



***Proyecto final de Ingeniería Mecánica***

***Ensayos de electropulido sobre distintos componentes de acero inoxidable AISI316L***

*Subtítulo:*

*Evaluación comparativa de las características superficiales y el comportamiento a la corrosión de probetas de acero inoxidable AISI 316L electropulidas en equipamiento industrial*

*Alumno:*

*Carro, Ignacio Martin*

*Director:*

*Dr. Ing. Diego Alejandro Colombo*

*Fecha:*

*Diciembre de 2019*



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 sobre distintos componentes de acero inoxidable AISI316L***

*Subtítulo:*

*Evaluación comparativa de las características superficiales y el comportamiento a la corrosión de probetas de acero inoxidable AISI 316L electropulidas en equipamiento industrial*

*Alumno:*

*Carro, Ignacio Martin*

*Director:*

*Dr. Ing. Diego Alejandro Colombo*

*Fecha:*

*Diciembre de 2019*

## Contenido

Contenido.....	2
1. Resumen .....	5
2. Introducción .....	6
3. Revisión bibliográfica.....	8
3.1. Aceros inoxidables.....	8
3.1.1. Generalidades .....	8
3.1.2. Aceros inoxidables austeníticos .....	10
3.1.2.1. Generalidades.....	10
3.1.2.2. Tratamientos térmicos de los aceros inoxidables austeníticos .....	13
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 .....	17
3.2.3. Mecanismo de electropulido .....	17
3.2.4. Relación entre la tensión y la densidad de corriente .....	18
3.2.5. Relación entre el tiempo y la densidad de corriente .....	20
3.2.6. Variables que afectan al proceso de electropulido .....	20
3.2.6.1. Influencia de la temperatura del electrolito.....	21
3.2.6.2. Influencia de la agitación.....	22
3.2.6.3. Influencia del tiempo de electropulido .....	23
3.2.6.4. Influencia del tamaño del sistema .....	23
3.2.7. Requerimientos según la norma ASME BPE-2009 .....	24
3.3. Topografía superficial .....	25
3.3.1. Generalidades .....	25
3.3.2. Método del perfil .....	27
3.3.3. Módulo de medición o cut-off y longitud de medición .....	27
3.3.4. Perfilómetros de contacto .....	30
3.3.5. Sistema de medición de rugosidad de la línea media .....	31
3.3.6. Parámetros de rugosidad y ondulación basados en la línea media.....	32
3.4. Procesos de corrosión .....	35
3.4.1. Generalidades .....	35

3.4.2.	Tipos de corrosión en aceros inoxidables.....	35
3.4.3.	Ensayos de corrosión .....	39
3.4.3.1.	Métodos electroquímicos para ensayos de corrosión .....	40
3.5.	Estado del arte.....	44
4.	Objetivos.....	47
5.	Procedimiento experimental .....	48
5.1.	Caracterización del material de partida.....	48
5.2.	Preparación de probetas.....	48
5.3.	Caracterización superficial de las probetas.....	49
5.3.1.	Microestructura.....	49
5.3.1.1.	Contenido inclusionario.....	49
5.3.1.2.	Fases presentes .....	50
5.3.2.	Microdureza.....	52
5.3.3.	Topografía superficial .....	53
5.3.3.1.	Análisis cuantitativo mediante perfilometría de contacto.....	53
5.3.3.2.	Análisis cualitativo mediante microscopía electrónica.....	55
5.4.	Preparación de los ensayos de electropulido.....	56
5.4.1.	Selección del electrolito .....	56
5.4.2.	Montaje de probetas.....	56
5.4.3.	Fuente de energía .....	56
5.4.4.	Mecanismo de agitación .....	57
5.4.5.	Forma, tamaño y material del ánodo .....	57
5.4.6.	Forma, tamaño y material de cátodo .....	57
5.4.7.	Celda electrolítica .....	57
5.5.	Determinación de curvas características .....	59
5.6.	Realización de ensayos de electropulido.....	59
5.7.	Caracterización de las probetas electropulidas.....	59
5.8.	Ensayos de corrosión .....	60
6.	Resultados y discusión .....	64
6.1.	Probetas prismáticas .....	64
6.1.1.	Composición química .....	64
6.1.2.	Contenido inclusionario .....	64

6.1.3.	Determinación de curvas características .....	65
6.1.4.	Influencia de los parámetros de electropulido .....	67
6.1.4.1.	Voltaje de la fuente .....	67
6.1.4.2.	Tiempo de electropulido.....	68
6.1.4.3.	Temperatura del electrolito .....	69
6.1.4.4.	Tamaño de la pieza.....	70
6.1.4.5.	Material del cátodo.....	71
6.1.4.6.	Distancia al cátodo.....	71
6.1.5.	Influencia de la terminación superficial de partida .....	73
6.1.5.1.	Fases presentes .....	74
6.1.5.2.	Microdureza .....	76
6.1.5.3.	Topografía superficial.....	76
6.1.5.4.	Resistencia a la corrosión .....	82
6.2.	Probetas de revolución .....	92
6.2.1.	Pulido exterior.....	92
6.2.1.1.	Influencia de la geometría del cátodo .....	92
6.2.1.2.	Influencia de la terminación superficial de partida .....	93
6.2.2.	Pulido interior.....	95
6.3.	Probetas de geometría compleja .....	96
7.	Conclusiones .....	99
8.	Trabajos futuros.....	100
9.	Bibliografía.....	101

## **1. Resumen**

En este trabajo, se analizaron las características superficiales y la resistencia a la corrosión de probetas de acero inoxidable AISI 316L electropulidas en equipamiento industrial, para evaluar su aplicabilidad a piezas de máquinas de uso farmacéutico y/o alimentario. Se evaluó también la influencia de los parámetros del proceso de electropulido (voltaje, temperatura, tiempo, material del cátodo y distancia al mismo) y se hallaron sus valores óptimos.

Tomando como base resultados previos y habiendo encontrado las condiciones de procesamiento óptimas, se efectuaron ensayos de electropulido sobre probetas con distintas geometrías (prismáticas y de revolución), tamaños y rugosidades iniciales. Se determinaron las características superficiales de las probetas antes y después del electropulido (microestructura, fases presentes, dureza, rugosidad y ondulación), mediante microscopía óptica, difracción de rayos X, ensayos de microindentación y perfilometría de contacto.

Se evaluó también el comportamiento a la corrosión de las probetas antes y después del electropulido. Se realizaron ensayos de resistencia a la polarización lineal, de espectroscopía de impedancia electroquímica y de polarización potenciodinámica, 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 para determinar la resistencia a la corrosión.

Los resultados obtenidos indicaron que 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 tiempo, voltaje, temperatura y distancia al cátodo. Sin embargo, la ondulación presenta un comportamiento más irregular. La utilización de cátodos de acero inoxidable en lugar de cátodos de cobre, permite la obtención de superficies con menor rugosidad. El electropulido produce la eliminación de la capa superficial deformada y, en caso de estar presente, de la fase martensita. Esto se traduce en una disminución de la dureza superficial. Además, la remoción de material mediante electropulido no introduce esfuerzos mecánicos que generen una transformación martensítica adicional. La resistencia a la corrosión del acero inoxidable AISI 316L luego del proceso de electropulido depende de la terminación superficial de partida. Para el caso de los ensayos sobre probetas de revolución, se obtiene 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.

## **2. Introducción**

Un sector importante de la industria de Mar del Plata, está abocado a la producción y exportación de máquinas procesadoras y envasadoras de productos alimenticios farmacéuticos y de equipos de tratamiento de aguas. Ninguna de ellas debe comprometer la salud pública, lo que conlleva exigentes requerimientos sobre el material, diseño y tecnologías de producción de cada una de las piezas constitutivas de las máquinas, principalmente de aquellas que tienen contacto directo con el producto que procesa o contiene.

En cuanto a las características del material a emplear en la construcción de las piezas sometidas a esfuerzos mecánicos y en contacto con productos de diferente agresividad química, se requiere alta resistencia mecánica, excelente resistencia a la corrosión, buena maquinabilidad, soldabilidad y biocompatibilidad. El acero inoxidable AISI 316L es el material universalmente aceptado y empleado para tal fin. Sin embargo, se debe tomar en cuenta su calidad metalúrgica, ya que la presencia de residuos del proceso de obtención, como son los compuestos no metálicos (aluminatos, sulfuros, silicatos, etc.), puede afectar su comportamiento mecánico y principalmente su resistencia a la corrosión.

El proceso de acabado de las piezas, el cual constituye la fase final de su fabricación, deberá proveer superficies continuas, de baja rugosidad, libres de tensiones residuales y sin alteración de las propiedades microestructurales del material, para evitar zonas de estancamiento que propicien la putrefacción del producto y, fundamentalmente, la corrosión de las piezas. Los procesos de acabado más comúnmente empleados son el pulido mecánico con abrasivos muy finos o el electropulido, siendo el primero de ellos el mayormente utilizado en la industria. En ambos casos, se elimina una capa superficial de unos pocos micrones o centésimas de milímetros.

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. Los tiempos de tratamiento son relativamente cortos (entre 2 y 30 minutos). Puede aplicarse en principio a piezas de cualquier forma o tamaño, incluyendo las estructuralmente débiles pues no hay contacto, ni esfuerzos sobre las mismas. Se obtienen superficies con una textura superficial uniforme, libres de tensiones residuales de naturaleza mecánica o térmica, fáciles de limpiar y de baja rugosidad. Respecto del pulido mecánico presenta diversas ventajas, debido al tiempo e insumo de mano de obra sustancialmente menores, la elevada repetitividad en las características superficiales y la ausencia de rayas e incrustaciones de partículas abrasivas.



El presente proyecto contempla el estudio de las características superficiales y la resistencia a la corrosión de probetas de acero inoxidable AISI 316L electropulidas en equipamiento industrial. Se estudiará también la influencia de los parámetros del proceso de electropulido (voltaje, tiempo, temperatura, material del cátodo y distancia al mismo) en los valores de rugosidad obtenidos.

### 3. Revisión bibliográfica

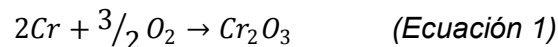
En este capítulo se enuncian los principios y conceptos teóricos básicos en los que se basan las técnicas utilizadas a lo largo del trabajo.

#### 3.1. Aceros inoxidables

##### 3.1.1. Generalidades

Los aceros inoxidables son aleaciones que se seleccionan en ingeniería, principalmente, por su excelente resistencia a la corrosión en diversos tipos de ambientes, combinada con buenas propiedades mecánicas. Esta alta resistencia a la corrosión viene dada debido a que poseen un contenido de cromo mínimo de alrededor del 12%. Si se incrementa el contenido de cromo por encima del 12%, el acero podrá ser pasivado en medios más agresivos.

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, como se puede ver en la Figura 1.

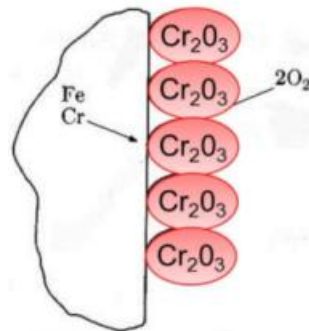
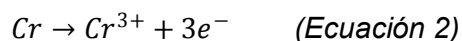


Figura 1. Pasivación del acero inoxidable

La capacidad de ser pasivados es el punto fuerte y la debilidad de los aceros inoxidable. Esto es debido a que, por un lado, la pasividad otorga gran resistencia a la corrosión generalizada, pero por el otro, la misma puede destruirse localmente y una gran superficie catódica, correspondiente al área pasivada, acelerará la corrosión de un área anódica muy pequeña, correspondiente a la zona activada.

En algunos electrolitos, generalmente aquellos que tienen iones de los halógenos, como por ejemplo cloruros, la capa pasivante reduce considerablemente su estabilidad, y esto ocurre porque los cloruros pueden penetrar la capa y destruirla.

En ausencia de oxígeno, la siguiente reacción es libre de proseguir:



Es por ello que este tipo de aceros son pasivos en la presencia de oxígeno o ácidos oxidantes, como  $HNO_3$  o  $H_2SO_4$ , y son activos en ácidos libres de oxígeno, como  $HCl$  o  $HF$ , etc.

El rango de condiciones para las cuales la pasividad puede ser mantenida depende del medio y del tipo de acero inoxidable.

Cuando las condiciones son favorables para mantener la pasividad, los aceros inoxidable presentan muy baja velocidad de corrosión, pero si se destruye la pasividad y no se permite la regeneración de la película pasivadora, el acero inoxidable se puede corroer como un acero al carbono o un acero de baja aleación.

En comparación a otros materiales de uso ingenieril, los aceros inoxidable se destacan por sus buenas propiedades mecánicas a temperatura ambiente, lo cual genera una ventaja en el sector de la construcción ya que es posible reducir el peso por  $m^2$  o las dimensiones de los elementos constructivos. Poseen buena ductilidad y conformabilidad, junto con alta dureza y resistencia al desgaste (por roce o abrasión), lo que permite utilizar este tipo de aceros en una variada gama de aplicaciones. Además del cromo, pueden estar aleados con otros elementos como níquel, molibdeno, aluminio, etc., que tienen efectos específicos sobre la microestructura y las propiedades del acero inoxidable.

En base a su composición y microestructura, existen cinco tipos principales de aceros inoxidable. Estos son: ferríticos, martensíticos, austeníticos, endurecidos por precipitación y dúplex. A continuación, se describirán los de tipo austenítico, correspondiente a las muestras estudiadas en este trabajo.

### 3.1.2. Aceros inoxidables austeníticos

#### 3.1.2.1. Generalidades

Se trata de aleaciones de hierro-cromo-níquel con contenidos de cromo de hasta 25%, níquel hasta 37% y carbono hasta 0,25%. Este tipo de aceros inoxidables son denominados austeníticos debido a que su estructura cristalina es de tipo fcc (al igual que la austenita, hierro  $\gamma$ ) en todo el rango de temperaturas. Esta propiedad la proporciona el níquel. Su presencia, como así también de manganeso, carbono y nitrógeno, es necesaria para evitar la transformación alotrópica  $\gamma$ - $\alpha$ . En la Figura 2, se muestran una serie de diagramas de equilibrio Fe-C con 18% cromo y contenidos crecientes de níquel, donde se observa la influencia de éste para expandir el campo  $\gamma$ .

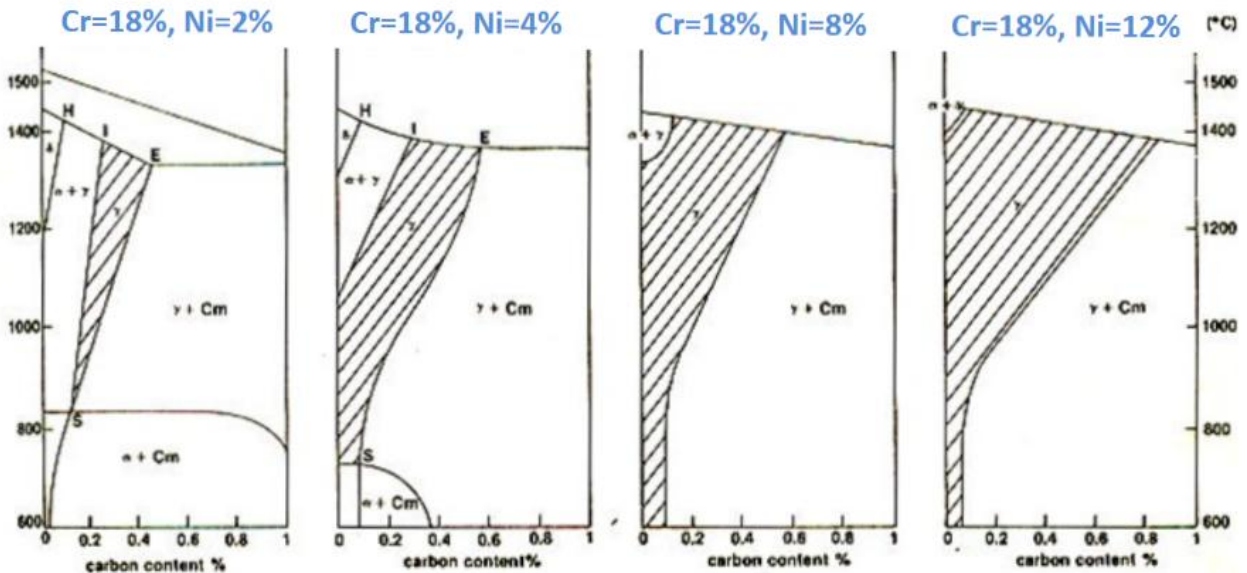
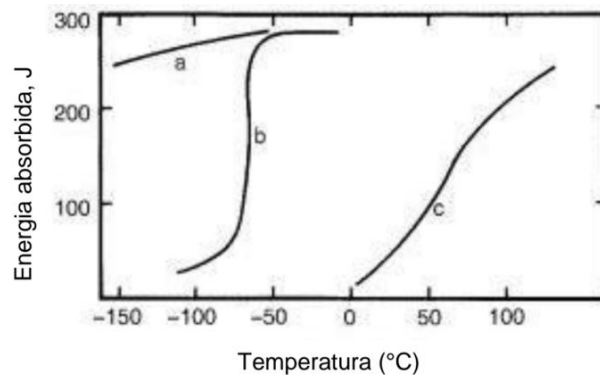


Figura 2. Influencia del níquel en la fase  $\gamma$  de un acero con 18% de Cr

Su resistencia a la corrosión es mayor que la de los ferríticos o los martensíticos debido a la presencia de carburos en solución sólida, generada mediante un rápido enfriamiento desde temperaturas entre 600 y 870°C, lo que favorece que los procesos de soldadura puedan ser realizados perfectamente y, gracias a esto, que dichos aceros sean muy utilizados para la fabricación de componentes para la industria química y petroquímica, donde la corrosión es una condición de servicio determinante. Sin embargo, si se produce un enfriamiento lento, el material puede volverse susceptible a corrosión intergranular debido a la precipitación de carburos de cromo en borde de grano. Para evitarlo, se puede bajar el contenido de carbono al 0.03% (serie L, de bajo

carbono), o bien agregar niobio o titanio. Estos elementos tienen mayor tendencia a formar carburos que el cromo, permitiéndole a este último permanecer en solución sólida en el hierro y así mantener su capacidad de resistencia a la corrosión.

Son los aceros inoxidable más utilizados debido a su, ya mencionada, gran resistencia a la corrosión y a sus buenas propiedades mecánicas. Su estructura fcc le trasfiere una gran ductilidad, conformabilidad, tenacidad y excelente resistencia al impacto, siendo materiales que se pueden endurecer por trabajo en frío, aunque no por tratamientos térmicos. Son empleados en aplicaciones a todo tipo de temperaturas, desde las criogénicas hasta los 1000°C. Es posible usarlos a temperaturas tan bajas como -270°C ya que no presentan transición dúctil/frágil, a diferencia de los ferríticos y los dúplex, como puede observarse en la Figura 3, donde se grafica la energía absorbida en un ensayo de impacto en función de la temperatura para los tres aceros inoxidable mencionados.



*Figura 3. Energía absorbida en un ensayo de impacto en función de la temperatura para aceros inoxidable: a. austeníticos; b. dúplex; c. ferríticos.*

Suelen no ser magnéticos, pero pueden serlo cuando se trabajan en frío. El conformado en frío es una vía para mejorar sus propiedades mecánicas, específicamente el límite elástico, que es relativamente bajo con respecto a otros materiales. Entonces, la reducción en sección o el trabajo en frío aumentan el valor del límite elástico y la tensión de rotura, mientras disminuye la capacidad del acero al alargamiento [1].

Según la clasificación AISI, los aceros inoxidable austeníticos se pueden dividir en dos categorías:

- 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, los cuales son utilizados para conferir ciertas características. La Tabla 1 muestra algunos ejemplos de estos aceros.

En la Serie 200, el contenido de níquel es menor o igual al 6% y mantienen 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. En la Tabla 2 se muestran algunos ejemplos.

*Tabla 1. Aceros inoxidable austeníticos serie 300*

<b>Tipo AISI</b>	<b>Descripción</b>	<b>Aplicaciones más comunes</b>
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.

*Tabla 2. Aceros inoxidable austeníticos serie 200*

<b>Tipo AISI</b>	<b>Descripción</b>
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.

### 3.1.2.2. Tratamientos térmicos de los aceros inoxidables austeníticos

En base a los tratamientos térmicos que se pueden aplicar, los aceros inoxidables austeníticos se dividen en tres grupos:

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

#### **Composiciones inestabilizadas**

Los aceros correspondientes a esta categoría no pueden ser endurecidos por tratamiento térmico, pero sí por trabajado en frío. Estos aceros son recocidos para asegurar la máxima resistencia a la corrosión y restaurar la máxima ductilidad y ablandamiento. Durante el recocido, se disuelven los carburos que decrecen marcadamente la resistencia a la corrosión intergranular.

Como la precipitación de los carburos puede ocurrir entre los 450 y 900°C, es deseable realizar el recocido sobre este límite. Además, es necesario que los carburos estén disueltos antes de comenzar el enfriamiento, y, como esto ocurre muy lentamente, se escoge la temperatura más elevada que no aumente el tamaño de grano, cercana a los 1100°C.

El enfriamiento debe ser rápido pero consistente con las limitaciones de distorsión. El mejor medio es el agua ya que los carburos disueltos permanecen en solución. No obstante, si las piezas son delgadas y el enfriamiento en agua produce distorsión, será necesario enfriar en aire forzado. Si, en este caso, llegan a precipitarse carburos, la solución será utilizar acero inoxidable estabilizado.

#### **Composiciones estabilizadas**

Contienen cantidades controladas de titanio, niobio o tantalio, que hacen al acero inmune a la precipitación intergranular de los carburos de cromo. Necesitan tratamiento térmico para distensionar, incrementar la ductilidad o proveer una estabilidad adicional.

Como no requieren enfriamiento al agua para prevenir la formación de carburos de cromo, generalmente es adecuado enfriar en aire. Sin embargo, espesores mayores a 7 mm deberían enfriarse en agua o aceite para la máxima retención de la austenita.

El tiempo a temperatura y el método de enfriamiento dependen del espesor. Las secciones delgadas deben mantenerse a temperatura 3 a 5 minutos por cada 2,5 mm de espesor, seguido de enfriamiento en aire agitado. Los espesores mayores pueden enfriarse en agua.



Deben tenerse en cuenta ciertas restricciones al tipo de atmósfera del horno, controlándola cuidadosamente para eliminar cualquier carburización o excesiva oxidación. La estabilidad de estos está basada en el porcentaje de carbono original y cualquier absorción de carbono no puede tolerarse. Por otro lado, la excesiva oxidación causa la formación de cascarilla difícil de remover [2].

### **Composiciones de bajo carbono (serie L)**

El contenido de carbono es suficientemente bajo para reducir la precipitación de carburos intergranulares a un nivel seguro. En este sentido, son intermedios entre las composiciones estabilizadas y no estabilizadas.

Estos aceros pueden mantenerse entre 420 y 815°C durante 2 horas y enfriarse lentamente sin el peligro de precipitación intergranular. De todas maneras, si los tiempos a esa temperatura son prolongados, no son totalmente inmunes a la formación de carburos que deterioren la resistencia a la corrosión. No requieren, como los aceros inestabilizados, enfriarse en agua luego del proceso de recocido [3].

#### **3.1.3. Calidad metalúrgica**

La presencia de impurezas (llamadas inclusiones), tanto metálicas como no metálicas, son inevitables a pesar de los continuos procesos de purificación a los cuales se somete a los metales durante su proceso de obtención. Estas impurezas poseen potenciales de oxidación distintos al material del sustrato o matriz. Es por ello que, en presencia de un ambiente oxidante (o sometido a ataque químico), se generan pequeñas zonas anódicas o catódicas que dan lugar a corrosión galvánica localizada, de modo que cuanto más puro es el material, mayor resistencia a la corrosión posee. 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. La Figura 4 muestra distintos patrones de inclusiones y su clasificación. Por otro lado, en cuanto a la cantidad, se utilizan variados esquemas para cada tipo en particular [4].



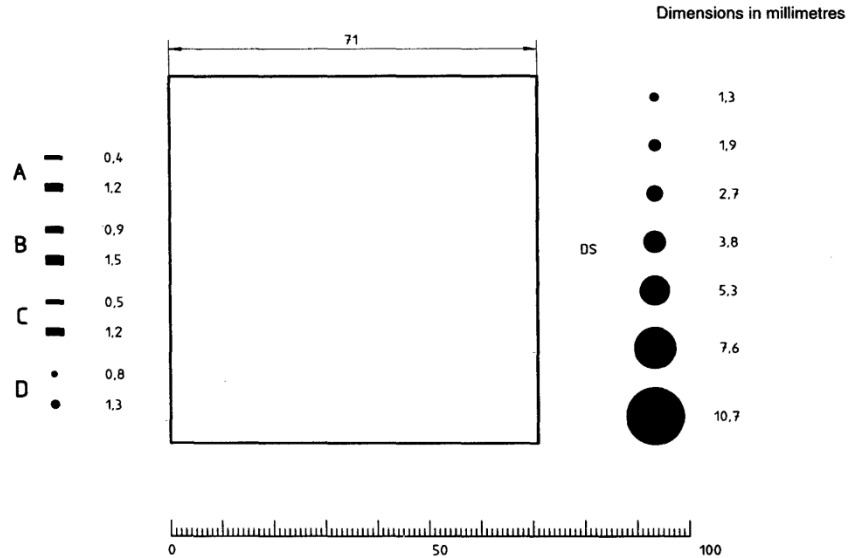


Figura 4. Patrones de inclusiones según norma ISO 4967

## 3.2. Proceso de electropulido

### 3.2.1. Generalidades

El electropulido es un proceso de acabado de superficies metálicas, en el cual se logran superficies brillantes y con baja rugosidad superficial si se emplean parámetros adecuados. El sistema consta de una celda electrolítica constituida por un ánodo, un cátodo, un electrolito y una fuente de alimentación que provee al sistema de corriente eléctrica, tal como se puede ver en la Figura 5.

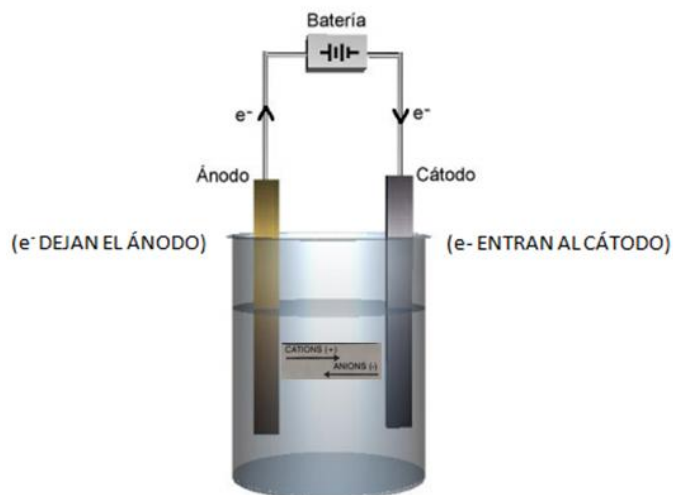
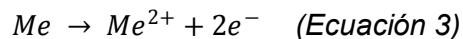


Figura 5. Celda electrolítica

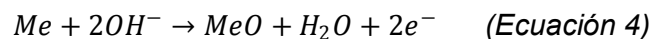
Se tienen reacciones anódicas y reacciones catódicas. Las primeras son todas las reacciones que producen electrones, o más específicamente, reacciones de oxidación. Por otro lado, las reacciones catódicas son todas las que consumen electrones, también conocidas como reductoras.

Las reacciones que pueden desarrollarse en este proceso son las siguientes:

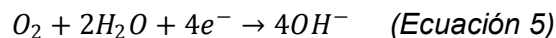
- Transferencia de iones metálicos a la solución



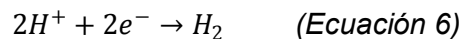
- Formación de capas de óxido



- Evolución de oxígeno



- Reducción de hidrógeno



- Oxidación de diversos componentes de la solución

En el proceso de electropulido, se aprovechan estas reacciones para eliminar una fina capa de material de la pieza a electropulir en forma controlada, sumergiéndola en un determinado electrolito y haciendo circular una determinada corriente. La pieza se oxida controladamente, perdiendo material al liberar iones metálicos a la solución. Por lo tanto, las piezas deben ser conectadas al polo positivo (ánodo), mientras que los contraelectrodos al polo negativo (cátodo). Los contraelectrodos pueden ser de acero inoxidable, cobre o platino. Una vez que ambos han sido conectados, se aplica una determinada tensión al conjunto, de modo que circule corriente. En ese momento, el electrolito comienza a actuar como un conductor, permitiendo la liberación de los iones metálicos de la pieza[5].

El cátodo requiere una limpieza periódica ya que al electropulir la mayor parte de los metales removidos permanecen disueltos en el electrolito en forma de iones, por lo que se pueden adherir al mismo. La cantidad de material a eliminar depende de la tensión aplicada, el tiempo de exposición, la temperatura, la agitación y la eficiencia del electrolito. Estos parámetros se deberán fijar adecuadamente para controlar la eliminación de material de modo de respetar las tolerancias de acabado y lograr un proceso eficaz.

En cuanto a la eliminación de los elementos de aleación presentes en el acero inoxidable, la misma difiere entre cada uno de ellos. Lo antedicho hace su dependencia en el potencial de oxidación relativo entre los distintos elementos. Como el hierro y el níquel se eliminan preferencialmente, se obtiene una superficie rica en cromo. De esta forma, se puede tener una notable mejora en la pasivación de la superficie [6].

### **3.2.2. Ventajas y desventajas del electropulido frente al pulido mecánico**

Algunas ventajas del proceso frente al pulido mecánico son las siguientes [7]:

- No genera distorsión;
- Se obtienen piezas más brillantes;
- No se somete a la pieza a tensiones mecánicas ni térmicas;
- Alto grado de repetitividad y regularidad;
- Puede mejorar la resistencia a la corrosión;
- Pueden pulirse piezas de geometrías más complejas más fácilmente;
- Es más rápido.

Como desventajas se pueden mencionar las siguientes:

- Puede generar picado;
- Puede aumentar la ondulación debido a la remoción preferencial de material cuando se tienen varias fases;
- Algunos ácidos presentan restricciones para su adquisición;
- Los parámetros óptimos de trabajo varían al cambiar el material de la pieza o el electrolito, por lo que se deben determinar nuevamente en dicho caso;
- Requiere la eliminación de restos de electrolito de las piezas.

