

## 4. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO

### 4.1 MATERIALES

#### 4.1.1 ACEROS INOXIDABLES

Los ensayos se realizaron con dos tipos de acero inoxidable, un acero inoxidable austenítico AISI 304 y un acero inoxidable martensítico AISI 420 Stavax. Las tablas 4.1 y 4.2 presentan la composición nominal de estos materiales. El acero inoxidable Stavax fue austenizado a 1100°C durante una hora y templado en aceite, posteriormente se sometió a un revenido a 200°C durante una hora.

Tabla 4.1. Composición nominal del acero AISI 304

C máx	Cr	Ni	Mn máx	Si máx	P máx	S
0.08	18-20	8-12	2	1	0.045	0.03

Tabla 4.2. Composición nominal del acero AISI 420 Stavax

C máx	Cr	Ni	Mn	Si	P	V
0.38	13.6	---	0.5	0.9	---	0.3

Para todos los ensayos se utilizaron muestras cilíndricas de 9.5mm de diámetro (3/8") y 5mm de altura, preparadas metalográficamente, puliendo con papel de agua hasta grado 600 y en paños con alúmina de tamaño 12,5 µm y pasta de diamante de 3µm. Las muestras de acero AISI 304 fueron sometidas a pulido electrolítico adicional en una solución de ácido perclórico y 12V.

#### 4.1.2 ACEROS INOXIDABLES CON RECUBRIMIENTOS DE TiN

La aplicación de los recubrimientos de nitruro de titanio se realizó en el Laboratorio de Física del Plasma de la Universidad Nacional de Colombia, Sede Manizabés, utilizando un reactor no comercial por deposición física de vapor asistido por plasma con arco catódico pulsado, un esquema y una imagen del reactor se muestran en la figura 4.1.

Las muestras se limpiaron en un equipo de ultrasonido Elma ultrasonic LC 30H en acetona y se secaron utilizando aire tibio. Posteriormente se montaron en el portamuestras del reactor ubicándolas a una distancia de 5mm del cátodo de titanio.

Antes de la aplicación del recubrimiento, la superficie se sometió a una descarga luminiscente (*glow discharge*) a una presión de 1.7 mbar durante 10 minutos para hacer una limpieza adicional que promueve una mejor adherencia del recubrimiento al sustrato.

La aplicación de las capas de TiN se realizó generando un plasma rico en nitrógeno a 1.7 mbar y 300 V y generando descargas sucesivas, cada una de las cuales produjo una capa con espesor entre 100 y 200 nm, siendo las primeras descargas más gruesas que las finales. En este trabajo se utilizaron 5 descargas para alcanzar un espesor aproximado de 600 nm. Un número mayor de descargas en este equipo provoca no sólo el desprendimiento de átomos de titanio del cátodo, sino el desprendimiento de las moléculas de TiN que se acaban de depositar, por lo que el recubrimiento no queda uniforme [Rojas, 1999].

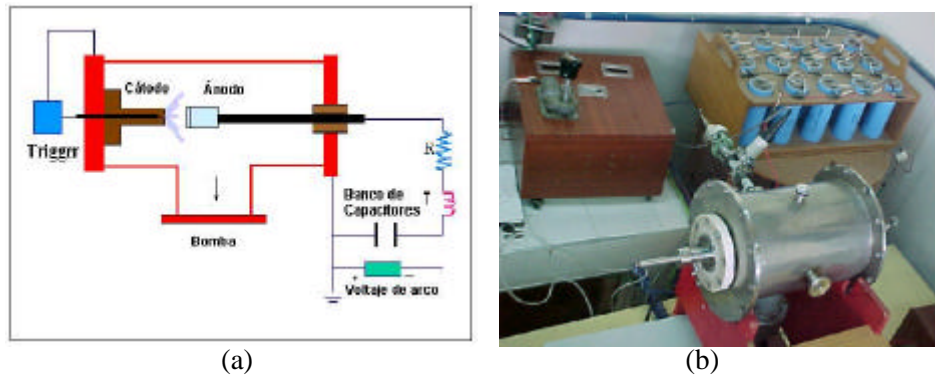


Figura 4.1. (a) Esquema del interior del reactor, (b) imagen del reactor utilizado

Adicionalmente se utilizaron algunas muestras recubiertas con TiN por *magnetron sputtering* para evaluar su respuesta en desgaste y corrosión comparada con los recubrimientos obtenidos por evaporación con arco pulsado. Estas muestras fueron preparadas por el SENA-ASTIN en Cali en un equipo de pulverización catódica con cuatro magnetrones de 4" de diámetro cada uno.

#### 4.2 EVALUACIÓN DEL SINERGISMO CORROSIÓN-EROSIÓN

Para la evaluación del sinergismo corrosión erosión se utilizaron curvas de polarización potenciodinámicas obtenidas con un equipo BAS 100b del Laboratorio de Electroquímica de La Sede. La celda utilizada hace parte de un equipo para pruebas de corrosión-erosión construido en el Laboratorio de Tribología y Superficies y se muestra en la figura 4.2. La figura 4.3 presenta algunos detalles del montaje y un esquema de la celda electroquímica.

