



PROYECTO FINAL DE INGENIERÍA MECÁNICA

ENSAYOS DE ELECTROPULIDO EN ACERO INOXIDABLE AISI 316L

Subtítulo:

Evaluación comparativa de la topografía superficial y el comportamiento a la corrosión de probetas de acero inoxidable AISI 316L electropulidas en una solución de ácido sulfúrico y metanol.

Alumno:

Tous, Nicolás

Director:

Dr. Ing. Diego Alejandro Colombo

Fecha:

Marzo de 2022



RINFI se desarrolla en forma conjunta entre el INTEMA y la Biblioteca de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Mar del Plata.

Tiene como objetivo recopilar, organizar, gestionar, difundir y preservar documentos digitales en Ingeniería, Ciencia y Tecnología de Materiales y Ciencias Afines.

A través del Acceso Abierto, se pretende aumentar la visibilidad y el impacto de los resultados de la investigación, asumiendo las políticas y cumpliendo con los protocolos y estándares internacionales para la interoperabilidad entre repositorios



Esta obra está bajo una [Licencia Creative Commons Atribución-
NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/).



PROYECTO FINAL DE INGENIERÍA MECÁNICA

ENSAYOS DE ELECTROPULIDO EN ACERO INOXIDABLE AISI 316L

Subtítulo:

Evaluación comparativa de la topografía superficial y el comportamiento a la corrosión de probetas de acero inoxidable AISI 316L electropulidas en una solución de ácido sulfúrico y metanol.

Alumno:

Tous, Nicolás

Director:

Dr. Ing. Diego Alejandro Colombo

Fecha:

Marzo de 2022

Contenido

Contenido.....	2
1. Resumen	6
2. Introducción	7
3. Revisión bibliográfica.....	9
3.1. Aceros inoxidables.....	9
3.1.1. Generalidades	9
3.1.2. Aceros inoxidables austeníticos	10
3.1.3. Calidad metalúrgica.....	14
3.2. Proceso de electropulido	15
3.2.1. Generalidades	15
3.2.2. Ventajas y desventajas del electropulido frente al pulido mecánico	16
3.2.3. Mecanismos de electropulido	17
3.2.4. Relación entre la tensión y la densidad de corriente	20
3.2.5. Variables que afectan al proceso de electropulido	22
3.2.5.1. Influencia de la temperatura.....	22
3.2.5.2. Influencia de la agitación/convección.....	23
3.2.5.3. Influencia de la tensión aplicada	25
3.2.5.4. Influencia del tiempo de electropulido	25
3.2.5.5. Influencia de las características del electrolito	26
3.2.5.6. Separación entre el ánodo y el cátodo.....	28
3.3. Topografía superficial	29
3.3.1. Generalidades	29
3.3.2. Perfilómetros de contacto	29
3.3.3. Método del perfil	30
3.3.4. Módulo de medición o cut-off (l_c o λ_c)	31
3.3.5. Sistema de medición de la línea media	33
3.3.6. Parámetros de rugosidad y ondulación basados en la línea media.....	33
3.3.7. Principales parámetros de amplitud	34
3.3.7.1. Desviación media aritmética del perfil de rugosidad (Ra) y ondulación (Wa)	34
3.3.7.2. Altura total del perfil (R_t/W_t o R_{max}/W_{max}).....	35

3.3.7.3.	Desviación media cuadrática del perfil (Rq/Wq)	36
3.3.7.4.	Altura media del perfil (Rz/Wz)	36
3.4.	Requerimientos de terminación superficial según normativa	37
3.4.1.	Requerimientos según la norma IRAM 186	37
3.4.2.	Requerimientos según la norma IRAM 9421	38
3.4.3.	Requerimientos según la norma ASME BPE-2009	38
3.5.	Procesos de corrosión en aceros inoxidables.....	39
3.5.1.	Generalidades	39
3.5.2.	Mecanismos de corrosión en aceros inoxidables	39
3.5.2.1.	Corrosión generalizada o uniforme	39
3.5.2.2.	Corrosión por picaduras (pitting)	40
3.5.2.3.	Corrosión por rendija (crevice)	40
3.5.2.4.	Corrosión intergranular (IC)	41
3.5.2.5.	Corrosión bajo tensión (Stress Corrosion Cracking o SCC).....	41
3.6.	Ensayos de corrosión de laboratorio.....	42
3.6.1.	Ensayos de polarización potenciodinámica (PP)	42
3.6.2.	Ensayos de resistencia a la polarización lineal (Rp).....	46
3.6.2.1.	Fuentes de error al medir la resistencia a la polarización	47
3.6.3.	Ensayos de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)	48
3.7.	Antecedentes de electropulido sobre AISI 316L	50
3.7.1.	Antecedentes bibliográficos.....	50
3.7.2.	Antecedentes propios	53
4.	Objetivos.....	55
5.	Procedimiento experimental	56
5.1.	Caracterización del material de partida.....	56
5.2.	Preparación de las probetas	56
5.3.	Preparación de los ensayos de electropulido.....	56
5.4.	Realización de ensayos de electropulido	59
5.5.	Caracterización superficial de las probetas	60
5.6.	Ensayos de corrosión	60
5.6.1.	Ensayos de resistencia a la polarización lineal (Rp).....	61
5.6.2.	Ensayos de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)	61

5.6.3.	Ensayos de polarización potenciodinámica	62
6.	Resultados y discusión	63
6.1.	Determinación de curvas características	63
6.2.	Ensayos de electropulido y caracterización superficial	71
6.2.1.	Densidad de corriente 0.6 A/cm ²	72
6.2.1.1.	Temperatura de 45 °C.....	72
6.2.1.1.1.	Distancia ánodo-cátodo de 3 cm	72
6.2.1.1.2.	Distancia ánodo-cátodo de 5 cm	76
6.2.1.2.	Temperatura de 60 °C.....	79
6.2.1.2.1.	Distancia ánodo-cátodo de 3 cm	79
6.2.1.2.2.	Distancia ánodo-cátodo de 5 cm	82
6.2.1.2.3.	Distancia ánodo-cátodo de 7 cm	85
6.2.2.	Densidad de corriente de 0,8 A/cm ²	88
6.2.2.1.	Temperatura de 45 °C.....	88
6.2.2.1.1.	Distancia ánodo-cátodo de 3 cm	88
6.2.2.2.	Temperatura de 60 °C.....	91
6.2.2.2.1.	Distancia ánodo-cátodo de 3 cm	91
6.2.2.2.2.	Distancia ánodo-cátodo de 5 cm	94
6.2.2.2.3.	Distancia ánodo-cátodo de 7 cm	97
6.2.3.	Densidad de corriente de 1 A/cm ²	100
6.2.3.1.	Temperatura de 45 °C.....	100
6.2.3.1.1.	Distancia ánodo-cátodo de 3 cm	100
6.2.3.2.	Temperatura de 60 °C.....	103
6.2.3.2.1.	Distancia ánodo-cátodo de 3 cm	103
6.3.	Cumplimiento de la normativa.....	107
6.3.1.	Norma IRAM 186.....	107
6.3.2.	Norma IRAM 9421	108
6.3.3.	Norma ASME BPE-2009	108
6.4.	Ensayos de resistencia a la corrosión.....	108
6.4.1.	Potencial de circuito abierto.....	109
6.4.2.	Ensayo de resistencia a la polarización lineal	109
6.4.3.	Ensayo de espectroscopía de impedancia electroquímica	113

6.4.4. Ensayo de polarización potenciodinámica.....	116
7. Conclusiones.....	120
8. Trabajos futuros.....	121
9. Bibliografía.....	122

1. Resumen

En este proyecto se estudió la topografía superficial y el comportamiento a la corrosión de probetas de acero inoxidable AISI 316L electropulidas en una solución de ácido sulfúrico y metanol.

Previo a los ensayos de electropulido, se obtuvieron las curvas de polarización del material en la solución bajo estudio para conocer su comportamiento. Se evaluaron los parámetros del proceso de electropulido (voltaje/densidad de corriente, temperatura y distancia del cátodo) y se hallaron sus valores óptimos para un tiempo de procesamiento máximo de 15 minutos.

Una vez puesto a punto el sistema a emplear, se efectuaron ensayos de electropulido aplicando los parámetros requeridos para obtener superficies con baja rugosidad y mínima cantidad de pits. Se realizó una caracterización de la topografía superficial de las probetas antes y después del electropulido. Se evaluaron los parámetros de rugosidad y ondulación mediante perfilometría de contacto (norma ISO 4287).

Para evaluar el comportamiento a la corrosión de las probetas antes y después del electropulido, se realizaron ensayos de potencial de circuito abierto (OCP), de resistencia a la polarización lineal (R_p), de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) y de polarización potenciodinámica (PP) empleando solución acuosa de NaCl al 3,5% como medio corrosivo. Se analizaron las curvas obtenidas en cada ensayo y se obtuvieron los parámetros característicos.

Los resultados obtenidos indican que para obtener la mayor reducción de rugosidad en un tiempo máximo de 15 minutos se necesita una densidad de corriente de $0,6 \text{ A/cm}^2$ combinada con una temperatura de $45 \text{ }^\circ\text{C}$ y una distancia ánodo-cátodo de 3 cm o una temperatura de $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y una distancia ánodo-cátodo de entre 5 y 7 cm. La ondulación, por el contrario, no se modifica sensiblemente e incluso aumenta en algunos casos.

En cuanto a la resistencia a la corrosión, las probetas electropulidas mostraron una mejora con respecto las pulidas mecánicamente en los ensayos de OCP, R_p y EIS. En los ensayos de PP, las probetas electropulidas mostraron evidencias de picado en el interior de las zonas ensayadas mientras que las pulidas mecánicamente no presentaron picado.

2. Introducción

Las industrias farmacéutica y alimentaria requieren materiales inocuos para las maquinarias utilizadas en sus procesos de producción. Los materiales deben tener una gran resistencia a la corrosión y una rugosidad baja. Esto les permite facilitar la limpieza y evitar que se alojen colonias de bacterias en su superficie.

El acero inoxidable destaca por su excelente resistencia a la corrosión además de sus buenas propiedades mecánicas. El acero inoxidable AISI 316, especialmente en su versión de bajo carbono (L), es universalmente aceptado como material para procesos en las industrias biofarmacéutica y alimentaria.

Las características para que un componente pueda ser utilizado en estas industrias son muy demandantes, debiendo cumplir con normas específicas. En las máquinas de procesos, nos encontramos con piezas sometidas a esfuerzos mecánicos y en contacto con productos de diferente agresividad química. Estas piezas requieren alta resistencia mecánica, excelente resistencia a la corrosión, buena maquinabilidad, soldabilidad y biocompatibilidad.

Para realizar el acabado superficial deseado, puede optar por dos métodos; el electropulido y el pulido mecánico.

El electropulido se basa en el principio de la electrólisis; debido a la acción de un flujo de corriente entre un cátodo (placa metálica auxiliar) y un ánodo (la pieza a pulir) dentro de una solución empleada como electrolito. En este proceso la pieza a pulir se oxida controladamente, perdiendo material al liberar iones metálicos a la solución. Utilizando parámetros de procesamiento adecuados, se obtienen superficies con una textura superficial uniforme, fáciles de limpiar y de baja rugosidad. A diferencia del pulido mecánico, la pieza queda libre de rayas, incrustaciones de abrasivos o tensiones residuales de naturaleza mecánica o térmica.

El acero inoxidable AISI 316L presenta un comportamiento activo-pasivo-transpasivo en la mayoría de los electrolitos recomendados para uso en electropulido, los cuales corresponden generalmente a soluciones acuosas (Fig . 1) [1]; [2]; [3]; [4]. Según las diferentes teorías que intentan explicar el proceso de electropulido, la zona de trabajo óptima es la de comportamiento pasivo. Sin embargo, también se puede electropulir en la zona transpasiva, siempre y cuando se eviten voltajes cercanos al potencial de evolución de oxígeno (V_c en la Fig . 1), ya que el riesgo de picado es muy alto [5].

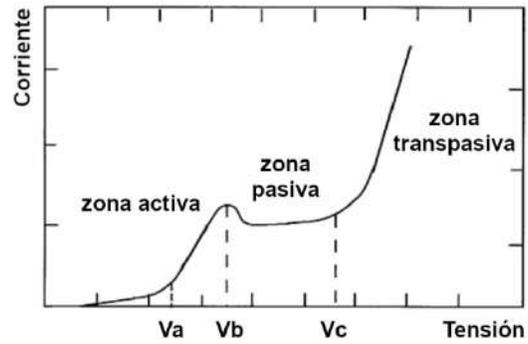


Fig . 1. Curva de polarización típica del AISI 316L [5]

El presente proyecto contempla el estudio de la topografía superficial y el comportamiento a la corrosión de probetas de acero inoxidable AISI 316L electropulidas en una solución de ácido sulfúrico y metanol.

3. Revisión bibliográfica

3.1. Aceros inoxidables

3.1.1. Generalidades

Los aceros inoxidables son aleaciones base hierro con un contenido de cromo mayor al 12%. Cuando este elemento se introduce en el acero, la protección contra la corrosión no se eleva paulatinamente para porcentajes menores al límite, sino que hay una resistencia baja (potencial más negativo) para valores de cromo bajos y un marcado aumento (potencial más positivo) para contenidos mayores al 12% de cromo. Superado este límite inferior, el potencial aumenta paulatinamente a medida que se incrementa la cantidad cromo en el material, generando una mayor resistencia a la corrosión (Fig. 2.). Los aceros inoxidables están protegidos gracias a un proceso de pasivación que aísla al metal del medio y evita que la corrosión se propague hacia el interior del material [6].

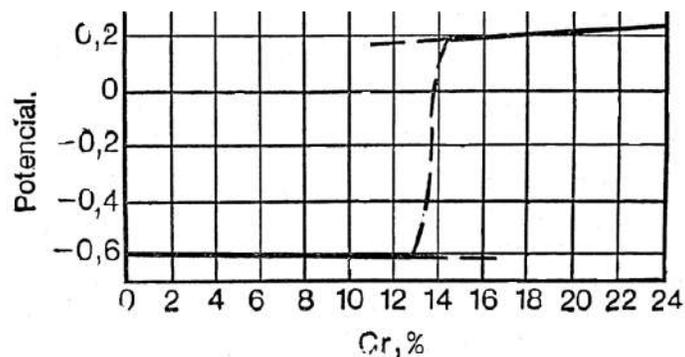


Fig. 2. Potencial de las aleaciones hierro-cromo [6]

Existen diversas teorías para explicar el fenómeno de pasividad en los aceros inoxidables, pero hay una gran coincidencia de los científicos en la teoría de la capa de óxido. De acuerdo con la misma, el material en el estado pasivado se encuentra cubierto con una capa de óxido muy fina e invisible, formada por el cromo que reaccionó en el medio ambiente. Esta capa pasivadora actúa como una barrera entre el acero inoxidable y el ambiente agresivo. Es continua, no porosa, insoluble y se regenera en presencia de oxígeno. La reacción que se lleva a cabo entre el oxígeno y el cromo libre en la aleación es del tipo:



Estos grupos Cr_2O_3 se adhieren a la superficie del acero inoxidable, aislándolo de posteriores reacciones anódicas, y así pasivan el metal (Fig. 3.) [7].

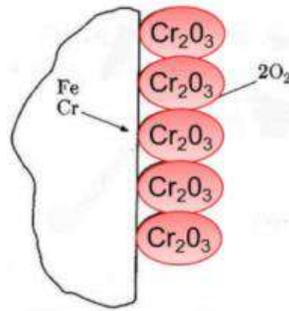


Fig. 3. Pasivación del acero inoxidable [5]

3.1.2. Aceros inoxidables austeníticos

La microestructura de los aceros inoxidables depende principalmente de los contenidos de cromo y níquel presentes en la aleación. El cromo, que al igual que el Fe- α tiene una estructura bcc (cúbica centrada en el cuerpo), actúa como estabilizador de la fase α . El níquel, por otro lado, estabiliza la fase γ que posee una estructura fcc (cúbica centrada en las caras). Además de cromo y níquel, los aceros inoxidables poseen otros elementos de aleación que tienen efectos específicos sobre su microestructura y propiedades. Por lo tanto, dependiendo de los elementos que estén involucrados en el acero inoxidable, este podrá estar formado por distintas fases (Fig.) [7].

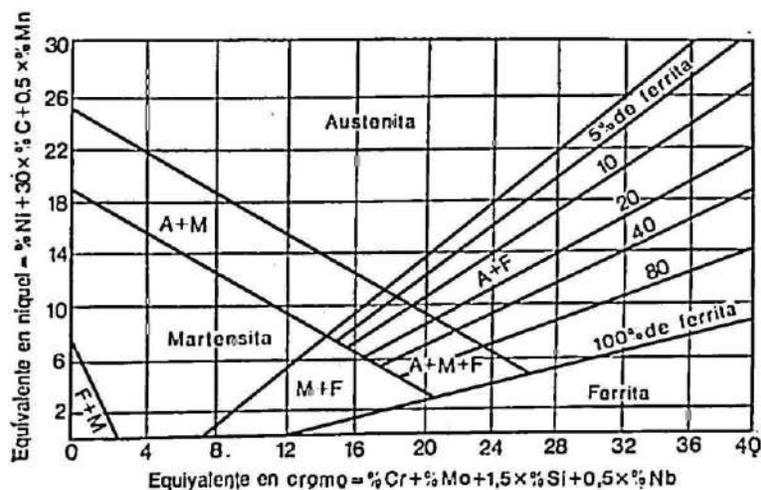


Fig. 4. Diagrama estructural de los aceros inoxidables en función de su níquel y cromo equivalente para temperatura ambiente. (Diagrama de Schaeffler) [5]

Estando en el eje de las abscisas el cromo equivalente (elementos que favorecen la formación de fase α o ferrita) y en el eje de las ordenadas el níquel equivalente (elementos que favorecen la formación de fase γ o austenita). Siendo:

$$(Ec. 2) \quad Cr \text{ equivalente} = \%Cr + \%Mo + 1,5 * \%Si + 0,5 * \%Nb;$$

$$(Ec. 3) \quad Ni \text{ equivalente} = \%Ni + 30 * \%C + 0,5 * \%Mn.$$

Los aceros inoxidable austeníticos son aleaciones base hierro-cromo-níquel con contenidos de cromo de hasta 25%, níquel hasta 37% y carbono hasta 0,25%. Estos aceros son los más fabricados, representando un 70% de la producción total de los aceros inoxidable. Los aceros inoxidable austeníticos tienen buenas propiedades mecánicas y tecnológicas. Pueden laminarse en frío o en caliente, soportan embutición profunda, perfilado en frío y pueden soldarse sin que se fragilice la zona afectada por el calor [7].

Estos aceros destacan por su resistencia a la corrosión, que es mayor que la de los ferríticos o los martensíticos. Su estructura fcc le trasfiere una gran ductilidad, conformabilidad, tenacidad y excelente resistencia al impacto. Gracias a que no presentan transición dúctil/frágil, estos materiales pueden utilizarse a temperaturas criogénicas. Suelen conformarse en frío para mejorar sus propiedades mecánicas y para aumentar su límite elástico, que es bajo comparado con un acero de estructura bcc. Tienen muy buena ductilidad, tenacidad y resistencia al creep [7].

Los aceros inoxidable austeníticos se clasifican según la norma AISI en 2 series:

- Serie AISI 300: Aleación de Cromo-Níquel;
- Serie AISI 200: Aleación de Cromo-Níquel-Manganeso.

La Serie 300 es la más extensa y comúnmente utilizada, con porcentajes de níquel entre 6 y 37% para estabilizar la austenita. También pueden contener molibdeno, cobre, silicio, aluminio, titanio y niobio, elementos que son utilizados para conferir ciertas características. La Tabla 1 muestra algunos de los aceros AISI 300 más utilizados.

Tabla 1. Aceros inoxidables austeníticos serie AISI 300

Tipo AISI	Descripción	Aplicaciones más comunes
302 (18% Cr, 8% Ni)	Aleación básica	
303 (18% Cr, 9% Ni, 0.15% S)	Agregado de S para mejorar maquinabilidad.	Conectores, cerraduras, tuercas y tornillos, partes maquinadas, partes para bombas.
304 (18% Cr, 8% Ni)	Menos % C (0.08%) que el 302 para mejorar resistencia a la corrosión intergranular.	Equipo químico de procesos, manejo de alimentos y equipos para hospitales.
304L (18% Cr, 8% Ni)	Menos de 0.03% C (para reducir los riesgos de corrosión intergranular.	Reducción de carbono para evitar la corrosión intergranular en la soldadura.
309/309S (23% Cr, 13% Ni)	Más Cr y Ni para aumentar la resistencia a la formación de escamas a altas temperaturas. 309 0.2% C y 309S 0.08% C	Calentadores de aire, equipos para tratamientos térmicos de aceros.
316 (17% Cr, 12% Ni, 3% Mo)	Agregado de Mo, mejora la resistencia a la tracción a altas temperaturas. 0.08%C	Equipos para el procesamiento de alimentos, farmacéuticos, fotográficos, textil.
316 L (17% Cr, 12% Ni, 3% Mo)	Reducción del % de C para evitar la corrosión intergranular durante la soldadura. 0.03%C.	Intercambiadores de calor, prótesis temporarias.
330 (21% Cr, 36% Ni)	Más Ni para aumentar la resistencia al shock térmico y carburación.	Hornos de recocido, partes para turbinas de gas e intercambiadores de calor.
347 (18% Cr, 10% Ni)	Estabilizado con Nb y Ta para evitar los carburos de Cr.	Tanques soldados para el almacenamiento de sustancias químicas orgánicas.

En la Serie 200 el níquel se encuentra en menor proporción (hasta 6%) y se mantiene la estructura austenítica con altos niveles de nitrógeno. El manganeso, de 5 a 10%, es necesario para aumentar la solubilidad del nitrógeno en la austenita. Se caracterizan por un alto valor de límite elástico y tensión de rotura pero su ductilidad es baja si se compara con los de la serie 300. La Tabla 2 muestra los aceros de la serie AISI 200.

Tabla 2. Aceros inoxidables austeníticos serie AISI 200

Tipo AISI	Descripción
201 (6% Mn, 0.25% N además 4.5% Ni, 17% Cr, 0.15% C)	Se reemplaza parcialmente el Ni por N y Mn.
202 (8% Mn y 0.25% N, además 5% Ni, 0.15% C, 18% Cr)	Se reemplaza parcialmente el Ni por N y Mn.
205 (15% Mn y 0.35% N, además 1.5% Ni, 0.2% C, 17% Cr)	Se reemplaza parcialmente el Ni por N y Mn.

Además, los aceros inoxidables austeníticos se dividen en tres grupos dependiendo de si son susceptibles a la precipitación de carburos de cromo en los bordes de grano cuando son sometidos a un proceso térmico:

- Composiciones inestabilizadas: tipos 201, 202, 301, 302, 303, 304, 305, 308, 309, 310, 316, y 317;
- Composiciones de bajo carbono: tipos 304L y 316L;
- Composiciones estabilizadas: principalmente los tipos 321, 347 y 348.

Las composiciones inestabilizadas son propensas a la precipitación de carburos de cromo en los bordes de grano si el acero se somete a un proceso térmico a temperaturas comprendidas entre los 450 °C y 900 °C y se lo enfría lentamente. Debido a esto, las zonas adyacentes a los bordes de grano se ven disminuidas en el contenido de Cr, que puede llegar a ser menor al necesario para pasivar esas zonas. Por lo tanto, la aleación será susceptible a la corrosión intergranular.

En las composiciones de bajo carbono, el contenido del mismo (0,03% máx.) es suficientemente bajo para reducir la precipitación de carburos intergranulares a un nivel seguro. Estos aceros pueden mantenerse entre 450 °C y 900 °C durante periodos de hasta dos horas y enfriarse lentamente sin el peligro de precipitación intergranular.

Las composiciones estabilizadas contienen cantidades controladas de titanio, niobio o tantalio que, al combinarse con el carbono, impiden la formación de los carburos de cromo. Esto hace a este grupo de aceros inmunes a la corrosión intergranular.

En consecuencia, si el acero es propenso a la formación de carburos de cromo, no podrán fabricarse con él piezas que deban ser sometidas a procesos térmicos en el rango de 450 °C a 900 °C durante su manufactura o condición de servicio. En el caso que la exposición a temperaturas en el rango de sensitización sea inevitable, las piezas deberán someterse a un tratamiento térmico de recocido a una temperatura del orden de los 1000 °C, que disuelva los carburos de cromo seguido de un enfriamiento rápido o temple que previene la formación de los carburos de cromo. En el caso que las piezas no puedan ser tratadas térmicamente, para disolver los carburos de cromo formados, se deberán especificar los aceros de bajo carbono. Y si, debido a las condiciones de servicio, el tiempo de exposición a temperaturas en el rango de temperaturas de sensitización es prolongado, se deberá recurrir a la selección de los aceros estabilizados [7].

3.1.3. Calidad metalúrgica

Según Gudtsov [8], las impurezas en el acero pueden clasificarse en tres grupos:

- Impurezas constantes u ordinarias: manganeso, silicio, aluminio (desoxidantes) el azufre y el fósforo (imposibles de eliminar a gran en producciones a gran escala);
- Impurezas latentes: oxígeno, nitrógeno, hidrogeno, están presentes en todos los aceros en cantidades pequeñas;
- Impurezas accidentales: aquellas impurezas que llegan al acero de forma casual o de los materiales de carga y manipulación.

Algunas impurezas en el acero generan inclusiones que poseen potenciales de corrosión distintos al material de la matriz. Es por ello que, en presencia de un ataque químico, estas inclusiones generan pequeñas zonas anódicas o catódicas que dan lugar a corrosión galvánica localizada. El contenido inclusionario presente en los aceros puede clasificarse según la norma ISO 4967, en función de la cantidad y la morfología de las inclusiones (Fig. 5. 5). En cuanto a la cantidad, se utilizan variados esquemas para cada tipo en particular [9].

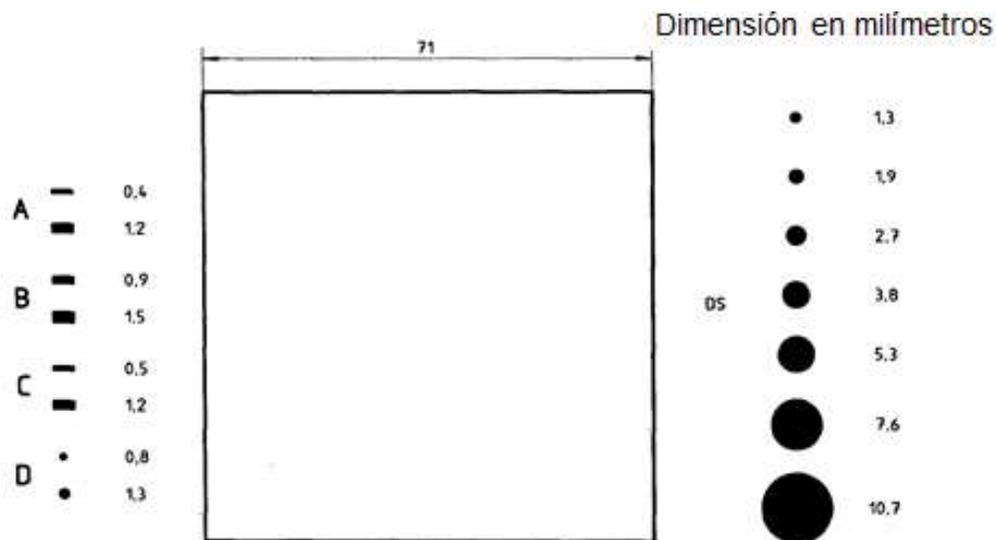


Fig. 5. Patrones de inclusiones según norma ISO 4967 [9]

3.2. Proceso de electropulido

3.2.1. Generalidades

El electropulido se basa en el principio de la electrólisis, debido a la acción de un flujo de corriente activado a través de una fuente de corriente continua entre un cátodo (placa metálica auxiliar) y un ánodo (la pieza a pulir), dentro de una solución empleada como electrolito. En este proceso la pieza a pulir se oxida controladamente, perdiendo material al liberar iones metálicos a la solución [10]. Utilizando parámetros de procesamiento adecuados se obtienen superficies con una textura superficial uniforme, fáciles de limpiar y de baja rugosidad. En la Fig. 6 pueden distinguirse el ánodo (pieza), los cátodos (electrodos negativos) en una cuba con electrolito.

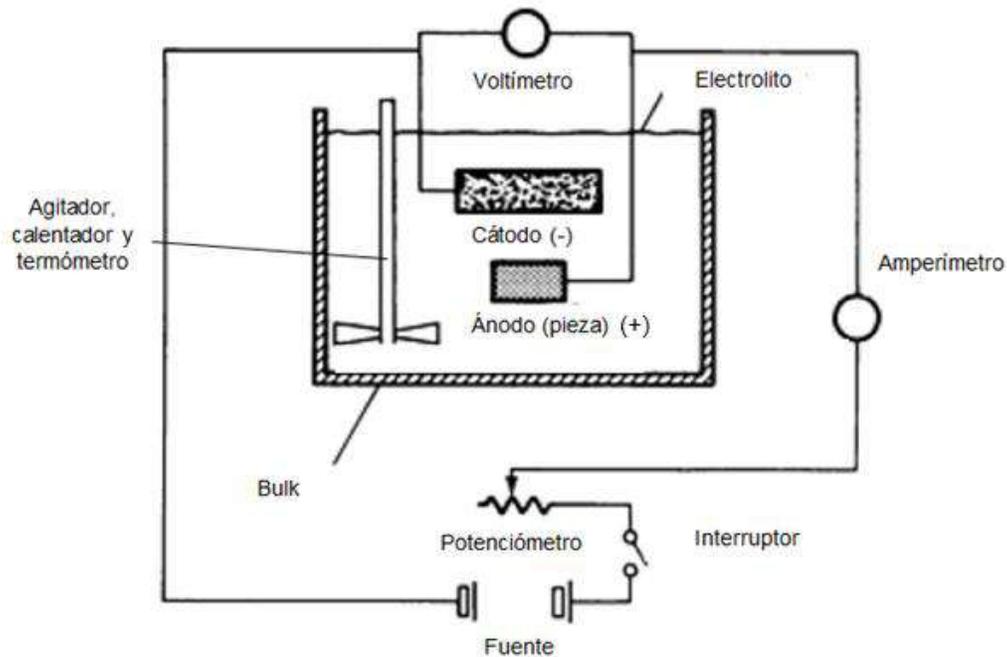


Fig.6. Esquema de electropulido [10]

La calidad de electropulido depende de varios factores [11]:

- Naturaleza, concentración, temperatura y agitación del electrolito;
- Fuerza electro-motriz, densidad de corriente y distancia ánodo – cátodo;
- Tiempo de pulido;
- Preparación previa de la superficie a pulir.

El paso de la corriente a través de la pieza produce la oxidación de la superficie del metal que se disuelve en el electrolito.

El cátodo se debe limpiar de forma periódica ya que se adhieren a él los productos de las reacciones de reducción que suceden en él.

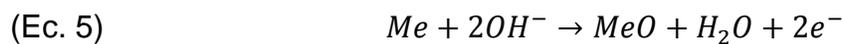
Idealmente hablando, el electropulido responde a las leyes de Faraday de la electrólisis.

Algunas de las reacciones que pueden desarrollarse en este proceso son las siguientes [5]:

- Transferencia de iones metálicos a la solución:



- Formación de capas de óxido:



- Evolución de oxígeno:



- Reducción de hidrógeno:



- Oxidación de diversos componentes de la solución.

A la hora de electropulir acero inoxidable, el hierro y el níquel se oxidan preferentemente por sobre el cromo, lo que puede hacer que la superficie quede más rica en cromo y que aumente la resistencia a la corrosión de la aleación [12].

3.2.2. Ventajas y desventajas del electropulido frente al pulido mecánico

Entre las ventajas encontradas el proceso de electropulido contra el pulido mecánico se puede mencionar [13]:

- Se obtienen superficies especulares;
- No genera distorsión;
- No se somete a la pieza a tensiones mecánicas ni térmicas;
- Puede aumentar la resistencia a la fatiga;
- Alto grado de repetitividad y regularidad;
- Pueden pulirse piezas de geometrías complejas más fácilmente;
- No genera rayas características en la pieza;
- Es más rápido;

- Eliminación homogénea de rebabas;
- Puede mejorar la resistencia a la corrosión;
- El proceso no depende de la dureza del material.

Como desventajas se encuentra:

- Posible mayor ondulación;
- Los parámetros óptimos de trabajo varían al cambiar el material de la pieza o el electrolito;
- Algunos ácidos presentan restricciones para su adquisición;
- Posible pitting;
- Requiere la eliminación de restos de electrolito de las piezas.

3.2.3. Mecanismos de electropulido

Hay una gran cantidad de teorías que intentan explicar el mecanismo de electropulido. Debido a que dicho proceso está gobernado por una gran cantidad de mecanismos y depende de muchas variables, una sola teoría no puede abarcar a todos los escenarios. Entre ellas podemos enunciar las teorías de: Jacquet; Elmore, Edwards y Hoar [14], [15].

La primera, desarrollada por Pierre Jacquet en 1935 explica que cuando se aplica un potencial a la celda electrolítica, se forma una película viscosa anódica sobre la superficie rugosa (Fig. 7). Esta se cree está compuesta por iones y compuestos metaestables. Jacquet no explica en su teoría la naturaleza o composición de la película viscosa pero indica que la resistencia en los picos de la superficie rugosa es menor debido a que poseen una película más delgada y, por lo tanto, éstos se atacan preferentemente. La resistencia en el valle será más grande que en el pico donde la película viscosa es más gruesa. Por lo tanto, se eliminará primero el pico, ya que la corriente viajará preferentemente por el camino de menor resistencia. Esto continuará hasta que los picos se reduzcan al nivel de los valles. En la Fig. 7 se muestra el esquema de un corte transversal a escala microscópica de una superficie donde puede verse la capa viscosa.

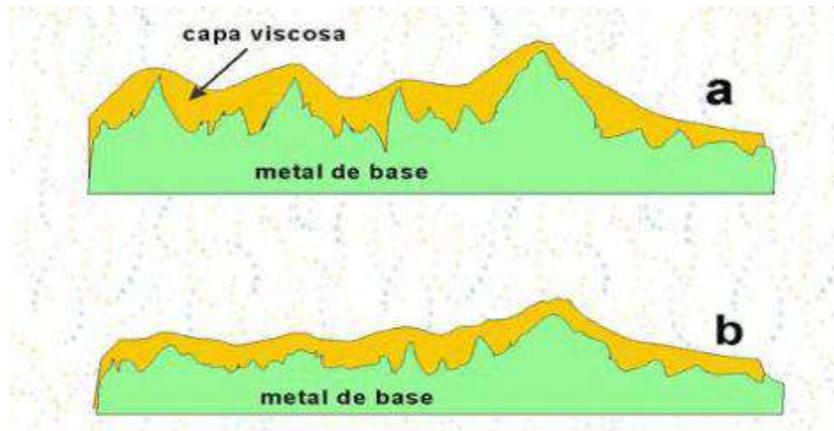


Fig. 7. Esquema de un corte transversal a escala microscópica de la superficie y la capa viscosa al comienzo y luego de la disolución preferencial de los picos

La Tabla 3 muestra uno de los estudios realizados por Jacquet, donde puede verse que el contenido de iones metálicos en la capa anódica o viscosa produce un aumento de su viscosidad [16].

Tabla 3. Propiedades de dos electrolitos comúnmente utilizados en acero inoxidable 18:8 [16]

	Bath			
	H ₂ PO ₄ -Glycerine-Water		H ₂ PO ₄ -H ₂ SO ₄ -Water	
	Anodic Layer	Electrolyte	Anodic Layer	Electrolyte
Composition: Fe, %	1.0	0.6	3.4	0.5
Ni, %	0.13	0.04	0.5	0.12
Cr, %	0.30	0.13	1.0	0.7
Viscosity, centistokes	248	82	36	9
Resistivity, ohm/cm.	22 (at 82° C.)	15 (at 82° C.)	9 (at 43° C.)	19 (at 43° C.)

La segunda teoría, desarrollada por Elmore, atribuye la acción nivelante a un proceso difusivo en vez de diferencias de resistencia eléctrica entre los picos y los valles. Los supuestos básicos de la teoría de electropulido de Elmore son: (a) los iones metálicos se dispersan del ánodo por difusión y convección en lugar de migración electrolítica; (b) la interfaz de ánodo y electrolito está saturada con los productos de la solución. El valor del espesor de la capa de difusión de Nernst, δ , sobre los picos es menor que el valor sobre los valles, lo que da como resultado una corriente límite mayor, como se define en la Ec. 8, sobre los picos.

(Ec. 8)
$$i_L = \frac{nFD(C_s - C_b)}{\delta}$$

Donde i_L es la corriente límite que circula por el sistema, n es el número total de iones involucrados, F es la constante de Faraday, D es el coeficiente de difusión de los iones metálicos, C_s es la concentración de saturación de los iones metálicos en la solución, C_b es la concentración en el seno del electrolito y δ es el espesor de la capa de difusión.

La mayor densidad de corriente límite alrededor de la parte de proyección da como resultado que la superficie metálica se nivela a medida que avanza el electropulido. La Fig. 8 muestra un esquema de la capa de difusión en la superficie del ánodo (gradiente de concentración iónica).

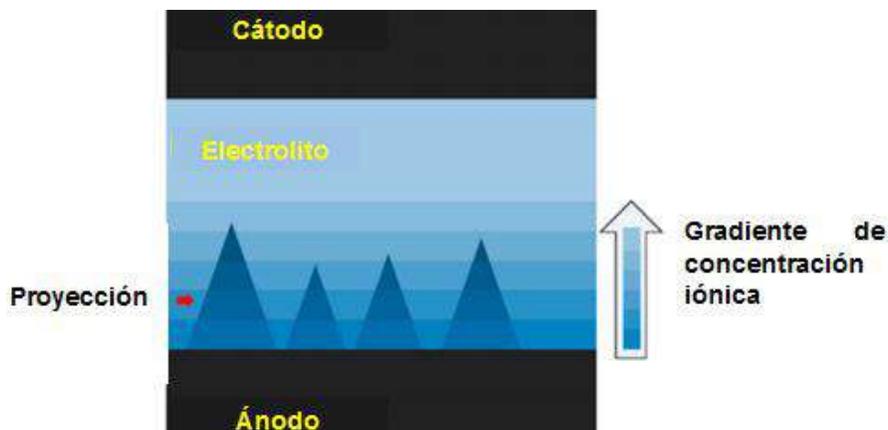


Fig. 8. Esquema de la capa de difusión en la superficie del ánodo [14]

La tercera teoría, desarrollada por Edwards, atribuye la acción nivelante a la migración de 'aceptores'. Edwards llama aceptores a los aniones y moléculas presentes en el electrolito, como moléculas de agua, que tienen la capacidad de combinarse o volverse más complejos con el metal anódico. En lugar de describir la difusión de iones metálicos desde el ánodo, la teoría explica la migración al ánodo de aceptores. La densidad de corriente alcanza un límite cuando se produce un agotamiento de los 'aceptores' en la capa de difusión. La concentración de aceptores en el entorno de la superficie del ánodo es mucho menor que en el resto del electrolito. Al igual que en la teoría anteriormente explicada, la acción nivelante se da debido a un menor espesor de la capa de difusión en los picos que en los valles, lo que produce una corriente límite mayor en las protuberancias. La forma de la concentración de aceptores en función de la distancia al electrodo puede verse en la Fig. 9.

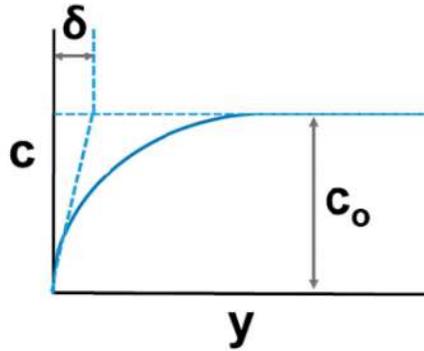


Fig. 9. Gradiente de concentración en función de la distancia al electrodo según ley de Fick. Siendo δ la distancia entre pico y valle y C_0 la concentración máxima [14]

La cuarta teoría, desarrollada por Hoar, se basa en la formación constante de una película sólida pasiva seguida inmediatamente por su disolución. La acción de pulido se inicia mediante la formación de una película pasiva muy fina en el ánodo por el potencial aplicado. La película pasiva no aumenta su espesor porque el electrolito comienza a disolverla inmediatamente después de su creación. La teoría supone que el metal se convierte en un óxido y no se disuelve directamente en el electrolito. Los iones metálicos entran al óxido en vacancias distribuidas aleatoriamente en la red del óxido. El siguiente paso es la disolución del óxido en el electrolito. Este se disuelve en forma de sales u oxi-sales, creando una capa de difusión. El brillo de la superficie electropulida se atribuye a una eliminación aleatoria de átomos de la superficie del metal hacia las vacancias del óxido, mientras que la acción nivelante se genera, al igual que en la teoría de Jacquet, por las diferencias en las densidades de corriente entre los picos y los valles debido al grosor de la capa de difusión formada con productos de disolución del óxido, lo que crea diferencias de resistencia eléctrica.