### **3.2.3. Mecanismo de electropulido**

Las primeras explicaciones del mecanismo de electropulido fueron dadas por Jacquet y Elmore. Jacquet atribuyó el electropulido a la formación de una capa viscosa en la pieza de trabajo [5, 8]. El espesor de esta capa no es constante, siendo mayor en los valles. Esto da como resultado una mayor resistencia óhmica en esas zonas y conduce a una disolución preferencial de los picos que se traduce en una nivelación de la superficie. En la Figura 6-a, se puede visualizar el esquema de un corte transversal a escala microscópica de la superficie y la capa viscosa al comienzo del proceso; mientras que en la Figura 6-b, ha pasado un tiempo y se observa cierta disolución y nivelación de la superficie. Simultáneamente y, bajo parámetros controlados, tiene lugar un abrillantamiento de la superficie.

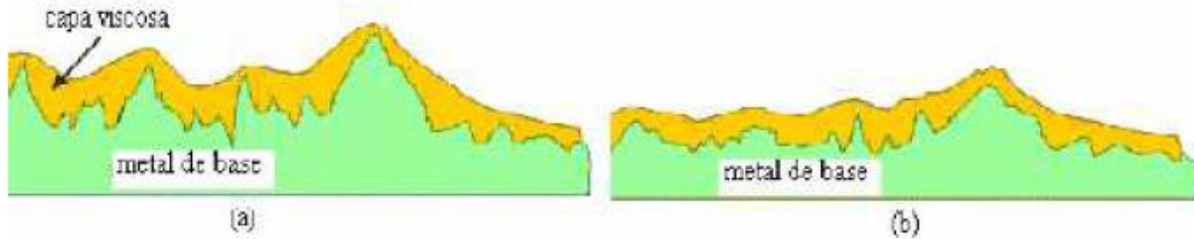


Figura 6. a. Esquema de un corte transversal a escala microscópica de la superficie y la capa viscosa al comienzo del proceso de electropulido; b. Disolución preferencial de los picos y nivelación de la superficie

Esta explicación fue desafiada más tarde por Elmore, quien estudió la relación corriente-voltaje para el pulido de cobre en ácido ortofosfórico. Él atribuyó el efecto de pulido a un gradiente de concentración variable de los iones metálicos disueltos en la capa viscosa [5, 8]. El valor del espesor de la capa de difusión ( $\delta$ ) sobre la protuberancia es menor que el valor sobre el valle. Por lo tanto, el valor de la corriente límite ( $i_L$ ) definida por la Ecuación 7 será mayor sobre la protuberancia en comparación con la del valle, lo que da como resultado que la superficie del metal se nivele a medida que avanza el electropulido. Este es el mecanismo generalmente aceptado para el electropulido y el control difusional se ha establecido como la razón detrás del electropulido.

$$i_L = \frac{nFD(C_s - C_b)}{\delta} \quad (\text{Ecuación 7})$$

donde  $n$  es el número total de iones involucrados,  $F$  es la constante de Faraday,  $D$  es el coeficiente de difusión de la especie limitante,  $C_s$  es la concentración en la superficie de la pieza,  $C_b$  es la concentración en el seno del electrolito y  $\delta$  es el espesor de la capa de difusión.

### 3.2.4. Relación entre la tensión y la densidad de corriente

Para determinar los valores de tensión (o corriente) a aplicar, se debe analizar la curva de polarización del material en estudio frente al correspondiente electrolito. En esta curva se observan tres zonas, las cuales se muestran en la Figura 7, correspondiente a una curva de polarización teórica. Las tres zonas son: una zona activa ( $V_a$ - $V_b$ ), en la cual la densidad de corriente aumenta exponencialmente; una zona pasiva ( $V_b$ - $V_c$ ), en la cual la corriente disminuye rotundamente y se mantiene constante; y, por último, una zona transpasiva (superior a  $V_c$ ), en donde nuevamente comienza a aumentar exponencialmente la corriente a medida que aumenta el potencial.

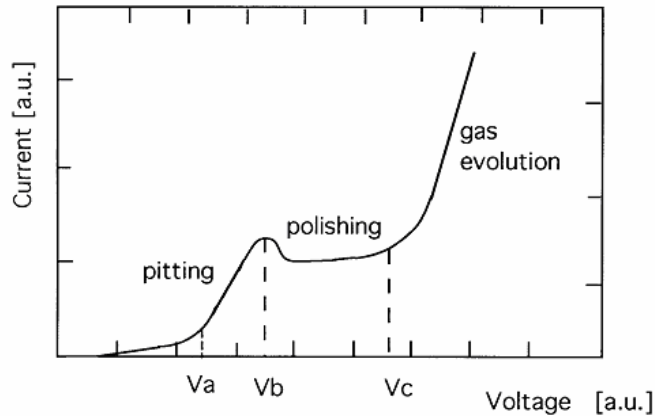


Figura 7. Curva de polarización teórica

De acuerdo a la teoría de Jacquet, el comportamiento del metal en la zona activa ( $V_a$ - $V_b$ ) se corresponde con la formación de una capa viscosa inestable sobre la superficie de la probeta. Esto hace que el metal se disuelva de forma incontrolada pudiendo producirse picado. En la zona pasiva ( $V_b$ - $V_c$ ) se forma una capa viscosa estable sobre la superficie del metal, produciendo un efecto de pulido mediante el mecanismo antes descrito. Por último, en la zona transpasiva a voltajes cercanos a  $V_c$ , se produce la evolución de oxígeno y las burbujas generadas quedan atrapadas en la superficie produciendo ataque localizado. A voltajes más alejados de  $V_c$ , se produce la ruptura de la capa viscosa debido a una alta tasa de evolución de oxígeno, lo que provoca un ataque localizado de la superficie del metal y, por lo tanto, picaduras. Por lo tanto, según lo expuesto por Jacquet, las mejores condiciones para realizar el electropulido se encuentran en la zona pasiva.

De acuerdo a la teoría de Elmore, la velocidad de transporte de las especies en la zona activa es muy elevada debido a la inestabilidad de la capa viscosa, por lo que en esta zona no se produce el control por difusión requerido para el electropulido. En la zona pasiva, el engrosamiento de la capa viscosa hace que la difusión de la especie limitante hacia la superficie del ánodo se vea dificultada dando como resultado una caída de la densidad de corriente al valor límite dado por la Ecuación 7 y, por lo tanto, un efecto de pulido sobre la superficie del metal. En la zona transpasiva, voltajes cercanos a  $V_c$  producen ataque localizado debido a lo mencionado anteriormente. Sin embargo, a voltajes más alejados de  $V_c$  el valor de la corriente límite dada por los efectos difusionales puede llegar a hacerse menor al valor de la corriente que circula por el sistema, produciendo el pulido controlado del metal.

Por lo tanto, para realizar el electropulido, se puede trabajar tanto en la zona de pasividad como en la zona de transpasividad, siempre y cuando se eviten voltajes cercanos al potencial de evolución de oxígeno ( $V_c$ ) [5]. Trabajar en la zona transpasiva

tiene la ventaja adicional de proveer mayores densidades de corriente, aumentando de este modo la tasa de remoción de material.

### 3.2.5. Relación entre el tiempo y la densidad de corriente

En las zonas de pasividad y transpasividad, cuando el proceso está controlado por procesos difusivos, la densidad de corriente que circula por el sistema debería ser constante y su valor estar dado por la Ecuación 7. Sin embargo, comúnmente se observa que la densidad de corriente límite disminuye a medida que transcurre el tiempo debido al consumo de los cationes disponibles en el electrolito, tal como muestran las curvas de la Figura 8 para el electropulido de la aleación AISI 301LN en un electrolito de alcohol con ácido perclórico [9].

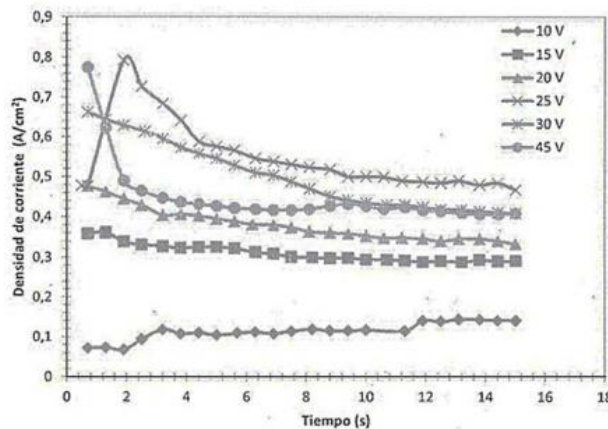


Figura 8. Densidad de corriente vs. Tiempo, para el electropulido de la aleación AISI 301LN en un electrolito de alcohol con ácido perclórico

### 3.2.6. Variables que afectan al proceso de electropulido

Las variables que afectan al proceso de electropulido se mencionan a continuación [10]:

- 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;
- Profundidad a la que se sumerge la pieza;
- Grado y mecanismo de agitación;
- Preparación superficial de la muestra previa a electropulir;

- Forma de sujeción y extracción de la muestra;
- Procedimiento de lavado de la muestra;
- Tensión provista por fuente de alimentación;
- Temperatura y grado de uso del electrolito;
- Tiempo de electropulido;
- Conexión del conjunto.

Del conjunto de estas variables, el tiempo, la temperatura y composición química del electrolito y relación entre la densidad de corriente y tensión, son las más importantes para controlar el proceso de electropulido, ya que las demás variables permanecen constantes o son controladas por el dispositivo utilizado como fuente.

A continuación, se describe la influencia de la temperatura del electrolito, de la agitación y del tiempo de electropulido sobre el proceso.

#### 3.2.6.1. Influencia de la temperatura del electrolito

El efecto de la temperatura se explica teniendo en cuenta el coeficiente de difusión de la especie limitante, el cual está dado por la siguiente expresión:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_a}{RT}\right) \quad (\text{Ecuación 8})$$

donde  $D_0$  es una constante,  $Q_a$  es la energía de activación por difusión,  $R$  es la constante de los gases y  $T$  es la temperatura.

Reemplazando la Ecuación 8 en la Ecuación 7, se obtiene:

$$i_L = \frac{nF D_0 (C_s - C_b)}{\delta} \exp\left(-\frac{Q_a}{RT}\right) \quad (\text{Ecuación 9})$$

Puede verse que un aumento de la temperatura produce un aumento exponencial de 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 Figura 9 para el electropulido de un acero T11 en una solución de ácido perclórico al 7,8% [11].

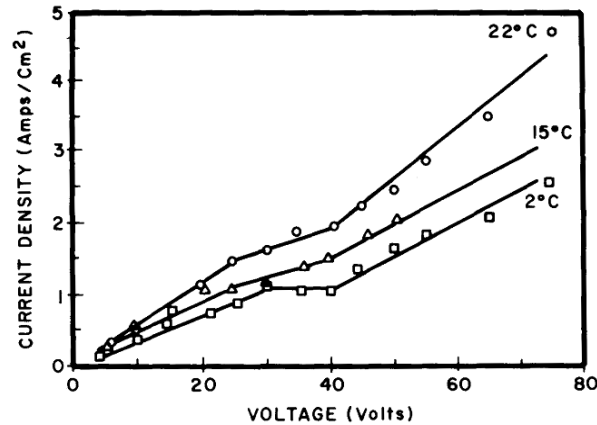


Figura 9: Efecto de la temperatura en las curvas tensión vs. densidad de corriente para el electropulido de un acero T11 en una solución de ácido perclórico al 7,8%.

Sin embargo, hay que tener en cuenta que a temperaturas altas, la viscosidad del baño disminuye lo que dificulta mantener la capa viscosa en el ánodo. Así, la temperatura óptima de operación será aquella que minimice la energía requerida sin dañar el acabado.

En algunos casos hay un aumento considerable en la temperatura de la solución durante el pulido debido a dos motivos. Uno es ellos es la variación de resistencia de la solución y el otro es la presencia de capas viscosas de alta resistencia en el ánodo. Una manera de controlar este efecto es aumentando el volumen del electrolito para retardar el aumento de temperatura y/o agitarlo para reducir su gradiente.

### 3.2.6.2. Influencia de la agitación

Durante la electrólisis, bajo condiciones de estado estable, los productos de la reacción se acumulan alrededor de los electrodos. En algunos casos, la difusión y la 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 mantener la capa viscosa en un espesor óptimo para el pulido. En caso contrario, la densidad de corriente aumenta a igual valor de tensión hasta que la reacción queda estancada. A la vez, la agitación aumenta la velocidad del electropulido, acortando así la duración del proceso. Sin embargo, se debe evitar que la misma sea excesiva y que adquiera turbulencia ya que esto puede conducir a la destrucción completa de la capa viscosa, generando que la eliminación de material superficial se realice de forma irregular y, en consecuencia, que la rugosidad aumente.



Por último, al agitar se evita un calentamiento local excesivo debido al paso de la corriente a través de las capas de alta resistencia en el ánodo, logrando, de esta manera, una temperatura más uniforme en la celda.

La agitación por medio de aire es suficiente en piezas de forma sencilla que requieren un pulido de corta duración, mientras que para piezas complejas, los mejores resultados son obtenidos por rotación u oscilación del ánodo. Para el mezclado de las soluciones, se recomienda una agitación moderada por aire que mantenga una temperatura uniforme y evite la estratificación.

#### 3.2.6.3. Influencia del tiempo de electropulido

El tiempo de proceso necesario para producir un pulido determinado varía con el metal, el estado inicial de la superficie y la solución usada. Sin embargo, se ha encontrado que el tiempo necesario de tratamiento es inversamente proporcional a la densidad de corriente usada.

Por lo general, el tiempo requerido en el electropulido es del orden de minutos, a mayor densidad de corriente se emplea menos tiempo.

#### 3.2.6.4. Influencia del tamaño del sistema

El tamaño del sistema es un factor muy importante en la operación de cualquier proceso electroquímico ya que los cambios en tamaño pueden cambiar considerablemente las condiciones de operación. Lo anterior es una de las razones por las que se establece una diferencia entre electropulido en laboratorio y electropulido industrial.

Una instalación industrial de electropulido consiste en una fuente de alimentación de corriente continua, una cuba para el baño químico de plástico o acero inoxidable, entre otros, y uno o varios contraelectrodos de plomo, cobre, platino o acero inoxidable, los cuales son sumergidos en el electrolito y conectados al polo negativo (cátodo). Finalmente, la pieza es conectada al polo positivo (ánodo) de la fuente. Si se busca electropulir varias piezas al mismo tiempo, por lo general, las mismas se conectan todas a una rejilla de titanio, cobre o bronce, y ésta, a su vez, se conecta al polo positivo de la fuente.

Luego de electropulir las piezas, y si las mismas presentan una geometría compleja, se realiza un tratamiento en ácido nítrico con el objetivo de eliminar los residuos de productos químicos secundarios que podrían quedar en ellas. A continuación, se debe lavar las mismas con agua para disolver los restos de ácido nítrico, los cuales son eliminados fácilmente. Si las piezas presentan una geometría sencilla, las mismas son

sometidas, directamente, a un lavado con agua a presión. Para finalizar, se realiza el secado de las piezas.

### 3.2.7. Requerimientos según la norma ASME BPE-2009

La norma ASME BPE-2009 establece requerimientos para el acabado superficial de componentes de acero inoxidable de equipos para la industria farmacéutica sometidos a distintos procesos, entre ellos el electropulido. En la Tabla 3 se listan los criterios de aceptación para las superficies en contacto con el producto, mientras que en la Tabla 4 los valores de rugosidad admisibles para diferentes grados de acabado [12].

Tabla 3. Criterios de aceptación para superficies en contacto con productos según norma ASME BPE-2009

Anomaly or Indication	Acceptance Criteria
Pits	If diameter <0.020 in. and bottom is shiny [Notes (2) and (4)]. Pits <0.003 in. diameter are irrelevant and acceptable.
Cluster of pits	No more than 4 pits per each 1/2 in. x 1/2 in. inspection window. The cumulative total of all relevant pits shall not exceed 0.040 in.
Dents	None accepted [Note (1)].
Finishing marks	If $R_a$ max. is met.
Welds	As welded shall meet requirements of MJ-6. If welds are finished, then shall be smooth and blended.
Nicks	None accepted.
Scratches	For tubing, if cumulative length is <12.0 in. per 20 ft tube length or prorated and if depth is <0.003 in. For fittings, valves, and other process components, if length is <0.25 in. cumulatively, depth <0.003 in. and $R_a$ max. is met. For vessels, if length < 0.50 in. at 0.003 depth and if <3 per inspection window [Note (3)].
Surface cracks	None accepted.
Surface inclusions	If $R_a$ max. is met.
Surface residuals	None accepted, visual inspection
Surface roughness ( $R_a$ )	See Table SF-3.
Weld slag	For tubing, up to 3 per 20 ft length or prorated, if <75% of the width of the weld bead. For fittings, valves, vessels, and other process components, none accepted (as welded shall meet the requirements of MJ-6 and Table MJ-3).
Porosity	None open to the surface.

Tabla 4. Valores de rugosidad admisibles para superficies en contacto con productos según norma ASME BPE-2009

<b>Table SF-3 <math>R_a</math> Readings for Product Contact Surfaces</b>		
<b>Surface Designation</b>	<b>Mechanically Polished [Note (1)]</b>	
	<b><math>R_a</math> Max.</b>	
	<b><math>\mu</math>-in.</b>	<b><math>\mu</math>m</b>
SF0	No finish requirement	No finish requirement
SF1	20	0.51
SF2	25	0.64
SF3	30	0.76
	<b>Mechanically Polished [Note (1)] and Electropolished</b>	
	<b><math>R_a</math> Max.</b>	
	<b><math>\mu</math>in.</b>	<b><math>\mu</math>m</b>
SF4	15	0.38
SF5	20	0.51
SF6	25	0.64

### 3.3. Topografía superficial

#### 3.3.1. Generalidades

Las superficies reales, por más perfectas que sean, presentan particularidades propias de los métodos empleados para su obtención, por ejemplo: torneado, fresado, rectificado, bruñido, lapidado, etc. Las superficies así producidas se presentan como un conjunto de irregularidades, con espaciamiento regular o irregular y que tienden a formar un patrón o textura característica en su extensión. En esta textura superficial se distinguen dos componentes distintos: la rugosidad y la ondulación.

La rugosidad o textura primaria (R), está formada por surcos o marcas dejadas por los agentes que atacan la superficie en el proceso de mecanizado (herramienta, partículas abrasivas, acción química, etc.) y se encuentra superpuesta al perfil de ondulación. Los espacios entre crestas varían entre 4 y 50 veces la profundidad de la depresión [13].

La ondulación o textura secundaria (W), es el conjunto de irregularidades repetidas en ondas de paso mucho mayor a su amplitud y que pueden ocurrir por diferencia en los movimientos de la máquinas-herramientas, deformación por tratamiento térmico, tensiones residuales de forja o fundición, etc. Los espaciamientos entre las ondas (compresiones de ondulación) pueden ser de 100 a 1000 veces su amplitud.

Para estudiar y crear sistemas de evaluación del estado de las superficies se hace necesario definir previamente diversos conceptos que permiten crear un lenguaje apropiado, así tenemos:

- Superficie ideal o geométrica: Es, por definición, una superficie sin errores, perfectamente plana.
- Superficie real: Es la superficie que limita a la pieza y la separa del medio ambiente.
- Perfil ideal: Perfil resultante del corte de una superficie ideal por un plano perpendicular a la misma.
- Perfil real: Es el perfil resultante de cortar una superficie real por un plano perpendicular a la superficie ideal. Limita la sección material y la separa del medio ambiente.

La Figura 10 muestra las superficies y perfiles definidos.

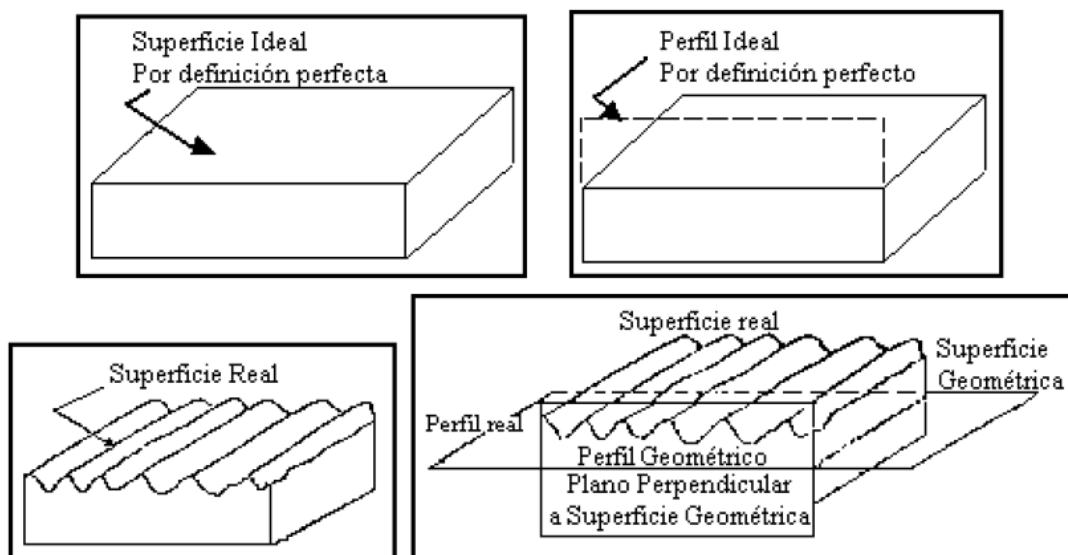


Figura 10. Terminología aplicada para la medición de rugosidad

Convencionalmente, los parámetros de textura superficiales se determinan en base a las curvas de perfil (curvas bidimensionales). El nombre formal para este método de medición es el método del perfil, aunque también se lo conoce como medición de línea recta. Los perfiles generalmente se miden con instrumentos de medición por contacto denominados perfilómetros o rugosímetros.

Existen también métodos basados en mediciones tridimensionales para la determinación de los parámetros de textura. Estos métodos involucran instrumentos de medición sin contacto basados en observación óptica que, por lo general, son de costo bastante más elevado que los convencionales.

### 3.3.2. Método del perfil

Como se mencionó anteriormente, en el método del perfil un instrumento palpador recorre la superficie a evaluar una determinada longitud. El recorrido del palpador genera el denominado perfil primario o efectivo (P), que es una imagen aproximada de un perfil real. El perfil primario es función de las características geométricas y físicas del instrumento utilizado para su medición. De esta manera, con respecto al perfil real, se obtiene un perfil suavizado y con ciertas deformaciones causadas por la imprecisión del instrumento.

A su vez, en el perfil primario se encuentran superpuestos los dos componentes de la textura superficial definidos anteriormente (la rugosidad y la ondulación), tal como muestra la Figura 11, por lo que se deben aplicar determinados filtros para obtener valores representativos para ambos perfiles.

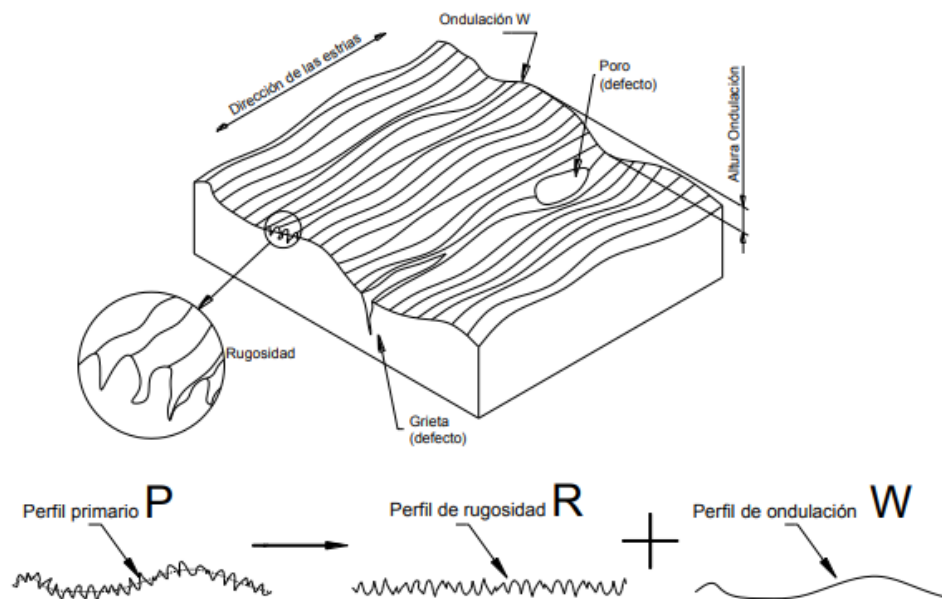


Figura 11. Perfiles de rugosidad (R) y ondulación (W)

### 3.3.3. Módulo de medición o cut-off y longitud de medición

El perfil de rugosidad (R) se obtiene del perfil primario al suprimir las componentes de gran longitud de onda (baja frecuencia) aplicando el filtro  $l_c$ , 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 el filtro

lc. La Figura 12 muestra la forma de atenuación del filtro lc para la obtención de los diferentes perfiles [14].

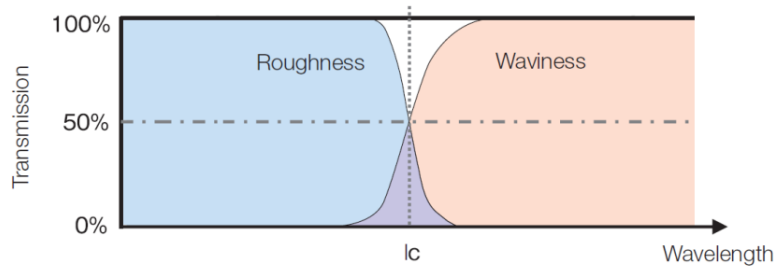


Figura 12. Forma de atenuación del filtro lc para la obtención de los perfiles de ondulación y rugosidad

El filtro lc (o  $\lambda_c$ ) 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, como se muestra en la Figura 13. Los resultados de mediciones repetidas, realizadas en esas condiciones, darán elevada dispersión. Si, en caso contrario, el valor del módulo de medición es mayor que lo necesario, el perfil de ondulación resultará muy atenuado afectando también los resultados de medición de rugosidad, como se muestra en la Figura 14.

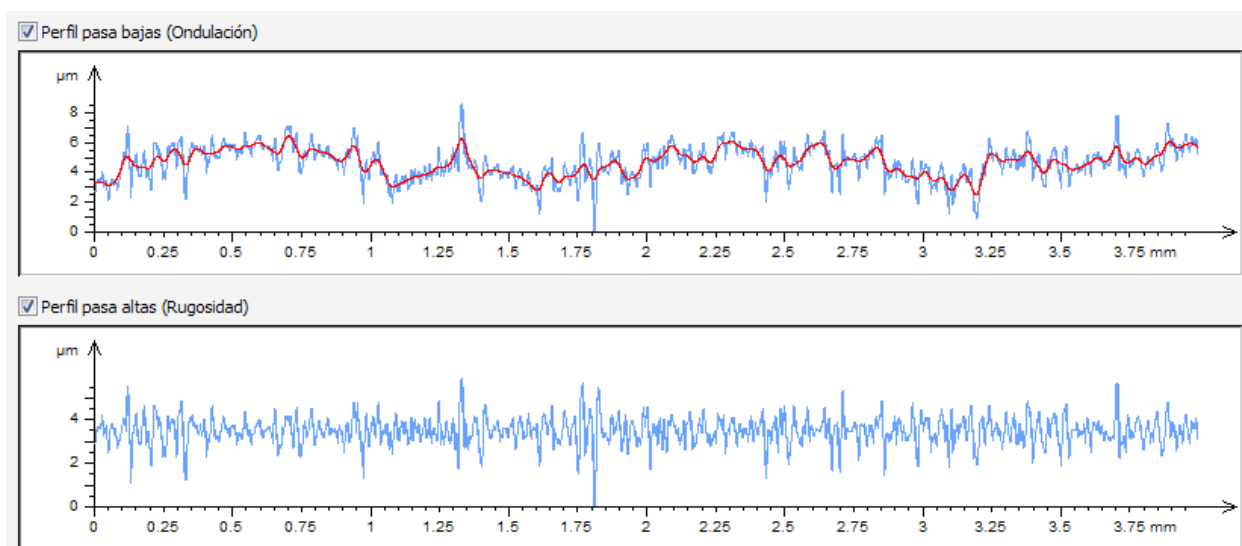


Figura 13. Módulo de medición demasiado pequeño

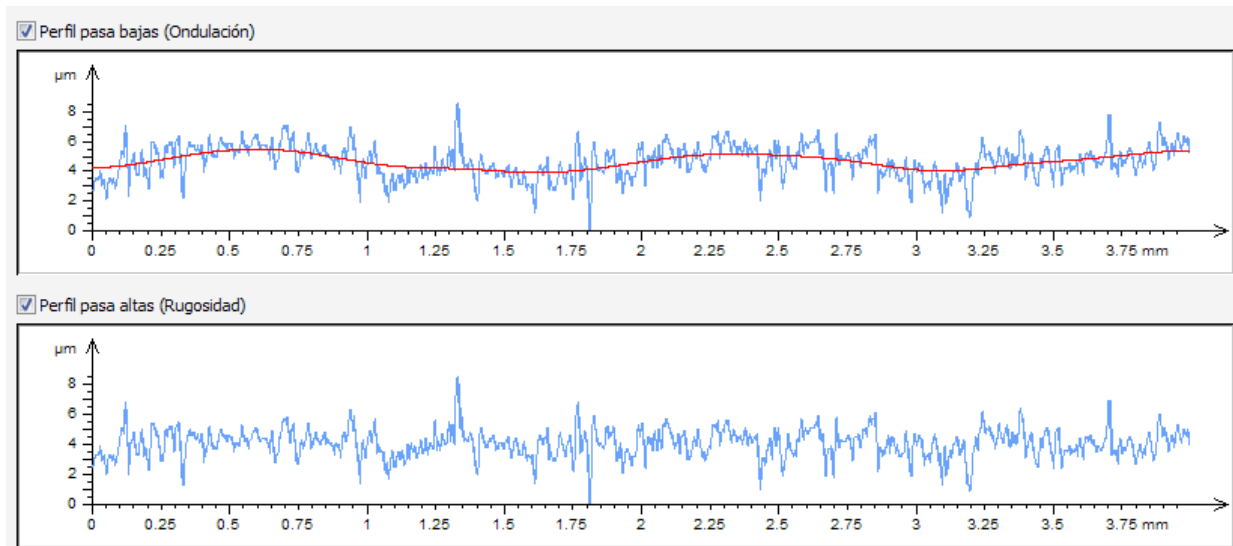


Figura 14. Módulo de medición demasiado grande

Es por ello que se deben utilizar valores del módulo de medición recomendados por las normas DIN EN ISO 4288 [15] y DIN EN ISO 3274 [16], según el proceso de acabado y la rugosidad esperada de la superficie en análisis, para obtener resultados representativos. Por otra parte, la longitud de medición ( $L_n$ ) 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. La Tabla 5 muestra los parámetros de medición recomendados para distintos procesos y rugosidades esperadas.

