referirse al efecto que presenta la temperatura en el proceso. [12]

## 6. CONCLUSIONES

- A través de la técnica recomendada por la norma europea Discontinuous Corrosion Testing in High Temperature Gaseous Atmospheres , se determinó los valores de ganancia de masa para el acero inoxidable 316L en presencia de la mezcla de sales fundidas de  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{KNO}_3$  Y  $\text{NaNO}_2$ .
- Las gráficas ganancia de masa vs el tiempo de exposición del acero inoxidable 316L, muestran un comportamiento parabólico característico de los óxidos que protegen la aleación que permiten una degradación constante y no adversa o catastrófica a pesar de la presencia de la atmósfera oxidante.
- La influencia de temperatura y tiempo de exposición afectan en la degradación del material , siendo mayor a temperaturas más altas y tiempos más prolongados como se determinó en las gráficas de variación de la ganancia de masa vs temperatura a tiempo constante y variación de la ganancia de masa con el tiempo a temperatura constante.
- En la difracción de rayos X se observó la formación de compuestos en las capas adheridas, como hematita, magnetita, cromita, nicromita en el acero inoxidable 316L encargados de la protección del acero 316L.
- El mecanismo de control del proceso de corrosión del acero inoxidable 316L en contacto con la mezcla de sales fundidas de  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{KNO}_3$  y  $\text{NaNO}_2$  según la ecuación de Arrhenius, fue por reacción química , sin embargo se escoge como mecanismo la difusión debido al comportamiento parabólico de la velocidad de degradación a altas temperaturas.

## 7. RECOMENDACIONES

- Se recomienda utilizar atmósfera protectora de nitrógeno bajo las mismas condiciones y técnica utilizada en el presente trabajo con el fin de no tener variantes en la mezcla de sal fundida de  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{KNO}_3$  y  $\text{NaNO}_2$ .
- Para próximos estudios se recomienda usar tanto la electroquímica como la gravimetría con simultaneidad.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ASKELAND Donald. Ciencia e Ingeniería de los materiales .3ed. Missouri: International Thomson Editores. 1998. 552p.
- [2] ASTM E 112: Methods for estimating the average grain size of metals.
- [3] BRADSHAW R.W., .GOODS S.H. Corrosion resistance of stainless steels during thermal cycling in alkali nitrate molten salts. Sandia Report. Agosto 2001.
- [4] BAUER Thomas, *et al.* Material aspects of Solar Salt for sensible heat storage. Elsevier. Abril, 2013, vol. 111
- [5] COMPAÑÍA GENERAL DE ACEROS S.A. CYEN CHYANG INDUSTRIAL CO., LTD, 7 de septiembre de 2010.
- [6] FRANGINI S. Corrosion behavior of AISI 316l stainless steel and oxide/aluminide in eutectic  $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$  molten carbonates under flowing  $\text{CO}_2\text{-O}_2$  gas mixtures. Oxidation of Metals. Marzo, 2000, vol.
- [7] FERNÁNDEZ DÍAZ-CARRALERO Ángel Gabriel. Estudios físico-químicos y de corrosión a elevada temperatura para el diseño de nuevos fluidos almacenadores de energía en centrales solares de concentración (Tesis doctoral). Madrid, España. Universidad Complutense de Madrid, Facultad de Ciencias Químicas Departamento Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, 2013. 346p

- [8]GIL Antoni, *et al.* State of the art on high temperature thermal energy storage for power generation. Part 1—Concepts, materials and modellization. Elsevier. Julio, 2010, vol. 14.
- [9]GOODS S H, BRADSHAW R.W. Corrosion of stainless steels and carbon steel by molten mixtures of commercial nitrate salts. Springer link. Septiembre-octubre , 2004, vol.13
- [10]KURAVI Sarada, *et al.*Thermal energy storage technologies and systems for concentrating solar power. Elsevier. Febrero-marzo, 2013, vol.39
- [11]KRUIZENGA Alan, GILL David. Corrosion of iron stainless steels in molten nitrate salt. Elsevier.2014, vol. 49
- [12]LATHAM J.L. Elementary reaction kinetics.2 ed. London: Butterworths, 1964.120p.
- [13]MARTIN Claudia, BAUER Thomas, MÜLLER-STEINHAGEN Hans. An experimental study of a non-eutectic mixture of KNO<sub>3</sub> and NaNO<sub>3</sub> with a melting range for thermal energy storage. Elsevier.Marzo,2013, vol. 56
- [14]MARULANDA José Luddey, TRISTANCHO José Luis. Protection against the hot corrosion of steel hot rolled, between temperatures of 400°C- 600°C, coated by thermal spray, with stainless steel 312.Dyna.2009
- [15]MARTÍNEZ M.A. *et al* Influencia del tamaño del grano en las propiedades mecánicas de los aceros inoxidables austeníticos. Revista de Metalurgia, Vol 41, No Extra (2005).