3.2.4. Relación entre la tensión y la densidad de corriente

El acero inoxidable AISI 316L presenta un comportamiento activo-pasivo-transpasivo (Fig. 10) en la mayoría de los electrolitos recomendados para uso en electropulido, los cuales corresponden generalmente a soluciones acuosas [14]; [15]. En la zona 1 o activa (A-B-C), se cuenta con dos subzonas:

La zona activa de ataque (A-B) en la que se da la disolución directa de la aleación sin distinguir entre picos y valles.

La zona de transición (B-C) en la que disminuye la densidad de corriente a medida que se aumenta la tensión hasta alcanzar la zona 2.

En la zona 2 o pasiva (C-D), la densidad de corriente se mantiene fija al aumentar la tensión.

La teoría de Jacquet no permite explicar el fenómeno de pasividad del AISI 316L en los electrolitos de electropulido.

Para Elmore y Edwards, en la zona pasiva la corriente se mantiene constante porque el proceso está controlado por la velocidad de difusión de las especies limitantes (Ec. 8). Elmore postula que la especie limitante son los iones metálicos que se desprenden del ánodo, en cambio, para Edwards la especie limitante son los iones o moléculas presentes en el electrolito.

La teoría de Hoar considera que este fenómeno se debe a la formación de la capa pasiva.

En la zona 3 o transpasiva (D-I), la densidad de corriente crece exponencialmente con respecto a la tensión aplicada.

Según Jacquet, Elmore y Edwards, en esta zona se produce picado ya que las burbujas de oxígeno rompen la capa de difusión-migración creando zonas activas en la superficie del ánodo. Por este motivo no recomiendan esta zona de trabajo.

Según Hoar, el comportamiento en esta zona depende de la naturaleza del óxido que se forma en la superficie del ánodo.

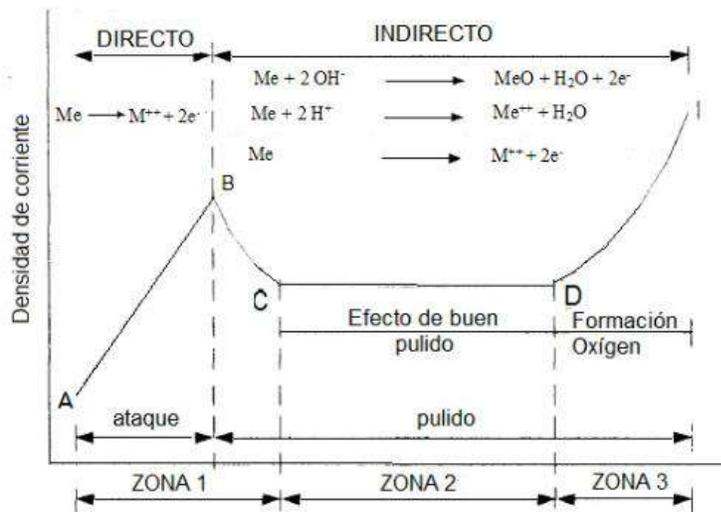


Fig. 10. Curva de polarización teórica [10]

3.2.5. Variables que afectan al proceso de electropulido

Las variables que afectan al proceso de electropulido se mencionan a continuación [11]; [17]:

- Forma, material, tamaño y orientación de la muestra en la celda electrolítica;
- Forma, material, tamaño y orientación del cátodo en la celda electrolítica;
- Relación de áreas entre ánodo y cátodo;
- Separación entre ánodo y cátodo;
- Características del electrolito
- Grado y mecanismo de agitación/convección;
- Preparación superficial de la muestra previa a electropulir;
- Procedimiento de lavado de la muestra;
- Tensión o corriente provista por fuente de alimentación;
- Temperatura y grado de uso del electrolito;
- Tiempo de electropulido.

Del conjunto de estas variables, la temperatura, la agitación/convección, la tensión aplicada, el tiempo, las características del electrolito y la separación entre cátodo y ánodo son las más importantes para controlar el proceso de electropulido, ya que las demás variables permanecen constantes o son controladas por el dispositivo utilizado.

3.2.5.1. Influencia de la temperatura

La temperatura tiene una fuerte influencia sobre el electropulido. Esta es explicada como un fenómeno que favorece la difusión.

La temperatura se ve reflejada en la ecuación de difusión de Elmore (Ec. 8) en su coeficiente de difusión D:

$$(Ec. 9) \quad D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_a}{RT}\right)$$

Donde D_0 es el factor pre-exponencial (constante), Q_a es la energía de activación por difusión, R es la constante universal de los gases y T es la temperatura.

Reemplazando la Ec. 9 en la Ec. 8, se obtiene la Ec. 10:

$$(Ec. 10) \quad i_L = \frac{nFD_0(C_s - C_b)}{\delta} \exp\left(-\frac{Q_a}{RT}\right)$$

Puede verse que un aumento en la temperatura produce un gran aumento en la corriente límite. Esto se traduce en un corrimiento de las curvas tensión vs. densidad de corriente hacia valores de corrientes mayores, tal como muestra la Fig. 11 para el electropulido de un acero T11 en una solución de ácido perclórico al 7,8%.

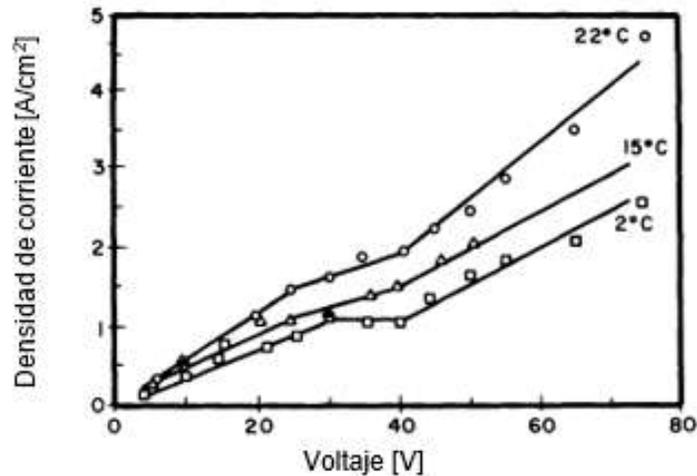


Fig. 11. Efecto de la temperatura en las curvas tensión contra la densidad de corriente para el electropulido de un acero T11 en una solución de ácido perclórico al 7,8% [11]

Una mayor temperatura no solo aumentará la movilidad de la especie limitante, lo que aumenta la corriente límite, sino que reducirá la viscosidad de la capa de difusión, disminuyendo su espesor y con eso, el camino que deben recorrer las especies para producir el electropulido. Sin embargo, una capa delgada favorece una ruptura de la misma y puede llevar a un pulido de baja calidad o al picado. Un aumento en la temperatura también reduce la solubilidad de iones en la solución, lo que no es deseable desde el punto de vista difusional. Es por eso que la temperatura del baño debe ser cuidadosamente elegida para tener la máxima difusión sin comprometer el estado de la capa de difusión [14].

La temperatura puede incrementarse por un cambio en la resistencia, tanto de la solución o de la capa viscosa, por lo que hay que llevar un control de esta para mantenerse en el punto óptimo de difusión. Mediante convección y con un gran volumen de electrolito que logre disipar más calor la temperatura puede mantenerse en el rango deseado.

3.2.5.2. Influencia de la agitación/convección

Durante el electropulido, bajo condiciones de estado estable, los productos de la reacción se acumulan alrededor de los electrodos. En algunos casos, los fenómenos de difusión y convección no pueden suministrar suficiente electrolito fresco al ánodo, por lo que es necesario agitar para remover algunos de los productos de la reacción y evitar que la misma se estanque. Una buena agitación puede reducir considerablemente los tiempos necesarios para completar el proceso de electropulido. La Fig. 12 muestra curvas tensión vs. densidad de corriente para el electropulido de cobre puro en una

solución 6M de H_3PO_4 donde puede verse que un aumento de la velocidad del flujo de electrolito produce un corrimiento de las curvas hacia valores de corrientes mayores [18].

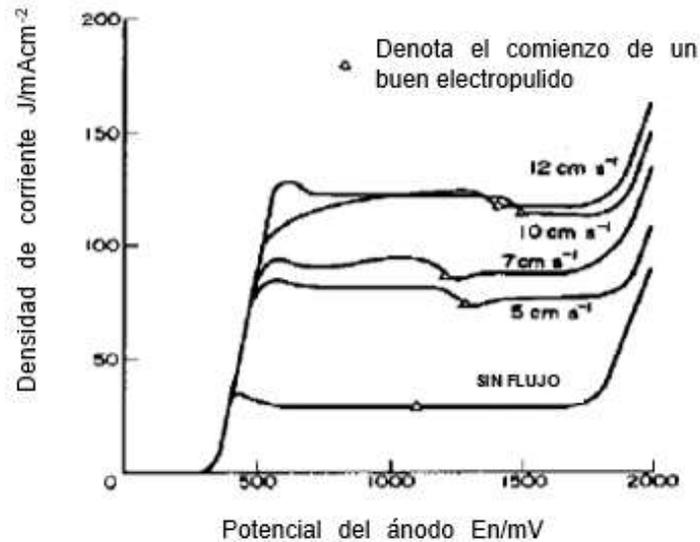


Fig. 12. Densidad de corriente en función del potencial en el ánodo para distintas velocidades de rotación para cobre 6M en H_3PO_4 . [18]

Un método alternativo para remover los productos de reacción de los alrededores del ánodo, es promover la rotación del mismo. La corriente límite para un ánodo con cierta velocidad de rotación está dada por la ecuación de Levich (Ec. 11) [17].

$$(Ec. 11) \quad i_L = 0,62 * n * F * D_{eff}^{\frac{2}{3}} * \gamma^{-\frac{1}{6}} * (C_{sat} - C_b) * \omega^{1/2}$$

Donde:

i_L =corriente límite

n =número de electrones

F =constante de Faraday

D_{eff} =coeficiente de difusión de las especies limitantes

γ =viscosidad cinemática

C_{sat} =Concentración de saturación de especies disueltas en el bulk

C_b = Concentración de especies disueltas en el bulk

ω =velocidad de rotación del ánodo

El aumento de la corriente límite tanto con la velocidad del flujo de electrolito como con la velocidad de rotación del ánodo se explica por la reducción del espesor de la capa de difusión, lo que provoca una trayectoria más corta para la difusión de las especies. Sin embargo, velocidades de flujo o de rotación muy elevadas pueden promover turbulencia o una ruptura de la capa de difusión, lo que puede llevar a un pulido de baja calidad o al picado.

3.2.5.3. *Influencia de la tensión aplicada*

En general, un aumento de la tensión aplicada se traduce en un aumento de la corriente que circula por el sistema y un mayor efecto de electropulido, con la consiguiente disminución de los tiempos de procesamiento. Sin embargo, tensiones (o corrientes) muy elevadas pueden producir picado en la superficie del ánodo. Es por eso que, al igual que la temperatura del baño y el nivel de agitación, la tensión a aplicar también debe ser cuidadosamente seleccionada para obtener la máxima tasa de remoción de material sin comprometer la integridad de la superficie.

Por otro lado, y como se mencionó anteriormente, las curvas de tensión vs. densidad de corriente de algunos metales y aleaciones presentan un comportamiento activo-pasivo-transpasivo. La zona pasiva, en donde la corriente límite resulta independiente de la tensión aplicada, es la más recomendada en la bibliografía para realizar el electropulido. Para disminuir los tiempos de procesamiento también se puede trabajar en la zona transpasiva, en donde la corriente crece exponencialmente con respecto a la tensión aplicada. En esa zona, además de tensiones (o corrientes) muy elevadas, se deben evitar usar valores cercanos al potencial de evolución de gas ya que el riesgo de picado también es muy alto (ver Fig. 10) [5].

3.2.5.4. *Influencia del tiempo de electropulido*

A mayor tiempo, mejor será la terminación superficial del electropulido. Dependiendo del electrolito utilizado, la superficie de partida y la corriente utilizada se necesitarán distintos tiempos para alcanzar los resultados buscados. Un electrolito con una superficie de partida menos rugosa obtendrá buenos resultados más rápidamente.

El pulido se reduce exponencialmente con el tiempo, tal como muestra la Fig. 13 [17]. Inicialmente, la superficie tiene una diferencia energética alta entre los picos y los valles y a medida que la superficie se nivela esa diferencia energética se reduce, lo que resulta en una disminución de la tasa de reducción de la rugosidad superficial.

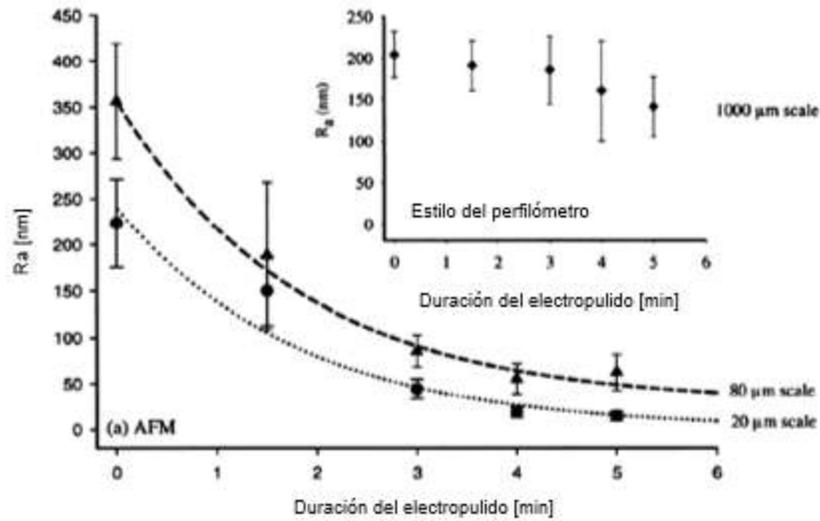


Fig. 13. Rugosidad superficial (R_a) en función de minutos de electropulido para acero inoxidable AISI 316L *[Error! No se encuentra el origen de la referencia.7]*

3.2.5.5. Influencia de las características del electrolito

La función principal de un electrolito es actuar como transportador de corriente, calor y productos de reacción. En un proceso de electropulido, se pueden utilizar como electrolitos mezclas orgánicas, inorgánicas u orgánicas/inorgánicas. Los electrolitos más desarrollados están dirigidos al pulido de acero inoxidable y contienen típicamente alrededor del 50% al 75% en peso de ácidos, del 5% al 15% en peso de agua y el resto uno o más inhibidores. El componente ácido del electrolito consiste comúnmente en ácido fosfórico y ácido sulfúrico mezclados en una proporción de 1:1 o 2:1. Sin embargo, diferentes metales y aleaciones pueden necesitar diferentes tipos de electrolitos, y las propiedades del mismo influyen directamente en las curvas de tensión vs. densidad de corriente y en el efecto de electropulido final.

El contenido de ácido es de importancia crítica en el proceso de electropulido de varios materiales. En algunos casos, un incremento en el contenido de ácido del electrolito produce un corrimiento de las curvas tensión vs. densidad de corriente hacia valores de corrientes mayores, tal como muestra la Fig. 14 para el electropulido de un acero T11 en una solución de ácido perclórico.

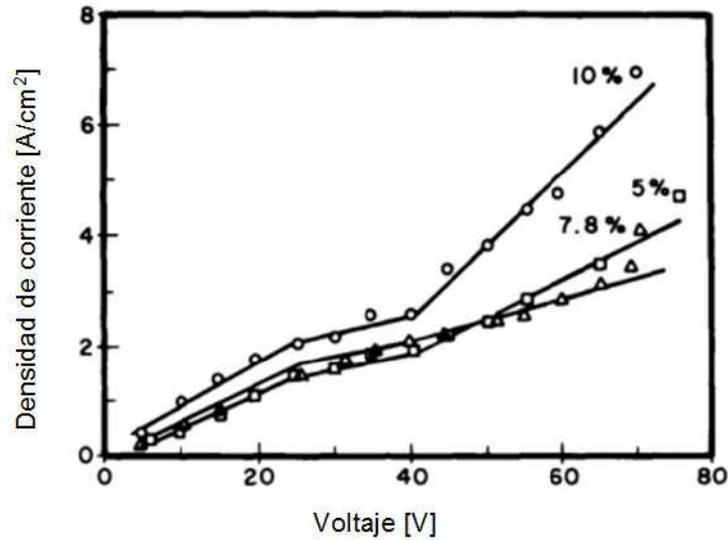


Fig. 14. Relación densidad de corriente-voltaje para soluciones con 10%, 7.8% y 5% de ácido perclórico a 22°C por 15 segundos [11]

En otros casos, un aumento de la concentración de ácido produce un corrimiento de las curvas tensión vs. densidad de corriente hacia valores de corrientes menores, tal como muestra la Fig. 15.

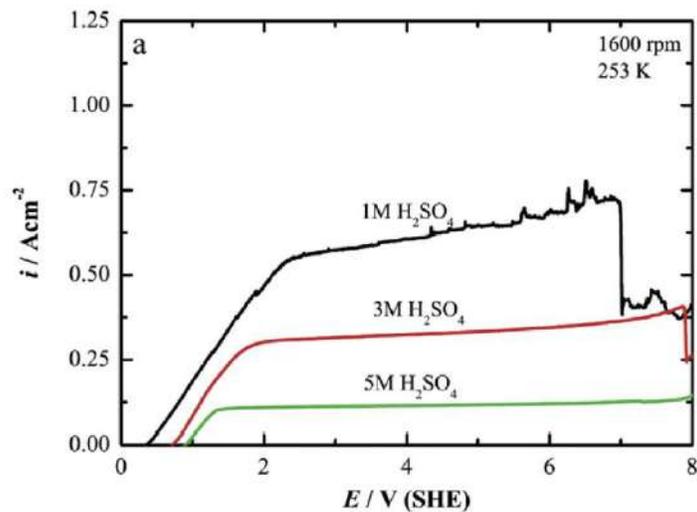


Fig. 15. Relación densidad de corriente-voltaje para aleación 30Nb-Ti en soluciones con 1, 3 y 5 M de H₂SO₄ en metanol a 253°K [17]

Por otro lado, se ha observado que la presencia de productos de reacción en el electrolito tiene una fuerte influencia en la densidad de corriente límite, tal como muestra la Fig. 16 para la presencia de distintos contenidos del ion Fe^{3+} en el electrolito de hierro puro utilizando una solución de ácido fosfórico, ácido sulfúrico y agua [19].

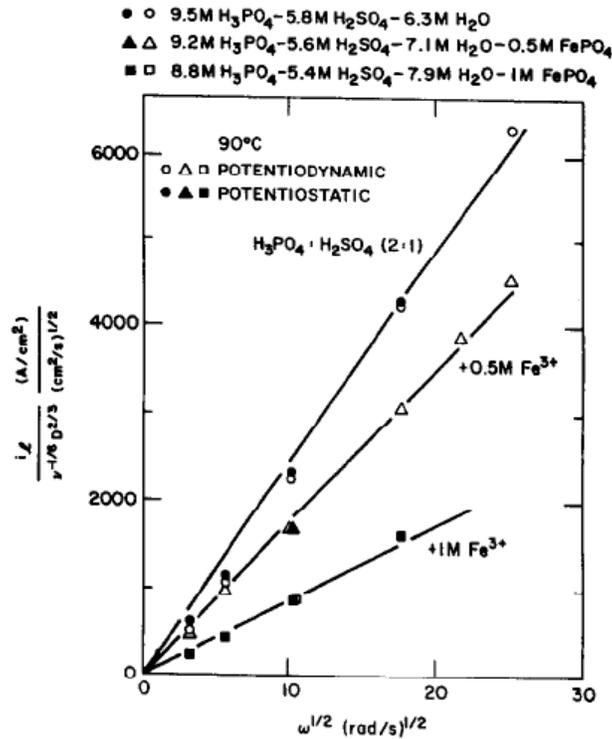


Fig. 16. Influencia de distintas adiciones de iones de Fe^{3+} para distintas velocidades de giro en función de la corriente límite para electrolado de hierro puro en soluciones de ácidos fosfórico, sulfúrico y agua [19]

3.2.5.6. Separación entre el ánodo y el cátodo

Si bien los electrodos deben encontrarse cerca para aprovechar al máximo la energía eléctrica y permitir una alta fuerza impulsora que acelere las reacciones, debe tenerse en cuenta que si el ánodo y el cátodo se acercan demasiado, los productos de reacción quedarán atrapados, reduciendo la efectividad del electrolado. Hay casos experimentales que demuestran que una distancia muy baja entre los electrodos produce que las burbujas de hidrógeno generadas en la reducción del cátodo rompan la capa viscosa y generen picado. Por eso debe encontrarse un equilibrio entre la convección, la cercanía, la configuración y el tamaño de los electrodos para alcanzar el punto óptimo donde las reacciones sean máximas [20].

3.3. Topografía superficial

3.3.1. Generalidades

Las superficies reales presentan irregularidades que se originan en el proceso de fabricación. Estas irregularidades, con espaciamiento regular o irregular, tienden a formar un patrón o textura característica en la superficie. En esta textura superficial se distinguen dos componentes distintos: la rugosidad y la ondulación.

La rugosidad (R), corresponde a las irregularidades (surcos, huellas o marcas) creadas por los agentes que atacan la superficie durante el proceso de fabricación (herramientas, partículas abrasivas, acción química, etc.). El espaciado entre estas irregularidades generalmente varía entre 4 y 50 veces su amplitud.

La ondulación (W) corresponde a las irregularidades que se repiten en ondas de paso mucho mayor que la rugosidad superficial (100 a 1000 veces su amplitud). La ondulación puede deberse a juegos excesivos existentes en las máquinas-herramienta, vibraciones, deformación por tratamientos térmicos, falta de homogeneidad en el material, entre otros.

Tanto la rugosidad como la ondulación se presentan simultáneamente en una superficie, lo que dificulta la medición individual de cada una de ellas.

Convencionalmente, la textura de una superficie se evalúa en base al método del perfil (perfil resultante de cortar una superficie real con un plano perpendicular a la misma). Los perfiles generalmente se miden con un instrumento de medición por contacto denominado perfilómetro o rugosímetro [21].

3.3.2. Perfilómetros de contacto

El perfilómetro de contacto es uno de los instrumentos utilizados para medir la textura de una superficie.

Las partes del perfilómetro de contacto son las siguientes Fig. y Fig. 1) [22]:

Aguja: Es la parte del instrumento que se introduce entre los picos y los valles del perfil a medir. Es de diamante para que el desgaste sea ínfimo.

Convertidor inductivo: Registra los movimientos verticales de la aguja. El desplazamiento vertical de la aguja al describir al perfil modifica la longitud del entrehierro del circuito magnético, generando una señal eléctrica.

Patín: Se apoya en la superficie y sirve de filtro mecánico. Es de rubí sintético para que la deformación sea baja.

Motor: Empuja y arrastra la aguja sobre la superficie.

Electrónica: Registra los datos del convertidor, los procesa y obtiene los parámetros deseados.

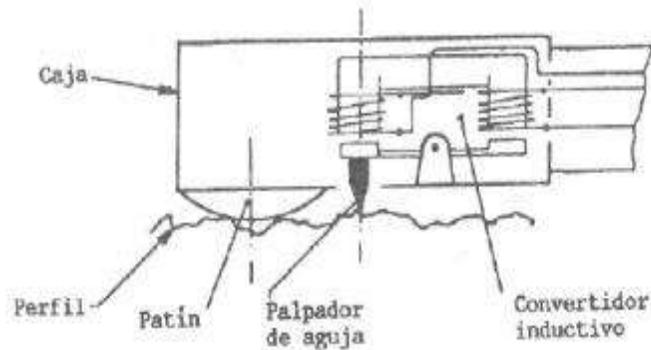


Fig. 17. Partes de un perfilómetro de contacto

Detalle de la punta de la aguja del rugosímetro

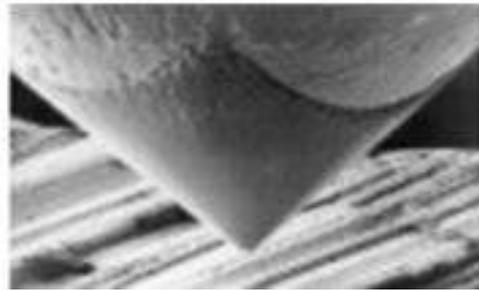


Fig. 18. Aguja del perfilómetro de contacto

3.3.3. Método del perfil

En el método del perfil, el elemento palpador recorre una determinada longitud de la superficie, copiando con la aguja la forma de la superficie a medir. El elemento palpador genera un perfil primario (P) que es una imagen aproximada de un perfil real. Este perfil depende de características geométricas y físicas del instrumento usado. El perfil generado estará suavizado con respecto al perfil real y tendrá deformaciones causadas por imprecisiones en el elemento de medición y el método utilizado.

A su vez, en el perfil primario se encuentran superpuestos los dos componentes de la textura superficial definidos previamente, la rugosidad y la ondulación (Fig. 19), por lo que se deben aplicar determinados filtros para obtener valores representativos para ambos componentes [21], [22].

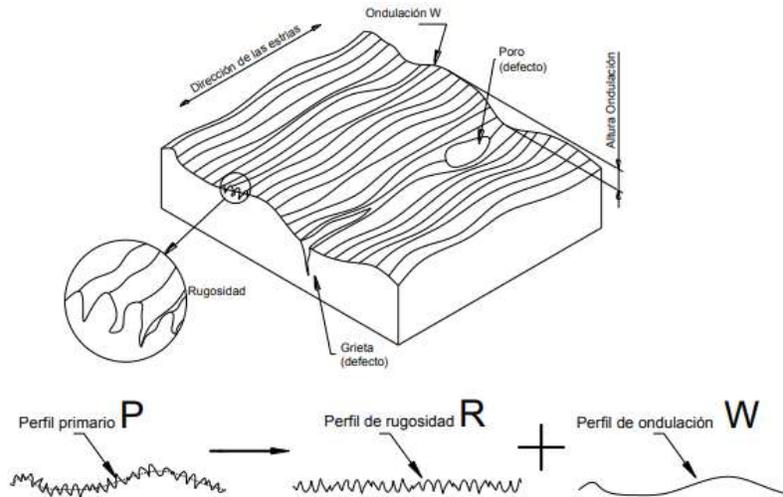


Figura 19. Perfiles primario (P), de rugosidad (R) y de ondulación (W)

3.3.4. Módulo de medición o cut-off (l_c o λ_c)

Los softwares más utilizados para la medición de rugosidad emplean filtros gaussianos e ISO para separar los perfiles de ondulación y rugosidad. Estos se basan en la subdivisión del perfil primario en armónicos (Fourier) y la aplicación de un coeficiente de transmisión a cada armónico [23].

El perfil de rugosidad (R) se obtiene del perfil primario al suprimir las componentes de gran longitud de onda (baja frecuencia) aplicando la longitud de corte l_c , eliminando de esta manera la ondulación. Por otro lado, el perfil de ondulación (W) se obtiene al suprimir las componentes de pequeña longitud de onda (alta frecuencia), también mediante la longitud de corte l_c (Fig. 20).

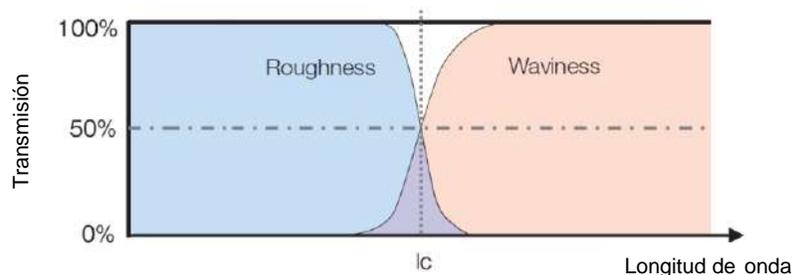


Fig. 20. Forma de atenuación de la longitud de corte l_c para la obtención de los perfiles de ondulación y rugosidad [23]

La longitud de corte l_c (o λ_c) se denomina módulo de medición o cut-off y se corresponde con la longitud de onda utilizada para separar los perfiles de rugosidad y ondulación. Si se emplea un módulo demasiado pequeño, el mismo no será representativo de la superficie, dando perfiles de rugosidad muy atenuados. Si, en caso contrario, el valor del módulo de medición es muy grande, el perfil de ondulación resultará muy atenuado afectando también los resultados de medición de rugosidad, cuyos parámetros resultarán mayores a los reales.

Por este motivo, existen valores del módulo de medición recomendados según el proceso de acabado y la rugosidad esperada de la superficie en análisis, para obtener resultados representativos. Los valores recomendados están tabulados en las normas DIN EN ISO 4288 y DIN EN ISO 3274 y se muestran en la Tabla 4 [24]. Por otra parte, la longitud de medición (l_n o L_m) es la longitud utilizada para evaluar el perfil, pudiendo comprender la misma uno o más módulos de medición, siendo cinco módulos de medición lo aconsejado por norma.

Tabla 4. Parámetros de medición de rugosidad recomendados [24]

Perfiles no periódicos		perfiles periódicos		Medición de condiciones acordes to DIN EN		
Amolado, bruñido, lapidado, electroerosion		Torneado, fresado, planeado		rtip	radio maximo	
				lt	largo de muestra	
				lm	longitud de medicion	
				lt	longitud de palpado	
Rt, Rz mm	Ra mm	RSm mm	rtip	$\lambda_c=lr$	l_n	l_t
>0,025...0,1	>0,006...0,02	>0,013...0,04	2	0,08	0,4	0,48
>0,1...0,5	>0,02...0,1	>0,04...0,13	2	0,25	1,25	1,5
>0,5...10	>0,1...2	>0,13...0,4	2*	0,8	4	4,8
>10...50	>2...10	>0,4...1,3	5	2,5	12,5	15
>50...200	>10...80	>1,3...4	10	8	40	48

* Cuando $R_z > 3 \mu\text{m}$ o $R_a > 0.5 \mu\text{m}$ se recomienda usar un radio de punta (rtip) de 5 μm

Los medidores de rugosidad más modernos incluyen un tramo inicial y otro final en la carrera total de palpado (l_t), cuya única finalidad es la de permitir el amortiguamiento de las oscilaciones que ocurren al empezar y finalizar la medición (Fig.21).

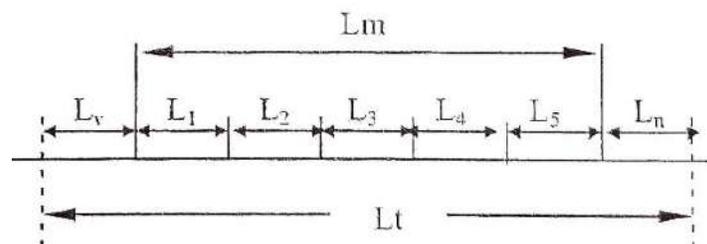


Fig.21. Carrera total de palpado ¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.]

$L1=L2=L3=L4=L5$: extensión de la muestra de palpado (Cutt-off)

L_v = tramo inicial

L_n = tramo final

$L_m = L1+L2+L3+L4+L5$, longitud de medición

$L_t = L_v+L_m+L_v$, longitud de evaluación total

3.3.5. Sistema de medición de la línea media

Dentro de la metrología de superficies no se mide la dimensión de un cuerpo (eso corresponde a la metrología dimensional) pero sí los desvíos en relación a una forma ideal (forma perfectamente plana, por ejemplo). En el sistema de medición de la línea media, la línea de referencia se define como la línea localizada en la parte media del perfil de rugosidad, con la misma forma que el perfil geométrico ideal, dispuesta paralela a la dirección general del perfil, dentro de los límites comprendidos como base de medición, de modo que la suma de las áreas por encima de ella sea exactamente igual a la suma de las áreas que están por debajo (Fig. 22).

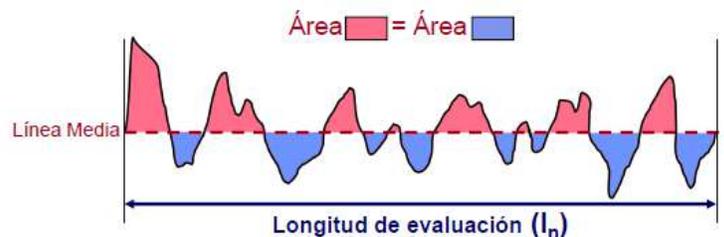


Fig. 22. Perfil de rugosidad (R) con respecto a la línea media [21]

3.3.6. Parámetros de rugosidad y ondulación basados en la línea media

El sistema de medición de rugosidad de la línea media, tiene tres tipos de parámetros para caracterizar los perfiles de rugosidad y ondulación [21], [23], [24]:

- Parámetros de amplitud;
- Parámetros de espaciado;
- Parámetros híbridos.

Los parámetros de amplitud son los más importantes para caracterizar la topografía superficial. Estos se utilizan para medir las características verticales de las desviaciones de la superficie. Los parámetros de espaciado se utilizan para medir las

características horizontales de las desviaciones de la superficie. Los parámetros híbridos son una combinación de los anteriores, de modo que cualquier cambio que ocurra tanto en amplitud como espaciado, tendrá efectos en los mismos.

Cada parámetro aporta una cierta cantidad de información y tiene una serie de ventajas y desventajas. Por lo que, resulta imposible expresar todas las características de los perfiles de rugosidad y ondulación mediante el empleo de un único parámetro.

3.3.7. Principales parámetros de amplitud

3.3.7.1. Desviación media aritmética del perfil de rugosidad (Ra) y ondulación (Wa)

Es la media aritmética de los valores absolutos de las ordenadas del perfil considerado en relación con la línea media dentro de la longitud de medición L_m (Fig. 23).

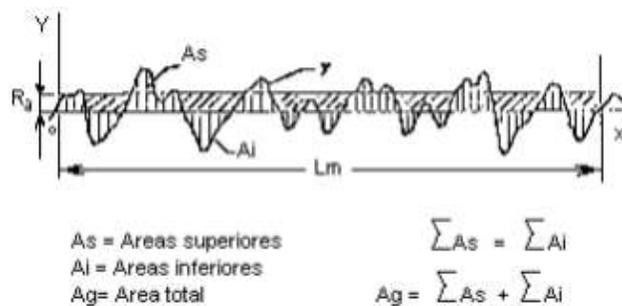


Fig. 23. Representación del parámetro Ra

La desviación media aritmética es definida geoméricamente como la altura del rectángulo que tendrá la misma área que la suma absoluta de las áreas delimitadas entre el perfil de rugosidad y la línea media, siendo la longitud de medición el largo del rectángulo.

La ecuación es:

$$(Ec. 12) \quad Ra/Wa = \frac{1}{L_n} \int_0^{L_n} |y| dx$$

Pudiéndose aproximar como:

$$(Ec. 13) \quad Ra/Wa = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y|$$

Siendo:

y=ordenada del perfil considerado

n=número de ordenadas consideradas (depende de la precisión del instrumento utilizado).

Ventajas del Ra/Wa:

- Es el parámetro más utilizado;
- Aplicable a casi todos los procesos de fabricación;
- Las marcas características inherentes al proceso de fabricación no afectan su resultado;
- Da un buen parámetro estadístico que caracteriza la distribución de amplitud.

Desventajas del Ra/Wa:

- Al representar una media, los picos y valles no típicos alteran el número y no reflejarán el perfil con fidelidad;
- No define la forma de irregularidad de un perfil, de forma que podremos tener valor de Ra/Wa prácticamente igual para superficies con procesos de acabado diferentes;
- No hay distinción entre picos y valles;
- Para algunos procesos de fabricación donde hay una diferencia muy alta entre picos y valles no puede ser utilizado ya que tiene una gran fuente de error.

3.3.7.2. **Altura total del perfil (R_t/W_t o R_{max}/W_{max})**

Es la distancia vertical entre el pico más alto y el valle más profundo del perfil considerado dentro de toda la longitud medición (Fig. 24).

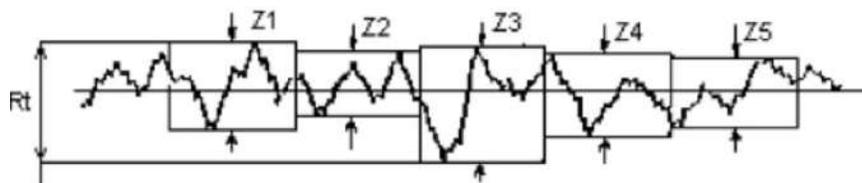


Fig. 24. Representación del parámetro R_t

Ventajas:

- Es fácil de obtener del registro del rugosímetro;
- Incluye los tramos inicial (L_v) y final (L_n) de la longitud de evaluación total (L_t).

Desventajas:

- Al ser un parámetro muy rígido, puede llevar a resultados engañosos;
- No da información suficiente sobre la forma del perfil, en la Fig. 25 pueden observarse perfiles de rugosidad muy distintos que sin embargo tienen el mismo R_t ;
- Alguna raya o surco que no caracterice al proceso puede llevar a resultados engañosos.



Fig. 25. Superficies con igual valor de R_t

3.3.7.3. Desviación media cuadrática del perfil (R_q/W_q)

Se define como la raíz cuadrada de la media de los cuadrados de las ordenadas del perfil considerado en relación a la línea media dentro de la longitud de medición L_m .

La ecuación se puede aproximar como:

(Ec. 14)
$$R_q/W_q = \sqrt{\sum_{i=1}^n y^2}$$

Ventajas:

- Da peso extra para valores altos en y con respecto a R_a/W_a (aproximadamente 11%);
- Evidencia los picos y valles más que R_a/W_a ya que está elevado al cuadrado.

Desventajas:

- Poco utilizado;
- Más difícil de obtener gráficamente que R_a/W_a ;
- No define forma de la regularidad;
- Normalmente debe ir acompañado de un valor de R_t/W_t .

3.3.7.4. Altura media del perfil (R_z/W_z)

Es la media aritmética de los valores de altura parcial Z_i correspondientes a cada módulo de medición (Fig. 26). A su vez, la altura parcial Z_i se define como la distancia entre los puntos máximo y mínimo del perfil dentro de cada módulo de medición.

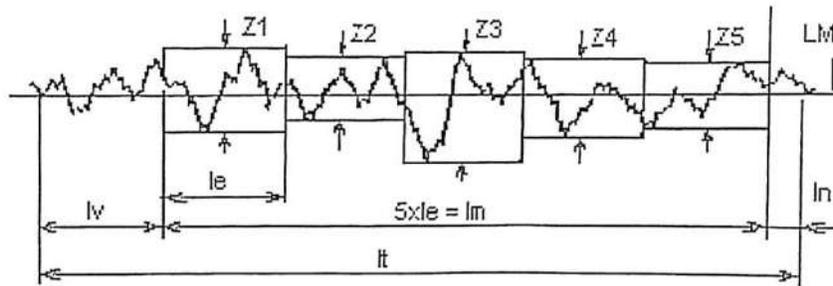


Fig. 26. Representación de los parámetros Z_i

Ventajas:

- Información complementaria al R_a ;
- En perfiles periódicos define muy bien la superficie;
- Menos sensible a la presencia de rayas o surcos aislados;
- Es de fácil obtención si el equipo lo permite.

Desventajas:

- No todos los equipos de medición de rugosidad indican este parámetro;
- Individualmente no caracteriza la forma del perfil;
- Es un parámetro auxiliar, no debe ser especificado en diseño.

3.4. Requerimientos de terminación superficial según normativa

3.4.1. Requerimientos según la norma IRAM 186

La norma IRAM 186 [25] establece los requerimientos superficiales de los equipos, utensilios y recipientes, repuestos y accesorios fabricados con materiales metálicos destinados a la elaboración y manipulación, fraccionamiento y almacenamiento de alimentos y bebidas, donde se requiera un pulido sanitario. La norma recomienda el uso preferencial del aceros inoxidables para este tipo de usos.

Establece que el pulido sanitario es aquel cuya R_a admisible es $0,8 \mu\text{m}$.

En la superficie pulida pueden aparecer defectos inherentes a la materia prima base que puede que no sea posible eliminarlos mediante pulido sanitario. En ese caso debe hacerse otro pulido para terminar con esos defectos antes de hacer el pulido sanitario.