Tabla 5. Parámetros de medición recomendados

Non-periodic profiles		Periodic profiles	Measuring conditions according to DIN EN ISO 4288 and DIN EN ISO 3274			
Grinding, honing, lapping, EDM		Turning, milling, planing	$r_{tip}$	Maximum probe tip radius		
			$l_r$	Sampling length		
			$l_n$	Evaluation length		
			$l_t$	Stylus travel (evaluation length plus start and finish lengths)		
$R_t, R_z$ $\mu m$	$R_a$ $\mu m$	$R_{Sm}$ mm	$r_{tip}$ $\mu m$	$\lambda_c = l_r$ mm	$l_n$ mm	$l_t$ mm
> 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

\* When  $R_z > 3 \mu m$  or  $R_a > 0.5 \mu m$  a probe tip radius ( $r_{tip}$ ) = 5  $\mu m$  may be used.

Los perfilómetros 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 del sistema, en especial las oscilaciones iniciales. Por lo general, la longitud de cada uno de estos tramos es igual a medio módulo de medición, por lo que la longitud total de palpado resulta igual a seis módulos de medición.

Por su parte, los softwares más utilizados para la medición de rugosidad emplean filtros gaussianos e ISO para separar los perfiles de ondulación y rugosidad, basados en la subdivisión de los mismos en armónicos (Fourier) y la aplicación de un coeficiente de transmisión a cada armónico.

### 3.3.4. Perfilómetros de contacto

La Figura 15 muestra un perfilómetro de contacto. El mismo se compone de las siguientes partes: aguja, captador, patín, motor y electrónica. A continuación, se describen cada una de ellas:

- **Aguja:** Se introduce entre los picos y valles. Es de diamante para que el desgaste sea ínfimo.
- **Captador:** Registra los movimientos verticales de la aguja.
- **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 captador, los procesa y obtiene los parámetros deseados [17].

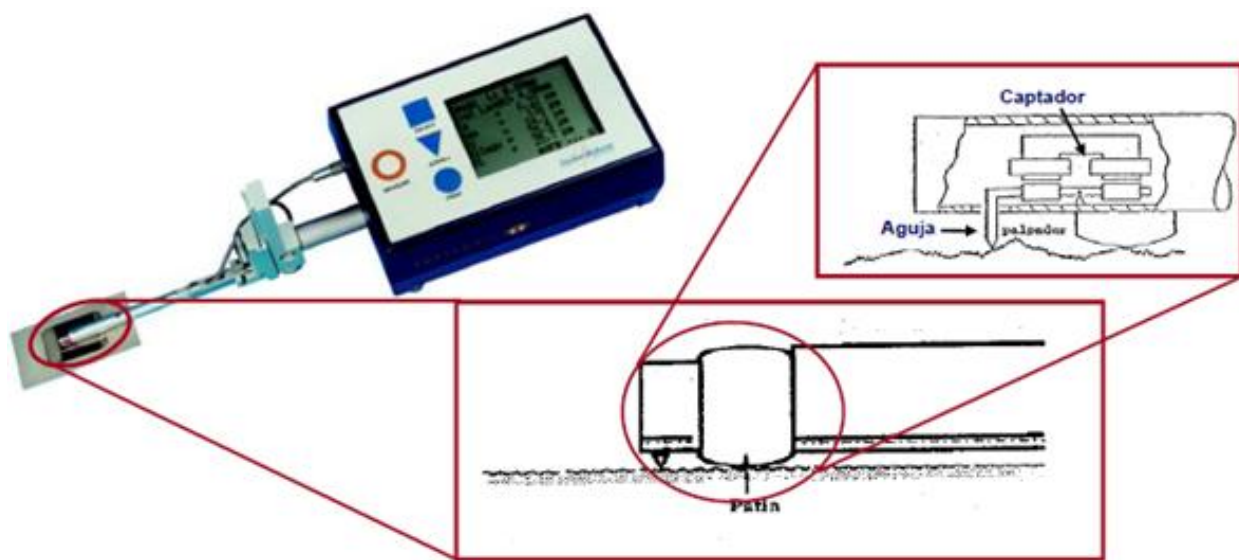


Figura 15. Partes de un perfilómetro de contacto



En la Figura 16 se puede ver la trayectoria que sigue el patín y el movimiento de la aguja respecto de este, mientras que en la Figura 17 se muestra en detalle la punta de la aguja del perfilómetro [13].

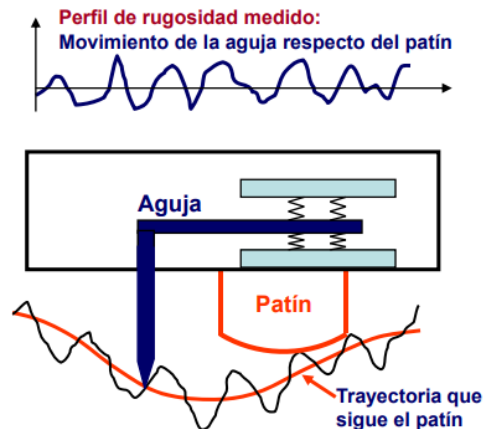


Figura 16. Trayectoria que sigue el patín y movimiento de la aguja respecto de este

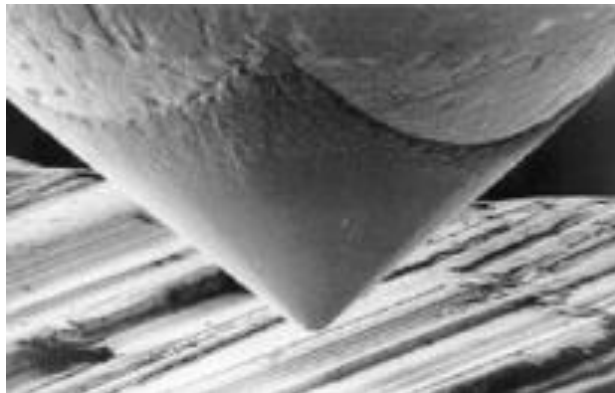


Figura 17. Detalle de la punta de la aguja de un perfilómetro

### 3.3.5. Sistema de medición de rugosidad de la línea media

Dentro de la metrología de superficies no se mide la dimensión de un cuerpo, pero sí los desvíos en relación a una forma ideal (forma perfectamente plana, por ejemplo). De esta manera, tenemos que usar como línea de referencia una forma ideal (o una forma próxima a ésta, como ocurre en la práctica).

En el sistema de medición de la rugosidad de la línea media, la línea de referenciase define como la línea localizada en la parte media del perfil de rugosidad, con la misma forma que el perfil geométrico, 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, tal como se muestra en la Figura 18.

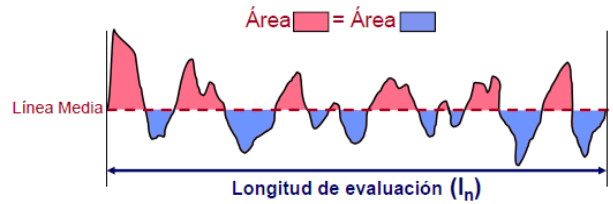


Figura 18. Perfil de rugosidad (R) con respecto a la línea media

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

Los parámetros de medición de rugosidad, basados en la línea media son agrupados en tres clases:

- Parámetros de amplitud
- Parámetros de espaciado
- Parámetros híbridos

Los mismos surgen debido a que los picos y valles de una superficie aparecen, por lo general, de forma aleatoria y es necesario utilizar parámetros estadísticos para cuantificar tanto la rugosidad como la ondulación. Además, se aclara que no es posible caracterizar una superficie con un único parámetro.

Los parámetros de amplitud son los más comúnmente utilizados para caracterizar la textura de una superficie y, entre ellos, 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 ( $W_t$ ). A continuación, se explican y caracterizan cada uno de ellos en detalle.

#### Desviación media aritmética del perfil de rugosidad ( $R_a$ )

Está definida como la media aritmética de los valores absolutos de las coordenadas de los puntos del perfil de rugosidad (R) en relación a la línea media dentro de la longitud de medición ( $l_n$ ), Figura 19.

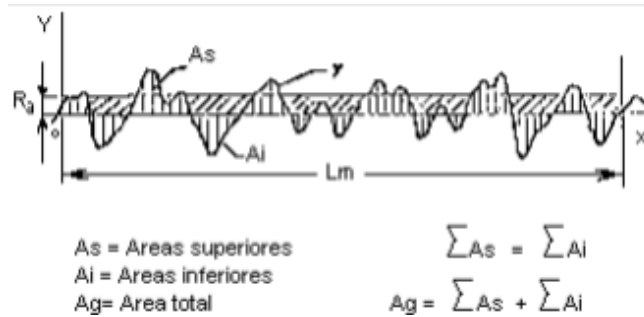


Figura 19. Representación del parámetro Ra

Esta medida puede ser definida también como la altura de un rectángulo cuya área sea igual a 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. El valor de Ra puede ser calculado mediante la siguiente expresión:

$$Ra = \frac{1}{L_n} \int_0^{L_n} |y| dx \quad (\text{Ecuación 10})$$

El parámetro Ra es mayormente empleado cuando es necesario el control de la rugosidad en forma continua en las líneas de producción, debido a la facilidad de obtención del resultado. A la vez, es utilizado en superficies donde el acabado presenta los surcos de mecanizado bien orientados, propios del torneado o fresado, en aquellas que han sido rectificadas, bruñidas, lapidadas, etc., y, por último, en superficies de poca responsabilidad, por ejemplo, acabados con fines estéticos.

Entre las ventajas del parámetro Ra se pueden destacar las siguientes:

- Es el parámetro más utilizado en todo el mundo, aplicable a la mayoría de los procesos de fabricación;
- Debido a su masiva utilización, casi la totalidad de los equipos presentan este parámetro, ya sea en forma analógica o digital;
- Las marcas inherentes al proceso de mecanizado no alteran sustancialmente su valor;
- Para la mayoría de las superficies, la distribución de rugosidad se corresponde con la curva de Gauss y es generalmente observado que el valor de Ra da un buen parámetro estadístico que caracteriza la distribución de amplitud.

Por otro lado, las desventajas del parámetro descrito son:

- Como el valor de Ra representa la media de la rugosidad, un pico o valle no típico en una superficie va a alterar el valor de la medida, no representando fielmente el valor medio de la rugosidad;
- No define la forma de la irregularidad de un perfil, por lo que se puede tener un valor de Ra prácticamente igual para superficies con procesos de acabado diferentes;

- No realiza ninguna distinción entre picos y valles;
- En aquellos procesos de fabricación donde hay una diferencia muy alta de picos y valles, como ocurre en los sinterizados, el parámetro no es el adecuado ya que la distorsión provocada por el filtro eleva el error a niveles inaceptables.

### Altura total del perfil de rugosidad (Rt)

Es la distancia vertical entre el pico más alto y el valle más profundo del perfil de rugosidad dentro de la longitud de medición, Figura 20.

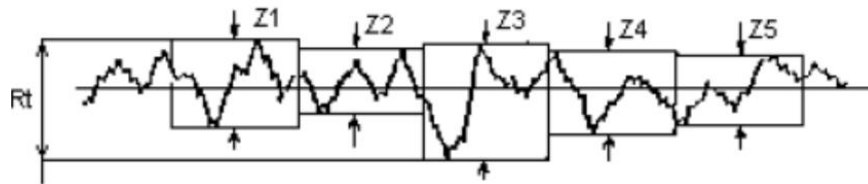


Figura 20. Representación del parámetro Rt

La sustancial ventaja del parámetro Rt es su gran rigidez con respecto a otros parámetros ya que considera la longitud de medición igual a la longitud de palpado del equipo. Además, cuando el rugosímetro lo suministra, el gráfico de la superficie es fácil de obtener.

Por otra parte, entre las desventajas se pueden destacar las siguientes:

- En algunos casos, la rigidez de evaluación conduce a resultados engañosos;
- Puede dar una imagen errónea de la superficie ya que evalúa errores que muchas veces no representan a la superficie como un todo. Por ejemplo, un surco que fue causado durante el mecanizado y que no caracteriza al proceso;
- No da información sobre la forma de la superficie por lo que no puede ser utilizado individualmente. Los gráficos de la Figura 21 corresponden a superficies muy diferentes, sin embargo, todas tienen igual valor de Rt.

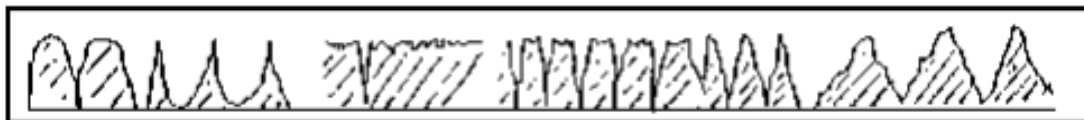


Figura 21. Superficies con igual valor de Rt

## **Altura total del perfil de ondulación (Wt)**

Es la distancia vertical entre el pico más alto y el valle más profundo del perfil de ondulación dentro de la longitud de medición. Presenta las mismas ventajas y desventajas que el parámetro de rugosidad Rt.

### **3.4. Procesos de corrosión**

#### **3.4.1. Generalidades**

La norma NACE/ASTM G193 – 09a define la corrosión como el deterioro de un material, usualmente un metal, que resulta de una reacción química o electroquímica con el ambiente. Este ataque, que puede llevar a la destrucción del material o a pérdidas significativas de sus propiedades, dependerá tanto de las características del agente corrosivo, de las condiciones del medio ambiente y de la temperatura, como del tipo de material y de otros factores tales como esfuerzos mecánicos a que se encuentra sometido el mismo.

La identificación del mecanismo de corrosión es útil para entender las causas que la originan y poder prevenirlas. Básicamente, se puede clasificar a la corrosión como uniforme y localizada. Aunque la corrosión uniforme es la que causa el mayor tonelaje de metal consumido, la corrosión localizada es la más perjudicial ya que es difícil de prevenir y controlar. Esta última puede que no consuma mucho material, pero puede causar fallas catastróficas debido a la rápida penetración en el mismo.

#### **3.4.2. Tipos de corrosión en aceros inoxidables**

En los aceros inoxidables, además de corrosión generalizada, pueden existir distintos tipos de corrosión localizada, entre los cuales se destacan la corrosión por picaduras (pitting), la corrosión por rendija (crevice), la corrosión intergranular y la corrosión bajo tensión (Stress Corrosion Cracking). A continuación, se describen las principales características de cada uno de ellos.

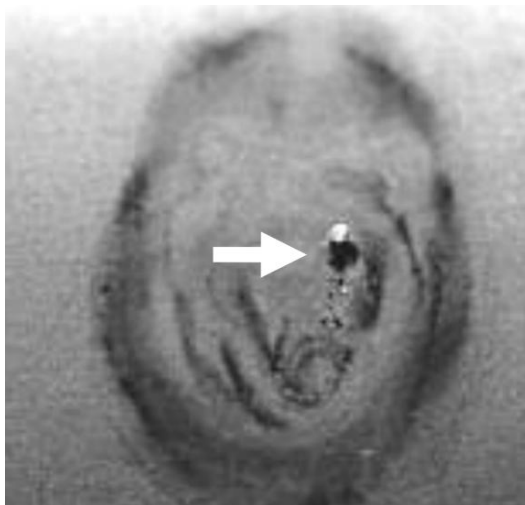
#### **Corrosión generalizada**

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. El ataque puede ser rápido o lento, pudiendo quedar el metal limpio o cubierto con los productos

de corrosión. Desde el punto de vista técnico, este tipo de corrosión es predecible y, por lo tanto, aceptable para el diseño, 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.

### **Corrosión por picaduras (pitting)**

En los aceros inoxidables, el picado está directamente relacionado a discontinuidades locales de la capa pasivadora. La presencia de imperfecciones mecánicas, como inclusiones no metálicas superficiales, daños en la superficie del acero o discontinuidades químicas locales, son proclives a generar este mecanismo de corrosión. Una vez que se inició el picado, el medio corrosivo local en esas zonas se vuelve más agresivo. La Figura 22 muestra un ejemplo de picado en un tubo de acero inoxidable AISI 304 por el que circula agua con cloruros.



*Figura 22. Picadura en un tubo de acero AISI 304 con circulación de agua con cloruros*

Los elementos como el cromo y el molibdeno le confieren a la capa pasivadora resistencia a la iniciación del picado. 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. La presencia de inclusiones no metálicas sobre la superficie del acero inoxidable impide el crecimiento coherente de la capa pasivadora en esa zona. Por otro lado, ciertos aniones son capaces de romper localmente las películas pasivadoras, en las zonas donde esta presenta alguna irregularidad o defecto estructural, debido a la presencia de inclusiones. La zona carente de capa pasivadora, comienza a actuar como ánodo y da lugar a la generación de la cavidad. Una vez generada, dentro de la misma se dan

condiciones electroquímicas diferentes a las de la superficie libre del material, facilitando el progreso del ataque hacia el interior y convirtiéndose el proceso en autocatalítico.

### **Corrosión por rendija (crevice)**

Los aceros inoxidables presentan mayor tendencia a la corrosión en rendijas que las aleaciones que tienen comportamiento más activo. Las rendijas pueden ser rebordes, arandelas, juntas, empalmes roscados y anillos.

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 la ella. Por lo cual, ocurre normalmente en grietas o espacios de algunos micrómetros de ancho, y no se encuentra en lugares donde estos espacios tienen buena circulación de la solución.

La formación de una grieta ocasiona la aparición de celdas de aireación diferencial o concentración diferencial de cloruros. Además, debido al estancamiento, 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. El molibdeno 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.

### **Corrosión intergranular**

Se trata de un ataque selectivo sobre los bordes de grano. En los aceros inoxidables, la pérdida de cromo en los bordes de grano propicia este tipo de corrosión. Dicha pérdida puede generarse por un tratamiento térmico inadecuado que provoque 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 hasta menos de 12%, concentración necesaria para darle al acero su condición de inoxidable.

La Figura 23 muestra la microestructura de un acero inoxidable austenítico con carburos precipitados en los bordes de grano de austenita. El porcentaje de cromo en el carburo precipitado  $Cr_{23}C_6$  puede llegar al 94%, lo que implica un empobrecimiento significativo en cromo de la matriz de austenita inmediatamente adyacente al carburo precipitado.

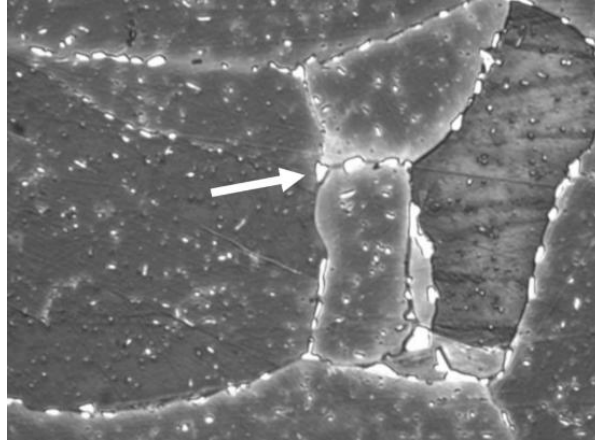


Figura 23. Carburos de cromo precipitados en los límites de grano de la austenita en un acero inoxidable austenítico

La Figura 24-a muestra esquemáticamente la precipitación de los carburos en los bordes de grano y la aparición de las zonas empobrecidas en cromo. La Figura 24-b muestra el perfil de concentración de cromo en los bordes de grano.

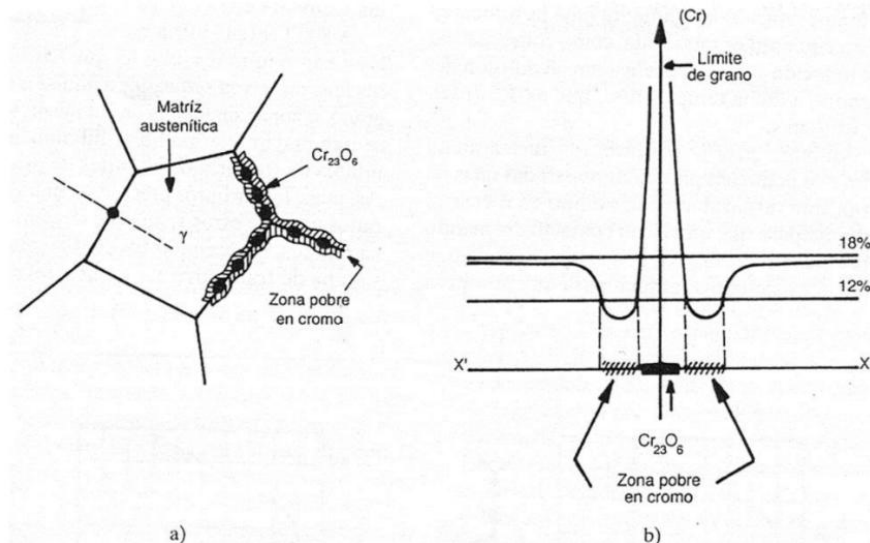


Figura 24. a. Representación esquemática de la precipitación de carburos en límite de grano; b. Perfil de concentración de cromo en la zona próxima al carburo.

Para minimizar este problema, se puede reducir el contenido de carbono a menos de 0.03%, aumentar el contenido de Cr, utilizar Ti y Nb como aleantes, evitar el rango de temperaturas de sensitización durante el servicio y/o realizar los tratamientos térmicos adecuadamente.



## **Corrosión bajo tensión (Stress Corrosion Cracking)**

De todas las formas de ataque localizado, la corrosión bajo tensión es la más peligrosa y difícil de controlar ya que en un lapso extremadamente corto puede producir la falla de una pieza [18]. 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 inoxidable, pero no a los aceros al carbono;
- Susceptibilidad del material a la corrosión bajo tensión. Por ejemplo, los aceros inoxidable austeníticos en soluciones que contienen iones cloruros y particularmente cuando el contenido de níquel es de 8%.

Bajo este tipo de corrosión se forman fisuras transgranulares o intergranulares (según el tipo de mecanismo que actúe) que se propagan en el interior del metal, hasta que las tensiones se relajan o el material se fractura. El tipo de fractura es frágil y perpendicular a la tensión aplicada y las tensiones pueden ser menores que la de fluencia del material.

### **3.4.3. Ensayos de corrosión**

Los ensayos de corrosión son considerados básicos para la evaluación y el posterior control del fenómeno en una gran cantidad de aplicaciones de Ingeniería. Los mismos se pueden dividir en tres grandes grupos. En el primero se encuentran las pruebas de laboratorio en las que las muestras son expuestas a líquidos reales o ambientes simulados. El segundo se corresponde con las pruebas en planta o campo, las cuales se efectúan en ambientes reales, exponiendo el metal a las condiciones presentes en los procesos. Por último, en el tercer grupo se encuentran las pruebas de servicios donde las muestras toman la forma de piezas de proceso y se exponen a las condiciones específicas en las que serán usados en los procesos reales. Las pruebas 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[19]. Los principales ensayos de corrosión de laboratorio son el método de pérdida de peso y los métodos electroquímicos.

### 3.4.3.1. Métodos electroquímicos para ensayos de corrosión

Los métodos electroquímicos evalúan el fenómeno de la corrosión y permiten analizar cuantitativamente la cinética del proceso. Entre las técnicas más difundidas se encuentran los ensayos de polarización potenciodinámica, de resistencia a la polarización lineal ( $R_p$ ) y de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS). A continuación, se describen cada uno de ellos.

#### Ensayos de polarización potenciodinámica

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 corrientes anódica y catódica se encuentran relacionadas por la siguiente ecuación, conocida como la ecuación de Butler-Volmer:

$$j = j_o \left\{ e^{\frac{\alpha_A n F \eta}{RT}} - \frac{1}{e^{\frac{\alpha_C n F \eta}{RT}}} \right\} \quad (\text{Ecuación 11})$$

Donde:

- $j$ : Densidad de corriente [ $\frac{A}{m^2}$ ]
- $j_o$ : Densidad de corriente de intercambio [ $\frac{A}{m^2}$ ]
- $\alpha_A$ : Coeficiente de transferencia electrónica anódico (adimensional)
- $\alpha_C$ : Coeficiente de transferencia electrónica catódico (adimensional)
- $n$ : Número de electrones involucrados en una reacción (adimensional)
- $F$ : Constante de Faraday [ $\frac{F}{mol}$ ]
- $\eta$ : 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. El mismo se utiliza para determinar los parámetros de ajuste de las curvas y el potencial de corrosión.

Para potenciales grandes y negativos, la ecuación de Butler-Volmer (Ecuación 11) queda simplificada de la siguiente forma:

$$j = j_o \left\{ e^{\frac{\alpha_c n F \eta}{RT}} \right\} \quad (\text{Ecuación 12})$$

En términos de logaritmos:

$$\eta = \frac{RT}{\alpha_c n F} * \ln(j_o) - \frac{RT}{\alpha_c n F} * \ln(j) \quad (\text{Ecuación 13})$$

Se definen las constantes de Tafel  $\alpha_c$  y  $\beta_c$  como:

$$\alpha_c = \frac{2,3RT}{\alpha_c n F} * \log(j_o) \quad (\text{Ecuación 14})$$

$$\beta_c = \frac{2,3RT}{\alpha_c n F} \quad (\text{Ecuación 15})$$

Siendo  $\beta_c$  una de las pendientes de Tafel (en este caso, la pendiente de la curva catódica). Utilizando las constantes se llega a la siguiente expresión:

$$\eta = \alpha_c + \beta_c * \log(j) \quad (\text{Ecuación 16})$$

Análogamente, se puede realizar el mismo trabajo para potenciales grandes y positivos. En dicho caso, se definirán las constantes de Tafel de la curva anódica, en lugar que de la catódica. Gráficamente, la aproximación de las curvas puede verse en la Figura 25. La intersección de las dos rectas determina el potencial de corrosión, siempre y cuando el barrido sea lo suficientemente lento [20].

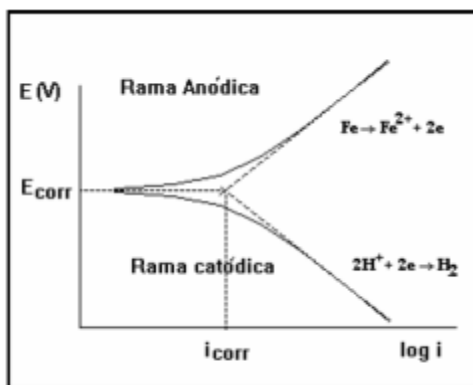


Figura 25. Curvas de Tafel

### Ensayos de resistencia a la polarización lineal (Rp)

En la técnica de resistencia a la polarización se aplica una pequeña polarización de forma tal de no perturbar el sistema, es decir, se aplica una variación en el potencial de 10 a 15 mV respecto del potencial de corrosión, ya sea anódica o catódica, y se mide la variación en la corriente resultante. En el entorno del potencial de corrosión, la curva de

polarización puede aproximarse a una recta. Se define como resistencia de polarización ( $R_p$ ) a la pendiente de la curva potencial vs. densidad de corriente, como se muestra en la Figura 26. La ventaja de este método radica en su rapidez para determinar un valor de velocidad de corrosión y en que, 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.

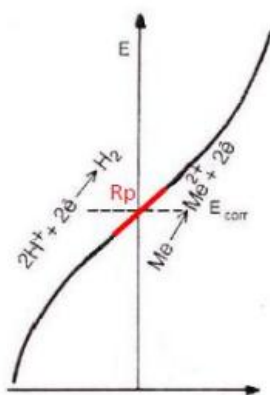


Figura 26. Curva experimental de polarización lineal

Tanto la técnica de polarización potenciodinámica como la de polarización lineal requieren que el potencial de corrosión sea estable y no cambie durante la medida. De otra manera, el potencial y la corriente varían de una manera desconocida a medida que el potencial de corrosión cambia durante las medidas potenciodinámicas. Es más, el barrido potenciodinámico debe ser lo suficientemente lento como para asegurar un estado estacionario [7].

### 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 dada por la siguiente expresión:

$$E = E_0 * \text{sen}(\omega t) \quad (\text{Ecuación 17})$$

siendo  $E_0$  la amplitud de la tensión y  $\omega$  la frecuencia. Si se varía la frecuencia  $\omega$  desde cero a infinito, se obtiene la respuesta en corriente del sistema, también de tipo sinusoidal en régimen permanente, dada por:

$$i = i_0 * \text{sen}(\omega t + \varphi) \quad (\text{Ecuación 18})$$

siendo  $i_0$  la amplitud de corriente y  $\varphi$  el ángulo de fase. Generalmente, con el objetivo de obtener respuestas lineales y que no se altere irreversiblemente el sistema con el

ensayo, la señal de entrada se aplica sobre el potencial de equilibrio. Además, su amplitud  $E_0$  suele ser muy baja, por ejemplo, del orden de los 10 mV. La relación entre la señal de potencial aplicada y la corriente de respuesta es conocida como impedancia, siendo la misma una magnitud vectorial, de modo que tiene módulo  $|Z|$  y fase  $\phi$  dados por:

$$|Z| = \frac{E_0}{i_0} = \sqrt{[(Z')^2 + (Z'')^2]} \quad (\text{Ecuación 19})$$

$$\phi = \arctan\left(\frac{Z''}{Z'}\right) \quad (\text{Ecuación 20})$$

siendo  $Z'$  y  $Z''$  las componentes real e imaginaria del vector impedancia, respectivamente. Este vector suele ser representado en el plano complejo, pero como además se tiene un par de valores de  $Z'$  y  $Z''$  por cada valor de frecuencia ensayado, se tiene una sucesión de puntos.

Existen dos formas de representar gráficamente los resultados de impedancia obtenidos de un ensayo de EIS, tal como muestra la Figura 27 [21]:

1) Diagrama de Nyquist (Figura 27-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 (Figura 27-b), donde se representan el logaritmo del módulo de la impedancia ( $\log |Z|$ ) y el ángulo de fase ( $\phi$ ) 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.