- [16] MORENO FRANCO Jayson Diomer. Evaluación y comparación del desgaste corrosivo a altas temperaturas en los aceros inoxidable austeníticos. AISI SAE 304H, AISI SAE 316L y acero al carbono 1020. (Trabajo de grado). Pereira, Colombia. Universidad Tecnológica de Pereira, Facultad de Ingeniería Mecánica. 2007, 60p. (16)
- [17] MCCONOHY Geoff, KRUIZENGA Alan. Molten nitrate salts at 600 and 680 °C: Thermophysical property changes and corrosion of high-temperature nickel alloys. Elsevier, 2014, vol. 103 (20)
- [18] NORMA ASTM E 112: Methods for estimating the average grain size of metals.
- [19] NORMAG1-03: Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens.
- [20] la NORMA europea: Discontinuous Corrosion Testing in High Temperature Gaseous Atmospheres
- [21] Pilling J., Paul W., Reaction kinetics, Oxford University, 1995. Pag 19-25.
- [22] RODRÍGUEZ PÉREZ Jessica Marlina, SANTOS SÁNCHEZ Eduardo. Evaluación de la corrosión a temperatura alta de un acero ASTM A335 P92 en contacto con una mezcla de sales de K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> - NaCl (Proyecto de grado para optar el título de ingeniero metalúrgico (a)). Bucaramanga, Santander, Colombia. Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales. 2010. 106 p.

- [23] SAADAHMED Omar, Corrosion behaviour of AISI 304 stainless steel in contact with eutectic salt for concentrated solar power plant applications. (Magíster en Ciencias). Orlando, Florida. Department of Materials Science and Engineering in the College of Engineering and Computer Science at the University of Central Florida, 2013. 61p.
- [24] SERRANO LÓPEZ R, FRADERA J, CUESTA LÓPEZ S. Molten salts data base for energy applications. Elsevier. Julio-agosto, 2013, vol. 73.
- [25] TAO Wang, DIVAKAR Mantha, RAMANA G. Reddy .Thermal stability of the eutectic composition in LiNO<sub>3</sub>–NaNO<sub>3</sub>–KNO<sub>3</sub> ternary system used for thermal energy storage. En: Elsevier. Enero.febrero, 2012, vol 100.
- [26] TRISTANCHO R José Luis, *et al.* Estudio de la corrosión por sales fundidas en el recubrimiento NiCrFeNbMoTiAl, depositado por plasma spray. Universidad Tecnológica de Pereira, Colombia. Scientia Et Technica, vol. XVI, núm. 44, abril, 2010, pp. 61-65.
- [27] TZVETKOFF TZ. , KOLCHAKOV J. Mechanism of growth, composition and structure of oxide films formed on ferrous alloys in molten salt electrolytes—a review. Elsevier. Abril-mayo, 2004, vol. 87.

## BIBLIOGRAFÍA

ASKELAND Donald. Ciencia e Ingeniería de los materiales .3ed.Missouri: International Thomson Editores.1998.552p.

ASTM E 112: Methods for estimating the average grain size of metals.

BAUER Thomas, *et al.* Material aspects of Solar Salt for sensible heat storage. Elsevier. Abril, 2013, vol. 111

BRADSHAW R.W., .GOODS S.H. Corrosion resistance of stainless steels during thermal cycling in alkali nitrate molten salts. Sandia Report. Agosto 2001.

COMPAÑÍA GENERAL DE ACEROS S.A. CYEN CHYANG INDUSTRIAL CO., LTD, 7 de septiembre de 2010.

FERNÁNDEZ DÍAZ-CARRALERO Ángel Gabriel. Estudios físico-químicos y de corrosión a elevada temperatura para el diseño de nuevos fluidos almacenadores de energía en centrales solares de concentración (Tesis doctoral). Madrid, España. Universidad Complutense de Madrid, Facultad de Ciencias Químicas Departamento Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, 2013. 346p

FRANGINI S. Corrosion behavior of AISI 316l stainless steel and odsfealaluminide in eutectic  $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{--K}_2\text{CO}_3$  molten carbonates under flowing  $\text{CO}_2\text{--O}_2$  gas mixtures. Oxidation of Metals. Marzo, 2000, vol.