El método a usar para llegar al pulido sanitario queda a criterio del fabricante siempre que se cumpla con R_a admisible y se eliminen los defectos generados del pulido tales como pliegues y rebabas.

3.4.2. Requerimientos según la norma IRAM 9421

La norma IRAM 9421 [26] establece los requisitos de terminación de las superficies articulares de las prótesis para los reemplazos total y parcial de la articulación de rodilla. Establece que la superficie de contacto articular de los componentes femorales metálicos o cerámicos deben tener una Ra menor o igual que 0,1 μm para el reemplazo total de la articulación y menor a 0,5 μm para un reemplazo parcial, utilizando un valor de la longitud de corte de 0,08 mm en ambos casos.

Deben informarse los detalles siguientes:

- a) radio del extremo del palpador;
- b) ubicación de la zona de medición sobre la pieza ensayada para componentes metálicos.

3.4.3. Requerimientos según la norma ASME BPE-2009

La norma ASME BPE-2009 [27] establece requerimientos para el acabado superficial de componentes de acero inoxidable de equipos para la industria de bioprocesado, farmacéutica o de productos de cuidado personal sometidos a distintos procesos, entre ellos el electropulido.

La norma recomienda el uso preferencial del acero inoxidable AISI 316L para este tipo de usos.

En la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** se muestran los valores de rugosidad admisibles para diferentes grados de acabado.

Tabla 5. Valores de rugosidad admisibles para superficies en contacto con productos según norma ASME BPE-2009

Designación	Ra máx. (μm)
SF4	0,38
SF5	0,51
SF6	0,64

Nota: ninguna medición debe exceder el Ra máximo permitido.

3.5. Procesos de corrosión en aceros inoxidable

3.5.1. Generalidades

La norma ASTM G193-20a [28] define la corrosión como el deterioro de un material, usualmente un metal, que resulta de una reacción química o electroquímica con el ambiente. Dependiendo del material, de los esfuerzos a los que está sometido y del medio en el que este se encuentre, se darán distintos tipos de corrosión y de distinta intensidad. Es importante conocer qué tipo de corrosión está actuando en el material en estudio para poder actuar sobre el fenómeno que la origina y reducir su impacto o evitar que se produzca.

3.5.2. Mecanismos de corrosión en aceros inoxidable

En los aceros inoxidable pueden existir varios tipos de corrosión, entre los más frecuentes se encuentran los siguientes [7]:

- Corrosión uniforme;
- Corrosión por picaduras;
- Corrosión por rendija;
- Corrosión intergranular;
- Corrosión bajo tensión.

3.5.2.1. Corrosión generalizada o uniforme

Es la forma más benigna de los diferentes tipos de corrosión. Para que se produzca, el ambiente corrosivo tiene que tener el mismo acceso a todas las partes de la superficie del metal. De esta forma, el ataque se extiende de forma homogénea sobre toda la superficie metálica, siendo la penetración media igual en todos los puntos. Desde el punto de vista técnico, este tipo de corrosión es predecible y, por lo tanto, puede ser tomado en cuenta a la hora de diseñar considerando, por ejemplo, sobre espesores para los componentes en función de su vida útil. Sin embargo, si ocurre corrosión generalizada en un acero inoxidable, significa que se eligió un material erróneo para el medio correspondiente.

3.5.2.2. Corrosión por picaduras (pitting)

En los aceros inoxidable el picado está asociado a una discontinuidad local de la capa pasivadora, que puede deberse a imperfecciones mecánicas, como inclusiones o daños en la superficie del acero, o también a discontinuidades químicas locales. Es peligroso por la rapidez de avance del ataque, y porque actúa en profundidad en áreas muy limitadas, lo que puede llegar a escapar a un control visual. Los elementos Cr y Mo le confieren a la capa pasivadora resistencia a la iniciación del picado. Además, ciertos elementos que se presentan en muy bajas proporciones también pueden tener un efecto importante debido a que influyen sobre la cantidad y tipo de inclusiones que se pueden formar en el acero (por ejemplo, sulfuros).

Por otra parte, ciertos aniones, conocidos habitualmente como aniones agresivos, fundamentalmente los halogenuros: F^- , Cl^- , Br^- , I^- , son capaces de romper localmente las películas pasivadoras, en las zonas donde ésta presenta alguna irregularidad o defecto estructural. La región desprovista de capa pasivadora se constituye en ánodo, generándose la cavidad. Una vez iniciada la cavidad, en el interior de la misma se dan condiciones electroquímicas que difieren de las correspondientes a la superficie libre del material y que facilitan el progreso del ataque hacia el interior, de manera que el proceso se convierte en autocatalítico.

3.5.2.3. Corrosión por rendija (crevice)

Es una variación de la corrosión por picado y se presenta en zonas en donde la renovación del medio corrosivo está restringida. Así, las regiones con diferentes concentraciones de oxígeno, los espacios confinados o rendijas creadas por ciertas configuraciones geométricas, tales como rebordes, arandelas, juntas, empalmes roscados y anillos, suelen ser su lugar de acción. En este tipo de corrosión, el ataque suele ser mayor en la boca de la rendija.

El factor más importante en este tipo de corrosión es la dimensión de la rendija, ya que esta debe tener el ancho suficiente para permitir la entrada de la solución, pero, a la vez, debe ser lo suficientemente estrecho como para que la solución se mantenga estancada dentro de ella. Por lo cual, ocurre normalmente en grietas o espacios de algunos micrómetros de ancho, y no se encuentra en lugares que tienen buena circulación de la solución. El estancamiento de la solución ocasiona la aparición de celdas de aireación diferencial o concentración diferencial de aniones agresivos. Además, en estos lugares puede llegar a consumirse el oxígeno, no así en las zonas aireadas, de modo que estas últimas comienzan a actuar como zonas catódicas.

Los aceros inoxidable presentan mayor tendencia a la corrosión en rendijas que las aleaciones que tienen comportamiento más activo. El Mo es un aleante que mejora la

resistencia al crevice. Otras maneras de evitar este tipo de corrosión es diseñar correctamente, evitando rendijas o lugares pequeños con poco o nulo flujo de solución.

3.5.2.4. Corrosión intergranular (IC)

La corrosión intergranular es un ataque localizado en la frontera del borde de grano. Como se mencionó anteriormente, un proceso térmico inadecuado puede generar la precipitación de carburos de cromo sobre el borde de grano. En consecuencia, las zonas adyacentes pueden reducir significativamente su porcentaje de cromo, pudiendo llegar a menos de 12%, concentración necesaria para darle al acero su condición de inoxidable. Las zonas desprotegidas, pueden verse afectadas por otros tipos de corrosión (picado, por rendijas, bajo tensión).

Como ya se comentó, la serie L de los aceros inoxidables cuentan con un contenido bajo en carbono, que aumenta el tiempo necesario para que precipiten los carburos a las temperaturas que difunde el cromo hacia el borde de grano. Estos aceros pueden mantenerse entre 450 y 900 °C durante 2 horas y enfriarse lentamente sin el peligro de precipitación intergranular. Si el tiempo de servicio en ese rango de temperaturas es mayor, se debe recurrir a los aceros estabilizados.

3.5.2.5. Corrosión bajo tensión (Stress Corrosion Cracking o SCC)

De todas las formas de ataque localizado, la corrosión bajo tensión (SCC) es la más peligrosa y difícil de controlar ya que en un lapso extremadamente corto puede producir la falla de una pieza. La aparición de corrosión bajo tensión está relacionada con las siguientes condiciones que deben presentarse simultáneamente:

- Existencia de tensiones de tracción en la superficie del material debido a una carga o sollicitación externa o también a tensiones residuales por soldadura o conformado en frío;
- Presencia de un medio agresivo específico. El medio puede ser específico de una aleación y no afectar a otras. Por ejemplo, las soluciones calientes de cloruros fisuran fácilmente a los aceros inoxidables, pero no a los aceros al carbono;
- Susceptibilidad del material a la corrosión bajo tensión. Por ejemplo, los aceros inoxidables austeníticos en soluciones que contienen iones cloruros y particularmente cuando el contenido de níquel es del orden del 10% en peso.

Para prevenir la corrosión bajo tensiones se deberá tratar de remover la especie química que promueve el agrietamiento, cambiar el proceso de fabricación o diseñar adecuadamente para reducir las tensiones y, principalmente, seleccionar el acero inoxidable adecuado.

3.6. Ensayos de corrosión de laboratorio

Los ensayos de corrosión de laboratorio son métodos importantes para entender el comportamiento de los metales y aleaciones en diferentes ambientes corrosivos. Sin embargo, en diversas ocasiones, no simulan de manera exacta el ambiente y las condiciones de operación del sistema real. Los principales ensayos de corrosión de laboratorio son el método de pérdida de peso y los métodos electroquímicos. Al tratarse de acero inoxidable, la pérdida de peso no es un método adecuado ya que el peligro reside en la corrosión localizada [29].

Los métodos electroquímicos, además de evaluar el fenómeno de la corrosión, permiten analizar cuantitativamente la cinética del proceso. Estos métodos se basan en el análisis de la respuesta del sistema al ser desplazado de equilibrio mediante la aplicación de una señal eléctrica. Entre las técnicas más difundidas se encuentran los ensayos de polarización potenciodinámica (PP), de resistencia a la polarización lineal (R_p), de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS).

3.6.1. Ensayos de polarización potenciodinámica (PP)

Cuando se tiene un proceso corrosivo, existe una transferencia de electrones en contacto con una solución y ocurren reacciones anódicas y catódicas en simultáneo, por lo que se establece lo que se conoce como un potencial de corrosión. El mismo se da cuando las corrientes anódica y catódica son iguales. Si por alguna razón existe un exceso de cargas negativas (electrones) en la superficie del material, se dice que tiene una polarización catódica. De igual manera, una deficiencia de electrones, produce en la interfaz un cambio positivo en el potencial llamado polarización anódica.

Las curvas potenciodinámicas son el registro de la intensidad de corriente que circula a través del sistema en estudio cuando se realiza un barrido de potenciales, el cual por lo general comienza en un potencial inferior al potencial de corrosión (polarización catódica) y avanza hacia potenciales más nobles (polarización anódica). La técnica de polarización potenciodinámica, además de proporcionar información acerca de la cinética de la corrosión, indica si se trata o no de materiales pasivables, ya que la forma de sus curvas es característica, el riesgo de ataque por picaduras, a través de la existencia de potenciales de ruptura, o el efecto de factores múltiples de corrosión a través de la modificación de las curvas.

La Fig. 27 muestra un ejemplo de una curva de polarización potenciodinámica para un material que presenta un comportamiento pasivo. En ella se pueden identificar los parámetros característicos del sistema, los cuales se definen a continuación:

El potencial de corrosión, E_{corr} corresponde al potencial de equilibrio del material en el medio.

La densidad de corriente que circula en el potencial de corrosión es la corriente de corrosión, i_{corr} .

El potencial de ruptura o transpasivación E_b definido como potencial a partir del cual la densidad de corriente sufre un aumento brusco, como consecuencia de la rotura de la película pasiva sobre el material.

Antes de la rotura de la película pasiva, aparece una zona en la que el valor de la densidad de corriente permanece prácticamente constante durante un intervalo de potenciales en la región de pasividad, éste corresponde a la densidad de corriente de pasivación, i_p .

La densidad de corriente de repasivación, i_{rp} es el valor máximo que alcanza la densidad de corriente durante un barrido potenciodinámico cíclico.

El potencial de repasivación, E_{rp} es una medida de la capacidad del material para regenerar su capa pasiva en caso de que se produzca una eventual rotura de la misma. Este parámetro se determina a partir de la intersección de la curva ascendente en sentido anódico y la curva descendente en sentido catódico.

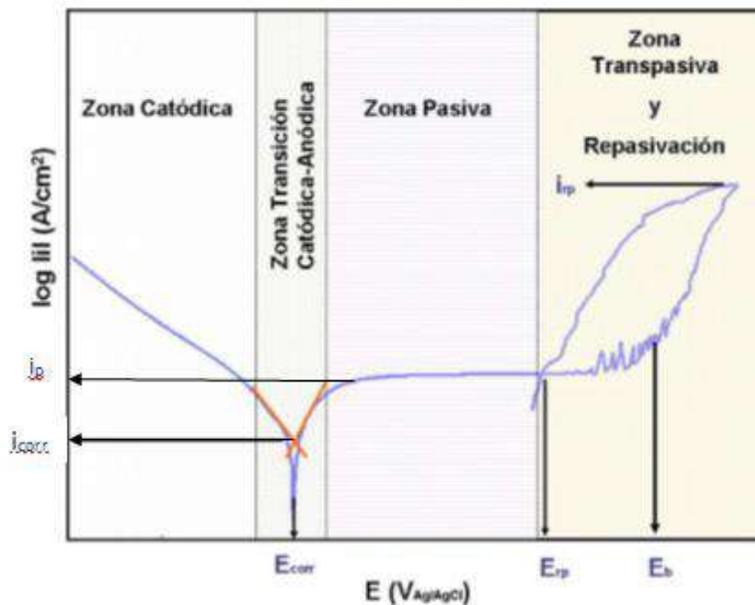


Fig. 27. Curva de polarización potenciodinámica para un material con comportamiento pasivo

Las corrientes anódica y catódica están relacionadas por la ecuación de Butler-Volmer. Esta ecuación solo funciona cuando la transferencia de electrones es lo único que controla la velocidad del proceso:

$$(Ec. 15) \quad j = j_o \left\{ e^{\frac{\alpha_A n F \eta}{RT}} - \frac{1}{e^{\frac{\alpha_C n F \eta}{RT}}} \right\}$$

Dónde:

j =densidad de corriente [$\frac{A}{m^2}$]

j_o =densidad de corriente de intercambio [$\frac{A}{m^2}$]

α_A =coeficiente de transferencia electrónica anódico (adimensional)

α_C =coeficiente de transferencia electrónica catódico (adimensional)

n =número de electrones involucrados en una reacción (adimensional)

F =constante de Faraday [$\frac{C}{mol}$]

η =sobrepotencial [mV]

R =constante del gas [$\frac{J}{K * mol}$]

T =temperatura [K]

Si se analiza la ecuación, se observa que para valores grandes de sobrepotencial, si se trata de un potencial positivo, tendrá mayor peso el primer término (curva anódica). Por otro lado, si se trata de un potencial negativo cobrará importancia el segundo término (curva catódica). El método de aproximación de Tafel se basa en lo dicho previamente y se utiliza para determinar el potencial de corrosión, E_{corr} , y la corriente de corrosión, i_{corr} .

De esta forma, si el sobrepotencial es un valor positivo alto, la ecuación se aproxima como:

$$(Ec. 16) \quad j = j_{oxidacion} = j_o e^{\frac{\alpha_A n F \eta}{RT}}$$

En términos logarítmicos:

$$(Ec. 17) \quad \eta = \frac{RT}{\alpha_A n F} * \ln(j_o) - \frac{RT}{\alpha_A n F} * \ln(j)$$

Se define el coeficiente de transmisión electrónica anódica como:

$$(Ec. 18) \quad \alpha'_A = \frac{RT}{\alpha_A n F} * \ln(j_o)$$

Se define la constante de Tafel anódica como:

$$(Ec. 19) \quad \beta_A = \frac{RT}{\alpha_A n F}$$

Por lo que la ecuación de Tafel para polarización anódica ($j > 0$; $\beta > 0$) quedará como:

(Ec. 20)
$$\eta_a = \alpha'_a + \beta_a * \log(j_a)$$

Análogamente, para potenciales muy negativos, se pueden aproximar polarizaciones catódicas ($j < 0$; $\beta < 0$):

(Ec. 21)
$$\eta_c = \alpha'_c + \beta_c * \log(j_c)$$

Dónde:

η =sobrepotencial [mV]

α' = constante de Tafel (ordenada al origen) [$\frac{J}{C}$]

β =constante de Tafel (pendiente)[$\frac{J}{C}$]

j =densidad de corriente [$\frac{A}{m^2}$]

Estas ecuaciones solo son válidas para corrientes lo suficientemente grandes como para alejar al sistema del equilibrio (Fig. 28). La corriente de corrosión se da en el punto en donde se intersectan la recta anódica y catódica de Tafel (Ec. 20 y Ec. 21). Este punto, donde la concentración de la polarización y los efectos de resistencia óhmica son altos debido a una solución diluida, puede ser difícil de encontrar en la práctica [29].

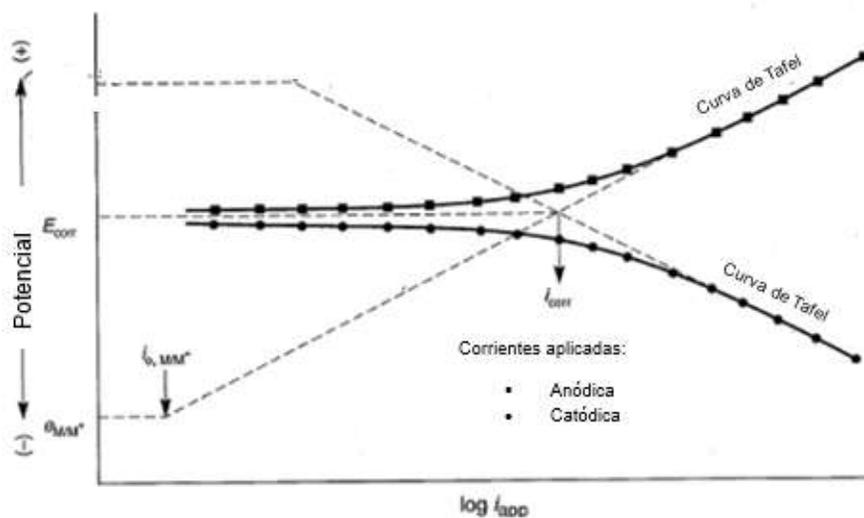


Fig. 28. Curvas de Tafel

3.6.2. Ensayos de resistencia a la polarización lineal (R_p)

En este método también se realiza un barrido de potencial, pero en el entorno del potencial de corrosión para no perturbar el sistema. En esa zona, la curva de polarización puede aproximarse a una recta cuya pendiente es proporcional a la severidad de la corrosión.

El método de resistencia a la polarización lineal ha demostrado ser muy útil ya que solo se necesitan unos pocos minutos para determinar la tasa de corrosión. Además, al realizar un barrido de potenciales de pequeña amplitud, se puede asumir que la superficie del material bajo estudio no es alterada pudiendo considerarse a esta técnica como no destructiva. La extensión de la linealidad depende de las constantes de Tafel. La misma se extiende más para valores relativamente altos de las constantes de Tafel. La simetría de la curva respecto al origen depende de la relación entre las constantes de Tafel y su pendiente es más pronunciada para valores más chicos de dichas constantes (Fig. 29) [29].

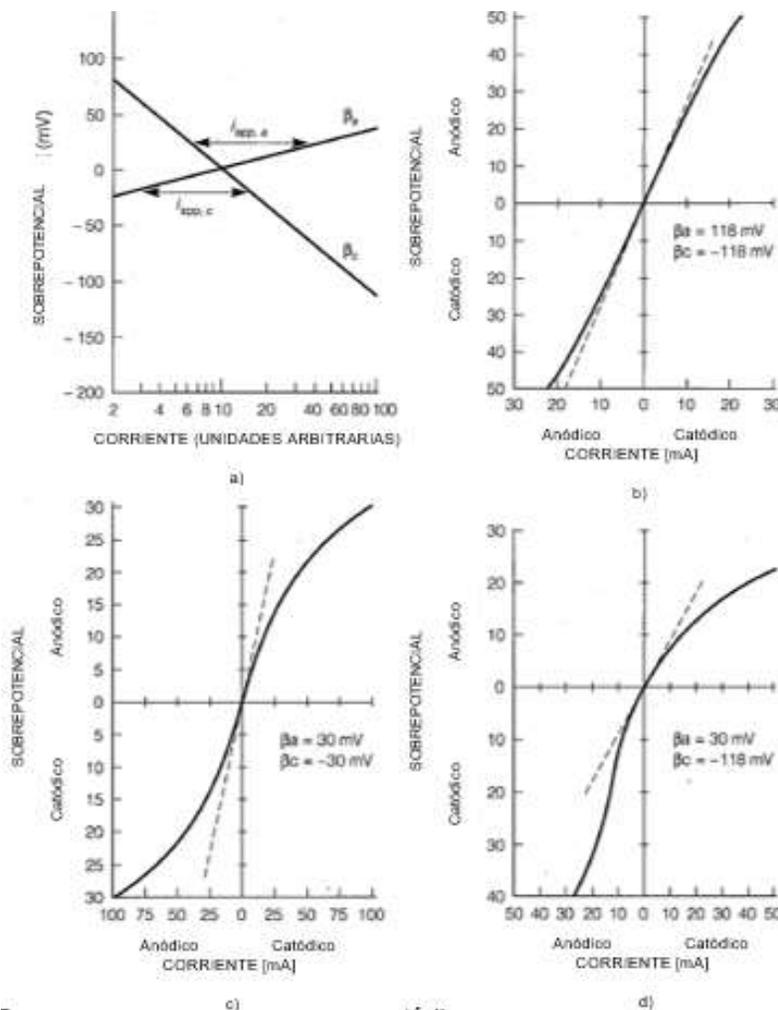


Fig. 29. Curvas de polarización para distintas constantes de Tafel β_a y β_c

Se define como resistencia de polarización (R_p) a la pendiente de la curva potencial en función de la densidad de corriente.

Conociendo las constantes de Tafel se puede estimar la corriente de corrosión utilizando la siguiente expresión:

$$(Ec. 22) \quad R_p = \frac{|\beta_a \beta_c|}{2,3 i_{corr} (|\beta_a| + |\beta_c|)}$$

Con:

β_a, β_c = constantes anódica y catódica de Tafel.

i_{corr} = corriente de corrosión (donde se intersectan las curvas anódica y catódica de Tafel) [32]

3.6.2.1. Fuentes de error al medir la resistencia a la polarización

Entre los errores introducidos al medir la resistencia a la polarización de un material se pueden mencionar [29]:

-*La interferencia generada por la resistencia óhmica*: la resistencia medida será la suma de la de polarización y la óhmica. Si la medición se realiza correctamente, la resistencia óhmica es mucho menor que la de polarización por lo que se desprecia; pero si la resistencia óhmica alcanza un valor considerable, la tasa de corrosión parecerá mucho menor de lo que en realidad es, lo que lo vuelve un error no conservativo, siendo peligroso a la hora de caracterizar materiales.

$$(Ec. 23) \quad R = R_p + R_\Omega$$

-*No linealidad de la curva*: en la Fig. 29-b puede observarse que la parte lineal de la curva es amplia (supera los 10mV) y simétrica con respecto al origen debido a sus valores idénticos de las constantes de Tafel anódica y catódica. En la Fig. 29-c puede verse que al disminuir el valor absoluto de las constantes de Tafel, la parte lineal de la curva de polarización se vuelve más corta (menor a los 10 mV), aunque su pendiente se ve incrementada y su simetría se mantiene. Por lo tanto, presuponer que la linealidad se mantiene desde los -10 mV hasta los +10 mV, como se hace en la práctica, incluye algún tipo de error aparejado en muchos casos.

Dependiendo de los valores que tomen las constantes de Tafel, la resistencia a la polarización variará entre ciertos valores máximos y mínimos. En la Fig. 30 puede observarse que el rango está confinado dentro de las líneas. Debe tenerse en cuenta que aunque los límites parezcan muy estrechos, los gráficos son logarítmicos.

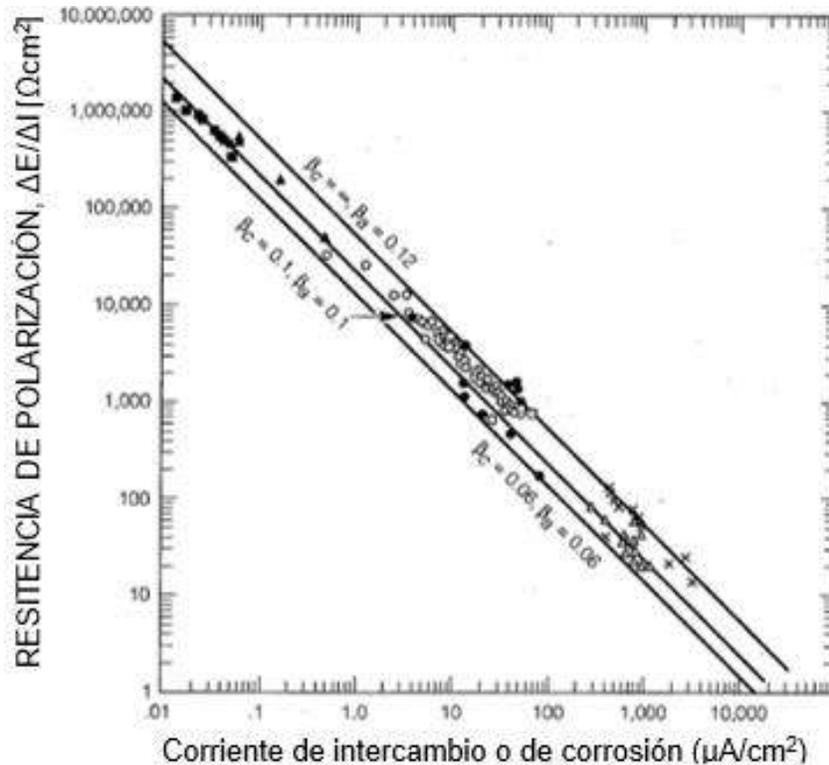


Fig. 30. Correlación entre i_{corr} y R_p dependiendo del valor de las constantes de Tafel

3.6.3. Ensayos de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)

La impedancia electroquímica es una técnica no destructiva que utiliza corriente alterna para polarizar el sistema, es decir, la señal de potencial aplicada es una senoide. Con una tensión baja (por ejemplo, 10 mV), se varía a frecuencia de la polarización y se obtiene la corriente en un espectro. Relacionando la tensión (V) y la corriente (I) puede obtenerse la impedancia, la cual es una magnitud vectorial [29].

La impedancia será:

$$(Ec. 24) \quad Z(\omega) = \frac{V(t)}{I(t)}$$

Con:

t=tiempo

$$V(t)=V_0 \cdot \text{sen}(\omega \cdot t)$$

$$I(t)= I_0 \cdot \text{sen}(\omega \cdot t + \phi)$$

Φ =ángulo de fase entre tensión y corriente

La forma binómica de la impedancia será:

$$(Ec. 25) \quad Z(\omega) = Z'(\omega) + iZ''(\omega)$$

Y la forma polar de la impedancia será:

$$(Ec. 26) \quad |Z| = \sqrt{|Z'|^2 + |Z''|^2}$$

$$(Ec. 27) \quad \varphi = \text{artg}\left(\frac{Z''}{Z'}\right)$$

Con:

$|Z|$ =módulo de la impedancia

φ =ángulo de la impedancia

Existen dos formas de representar gráficamente los resultados de impedancia obtenidos de un ensayo de EIS (Fig. 31).

1) Diagrama de Nyquist (Fig. 31, a), donde se representa la parte imaginaria multiplicada por -1 ($-Z''$), frente a la parte real (Z'). Es el sistema de representación más utilizado y la información que se obtiene de él se basa en la forma que adoptan los espectros.

2) Diagramas de Bode (Fig. 31, b), donde se representan el logaritmo del módulo de la impedancia ($\log |Z|$) y del ángulo de fase ($\log \phi$) en función del logaritmo de la frecuencia ($\log \omega$). La información que se obtiene de este tipo de representación va encaminada sobre todo al comportamiento en función de la frecuencia.

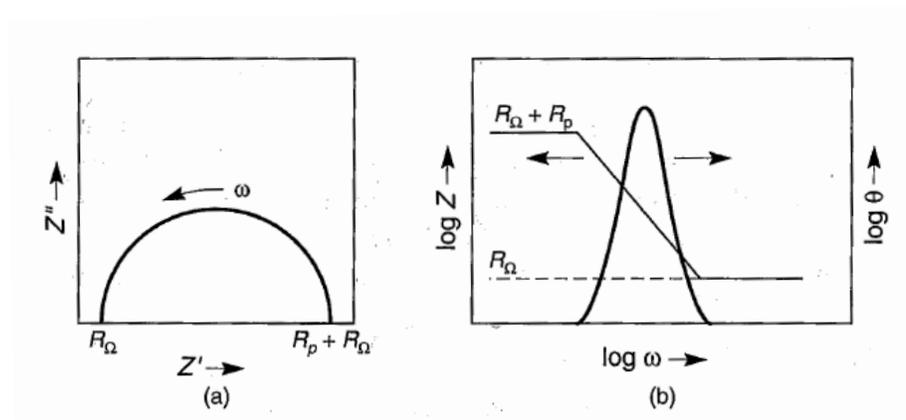


Fig. 31. Representación gráfica de un ensayo EIS que responde a la configuración RC para electrodo siendo corroído expresado: a) Diagrama de Nyquist; b) Diagrama de Bode

La interpretación del espectro de impedancias requiere la selección de un modelo apropiado que se ajuste a los datos experimentales. A través del modelo, las medidas obtenidas utilizando esta técnica proporcionan información relacionada con la

resistencia de la disolución, la resistencia de polarización y la capacitancia de la doble capa de Helmholtz. Según el modelo que se proponga, se puede obtener información de los parámetros característicos del mismo. Generalmente, este tipo de modelos suelen ser circuitos eléctricos cuya respuesta es equivalente al comportamiento de los datos experimentales.

3.7. Antecedentes de electropulido sobre AISI 316L

3.7.1. Antecedentes bibliográficos

Los principales antecedentes bibliográficos referidos al estudio de electropulido en acero inoxidable AISI 316L se detallan a continuación:

Y. F. Chen, et al (2001) trabajaron con electrolito compuesto por agua, ácido sulfúrico y ácido fosfórico en distintas proporciones. Tiempo de electropulido de 3 a 9 minutos, temperatura de entre 50 y 90°C y densidad de corriente de 0,5 a 3 A/cm². Encontraron que los parámetros óptimos de electropulido en cuanto a resistencia a la corrosión son temperaturas superiores a 75 °C y la densidad de corriente de entre 0,75 y 1 A/cm². Tiempos de electropulido superiores a 3 min no mostraron mejoras, e incluso tiempos mayores a 5 min fueron contraproducentes. Con los parámetros óptimos no hubo picado y se obtuvo Ra = 0,08 µm y Rmax = 0,8 µm (no se indican los valores de partida). El agregado de un 10% de glicerina produjo una mejora en terminación superficial, llevando los valores a Ra = 0,05 µm y Rt = 0,44 µm, aunque con presencia de picado [30].

S-J. Lee, et al (2003) trabajaron con electrolito compuesto por agua, glicerina, ácido sulfúrico y fosfórico. Tiempo de electropulido de 3 a 10 minutos, temperatura de 60 °C y distancia ánodo-cátodo (gap) de 3 a 7 mm. Utilizaron un electrodo de platino. Encontraron que el gap óptimo es de 5 mm, un gap de 7 mm es menos beneficioso, mientras que un gap de 3 mm no permite la renovación de electrolito, impidiendo que la reacción sea continua, lo que lo vuelve perjudicial. El tiempo óptimo de pulido es de 5 min; 3 min no es suficiente y 7 min redondea los bordes sin presentar beneficios extra. La resistencia a la corrosión generalizada aumentó un 60% y a la corrosión localizada un 85%. El proceso de electropulido generó una capa pasivadora rica en cromo. La menor Ra alcanzada fue de 0,02 µm, con un valor de partida de 0,1 µm [31].

T. Hryniewicz et al (2008) trabajaron con una mezcla de ácidos sulfúrico y orto-fosfórico en la zona pasiva y en la transpasiva (bajo evolución de oxígeno). Compararon la rugosidad superficial y la resistencia a la corrosión obtenidas mediante un proceso de electropulido convencional con las obtenidas mediante un proceso de magneto electropulido (electropulido con la presencia de un campo magnético externo). Los ensayos de corrosión se realizaron en solución de NaCl al 3% y en solución de

Ringer. En cuanto a la rugosidad superficial, hallaron que el magnetoelectropulido tiene notorias ventajas sobre el electropulido convencional si se trabaja en la zona transpasiva, mientras que trabajando en la zona pasiva no hay grandes diferencias entre ambos. En cuanto a la resistencia a la corrosión, encontraron que no hay diferencias de comportamiento entre el magnetoelectropulido y el electropulido convencional cuando se trabaja en la zona pasiva. En la zona transpasiva, el electropulido convencional mostró un mejor comportamiento en la solución de NaCl, mientras que el magnetoelectropulido hizo lo propio en la solución de Ringer [32].

G. Herzog, et al (2012) realizaron ensayos de electropulido en cuatro electrolitos distintos: A) 4,5 M H_2SO_4 + 11 M H_3PO_4 , B) 7,2 M H_2SO_4 + 6,5 M H_3PO_4 , C) 6,4 M glicerol + 6,1 M H_3PO_4 y D) 6,1 M H_3PO_4 y evaluaron la influencia de la composición del electrolito, la temperatura y el tiempo de procesamiento. Encontraron que el electrolito A permitió obtener mejores resultados de rugosidad superficial sin presencia de defectos, empleando un valor de tensión de 2,1 V, un tiempo de 10 minutos y una temperatura de 80 °C. Estos parámetros resultaron en una disolución controlada por difusión. El análisis XPS mostró que la superficie electropulida del acero inoxidable se enriqueció en Cr, P, S, O, Mo y Ni [33].

M. Hernando et al (2012), trabajaron con tres electrolitos compuestos por distintos porcentajes de ácidos sulfúrico, fosfórico y crómico. Evaluaron la influencia de la temperatura, el tiempo, la densidad de corriente y la rugosidad de partida. No se observaron grandes diferencias entre los tres electrolitos. El agregado de ácido crómico no produjo mejoras en el proceso. La textura inicial no tuvo impacto sobre la eficiencia del electropulido (se obtuvieron reducciones porcentuales similares para distintos valores de partida). Temperaturas altas mejoraron la performance del electropulido. El tiempo y la densidad de corriente fueron los parámetros de mayor influencia. Con mayores tiempos y densidades de corriente se alcanzaron mayores reducciones porcentuales de rugosidad [34].

R. Rokicki et al (2012) realizaron estudios de electropulido a velocidades de rotación del ánodo muy altas (35000 rev/min) bajo el régimen de evolución de oxígeno y encontraron que no es necesario que haya una capa viscosa en la superficie del ánodo para que se produzca el efecto de pulido. Postulan que la película pasiva de óxido sostenida por una constante evolución suplementaria de oxígeno (productos secundarios de la descomposición del agua en la superficie del ánodo) es la única responsable de un electropulido satisfactorio. Esto se basa en el equilibrio entre la formación y disolución de la película de óxido creada en la superficie del ánodo y constantemente complementada por el oxígeno introducido por la descomposición del agua. Este oxígeno suplementario compensa el papel desempeñado por la capa viscosa en el caso de condiciones de electropulido estancadas moderadamente agitadas. [35].

P.J. Núñez, et al (2013) trabajaron con tres electrolitos compuestos por distintos porcentajes de ácidos sulfúrico, fosfórico y crómico. Evaluaron la influencia de la

temperatura, el tiempo, la densidad de corriente y la rugosidad de partida. Encontraron que tanto la temperatura como la rugosidad de partida no fueron parámetros de peso en la variación de rugosidad obtenida. Los mejores resultados se obtuvieron con una temperatura de 35 °C y con un electrolito con un 35% de ácido sulfúrico y 45% de ácido fosfórico. El tiempo y la densidad de corriente fueron los parámetros que más afectaron el rendimiento del electropulido. Un tiempo de electropulido de 25 minutos y una densidad de corriente de 48 A/dm² produjeron los mejores resultados. Por encima de estos valores el proceso se estabilizó y no se consiguieron mejoras adicionales. El agregado de ácido crómico tampoco produjo mejoras adicionales [1].

S.Habibzadeh, et al (2014) estudiaron el efecto del electropulido en la resistencia a la corrosión y la biocompatibilidad. Trabajaron con un electrolito compuesto por 10% agua, 20% de ácido sulfúrico, 60% ácido fosfórico y 10% glicerol. Tiempo de electropulido de 3 minutos, temperatura entre 65 y 70 °C, y tensiones de 2,5; 4 y 10 V. Encontraron que el proceso de electropulido mejoró notablemente la terminación superficial de las piezas, obteniendo la menor rugosidad superficial con 4 V ($R_a = 0,077 \mu\text{m}$) aunque la resistencia a la corrosión y la biocompatibilidad es muy superior para el proceso efectuado a 10 V, desplazando el inicio de formación de pits hacia potenciales anódicos más altos, disminuyendo la trombogenicidad y aumentando el potencial de endotelización. Se encontró que las capas pasivadoras en las superficies electropulidas resultaron enriquecidas en cromo y de mayor espesor en relación a las capas crecidas naturalmente en las superficies sin tratar [2].

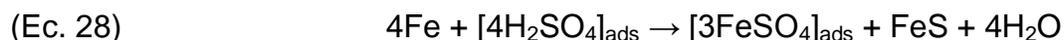
K.Rokosz et al (2015), trabajaron con un electrolito compuesto por ácido nítrico, ácido sulfúrico y ácido fosfórico en proporción 1:1:1, temperatura de 60 °C y densidad de corriente de 0,5 A/cm², Estudiaron la composición de la capa pasiva mediante XPS. Concluyeron que la capa pasiva está compuesta por distintas especies, entre las que se encuentran $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, Cr_2O_3 , $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$, CrPO_4 y CrO_3 y que el número equivalente de resistencia al pitting (PREN) en la capa pasiva es mayor a 20 [36].

C. Rotty, et al (2016) trabajaron con un electrolito compuesto por 20% agua, 35% de ácido sulfúrico y 45% ácido fosfórico. Tiempo de electropulido de 20 minutos, temperaturas de 35 y 70 °C, voltajes entre 1,5 y 2,2 V. Compararon el comportamiento de un acero inoxidable AISI 316L convencional y uno obtenido mediante manufactura aditiva láser (ALM) y encontraron que el voltaje óptimo del proceso de electropulido para ambos materiales y ambas temperaturas de trabajo se ubica al final del plateau de comportamiento pasivo. En ambos materiales se obtuvieron superficies suaves y brillantes, pero las mayores reducciones de rugosidad se dieron en la variante ALM. Este comportamiento lo atribuyen a diferencias en la morfología superficial entre ambos materiales [37].

K.A. Ilman et al (2017) trabajaron con un electrolito compuesto por agua y ácido sulfúrico en proporción 3:1. Tiempo de electropulido entre 2 y 6 minutos, temperatura entre 35 y 45 °C, y voltaje entre 1,5 y 6 V. Distancia ánodo-cátodo de 15 mm. Estudiaron 45 probetas con una R_a inicial de entre 45 y 55 μm . Se encontraron

diferentes resultados para cada combinación de parámetros. El mejor proceso de electropulido produjo una reducción porcentual de la rugosidad superficial del 16,8%, y el peor un aumento del 17,71%. La combinación de parámetros recomendada es un voltaje de 3 V, una temperatura de 35 °C y un tiempo de 4 minutos [4].

Z. Rahman, et al (2017) trabajaron con dos electrolitos: uno compuesto por ácido fosfórico y ácido sulfúrico en una proporción 7:3, con el que trabajaron sobre el potencial de evolución de oxígeno (EPO). El otro electrolito estaba compuesto por metanol y ácido sulfúrico en proporción 1:3, con el que trabajaron por debajo del potencial de evolución de oxígeno (EPBO). El tiempo de electropulido fue de 5 minutos, la temperatura para el proceso EPO fue de 60 °C y para el EPBO de 25 °C, el voltaje fue de 10 V en ambos casos. Como resultado, el proceso EPBO arrojó la mayor resistencia a la corrosión, la menor energía superficial y la menor rugosidad. La mayor resistencia a la corrosión del proceso EPBO fue relacionado con la presencia de especies OH, Cr(III), Fe(0), Fe(II) y Fe(III) en la superficie, ya que estas especies aseguraron la existencia de una película de óxido pasivo relativamente uniforme. El proceso EPBO también proporcionó la polaridad fraccional más baja, lo que resultó beneficioso para la proliferación celular y para aumentar la bioactividad de la superficie. En adición, indicaron las reacciones que pueden ocurrir en la superficie del ánodo durante el electropulido, las cuales se indican a continuación [38]:



3.7.2. Antecedentes propios

Los antecedentes propios del grupo de investigación donde se realizó el presente proyecto se resumen a continuación:

R. Castro y P. Grasso (2017) estudiaron la factibilidad del proceso de electropulido como alternativa al pulido mecánico actualmente utilizado. Para su estudio, se realizaron ensayos sobre acero inoxidable AISI 316L de dos calidades metalúrgicas, clasificadas según el grado inclusionario. Se utilizaron dos electrolitos: una solución de ácido sulfúrico, ácido fosfórico y agua; y otra solución de ácido perclórico y alcohol. Para cada uno de los electrolitos utilizados, los parámetros del proceso fueron distintos. Los resultados mostraron que el proceso de electropulido para un acero AISI 316L de buena calidad metalúrgica ofrece una alternativa posible al pulido mecánico. Esta afirmación se basa en el hecho que se logró disminuir la rugosidad superficial y mantener el picado dentro de valores admisibles; además, se redujeron las tensiones residuales superficiales que presentaba el material luego de someterlo a un pulido manual, y aumentó la resistencia a la corrosión. Comparando los resultados obtenidos

mediante uno u otro electrolito, se concluyó que las muestras electropulidas con la solución de ácido sulfúrico y fosfórico presentaron resultados más favorables [39].