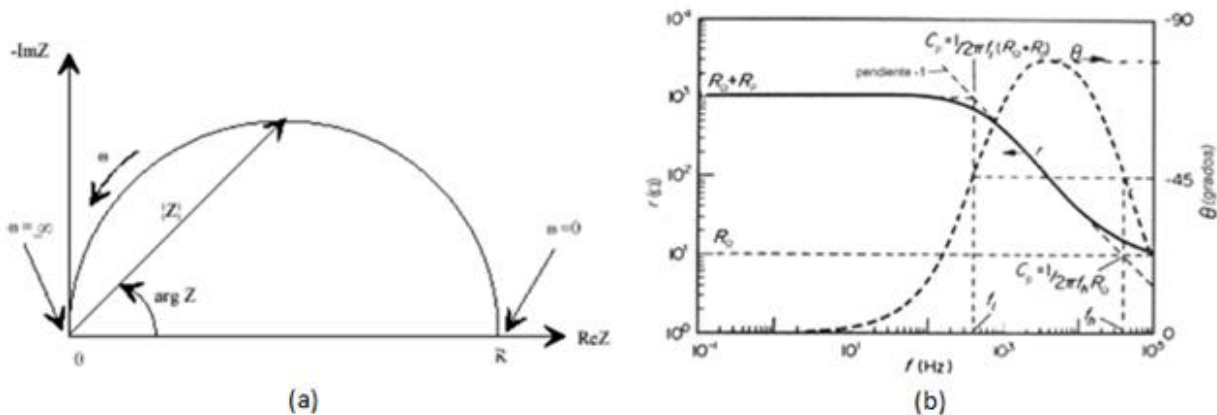


Figura 27. a. Diagrama de Nyquist; b. Diagrama de Bode

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.

### 3.5. Estado del arte

Los antecedentes bibliográficos referidos al estudio de electropulido en acero inoxidable AISI 316L se resumen en la Tabla 6. En la misma se informan los distintos electrolitos utilizados, junto con los rangos de tiempo, temperatura, densidad de corriente y/o voltaje aplicados. Se aclara que en todos los trabajos reportados se utilizaron probetas y cátodos de geometría prismática.

Tabla 6. Antecedentes bibliográficos referidos al estudio de electropulido en AISI 316L

Electrolito	Tiempo [minutos]	Temp. [°C]	Densidad de corriente [A/cm <sup>2</sup> ]	Voltaje [V]	Referencia
Mezcla de ácido sulfúrico, ácido fosfórico y agua con/sin glicerina	3, 6 y 9	50 a 95	0,5 a 2,5	No especificado	Y. F. Chen, <i>et al.</i>
Mezcla de ácido sulfúrico, ácido fosfórico, agua y glicerina	3, 5 y 10	60	0,094	2,6	S. Lee, <i>et al</i>
4 electrolitos (mezclas de ácido fosfórico, ácido sulfúrico y glicerol)	10	50 a 80	No especificado	Velocidad de barrido de 5 mV/s	G. Herzog, <i>et al.</i>
3 electrolitos (mezclas de ácido fosfórico, ácido sulfúrico y ácido crómico)	3 a 36	35 a 65	0,1 a 0,67	No especificado	P. J. Nuñez, <i>et al</i>
Mezclas de ácido sulfúrico, ácido fosfórico, agua y glicerol	3	65 a 70	No especificado	2,5, 4 y 10	S. Omanovic, <i>et al</i>
2 electrolitos (E1: ácidos etílico y perclórico; E2: ácidos fosfórico y sulfúrico)	E1: 0,25 a 1 E2: 2	No especificado	E2: 0,3	E1: 35 a 80	F. Córdoba, <i>et al</i>

2 electrolitos (E1: ácidos sulfúrico y ortofosfórico; E2: alcohol y ácido perclórico)	E1: 2 a 10 E2: 0,25 a 1	No especificado	E1: 0,1 a 0,2	E2: 30 a 45	R. Castro, <i>et al</i>
Mezcla de ácido sulfúrico, ácido fosfórico y agua	20	35 y 70	No especificado	1,5 a 2,3	C. Rotty, <i>et al</i>
2 electrolitos (E1: mezcla de ácido sulfúrico y fosfórico; E2: mezcla de metanol y ácido sulfúrico)	5	E1: 60 E2: 25	No especificado	10	Z. Rahman, <i>et al</i>

*Y. F. Chen, et al (2001)* encontraron que los parámetros óptimos de electropulido, en cuanto a la resistencia a la corrosión, están comandados por una temperatura de 85°C y una densidad de corriente de 1 A/cm<sup>2</sup>. Además, con menor influencia le siguen el tipo de electrolito, siendo el óptimo aquel con porcentajes de ácido sulfúrico y fosfórico de 40/60%, respectivamente, y 10% de contenido de agua. A la vez, el tiempo debe estar comprendido entre 3 y 5 minutos. Bajo los parámetros descriptos, la tasa de picado fue nula y el máximo valor de Rt de 0,8 µm. Por otro lado, la adición de glicerina permitió reducir el valor máximo de Rt a 0,63 µm, pero es desaconsejable desde el punto de vista de la resistencia a la corrosión [22].

*S. Lee, et al (2003)* estudiaron la influencia de la distancia al cátodo (gap) y el tiempo sobre el proceso de electropulido. Como valores de gap, utilizaron 3, 5 y 7 mm y concluyeron que el valor óptimo es de 5 mm. Por otro lado, el tiempo óptimo fue de 5 minutos. Bajo los parámetros óptimos, la rugosidad se redujo a la tercera parte del valor de partida, 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 [23].

*G. Herzog, et al (2012)* encontraron que el electrolito con porcentajes de ácido sulfúrico y fosfórico de 30/70% permitió obtener mejores resultados de rugosidad superficial, 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 [24].

*P.J. Núñez, et al (2013)* encontraron que las disminuciones porcentuales de rugosidad fueron muy similares para los tres electrolitos empleados. En cuanto a la temperatura, los resultados indicaron que las mayores disminuciones porcentuales de rugosidad fueron logradas con el menor valor empleado (35°C). Por último, los parámetros de tiempo y densidad de corriente fueron aquellos con mayor influencia en los resultados finales. Se obtuvo una mayor tasa de reducción de rugosidad con un tiempo de proceso de 25 minutos y una densidad de corriente de 0,48 A/cm<sup>2</sup>. El proceso se estabilizó por encima de estos valores, sin ninguna mejora adicional en la rugosidad pero con el creciente riesgo de pérdida de material que puede llevar a la pieza fuera de las especificaciones de diseño [25].

S. *Omanovic, et al (2014)* encontraron que el proceso de electropulido mejoró notablemente la performance superficial de las piezas, aumentando la resistencia a la corrosión de las mismas y desplazando el inicio de formación de pits hacia potenciales anódicos más altos, obteniendo resultados óptimos a 10 V. 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 [26].

F. *Córdoba, et al (2015)* encontraron que las disminuciones porcentuales de rugosidad fueron similares para los dos electrolitos empleados, logrando superficies de aspecto brillante, con valores de Ra inferiores a 1  $\mu\text{m}$  y picos más bajos y más distantes entre sí. Por otro lado, la ondulación se mantuvo mayormente constante. Además, el electropulido eliminó la fase martensítica generada en el lijado manual, dejando fase austenítica pura, y redujo la dureza Knoop [27].

R. *Castro, et al (2016)* encontraron que las disminuciones porcentuales de rugosidad fueron similares para los dos electrolitos empleados, logrando valores de Ra entre 0,4 y 0,5  $\mu\text{m}$ , mientras que la ondulación se mantuvo mayormente constante. Por otro lado, el electropulido eliminó la fase martensítica generada en el lijado manual, dejando fase austenítica pura, redujo las tensiones residuales, la dureza Knoop y aumentó la resistencia a la corrosión [7].

C. *Rotty, et al (2017)* compararon el comportamiento de un acero inoxidable AISI 316L convencional y uno obtenido mediante manufactura láser aditiva (ALM) y encontraron que los parámetros óptimos del proceso de electropulido para ambos materiales están dados por una temperatura de 70°C y una tensión mayor a los 2 V. En ambos materiales se obtuvieron superficies suaves y brillantes, pero las mayores reducciones de rugosidad se dieron en la variante ALM [28].

Z. *Rahman, et al (2017)* estudiaron la influencia del voltaje sobre el proceso de electropulido, por lo que emplearon potenciales correspondientes a la evolución del oxígeno en el electrolito E1 y por debajo de este en el electrolito E2. Además, compararon el electropulido con el pulido mecánico. Como resultado, el electropulido a voltajes por debajo del potencial de evolución de oxígeno arrojó la mayor resistencia a la corrosión, la menor energía superficial y la menor rugosidad [29].



## **4. Objetivos**

El objetivo general del presente trabajo es evaluar las características superficiales y la resistencia a la corrosión de probetas de acero inoxidable AISI 316L electropulidas en equipamiento industrial, para evaluar su aplicabilidad a piezas de máquinas de uso farmacéutico y/o alimentario.

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

- Determinar las características superficiales de las probetas antes del electropulido (microestructura, fases presentes, dureza, rugosidad y ondulación).
- Evaluar la influencia de los parámetros del proceso de electropulido (voltaje, temperatura, tiempo, material del cátodo y distancia al mismo) en los valores de rugosidad obtenidos y encontrar sus valores óptimos.
- Efectuar ensayos de electropulido sobre probetas con distintas geometrías (prismáticas y de revolución), tamaños y rugosidades iniciales empleando las condiciones de procesamiento óptimas.
- Determinar las características superficiales 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

El procedimiento experimental empleado en el presente trabajo comprendió la caracterización del material de partida, la preparación de probetas, la caracterización superficial de las probetas, la preparación y realización de los ensayos de electropulido, la caracterización superficial de las probetas electropulidas y la realización de los ensayos de corrosión.

### 5.1. Caracterización del material de partida

El objetivo de esta etapa fue comparar las características reales del material con las especificaciones de la norma ASTM E415, las cuales se encuentran en la Tabla 7. Se determinó la composición química empleando un espectrómetro de emisión óptica con excitación por chispa [30].

Tabla 7. Composición química del AISI 316L establecida por la norma ASTM E415

Elemento	Cr	Ni	Mo	C	Si	P	S	Mn
% en peso	Mín	16	10	2				
	Máx	18	14	3	0,03	1	0,045	0,03

### 5.2. Preparación de probetas

El objetivo de esta etapa fue el fraccionamiento del material de partida, el mecanizado de probetas y la terminación superficial de las mismas. Se utilizaron probetas prismáticas y de revolución. Las prismáticas fueron obtenidas mediante sierra manual a partir de recortes de chapa, con dimensiones de 3x4 cm<sup>2</sup> y 4x12 cm<sup>2</sup>. Las de revolución se obtuvieron a partir de barras macizas y tubos de conducción de fluidos. También se utilizaron accesorios para tuberías y piezas de descarte de empresas usuarias del material. Las probetas prismáticas se terminaron mediante pulido manual con lija al agua o se dejaron en bruto. Las probetas de revolución se terminaron mediante torneado, pulido manual con lija al agua o granallado manual con arena. Los accesorios y piezas de descarte se dejaron con la terminación con la que fueron recibidas. En todos los casos se trabajó con una desviación media aritmética del perfil de rugosidad (Ra) comprendida entre 0,5 y 3,7 µm.

### 5.3. Caracterización superficial de las probetas

El objetivo de esta etapa fue la caracterización superficial de las probetas. Se determinó la microestructura mediante microscopía óptica y difracción de rayos X, la dureza mediante ensayos de microindentación Knoop y la topografía superficial mediante perfilometría de contacto y microscopía electrónica de barrido.

#### 5.3.1. Microestructura

Para revelar la microestructura de las probetas, se identificaron la cantidad y la forma de las inclusiones no metálicas y se determinaron las fases presentes.

##### 5.3.1.1. Contenido inclusionario

Se determinó la cantidad, geometría y tamaño de las inclusiones por microscopía óptica, de acuerdo a la norma ISO 4967:98. En primer lugar, el procedimiento consistió en llevar la muestra a un pulido metalográfico. Para ello una muestra del material bajo estudio fue cortada, lijada y pulida hasta obtener un acabado parecido a un espejo. Luego, la misma fue observada al microscopio con un aumento de 100x.

En la Figura 28, se puede ver un corte transversal de un microscopio metalográfico típico, en donde aparece cada una de sus partes. La amplificación total está determinada por el producto del valor ocular por el valor del objetivo. Se alcanza una magnificación máxima igual a 1000 veces y con una resolución de  $0.2 \mu\text{m}$ , si se utiliza luz blanca.

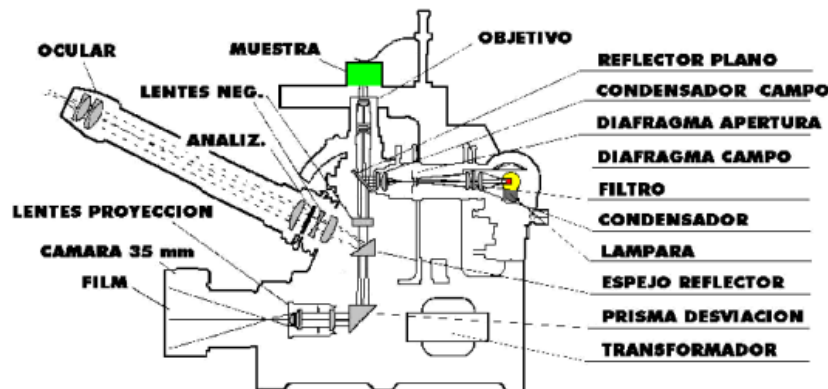
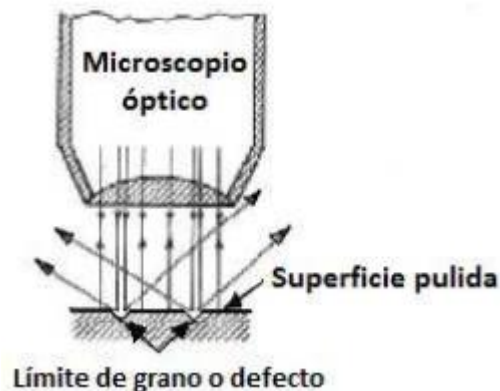


Figura 28. Corte transversal de un microscopio óptico

La luz emitida por la lámpara y dirigida a la muestra es reflejada por la superficie. Los haces de luz que inciden en los límites de grano, superficies atacadas preferencialmente, inclusiones u otros defectos en la superficie, se reflejan desviados, según muestra la Figura 29, y, en consecuencia, se ven más oscuros [27].



*Figura 29. Esquema del aspecto microscópico de los límites de grano o inclusiones y de la reflexión del haz de luz*

#### 5.3.1.2. Fases presentes

Una forma de determinación de fases en una aleación metálica es a través de la difracción de rayos X (DRX).

Algunas propiedades de los rayos X son:

- Los rayos X viajan en línea recta;
- No están constituidos por partículas con carga eléctrica;
- Se generan haciendo incidir un haz de electrones de alta energía en átomos de alto peso molecular.

Considerando los planos cristalinos ( $P_i$ ) mostrados en la Figura 30. Los segmentos AB y AD son perpendiculares a los haces incidente y difractado, respectivamente, que se intersectan en el punto A. La distancia BCD es la distancia adicional que debería recorrer un haz de rayos X difractado desde el plano P2 respecto a un haz difractado desde el plano P1. Los ángulos BAC y CAD son iguales al ángulo de incidencia y al de difracción,  $\theta$ . Entonces:

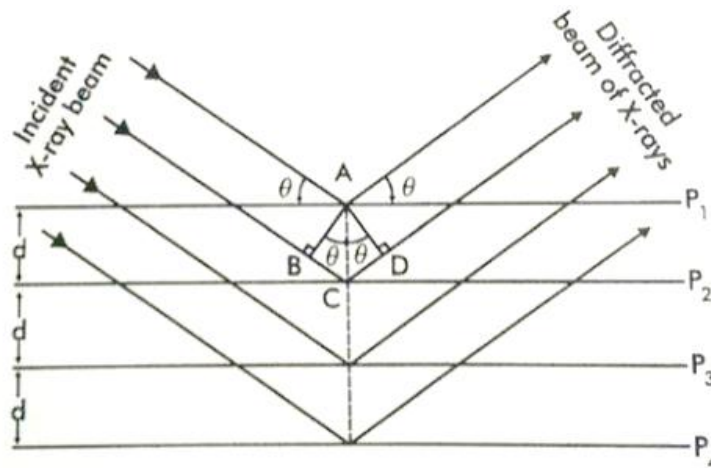


Figura 30. Rayos X que inciden sobre planos cristalográficos y son difractados

$$BC = AC * \text{sen}(\theta) \quad (\text{Ecuación 21})$$

$$CD = AC * \text{sen}(\theta) \quad (\text{Ecuación 22})$$

$$BCD = BC + CD \quad (\text{Ecuación 23})$$

$$BCD = 2 * AC * \text{sen}(\theta) \quad (\text{Ecuación 24})$$

Pero  $AC = d =$  distancia entre planos, por lo tanto, reemplazando en la Ecuación 24 se obtiene:

$$BCD = 2 * d * \text{sen}(\theta) \quad (\text{Ecuación 25})$$

Hay interferencia cuando las ondas poseen distinta fase luego de difractar, pero cuando se encuentren en fase, se verán reforzadas y, por lo tanto, podrán ser observadas. Lo antedicho ocurrirá sólo si la distancia BCD es un múltiplo de la longitud de onda  $\lambda$ , es decir:

$$n\lambda = BCD \quad (\text{Ecuación 26})$$

Combinando igualdades se llega a la ecuación conocida como ley de Bragg:

$$n\lambda = 2 * d * \text{sen}(\theta) \quad (\text{Ecuación 27})$$

Cuando se tienen superficies metálicas con granos orientados en distintas direcciones, siempre habrá planos orientados según el ángulo  $\theta$  apropiado para cumplir la ley de Bragg. En un difractómetro, un detector de rayos X realiza un barrido y va registrando los ángulos a los cuales se difracta el haz, dando un patrón de difracción característico. Si la longitud de onda de los rayos X es conocida, se pueden determinar los espaciados interplanares y, con esto, se pueden identificar las fases presentes [31].

Se utilizó un difractómetro de rayos x perteneciente al Instituto de Física de Rosario. Se empleó radiación  $K\alpha$  de Cu y el tubo de rayos x se operó a una tensión de 40 kV y una corriente de 30 mA. Los diagramas de difracción fueron registrados en un rango de  $2\theta$  desde  $40^\circ$  hasta  $85^\circ$ , en pasos de  $0,02^\circ$  y con una velocidad de 1 seg/paso.

Con esta técnica y empleando el programa PowderCell 2.4 se pudieron medir los parámetros de red de las estructuras cristalinas presentes y, de esta forma, identificar ante qué fases nos encontramos.

### 5.3.2. Microdureza

Se recuerda que cuando se habla de dureza o microdureza, se trata de la propiedad que tienen los materiales de resistir la penetración de un indentador bajo carga. Dicho de otro modo, se define a la misma como la resistencia de un material a la deformación plástica localizada.

Para la determinación de la microdureza se utilizó un microdurómetro Leitz Wetzlar, correspondiente a la Figura 31 y se aplicó una carga de 40 g. Se utilizó un penetrador Knoop de diamante como el que se muestra en la Figura 32. La particularidad de este último es la baja profundidad de la impronta resultante con respecto a otros indentadores; es por ello que puede ser empleado en la caracterización de películas o capas superficiales delgadas. Se aclara que las normas especifican una profundidad de la impronta menor al 10% del espesor de la película o capa superficial deformada.



*Figura 31. Microdurómetro Leitz Wetzlar*

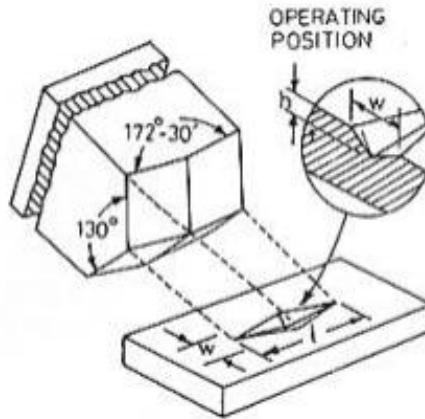


Figura 32. Penetrador Knoop y dimensiones principales de la impronta

La dureza es determinada mediante el cociente de la carga aplicada y el área de la impronta proyectada sobre la superficie que es ensayada. El área  $S$  de la base de la impresión no recuperada está dada por la siguiente expresión:

$$S = \frac{w \cdot l}{2} \quad (\text{Ecuación 28})$$

Donde  $w$  y  $l$  se corresponden con las longitudes del romboide.

La medición de las improntas se efectuó sobre imágenes digitales obtenidas mediante microscopía óptica. Para la medición de la impronta se debió retirar el penetrador. Al retirar el mismo, el material se recuperó elásticamente y, en consecuencia, la impronta quedó deformada. Es por ello que, considerando que la diagonal mayor  $l$  prácticamente no es afectada por la recuperación, el cálculo de la dureza Knoop se realizó en función de esta, con la siguiente expresión [32]:

$$HK = 14299 * \frac{P}{l^2} \left[ \frac{gr}{\mu m} \right] \quad (\text{Ecuación 29})$$

### 5.3.3. Topografía superficial

Se efectuaron dos análisis de la topografía superficial, uno cuantitativo mediante perfilometría de contacto y otro cualitativo, mediante microscopía electrónica de barrido (SEM).

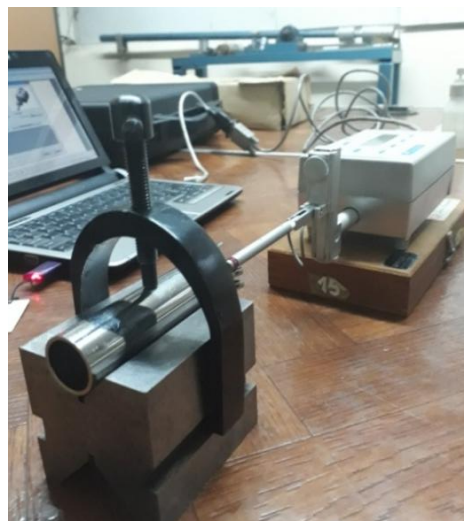
#### 5.3.3.1. Análisis cuantitativo mediante perfilometría de contacto

Para caracterizar las superficies se utilizó el perfilómetro de contacto Taylor Hobson Surtronic 3+. El mismo se muestra en las Figuras 33 y 34, donde se lo puede ver

midiendo la rugosidad de una superficie prismática y otra de revolución, respectivamente. En esta última, también se pueden ver los accesorios utilizados para centrar y fijar la pieza. Se utilizó una longitud de medición de 4 mm (cut-off: 0,8 mm). Para las probetas prismáticas se registraron al menos tres medidas de rugosidad por lado, una en cada extremo y la restante en la franja central, de modo de obtener una mejor aproximación al valor promedio de rugosidad real de la probeta. Para las probetas de revolución se realizaron al menos tres mediciones a lo largo de una generatriz, girando las mismas 90° para obtener cuatro mediciones en distintas posiciones angulares y, de este modo, doce valores de rugosidad en total.



*Figura 33. Perfilómetro de contacto Taylor Hobson Surtronic 3+ midiendo la rugosidad de una superficie prismática*



*Figura 34. Perfilómetro de contacto Taylor Hobson Surtronic 3+ midiendo la rugosidad de una superficie de revolución*



Por último, luego de las mediciones con el rugosímetro y mediante la utilización del software TalyMap Gold, se obtuvieron los perfiles de rugosidad (R) y de ondulación (W), al igual que los parámetros Ra (rugosidad media aritmética), Rt (profundidad total de la rugosidad) y Wt (profundidad total de la ondulación).

#### 5.3.3.2. Análisis cualitativo mediante microscopía electrónica

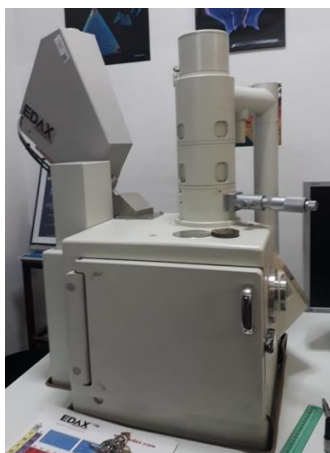
Para caracterizar la topografía superficial de forma cualitativa, se registraron imágenes de las superficies a distintos aumentos (100x, 500x y 1000x) mediante SEM.

Esta técnica tiene la ventaja de ser no destructiva. Para producir una imagen, una zona de una muestra en alto vacío es bombardeada por electrones a gran velocidad, generados por un filamento de tungsteno sometido a elevados voltajes y temperaturas. Se utiliza vacío para producir una mayor estabilidad en el haz de electrones, pues evita su dispersión en la atmósfera y la ionización de los gases.

Se utilizó un microscopio electrónico de barrido Jeol JSM-6460LV, correspondiente a la Figura 35. El mismo está equipado con detectores para electrones secundarios y retrodifundidos.

El detector para electrones secundarios ofrece una imagen en blanco y negro de la topografía de la superficie examinada. A diferencia de un microscopio óptico, ofrece una muy alta resolución y una amplitud focal muy superior.

Por otro lado, el detector de electrones retrodifundidos, también ofrece una imagen de superficie, aunque de menor resolución, pero es sensible a las variaciones en el número atómico de los elementos presentes en la superficie. Por este motivo, si se tiene una superficie totalmente lisa se pueden observar distintos tonos de grises en función de que existan varias fases con distintos elementos [33].



*Figura 35. Microscopio electrónico de barrido Jeol JSM-6460LV*

#### **5.4. Preparación de los ensayos de electropulido**

Los ensayos de electropulido se realizaron usando las instalaciones y el equipamiento de la empresa Redox Neo SA. El objetivo de esta etapa fue la preparación de la celda electrolítica y puesta a punto del ensayo de electropulido. Se realizó la selección del electrolito a utilizar, del sistema de sujeción de las probetas, del mecanismo de agitación y de la forma, tamaño y material del cátodo. Se analizó, además, el funcionamiento de la fuente de energía. A continuación se explica cada uno con detalle.

##### **5.4.1. Selección del electrolito**

Se probaron dos electrolitos especificados en normas y utilizados comúnmente en la industria. Las composiciones de cada uno de ellos fueron:

Electrolito 1:

- Etanol, 70 %v/v
- Glicerina, 10%v/v
- Ácido perclórico, 20 %v/v

Electrolito 2:

- Ácido sulfúrico, 35%v/v
- Ácido fosfórico, 45 %v/v
- Agua, 20%v/v

Debido a que con el electrolito 1 no se obtuvieron buenos resultados inicialmente, el mismo fue descartado.

##### **5.4.2. Montaje de probetas**

El sistema de sujeción de las probetas debió garantizar que las mismas queden sumergidas en el electrolito. Además, se debió lograr una distancia determinada entre ánodo y cátodo para el efectivo desarrollo de la reacción química.

##### **5.4.3. Fuente de energía**

Se dispuso de una fuente de tensión continua con una capacidad de 25 volts y 2 canales de corriente, uno que permite circular hasta 15 A y otro hasta 40 A.

#### **5.4.4. Mecanismo de agitación**

En base a lo explicado en la revisión bibliográfica en cuanto a su importancia y para no producir movimientos en las probetas, se adoptó un sistema de agitación por aire (burbujeador).

#### **5.4.5. Forma, tamaño y material del ánodo**

El ánodo es el electrodo en el cual se produce una reacción de oxidación, mediante la cual el material, al perder electrones, incrementa su estado de oxidación. Se corresponde con la probeta de acero inoxidable AISI 316L a electropulir, ya sea de forma prismática o de revolución.

#### **5.4.6. Forma, tamaño y material de cátodo**

El cátodo es el electrodo en el cual se produce una reacción de reducción, mediante la cual el material, al ganar electrones, reduce su estado de oxidación. Se utilizaron cátodos de cobre y de acero inoxidable AISI 304. Su geometría depende de la propia geometría de las probetas. Para un correcto electropulido, deben coincidir en forma. Se detallan a continuación los cátodos utilizados en las distintas probetas:

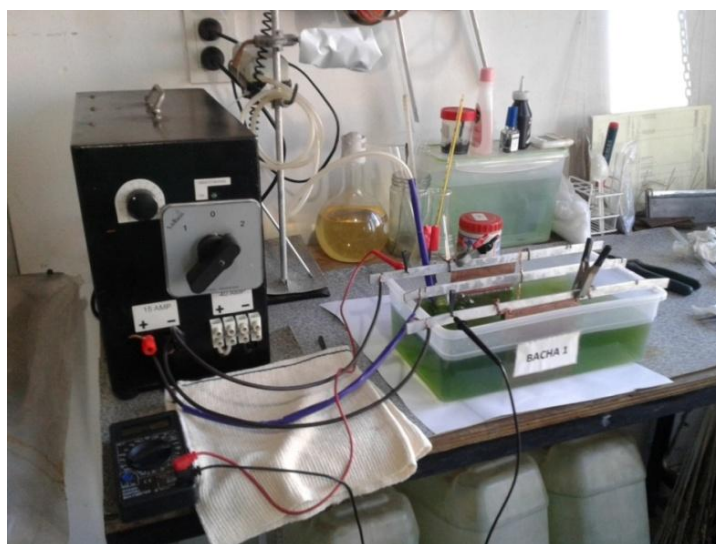
- A) Para probetas prismáticas, se utilizaron dos placas enfrentadas entre sí con una superficie mayor a la de las probetas y ubicadas a ambos lados de las mismas a una distancia de entre 4 y 7 cm.
- B) Para probetas cilíndricas macizas, se utilizó un tubo de mayor diámetro, de modo que la probeta se sitúe concéntricamente en su interior y que exista una distancia de separación no menor a 2 cm, condición necesaria para que la reacción no se estanque. Para este caso también se utilizaron las placas descritas en el caso A con fines comparativos.
- C) Para probetas cilíndricas huecas, se utilizó una barra maciza para pulir el interior de las mismas y un tubo de mayor diámetro para pulir el exterior, como en el caso B. Para pulir el exterior también se utilizaron las placas descritas en el caso A con fines comparativos.

#### **5.4.7. Celda electrolítica**

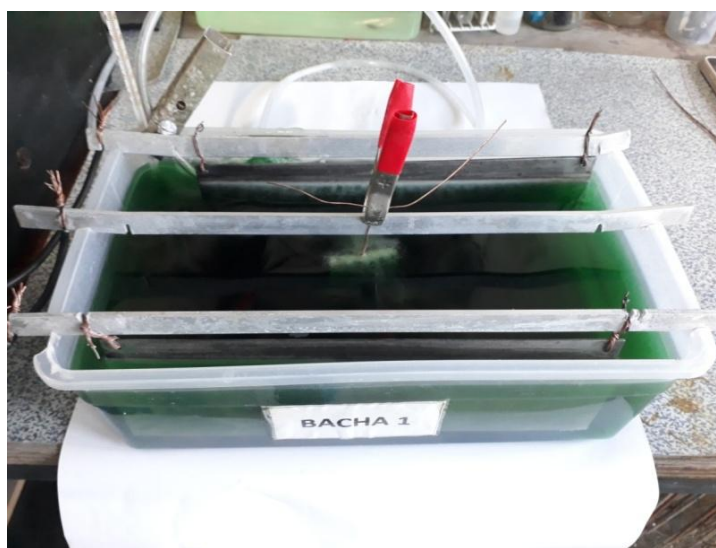
La celda electrolítica utilizada para realizar los ensayos se muestra en las Figuras 36 y 37. En esta última, se puede visualizar burbujeo producto de la evolución de oxígeno, lo que indica que se están llevando a cabo las reacciones pertinentes.