GIL Antoni, *et al.* State of the art on high temperature thermal energy storage for power generation. Part 1—Concepts, materials and modellization. Elsevier. Julio, 2010, vol. 14.

GOODS S H, BRADSHAW R.W. Corrosion of stainless steels and carbon steel by molten mixtures of commercial nitrate salts. Springer link. Septiembre- octubre , 2004, vol.13

KRUIZENGA Alan, GILL David. Corrosion of iron stainless steels in molten nitrate salt. Elsevier.2014, vol. 49

KURAVI Sarada, *et al.*Thermal energy storage technologies and systems for concentrating solar power. Elsevier. Febrero-marzo, 2013, vol.39

La NORMA europea: Discontinuous Corrosion Testing in High Temperature Gaseous Atmospheres

LATHAM J.L. Elementary reaction kinetics.2 ed. London: Butterworths, 1964.120p.

MARTIN Claudia, BAUER Thomas, MÜLLER-STEINHAGEN Hans. An experimental study of a non-eutectic mixture of KNO<sub>3</sub> and NaNO<sub>3</sub> with a melting range for thermal energy storage. Elsevier.Marzo,2013, vol. 56

MARTÍNEZ M.A. *et al* Influencia del tamaño del grano en las propiedades mecánicas de los aceros inoxidables austeníticos. Revista de Metalurgia, Vol 41, No Extra (2005).

MARULANDA José Luddey, TRISTANCHO José Luis. Protection against the hot corrosion of steel hot rolled, between temperatures of 400°C- 600°C, coated by thermal spray, with stainless steel 312.Dyna.2009

MCCONOHY Geoff, KRUIZENGA Alan. Molten nitrate salts at 600 and 680 °C: Thermophysical property changes and corrosion of high-temperature nickel alloys. Elsevier, 2014, vol. 103 (20)

MORENO FRANCO Jayson Diomer. Evaluación y comparación del desgaste corrosivo a altas temperaturas en los aceros inoxidable austeníticos. AISI SAE 304H, AISI SAE 316L y acero al carbono 1020. (Trabajo de grado). Pereira, Colombia. Universidad Tecnológica de Pereira, Facultad de Ingeniería Mecánica. 2007, 60p. (16)

NORMA ASTM E 112: Methods for estimating the average grain size of metals.

NORMAG1-03: Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens.

PILLING J., Paul W., Reaction kinetics, Oxford University, 1995. Pag 19-25.

RODRÍGUEZ PÉREZ Jessica Marlina, SANTOS SÁNCHEZ Eduardo. Evaluación de la corrosión a temperatura alta de un acero ASTM A335 P92 en contacto con una mezcla de sales de  $K_2SO_4$  - NaCl (Proyecto de grado para optar el título de ingeniero metalúrgico (a)). Bucaramanga, Santander, Colombia. Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales. 2010. 106 p.

SAADAHMED Omar, Corrosion behaviour of AISI 304 stainless steel in contact with eutectic salt for concentrated solar power plant applications. (Magíster en Ciencias). Orlando, Florida. Department of Materials Science and Engineering in the College of Engineering and Computer Science at the University of Central Florida, 2013. 61p.

SERRANO LÓPEZ R, FRADERA J, CUESTA LÓPEZ S. Molten salts data base for energy applications. Elsevier. Julio-agosto, 2013, vol. 73.

TAO Wang, DIVAKAR Mantha, RAMANA G. Reddy .Thermal stability of the eutectic composition in LiNO<sub>3</sub>–NaNO<sub>3</sub>–KNO<sub>3</sub> ternary system used for thermal energy storage. En: Elsevier.Enero.febrero, 2012, vol 100.

TRISTANCHO R José Luis, *et al.* Estudio de la corrosión por sales fundidas en el recubrimiento NiCrFeNbMoTiAl, depositado por plasma spray. Universidad Tecnológica de Pereira, Colombia. Scientia Et Technica, vol. XVI, núm. 44, abril, 2010, pp. 61-65.

TZVETKOFF TZ., KOLCHAKOV J. Mechanism of growth, composition and structure of oxide films formed on ferrous alloys in molten salt electrolytes—a review. Elsevier. Abril-mayo, 2004, vol. 87.