I. Carro (2019), analizó las características superficiales y la resistencia a la corrosión de probetas de acero inoxidable AISI 316L electropulidas en equipamiento industrial. Trabajó con un electrolito compuesto por 35% de ácido sulfúrico, 45% de ácido fosfórico y 20% de agua. Efectuó ensayos de electropulido sobre probetas con distintas geometrías (prismáticas y de revolución), tamaños y rugosidades iniciales. Evaluó también la influencia de los parámetros del proceso de electropulido (voltaje, temperatura, tiempo, material del cátodo y distancia al mismo) y halló sus valores óptimos. Concluyó que un voltaje de entre 4,3 y 4,5 V, un tiempo de 15 minutos, una temperatura de 30 °C y una distancia ánodo-cátodo de entre 5 y 6 cm produjeron los mejores resultados. La utilización de cátodos de acero inoxidable en lugar de cátodos de cobre, permitió la obtención de superficies con menor rugosidad. El electropulido produjo la eliminación de la capa superficial deformada y, en caso de estar presente, de la fase martensita. Esto se tradujo en una disminución de la dureza superficial. La resistencia a la corrosión del acero inoxidable AISI 316L luego del proceso de electropulido no mostró cambios significativos. Para el caso de ensayos sobre probetas de revolución, obtuvo una mayor homogeneidad en los valores de los parámetros de rugosidad y ondulación al utilizar un cátodo cilíndrico concéntrico con la probeta, en lugar de cátodos planos [40].

Cabe aclarar que en ambos trabajos se trabajó en la zona de comportamiento transpasivo, evitando potenciales muy cercanos al de evolución de oxígeno para minimizar el riesgo de picado.

4. Objetivos

El objetivo general del presente trabajo es evaluar la topografía superficial y el comportamiento a la corrosión de probetas de acero inoxidable AISI 316L electropulidas en una solución de ácido sulfúrico y metanol.

Teniendo en cuenta el objetivo general, surgen los siguientes objetivos específicos:

- Determinar la topografía superficial de las probetas antes del electropulido;
- Evaluar la influencia de los parámetros del proceso de electropulido (voltaje, temperatura, tiempo, y distancia del cátodo) en los valores de rugosidad obtenidos y encontrar sus valores óptimos;
- Determinar la topografía superficial de las probetas electropulidas empleando las condiciones de procesamiento óptimas;
- Evaluar el comportamiento a la corrosión en medios salinos de las probetas antes y después del electropulido.

5. Procedimiento experimental

5.1. Caracterización del material de partida

Se utilizó como material de partida un recorte de chapa de acero inoxidable AISI 316L de 1/4" de espesor. En un trabajo final previo se determinó la composición química del recorte de chapa empleando un espectrómetro de emisión óptica con excitación por chispa [40] y se la comparó con las especificaciones de la norma ASTM A240/A240M [41]. En la Tabla 6 se muestran la composición normalizada y la obtenida para el material en estudio, donde puede verse que el mismo corresponde efectivamente con un AISI 316L.

Tabla 6. Composición química del AISI 316L establecida por la norma ASTM A240/A240M y del material en estudio

Referencia	Elemento (% en peso)							
	Cr	Ni	Mo	C	Si	P	S	Mn
ASTM A240/A240M	16-18	10-14	2-3	0,03 máx.	0,75 máx.	0,045 máx.	0,03 máx.	2 máx.
Material en estudio	16,9	10	2,14	0,012	0,56	0,03	<0,01	1,32

5.2. Preparación de las probetas

Las probetas se cortaron desde el recorte de chapa con amoladora, con dimensiones de 2,6 x 4 cm² aproximadamente. Luego, se procedió a una terminación de las mismas por pulido manual utilizando tela esmeril de grano 50.

5.3. Preparación de los ensayos de electropulido

Para la selección del electrolito se tuvieron en cuenta los antecedentes bibliográficos ya que se buscó trabajar, en principio, en la zona de comportamiento pasivo del material y con tiempos de procesamiento máximos de 15 minutos. Si bien el electrolito formado por una solución de ácido sulfúrico, ácido fosfórico y agua es el más extensamente utilizado para el electropulido de aceros inoxidables, generalmente, se debe trabajar en la zona transpasaiva para obtener un buen efecto de pulido en tiempos reducidos. Sin embargo, Z. Rahman, et al (2017) reportaron una reducción significativa de la rugosidad superficial utilizando una solución compuesta por una parte de metanol y tres partes de ácido sulfúrico al 93%. Por lo tanto, para la realización del presente proyecto

se decidió trabajar con el mencionado electrolito, preparado a partir de metanol absoluto calidad pro análisis (valoración mínima 99.8%) y ácido sulfúrico también calidad pro análisis (valoración 95-98%) [37].

En la Fig. 32 se detalla un esquema del sistema de electropulido utilizado para la puesta a punto de los ensayos:

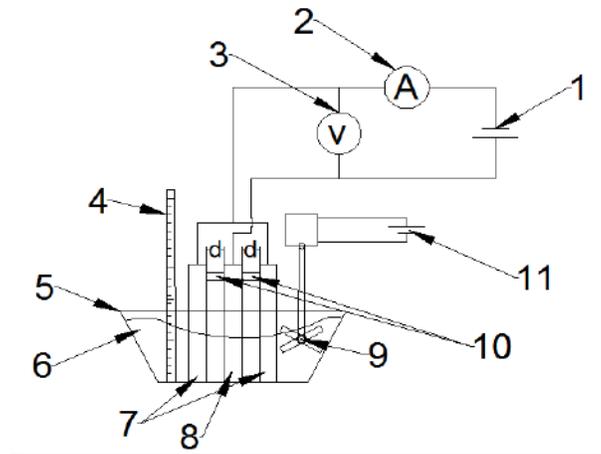


Fig. 32. Configuración inicial de los ensayos de electropulido y polarización

Instrumentos:

1. Fuente de alimentación;
2. Multímetro conectado como amperímetro;
3. Multímetro conectado como voltímetro;
4. Termómetro;
5. Recipiente;
6. Electrolito;
7. Cátodos;
8. Ánodo (material a electropulir);
9. Agitador;
10. Separadores entre ánodo y cátodos de distintos espesores;
11. Fuente de alimentación del agitador.

Se utilizó una fuente industrial marca Argentonix perteneciente a la firma Redox NEO S.A. la cual, en la configuración utilizada, entrega valores de hasta 15 A y 26 V de corriente continua. Inicialmente se tomaron las mediciones de voltaje y corriente con dos multímetros UNI-T UT33D+ conectados mediante pinzas cocodrilos al sistema y las mediciones de temperatura con un termómetro de alcohol Galileo ntp-720. En la Tabla 7 se muestran los rangos y exactitud de medición de los multímetros UNI-T UT33D+ [42]:

Tabla 7. Rangos y exactitud multímetro BAW UT33D+.

Especificaciones	Rango	UT33D+
Voltaje CC (V)	200mV/2V/20V/200V/600V	$\pm(0.5\%+2)$
Voltaje CA (V)	200V/600V	$\pm(1.2\%+3)$
Corriente CC (A)	2000 μ A/20mA/200mA/10A	$\pm(1\%+2)$
Resistencia (Ω)	200 Ω /2k Ω /20k Ω /200k Ω /20M Ω /200M Ω	$\pm(0.8\%+2)$

Los multímetros no poseen fusible de protección al medir corriente continua y el fabricante recomienda no exponerlos más de 10 segundos a corrientes del orden de los 10 A. Los rangos de medición del termómetro de alcohol Galileo ntp-720 van de 0 a 55 °C con la mínima división de escala de 0,5 °C. El recipiente plástico tiene unas medidas de 150 x 100 x 75 mm³. El electrolito fue preparado en un matraz de vidrio y está compuesto por 75% ácido sulfúrico y 25% metanol en volumen. Para los cátodos se utilizaron 2 materiales: cobre y acero inoxidable AISI 316L. El ánodo son las muestras de AISI 316L. El agitador es de polímero alimentado por un motor eléctrico de corriente continua. Para mantener la distancia entre los electrodos se utilizaron separadores de polímero con espesores fijos. La fuente del agitador es una fuente variable que va de 0 a 24 V de corriente continua, lo que permite controlar la velocidad de giro del motor.

Antes de comenzar con los ensayos de electropulido propiamente dichos se realizaron ensayos de polarización potenciodinámica en la solución de metanol y ácido sulfúrico bajo distintas condiciones para determinar si el material posee o no una región de comportamiento pasivo (curvas características) y los valores de tensión/corriente a emplear.

Luego de la realización de una serie de ensayos de polarización se notó que la corriente podía alcanzar valores cercanos a los 10 A, peligrosos para el multímetro que la medía. Además, la temperatura llegaba a superar los 55 °C (rango límite del termómetro). Por lo que el multímetro que medía corriente se cambió por una pinza amperométrica UNI-T modelo UT210D que puede medir hasta 20 A con una resolución de 10 mA y una precisión $\pm(2\%+3)$ [43] y el termómetro se cambió por uno de alcohol Luft Germany con rango de -10 a 110 °C con divisiones de 0,5 °C.

Por otro lado, para poder controlar la temperatura durante los ensayos se configuró un intercambiador de calor con un recipiente enfriador. La Fig. 33 muestra la configuración final del equipo:

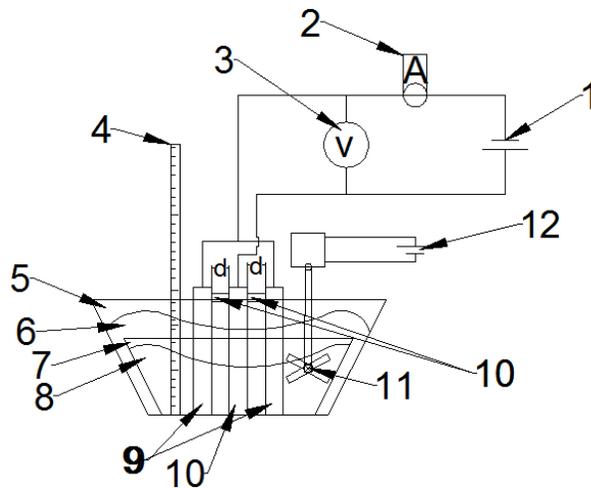


Fig. 33. Configuración final de los ensayos de electropulido y polarización

Instrumentos:

1. Fuente de alimentación;
2. Pinza amperométrica;
3. Multímetro conectado como voltímetro;
4. Termómetro;
5. Recipiente para control de temperatura;
6. Agua de refrigeración;
7. Recipiente de electrolito;
8. Electrolito;
9. Cátodos;
10. Ánodo (material a electropulir);
11. Agitador;
12. Separadores entre ánodo y cátodos de distintos espesores;
13. Fuente de alimentación del agitador.

5.4. Realización de ensayos de electropulido

Una vez definido el electrolito, el arreglo experimental y los rangos de tensión/corriente, temperatura y distancia ánodo-cátodo a utilizar, se efectuaron ensayos de electropulido sobre las probetas de AISI 316L terminadas por pulido manual. Se evaluó la influencia de la variación de los parámetros del proceso (temperatura, tiempo, material del cátodo y distancia al mismo) dentro de los rangos establecidos sobre las características superficiales de las probetas electropulidas.

5.5. Caracterización superficial de las probetas

Se caracterizó la superficie del material mediante perfilometría de contacto y observación en microscopio antes y después de los ensayos de electropulido.

Se utilizó un perfilómetro de contacto Taylor Hobson Surtronic 3+ con una longitud de medición (L_m) de 4 mm, que se corresponde con un cut-off de 0,8 mm. El filtrado de los perfiles de rugosidad y ondulación y la determinación de parámetros se realizó utilizando el software TalyMap Gold. Los parámetros analizados fueron la desviación media aritmética del perfil de rugosidad (R_a), la altura total del perfil de rugosidad (R_t) y la altura total del perfil de ondulación (W_t). Se utilizó también un microscopio óptico Olympus G7 equipado con un sistema de captura digital de imágenes.

5.6. Ensayos de corrosión

Se realizaron ensayos de resistencia a la polarización lineal (R_p), de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) y de polarización potenciodinámica (PP). Se utilizó un potenciostato Gamry 1010E. Los ensayos se realizaron en una solución acuosa de NaCl al 3.5% a temperatura ambiente. Todos los ensayos se realizaron en una celda de tres electrodos. Se utilizó alambre de platino como contra electrodo, Calomel saturado como electrodo de referencia y probetas de AISI 316L sin electropulir y electropulidas como electrodos de trabajo. La Fig. 34 muestra la configuración de la celda electroquímica. El orificio de la base de la celda que permite el contacto entre la solución y la probeta a ensayar posee un o-ring que actúa como sello y deja un área expuesta de $0,41 \text{ cm}^2$.

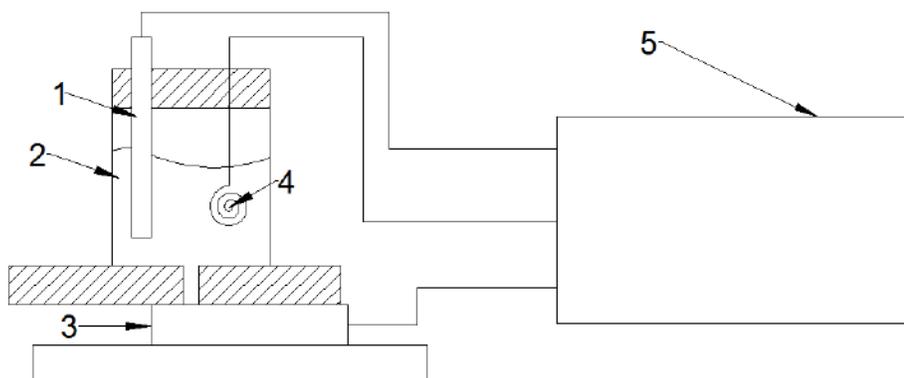


Fig. 34. Configuración de los ensayos de corrosión

Instrumentos:

1. Electrodo de referencia (Calomel saturado);
2. Solución (NaCl 3,5%);
3. Electrodo de trabajo (probeta AISI 316L);
4. Contraelectrodo (Platino);
5. Potenciostato.

Los ensayos se efectuaron en el siguiente orden:

1. Estabilización de potencial durante 30 minutos;
2. Ensayo de R_p ;
3. Estabilización de potencial durante 5 minutos;
4. Ensayo de EIS;
5. Estabilización de potencial durante 5 minutos;
6. Ensayo de polarización potenciodinámica.

A continuación, se especifican los detalles experimentales para cada tipo de ensayo en particular.

5.6.1. Ensayos de resistencia a la polarización lineal (R_p)

Se hizo un barrido de tensión desde $-0,02$ V a $0,02$ V, respecto al potencial de corrosión, con una velocidad de barrido de $0,1$ mV/s. El valor de R_p fue obtenido, como se explicó en la sección 3.6.2, a partir de la curva potencial vs. densidad de corriente.

5.6.2. Ensayos de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)

Se hizo un barrido de frecuencias desde 100000 a $0,02$ Hz con una amplitud de onda de $0,08$ V. Para el ajuste de los espectros de impedancia se utilizó el software Zview. El circuito equivalente que proporcionó un mejor ajuste fue el correspondiente a una superficie con capa pasiva, tal como muestra la Fig. 35.

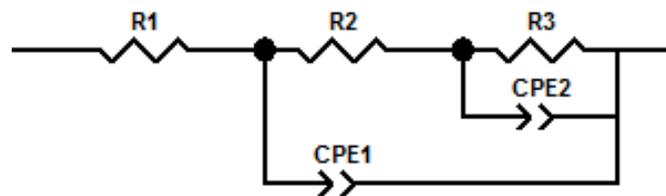


Fig. 35. Circuito equivalente para EIS

Representando, R1 la resistencia de la solución; R2 la resistencia al paso de electrones en los defectos de la capa pasiva (poros), CPE1 la pseudo-capacidad de la doble capa electroquímica que se forma entre la capa pasiva y la solución; CPE2 la pseudo-capacidad de la doble capa electroquímica que se forma entre el metal base y la solución y R3 la resistencia al paso de electrones en la interfaz metal base – solución (transferencia de carga).

Se utilizaron elementos de fase constante (CPE) para representar capacitores con pérdidas o no ideales. La impedancia de un CPE está dada por la siguiente expresión:

$$(Ec. 30) \quad Z_{CPE} = \frac{1}{Q(j\omega)^\alpha}$$

Donde α es un exponente que representa el grado de desviación respecto a un capacitor ideal. Cuando α es igual a 1, el CPE se comporta como un capacitor ideal y Q representa la capacidad de la interfaz. Cuando α es igual a 0, el CPE se comporta como una resistencia con $R = 1/Q$. En general, α adopta valores entre 0 y 1 y Q ya no representa una capacidad. Por este motivo, diversos investigadores han estudiado la relación entre los parámetros de un CPE y la capacidad efectiva de la interfaz, y han establecido ciertas ecuaciones. Entre ellas, se puede mencionar la ecuación de Burg [44]:

$$(Ec. 31) \quad Cef_{CPE} = Q^{1/\alpha} R^{1-\alpha/\alpha}$$

Dónde:

Cef_{CPE} : capacidad efectiva del CPE

Q: pseudo-capacidad del CPE

α : exponente del CPE

R: Resistencia óhmica asociada al CPE

5.6.3. Ensayos de polarización potenciodinámica

Para los ensayos de polarización se estableció como tensión de partida un valor de -0.15 V respecto al potencial de corrosión y se continuó por la rama catódica hasta alcanzar un potencial que proporcionara una densidad de corriente de 180 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Se utilizó una velocidad de barrido de 1mV/s. Se obtuvo la corriente de corrosión (i_{corr}) y el potencial de corrosión (E_{corr}) mediante la extrapolación de Tafel, como se explicó en la sección 3.6.1.

6. Resultados y discusión

6.1. Determinación de curvas características

Una vez preparado el electrolito, se procedió a hacer ensayos de polarización para caracterizar el sistema y conocer bajo qué condiciones se podían alcanzar tensiones/corrientes óptimas para electropulir. Para el electrolito nuevo se observó que las densidades de corriente alcanzadas eran muy bajas, incluso para distancias ánodo-cátodo muy pequeñas, y que las probetas no presentaban cambios en cuanto a su topografía. En la Fig. 36 se muestra la curva obtenida para una distancia ánodo-cátodo de 1 cm.

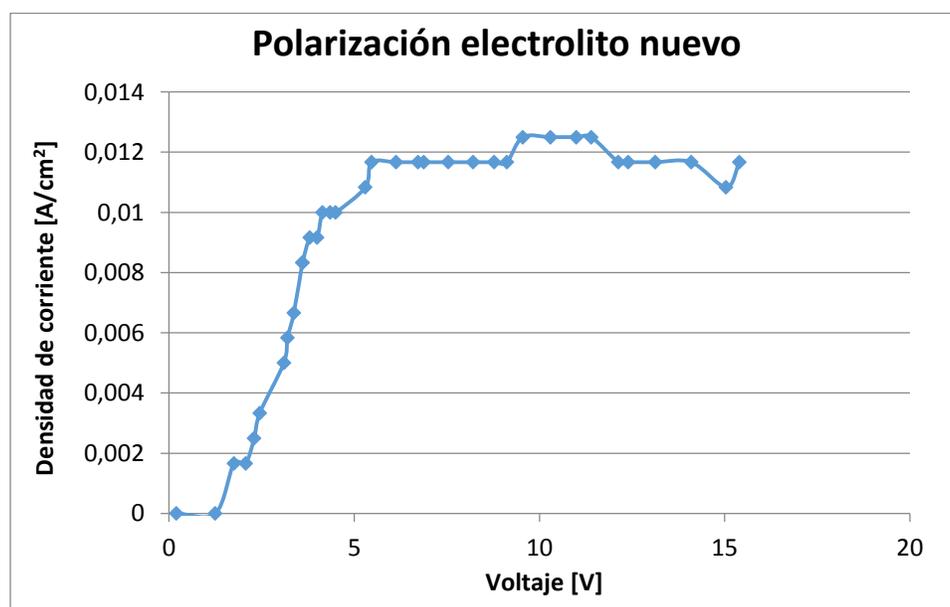


Fig. 36. Ensayo de polarización electrolito nuevo

A medida que se relevaban las curvas tensión-corriente para distintas distancias y temperaturas por tiempos de hasta 30 minutos se observó que el electrolito, que inicialmente era transparente, iba tomando un tinte más verdoso aunque las densidades de corriente seguían manteniéndose muy bajas. Repentinamente, en el intento número nueve se generó un burbujeo intenso y gran aumento de corriente y temperatura. La solución adquirió un tinte verde-azulado intenso (Fig. 37) y se observó un cambio en la topografía de la probeta, la cual adquirió una terminación más especular, propia del proceso de electropulido.

En el último ensayo se debieron cambiar los instrumentos de medición de corriente y de temperatura ya que se superaron los valores que estos podrían soportar. A los 5 minutos se tuvo que desconectar el multímetro que medía corriente y a los 15 minutos se detuvo el ensayo porque se excedía la temperatura que el termómetro podía medir sin romperse.

De acuerdo a lo postulado por Z. Rahman, et al [38], color verde-azulado de la solución puede deberse a la presencia de compuestos de Fe^{2+} en un medio ácido, más precisamente, a la presencia de sulfato ferroso, FeSO_4 (Ec. 28).



Fig. 37. Electrolito verde-azulado

Luego de una serie de ensayos en lo que se intercambió el material del cátodo, utilizando cobre o acero inoxidable, sin diferencias entre los resultados, se estableció que se necesitan corrientes superiores a $0,6 \text{ A/cm}^2$ para obtener las rugosidades buscadas en menos de 15 minutos e inferiores a 1 A/cm^2 ya que corrientes más elevadas dificultan el control de la temperatura. Lamentablemente el electrolito sufrió una contaminación con agua antes de comenzar con los ensayos de electropulido propiamente dichos, por lo que se procedió a generar más solución.

Se procedió a envejecer la solución aplicando un voltaje de 10 V, una distancia de 3 cm entre electrodos y una temperatura de $25 \text{ }^\circ\text{C}$ buscando el color verde-azulado intenso alcanzado en primer electrolito. Luego 240 minutos aproximadamente, el electrolito tomó un color amarronado muy diferente al verde del primer electrolito (Fig. 38). Se estima que puede deberse a:

- Una contaminación de la solución, ya que al mezclar ambos componentes (ácido sulfúrico y metanol) se genera una reacción exotérmica muy violenta y para preparar el segundo electrolito se utilizó un recipiente plástico en lugar de uno de vidrio como en el primer caso;

- La presencia de compuestos de Fe^{3+} en solución en lugar de compuestos de Fe^{2+} , más precisamente sulfato férrico, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ (Ec. 29), de acuerdo a lo postulado por Z. Rahman, et al [38].



Fig. 38. Electrolito amarronado

Se realizaron una serie de ensayos en el electrolito amarronado y si bien se alcanzaron densidades de corriente entre $0,6$ y 1 A/cm^2 , se notó que las burbujas que se generan durante el proceso quedaban atrapadas en el ánodo. Esto hizo que se produzca picado en la superficie de las probetas sin importar la distancia entre electrodos o el agitado.

En la Fig. 39 se muestra un ensayo de polarización realizado con una velocidad de barrido de 30 mV/s , con una distancia de 5 cm entre electrodos y una temperatura inicial de $43 \text{ }^\circ\text{C}$ y final de $46 \text{ }^\circ\text{C}$.

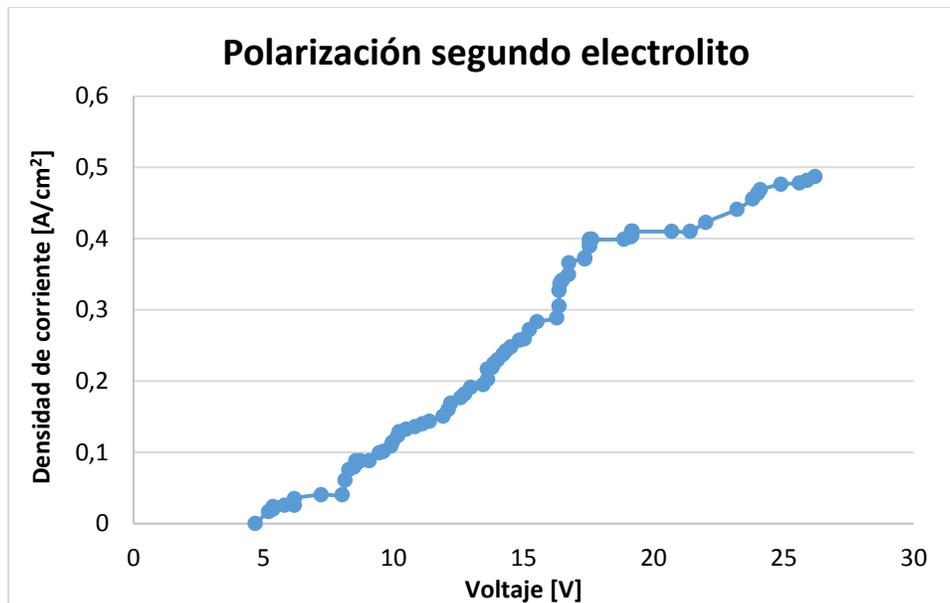
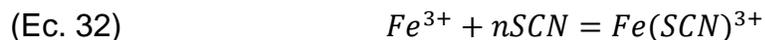


Fig. 39. Ensayo de polarización segundo electrolito

Existen diversas técnicas cualitativas y cuantitativas para detectar la presencia de iones Fe^{3+} en una solución. Entre las técnicas cualitativas, se puede mencionar el agregado de solución de tiocianato de amonio, $SCN(NH_4)_2$, ya que los iones férricos en presencia de iones tiocianato dan lugar a la formación de complejos intensamente coloreados de rojo de acuerdo a la siguiente reacción [45], [46]:



Donde $n=1, 2, 3, 4, 5, 6$.

Comparando la intensidad del color de la solución de concentración desconocida con los colores de una serie de soluciones estándar, con concentraciones conocidas de Fe^{3+} , se puede estimar la concentración de hierro en la misma.

Entre las técnicas cuantitativas, se puede mencionar la espectrofotometría UV-visible [47]. Esta técnica se basa en que las moléculas absorben las radiaciones electromagnéticas y a su vez que la cantidad de luz absorbida depende de forma lineal de la concentración.

Cuando la luz visible o UV es absorbida por una molécula se origina un salto desde un estado energético basal o fundamental a un estado de mayor energía (estado excitado). Además, sólo se absorberá la energía que permita el salto al estado excitado. Cada molécula tiene una serie de estados excitados (o bandas) que la distingue del resto de moléculas. Como consecuencia, la absorción que presenta una molécula a distintas longitudes de onda (es decir, su espectro de absorción) constituye una señal de identidad de la misma.

La absorción de radiación electromagnética por parte de una solución puede ser empleada para la determinación de la concentración de la misma. Este fenómeno es interpretado por la Ley de Lambert y Beer que establece que la absorbancia de una solución es directamente proporcional a la concentración de la misma:

$$(Ec. 33) \quad A = \log \left(\frac{I_0}{I} \right) = \varepsilon \cdot b \cdot c$$

Dónde:

A = absorbancia de la solución

I_0 = intensidad de la radiación incidente

I = intensidad de la radiación transmitida

ε = absorptividad molar o coeficiente de extinción (característico de cada sustancia)

b = camino óptico

c = concentración de la solución

Si bien en INTEMA se cuenta con los materiales y equipamiento requeridos para aplicar las técnicas mencionadas, al momento del desarrollo del presente trabajo no se pudo hacer uso de las mismas debido a las restricciones de acceso que regían por la pandemia de COVID-19.

Para poder avanzar en el desarrollo del proyecto se preparó un nuevo electrolito utilizando un recipiente de vidrio. Se procedió a envejecer la solución aplicando un voltaje de 10 V, una distancia de 2 cm entre electrodos y una temperatura de 30 °C buscando el color verde-azulado intenso alcanzado en primer electrolito. Nuevamente, luego de 240 minutos aproximadamente, se alcanzó un verde-azulado intenso igual al del primer electrolito.

Con el electrolito envejecido se relevaron curvas de polarización utilizando distancias ánodo-cátodo de 3, 5 y 7 cm, temperaturas de 25, 45 y 60 °C y densidades de corriente de 0,6, 0,8 y 1 A/cm² para determinar las condiciones de ensayo óptimas. En todos los casos se utilizó una velocidad de barrido de aproximadamente 30 mv/s. Se eligió 3 cm como mínima distancia porque con distancias menores es difícil la manipulación de los electrodos y hay riesgo que se toquen generando un cortocircuito. Se eligió 7 cm como la máxima distancia debido a que es lo que el tamaño del recipiente permite. Como temperatura mínima se eligió 25 °C debido a que era el mínimo valor que se podía alcanzar con el sistema de refrigeración empleado. La temperatura máxima de 60 °C se escogió debido a que a mayores temperaturas el electrolito comienza a emanar vapores tóxicos. Los ensayos se hicieron con cátodo de acero inoxidable 316L.

En la Fig. 40 se muestran las curvas de polarización obtenidas para una distancia ánodo-cátodo de 3 cm.

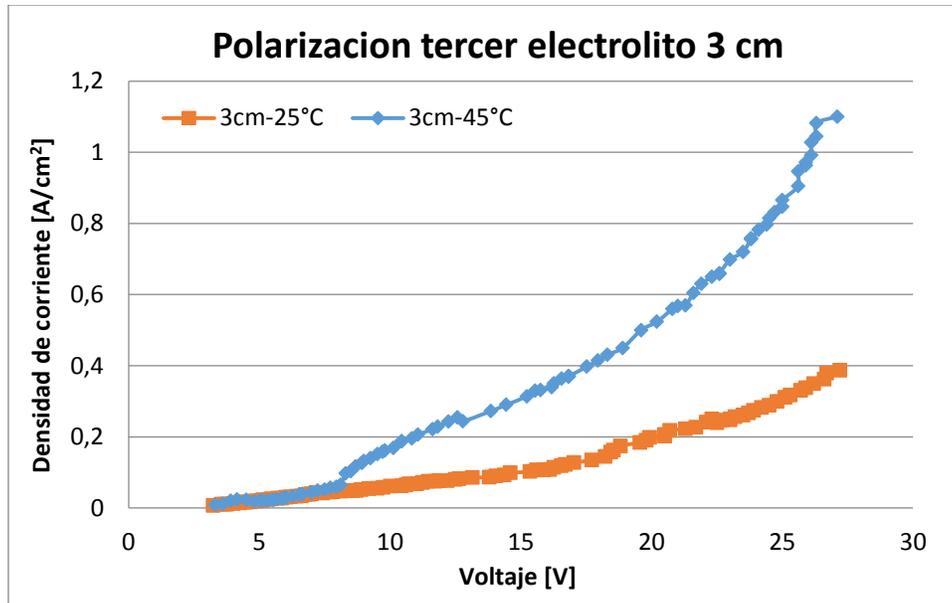


Fig. 40. Ensayos de polarización tercer electrolito a 3 cm de distancia entre ánodo y cátodo

Puede notarse que a 25 °C no se alcanza el valor mínimo requerido de 0,6 A/cm² necesario para poder hacer un buen electropulido en un máximo de 15 minutos, por lo que se descartaron los ensayos pensados para esta temperatura a 5 y 7 cm de distancia. A 45 °C se supera la máxima densidad de corriente buscada de 1 A/cm², por lo que se estima que a 60 °C se alcanzará con mayor facilidad y se decide no hacer el ensayo.

En la Fig. 41 se muestran las curvas de polarización obtenidas para una distancia ánodo-cátodo de 5 cm.

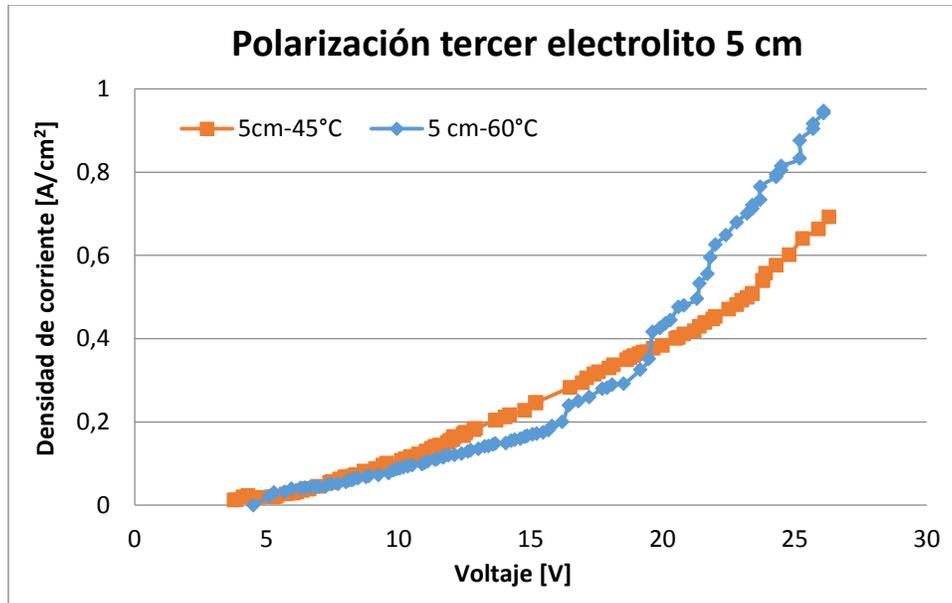


Fig. 41. Ensayos de polarización tercer electrolito a 5 cm de distancia entre ánodo y cátodo

Puede notarse que a 45 °C se alcanza el valor mínimo requerido de 0,6 A/cm² necesario para poder hacer un buen electropulido en un máximo de 15 minutos muy cerca del potencial máximo de la fuente. Por otro lado, a 60 °C se logran alcanzar valores muy cercanos a la máxima densidad de corriente buscada de 1 A/cm².

En la Fig. 42 se muestran las curvas de polarización obtenidas para una distancia ánodo-cátodo de 7 cm.

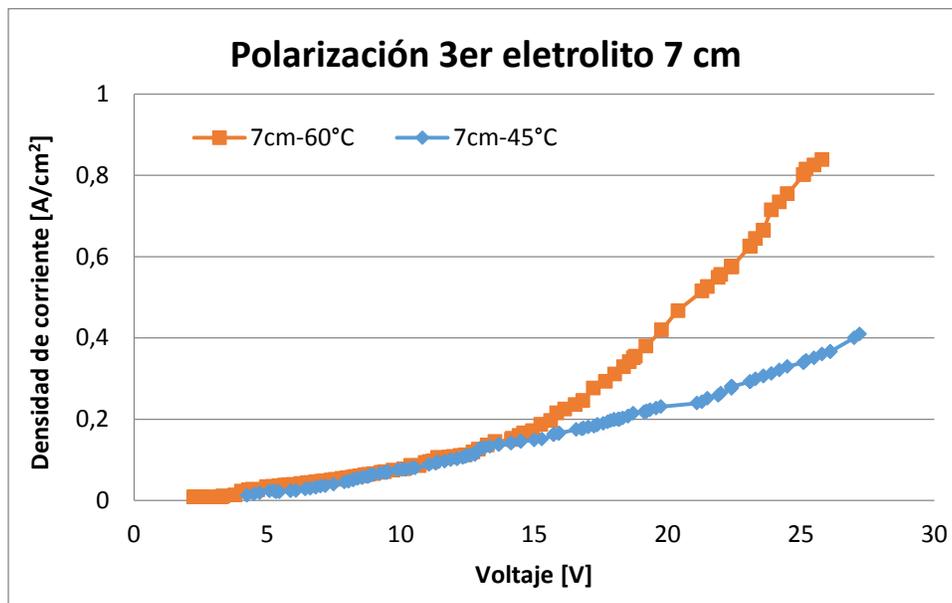


Fig. 42. Ensayos de polarización tercer electrolito a 7 cm de distancia entre ánodo y cátodo

Puede verse que con 45 °C no se alcanzó el valor mínimo requerido de densidad de corriente y que con 60 °C se alcanzó un valor de 0,8 A/cm² aproximadamente.

En la Fig. 43 se comparan las curvas de polarización obtenidas para las distintas distancias ánodo-cátodo y temperaturas analizadas.

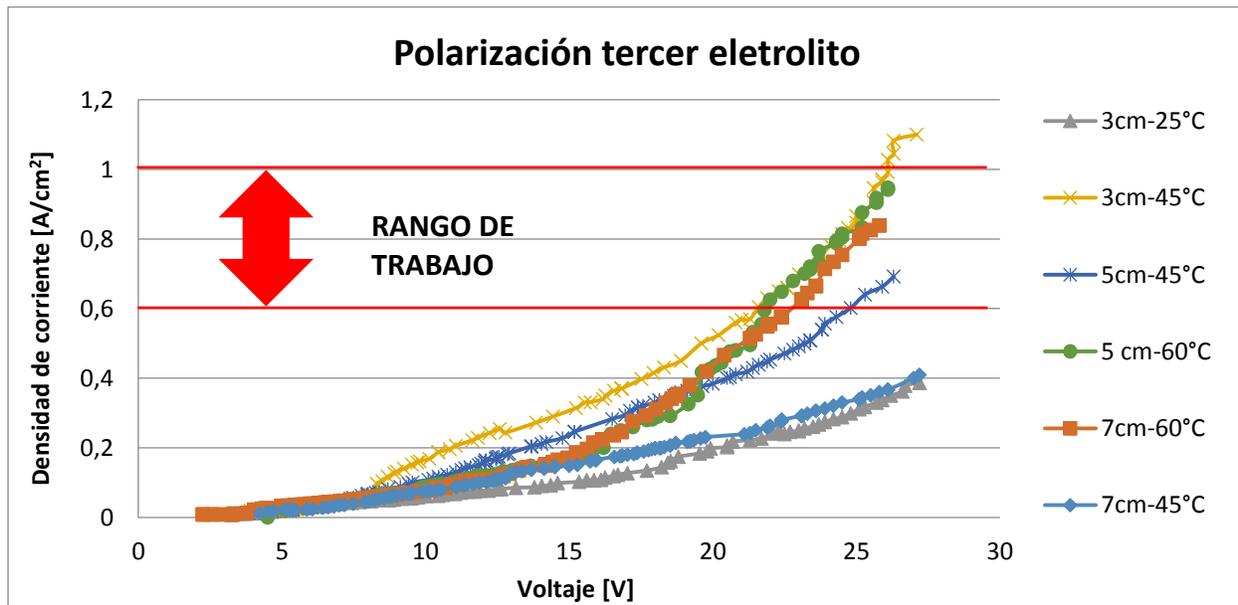


Fig. 43. Comparación de los ensayos de polarización efectuados a distintas distancias y temperaturas

Puede verse que a medida que se aumenta la distancia de separación entre ánodo y cátodo se requiere aumentar la temperatura de trabajo para disminuir la energía de activación de las reacciones. En la Figura 44 se comparan curvas tensión-corriente para las tres condiciones de electrolito analizadas utilizando parámetros de trabajo comparables.