La conexión de los distintos elementos que conforman la celda se describe a continuación:

Un cable violeta conecta el terminal positivo a una barra prismática, apoyada en los bordes de la batea, sobre la que cuelga la pieza a electropulir (ánodo). Dos cables negros conectan el terminal negativo a dos barras prismáticas de similar longitud, ambas apoyadas en los bordes de la batea, sobre las que cuelgan los cátodos. Tanto la pieza como los cátodos se encuentran parcial o totalmente sumergidos. A su vez, se busca que los alambres queden total o mayormente fuera del electrolito de modo de que no contaminen el baño.



*Figura 36. Celda electrolítica utilizada*



*Figura 37. Celda electrolítica en funcionamiento*

### **5.5. Determinación de curvas características**

El objetivo de esta etapa fue hallar la curva de polarización correspondiente al AISI 316L en la solución a emplear como electrolito en el electropulido. Una vez determinada dicha curva, es posible dividir la misma en las tres zonas vistas. De esta manera, se obtiene el valor recomendado de voltaje para trabajar en la zona pasiva y el voltaje mínimo para trabajar en la zona transpasiva.

Los ensayos se realizaron en una celda de tres electrodos utilizando un potenciostato Solartron B1280. Las curvas características se realizaron desde -150 mV respecto al potencial de corrosión hasta alcanzar un potencial de 1600 mV y, por último, se disminuyó hasta 300 mV. Se utilizó una velocidad de barrido de 5mV/s.

### **5.6. Realización de ensayos de electropulido**

Una vez definido el arreglo experimental y el electrolito a utilizar, se efectuaron ensayos de electropulido sobre probetas con distintas características microestructurales, geometrías, tamaños y rugosidades iniciales. Se evaluó también la influencia de los parámetros del proceso (voltaje, temperatura, tiempo, material del cátodo y distancia al mismo) en las características superficiales de las probetas electropulidas.

Fue fundamental garantizar una buena continuidad en la conexión de los distintos elementos para un electropulido eficaz.

Se aclara que el voltaje indicado por la perilla de la fuente durante los ensayos no se corresponde con la diferencia de potencial entre las barras anódicas y catódicas medida con un téster, sino que dicho potencial es siempre inferior.

### **5.7. Caracterización de las probetas electropulidas**

El objetivo de esta etapa fue la caracterización superficial de las probetas electropulidas. Se determinó la microestructura mediante microscopía óptica y DRX, la dureza mediante ensayos de microindentación Knoop y la topografía superficial mediante perfilometría de contacto y SEM. Se utilizaron las condiciones de ensayo descritas anteriormente.

Además, se determinó la presencia o no de picado en las probetas electropulidas mediante SEM.

## 5.8. Ensayos de corrosión

El objetivo de esta etapa fue comparar el comportamiento a la corrosión de las probetas antes y después del proceso de electropulido. Se realizaron ensayos de polarización potenciodinámica, de resistencia a la polarización lineal ( $R_p$ ) y de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS), empleando solución acuosa de NaCl al 3,5% a temperatura ambiente como medio corrosivo. Los tres tipos de ensayos se realizaron en una celda de tres electrodos utilizando un potenciostato Solartron B1280. Se utilizó un electrodo de calomel saturado (ECS) como referencia, un alambre de platino en forma de espiral como contra electrodo y las probetas sin electropulir y electropulidas como electrodos de trabajo. En la Figura 38, se muestra la celda electrolítica correspondiente a los ensayos de corrosión.

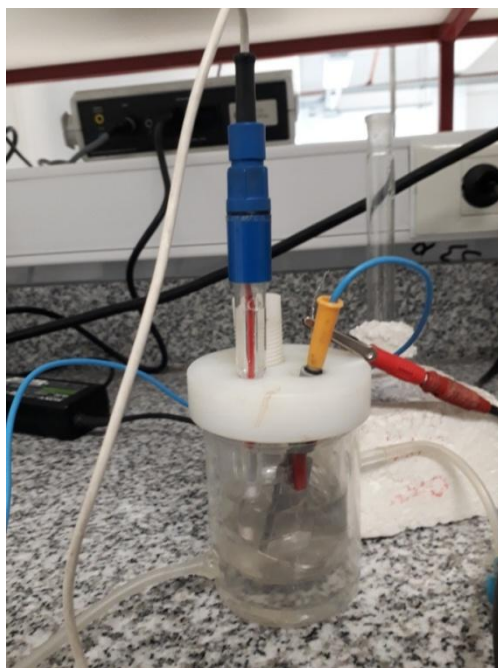


Figura 38. Celda electrolítica para ensayos de corrosión

Para cada variante de material se realizaron como mínimo tres ensayos de cada tipo o hasta obtener un resultado reproducible. Posteriormente, se analizaron las curvas obtenidas y se obtuvieron los parámetros característicos en base a las curvas más representativas para cada condición.

Los ensayos se efectuaron en el siguiente orden:

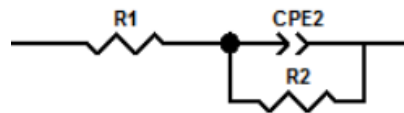
1. Estabilización de potencial durante 15 o 30 minutos
2. Ensayo de  $R_p$
3. Estabilización de potencial durante 5 minutos

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.

### Ensayos de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)

La frecuencia aplicada se varió en forma continua, barriendo el rango de 35 mHz a 20 kHz. Los espectros de impedancia se ajustaron utilizando el circuito equivalente correspondiente a la Figura 39 mediante el software Zview.



*Figura 39. Circuito equivalente para ajuste de datos en el ensayo de EIS*

En este circuito, R1 representa la resistencia óhmica entre el electrodo de referencia y el de trabajo, en la cual se incluye la de la solución, CPE2 es la pseudo capacidad de la doble capa electroquímica que se forma en la interfaz probeta-solución y R2 (resistencia a la polarización) es la resistencia de transferencia de carga ion/electrón con la que se puede determinar la velocidad de la reacción que ocurre en la interfaz electrodo/solución. Ambos elementos forman en conjunto la impedancia de la interfaz en cuestión.

La superficie del electrodo se encuentra cargada debido a la ganancia o pérdida de electrones. Estas cargas se sitúan en los átomos de la primera capa superficial del metal y son neutralizadas con un número igual de partículas con carga opuesta en el electrolito, formándose la previamente mencionada doble capa electroquímica. La distribución de esta carga determina la fuerza del campo de la interfaz, que está relacionada con la velocidad de transferencia iónica en la interface metal/solución.

El CPE es un elemento de fase constante que se utiliza para representar un comportamiento capacitivo no ideal, caracterizado por los parámetros  $Q$  y  $\alpha$ . Cuando  $\alpha$  es igual a 1, el CPE se comporta como un capacitor ideal y  $Q$  representa la capacidad de la interfaz. Cuando  $\alpha$  es menor a 1, el CPE muestra un comportamiento no ideal 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, la ecuación de Hsu y Mansfeld:



$$C_{ef} = Q_{\alpha}^{-1} * R2^{\frac{1-\alpha}{\alpha}} \quad (\text{Ecuación 30})$$

La misma considera una distribución en serie de elementos capacitivos, originados posiblemente en cambios en la conductividad de una capa de óxido debida a la porosidad de la película o rugosidad [34].

### Ensayo de resistencia a la polarización lineal (Rp)

Se aplicó un barrido de potencial desde -15mV a +15mV, respecto del potencial de corrosión, con una velocidad de barrido de 0,1mV/s. Mediante la utilización del software CView, se obtuvieron los siguientes parámetros como resultado del ensayo:

- Rp [ $\Omega \cdot \text{cm}^2$ ]: resistencia a la polarización
- I<sub>corr</sub> [ $\text{A}/\text{cm}^2$ ]: corriente de corrosión
- E<sub>corr</sub> [V]: potencial de corrosión
- Corrosionrate [mmPY]: velocidad de corrosión medida en mmPY ('millimeters per year', milímetros al año)

Como se mencionó anteriormente, el valor de Rp se obtiene a partir de la pendiente de la curva potencial vs. densidad de corriente (ver sección 3.4.3).

La corriente de corrosión, I<sub>corr</sub>, está relacionada con la Rp por medio de la expresión matemática descrita por Stern-Geary [20]:

$$i_{corr} = \frac{\beta_a \beta_c}{2,3 R_p (\beta_a + \beta_c)} \quad (\text{Ecuación 31})$$

donde I<sub>corr</sub> es la densidad de corriente de corrosión en  $\text{A}/\text{cm}^2$ ; Rp es la resistencia a la corrosión en  $\text{ohms} \cdot \text{cm}^2$ ;  $\beta_a$  y  $\beta_c$  son las pendientes de Tafel en V/década o mV/década de densidad de corriente.

El potencial de corrosión, E<sub>corr</sub>, se obtiene a partir de la curva potencial vs. densidad de corriente para un valor de corriente igual a cero.

La velocidad de corrosión se calcula a partir de la ley de Faraday, teniendo en cuenta cual es el componente principal del material en estudio (en nuestro caso Fe) y asumiendo que se produce corrosión generalizada. La ley de Faraday está dada por la siguiente expresión:

$$m = \frac{I \cdot t \cdot M}{F \cdot z} \quad (\text{Ecuación 32})$$

donde:

- m, es la masa perdida por el componente considerado[g]
- I es la intensidad de corriente [A]
- t, es el tiempo transcurrido [s]
- M, es la masa molar del componente [g/mol]
- F es la constante de Faraday



- $z$ , es el número de oxidación del componente

Cabe aclarar que la relación  $M/z$  es el peso equivalente del componente considerado. Teniendo en cuenta la densidad del componente y el área total ensayada puede calcularse la velocidad de corrosión a partir de la masa perdida.

### **Ensayo de polarización potenciodinámica**

Las curvas potenciodinámicas se realizaron desde  $-150$  mV respecto al potencial de corrosión hasta alcanzar un potencial de  $1000$  mV, con una velocidad de barrido de  $5$  mV/s. A partir de las curvas obtenidas se determinaron las pendientes de Tafel.

## 6. Resultados y discusión

### 6.1. Probetas prismáticas

#### 6.1.1. Composición química

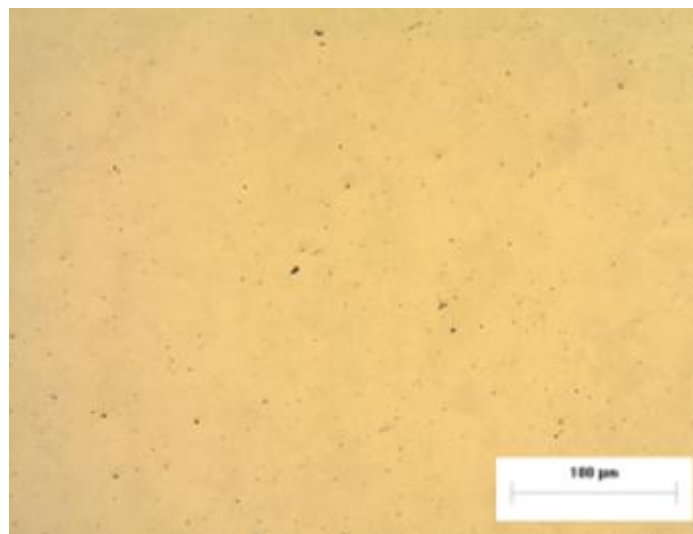
En la Tabla 8 se muestra la composición química de la chapa de acero AISI 316L usada en este trabajo. Dichos valores se compararon con los valores mínimos y máximos que establece la norma ASTM E415 (ver Tabla 7, sección 5.1) y, en consecuencia, puede decirse que el material cumple las exigencias de la misma.

*Tabla 8. Composición química del material en estudio*

Elemento	Cr	Ni	Mo	C	Si	P	S	Mn
% en peso	16,9	10	2,14	0,012	0,56	0,03	<0,01	1,32

#### 6.1.2. Contenido inclusionario

La Figura 40 muestra una micrografía óptica sin ataque químico del material en estudio, la cual permitió determinar su contenido inclusionario. Para ello, se utilizó un aumento de 100x y se la comparó con los patrones ilustrados en la norma ISO 4967:98[4], que clasifica los tipos de inclusiones según la morfología, el tamaño y la cantidad.



*Figura 40. Inclusiones en el material de estudio*

La forma y tamaño de las inclusiones coincide con las pertenecientes al grupo D descrita en la norma ISO 4967:98. Dicha norma hace referencia a las inclusiones correspondientes a esa clase de la siguiente manera: Inclusiones de tipo de óxido globular, no deformables, angulares o circulares, de baja relación de aspecto (generalmente menor a 3), negras o azuladas, distribuidas al azar y con un diámetro máximo de 8  $\mu\text{m}$ .

Para la codificación de la cantidad de inclusiones se utilizan los diagramas de comparación que ofrece la norma para la clase D, obteniéndose una gran coincidencia con el índice 2.5, que indica un conteo de 25 inclusiones/campo. La Figura 41 muestra el diagrama de comparación correspondiente.

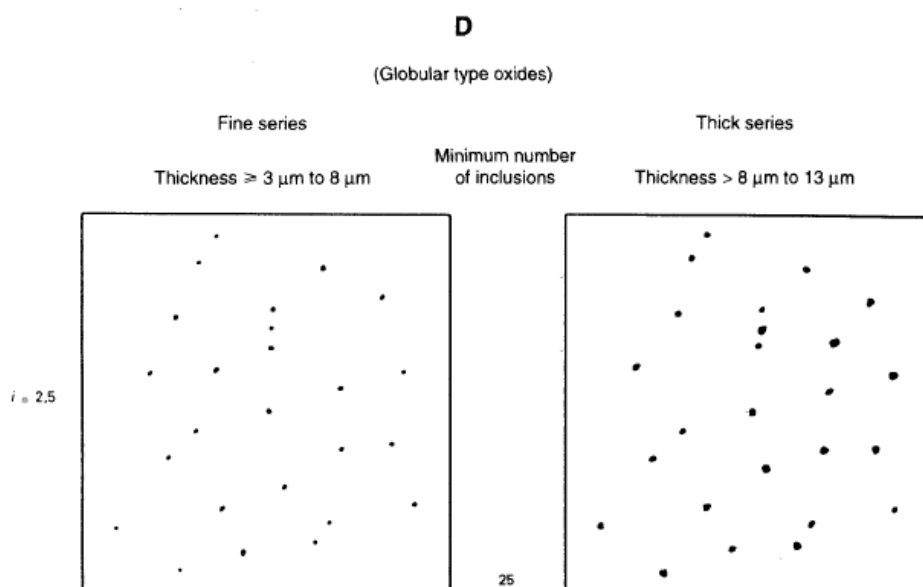


Figura 41. Diagrama de comparación para el grupo D, índice 2.5 (ISO 4967:98)

Por lo tanto, según su forma, tamaño y cantidad, el contenido inclusionario del material en estudio puede clasificarse como D 2.5, acorde a la norma de referencia.

### 6.1.3. Determinación de curvas características

Las Figuras 42 y 43 muestran las curvas de polarización características para probetas con pulido previo y en bruto, respectivamente. Tanto para las probetas con pulido previo como también para las probetas en bruto, la zona de transpasivación comienza aproximadamente en un valor de potencial de evolución de oxígeno comprendido entre 1,1 y 1,2 V. Como se mencionó anteriormente (ver sección 3.2.4), para realizar el

electropulido se puede trabajar en la zona de pasividad (entre 0,5 y 1 V aproximadamente) o en la zona de transpasivación, siempre y cuando se eviten voltajes cercanos al potencial de evolución de oxígeno. En este trabajo se eligió trabajar en la zona de transpasivación para generar una mayor tasa de eliminación de material.

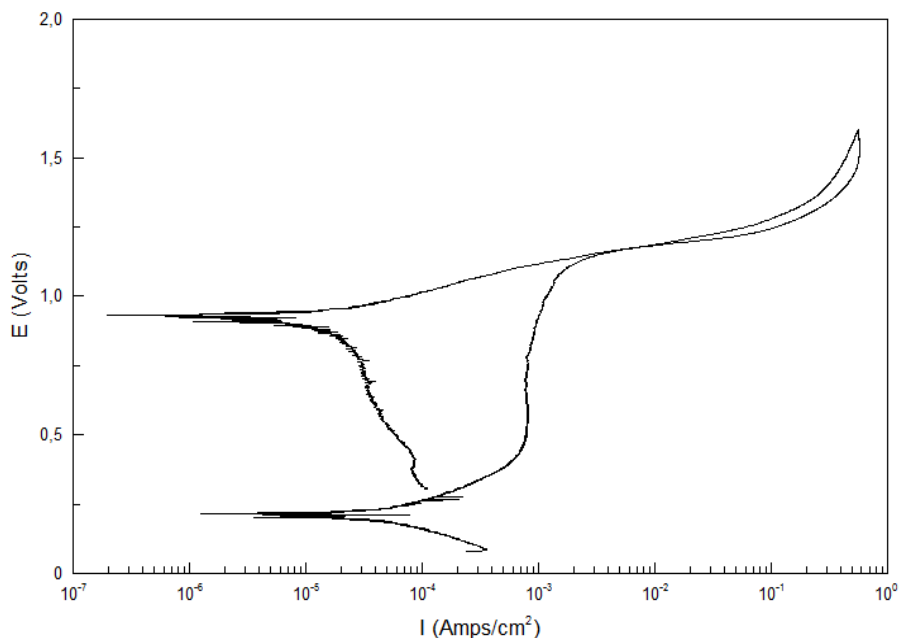


Figura 42. Curva de polarización para probeta con pulido previo

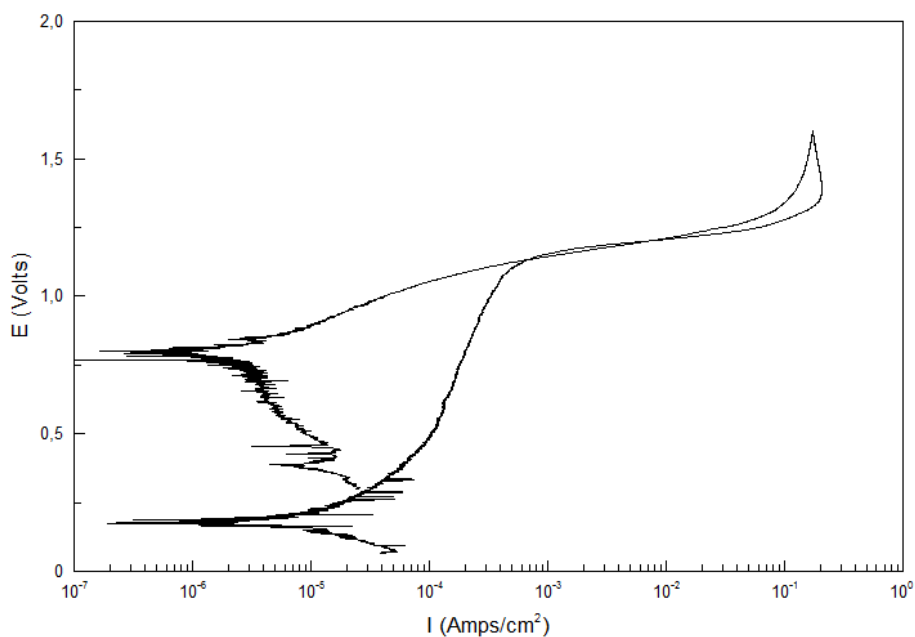


Figura 43. Curva de polarización para probeta en bruto

Por otro lado, analizando ambas curvas, se puede ver fácilmente que, una vez alcanzado el valor de 1,6 V impuesto como límite máximo al ensayo, al comenzar a disminuir el potencial, la densidad de corriente es siempre menor al valor de densidad de corriente previo a igual potencial. Es por ello que se puede concluir que no existe picado en las probetas para los parámetros en los que fue realizado el ensayo.

#### 6.1.4. Influencia de los parámetros de electropulido

En este apartado se presentan los resultados del análisis de la influencia del voltaje de la fuente, del tiempo de electropulido, de la temperatura del baño, del tamaño de la probeta, del material del cátodo y la distancia al mismo en la rugosidad superficial. No se presentan datos de fases presentes, dureza y resistencia a la corrosión dado que en esta primera etapa se buscó obtener superficies con la menor rugosidad posible. Se utilizaron probetas de 3x4 cm<sup>2</sup> terminadas superficialmente mediante pulido manual con lija de grano 80.

##### 6.1.4.1. Voltaje de la fuente

Los ensayos de electropulido se efectuaron utilizando cátodos de acero inoxidable AISI 304, una distancia a los mismos de 6 cm, un tiempo de 15 minutos y una temperatura del baño de 30°C.

La Tabla 9 muestra valores de los parámetros de rugosidad para distintos voltajes utilizados. Se presentan valores de la desviación media aritmética del perfil de rugosidad (Ra), la altura total del perfil de rugosidad (Rt) y la altura total del perfil de ondulación (Wt).

*Tabla 9. Valores de rugosidad y ondulación para distintos voltajes*

Voltaje provisto por la fuente (V)	Sin electropulir			Electropulido		
	Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)	Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)
2,75	1,446	13,05	5,64	1,389	11,22	4,90
3,6	1,467	18,18	5,10	1,179	12,24	3,67
4,3	1,508	12,5	6,17	0,568	3,99	3,72
4,5	1,214	12,72	4,46	0,653	5,42	3,56
5,6	1,375	12,29	4,04	0,529	4,04	2,90

Como se mencionó en el apartado anterior, en el presente trabajo se eligió trabajar en la zona de transpasivación. Para valores de tensión menores a 2,75 V las burbujas de oxígeno quedaban atrapadas en la superficie de las probetas, por lo que tales condiciones de trabajo fueron descartadas. Recién para una tensión aplicada de 2,75 V el burbujeo en la superficie a electropulir comenzó a ser visible.

Puede verse que se obtienen valores decrecientes del parámetro Ra al aumentar la tensión provista por la fuente. A un valor de tensión de 4,3 V, el parámetro respectivo decrece rotundamente y, a partir de allí, sigue disminuyendo pero mínimamente. En cuanto al parámetro Rt, el mismo disminuye porcentualmente un 14% y 38% a baja tensión y un 63% a valores mayores. Por último, para el parámetro de ondulación se obtienen disminuciones porcentuales del orden de 13%, 28% y 39% al aumentar la tensión hasta 4,3 V. A 4,5 V la misma es del orden del 20% y a 5,6 V del 28%. Finalmente, se concluye que el valor óptimo de tensión a aplicar se encuentra en el rango de 4,3 a 4,5 V.

Se aclara que mientras se realizaba el ensayo correspondiente a 5,6 V la agitación proporcionada por el burbujeador no fue suficiente y la reacción se detuvo. Es por ello que fue necesario agitar manualmente para proseguir con la reacción.

#### 6.1.4.2. Tiempo de electropulido

Los ensayos de electropulido se efectuaron utilizando cátodos de acero inoxidable AISI 304, una distancia a los mismos de 6 cm, un voltaje de 4,3 V y una temperatura del baño de 30°C.

La Tabla 10 muestra valores de los parámetros de rugosidad y ondulación para distintos tiempos de electropulido.

*Tabla 10. Valores de rugosidad y ondulación para distintos tiempos de electropulido*

Tiempo de electropulido (min)	Sin electropulir			Electropulido		
	Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)	Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)
10	1,534	14,64	5,16	0,706	5,16	3,82
15	1,508	12,5	6,17	0,568	3,99	3,72
20	1,634	14,03	5,05	0,381	2,63	5,57

Puede verse que se obtienen valores decrecientes de Ra y Rt al aumentar el tiempo, obteniéndose un mínimo de ellos en un tiempo aproximado a 20 minutos. En cuanto a la ondulación, se obtiene un mínimo valor del parámetro de la misma para un tiempo de

15 minutos, aumentando en gran medida para un tiempo mayor. Finalmente, se concluye que el tiempo óptimo para obtener buenos resultados, tanto en rugosidad como en ondulación, es del orden de 15 minutos.

#### 6.1.4.3. Temperatura del electrolito

Los ensayos de electropulido se efectuaron utilizando cátodos de acero inoxidable AISI 304, una distancia a los mismos de 6 cm, un voltaje de 4,5 V y un tiempo de 15 minutos.

La Tabla 11 muestra valores de los parámetros de rugosidad y ondulación para distintas temperaturas del electrolito.

*Tabla 11. Valores de rugosidad y ondulación para distintas temperaturas del electrolito*

Temp. del electrolito (°C)	Sin electropulir			Electropulido		
	Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)	Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)
15	1,130	11,97	3,52	0,851	7,61	2,33
30	1,214	12,72	4,46	0,653	5,42	3,56
50	1,022	11,96	3,64	0,574	4,52	4,27

Puede verse que a una temperatura correspondiente a 15°C la disminución porcentual en los valores de Ra es del orden del 25%, mientras que para temperaturas de electrolito mayores es del 45%. En cuanto a la disminución porcentual del parámetro Rt, la misma es del orden del 36% en el primer caso y del 60% en los restantes. Por otro lado, el parámetro Wt disminuye un 33% a una temperatura correspondiente a 15°C y un 20% a 30°C, mientras que aumenta un 17% a 50°C. Puede decirse entonces que la variación en la temperatura del electrolito produce cambios significativos en la rugosidad final de las probetas, siendo una temperatura cercana a 30°C la óptima.

Por otro lado, en la Figura 44 se grafica la densidad de corriente  $\gamma$  en función del tiempo para dos probetas electropulidas a temperaturas de 30 °C y de 50°C.

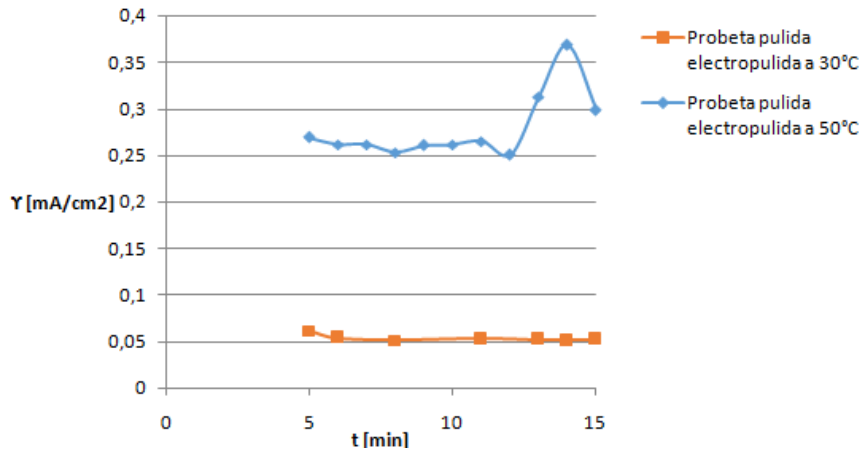


Figura 44. Densidad de corriente  $\gamma$  en función del tiempo para dos probetas electropulidas a 30°C y a 50°C

Puede verse que a mayor temperatura la resistencia del electrolito disminuye, por lo que, a igual voltaje, aumenta la corriente a lo largo del proceso, como lo predecía la Ecuación 9. Además, se aprecia un carácter estable en ambas curvas, salvo por un pico dado por una deficiencia de agitación en la curva correspondiente a la mayor temperatura. Para contrarrestar lo antedicho, se agitó manualmente y la densidad de corriente disminuyó su valor.

#### 6.1.4.4. Tamaño de la pieza

Para evaluar la influencia del tamaño de la pieza, además de las probetas de 3x4 cm<sup>2</sup>, se utilizaron otras de 4x12 cm<sup>2</sup>. Los ensayos de electropulido se efectuaron utilizando cátodos de acero inoxidable AISI 304, una distancia a los mismos de 6 cm, un voltaje de 4,3 V, un tiempo de 15 minutos y una temperatura del baño de 45°C.

La Tabla 12 muestra valores de los parámetros de rugosidad y ondulación para los distintos tamaños de probeta.

Tabla 12. Valores de rugosidad y ondulación para distintos tamaños de probeta

Tamaño de probeta (cm <sup>2</sup> )	Sin electropulir			Electropulido		
	Ra (μm)	Rt (μm)	Wt (μm)	Ra (μm)	Rt (μm)	Wt (μm)
3x4	0,586	7,34	1,72	0,217	1,87	1,36
4x12	0,673	7,75	1,68	0,252	2,53	0,92



No se observa influencia del tamaño de la pieza en las variaciones porcentuales de los parámetros Ra ( $\approx 63\%$ ) y Rt ( $\approx 70\%$ ) luego de haber electropulido ambas probetas. Por otro lado, el parámetro Wt disminuye un 21% en el primer caso, mientras que un 45% en el segundo.

#### 6.1.4.5. Material del cátodo

Los ensayos de electropulido se efectuaron utilizando cátodos de acero inoxidable AISI 304 y cobre, una distancia a los mismos de 6 cm, un voltaje de 4,5 V, un tiempo de 20 minutos y una temperatura del baño de 30°C.

La Tabla 13 muestra valores de los parámetros de rugosidad y ondulación para los distintos materiales del cátodo.

*Tabla 13. Valores de rugosidad y ondulación para distintos materiales del cátodo*

Material del cátodo	Sin electropulir			Electropulido		
	Ra ( $\mu\text{m}$ )	Rt ( $\mu\text{m}$ )	Wt ( $\mu\text{m}$ )	Ra ( $\mu\text{m}$ )	Rt ( $\mu\text{m}$ )	Wt ( $\mu\text{m}$ )
Acero inox.	1,214	12,72	4,46	0,653	5,42	3,46
Cobre	1,129	11,01	5,52	0,746	6,06	3,44

Las disminuciones porcentuales en los valores de Ra y Rt utilizando un cátodo de acero inoxidable son del orden del 45% y del 55%, respectivamente, mientras que las correspondientes al cátodo de cobre son menores, del orden del 34% y del 45%, respectivamente. Sin embargo, ocurre lo contrario con las variaciones del parámetro Wt, siendo mayor la disminución para el cátodo de cobre, del orden del 37%, mientras que del 22% para el cátodo de acero inoxidable. Por lo tanto, desde el punto de vista de la disminución de la rugosidad, puede decirse que conviene usar cátodos de acero inoxidable para el electropulido de AISI 316L.