## ANEXOS

### ANEXO A. Medidas de las probetas. L, a y e, corresponden a el largo ancho y espesor en milímetros.

Temperatura 450 °C					
Nº	Tiempo Horas	l (mm)	a (mm)	e(mm)	Área (cm <sup>2</sup> ) Expuesta
1	1	20.80	16.00	2.70	3.3280
2	1	20.40	16.35	2.70	3.3354
3	1	20.00	16.40	2.70	3.2800
4	3.00	21.30	15.40	2.60	3.2802
5	3.00	21.40	14.50	2.60	3.1030
6	3.00	21.30	15.20	2.60	3.2376
7	10	21.30	15.60	2.70	3.3228
8	10	20.10	16.40	2.70	3.2964
9	10	20.80	16.40	2.70	3.4112
10	30	21.10	15.60	2.70	3.2916
11	30	21.50	15.30	2.70	3.2895
12	30	21.40	15.60	2.70	3.3384
13	100	21.40	15.50	2.70	3.3170
14	100	22.70	14.50	2.70	3.2915
15	100	20.90	16.00	2.70	3.3440
16	150	21.00	15.90	2.70	3.3390
17	150	21.10	15.50	2.70	3.2705
18	150	20.20	15.60	2.80	3.1512

Temperatura 500 °C					
Nº	Tiempo Horas	l (mm)	a (mm)	e(mm)	Área (cm2) Expuesta
19	1	21.10	16.40	2.70	3.4604
20	1	19.50	16.60	2.70	3.2370
21	1	20.10	16.70	2.70	3.3567
22	10	21.35	15.70	2.80	3.3520
23	10	21.10	15.90	2.80	3.3549
24	10	21.40	15.60	2.70	3.3384
25	3	20.40	16.40	2.80	3.3456
26	3	20.80	16.40	2.70	3.4112
27	3	20.00	16.60	2.70	3.3200
28	30	19.60	16.90	2.70	3.3124
29	30	19.80	17.30	2.70	3.4254
30	30	20.45	16.30	2.70	3.3334
31	150	20.50	15.60	2.90	3.1980
32	150	21.20	16.10	2.70	3.4132
33	150	21.30	16.20	2.80	3.4506
34	100	20.40	15.60	2.60	3.1824
35	100	20.50	15.50	2.70	3.1775
36	100	20.10	16.10	2.70	3.2361

Temperatura 550 °C					
Nº	Tiempo				Área (cm <sup>2</sup> )
	Horas	l (mm)	a (mm)	e(mm)	Expuesta
37	1	21.25	15.35	2.70	3.2619
38	1	21.60	15.75	2.70	3.4020
39	1	21.20	16.45	2.70	3.4874
40	3	19.80	16.40	2.80	3.2472
41	3	21.40	15.80	2.70	3.3812
42	3	20.00	17.20	2.70	3.4400
43	10	20.35	16.20	2.70	3.2967
44	10	21.50	16.30	2.70	3.5045
45	10	21.50	15.20	2.70	3.2680
46	30	19.20	17.20	2.70	3.3024
47	30	21.35	16.40	2.80	3.5014
48	30	20.10	16.20	2.70	3.2562
49	100	20.40	17.20	2.70	3.5088
50	100	21.10	16.50	2.70	3.4815
51	100	20.60	16.30	2.70	3.3578
52	150	20.45	16.20	2.80	3.3129
53	150	20.20	16.50	2.70	3.3330
54	150	20.0	16.50	2.70	3.3000

**ANEXO B. Promedios de ganancia de masa, para cada prueba a los tiempos y temperaturas de exposición.**

**Temperatura 450 °C**

1 hora de exposición				
Cupón	Peso inicial (g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final(g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
1	7.2940	7.2982	7.2983	0.001292
2	7.2356	7.2398	7.2392	0.001079
3	7.1475	7.1504	7.1508	0.001006
promedio				0.001126
Desviación estándar				0.001485

3 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial (g)	Peso con capa de sal(g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
4	7.3667	7.3727	7.3695	0,000854
5	7,0095	7,0164	7,0133	0,001225
6	7.2793	7,2892	7,2822	0,000896
promedio				0.000991
Desviación estándar				0.000203

10 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
7	7.2333	7.2407	7.2334	0.000030
8	7.0279	7.0334	7.0280	0.000030
9	7.3989	7.4017	7.3990	0.000029
promedio				0.000020
Desviación estándar				5.33641*10 <sup>-7</sup>

30 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final(g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
10	7.2307	7.2360	7.2308	0.000030
11	7.1574	7.1630	7.1576	0.000061
12	7.2450	7.2482	7.2452	0.000060
promedio				0.000050
Desviación estándar				0.000017