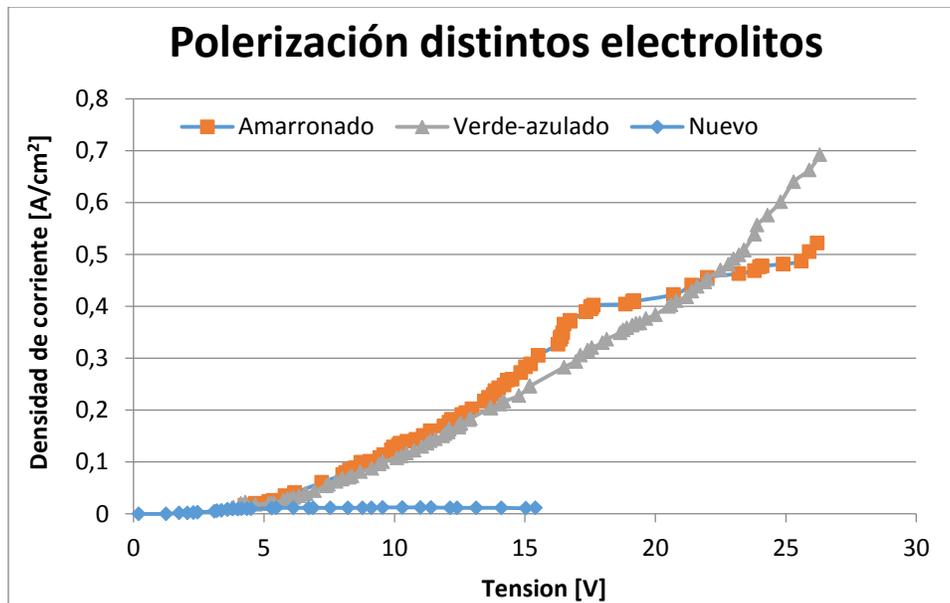


Fig. 44. Ensayos de polarización potenciodinámica en los distintos electrolitos

Puede observarse que el electrolito nuevo cuenta con una gran resistividad que hace que la corriente que circula por el sistema sea muy baja y, de este modo, evita que se produzca el electropulido. Por otro lado, los electrolitos envejecidos permiten alcanzar una densidad de corriente superior a $0,6 \text{ A/cm}^2$, para poder hacer un buen electropulido en un máximo de 15 minutos. Sin embargo, el electrolito amarronado evita que las burbujas de gas que se generan durante el proceso escapen de la superficie del ánodo produciendo picado. Puede verse, además, que el electrolito amarronado parece tener un plateau (o corriente límite) entre 15 y 25 V aproximadamente, característica que no se observa en el electrolito verde-azulado.

Teniendo en cuenta la similitud en las curvas tensión-corriente de los electrolitos envejecidos que presentan distinta coloración y el efecto de la presencia de F^{3+} en el electrolito vista en la revisión bibliográfica (sección 3.2.5.5), es necesario aclarar que se requieren estudios adicionales para determinar las causas de la diferencia de comportamiento observada para las dos tonalidades de electrolitos envejecidos obtenidas.

6.2. Ensayos de electropulido y caracterización superficial

A partir de los datos extraídos de los ensayos de polarización preliminares se diagramaron los ensayos de electropulido que se muestran en la Tabla 8.

Tabla 8. Ensayos de electropulido diagramados.

Densidad de corriente [A/cm ²]	Temperatura [°C]	Distancia ánodo-cátodo [cm]
0,6	45	3 y 5
	60	3, 5 y 7
0,8	45	3
	60	3, 5 y 7
1	45	3
	60	3

A continuación se detallan los resultados de los ensayos de electropulido.

6.2.1. Densidad de corriente 0.6 A/cm²

6.2.1.1. Temperatura de 45 °C

6.2.1.1.1. Distancia ánodo-cátodo de 3 cm

La Fig. 45 muestra la evolución de la tensión, la densidad de corriente y la temperatura para una duración del ensayo de 15 minutos. Puede verse que para mantener la densidad de corriente en el valor deseado se debió reducir la tensión gradualmente.

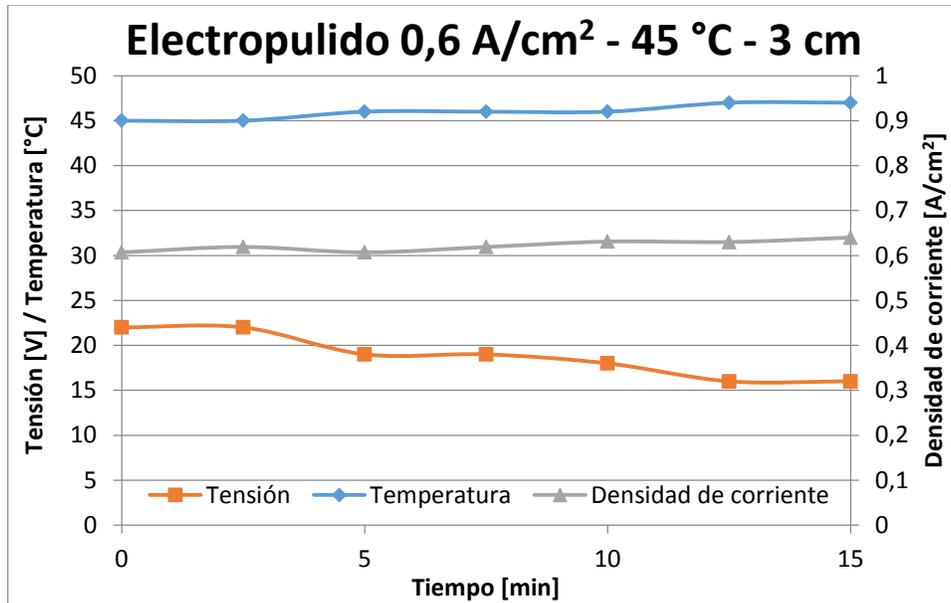


Fig. 45. Evolución de la temperatura, voltaje y densidad de corriente en el tiempo para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, 45 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo

Las Figs. 46 y 47 muestran los perfiles de rugosidad y ondulación antes y después del electropulido y la Tabla 9 los valores de los principales parámetros de rugosidad y ondulación.

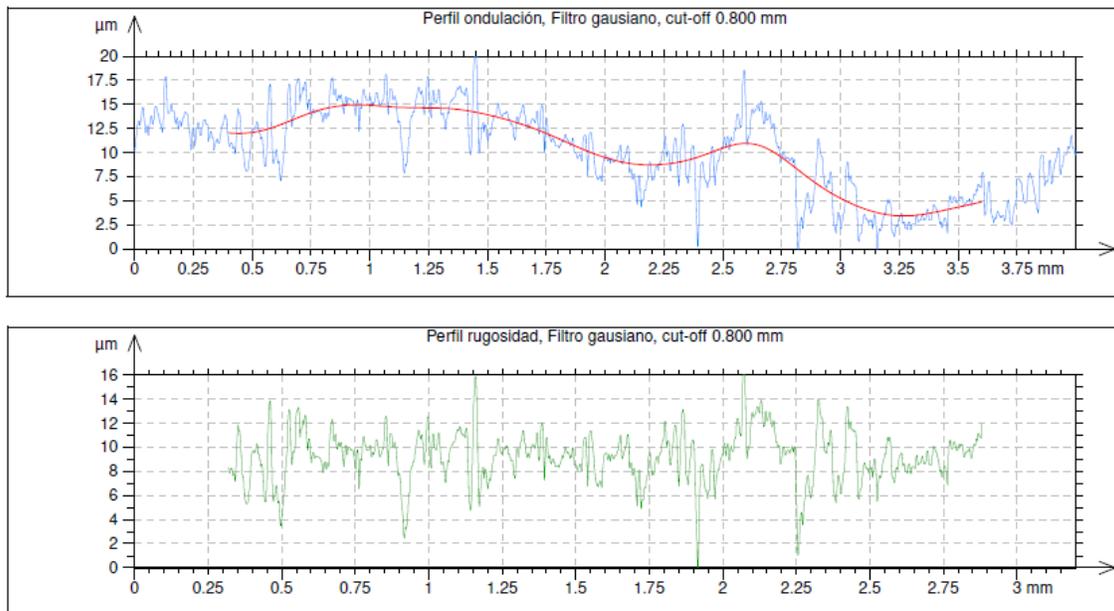


Fig. 46. Perfiles de rugosidad y ondulación característicos antes del electropulido para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, 45 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo

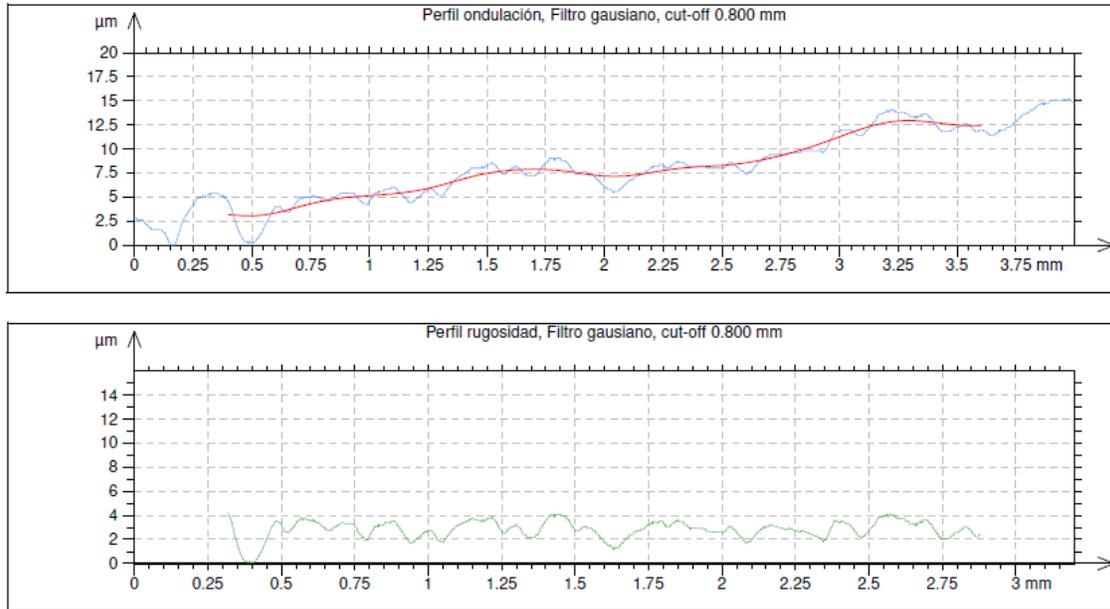


Fig. 47. Perfiles de rugosidad y ondulación característicos después del electropulido para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, $45 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm entre ánodo y cátodo

Tabla 9. Valores de R_a , R_t y W_t antes y después del electropulido para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, $45 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm entre ánodo y cátodo.

Ensayo	$0,6 \text{ A/cm}^2 - 45 \text{ }^\circ\text{C} - 3 \text{ cm}$		
Parámetro	R_a	R_t	W_t
	$[\mu\text{m}]$	$[\mu\text{m}]$	$[\mu\text{m}]$
Antes del electropulido	1,35	14,23	7,55
Después del electropulido	0,56	4,17	5,45

Puede verse que la combinación de parámetros de electropulido utilizada produjo una mejora de la terminación superficial, con disminuciones porcentuales en los parámetros R_a , R_t y W_t del 58,8%; 70,7% y 27,8%, respectivamente.

Las Figs. 48 y 49 comparan imágenes de la superficie de las muestras antes y después del electropulido. Puede notarse que el proceso de electropulido produce la eliminación de las marcas de mecanizado previas. Además, no se observa presencia de picado.

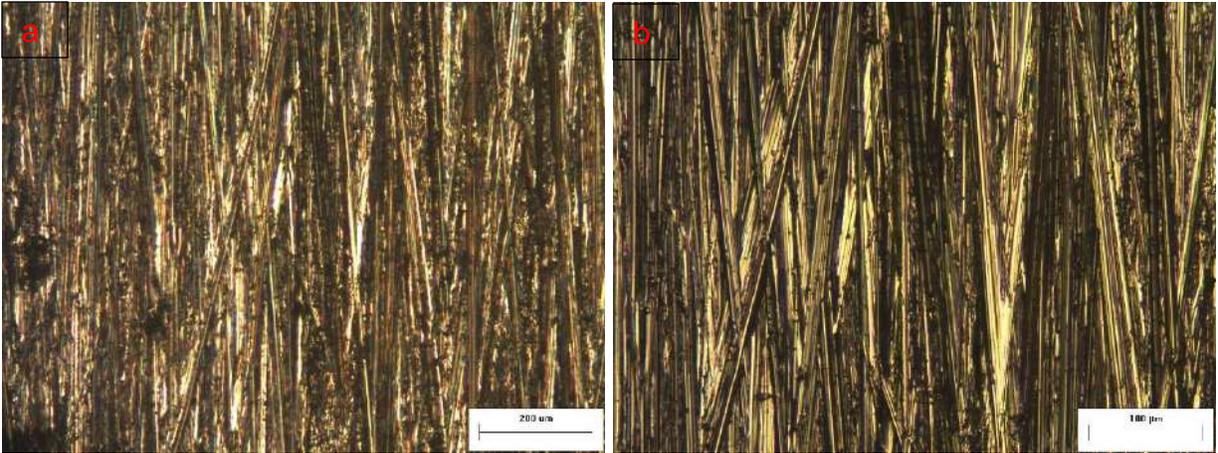


Fig. 48. Imagen microscópica de muestra pulida mecánicamente: a) aumento 50X, b) aumento 100x

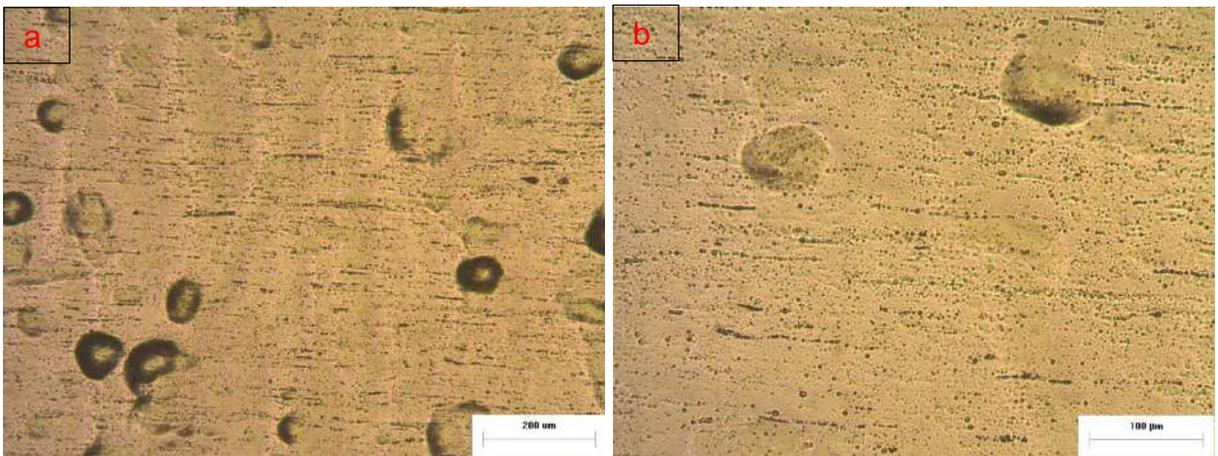


Fig. 49. Imagen microscópica de muestra electropulida con $0,6 \text{ A/cm}^2$, $45 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm entre ánodo y cátodo: a) aumento 50X, b) aumento 100x

Cabe aclarar que las marcas con fondo brillante que se observan en la muestra electropulida corresponden a un patrón de depresiones de geometría irregular que poseía la chapa de partida [40]. Este patrón de depresiones es enmascarado luego del proceso de pulido mecánico, pero es revelado nuevamente por el proceso de electropulido aunque con un aspecto más suavizado.

6.2.1.1.2. Distancia ánodo-cátodo de 5 cm

La Fig. 50 muestra la evolución de la tensión, la densidad de corriente y la temperatura para una duración del ensayo de 15 minutos. Puede verse nuevamente que para mantener la densidad de corriente en el valor deseado se debió reducir la tensión gradualmente.

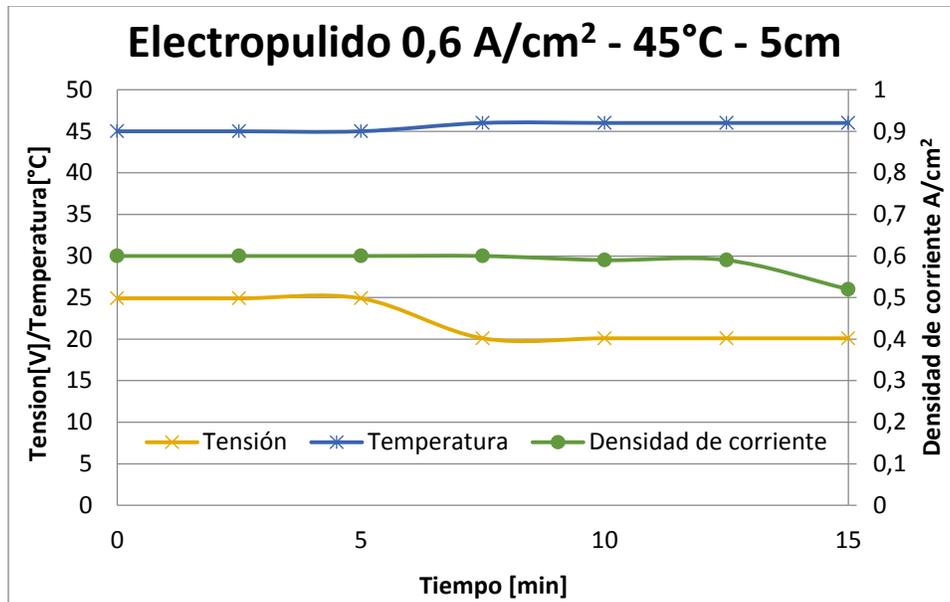


Fig. 50. Evolución de la temperatura, voltaje y densidad de corriente en el tiempo para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, $45 \text{ }^\circ\text{C}$ y 5 cm entre ánodo y cátodo

Las Figs. 51 y 52 muestran los perfiles de rugosidad y ondulación antes y después del electropulido y la Tabla 10 los valores de los principales parámetros de rugosidad y ondulación.

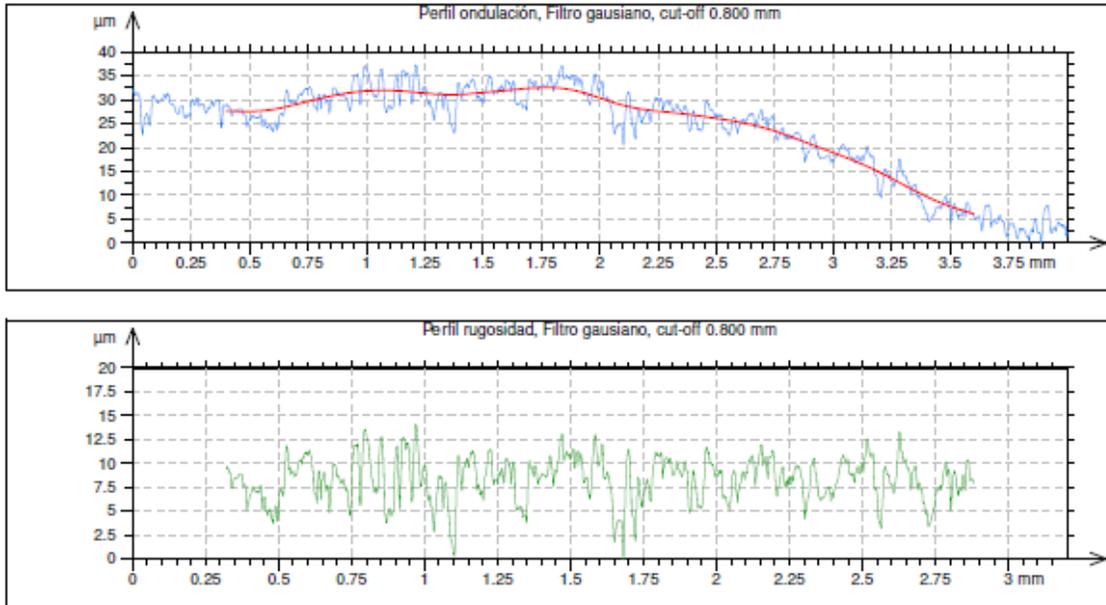


Fig. 51. Perfil de rugosidad y ondulación característicos antes del electropulido para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, $45 \text{ }^\circ\text{C}$ y 5 cm entre ánodo y cátodo

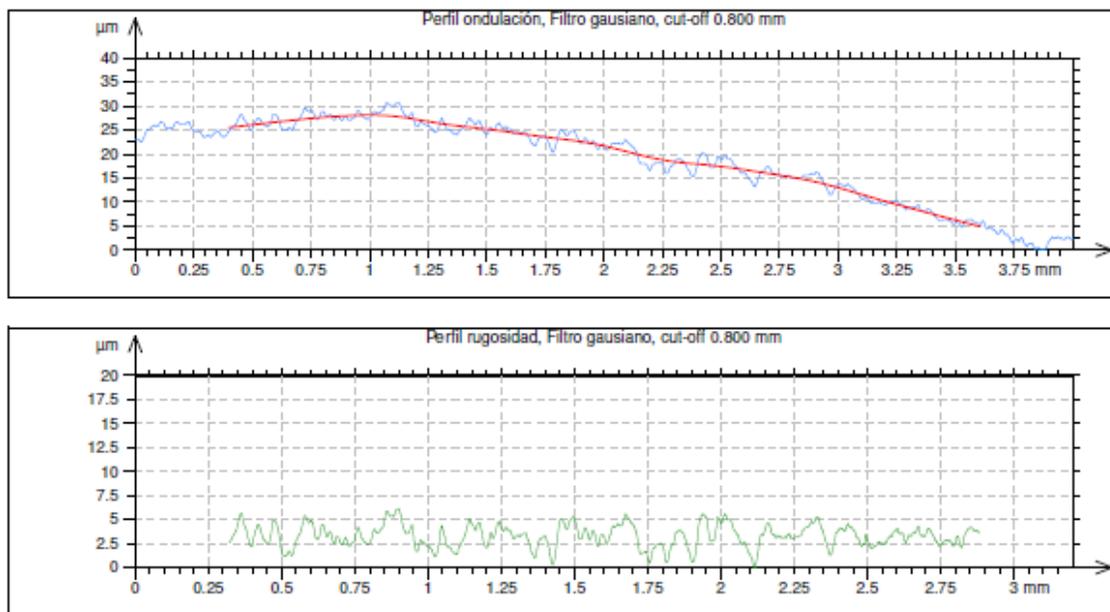


Fig. 52. Perfil de rugosidad y ondulación característicos después del electropulido para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, $45 \text{ }^\circ\text{C}$ y 5 cm entre ánodo y cátodo

Tabla 10. Valores de Ra, Rt y Wt antes y después del electropulido para el ensayo con 0,6 A/cm², 45 °C y 5 cm entre ánodo y cátodo

Ensayo	0,6 A/cm ² – 45 °C – 5 cm		
Parámetro	Ra	Rt	Wt
	[μm]	[μm]	[μm]
Antes del electropulido	1,46	13,63	19,77
Después del electropulido	0,69	6,79	23,69

Puede verse que la combinación de parámetros de electropulido utilizada produjo una mejora de la terminación superficial, con disminuciones porcentuales en los parámetros Ra y Rt del 52,7% y 50,2%, respectivamente. La Wt, en cambio, presentó un comportamiento más irregular con un incremento del 19,8%.

La Fig. 53 muestra las imágenes de la superficie de las muestras después del electropulido. No se observa presencia de picado, pero en la superficie de la muestra se observan más marcas que con la combinación de parámetros anterior.



Fig. 53. Imagen microscópica de muestra electropulida con 0,6 A/cm², 45 °C y 5 cm entre ánodo y cátodo: a) aumento 50X, b) aumento 100x

6.2.1.2. Temperatura de 60 °C

6.2.1.2.1. Distancia ánodo-cátodo de 3 cm

La Fig. 54 muestra la evolución de la tensión, la densidad de corriente y la temperatura para una duración del ensayo de 15 minutos.

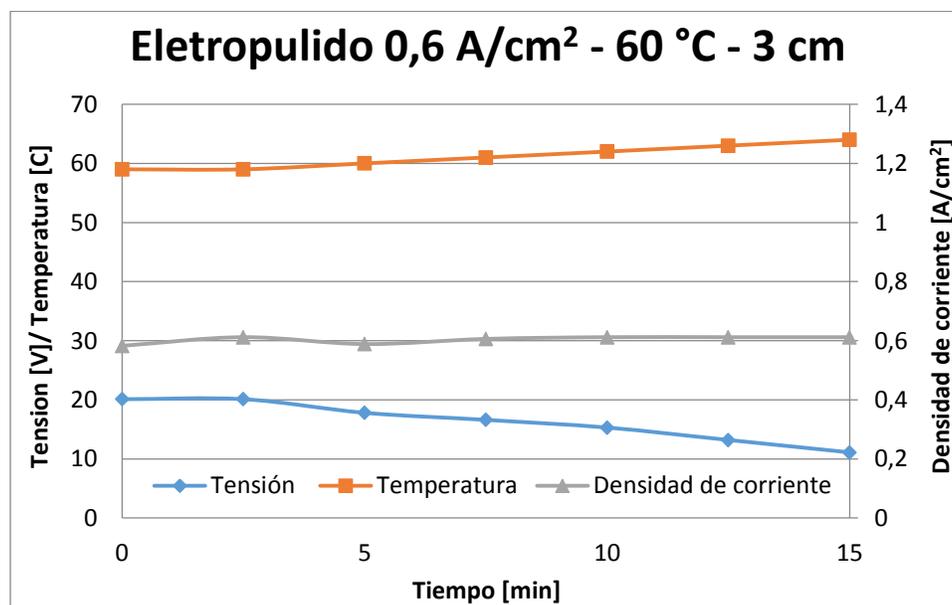


Fig. 54. Evolución de la temperatura, voltaje y densidad de corriente en el tiempo para el ensayo con 0,6 A/cm², 60 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo

Las Figs. 55 y 56 muestran los perfiles de rugosidad y ondulación antes y después del electrolimpiado y la Tabla 11 los valores de los principales parámetros de rugosidad y ondulación.

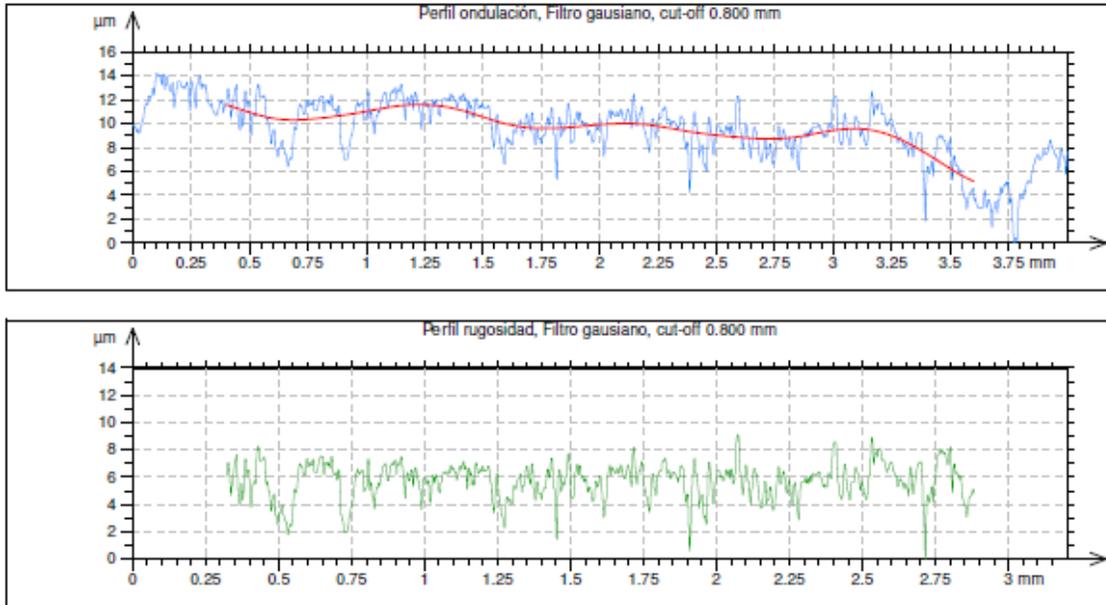


Fig. 55. Perfil de rugosidad y ondulación característicos antes del electropulido para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm entre ánodo y cátodo

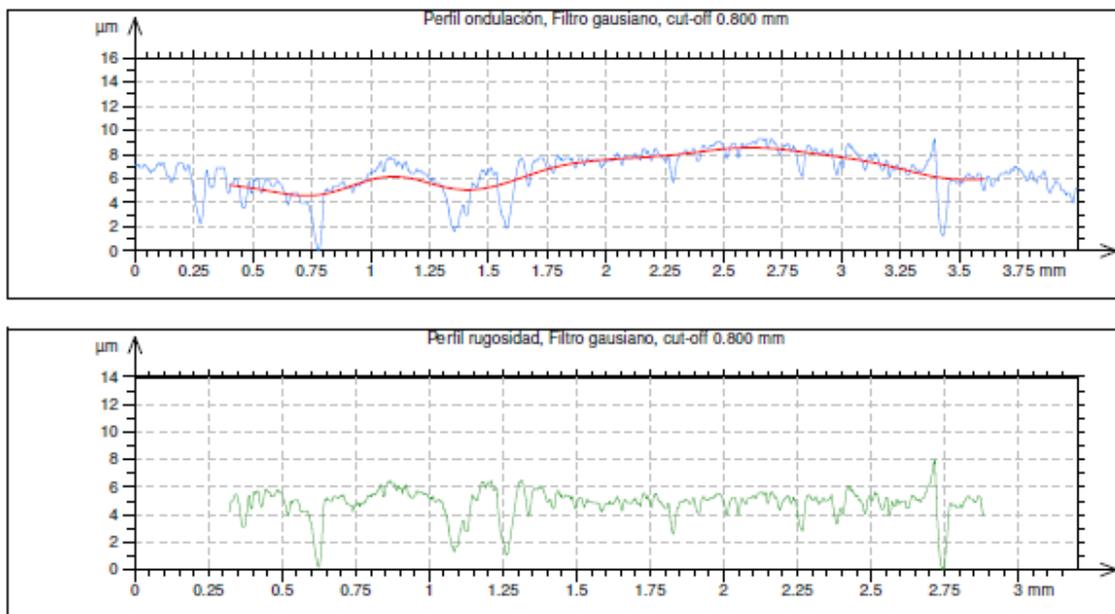


Fig. 56. Perfil de rugosidad y ondulación característicos después del electropulido para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm entre ánodo y cátodo

Tabla 11. Valores de Ra, Rt y Wt antes y después del electropulido para el ensayo con 0,6 A/cm², 60 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo.

Ensayo	0,6 A/cm ² – 60 °C – 3 cm		
Parámetro	Ra [μm]	Rt [μm]	Wt [μm]
Antes del electropulido	1,19	11,71	8,81
Después del electropulido	0,91	8,64	4,62

Puede verse que la combinación de parámetros de electropulido utilizada produjo una mejora de la terminación superficial, con disminuciones porcentuales en los parámetros Ra, Rt y Wt del 23,5%; 26,2% y 47,5%, respectivamente.

La Fig. 57 muestra las imágenes de la superficie de las muestras después del electropulido. No se observa presencia de picado.

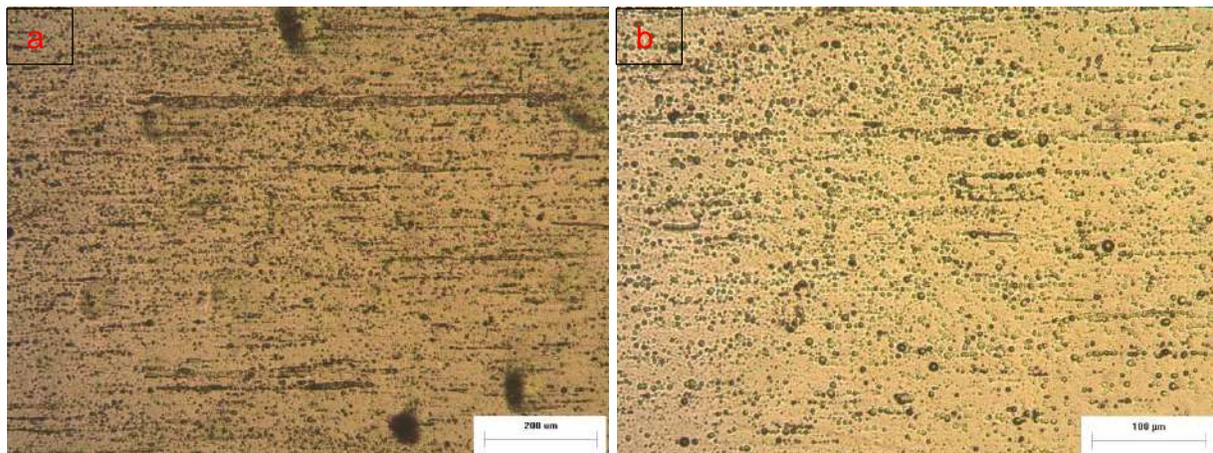


Fig. 57. Imagen microscópica de muestra electropulida con 0,6 A/cm², 60 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo: a) aumento 50X, b) aumento 100x

6.2.1.2.2. Distancia ánodo-cátodo de 5 cm

La Fig. 58 muestra la evolución de la tensión, la densidad de corriente y la temperatura para una duración del ensayo de 15 minutos.

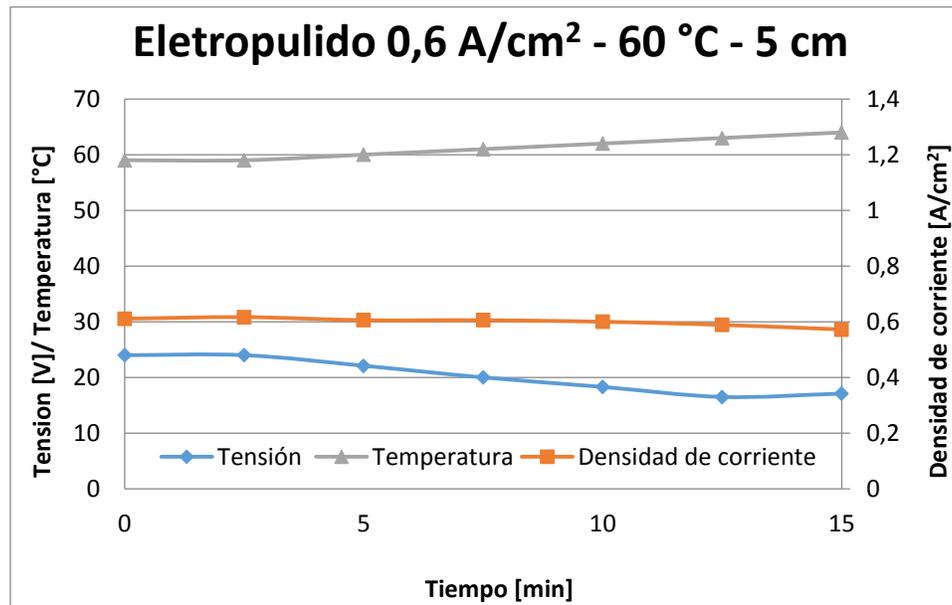


Fig. 58 Evolución de la temperatura, voltaje y densidad de corriente en el tiempo para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, 60 °C y 5 cm entre ánodo y cátodo

Las Figs. 59 y 60 muestran los perfiles de rugosidad y ondulación antes y después del electropulido y la Tabla 12 los valores de los principales parámetros de rugosidad y ondulación.

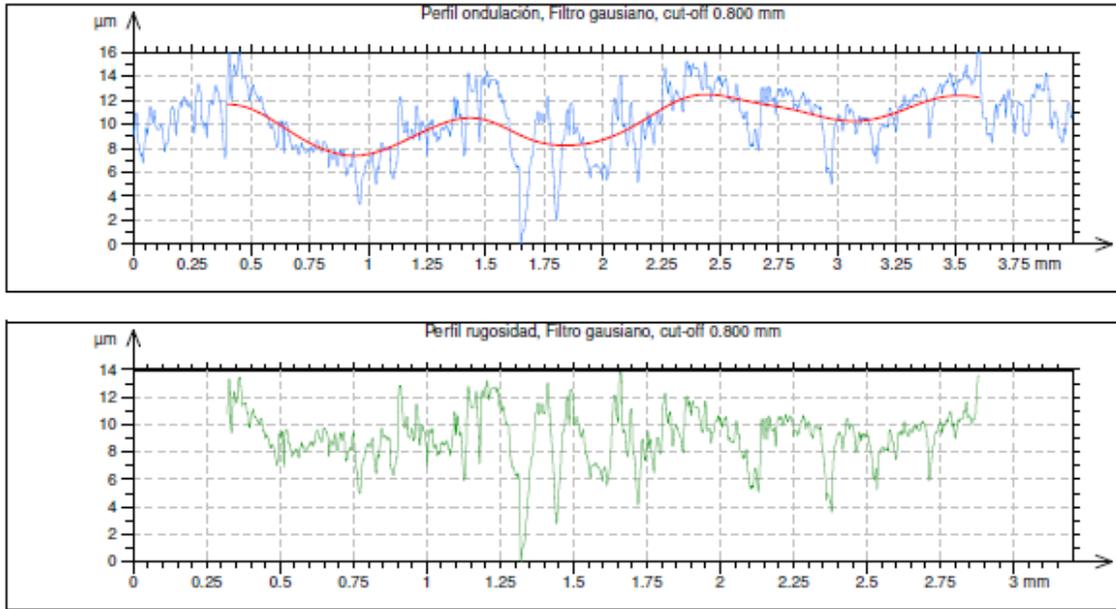


Fig. 59. Perfil de rugosidad y ondulación característicos antes del electropulido para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 5 cm entre ánodo y cátodo

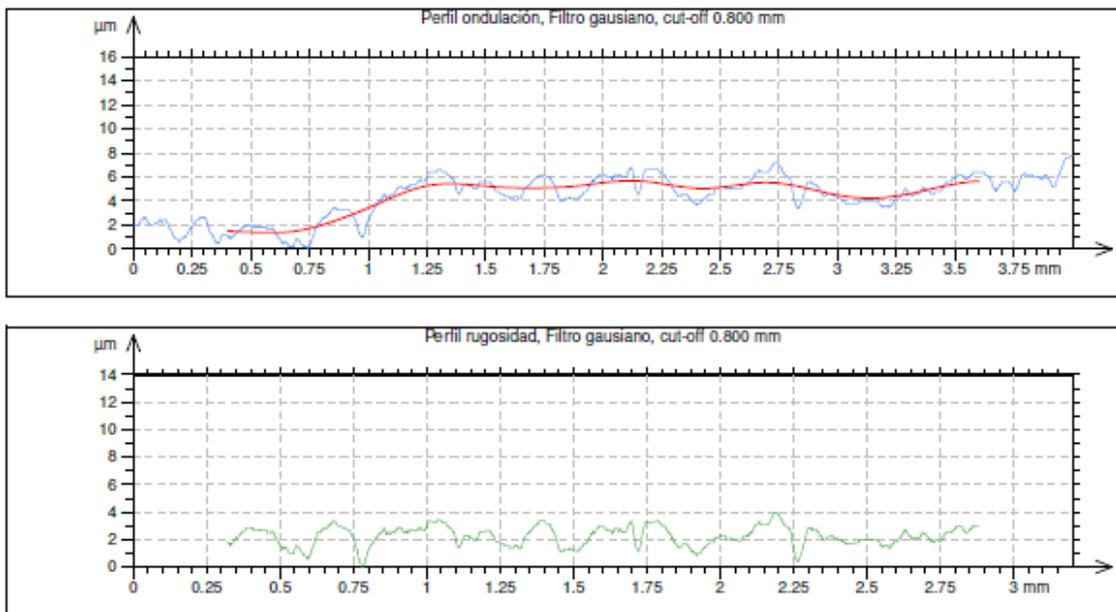


Fig. 60. Perfil de rugosidad y ondulación característicos después del electropulido para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 5 cm entre ánodo y cátodo

Tabla 12. Valores de Ra, Rt y Wt antes y después del electropulido para el ensayo con 0,6 A/cm², 60 °C y 5 cm entre ánodo y cátodo.

Ensayo	0,6A/cm ² - 60°C - 5cm		
Parámetro	Ra [μm]	Rt [μm]	Wt [μm]
Antes del electropulido	1,21	12,09	5,48
Después del electropulido	0,63	4,38	5,04

Puede verse que la combinación de parámetros de electropulido utilizada produjo una mejora de la terminación superficial, con disminuciones porcentuales en los parámetros Ra, Rt y Wt del 47,9%; 63,8% y 8%, respectivamente.

La Fig. 61 muestra las imágenes de la superficie de las muestras después del electropulido. No se observa presencia de picado. Además, las marcas del pulido mecánico no son removidas completamente.