#### 6.1.4.6. Distancia al cátodo

Los ensayos de electropulido se efectuaron utilizando cátodos de acero inoxidable AISI 304, un voltaje de 4,3 V, un tiempo de 15 minutos y una temperatura del baño de 25°C.

La Tabla 14 muestra valores de los parámetros de rugosidad y ondulación para las distintas distancias al cátodo.

*Tabla 14. Valores de rugosidad y ondulación para distintas distancias al cátodo*

Distancia al cátodo (cm)	Sin electropulir			Electropulido		
	Ra ( $\mu\text{m}$ )	Rt ( $\mu\text{m}$ )	Wt ( $\mu\text{m}$ )	Ra ( $\mu\text{m}$ )	Rt ( $\mu\text{m}$ )	Wt ( $\mu\text{m}$ )
4	1,346	12,85	4,32	0,971	6,89	5,52
4,5	1,350	12,39	4,40	0,719	6,22	2,88
5	1,354	12,17	4,55	0,674	4,83	2,68
5,5	1,347	12,23	4,29	0,681	4,75	3,11
6	1,350	13,4	3,99	0,642	5,29	3,39
6,5	1,341	13,31	4,23	0,890	6,42	3,09
7	1,340	10,83	4,93	0,954	6,33	3,57

Puede verse que se obtienen mayores reducciones en los parámetros de rugosidad y ondulación al utilizar distancias al cátodo de entre 5 y 6 cm. Para el parámetro Ra, la distancia óptima es de 6 cm. En cuanto al parámetro Rt, su valor óptimo se obtuvo al electropulir a 5,5 cm del cátodo, mientras que para el parámetro de ondulación el mismo se ubicó a 5 cm.

El hecho de que la disminución de la rugosidad y la ondulación sea baja para distancias menores a 5 cm puede deberse a que no se le da lugar a la renovación del electrolito para la continuidad de la reacción, mientras que para distancias mayores a 6 cm hay más electrolito entre ánodo y cátodo, comportándose el mismo como una mayor resistencia e impidiendo el camino de los iones de ánodo a cátodo [23].

La Tabla 15 muestra las disminuciones porcentuales de los parámetros de rugosidad y ondulación para las distancias al cátodo óptimas.

*Tabla 15. Disminuciones porcentuales de los parámetros de rugosidad y ondulación*

Distancia al cátodo (cm)	Disminución porcentual Ra (%)	Disminución porcentual Rt (%)	Disminución porcentual Wt (%)
5	50	60	41
5,5	49	61	27
6	52	61	15

Puede verse claramente que para una reducción máxima de Ra y Rt se debe utilizar una distancia al cátodo de 6 cm, mientras que para una reducción máxima de Wt una distancia de 5 cm. Finalmente, se considera a este rango como la distancia óptima, dependiendo del parámetro que se quiera optimizar.

### 6.1.5. Influencia de la terminación superficial de partida

Una vez obtenidas las condiciones de procesamiento óptimas, se analizó la influencia de la terminación superficial de partida en las características superficiales y la resistencia a la corrosión del acero AISI 316L. Se utilizaron dos condiciones de terminación superficial, pulido manual con lija de grano 60 (prepulido) y en bruto (terminación que trae el material de partida). Los ensayos de electropulido se efectuaron sobre probetas de  $3 \times 4 \text{ cm}^2$ , utilizando cátodos de acero inoxidable AISI 304, una distancia a los mismos de 6 cm, un voltaje de 4,45 V, un tiempo de 15 minutos y una temperatura del baño de  $30^\circ\text{C}$ .

En las Figuras 45 y 46, se muestran imágenes de dos probetas electropulidas bajo los parámetros descritos, una prepulida y otra en bruto, respectivamente.

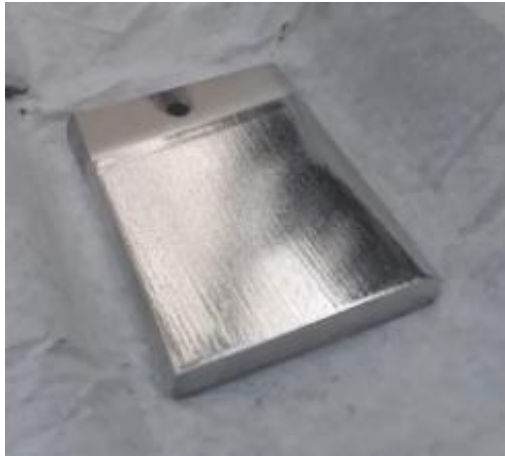


Figura 45. Probeta prepulida electropulida



Figura 46. Probeta en bruto electropulida

Como puede verse en las figuras, las zonas de las probetas sometidas al proceso de electropulido adquieren una apariencia más brillante.

Por otro lado, en la Figura 47 se grafica la densidad de corriente  $\gamma$  en función del tiempo para dos probetas electropulidas con diferente terminación superficial. Puede verse que la densidad de corriente es similar para ambas terminaciones superficiales de partida, aunque ligeramente superior para aquellas electropulidas con pulido previo. Nuevamente, se aprecia un carácter estable en ambas curvas, salvo por un pico dado por una deficiencia de agitación en la correspondiente a aquella con pulido previo. Para contrarrestar lo antedicho, se agitó manualmente y la densidad de corriente disminuyó su valor.

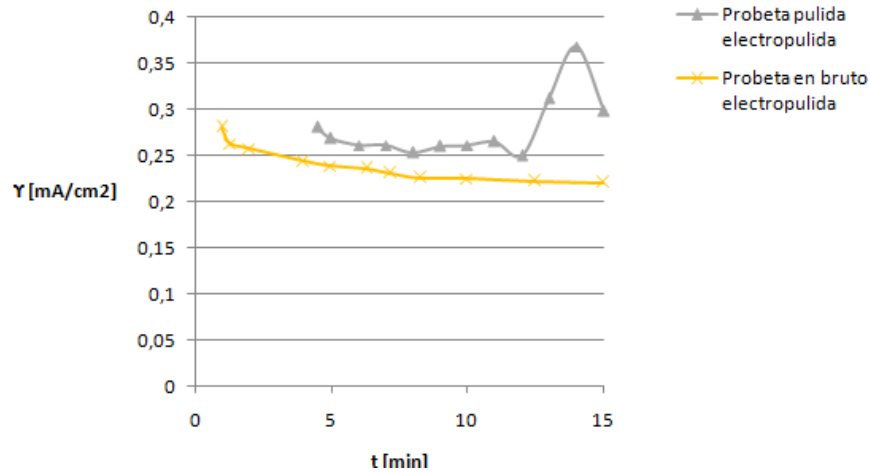


Figura 47. Densidad de corriente  $\gamma$  en función del tiempo para dos probetas electropulidas con diferente terminación superficial; una en bruto y otra con pulido previo

#### 6.1.5.1. Fases presentes

En las Figuras 48 y 49, se muestran los difractogramas del acero AISI 316L antes del electropulido para las condiciones prepulido y en bruto, respectivamente. En las probetas prepulidas, además de austenita (A), puede apreciarse un cierto porcentaje de martensita (M). La presencia de esta fase se adjudica a la transformación parcial de la austenita, de naturaleza metaestable, debido a la deformación en frío superficial generada por el pulido manual. En el caso de las probetas en bruto no se observa la presencia de martensita en la microestructura.

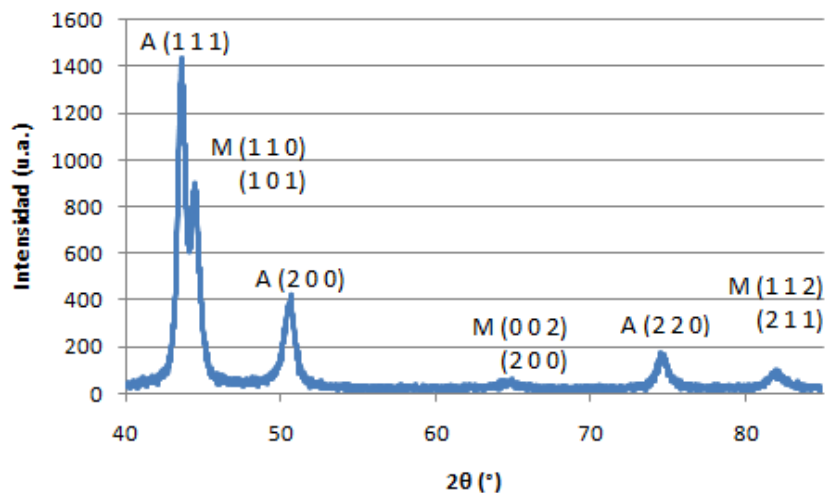


Figura 48. Diagrama de difracción sobre probeta prepulida

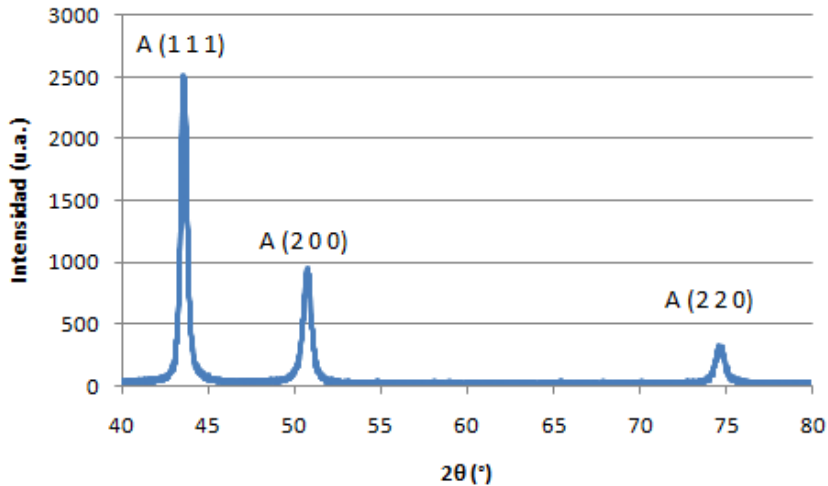


Figura 49. Diagrama de difracción sobre probeta en bruto

Las Figuras 50 y 51 muestran los difractogramas del acero AISI 316L después del electropulido para las condiciones prepulido y en bruto, respectivamente. Luego de realizar el electropulido, no se observa presencia de la fase martensita en las probetas prepulidas. Puede deducirse que la capa de material removido mediante este proceso contiene el total de la fase martensítica producida durante la etapa de prepulido. Además, la remoción de material mediante electropulido no introduce esfuerzos mecánicos que generen una transformación martensítica adicional.

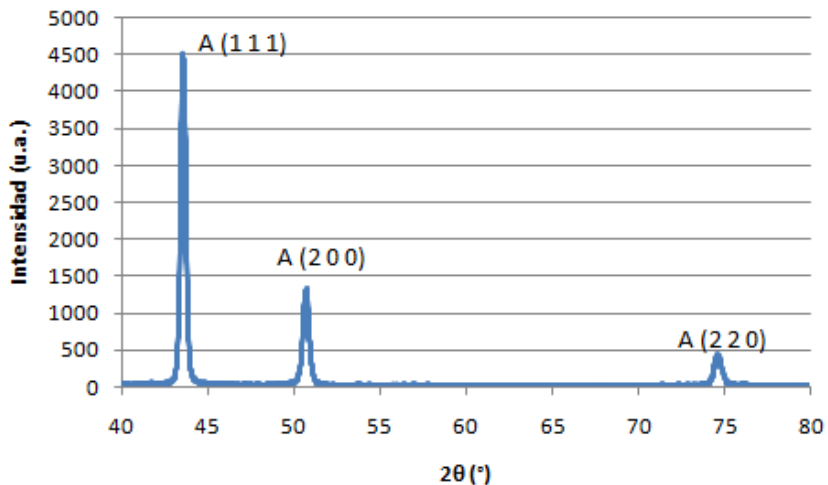


Figura 50. Diagrama de difracción sobre probeta prepulida después del electropulido

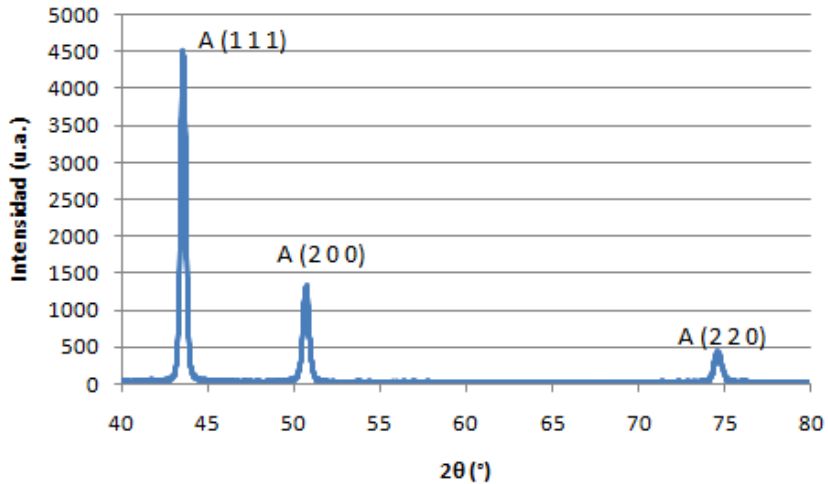


Figura 51. Diagrama de difracción sobre probeta en bruto después del electropulido

#### 6.1.5.2. Microdureza

La Tabla 16 presenta los valores de microdureza de las probetas estudiadas antes y después del electropulido, calculados con la Ecuación 29. Las probetas prepulidas y en bruto presentaron valores de dureza cercanos a los 660 HK. Luego del electropulido la dureza de las probetas disminuye a valores cercanos a los 360 HK. La presencia de martensita y el endurecimiento del material debido a la deformación inducida por el proceso de pulido, permiten justificar la mayor dureza de las muestras prepulidas. La eliminación de la capa superficial deformada y de la fase martensita durante el electropulido dan como resultado una menor dureza en las muestras electropulidas.

Tabla 16. Efecto del electropulido en la dureza superficial

Terminación superficial	Dureza (HK <sub>0,04</sub> )	
	Sin electropulir	Electropulido
Prepulido	667	368
En bruto	656	355

#### 6.1.5.3. Topografía superficial

La Tabla 17 muestra los valores de rugosidad y ondulación promedios de las probetas estudiadas antes y después del electropulido, mientras que en la Tabla 18 se encuentran los valores máximos del parámetro Ra, a fin de comparar los mismos por los impuestos por la norma ASME BPE-2009 [12].

*Tabla 17. Efecto del electropulido en la rugosidad y ondulación*

Terminación superficial	Sin electropulir			Electropulido		
	Ra ( $\mu\text{m}$ )	Rt ( $\mu\text{m}$ )	Wt ( $\mu\text{m}$ )	Ra ( $\mu\text{m}$ )	Rt ( $\mu\text{m}$ )	Wt ( $\mu\text{m}$ )
Prepulido	0,877	12,05	3,64	0,433	3,80	5,05
En bruto	1,918	15,34	8.08	1,346	8,85	8,48

*Tabla 18. Valores máximos del parámetro Ra*

Terminación superficial	Sin electropulir	Electropulido
	Ra máx ( $\mu\text{m}$ )	Ra máx ( $\mu\text{m}$ )
Prepulido	1,04	0,468
En bruto	2,48	1,66

Puede verse que el electropulido produce una disminución de los parámetros Ra y Rt para ambas condiciones de terminación superficial. Sin embargo, la disminución es mayor para las probetas prepulidas, las cuales presentaron una rugosidad de partida menor. Por otro lado, el parámetro Wt presenta un comportamiento contrario, aumenta para las probetas prepulidas y no varía significativamente para las probetas en bruto.

En cuanto a los valores máximos de Ra, los correspondientes a la condición de electropulido con pulido previo son inferiores a  $0,51 \mu\text{m}$ , por lo que satisfacen el requerimiento de acabado superficial SF5 (ver sección 3.2.7). Por otro lado, los correspondientes a la condición de electropulido en bruto no logran cumplir ningún requerimiento de la norma. Esto indica que en ciertos casos para cumplir con requerimientos de normas puede llegar a ser necesario un proceso de terminación previo a la realización de electropulido.

En las Figuras 52, 53, 54 y 55 se muestran perfiles de rugosidad y ondulación representativos. En los perfiles de ondulación se pueden apreciar superpuestos los perfiles primarios (formados por la suma de los perfiles de rugosidad y ondulación).

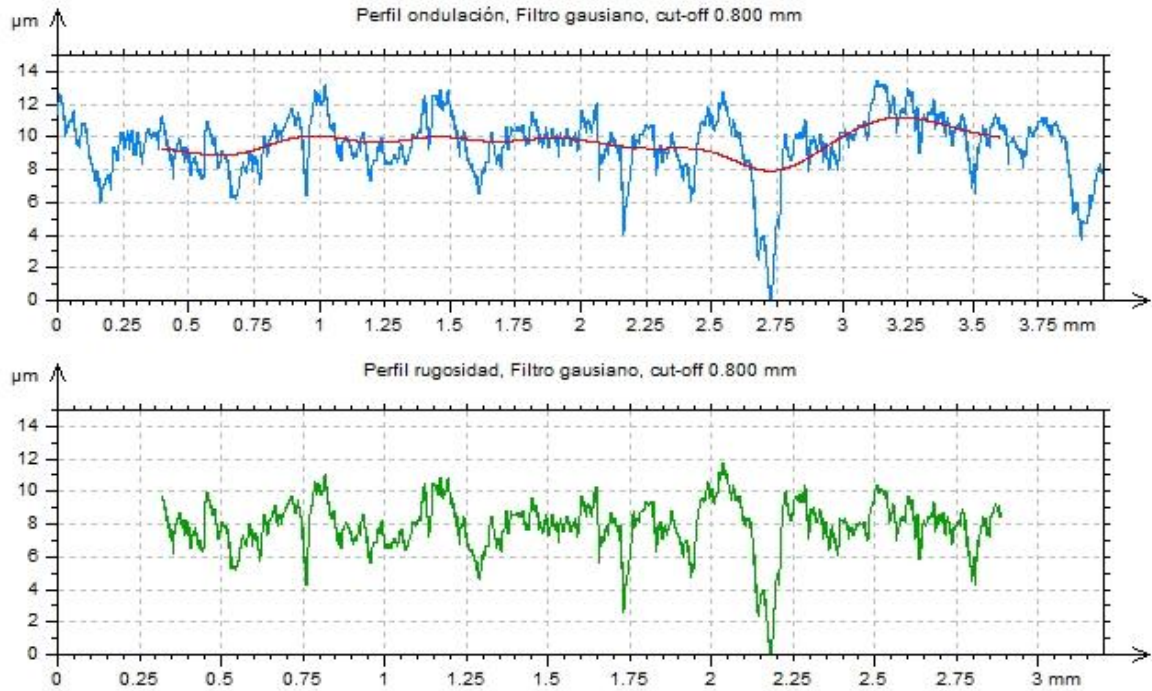


Figura 52. Perfiles de ondulación y rugosidad de probeta prepulida antes del electropulido

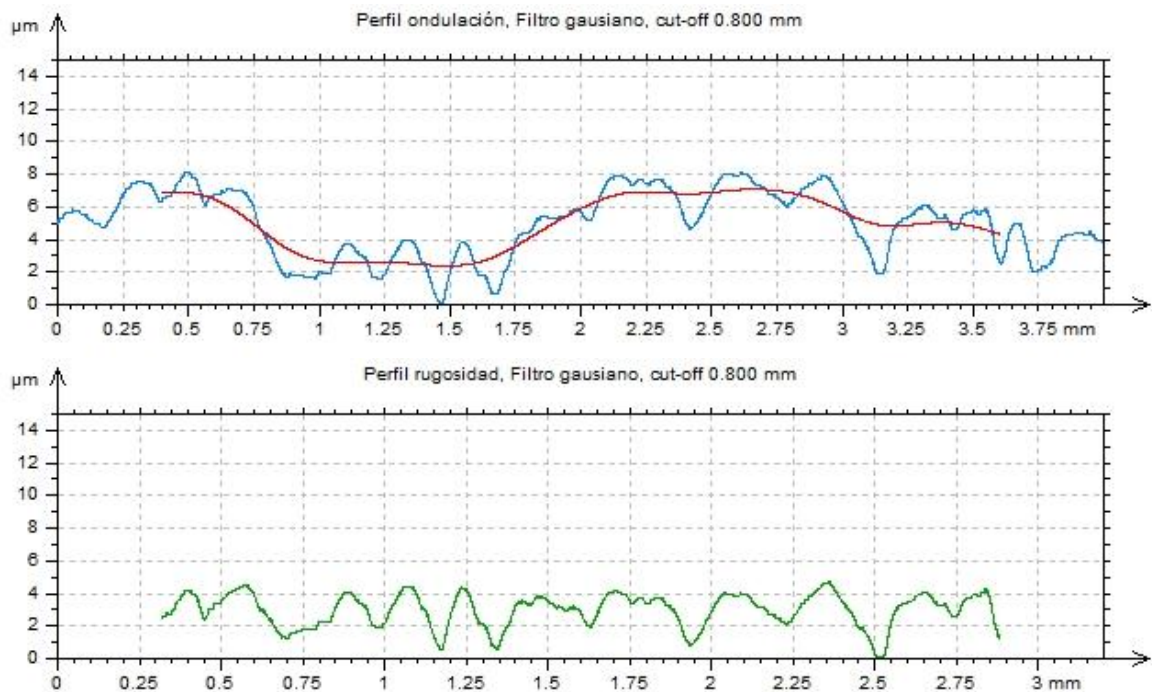


Figura 53. Perfiles de ondulación y rugosidad de probeta prepulida después del electropulido



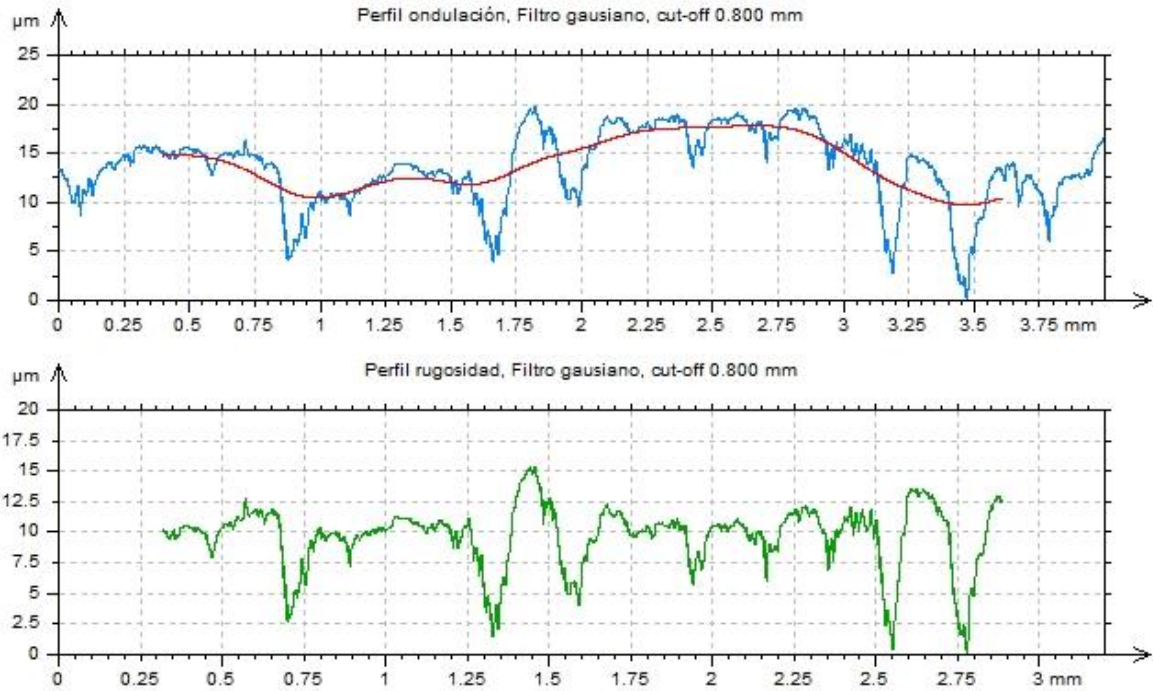


Figura 54. Perfiles de ondulación y rugosidad de probeta en bruto antes del electropulido

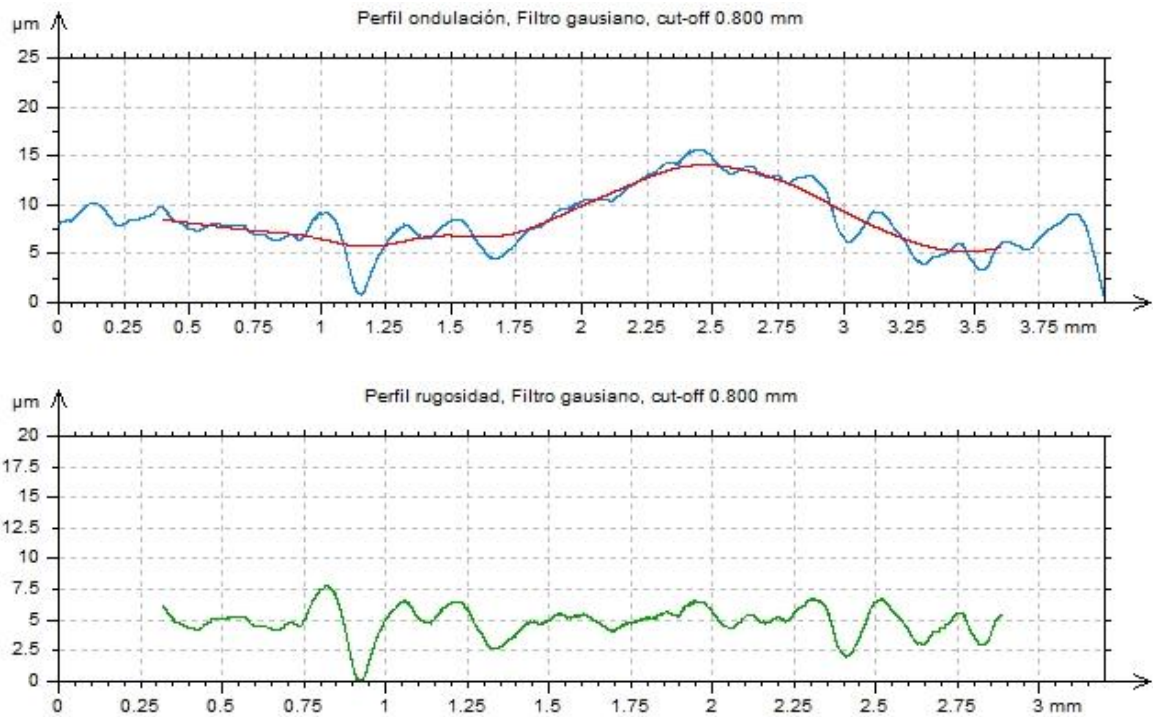
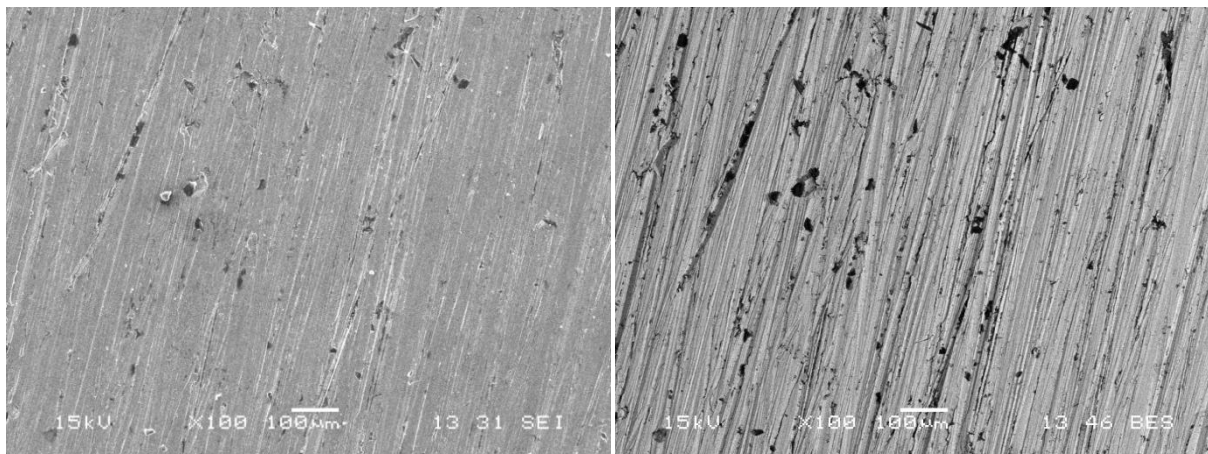
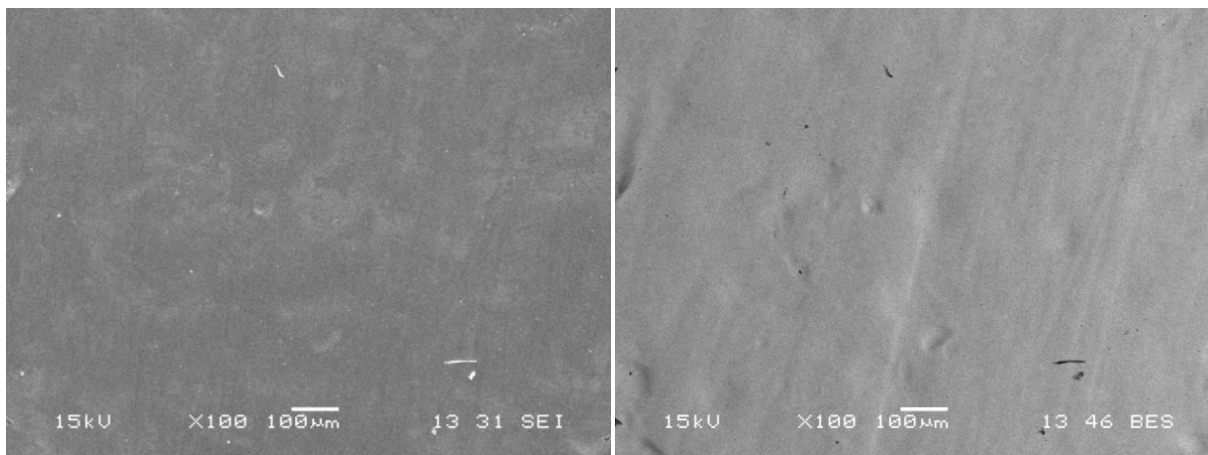


Figura 55. Perfiles de ondulación y rugosidad de probeta en bruto después del electropulido

En las Figuras 56 y 57 se pueden ver imágenes SEM de las probetas prepulidas antes y después de electropulir. Las imágenes fueron captadas a 100 aumentos con electrones secundarios (SEI) y electrones retrodifundidos (BES).