100 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial (g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final(g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
13	7.3182	7.3278	7.3190	0.000241
14	7.0144	7.0210	7.0152	0.000243
15	7.4755	7.4857	7.4764	0.000269
promedio				0.000200
Desviación estándar				1.56295*10 <sup>-5</sup>

150 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final(g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
16	7.3783	7.3844	7.3789	0.000180
17	7.0973	7.0999	7.0982	0.000275
18	6.9633	6.9661	6.9639	0.000190
promedio				0.000215
Desviación estándar				6.75236*10 <sup>-5</sup>

## Temperatura 500 °C

1 hora de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
19	7.4280	7.4321	7.4300	0.000578
20	7.1847	7.1876	7.1861	0.000432
21	7.2526	7.2552	7.2543	0.000506
promedio				0.000506
Desviación estándar				0.000073

3 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
22	7.4164	7.4197	7.4180	0.000478
23	7.4950	7.4980	7.4964	0.000410
24	7.2336	7.2359	7.2340	0.000120
promedio				0.000336
Desviación estándar				0.000190

10 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
25	7.2618	7.2641	7.2621	0.000090
26	7.4887	7.4906	7.4889	0.000060
27	7.3709	7.3739	7.3711	0.000060
promedio				0.000070
Desviación estándar				1.71702*10 <sup>-5</sup>

30 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
28	7.3848	7.3882	7.3857	0.000272
29	7.5878	7.5901	7.5884	0.000175
30	7.4267	7.4289	7.4276	0.000270
promedio				0.000239
Desviación estándar				5.52535*10 <sup>-5</sup>

100 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
31	7.1279	7.1332	7.1286	0.000220
32	7.2078	7.2094	7.2088	0.000315
33	7.1041	7.1055	7.105	0.000278
promedio				0.000271
Desviación estándar				4.77833*10 <sup>-5</sup>

150 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
34	7.1203	7.1233	7.1214	0.000344
35	7.5707	7.5767	7.5720	0.000381
36	7.5907	7.5956	7.5918	0.000319
promedio				0.000348
Desviación estándar				3.1228*10 <sup>-5</sup>

## Temperatura 550 °C

1 hora de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
37	7.6495	7.6556	7.6508	0.000399
38	7.6604	7.6645	7.6615	0.000323
39	7.6674	7.6715	7.6686	0.000344
promedio				0.000355
Desviación estándar				0.000039

3 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
40	7.5474	7.5498	7.5480	0.000185
41	7.3970	7.3992	7.3976	0.000177
42	7.5581	7.5616	7.5588	0.000203
promedio				0.000189
Desviación estándar				0.000013

10 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
43	7.2684	7.2723	7.269	0.000182
44	7.7702	7.7728	7.7709	0.000200
45	7.5670	7.5706	7.5676	0.000184
promedio				0.000188
Desviación estándar				9.81511×10 <sup>-6</sup>

30 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
46	7.0858	7,0901	7.0871	0.000394
47	7.1364	7,1405	7.1375	0.000314
48	7.2173	7,2203	7.2182	0.000276
promedio				0.0003281
Desviación estándar				5.98534×10 <sup>-5</sup>

100 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
49	7.7059	7,7088	7.7076	0.000484
50	7.3880	7,3908	7.3898	0.000517
51	7.3611	7,3631	7.3632	0.000625
promedio				0.000542
Desviación estándar				0.000074

150 horas de exposición				
Cupón	Peso inicial(g)	Peso con capa de sal (g)	Peso final (g)	Ganancia de masa(g/cm <sup>2</sup> )
52	7.1725	7.1761	7.1743	0.000543
53	7.1730	7.1794	7.1751	0.000630
54	7.1325	7.1351	7.1349	0.000727
promedio				0.000633
Desviación estándar				9.20208*10 <sup>-5</sup>

**ANEXO C. Datos para la gráfica de logaritmo natural de ganancia de peso en términos de  $\text{mg}/\text{cm}^2$  vs temperatura en grados kelvin con la que se halla la energía de activación.**

Temperatura ( $^{\circ}\text{K}$ )	$1/^{\circ}\text{K}$	Ganancia de masa( $\text{mg}/\text{cm}^2$ )	$\ln(\text{ganancia de masa})$
723.00	0.001383	0.020	-3.91202
773.00	0.001294	0.070	-2.65926
823.00	0.001215	0.188	-1.67131

**ANEXO D. Calibración del horno rotatory cabolite.L1, L2 y L3 son las distancias desde el extremo derecho del horno a 7.5 ,15 y 22.5 cm.**