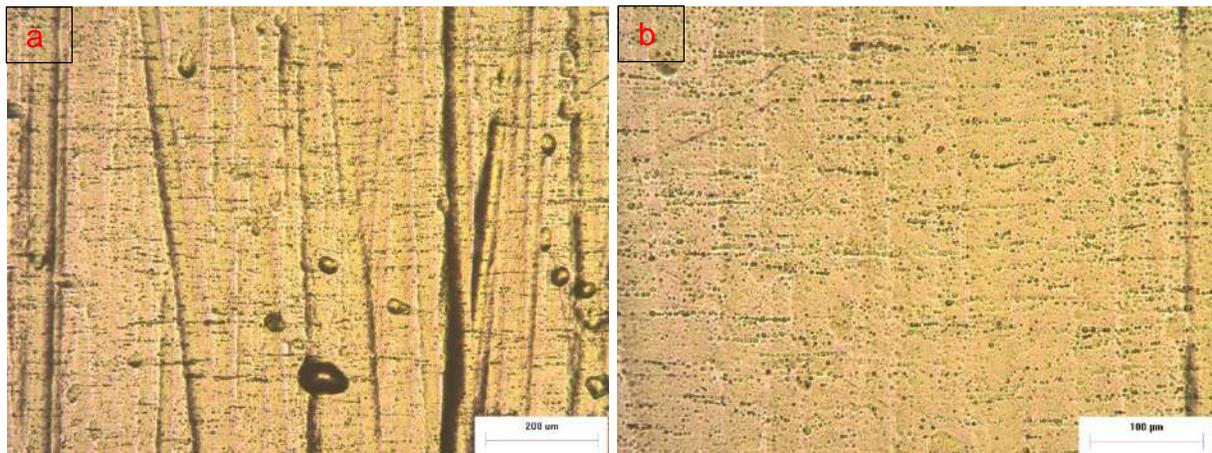


Fig. 61. Imagen microscópica de muestra electropulida con 0,6 A/cm², 60 °C y 5 cm entre ánodo y cátodo: a) aumento 50X, b) aumento 100x

6.2.1.2.3. Distancia ánodo-cátodo de 7 cm

La Fig. 62 muestra la evolución de la tensión, la densidad de corriente y la temperatura para una duración del ensayo de 15 minutos. Debido a dificultades para controlar la temperatura, al comenzar el ensayo estaba en 45 °C y se incrementó rápidamente hasta valores cercanos a los 60 °C.

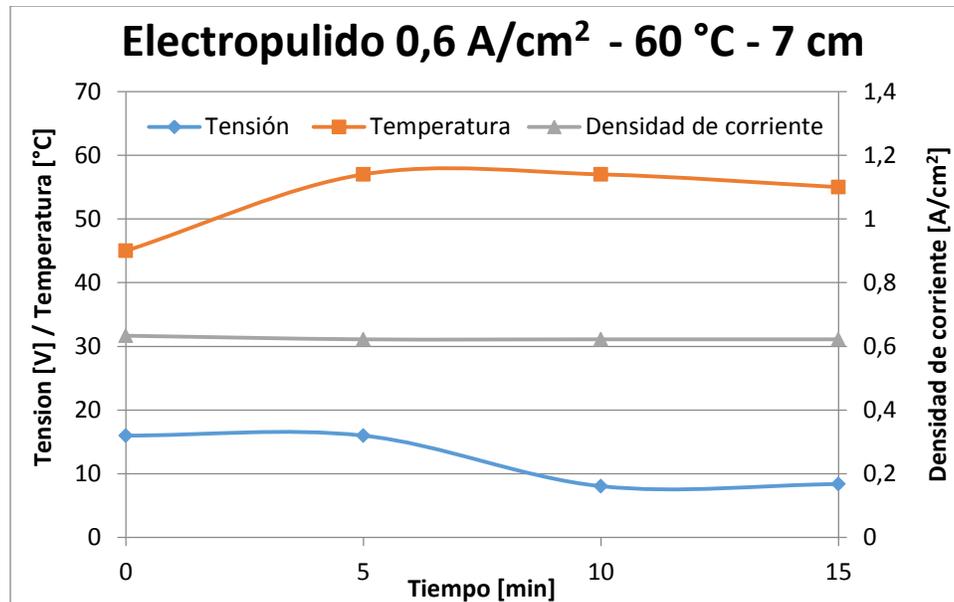


Fig. 62. Evolución de la temperatura, voltaje y densidad de corriente en el tiempo para el ensayo con 0,6 A/cm², 60 °C y 7 cm entre ánodo y cátodo

Las Figs. 63 y 64 muestran los perfiles de rugosidad y ondulación antes y después del electropulido y la Tabla 13 los valores de los principales parámetros de rugosidad y ondulación.

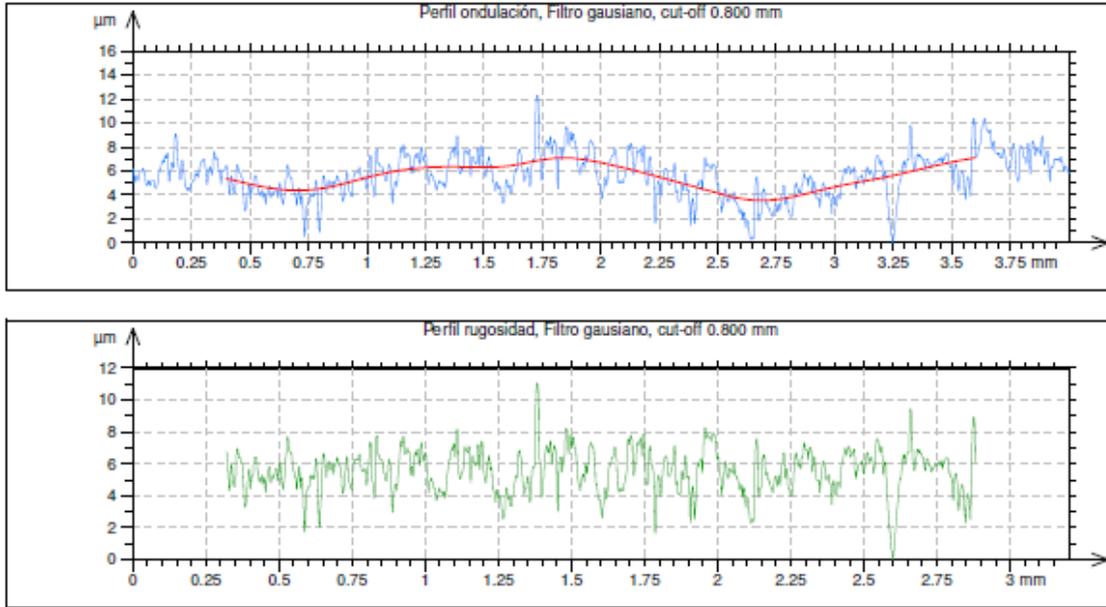


Fig. 63. Perfil de rugosidad y ondulación característicos antes del electropulido para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 7 cm entre ánodo y cátodo

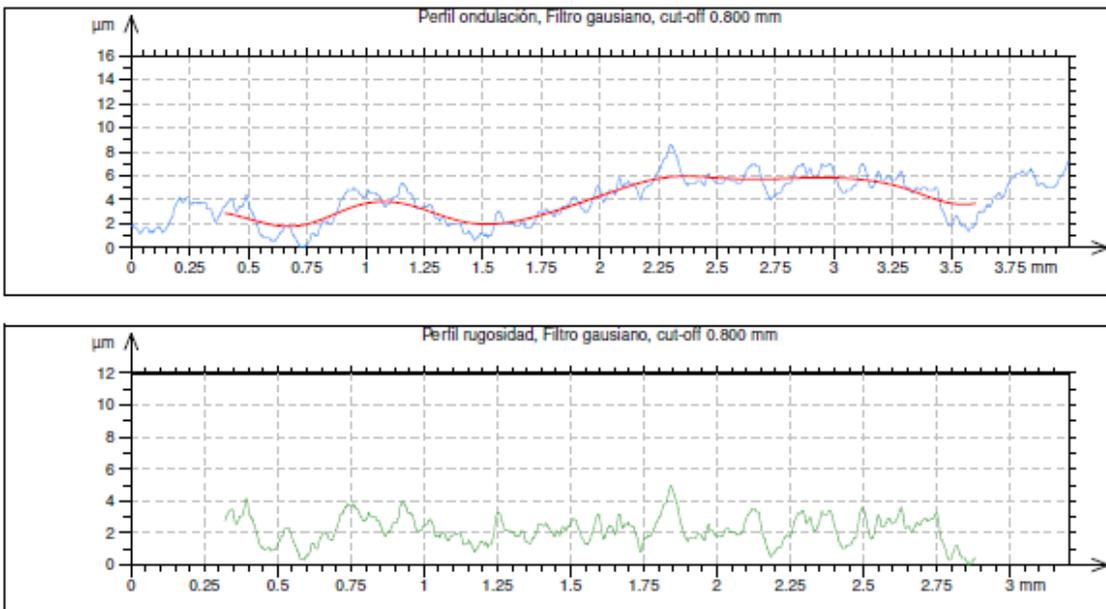


Fig. 64. Perfil de rugosidad y ondulación característicos después del electropulido para el ensayo con $0,6 \text{ A/cm}^2$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 7 cm entre ánodo y cátodo

Tabla 13. Valores de Ra, Rt y Wt antes y después del electropulido para el ensayo con 0,6 A/cm², 60 °C y 7 cm entre ánodo y cátodo.

Ensayo	0,6 A/cm ² – 60 °C – 7 cm		
Parámetro	Ra [μm]	Rt [μm]	Wt [μm]
Antes del electropulido	1,13	11,87	3,95
Después del electropulido	0,62	4,57	5,40

Puede verse que la combinación de parámetros de electropulido utilizada produjo una mejora de la terminación superficial, con disminuciones porcentuales en los parámetros Ra y Rt del 23,5%; 26,2%, respectivamente. La Wt presentó un incremento del 36,7%.

La Fig. 65 muestra las imágenes de la superficie de las muestras después del electropulido. Si bien los parámetros de rugosidad disminuyeron, se observa la presencia de algunos depósitos y marcas del pulido mecánico previo en la superficie electropulida.



Fig. 65. Imagen microscópica de muestra electropulida con 0,6 A/cm², 60 °C y 7 cm entre ánodo y cátodo: a) aumento 50X, b) aumento 100

6.2.2. Densidad de corriente de 0,8 A/cm²

6.2.2.1. Temperatura de 45 °C

6.2.2.1.1. Distancia ánodo-cátodo de 3 cm

La Fig. 66 muestra la evolución de la tensión, la densidad de corriente y la temperatura para una duración del ensayo de 15 minutos. Debido a que la densidad de corriente era muy alta, la temperatura se disparó al comenzar el ensayo y solo se pudo estabilizar en valores cercanos a los 55 °C.

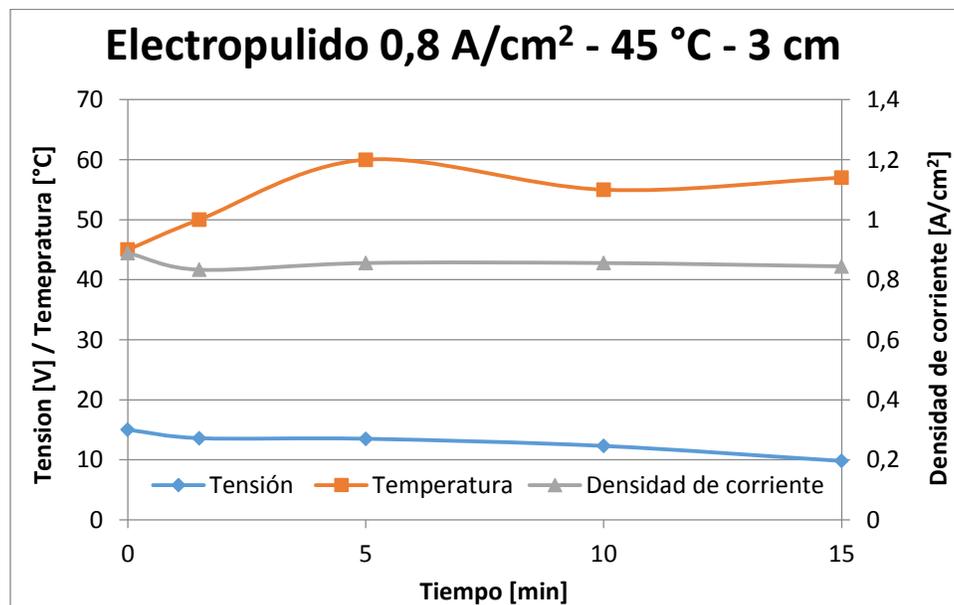


Fig. 66. Evolución de la temperatura, voltaje y densidad de corriente en el tiempo para el ensayo con 0,8 A/cm², 45 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo

Las Figs. 67 y 68 muestran los perfiles de rugosidad y ondulación antes y después del electropulido y la Tabla 14 los valores de los principales parámetros de rugosidad y ondulación.

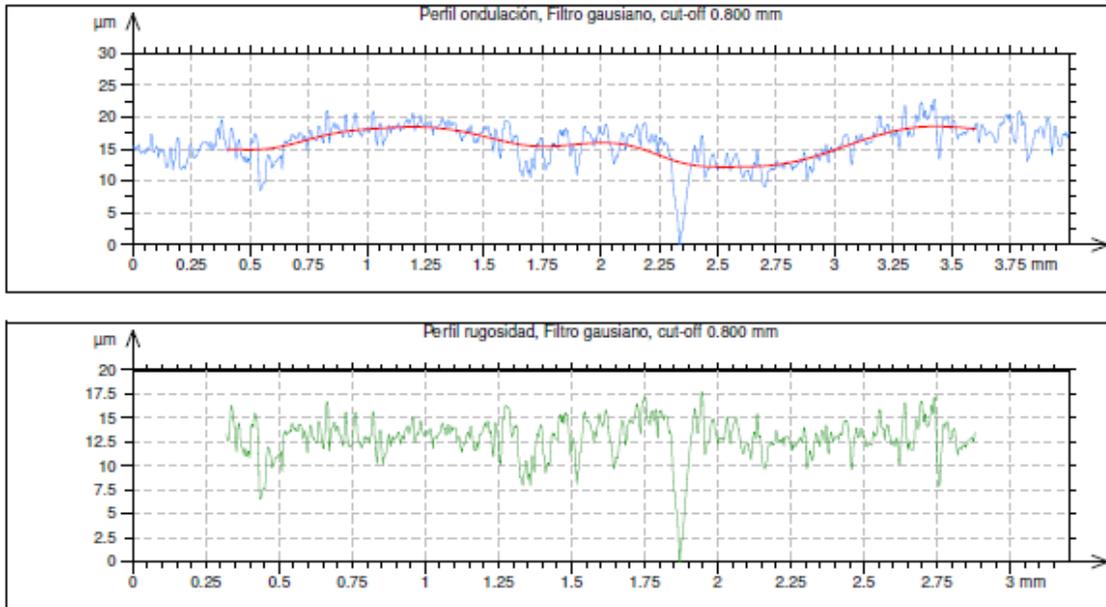


Fig. 67. Perfil de rugosidad y ondulación característicos antes del electropulido para el ensayo con $0,8 \text{ A/cm}^2$, $45 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm entre ánodo y cátodo

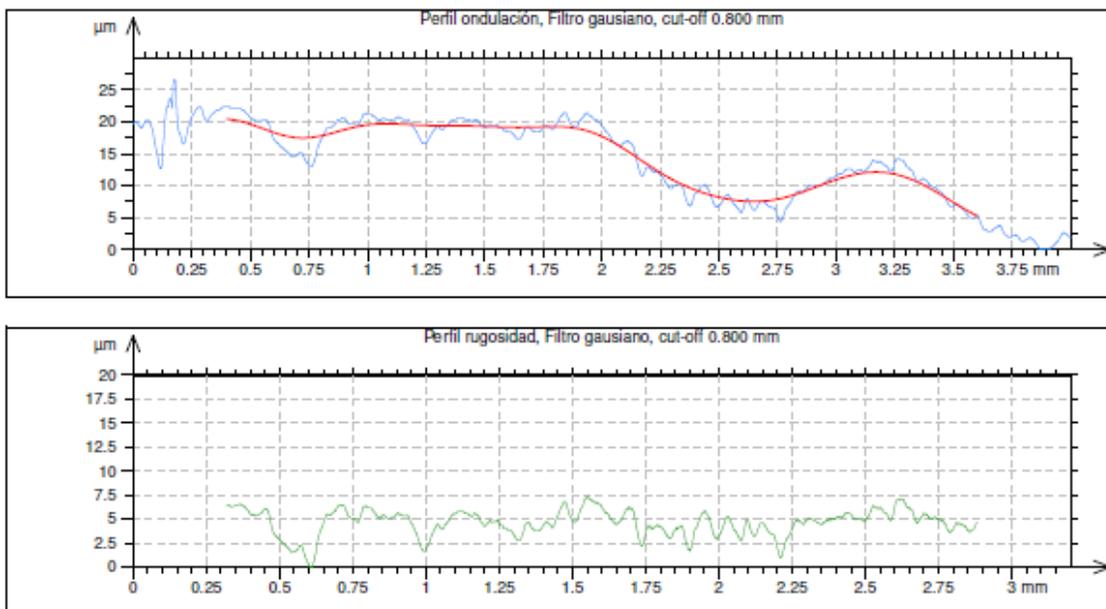


Fig. 68. Perfil de rugosidad y ondulación característicos después del electropulido para el ensayo con $0,8 \text{ A/cm}^2$, $45 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm entre ánodo y cátodo

Tabla 14. Valores de Ra, Rt y Wt antes y después del electropulido para el ensayo con 0,8 A/cm², 45 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo.

Ensayo	0,8 A/cm ² – 45 °C – 3 cm		
Parámetro	Ra	Rt	Wt
	[μm]	[μm]	[μm]
Antes del electropulido	1,52	15,43	7,22
Después del electropulido	1,24	12,56	17,48

Puede verse que la combinación de parámetros de electropulido utilizada produjo una mejora de la terminación superficial, con disminuciones porcentuales en los parámetros Ra y Rt del 18,4%; 18,6%, respectivamente. La Wt presentó un incremento del 142,1%.

La Fig. 69 muestra las imágenes de la superficie de las muestras después del electropulido. Se observa presencia de picado en la superficie.

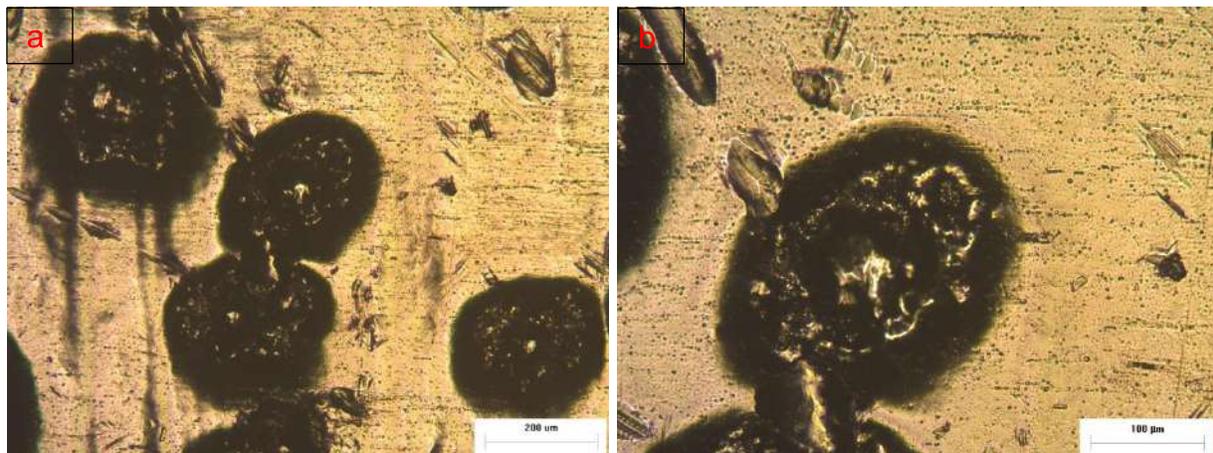


Fig. 69. Imagen microscópica de muestra electropulida con 0,8 A/cm², 45 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo: a) aumento 50X, b) aumento 100

6.2.2.2. Temperatura de 60 °C

6.2.2.2.1. Distancia ánodo-cátodo de 3 cm

La Fig. 70 muestra la evolución de la tensión, la densidad de corriente y la temperatura para una duración del ensayo de 15 minutos. Debido a que la densidad de corriente era muy alta, la temperatura se volvió difícil de controlar. Se comenzó con una temperatura inicial de 41 °C y se terminó con una temperatura de 57 °C.

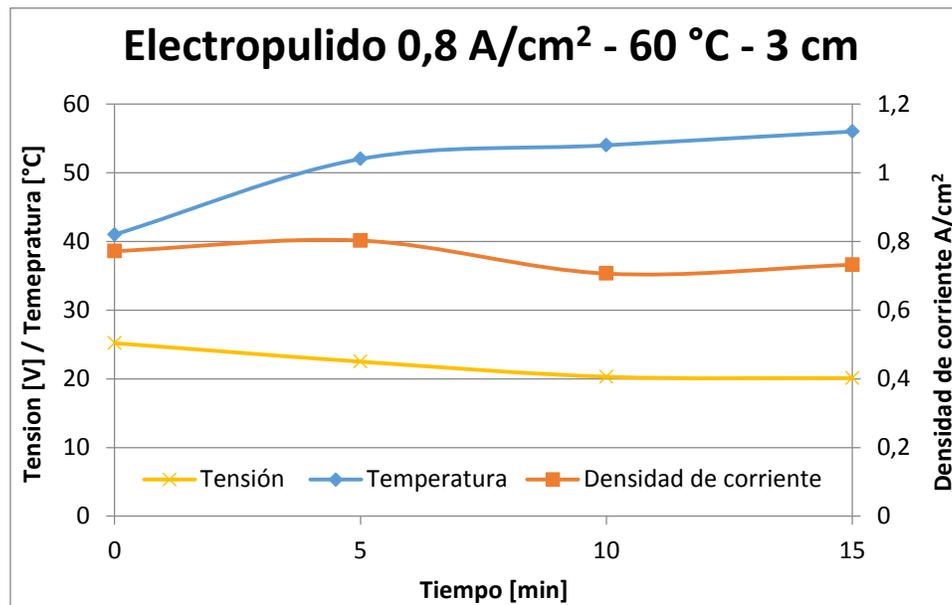


Fig. 70. Evolución de la temperatura, voltaje y densidad de corriente en el tiempo para el ensayo con 0,8 A/cm², 60 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo

Las Figs. 71 y 72 muestran los perfiles de rugosidad y ondulación antes y después del electropulido y la Tabla 15 los valores de los principales parámetros de rugosidad y ondulación.

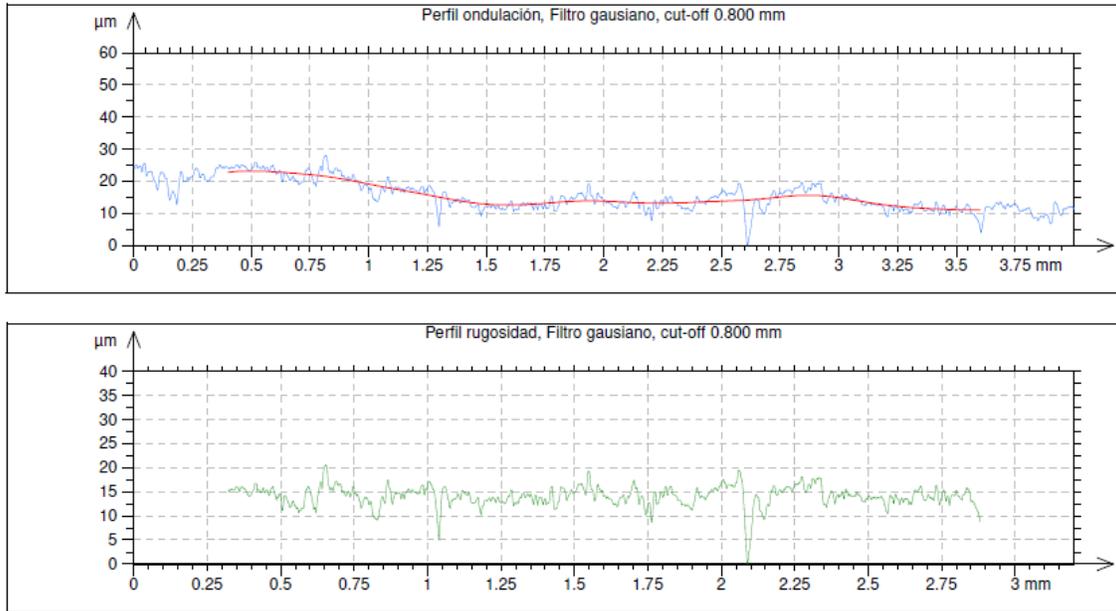


Fig. 71. Perfil de rugosidad y ondulación característicos antes del electropulido para el ensayo con $0,8 \text{ A/cm}^2$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm entre ánodo y cátodo

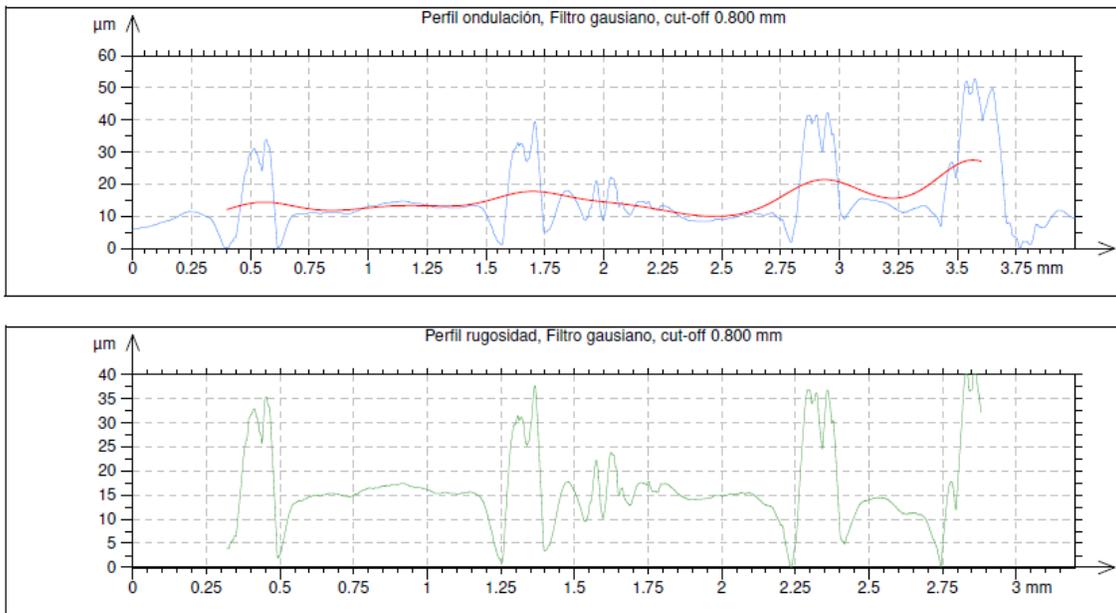


Fig. 72. Perfil de rugosidad y ondulación característicos después del electropulido para el ensayo con $0,8 \text{ A/cm}^2$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm entre ánodo y cátodo

Tabla 15. Valores de Ra, Rt y Wt antes y después del electropulido para el ensayo con 0,8 A/cm², 60 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo.

Ensayo	0,8A/cm ² - 60°C - 3cm		
Parámetro	Ra	Rt	Wt
	[μm]	[μm]	[μm]
Antes del electropulido	1,22	14,98	9,67
Después del electropulido	4,48	40,62	24,65

Puede verse que para la combinación de parámetros de electropulido utilizada la terminación superficial empeoró, con aumentos porcentuales en los parámetros Ra, Rt y Wt del 267,2%; 171,1% y 154,9% respectivamente.

La Fig. 73 muestra las imágenes de la superficie de las muestras después del electropulido. Se observa presencia de depósitos en la superficie.

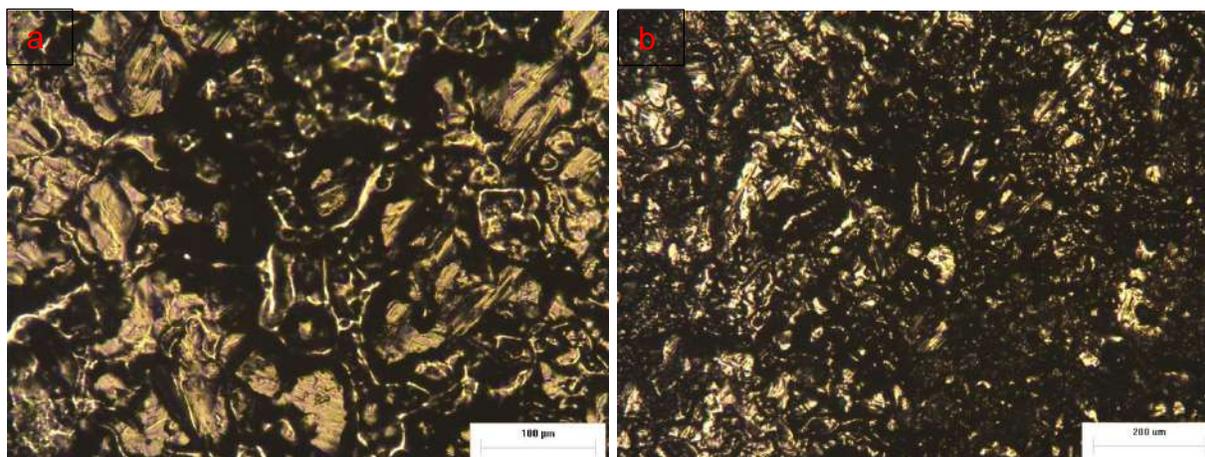


Fig. 73. Imagen microscópica de muestra electropulida con 0,8 A/cm², 60 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo: a) aumento 50X, b) aumento 100

6.2.2.2.2. Distancia ánodo-cátodo de 5 cm

La Fig. 74 muestra la evolución de la tensión, la densidad de corriente y la temperatura para una duración del ensayo de 15 minutos. Puede verse que para mantener la densidad de corriente en el valor de tensión debió fluctuar.

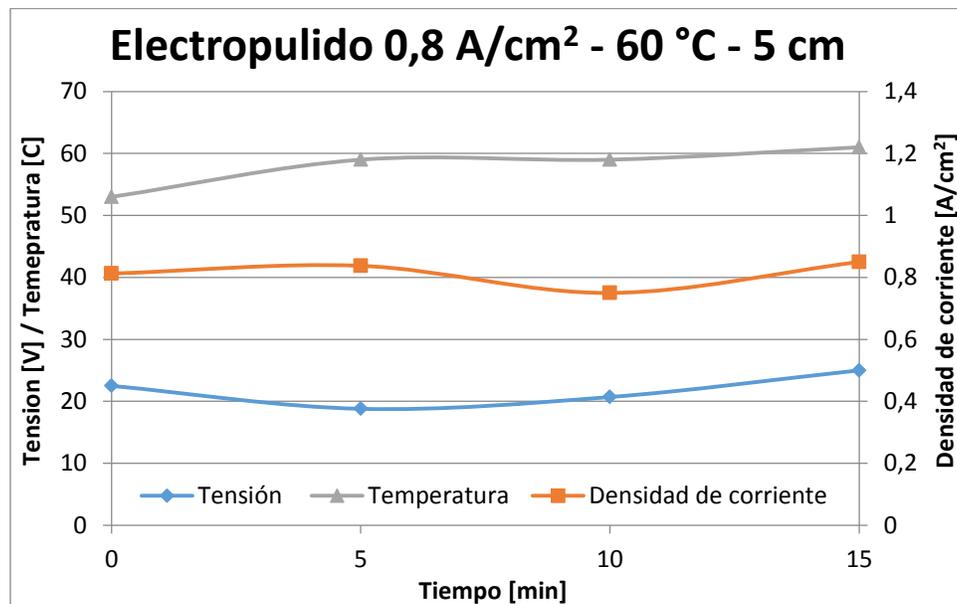


Fig. 74. Evolución de la temperatura, voltaje y densidad de corriente en el tiempo para el ensayo con $0,8 \text{ A/cm}^2$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 5 cm entre ánodo y cátodo

Las Figs. 75 y 76 muestran los perfiles de rugosidad y ondulación antes y después del electroplado y la Tabla 16 los valores de los principales parámetros de rugosidad y ondulación.

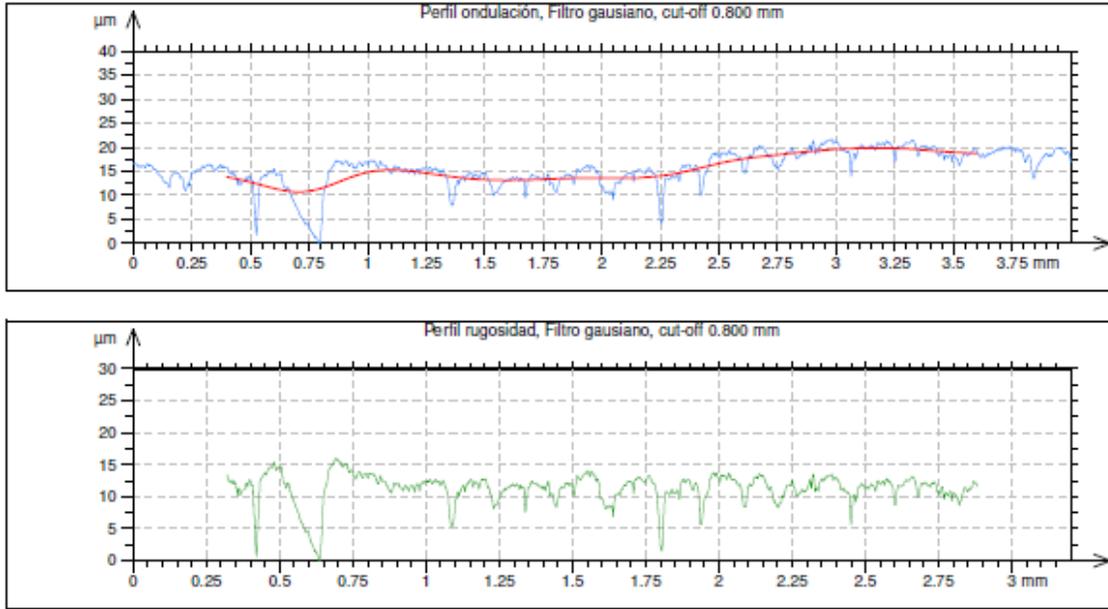


Fig. 75. Perfil de rugosidad y ondulación característicos antes del electropulido para el ensayo con $0,8 \text{ A/cm}^2$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 5 cm entre ánodo y cátodo

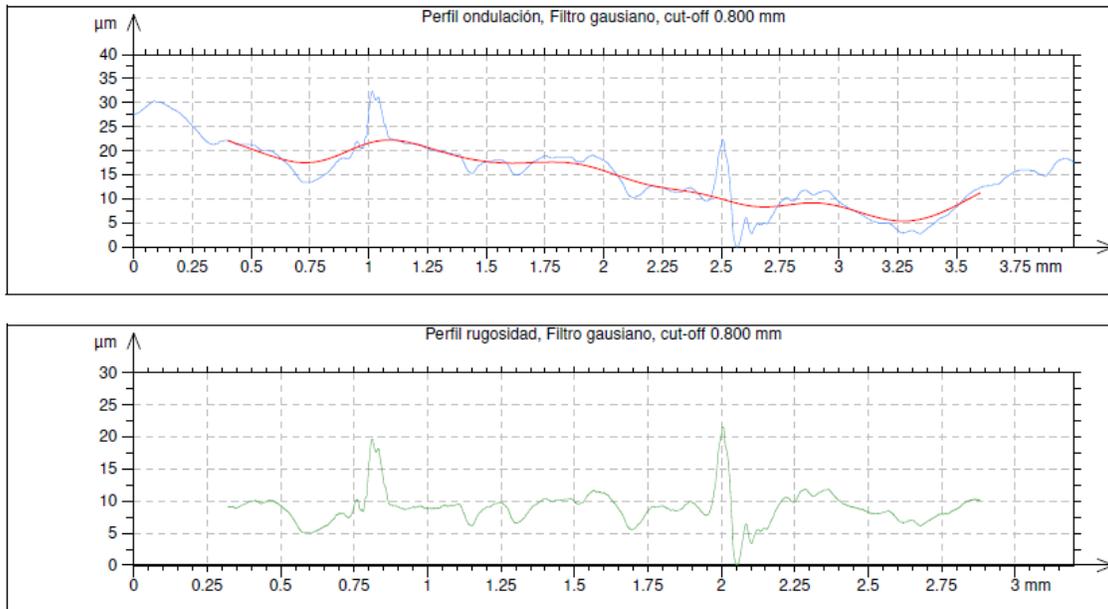


Fig. 76. Perfil de rugosidad y ondulación característicos después del electropulido para el ensayo con $0,8 \text{ A/cm}^2$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 5 cm entre ánodo y cátodo

Tabla 16. Valores de Ra, Rt y Wt antes y después del electropulido para el ensayo con 0,8 A/cm², 60 °C y 5 cm entre ánodo y cátodo.

Ensayo	0,8 A/cm ² – 60 °C – 5 cm		
Parámetro	Ra [μm]	Rt [μm]	Wt [μm]
Antes del electropulido	1,30	13,35	7,39
Después del electropulido	1,76	20,23	23,04

Puede verse que la combinación de parámetros de electropulido utilizada la terminación superficial empeoró, con aumentos porcentuales en los parámetros Ra, Rt y Wt del 35,3%; 51,5% y 211,8% respectivamente.

La Fig. 77 muestra las imágenes de la superficie de las muestras después del electropulido. Se observa presencia de depósitos en la superficie.

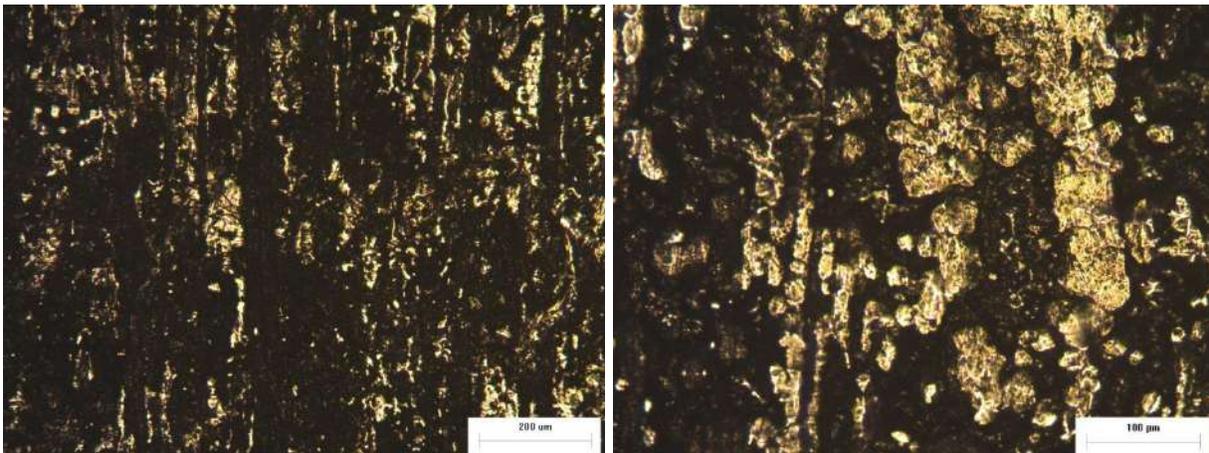


Fig. 77. Perfil de rugosidad y ondulación característicos después del electropulido para el ensayo con 0,8 A/cm², 60 °C y 5 cm entre ánodo y cátodo

6.2.2.2.3. Distancia ánodo-cátodo de 7 cm

La Fig. 78 muestra la evolución de la tensión, la densidad de corriente y la temperatura para una duración del ensayo de 15 minutos. Puede verse que para mantener la densidad de corriente en el valor deseado se debió reducir la tensión gradualmente.