*Figura 56. Imágenes SEM a 100x de probetas prepulidas*

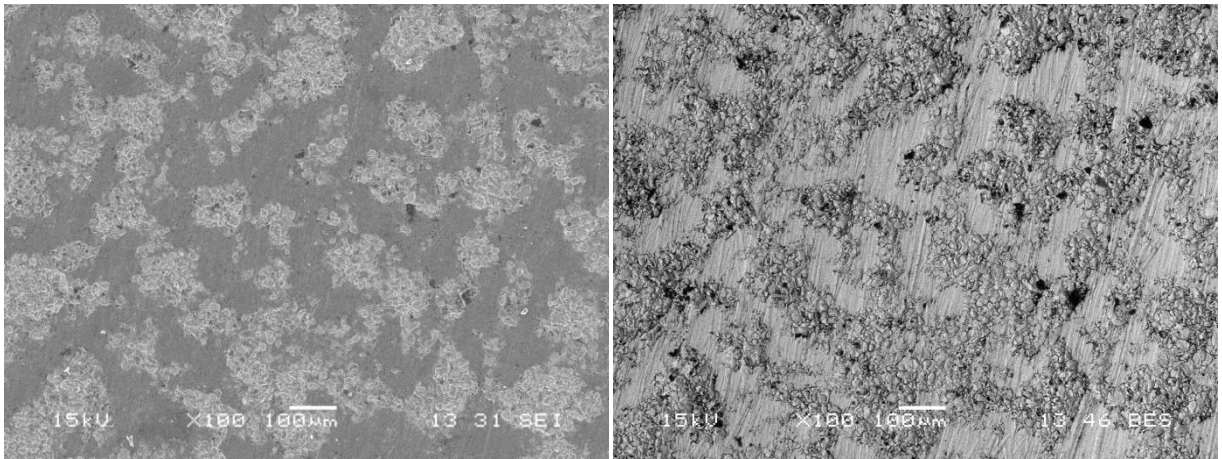


*Figura 57. Imágenes SEM a 100x de probetas prepulidas luego del electropulido*

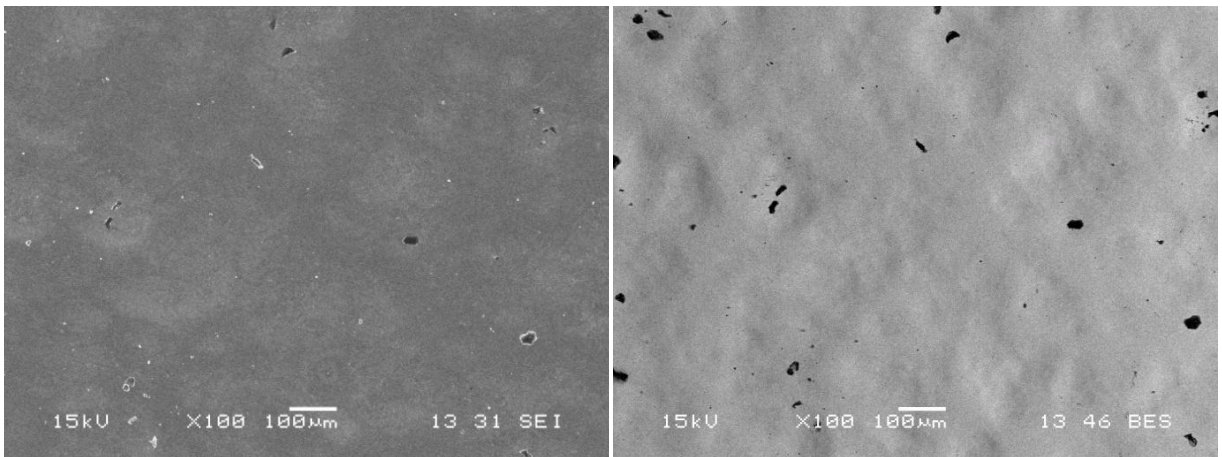
En las Figuras 56, se puede ver un patrón de rayas en la superficie de las probetas prepulidas, propio del proceso manual con lija al agua. Por otro lado, las Figuras 57 muestran cómo dicho patrón es borrado casi completamente luego del electropulido, quedando una topografía superficial más homogénea en las probetas.

En las 58, 59, 60 y 61 se muestran imágenes SEM de las probetas en bruto antes y después de electropulir. Las imágenes fueron captadas a 100 y 1000 aumentos con electrones secundarios (SEI) y electrones retrodifundidos (BES).

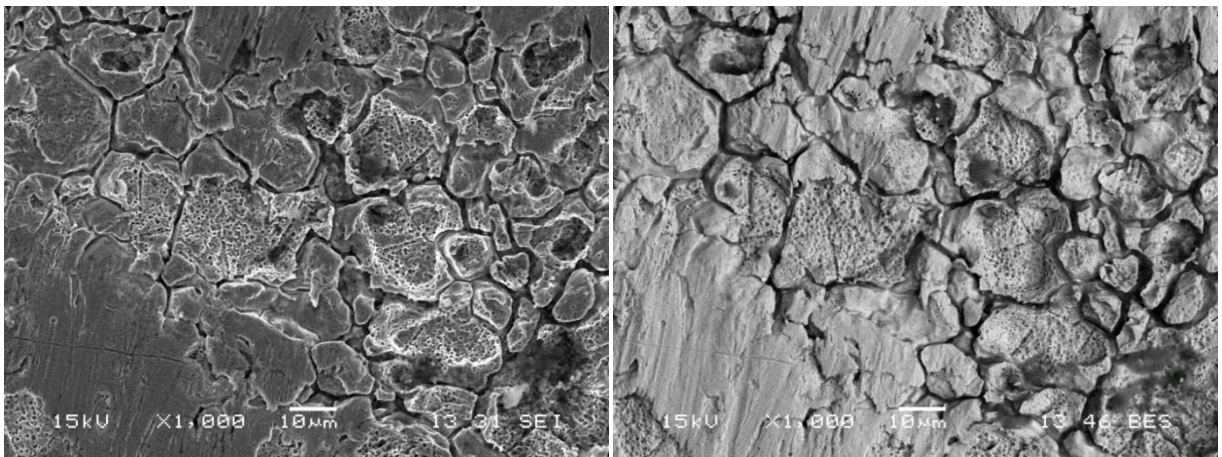




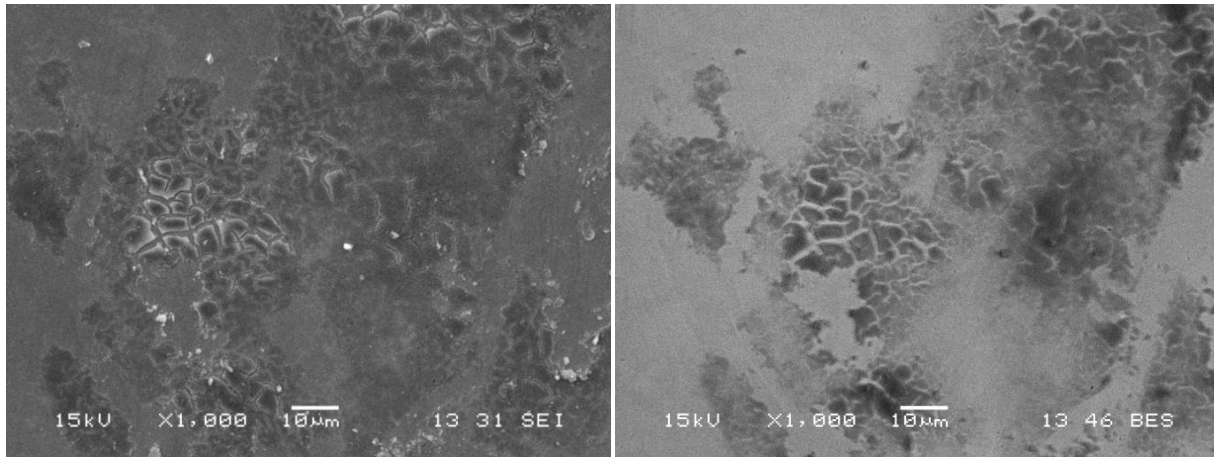
*Figura 58. Imágenes SEM a 100x de probetas en bruto*



*Figura 59. Imágenes SEM a 100x de probetas en bruto luego del electropulido*



*Figura 60. Imágenes SEM a 1000x de probetas en bruto*



*Figura 61. Imágenes SEM a 1000x de probetas en bruto luego del electropulido*

En las Figuras 58 y 60, se puede ver que la topografía de las probetas en bruto está caracterizada por un patrón de depresiones de geometría irregular y que en el interior de esas depresiones existe una red de fisuras superficiales. Estas características son inherentes al proceso de obtención de la chapa. Por otro lado, las Figuras 59 y 61 muestran que la red de fisuras es borrada casi completamente luego del electropulido y que el patrón de depresiones es suavizado, pero permanece visible.

En cuanto a la presencia de picado, si se consideran todos los puntos oscuros presentes en la superficie de las probetas electropulidas como pits, éstos poseen un tamaño inferior a los 50 µm (0,002 pulgadas). De acuerdo a la norma ASME BPE-2009, los pits cuyo tamaño es inferior a 0,003 pulgadas, son considerados irrelevantes y aceptables.

#### 6.1.5.4. Resistencia a la corrosión

La Figura 62 muestra las curvas de estabilización del potencial en NaCl 3.5% m/v, antes y después del electropulido, para las probetas prepulidas y en bruto. El tiempo varió dependiendo de la evolución de cada curva. De las mismas se extrajo el valor de potencial de circuito abierto, correspondiente al último período de tiempo. Los resultados obtenidos se listan en la Tabla 19.

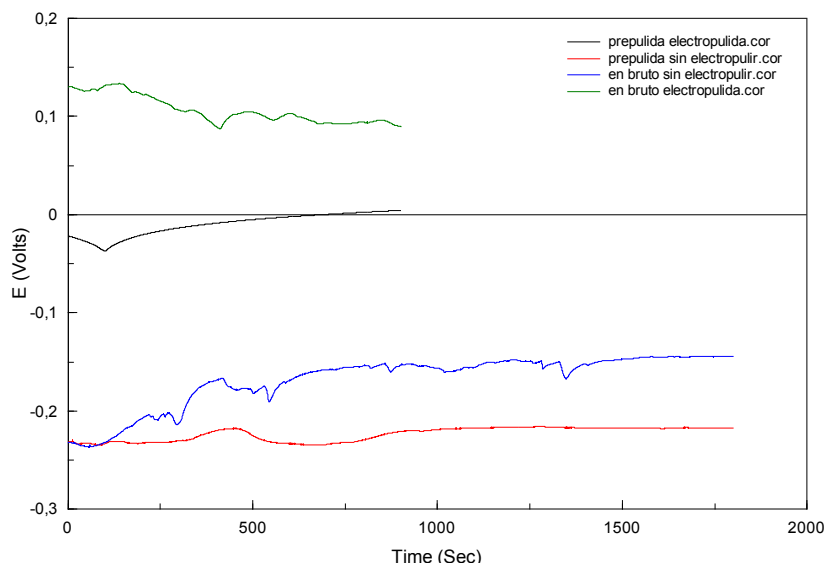


Figura 62. Curvas de estabilización de potencial de circuito abierto, antes y después del electropulido, para las probetas prepulidas y en bruto

Tabla 19. Resultados de las curvas de estabilización del potencial

Terminación superficial	Condición	Potencial de estabilización [V]
Prepulado	Sin electropulir	-0,22 ± 0,02
	Electropulido	0,01 ± 0,02
En bruto	Sin electropulir	-0,15 ± 0,02
	Electropulido	0,08 ± 0,04

Puede verse que las probetas electropulidas se estabilizan en un potencial más noble (más positivo) que las probetas sin electropulir, para ambas terminaciones superficiales. En cuanto a la influencia de la terminación superficial, las probetas en bruto en ambas condiciones (sin electropulir y electropulidas) presentan un potencial de estabilización más noble que el correspondiente a las prepulidas para la misma condición.

Las Figuras 63 y 64 muestran los gráficos de Nyquist y Bode más representativos, antes y después del electropulido, para las probetas prepulidas y en bruto, respectivamente. La Tabla 20 informa los resultados de los ensayos de EIS que surgen del ajuste de las curvas obtenidas al circuito eléctrico equivalente presentado en la Figura 39 (ver sección 5.8).

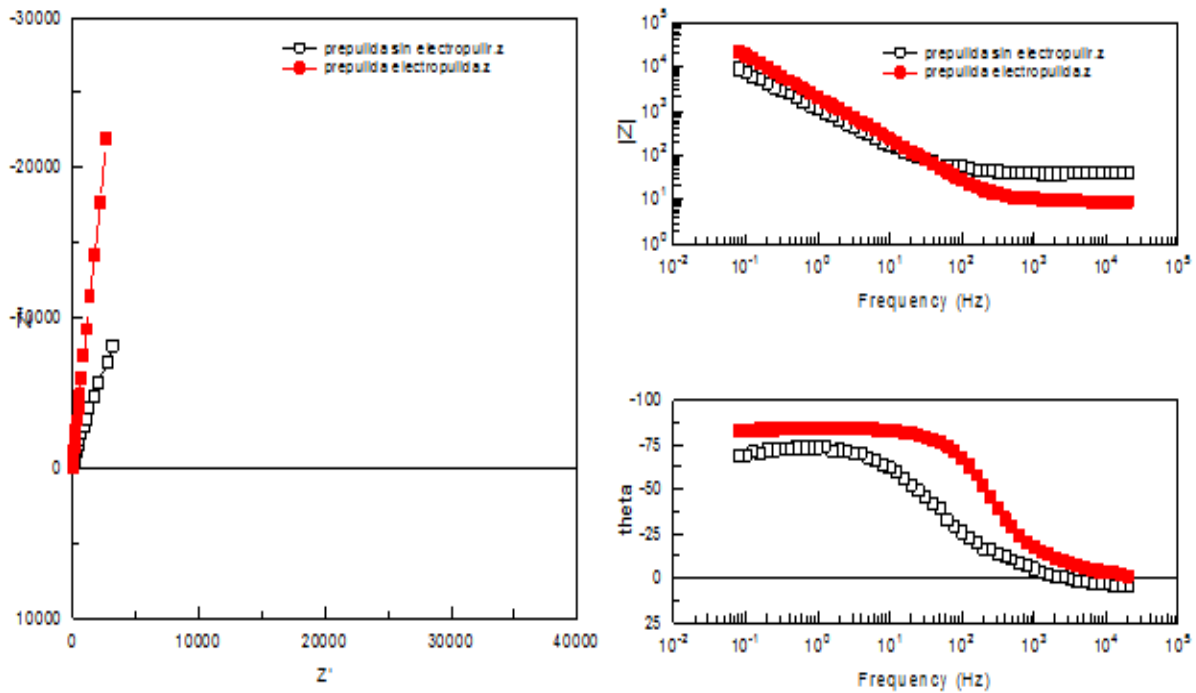


Figura 63. Gráficos de Nyquist y Bode de las probetas prepolidas antes y después del electropulido

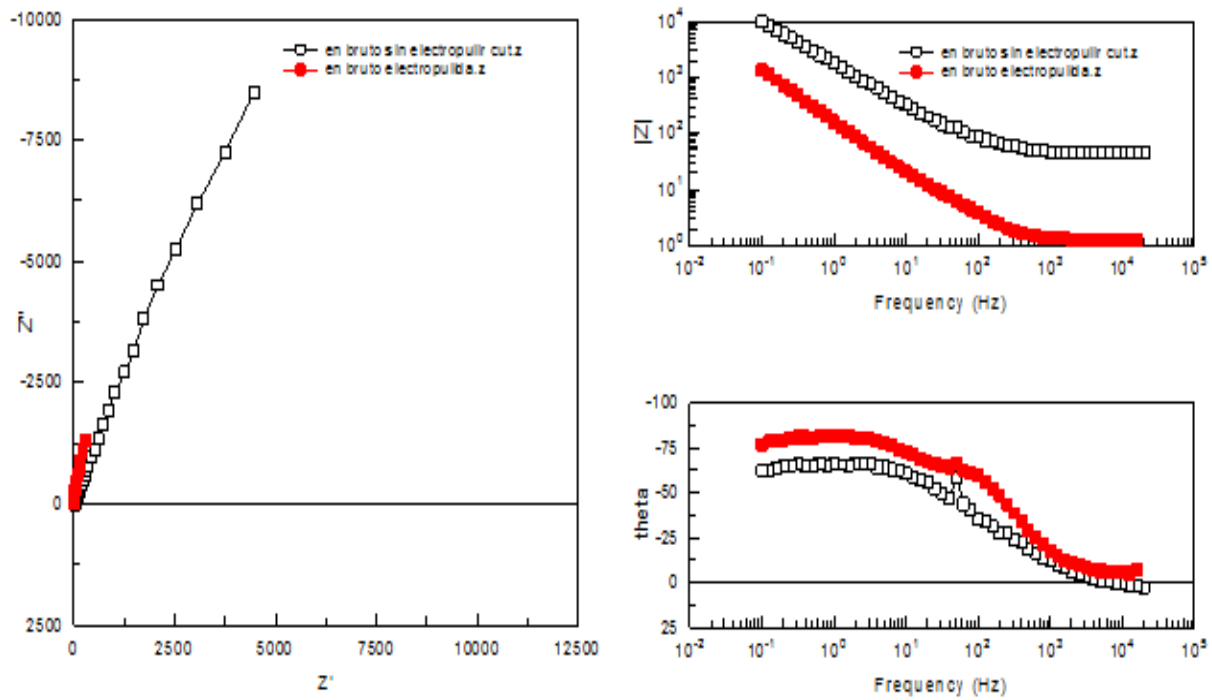


Figura 64. Gráficos de Nyquist y Bode de las probetas en bruto antes y después del electropulido



Tabla 20. Resultados del ensayo de EIS

Terminación superficial	Condición	R1 ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	R2 ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ ) $\times 10^5$	CPE		Cef ( $\text{F} \cdot \text{cm}^{-2}$ ) $\times 10^{-4}$
				Q $\times 10^{-5}$	$\alpha$	
Prepulido	Sin electropulir	39,4 $\pm$ 0,3	1,0 $\pm$ 0,3	19,68	0.84	3,2 $\pm$ 0,1
	Electropulido	9,2 $\pm$ 0,1	4,2 $\pm$ 0,9	8,60	0.95	1,10 $\pm$ 0,01
En bruto	Sin electropulir	43,2 $\pm$ 0,2	1,1 $\pm$ 0,4	14,32	0.75	3,6 $\pm$ 0,1
	Electropulido	4,2 $\pm$ 0,1	1,3 $\pm$ 0,9	64,32	0.91	9,9 $\pm$ 0,9

Puede verse que las probetas prepulidas presentan una mayor resistencia a la corrosión luego del electropulido, evidenciada por un mayor valor de resistencia a la polarización (R2) y un menor valor de capacidad efectiva (Cef), mientras que las probetas en bruto no aumentan su resistencia a la corrosión luego del electropulido, siendo su resistencia a la polarización prácticamente igual y su capacidad efectiva superior.

Las Figuras 65 y 66 muestran las curvas de polarización potenciodinámicas más representativas, antes y después del electropulido, para las probetas prepulidas y en bruto, respectivamente. La Figura 67 muestra las cuatro curvas juntas a fin de comparar ambas condiciones de terminación superficial.

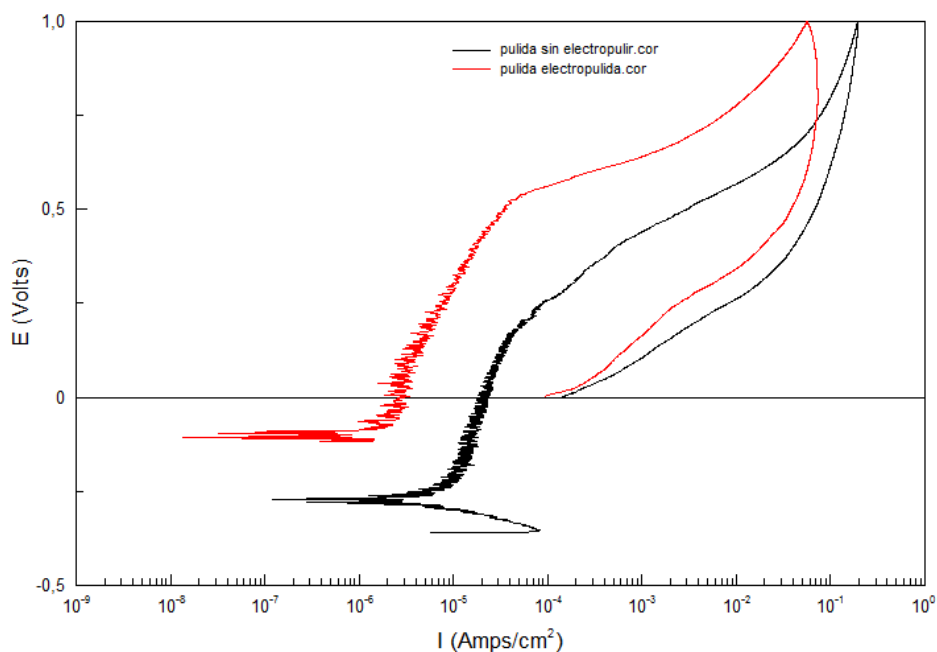


Figura 65. Curvas de polarización potenciodinámica de las probetas prepulidas antes y después del electropulido

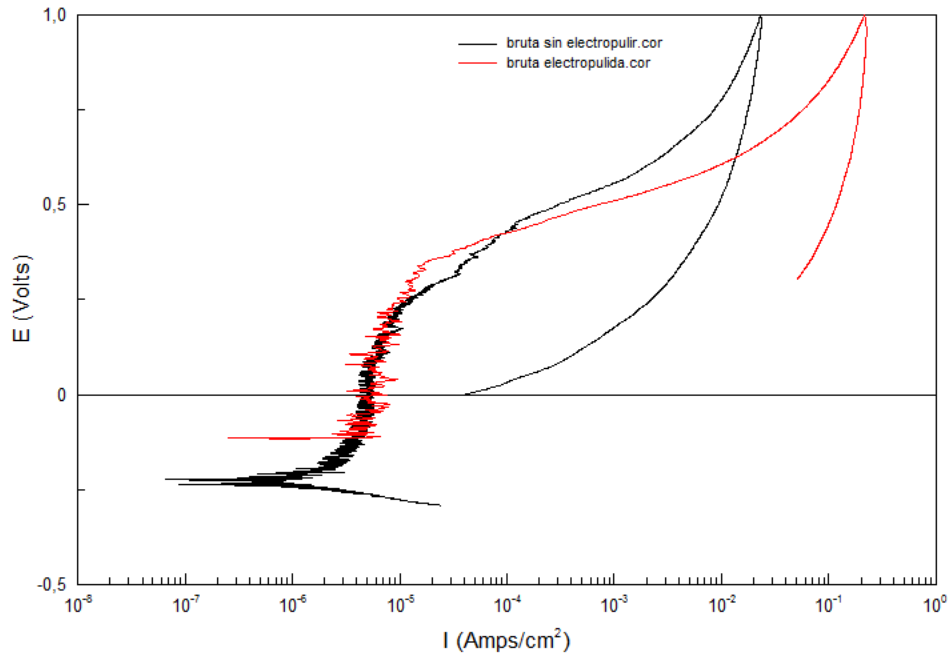


Figura 66. Curvas de polarización potenciodinámica de las probetas en bruto antes y después del electropulido

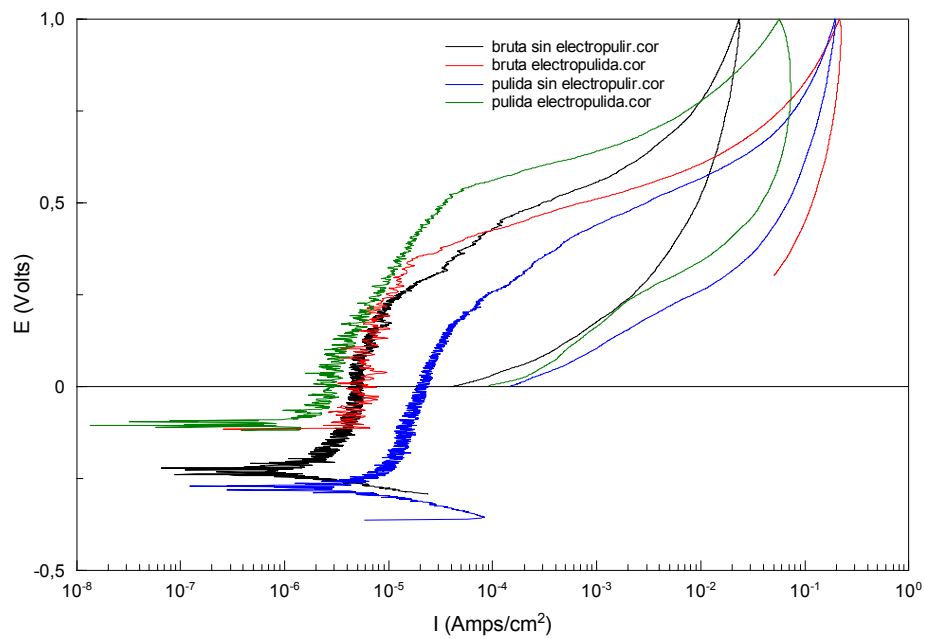


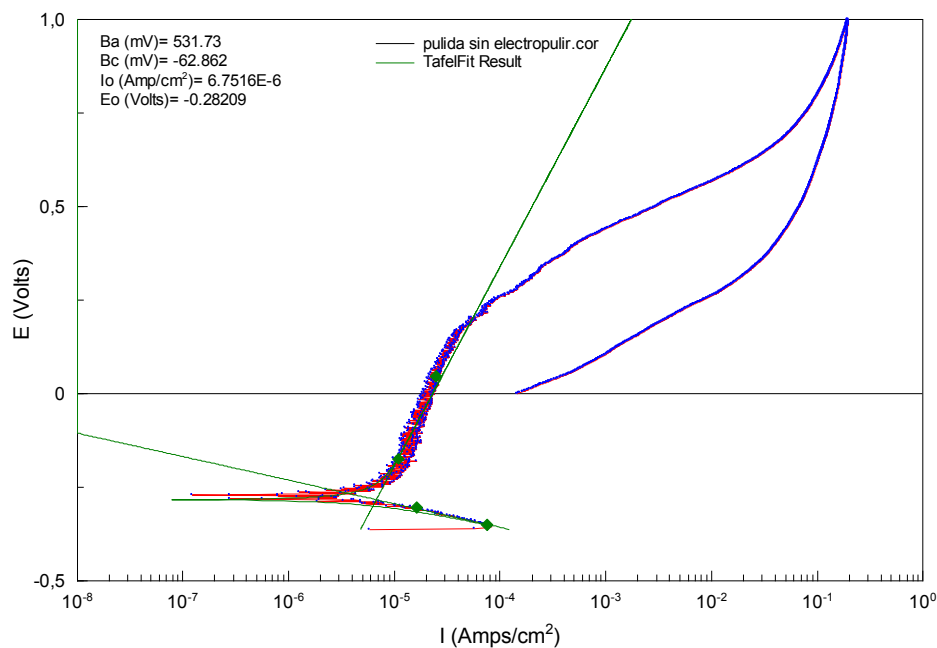
Figura 67. Curvas de polarización potenciodinámica de las probetas prepulidas y en bruto antes y después del electropulido



Para el caso de la polarización potenciodinámica, también puede verse que las probetas prepulidas presentan una mayor resistencia a la corrosión luego del electropulido, evidenciada por un potencial de corrosión más noble y una menor corriente de corrosión. Las probetas en bruto, por su parte, muestran un corrimiento hacia un potencial de corrosión más noble luego del electropulido, pero la corriente de corrosión no varía sensiblemente. Por otro lado, el potencial de ruptura de las probetas con pulido previo aumenta luego del electropulido, mientras que se mantiene aproximadamente constante en las probetas en bruto.

Si se comparan las curvas de las probetas prepulidas y en bruto sin electropulir, se observa que la primera va por corrientes de corrosión mayores, lo cual puede deberse a una mayor reactividad superficial producida por el pulido mecánico. Además, puede verse que una vez alcanzado el valor de 1,6 V impuesto como límite máximo al ensayo, al disminuir nuevamente el potencial, la densidad de corriente es siempre mayor al valor de densidad de corriente previo a igual potencial. Esto indica que se produce picado en las probetas.

Las curvas de polarización anódicas y catódicas fueron ajustadas para obtener las pendientes de Tafel, alejándose en lo posible del potencial de corrosión, de manera de poder considerar sólo control por activación y el aporte de una sola de las corrientes (anódica o catódica). En la Figura 68 se muestran, como ejemplo, las pendientes de Tafel para las curvas de polarización anódica y catódica, correspondientes a una probeta prepulida sin electropulir.



*Figura 68. Pendientes de Tafel para las curvas de polarización anódica y catódica, correspondientes a una probeta pulida sin electropulir*

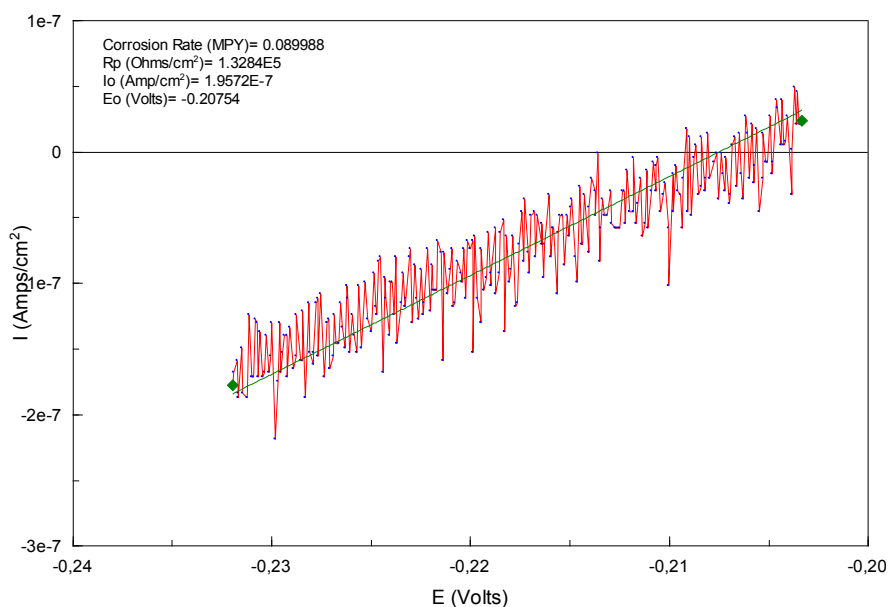
Una vez obtenidas las pendientes de Tafel, se calcularon los coeficientes de Stern Geary ( $\beta$ ) para la posterior determinación de la resistencia a la polarización. En la Tabla 21 se listan los resultados obtenidos.

*Tabla 21. Pendientes de Tafel obtenidas*

Terminación superficial	Condición	$\beta$ – Coeficiente de Stern Geary
Prepulido	Sin electropulir	26,05
	Electropulido	-
En bruto	Sin electropulir	18,02
	Electropulido	-

Como no se pudo calcular, con los datos obtenidos, una pendiente para las curvas catódicas correspondientes a las probetas electropulidas en ambas terminaciones superficiales, se utilizaron los mismos coeficientes de Stern Geary que las condiciones sin electropulir. Por lo tanto, para las probetas prepulidas y electropulidas se utiliza un valor de 26,05 y para las en bruto y electropulidas, un valor de 18,02.

La Figura 69 muestra la curva más representativa del ensayo de resistencia a la polarización lineal, correspondiente a una probeta prepulida antes de electropulir.



*Figura 69. Curva de resistencia a la polarización lineal de una probeta pulida sin electropulir y recta ajustada*

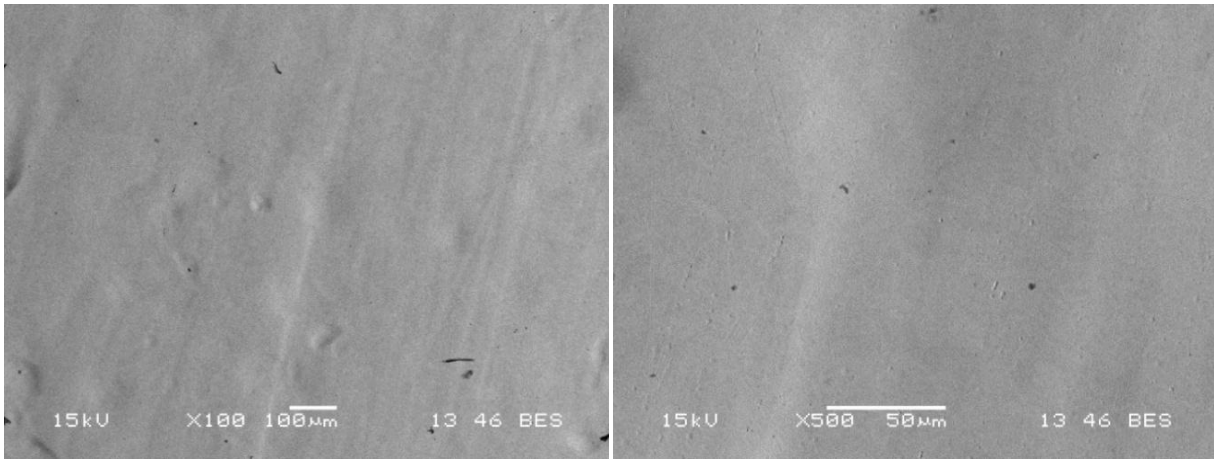
A partir del ajuste de estas curvas con una línea recta y utilizando los parámetros adecuados de área, densidad, peso equivalente y el coeficiente de Stern Geary calculado previamente para cada condición de material ensayada, se obtienen los valores de resistencia a la polarización ( $R_p$ ), corriente de corrosión ( $I_{corr}$ ), potencial de corrosión ( $E_{corr}$ ) y velocidad de corrosión (mmPY). En la Tabla 22 se listan los resultados obtenidos.

*Tabla 22. Resultados del ensayo de resistencia a la polarización lineal*

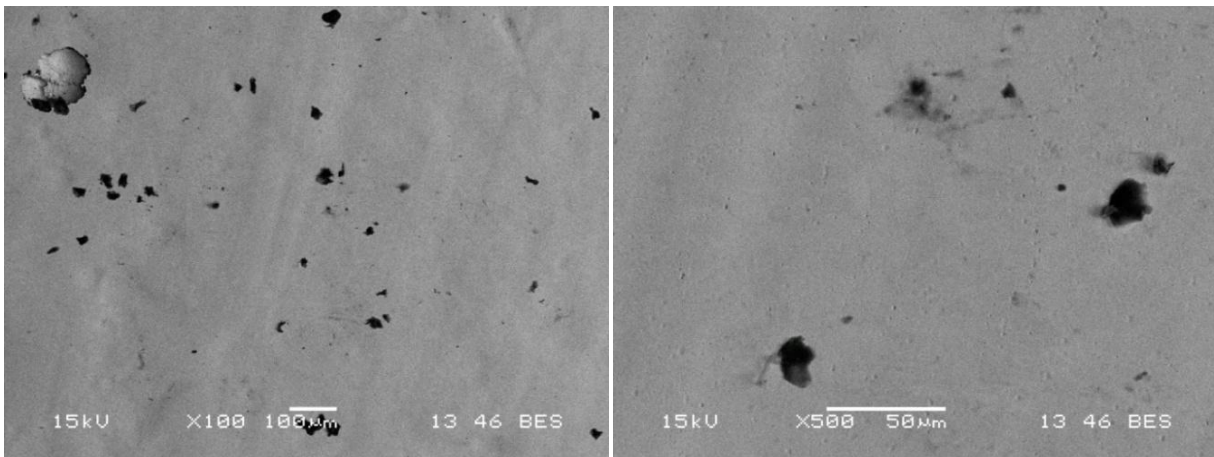
Terminación superficial	Condición	Velocidad de corrosión [mmPY] $\times 10^{-3}$	$R_p$ [ $\Omega/\text{cm}^2$ ] $\times 10^5$	$I_{corr}$ [ $\text{A}/\text{cm}^2$ ] $\times 10^{-7}$	$E_{corr}$ [V]
Prepulido	Sin electropulir	2,286	1,33	1,96	-0,21
	Electropulido	0,889	3,95	0,66	0,02
En bruto	Sin electropulir	1,626	1,43	1,26	-0,14
	Electropulido	2,007	1,05	1,72	0,08

Analizando los resultados del ensayo de resistencia a la polarización lineal, puede verse que, en concordancia con los ensayos de EIS y las curvas de polarización potenciodinámicas, las probetas prepulidas presentan una mayor resistencia a la corrosión luego del electropulido, evidenciada por una velocidad de corrosión menor, un mayor valor de resistencia a la polarización, una menor corriente de corrosión y un potencial de corrosión más noble. Es importante destacar que los valores de velocidad de corrosión calculados corresponden a asumir corrosión generalizada, siendo simplemente un indicativo ya que estas aleaciones sufren en general corrosión localizada. Las probetas en bruto, por su parte, luego del electropulido presentan el potencial de corrosión más noble, sin embargo las variables restantes no se modifican en gran medida.

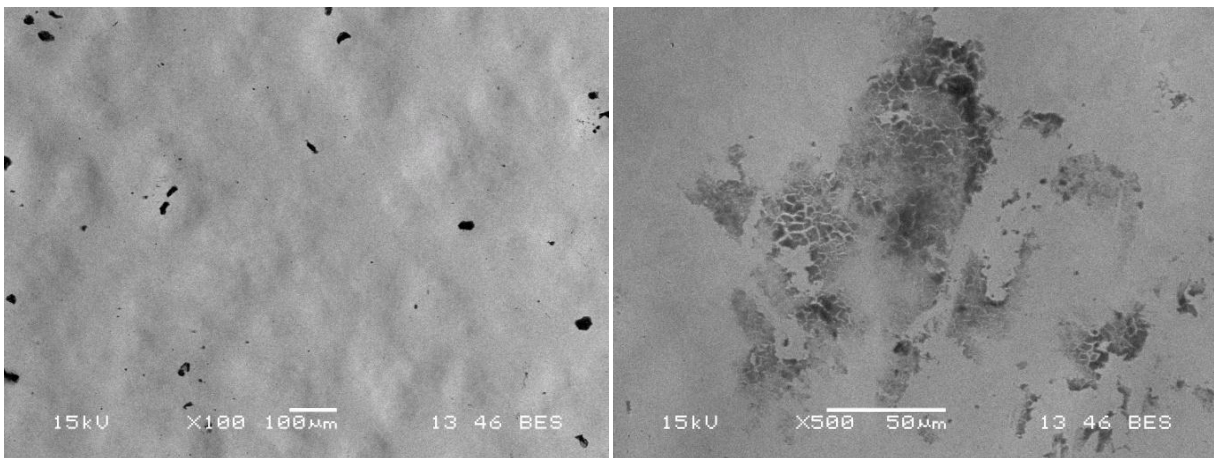
En las Figuras 70 y 71 se pueden ver imágenes de las probetas electropulidas con pulido previo, antes y después de los ensayos de corrosión, respectivamente, mientras que las Figuras 72 y 73 se corresponden con aquellas electropulidas con terminación en bruto, antes y después de los ensayos de corrosión, nuevamente. Las imágenes fueron captadas mediante SEM a 100 y 500 aumentos con electrones retrodifundidos (BES).



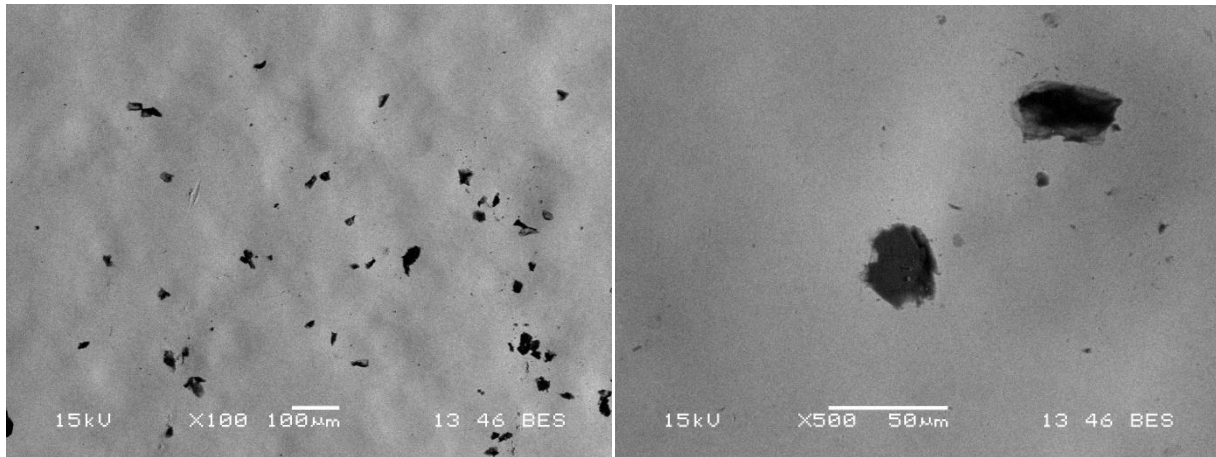
*Figura 70. Imágenes SEM de probetas electropulidas con pulido previo y no corroídas*



*Figura 71. Imágenes SEM de probetas electropulidas con pulido previo y corroídas*

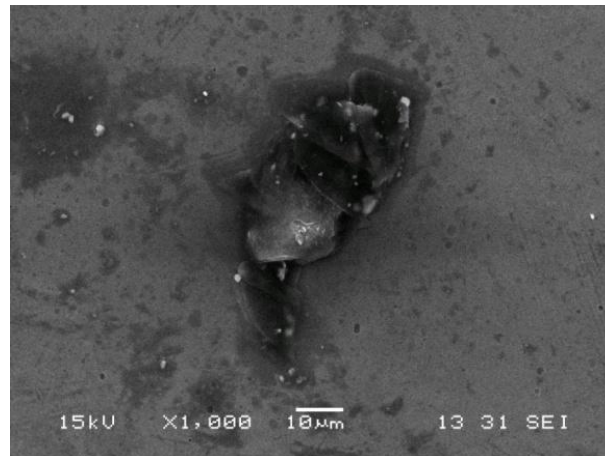


*Figura 72. Imágenes SEM de probetas electropulidas en bruto y no corroídas*



*Figura 73. Imágenes SEM de probetas electropulidas en bruto y corroídas*

Se puede visualizar cierto nivel de picado en las superficies producto de la corrosión de las mismas. Esto confirma el recorrido de las curvas de polarización potenciodinámicas luego de alcanzar el potencial máximo. Por último, en la Figura 74 se muestra una imagen SEM de un pit observado en una probeta electropulida y corroída con terminación en bruto, donde se pueden ver productos de corrosión en su interior.



*Figura 74. Imagen SEM de un pit observado en una probeta en bruto electropulida y corroída*

## 6.2. Probetas de revolución

Para el caso de las probetas de revolución se analizó el efecto del electropulido sobre la uniformidad de la rugosidad obtenida, tanto para pulido exterior como interior. En los ensayos de electropulido exterior se analizó también la influencia de la geometría del cátodo y de la terminación superficial de partida. En todos los casos se reportan valores de rugosidad y ondulación para cuatro posiciones angulares separadas 90° entre sí, donde la posición 0° corresponde a la zona de la pieza que queda mirando hacia arriba en el baño.

### 6.2.1. Pulido exterior

#### 6.2.1.1. Influencia de la geometría del cátodo

Para evaluar la influencia de la geometría del cátodo se utilizó una barra cilíndrica maciza terminada por torneado. Se utilizó, por un lado, un cátodo cilíndrico hueco de 3" de diámetro y, por el otro, dos cátodos planos enfrentados entre sí, como en el caso de las probetas prismáticas. En ambos casos se utilizó acero inoxidable AISI 304 como material de los cátodos. Los ensayos de electropulido se efectuaron utilizando un voltaje de 4,4 V, un tiempo de 15 minutos y una temperatura del baño de 30°C.

Las Tablas 23 y 24 muestran los valores de los parámetros de rugosidad y ondulación para las distintas geometrías de cátodos empleadas.

*Tabla 23. Valores de rugosidad y ondulación para cátodo cilíndrico*

Posición angular (°)	Sin electropulir			Electropulido		
	Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)	Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)
0	0,68	4,29	2,67	0,304	2,01	1,67
90	0,61	3,66	1,75	0,307	2,32	2,77
180	0,71	4,50	3,57	0,354	2,16	1,78
270	0,71	4,69	2,92	0,365	2,43	3,02



*Tabla 24. Valores de rugosidad y ondulación paracátodos planos*

Posición angular (°)	Sin electropulir			Electropulido		
	Ra (μm)	Rt (μm)	Wt (μm)	Ra (μm)	Rt (μm)	Wt (μm)
0	0,540	2,47	0,16	0,796	5,23	2,42
90	0,543	2,63	0,42	0,206	1,23	0,68
180	0,560	2,60	0,59	0,922	5,77	2,15
270	0,559	2,75	0,36	0,310	1,89	1,05

Puede verse que se obtiene 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. Esto se debe a que al utilizar un cátodo cilíndrico, la distancia de separación a la probeta se mantiene aproximadamente constante en todo el perímetro. En el caso de los cátodos planos, puede verse que en las zonas que quedan más alejadas a los mismos (posiciones de 0° y 180°) el proceso es menos efectivo, mientras que en las zonas que quedan enfrentadas a los cátodos se obtienen valores menores de los parámetros de rugosidad y ondulación.

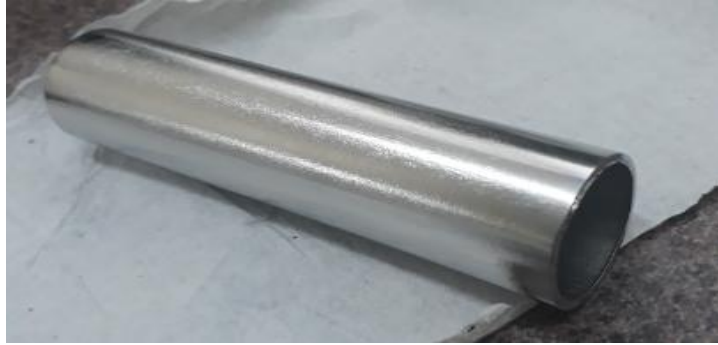
#### 6.2.1.2. Influencia de la terminación superficial de partida

Para evaluar la influencia de la terminación superficial de partida se utilizaron una barra cilíndrica maciza terminada por torneado, un tubo con costura pulido manualmente con lija de grano 80 y una pieza de descarte provista por una empresa local. Los ensayos de electropulido se efectuaron utilizando un cátodo cilíndrico hueco de acero inoxidable AISI 304 de 3" de diámetro, un voltaje de 4,3 V, un tiempo de 15 minutos y una temperatura del baño de 30°C.

En las Figuras 75, 76 y 77 se muestran imágenes de la barra torneada, del tubo con costura y de la pieza de descarte, respectivamente, luego del electropulido.



*Figura 75. Barra torneada electropulida*



*Figura 76. Tubo con costura electropulido*



*Figura 77. Pieza de descarte electropulida*

Las Tablas 25, 26 y 27 muestran los valores de los parámetros de rugosidad y ondulación para las distintas probetas analizadas.

*Tabla 25. Valores de rugosidad y ondulación para barra torneada*

Posición angular (°)	Sin electropulir			Electropulido		
	Ra (μm)	Rt (μm)	Wt (μm)	Ra (μm)	Rt (μm)	Wt (μm)
0	0,683	4,29	2,67	0,304	2,01	1,67
90	0,612	3,66	1,75	0,307	2,32	2,77
180	0,716	4,50	3,57	0,354	2,16	1,78
270	0,717	4,69	2,92	0,365	2,43	3,02



*Tabla 26. Valores de rugosidad y ondulación para tubo con costura pulido*

Posición angular (°)	Sin electropulir			Electropulido		
	Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)	Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)
0	1,287	10,18	3,41	1,317	11,02	4,46
90	1,124	11,53	4,27	0,971	7,32	3,39
180	1,050	10,88	4,00	1,194	9,61	4,31
270	1,463	11,47	5,47	1,241	9,28	5,39

*Tabla 27. Valores de rugosidad y ondulación para pieza de descarte*

Posición angular (°)	Sin electropulir			Electropulido		
	Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)	Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)
0	0,727	5,08	2.44	0,327	1,99	1,50
90	0,670	5,14	2.21	0,355	2,39	2,18
180	0,678	5,39	1.86	0,313	3,15	3,07
270	0,689	4,93	1.89	0,172	1,16	1,11

Puede verse que para las piezas que presentaron una menor rugosidad de partida, se produjo una disminución de los valores de Ra y Rt del orden del 50%, mientras que la ondulación no se modificó significativamente. Por otro lado, la pieza que presentó una rugosidad de partida mayor, no sufrió cambios significativos en los parámetros Ra, Rt y Wt luego del electropulido.

### **6.2.2. Pulido interior**

Para evaluar la uniformidad de la rugosidad en el electropulido interior se utilizó una pieza comercial (manguito clamp para soldar de 2" de diámetro). Como cátodo se utilizó una barra cilíndrica de acero inoxidable AISI 304. Los ensayos de electropulido se efectuaron utilizando un voltaje de 4,25 V, un tiempo de 15 minutos y una temperatura del baño de 30°C.

La Figura 78 muestra una imagen del manguito clamp electropulido bajo los parámetros descritos y la Tabla 28 lista los valores de los parámetros de rugosidad y ondulación obtenidos.

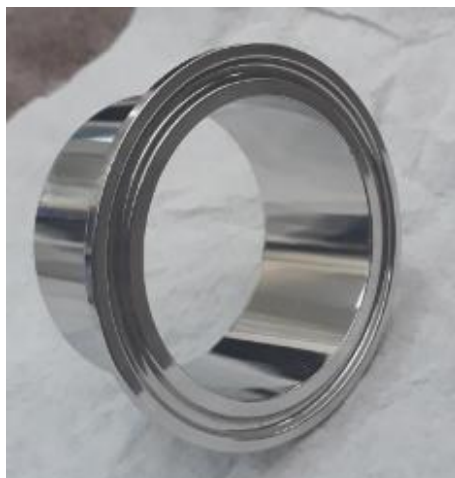


Figura 78. Manguito clamp electropulido

Tabla 28. Valores de rugosidad y ondulación para electropulido interior

Posición angular (°)	Sin electropulir			Electropulido		
	Ra (μm)	Rt (μm)	Wt (μm)	Ra (μm)	Rt (μm)	Wt (μm)
0	0,797	3,86	0,56	0,38	2,21	3,56
90	0,786	4,16	0,32	0,271	1,82	2,15
180	0,805	4,74	1,60	0,225	1,44	1,70
270	0,817	4,26	0,77	0,213	1,34	1,80

Puede verse que el electropulido produce una disminución de los parámetros Ra y Rt en el orden del 60%, mientras que el parámetro Wt aumenta abruptamente en algunas zonas. Los valores de rugosidad finales resultaron bastante homogéneos, salvo para la posición 0°. Esto puede deberse a un posicionamiento deficiente.

### 6.3. Probetas de geometría compleja

Se utilizó una probeta de revolución hueca de ¾" de diámetro exterior con dos orejas planas de 3 mm de espesor, separadas 3 mm entre sí, y un corte diametral de 18,5 mm de largo. La probeta fue terminada mediante un granallado manual con arena.

Se utilizaron dos cátodos planos de acero inoxidable AISI 304 enfrentados entre sí, como en el caso de las probetas prismáticas. Los ensayos de electropulido se efectuaron utilizando un voltaje de 4,3 V, un tiempo de 15 minutos y una temperatura del baño de 40°C.

Se analizó el efecto del electropulido sobre la uniformidad de la rugosidad obtenida en distintos sectores de la pieza. Se reportan valores de rugosidad y ondulación para cuatro posiciones angulares exteriores y tres interiores (zona correspondiente al corte diametral), todas ellas separadas  $90^\circ$  entre sí, y para las orejas. Se aclara que la posición  $0^\circ$  corresponde a la zona de la pieza que queda mirando hacia arriba en el baño, diametralmente opuesta a la posición de las orejas, las cuales se ubicaron apuntando hacia el fondo de la cuba con sus caras planas paralelas a los cátodos.

En las Figuras 79 y 80, se muestran imágenes de la probeta sin electropulir y electropulida bajo las condiciones descritas, respectivamente. La Tabla 29 muestra los valores de los parámetros de rugosidad y ondulación obtenidos.



*Figura 79. Probeta de geometría compleja sin electropulir*



*Figura 80. Probeta de geometría compleja electropulida*

*Tabla 29. Valores de rugosidad y ondulación para la probeta de geometría compleja*

Zona	Posición angular (°)	Sin electropulir			Electropulido		
		Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)	Ra (µm)	Rt (µm)	Wt (µm)
Exterior	0	1,565	15,0	3,29	0,911	8,72	2,48
	90	1,455	14,0	3,38	0,461	2,84	1,88
	180	1,560	14,9	3,16	0,690	4,59	3,17
	270	1,470	13,6	3,08	0,525	4,76	1,34
Interior	0	2,12	15,3	20,9	1,36	9,12	19,30
	90	3,71	19,7	32,4	2,71	17,3	34,00
	270	3,30	18,3	38,3	2,55	16,4	34,70
Orejas	-	1,14	12,1	11,2	0,486	3,55	4,83

Puede verse que el electropulido produce una disminución porcentual del parámetro Ra en un rango entre el 40 y el 65% para todas las posiciones angulares interiores y exteriores y las orejas, siendo más efectivo el proceso para las posiciones angulares exteriores que quedan enfrentadas a los cátodos (posiciones 90° y 270°) y para las orejas. En cuanto al parámetro Rt, el comportamiento se corresponde con el de Ra, pero con una dispersión mayor en los valores de disminución porcentual (rango entre el 15% y el 80%). Por otro lado, el parámetro Wt disminuye un 50% para las posiciones angulares exteriores enfrentadas a los cátodos y para las orejas, mientras que se mantiene prácticamente invariable en las demás posiciones angulares exteriores y en el interior.

## 7. Conclusiones

En este trabajo, se analizaron las características superficiales y la resistencia a la corrosión de probetas de acero inoxidable AISI 316L electropulidas en equipamiento industrial. Se evaluó también la influencia de los parámetros del proceso de electropulido (voltaje, temperatura, tiempo, material del cátodo y distancia al mismo). En base a los resultados obtenidos se pudieron extraer las siguientes conclusiones:

- 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 tiempo, voltaje y temperatura. Sin embargo, la ondulación presenta un comportamiento más irregular.
- Las disminuciones porcentuales de rugosidad dependen del valor de partida, por lo que para cumplir con requerimientos de normas puede llegar a ser necesario un proceso de terminación previo a la realización de electropulido.
- La utilización de cátodos de acero inoxidable en lugar de cátodos de cobre, permite la obtención de superficies con menor rugosidad.
- La agitación y la proximidad entre el cátodo y el ánodo desempeñan un rol importante en el desarrollo de la reacción, como también las formas de los mismos. Se debe variar la posición del agitador en caso de que la reacción se estanque y se detenga el proceso.
- El electropulido produce la eliminación de la capa superficial deformada en las probetas estudiadas y, en caso de estar presente, de la fase martensita. Esto se traduce en una disminución de la dureza superficial. Además, la remoción de material mediante electropulido no introduce esfuerzos mecánicos que generen una transformación martensítica adicional.
- La resistencia a la corrosión del acero inoxidable AISI 316L luego del proceso de electropulido depende de la terminación superficial de partida. Las probetas prepulidas presentaron una mayor resistencia a la corrosión luego del electropulido, mientras que el comportamiento de las probetas en bruto no varió significativamente.
- Para el caso de los ensayos sobre probetas de revolución, se obtiene 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.

## **8. Trabajos futuros**

Se propone ampliar el estudio a otros electrolitos y continuar con el análisis de la influencia de los parámetros de electropulido en las características superficiales y la resistencia a la corrosión del AISI 316L, especialmente el uso de voltajes dentro de la zona pasiva de la curva tensión vs. densidad de corriente.

Si bien se hizo un estudio preliminar sobre una pieza de geometría compleja, es necesario avanzar en esa línea de trabajo para terminar de determinar si el proceso de electropulido puede ser aplicado a cualquier tipo de piezas o si sólo es efectivo en determinadas geometrías.

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] Aceros inoxidables, Cátedra de Metalurgia Aplicada y Materiales, Facultad de Ingeniería, UNMDP.
- [2] Padilha, A., Lesley, R., y Rios, P., *Stainless steels heat treatment (Chapter 12)*, in *Steel Heat Treatment Handbook*, 2007. p. 695-739.
- [3] *Metalografía y Tratamientos Térmicos XVI -Tratamientos térmicos de los aceros inoxidables*.
- [4] ISO, 4967 "Steel - Determination of content of nonmetallic inclusions - Micrographic method using standard diagrams", 1998.
- [5] Palmieri, V., *Fundamentals of Electrochemistry - The Electrolytic polishing of Metals: Applications to copper and niobium.*, Instituto Nazionale di Fisica Nucleare.,
- [6] Kosmac, A., *Electropulido de Aceros Inoxidables. Materiales y sus aplicaciones*. 2010.
- [7] Castro, R. y Grasso, P., *Ensayos de electropulido sobre distintos aceros inoxidables AISI 316L. Tesis de Ingeniería Mecánica*, 2016, Ingeniería Mecánica, Facultad de ingeniería, UNMDP, Mar del Plata.
- [8] 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.
- [9] Martelo, D., *Electropulido del acero inoxidable austenítico metaestable AISI 301 LN*, 2013, INTEMA Universidad Nacional de Mar del Plata, Mar del Plata.
- [10] Hahn, T.S., Marder A.R., *Effect of Electropolishing variables in the Current Density - Voltaje relationship*. Metallography, 1988.
- [11] Hahn, T.S. y Marder, A.R., *Effect of electropolishing variables on the current density-voltage relationship*. Metallography, 1988. **21**(4): p. 365-375.
- [12] BPE, A., "Bioprocessing equipment", 2009: Three Park Avenue, New York, NY.
- [13] *Metrología dimensional*, 2016, Cátedra de Metrología, Facultad de Ingeniería, UNMDP.
- [14] UNE-EN-ISO, 1302 "Especificación Geométrica de Productos. Indicación de la calidad superficial en la documentación técnica de productos", 2002.
- [15] DIN-EN-ISO, 4288 Geometrical Product Specifications, 1998.
- [16] 3274, D.-E.-I., 3274 Geometrical Product Specifications, 1998.
- [17] Taylor Hobson "Surface Finish Measurement Methods and Instrumentation".
- [18] *Degradación de los materiales. Corrosión de los metales y sus aleaciones*, Cátedra de Metalurgia Aplicada y Materiales, Facultad de Ingeniería, UNMDP.
- [19] Davis, J.R., *Surface Engineering for corrosión and wear resistance*. ASM International, 2001.
- [20] Ceré, S., *Apunte de curso: Técnicas electroquímicas*, 2006.
- [21] *Gamry instruments: The Basics of Electrochemical Impedance Spectroscopy*.
- [22] Y.F. Chen, H.H., P.S. Kao, *Electropolishing of 316L Stainless Steel for Anticorrosion Passivation*. JMEPEG 10, 2001: p. 414–418.
- [23] Lee, S. y Lai, 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.

- [24] Herzog, G., Galvin, P.T., Nazneen, F., y Arrigan, D.W.M., *Electropolishing of medical-grade stainless steel in preparation for surface nano-texturing*. Solid State Electrochemistry, 2012.
- [25] 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.
- [26] 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.
- [27] Córdoba, F. y Méndez, I., *Electropulido en acero inoxidable AISI 316L. Tesis de Ingeniería Mecánica*, 2015, Ingeniería Mecánica, Facultad de Ingeniería, UNMDP, Mar del Plata.
- [28] 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 307, 2016: p. 125 - 135.
- [29] 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.
- [30] ASTM, *E415 Standard Test Method for Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry*.
- [31] Cullity, B. y Stock, S., *Elements of x-ray diffraction*, 2001, Prentice Hall, Upper Saddle River, NJ.
- [32] *Ensayo de Dureza*, Cátedra de Metalurgia Física, Facultad de Ingeniería, UNMDP.
- [33] *Microscopía electrónica de barrido*, 2012, Universidad Politécnica de Valencia.
- [34] Hirschorn, B., Orazema, M.E., Tribollet, B., Vivier, V., Frateur, I., y Musiani, M., *Determination of effective capacitance and film thickness from constant-phase-element parameters*. Electrochimica Acta, 2009. **55**: p. 6218–6227.