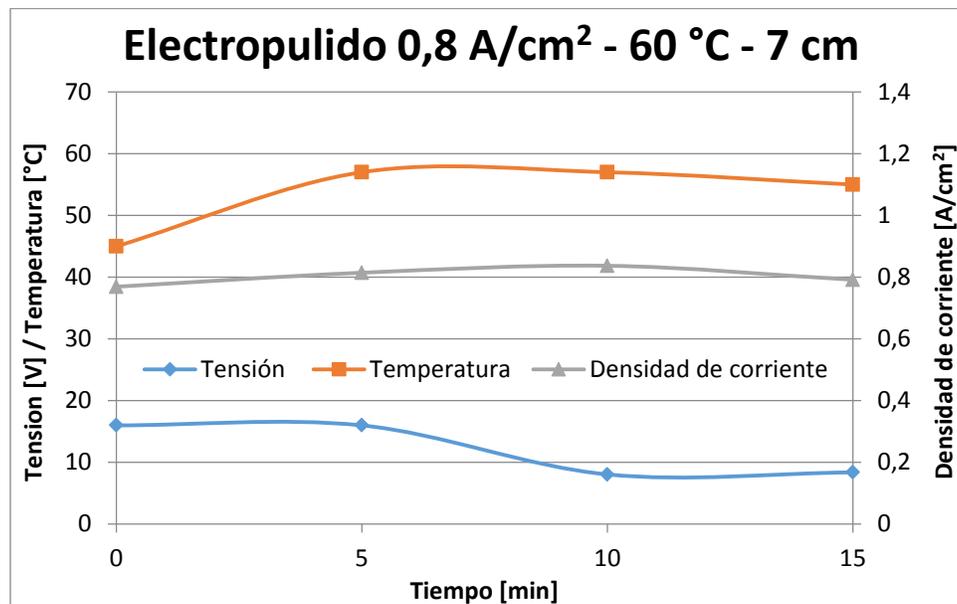


Fig. 78. Evolución de la temperatura, voltaje y densidad de corriente en el tiempo para el ensayo con $0,8 \text{ A/cm}^2$, 60 °C y 7 cm entre ánodo y cátodo

Las Figs. 79 y 80 muestran los perfiles de rugosidad y ondulación antes y después del electropulido y la Tabla 17 los valores de los principales parámetros de rugosidad y ondulación.

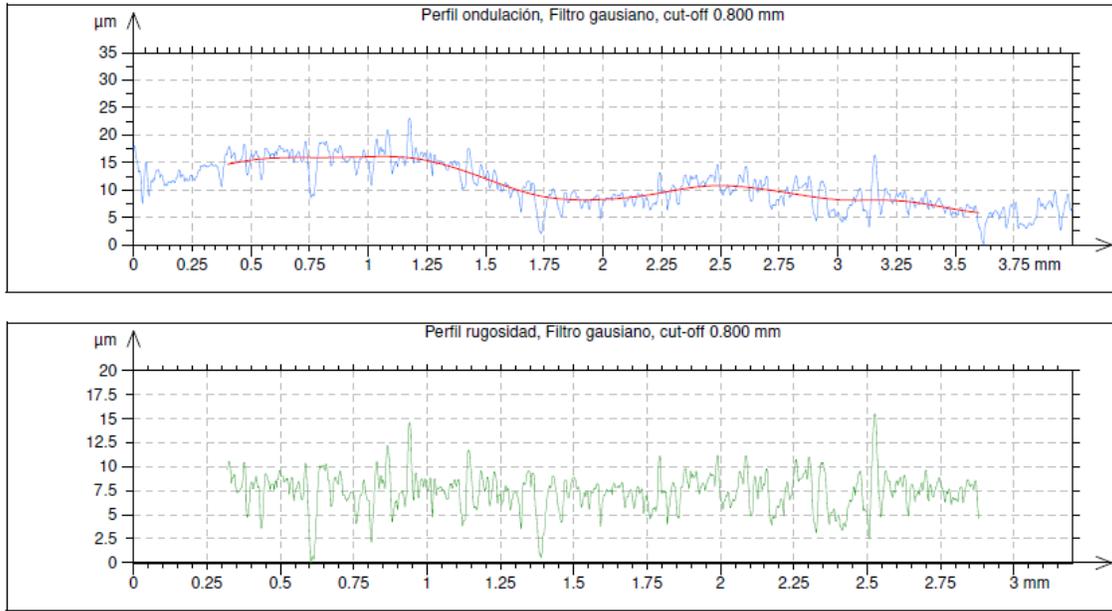


Fig. 79. Perfil de rugosidad y ondulación característicos antes del electropulido para el ensayo con 0,8 A/cm², 60 °C y 7 cm entre ánodo y cátodo

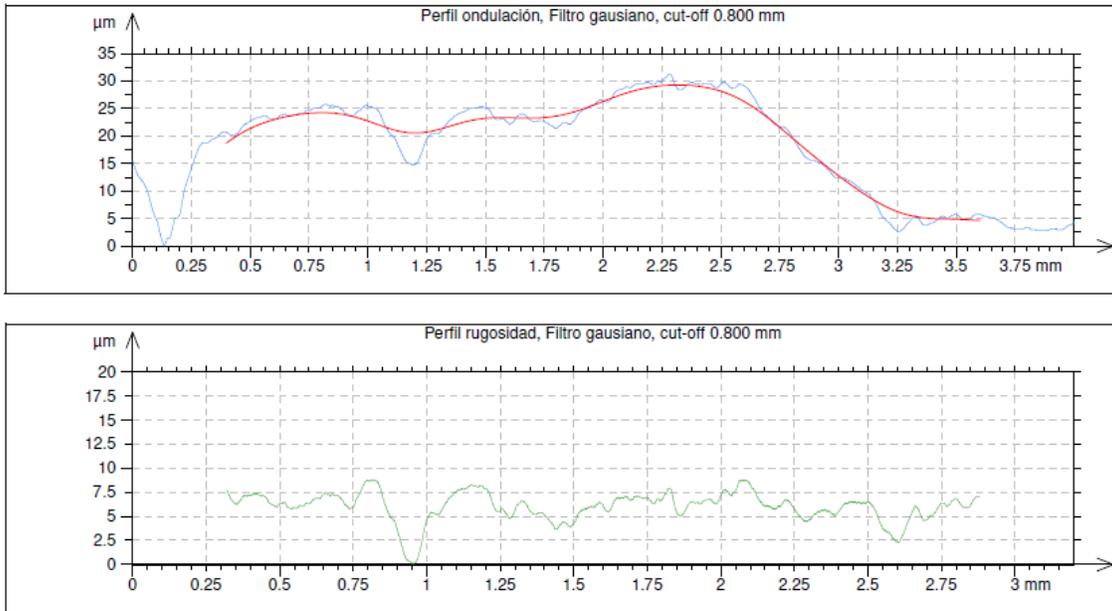


Fig. 80. Perfil de rugosidad y ondulación característicos después del electropulido para el ensayo con 0,8 A/cm², 60 °C y 7 cm entre ánodo y cátodo

Tabla 17. Valores de Ra, Rt y Wt antes y después del electropulido para el ensayo con 0,8 A/cm², 60 °C y 7 cm entre ánodo y cátodo.

Ensayo	0,8 A/cm ² – 60 °C – 7 cm		
Parámetro	Ra [μm]	Rt [μm]	Wt [μm]
Antes del electropulido	1,35	17,23	10,2
Después del electropulido	1,03	12,59	25,99

Puede verse que la combinación de parámetros de electropulido utilizada produjo una mejora de la terminación superficial, con aumentos porcentuales en los parámetros Ra y Rt del 23,7% y 26,9% respectivamente. La Wt presentó un incremento del 154,8%.

La Fig. 81 muestra las imágenes de la superficie de las muestras después del electropulido. Se observa presencia de depósitos en la superficie y las marcas del pulido mecánico previo.

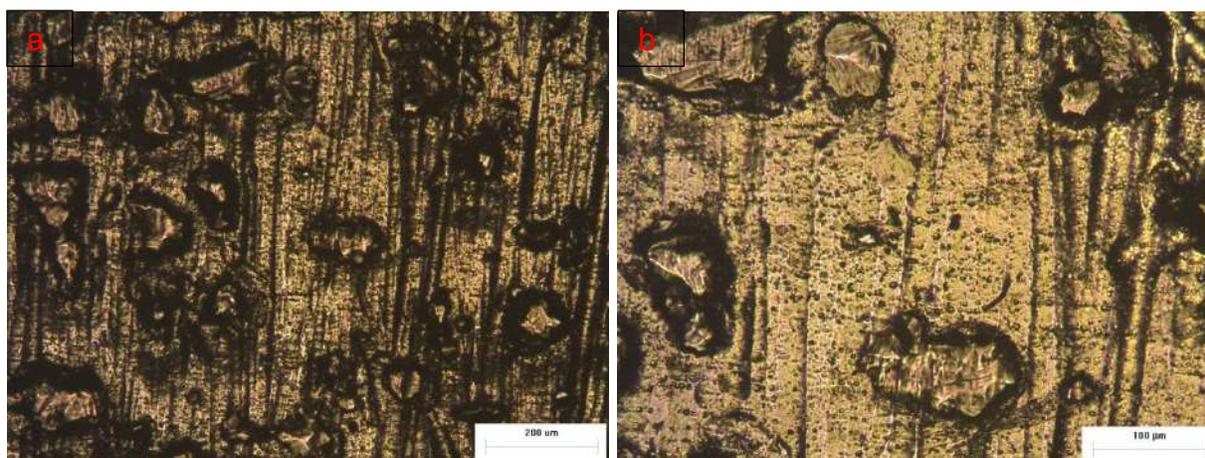


Fig. 81. Imagen microscópica de muestra electropulida con 0,8 A/cm², 60 °C y 7 cm entre ánodo y cátodo: a) aumento 50X, b) aumento 100

6.2.3. Densidad de corriente de 1 A/cm²

6.2.3.1. Temperatura de 45 °C

6.2.3.1.1. Distancia ánodo-cátodo de 3 cm

La Fig. 82 muestra la evolución de la tensión, la densidad de corriente y la temperatura para una duración del ensayo de 15 minutos. Puede verse que para mantener la densidad de corriente en el valor deseado la tensión debió fluctuar.

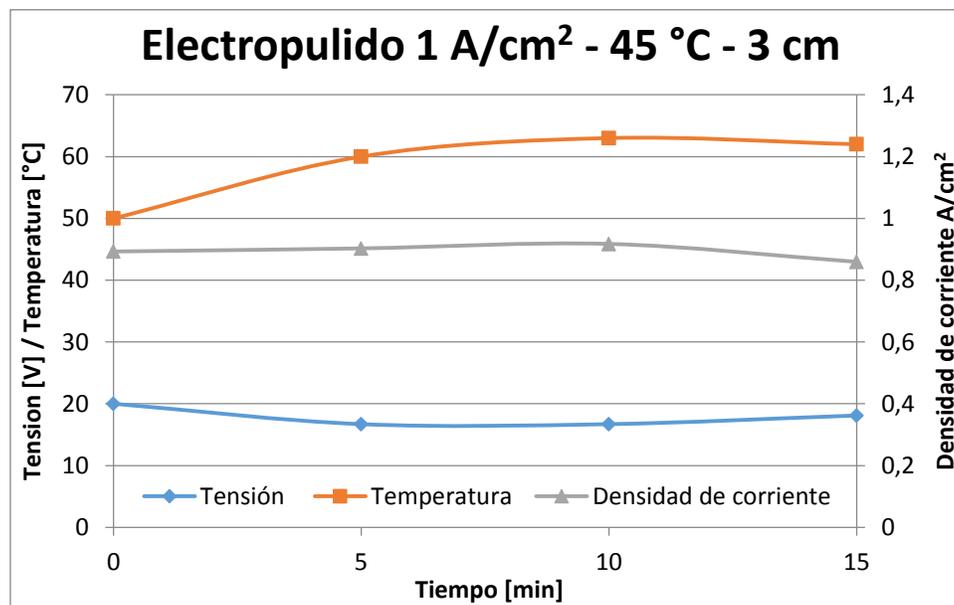


Fig. 82. Evolución de la temperatura, voltaje y densidad de corriente en el tiempo para el ensayo con 1 A/cm², 45 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo

Las Figs. 83 y 84 muestran los perfiles de rugosidad y ondulación antes y después del electropulido y la Tabla 18 los valores de los principales parámetros de rugosidad y ondulación.

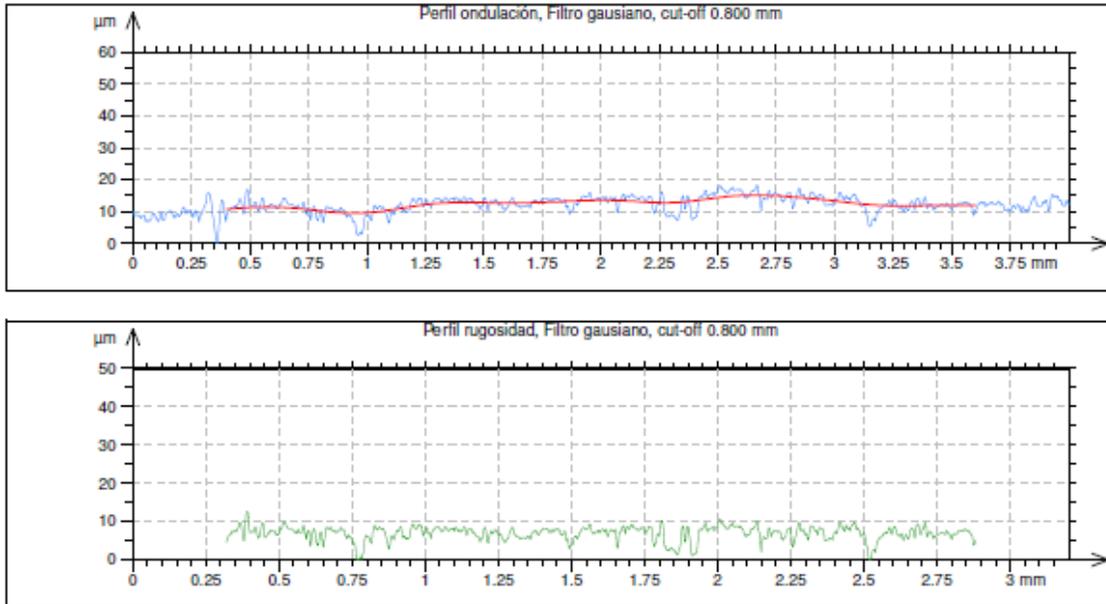


Fig. 83. Perfil de rugosidad y ondulación característicos antes del electropulido para el ensayo con 1 A/cm^2 , $45 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm entre ánodo y cátodo

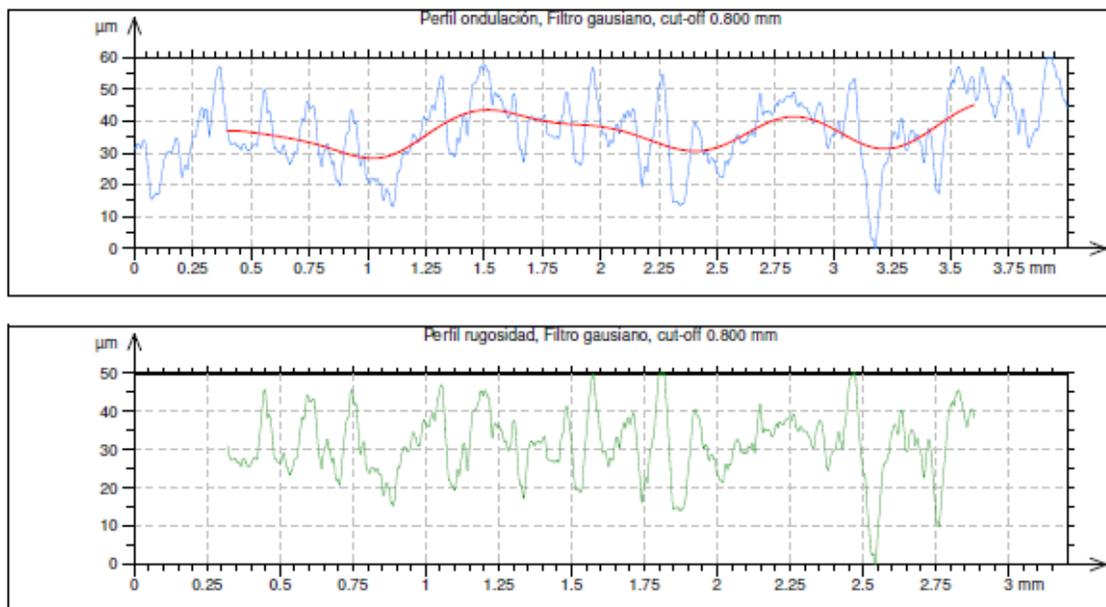


Fig. 84. Perfil de rugosidad y ondulación característicos después del electropulido para el ensayo con 1 A/cm^2 , $45 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm entre ánodo y cátodo

Tabla 18. Valores de Ra, Rt y Wt antes y después del electropulido para el ensayo con 1 A/cm², 45 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo.

Ensayo	1 A/cm ² – 45 °C – 3 cm		
Parámetro	Ra	Rt	Wt
	[μm]	[μm]	[μm]
Antes del electropulido	1,40	14,54	7,52
Después del electropulido	8,19	56,36	27,10

Puede verse que para la combinación de parámetros de electropulido terminación superficial empeoró, con aumentos porcentuales en los parámetros Ra, Rt y Wt del 485%; 287% y 260%, respectivamente.

La Fig. 85 muestra las imágenes de la superficie de las muestras después del electropulido. Se observa presencia de algún depósito en la superficie.

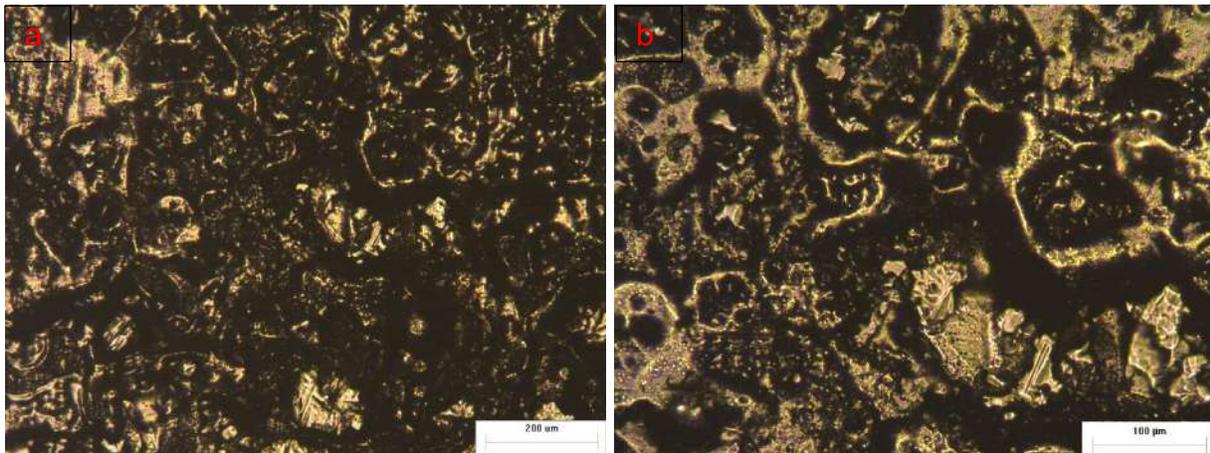


Fig. 85. Imagen microscópica de muestra electropulida con 1 A/cm², 45 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo: a) aumento 50X, b) aumento 100

6.2.3.2. Temperatura de 60 °C

6.2.3.2.1. Distancia ánodo-cátodo de 3 cm

La Fig. 86 muestra la evolución de la tensión, la densidad de corriente y la temperatura para una duración del ensayo de 15 minutos. Puede verse que para mantener la densidad de corriente en el valor deseado se la tensión debió fluctuar.

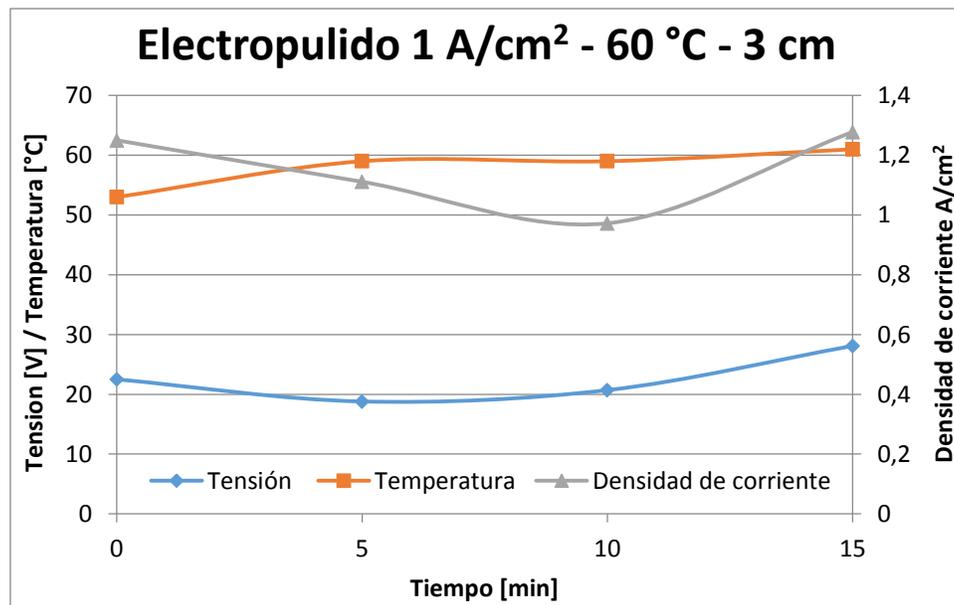


Fig. 86. Evolución de la temperatura, voltaje y densidad de corriente en el tiempo para el ensayo con 1 A/cm², 60 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo

Las Figs. 87 y 88 muestran los perfiles de rugosidad y ondulación antes y después del electropulido y la Tabla 19 los valores de los principales parámetros de rugosidad y ondulación.

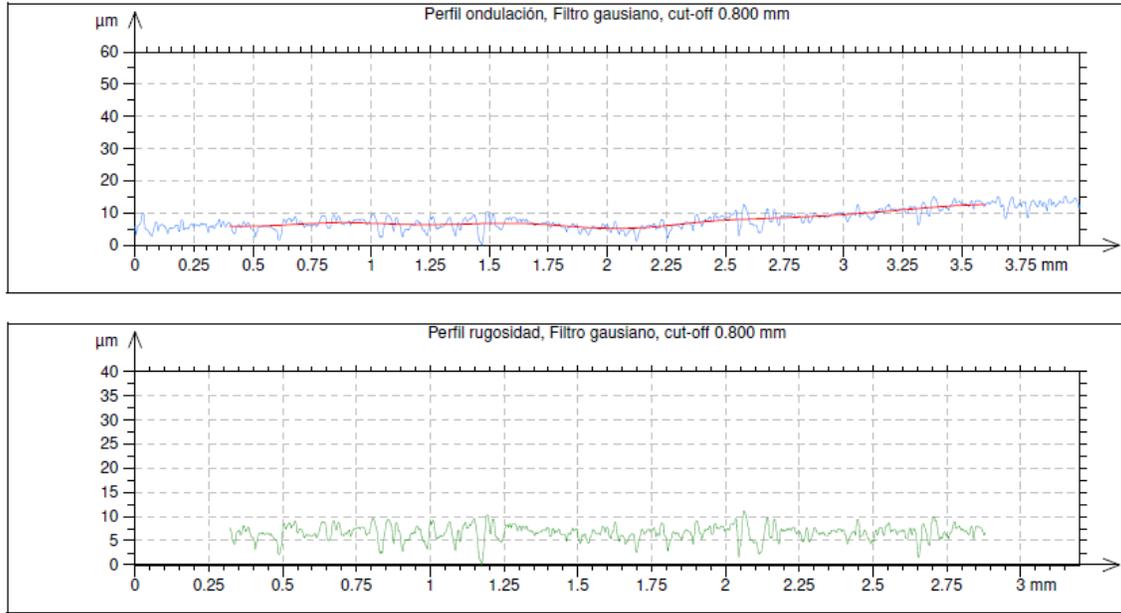


Fig. 87. Perfil de rugosidad y ondulación característicos antes del electropulido para el ensayo con 1 A/cm^2 , $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm entre ánodo y cátodo

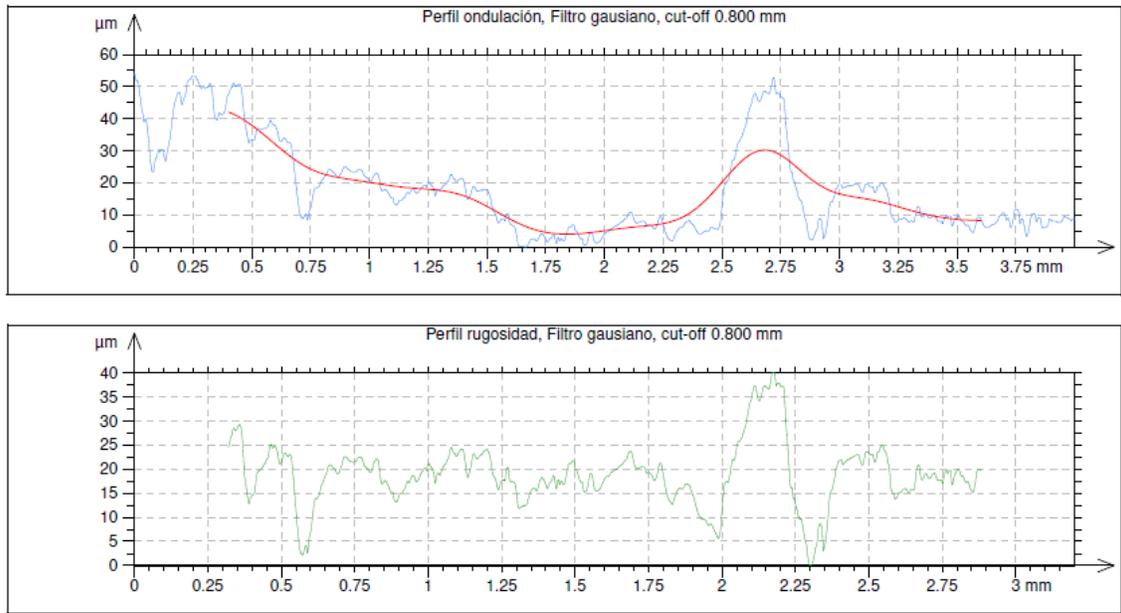


Fig. 88. Perfil de rugosidad y ondulación característicos después del electropulido para el ensayo con 1 A/cm^2 , $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm entre ánodo y cátodo

Tabla 19. Valores de Ra, Rt y Wt antes y después del electropulido para el ensayo con 1 A/cm², 60 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo.

Ensayo	1 A/cm ² - 60°C - 3cm		
Parámetro	Ra	Rt	Wt
	[μm]	[μm]	[μm]
Antes del electropulido	1,17	12,88	6,08
Despues del electropulido	2,93	33,84	32,84

Puede verse que para la combinación de parámetros de electropulido utilizada la terminación superficial empeoró, con aumentos porcentuales en los parámetros Ra, Rt y Wt del 150%; 162% y 440%, respectivamente.

La Fig. 89 muestra las imágenes de la superficie de las muestras después del electropulido. Se observa presencia de depósitos en la superficie.

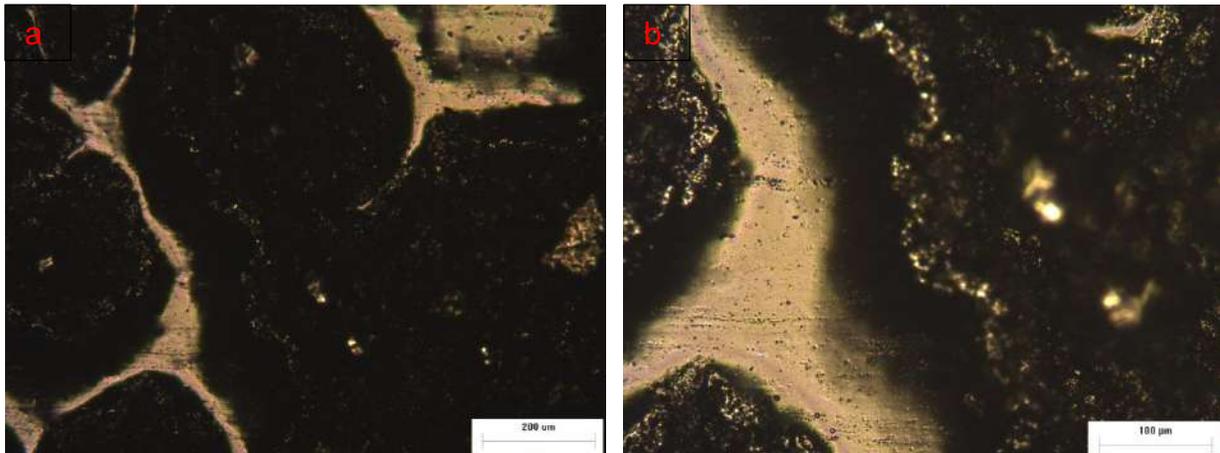


Fig. 89. Imagen microscópica de muestra electropulida con 1 A/cm², 60 °C y 3 cm entre ánodo y cátodo: a) aumento 50X, b) aumento 100

En la Tabla 20 se detallan resumen los valores promedios de los parámetros de rugosidad media aritmética (Ra), y ondulación (Wt) y altura total del perfil (Rt) de las probetas analizados, antes y después del electropulido, para los distintos las distintas combinaciones de parámetros de electropulido utilizadas.

Tabla 20. Topografía superficial antes y después del electropulido para las distintas combinaciones de parámetros empleadas.

Parámetros electropulido	Previo al electropulido			Electropulido			Estado Superficie
	Ra [μm]	Rt [μm]	Wt [μm]	Ra [μm]	Rt [μm]	Wt [μm]	
0,6 A/cm ² , 45 °C, 3 cm	1,35	14,23	7,55	0,56	4,17	5,45	Aceptable
0,6 A/cm ² , 45 °C, 5 cm	1,46	13,63	19,77	0,69	6,79	23,69	Aceptable
0,6 A/cm ² , 60 °C, 3 cm	1,19	11,71	8,81	0,91	8,64	4,62	Aceptable
0,6 A/cm ² , 60 °C, 5 cm	1,21	12,09	5,04	0,63	4,38	5,04	Aceptable
0,6 A/cm ² , 60 °C, 7 cm	1,13	11,87	3,95	0,62	4,57	5,40	Aceptable
0,8 A/cm ² , 45 °C, 3 cm	1,52	15,43	7,22	1,24	12,56	17,48	Picado
0,8 A/cm ² , 60 °C, 3 cm	1,22	14,98	9,67	4,48	40,62	24,65	Depósitos
0,8 A/cm ² , 60 °C, 5 cm	1,3	13,35	7,39	1,76	20,23	23,04	Depósitos
0,8 A/cm ² , 60 °C, 7 cm	1,35	17,23	10,2	1,03	12,59	25,99	Depósitos
1 A/cm ² , 45 °C, 3 cm	1,4	14,54	7,52	8,19	56,36	27,1	Depósitos
1 A/cm ² , 60 °C, 3 cm	1,17	12,88	6,08	2,93	33,84	32,84	Depósitos

A partir de los ensayos realizados puede observarse que corrientes mayores a 0,6 A/cm² producen picado o la formación de depósitos en la superficie de la aleación. Por lo tanto, se puede afirmar con cierto grado de certeza que se debe trabajar con una densidad de corriente cercana a ese valor si lo que se quiere es reducir al máximo los tiempos de electropulido sin perjudicar la calidad superficial de la pieza. Puede observarse además que, las condiciones que produjeron un buen efecto de electropulido redujeron la desviación media aritmética y altura total del perfil de rugosidad (Ra y Rt, respectivamente). Sin embargo, la altura total del perfil de ondulación (Wt) presentó un comportamiento más irregular.

A partir de los resultados obtenidos, se observa que es necesario un envejecimiento del electrolito previo a la puesta en marcha de los ensayos. Se cree que el Fe²⁺ en solución ayuda a aumentar la conductividad del electrolito, aumentando la corriente que circula por el sistema (para un determinado voltaje) y favoreciendo el electropulido [19]. Sin embargo, son necesarios estudios complementarios.

En cuanto a los parámetros de electropulido, la temperatura fue el más difícil de controlar debido a que el paso de corriente por el sistema produce un efecto de calentamiento que, a su vez, produce un aumento de la densidad de corriente para un determinado voltaje aplicado. Por lo que, para mantener la densidad de corriente en un valor lo más constante posible durante el electropulido se debe actuar sobre el sistema de refrigeración y sobre el voltaje aplicado.

Por otro lado, la posición, método e intensidad de la agitación desempeña un rol importante en el electropulido cuando se utilizan densidades de corriente elevadas. La formación de depósitos en la superficie de las probetas puede deberse a una agitación insuficiente. Es este apartado también se requieren estudios complementarios.

6.3. Cumplimiento de la normativa

La Tabla 21 muestra los valores de Ra promedio y máximo para las condiciones que produjeron un buen efecto de electropulido.

Tabla 21 .Valores de Ra promedio y Ra máximo luego del electropulido para los ensayos realizados con una corriente de 0,6 A/cm².

Parámetros electropulido	Ra promedio [μm]	Ra máximo [μm]
0,6 A/cm ² – 45 °C – 3 cm	0,56	0,68
0.6 A/cm ² – 45 °C – 3 cm	0,69	1,27
0.6 A/cm ² – 45 °C – 5 cm	0,91	1,14
0.6 A/cm ² – 60 °C – 3 cm	0,63	0,76
0.6 A/cm ² – 60 °C – 5 cm	0,62	0,86

A continuación se analiza si alguna de las combinaciones de parámetros de electropulido listadas cumplieron con las normas detalladas en revisión bibliográfica.

6.3.1. Norma IRAM 186

La norma IRAM 186 establece que el pulido sanitario es aquel cuya rugosidad media aritmética admisible es 0,8 μm. Además, las piezas con picado no alcanzan el requisito para tener pulido sanitario.

Solo dos parámetros de electropulido cumplieron con los requisitos de la norma: Los parámetros de densidad de corriente de $0,6 \text{ A/cm}^2$ a $45 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm y el de $0,6 \text{ A/cm}^2$ a $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 5 cm entre ánodo y cátodos.

6.3.2. Norma IRAM 9421

La norma IRAM 9421 establece los requisitos de terminación de las superficies articulares de las prótesis para los reemplazos total y parcial de la articulación de la rodilla. Tiene un criterio de aceptación de R_a menor o igual que $0,1 \text{ }\mu\text{m}$ para reemplazo total y que $0,5 \text{ }\mu\text{m}$ para reemplazo parcial.

Al comparar las indicaciones de la norma con los resultados obtenidos para las distintas combinaciones de parámetros utilizadas, puede notarse que ninguna combinación de parámetros alcanza el grado de terminación requerido.

6.3.3. Norma ASME BPE-2009

La norma ASME BPE-2009 establece tres categorías de acabado para superficies electropulidas con valores de R_a máximos admisibles de $0,38$; $0,51$ y $0,64 \text{ }\mu\text{m}$, respectivamente.

Al comparar las indicaciones de la norma con los resultados obtenidos para las distintas combinaciones de parámetros utilizadas, puede verse que todas las piezas tienen al menos una medición que excede los $0,64 \text{ }\mu\text{m}$ de R_a . Ninguna combinación de parámetros alcanza el grado de terminación requerido.

En todos los casos debe tenerse en cuenta que el grado de acabado final depende fuertemente de la terminación inicial o de partida. Por lo que si se parte de superficies menos rugosas y/o se aumentan los tiempo de procesamiento seguramente se cumpla con la normativa bajo los parámetros correctos de electropulido.

6.4. Ensayos de resistencia a la corrosión

Los ensayos de resistencia a la corrosión por una cuestión de tiempos se realizaron para una sola de las condiciones que produjeron un buen efecto de electropulido, en este caso la combinación $0,6 \text{ A/cm}^2$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$, 3 cm .

6.4.1. Potencial de circuito abierto

En la Fig. 90 se muestran gráficos representativos de potencial de circuito abierto durante 30 minutos tanto para las probetas electropulidas como para las pulidas mecánicamente (superficie de partida). Puede verse que las probetas electropulidas se estabilizan en un potencial más noble (más positivo) que las probetas pulidas mecánicamente.

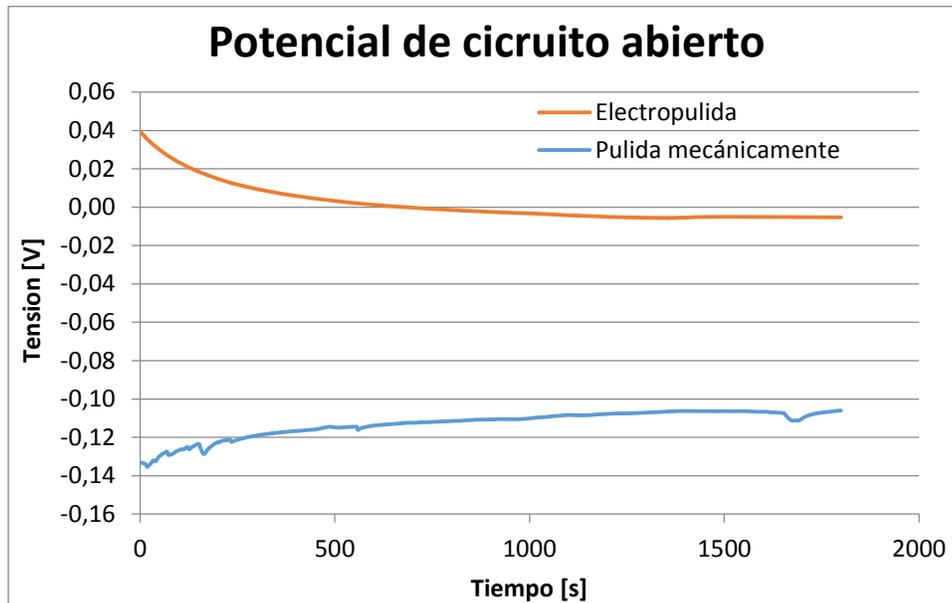


Fig. 90. Estabilización, potencial de circuito abierto

6.4.2. Ensayo de resistencia a la polarización lineal

La Fig. 91 muestra una curva de polarización lineal representativa de las probetas electropulidas con $0,6 \text{ A/cm}^2$, $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y 3 cm de distancia ánodo-cátodo.

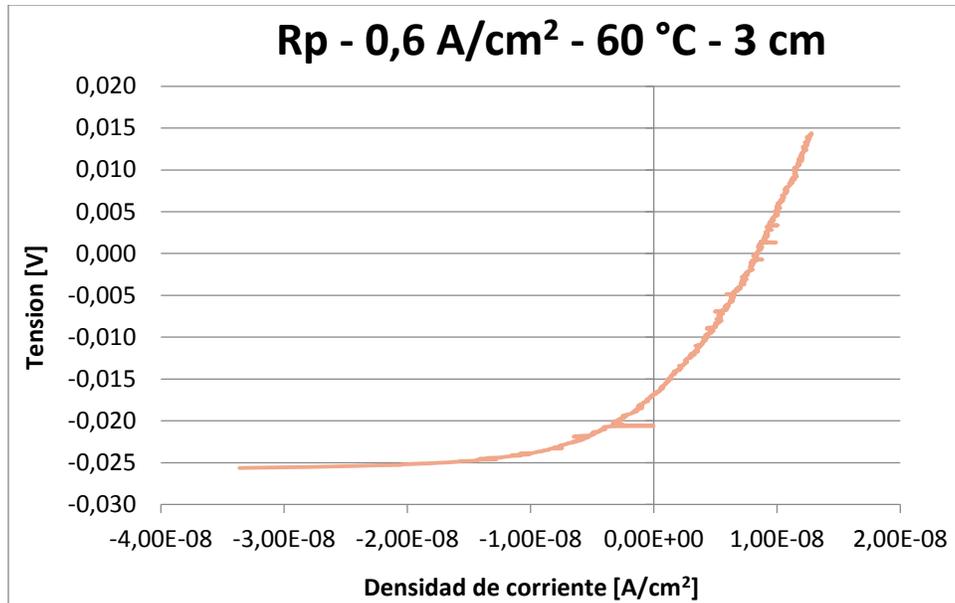


Fig. 91. Ensayo de Rp probeta electropulida

Para la porción lineal se tomaron los puntos correspondientes a ± 10 mV del punto por donde la curva pasa por el eje de las ordenadas. La Fig. 92 muestra la porción de la curva considerada. Se obtuvo una línea de tendencia que obedece a la función:

(Ec. 34)
$$y = 1211296X - 0,0165$$

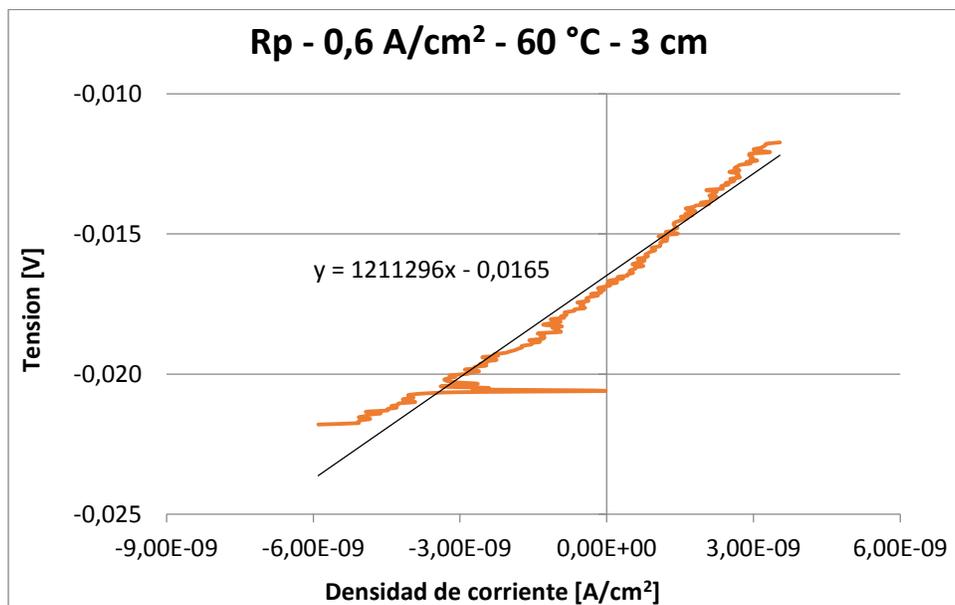


Fig. 92. Ensayo de Rp probeta electropulida. Curva acotada a 10 mV a cada lado del eje de las ordenadas

La Fig. 93 muestra una curva de polarización lineal representativa de las probetas pulidas mecánicamente.

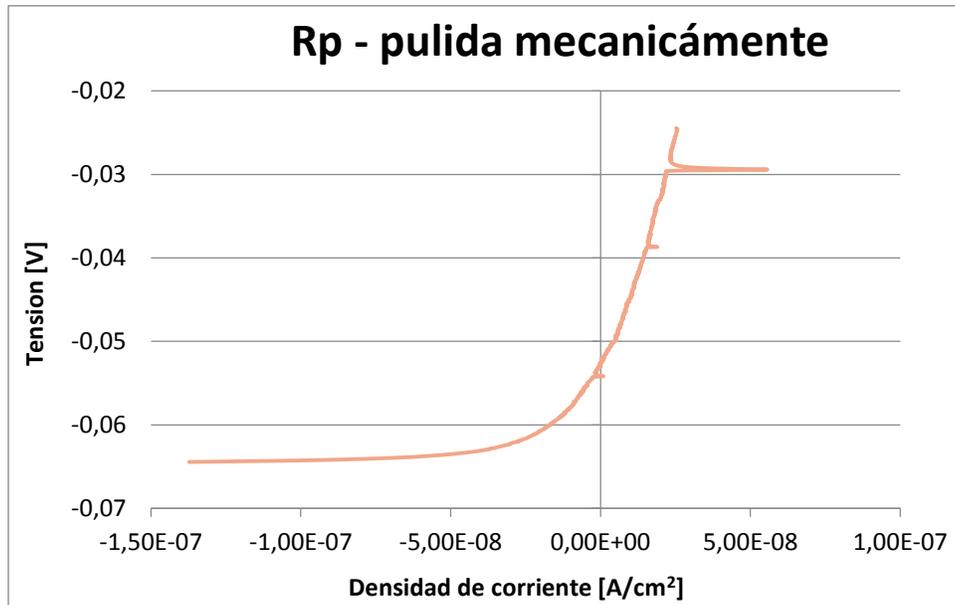


Fig. 93. Ensayo de Rp probeta pulida mecánicamente

Para la porción lineal se tomaron los puntos correspondientes a ± 10 mV del punto por donde la curva pasa por el eje de las ordenadas. La Fig. 94 muestra la porción de la curva considerada. Se obtuvo una línea de tendencia que obedece a la función:

(Ec. 35)
$$y = 585815X - 0,0475$$

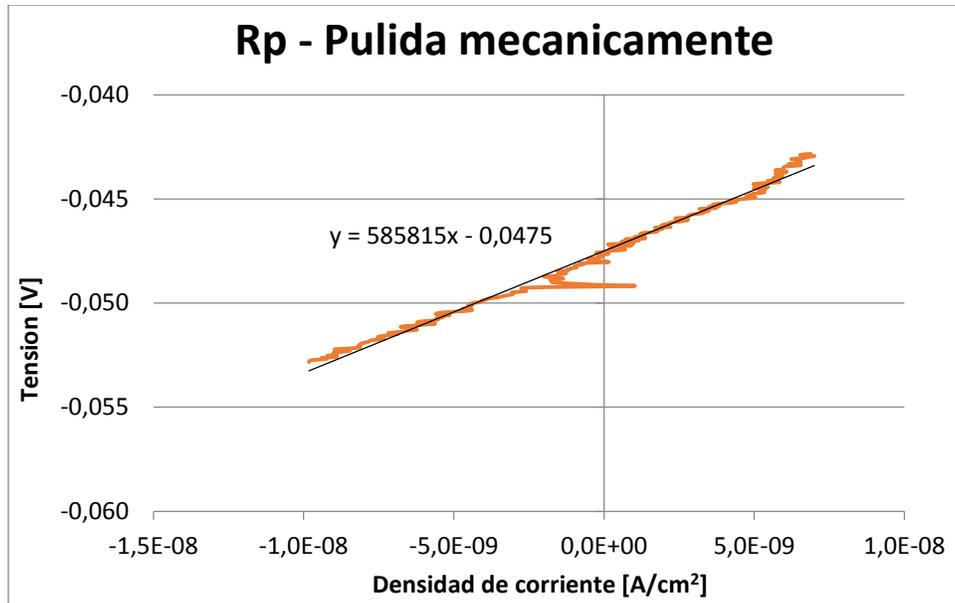


Fig. 94. Ensayo de Rp probeta pulida mecánicamente. Curva acotada a 10 mV a cada lado del eje de las ordenadas

A partir de este ensayo pudieron calcularse las pendientes de Rp:

Probeta electropulida: $1211296 \Omega \cdot \text{cm}^2$

Probeta pulida mecánicamente: $585815 \Omega \cdot \text{cm}^2$

La relación entre las resistencias será:

$$(Ec. 36) \quad relación = \frac{1211296 \Omega \cdot \text{cm}^2}{585815 \Omega \cdot \text{cm}^2} = 2,06$$

La resistencia de la probeta electropulida a la polarización lineal es 2,06 veces la resistencia a la polarización lineal de la probeta pulida mecánicamente.

Se puede concluir que el electropulido produce una mejora notable a la resistencia a la polarización lineal.

6.4.3. Ensayo de espectroscopía de impedancia electroquímica

En las Figs. 95 y 96 se muestran gráficos de Nyquist y de Bode representativos de las probetas electropulidas y las pulidas mecánicamente.

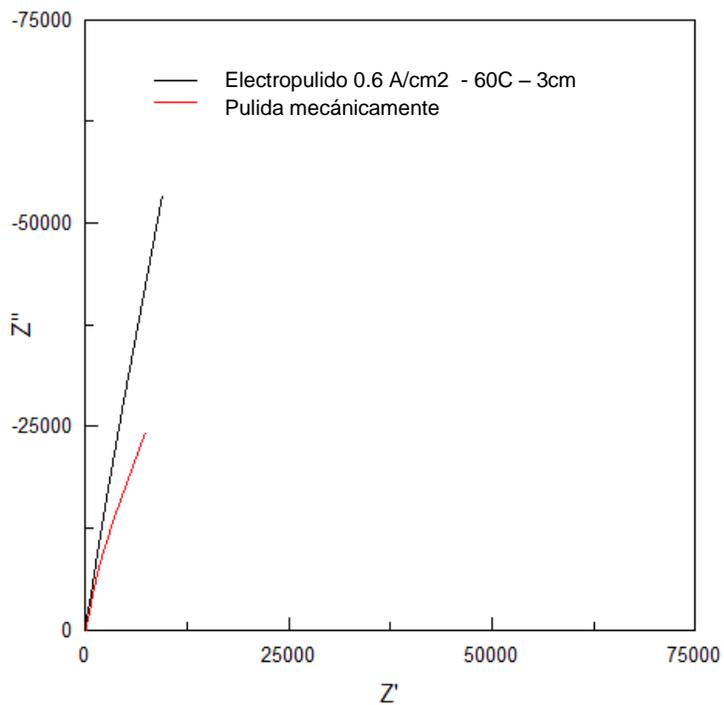


Fig. 95. Gráficos de Nyquist para la probeta electropulida como para las pulidas mecánicamente

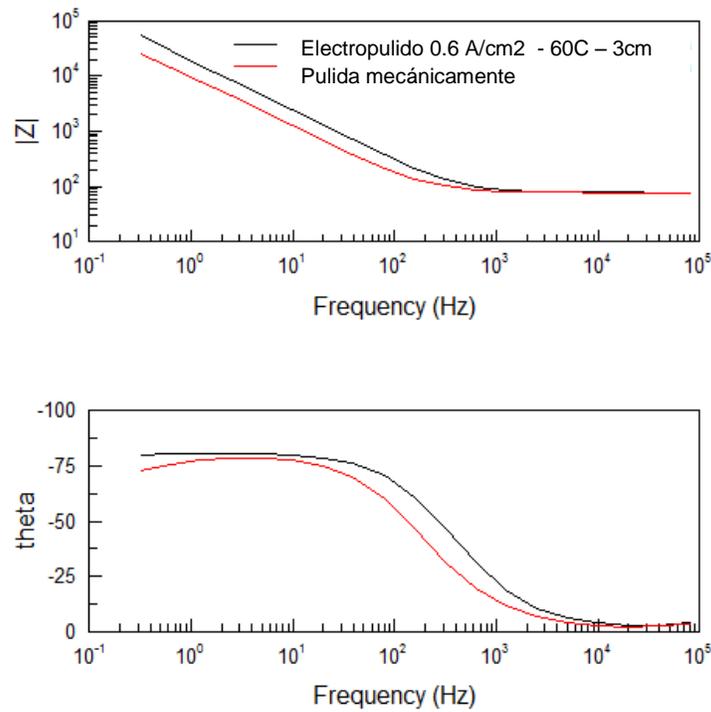


Fig. 96. Gráficos de Bode para la probeta electropulida como para las pulidas mecánicamente

En la Tablas 22 y 23 se pueden ver los resultados de los ensayos de EIS que surgen del ajuste de las curvas obtenidas con el circuito eléctrico equivalente presentado en la sección 3.6.3, tanto para las probetas electropulidas como para las pulidas mecánicamente.

Tabla 22. Valores de los elementos del circuito equivalente derivados de los datos de EIS

Probeta	R1 [Ω]	R2 [Ω]	CPE1		R3 [Ω]	CPE2	
		$\times 10^4$	Q1 [$\mu\text{S}\cdot\text{s}^\alpha$]	α_1	$\times 10^6$	Q2 [$\mu\text{S}\cdot\text{s}^\alpha$]	α_2
Electropulida	$78,21 \pm 0,13$	$12,01 \pm 8,53$	$9,38 \pm 0,11$	$0,919 \pm 0,002$	$3,47 \pm 0,68$	$0,81 \pm 0,09$	$0,64 \pm 0,05$
Pulida	$77,3 \pm 0,11$	$13,85 \pm 0,76$	$19,10 \pm 0,08$	$0,905 \pm 0,001$	$2,23 \pm 0,73$	$8,23 \pm 0,24$	$0,85 \pm 0,04$

Tabla 23. Capacidad efectiva de los CPE del circuito equivalente

Probeta	Cef _{CPE1} [μF]	Cef _{CPE2} [μF]
Electropulida	9,48	1,43
Pulida	21,13	13,73

Puede verse que las probetas electropulidas presentan una mayor resistencia a la corrosión, evidenciada por una mayor resistencia a la transferencia de carga (R3) y menores capacidades efectivas de las dobles capas electroquímicas capa pasiva-solución (Cef_{CPE1}) y metal base-solución (Cef_{CPE2}). Respecto a la resistencia de los poros (R2), si bien es mayor para las probetas pulidas mecánicamente, el error asociado al valor obtenido para las probetas electropulidas no permite establecer observaciones concluyentes.

En las Figs. 97 y 98 se muestra, a modo de ejemplo, las curvas experimentales y simuladas para una de las probetas pulidas mecánicamente donde puede verse el muy buen ajuste entre ambas con el circuito equivalente empleado.

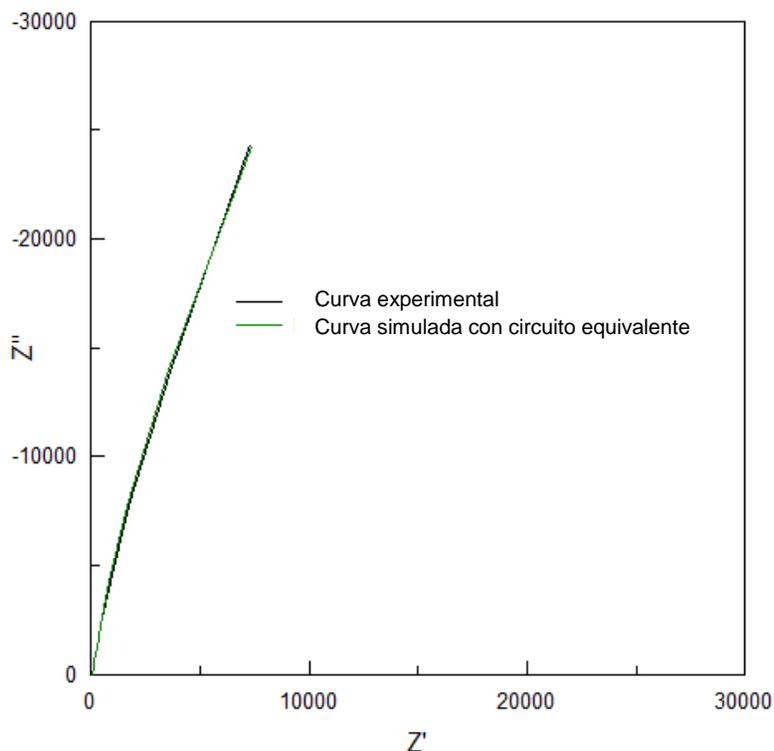


Fig. 97. Gráfico de Nyquist para la probeta pulida mecánicamente

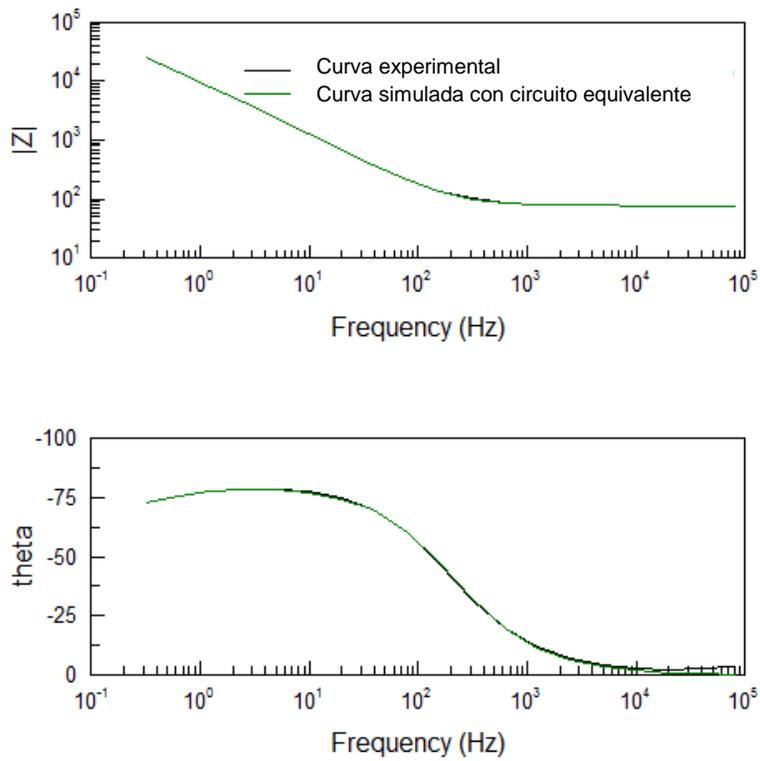


Fig. 98. Gráficos de Bode para la probeta pulida mecánicamente

6.4.4. Ensayo de polarización potenciodinámica

La Fig. 99 muestra curvas de polarización potenciodinámica representativas de las probetas electropulidas y pulidas mecánicamente.

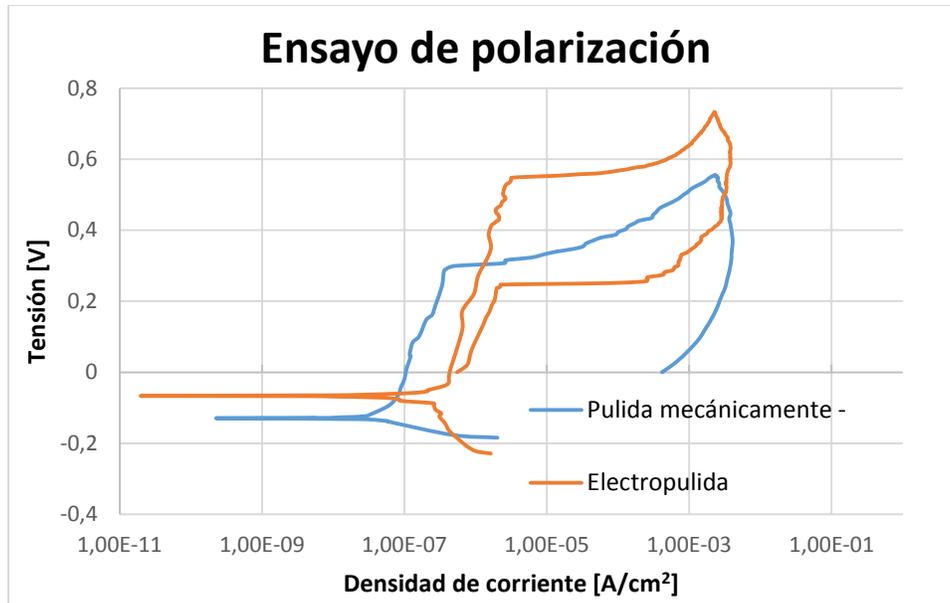


Fig. 99. Ensayo de polarización potenciodinámica con barrido de 1 mV/s

Puede observarse de manera cualitativa que las probetas electropulidas presentan potenciales E_{corr} (de corrosión), E_b (de ruptura) y E_{180} (que genera una densidad de corriente de $180 \mu\text{A}/\text{cm}^2$) más nobles que las probetas pulidas mecánicamente, sin embargo, la corriente de corrosión (i_{corr}) parece ser mayor. Puede notarse además que se produce daño superficial durante los ensayos ya que, al descender el potencial, luego de alcanzar el valor máximo, lo hace con una densidad de corriente mayor que cuando iba en aumento. La Tabla 24 muestra los valores de E_{corr} e i_{corr} obtenidos a partir de la extrapolación de Tafel y demás valores característicos obtenidos directamente de las curvas.

Tabla 24. Valores obtenidos del ensayo de polarización potenciodinámica para las probetas electropulidas y para las pulidas mecánicamente.

Probeta	E_{corr} [V]	i_{corr} [A/cm ²] x 10 ⁻⁸	E_b [V]	E_{180} [V]
Electropulida	-0,105	28,33	0,552	0,733
Pulida mecánicamente	-0,139	5,25	0,299	0,555

Puede verse que, si bien, la corriente de corrosión es más alta en la probeta electropulida, el potencial de corrosión, el potencial de ruptura y el potencial que genera una densidad de corriente de $180 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ son más nobles (más positivas). Por lo que se puede decir que las probetas electropulidas presentan una mayor resistencia a la corrosión con respecto a las probetas pulidas mecánicamente.

Las Figs. 100 y 101 muestran imágenes superficiaales de las zonas ensayadas en las probetas pulidas mecánicamente y electropulidas, respectivamente.

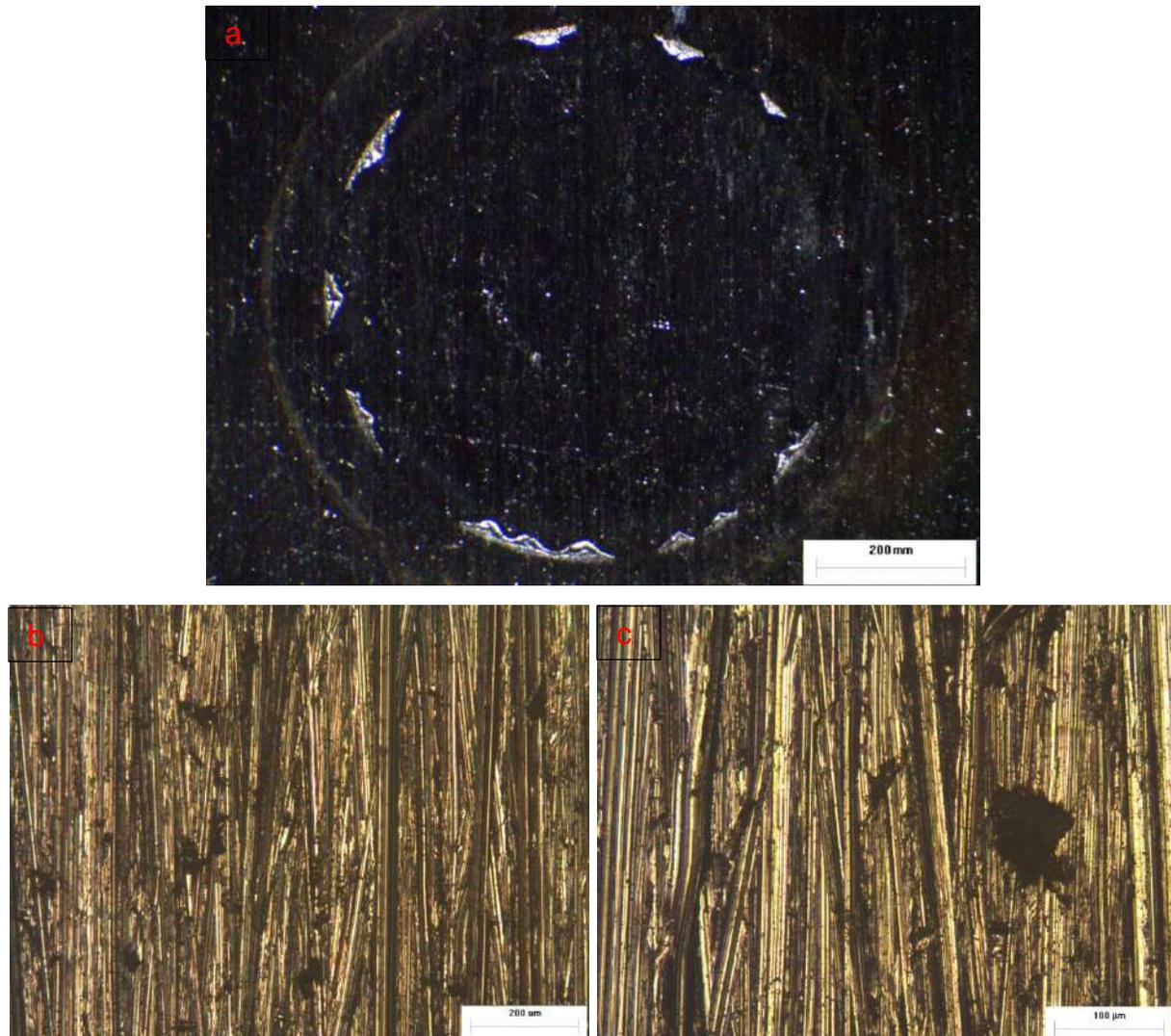


Fig. 100. Imágenes de las probetas pulidas mecánicamente luego de los ensayos de corrosión: a) macroscópica, b) aumento 50x, c) aumento 100x

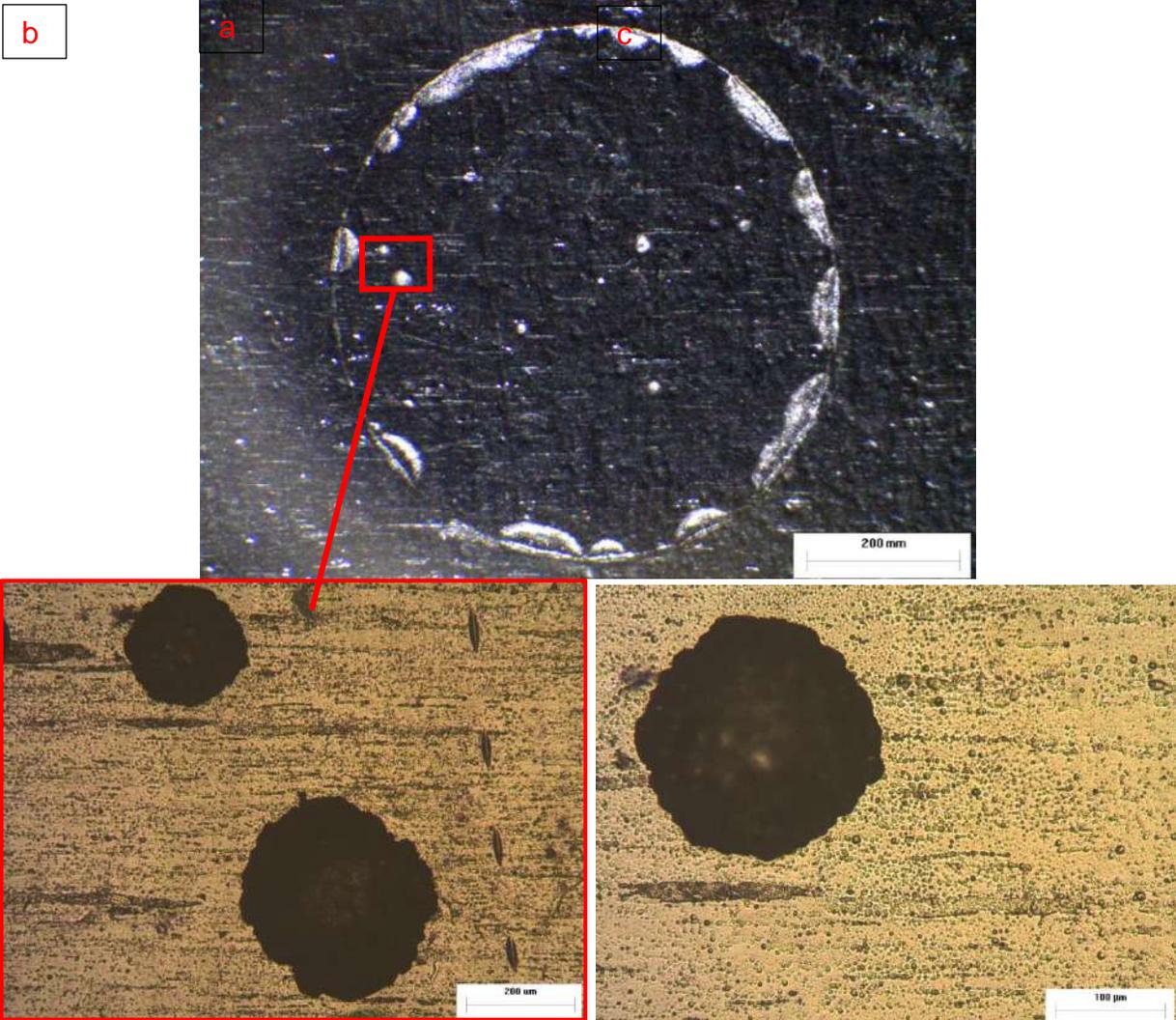


Fig. 101. Imágenes de las probetas electropulidas luego de los ensayos de corrosión: a) macroscópica, b) aumento 50x, c) aumento 100x

En las imágenes macroscópicas, tanto de las probetas electropulidas como de las pulidas mecánicamente, puede observarse que el daño superficial se produce principalmente por crevice en la zona de apoyo del o-ring. En el interior de las zonas ensayadas en las muestras pulidas mecánicamente no se observan indicios de picado. Por el contrario, en el interior de las zonas ensayadas en las probetas electropulidas se pueden ver algunos pits de distintos tamaños (puntos brillantes en la imagen macroscópica y puntos oscuros en las microscópicas).

7. Conclusiones

En este trabajo, se analizó la topografía superficial y el comportamiento a la corrosión de probetas de acero inoxidable AISI 316L electropulidas en una solución con 75% de ácido sulfúrico y 25% metanol (%v/v). Se evaluó también la influencia de los parámetros del proceso de electropulido (voltaje, temperatura, densidad de corriente, tiempo, material del cátodo y distancia al mismo). En base a los resultados obtenidos se pudieron extraer las siguientes conclusiones:

- Es necesario un tratamiento previo del electrolito (envejecimiento) para obtener resultados satisfactorios.
- El material del cátodo no afecta considerablemente al proceso de electropulido.
- La densidad de corriente es muy sensible a los cambios de temperatura.
- La posición, método e intensidad de la agitación desempeña un rol importante en el electropulido cuando se utilizan densidades de corriente elevadas.
- El proceso de electropulido sobre AISI 316L disminuye en gran medida los valores de los parámetros de rugosidad de las muestras si se emplean parámetros adecuados de densidad de corriente, distancia al cátodo y temperatura. Sin embargo, la ondulación presenta un comportamiento más irregular.
- Para obtener la mayor reducción de rugosidad en un tiempo máximo de 15 minutos se necesita una densidad de corriente de $0,6 \text{ A/cm}^2$ combinada con una temperatura de $45 \text{ }^\circ\text{C}$ y una distancia ánodo-cátodo de 3 cm o una temperatura de $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y una distancia ánodo-cátodo de entre 5 y 7 cm.
- Densidades de corriente mayores a $0,6 \text{ A/cm}^2$ producen picado o la formación de depósitos en la superficie de las probetas.
- Las disminuciones porcentuales de rugosidad dependen del valor de partida, por lo que para cumplir con requerimientos de normas se debe trabajar sobre los tiempos de electropulido e incluso puede llegar a ser necesario un proceso de terminación previo a la realización del electropulido.
- El electropulido produce una mejora en la resistencia a la corrosión con respecto al pulido mecánico en los ensayos de OCP, R_p y EIS. En los ensayos de PP, no se pueden extraer resultados concluyentes debido al daño por crevice generado en la zona de apoyo del o-ring.
- Si bien el ensayo de EIS a frecuencia 0 Hz y de R_p no obtuvieron el mismo valor de resistencia y se deben hacer más ensayos para averiguar cual es el valor correcto, ambos mejoraron la resistencia a la corrosión entre la probeta electropulida y la pulida con valores de rugosidad de partida.

8. Trabajos futuros

Se considera necesario ampliar el estudio del comportamiento del electrolito utilizado en este proyecto, observar que parámetros son necesarios para optimizar su envejecimiento, analizar su composición química durante las distintas etapas de su vida útil y su posible sobre envejecimiento.

Se considera necesario también, estudiar las características y composición de los depósitos formados en algunas de las superficies electropulidas y el posible efecto de la agitación en su origen.

Se propone avanzar en el estudio del proceso de electropulido en AISI 316L utilizando electrolitos libres de ácidos, más amigables con el medio ambiente, como aquellos formulados a base de NaCl.

Se propone también ampliar el estudio a otras terminaciones superficiales de partida comúnmente utilizadas en la industria, como pueden ser el fresado, el rectificado o el electroerosionado.

Por último, se plantea el desarrollo de un sistema para electropulido localizado con paño, aplicable a superficies de grandes dimensiones que no pueden ser sumergidas en una cuba.

9. Bibliografía

- [1] Núñez, P., García-Plaza, E., Hernando, M., y Trujillo, R., Characterization of surface finish of electropolished stainless steel AISI 316L with varying electrolyte concentrations. *Procedia Engineering*, 2013. 63: p. 771 - 778.
- [2] Habibzadeh, S., Li, L., Shum-Tim, D., Davis, E.C., y Omanovic, S., Electrochemical polishing as a 316L stainless steel surface treatment method: Towards the improvement of biocompatibility. *Corrosion Science*, 2014. 87: p. 89 – 100.
- [3] Rotty, C., M.-L. Doche, A. Mandroyan, J.-Y. Hihn, G. Montavon, y Moutarlier, V., Comparison of electropolishing behaviours of TSC, ALM and cast 316L stainless steel in H₃PO₄/H₂SO₄. *Surfaces and Interfaces*, 2017. 6: p. 170 - 176.
- [4] Ilman, K. A. y Herliansyah, M. K., The Effect of Electropolishing Parameter on 316L Stainless Steel Surface Roughness for Coronary Stent Application, *Proceedings of the 7th International Annual Engineering Seminar (InAES)*, Yogyakarta, Indonesia, 2017.
- [5] Palmieri, V., *Fundamentals of Electrochemistry - The Electrolytic polishing of Metals: Applications to copper and niobium*. *Proceedings of the 11th Workshop on RF Superconductivity*, Lübeck/Travemünder, Germany, 2003.
- [6] Guliaev A.P., *Metalografía, Tomo II, Capitulo XIX: Aceros y aleaciones resistentes a la corrosión (inoxidables)*. Ed. Mir, Moscú, 1978.
- [7] *Aceros inoxidables, Cátedra de Metalurgia Aplicada y Materiales, Facultad de Ingeniería, UNMDP*.
- [8] Guliaev A.P., *Metalografía, Tomo II, Capitulo XIV: Influencia de los elementos de aleación*. Ed. Mir, Moscú, 1978.
- [9] ISO 4967, "Steel - Determination of content of nonmetallic inclusions - Micrographic method using standard diagrams", *International Organization for Standardization*, Switzerland. 2013.
- [10] *ASM Handbook, Volume 13A Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection*, ASM International, USA, 2003.
- [11] Hahn, T.S y Marder, A.R., Effect of Electropolishing Variables on the Current-Density-Voltage Relationship. *Metallography*, 1988. 21: p. 365 - 375.
- [12] *Electropulido de Aceros Inoxidables (Serie Materiales y sus Aplicaciones, Volumen 11)*, Euro Inox, Bélgica, 2010.
- [13] Bivi Krishna, *Maintaining the Consistencies in Electropolishing Results by Characterizing the Polishing Bath State as a Function of its Instant Key*

- Properties, MASC Thesis, Concordia University Montreal, Quebec, Canada, 2021.
- [14] Yang, G., Wang, B., Tawfiq, K., Wei, H., Zhou, S., y Chen, G., Electropolishing of surfaces: theory and applications. *Surface Engineering*, 2017. 33(2): p. 149 - 166.
- [15] Rokicki, R. and Hryniewicz T., Enhanced oxidation-dissolution theory of electropolishing. *Transactions of the Institute of metal finishing*, 2012. 90(4): p. 188 - 196.
- [16] Jacket, P.A, Electrolytic and chemical polishing. *Metalurgical Reviews*, 1956. 1(2): p. 157 - 238.
- [17] Han, W. y F. Fang, Fundamental aspects and recent developments in electropolishing. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2019. 139: p. 1 - 23.
- [18] Landolt, D., Fundamental aspects of eletropolishng. *Electrochimica Acta*, 1987. 32(1): p. 1 - 11.
- [19] Datta, M., L.F. Vega, L.T. Romankiw, y P. Duby, Mass transport effects during electropolishing of iron in phosphoric-sulfuric acid. *Electrochimica Acta*, 1992. 37(13): p. 2469 - 2475.
- [20] Lee, S.-J. and J.-J. Lai, The effects of electropolishing (EP) process parameters on corrosion resistance of 316L stainless steel. *J. Mater. Process. Technol.*, 2003. 140(1): p. 206 - 210.
- [21] Rugosidad superficial, Cátedra de Metrología dimensional, Facultad de Ingeniería, UNMDP.
- [22] González González, C., Zeleny Vázquez, J.R., *Metrología*, Capítulo 17. Ed. Mc Graw Hill, México, 1995.
- [23] *Introduction to Surface Roughness Measurement, Roughness measurement guidebook*, Olympus Corporation, Japón, 2018.
- [24] *Quick Guide to Surface Roughness Measurement*, Mitutoyo America Corporation, USA; 2016.
- [25] IRAM 186-1, "Pulido sanitario. Parte 1 - Elementos metálicos utilizados en la industria de alimentos y bebidas", Instituto Argentino de Normalización y Certificación, Argentina, 2008.
- [26] IRAM 9421-2, "Implantes quirúrgicos. Componentes para prótesis parciales y totales para la articulación de la rodilla. Parte 2 - Superficies de contacto articular metálicas, cerámicas y poliméricas", Instituto Argentino de Normalización y Certificación, Argentina, 2004.

- [27] ASME-BPE 2009, "Bioprocessing equipment", American Society of Mechanical Engineers, USA, 2009.
- [28] ASTM G193-20a, "Standard Terminology and Acronyms Relating to Corrosion", ASTM International, USA, 2020.
- [29] Denny A. Jones, Principles and prevention of corrosion, Prentice Hall, USA, 1996.
- [30] Hocheng, H., Kao, P.S. y Chen, Y.F., Electropolishing of 316L Stainless Steel for Anticorrosion Passivation. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2001. 10: p. 414 - 418.
- [31] Lee, S-J. y Lai, J-J., The effects of electropolishing (EP) process parameters on corrosion resistance of 316L stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 2003. 140: p. 206 - 210.
- [32] Hryniewicz, T., Rokicki, R. y Rokosz, K., Surface characterization of AISI 316L biomaterials obtained by eletropolishing in a magnetic field. *Surface and Coatings Technology*, 2008. 202(9): p. 1668 - 1673.
- [33] Nazneen, F., Galvin, P., Arrigan, D.W.M., Thompson, M., Benvenuto, P., y Herzog, G., Electropolishing of medical-grade stainless steel in preparation for surface nano-texturing. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 2012. 16(4): p. 1389 - 1397.
- [34] Hernando, M., Núñez López, P. J., García Plaza, E., y Trujillo, R., Effect of Electrolyte on the Surface Smoothness Obtained by Electropolishing of Stainless Steel. *Materials Science Forum*, 2012. 713: p. 55 - 60.
- [35] Rokicki, R. y Hryniewicz T., Enhanced oxidation-dissolution theory of electropolishing, *Transactions of the Institute of metal finishing*, 2012. 90(4): p. 188 - 196.
- [36] Rokosz, K. y Hryniewicz T., XPS surface characterization of AISI 316L (EN 1.404) SS electrochemically polished in the mixture of H_3PO_4 , H_2SO_4 and HNO_3 acids. *Proceedings of the 24th International Conference on Metallurgy and Materials*, Brno, Czech Republic, 2015.
- [37] Rotty, C., Mandroyan, A., Doche, M., y Hihn, J., Electropolishing of CuZn brasses and 316L stainless steels: Influence of alloy composition or preparation process (ALM vs. standard method). *Surface & Coatings Technology*, 2016. 307: p. 125 - 135.
- [38] Rahman, Z., Deen, K.M., Cano, L., y Haider, W., The effects of parametric changes in electropolishing process on surface properties of 316L stainless steel. *Applied Surface Science*, 2017. 410: p. 432 - 444.

- [39] Castro, R. y Grasso, P., Ensayos de electropulido sobre distintos aceros inoxidables AISI 316L. Proyecto Final de Ingeniería Mecánica, Facultad de Ingeniería, UNMDP, 2016.
- [40] Carro, I.M., Ensayos de electropulido sobre distintos componentes de acero inoxidable AISI 316L, Proyecto Final de Ingeniería Mecánica, Facultad de Ingeniería, UNMDP, 2019.
- [41] ASTM A240/A240M, "Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications", ASTM International, USA, 2020.
- [42] https://www.uni-trend.com/meters/html/product/General_Meters/DigitalMultimeters/UT33_Series/UT33D+.html.
- [43] https://www.uni-trend.com/meters/html/product/General_Meters/digitalclampmeters/UT210_Series/UT210D.html.
- [44] Hirschorn, B., M.E. Orazem, B. Tribollet, V. Vivier, I. Frateur, and M. Musiani, Determination of effective capacitance and film thickness from constant-phase-element parameters. *Electrochimica Acta*, 2010. 55(21): p. 6218-6227.
- [45] Coldur, M., S. Oguzlar, M. Zeyrek Ongun, O. Oter, and S. Yıldırım, Usage of thiocyanate-based ionic liquid as new optical sensor reagent: Absorption and emission based selective determination of Fe (III) ions. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 2020. 224: article 117385.
- [46] Determination of iron by thiocyanate colorimetry, College of Science, University of Canterbury, New Zealand.
- [47] Harris, D.C., *Análisis Químico Cuantitativo*, Capítulo 18. Ed. Reverté, España, 2016.