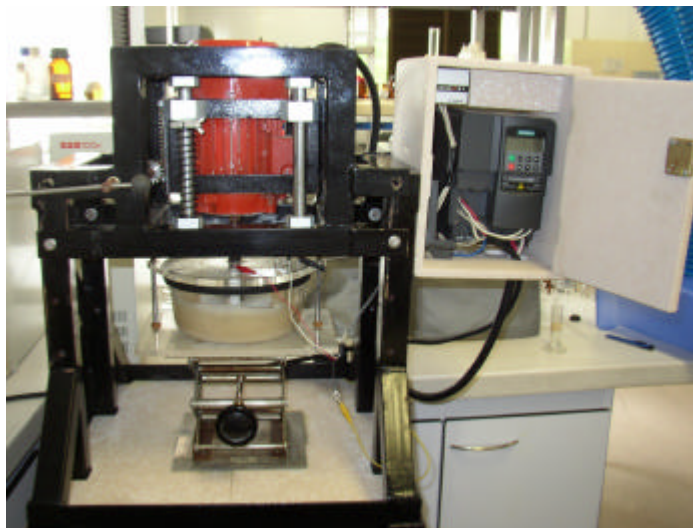


Figura 4.2. Banco de pruebas de corrosión-erosión

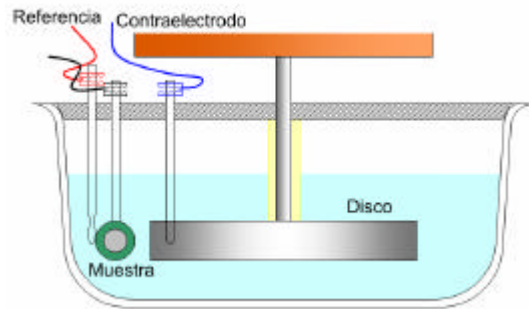
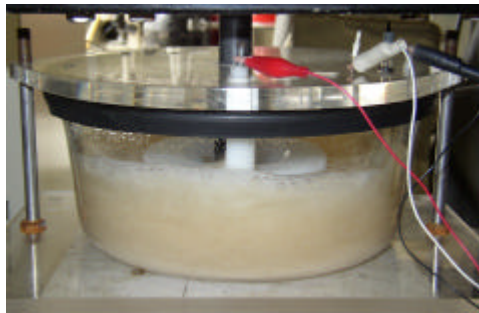


Figura 4.3. Celda utilizada en las pruebas de corrosión-erosión

En este equipo, un disco de UHMWPE inmerso en el líquido utilizado en la prueba, gira y forma un vórtice que impacta la superficie de la muestra, la cual se sostiene en un portamuestras fijo en la tapa del recipiente y que puede ser posicionado en ángulos de 90, 60 y 30° con respecto a la dirección tangencial del flujo. El portamuestras sirve a su vez como protector de las superficies laterales de las muestras, de forma que la superficie ensayada sea sólo la cara frontal. La definición del área de prueba es importante fundamentalmente en las pruebas de corrosión, en las se presentan los resultados en términos de densidad de corriente.

Este equipo permite realizar ensayos de corrosión-erosión en una condición más cercana a las condiciones de operación de una bomba centrífuga que en un ensayo de erosión de impacto dirigido, sin perder la simetría y la sencillez, ausentes en la estructura de una bomba, esto facilita el tratamiento matemático del flujo.

Se realizaron cuatro tipos de pruebas: pruebas de erosión, corrosión estática, corrosión dinámica y corrosión-erosión. Las pruebas de erosión se realizaron en el equipo mostrado en la figura 4.2, usando agua destilada con partículas de sílice en una concentración de 30% en peso. Los tamaños de las partículas están entre 212 y 300  $\mu\text{m}$  (clasificación 50-70 de la AFS). En todas las pruebas que involucran una componente corrosiva, se realizaron barridos potenciodinámicos entre -600 y 1200mV con una tasa de barrido de 1 mV/s y una sensibilidad de 10 mA/V. Se utilizó un contraelectrodo de platino y un electrodo de referencia de plata-cloruro de plata.

Las pruebas de corrosión estática, son pruebas de corrosión convencionales, realizadas en una celda con el fluido en condiciones estáticas. La celda utilizada para estas pruebas se muestra en la figura 4.4.

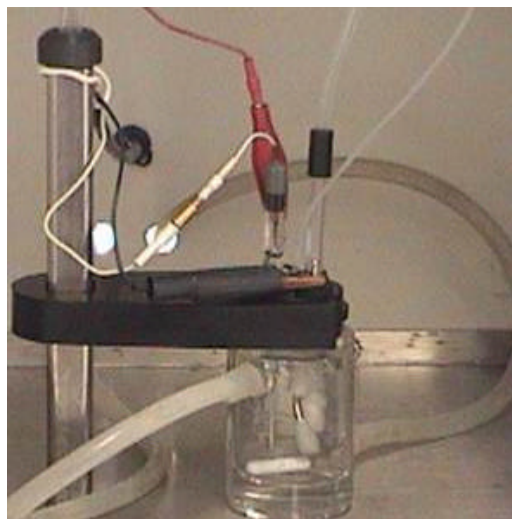


Figura 4.4. Imagen de la celda electroquímica utilizada para las pruebas de polarización estáticas.

Las pruebas de corrosión dinámica se realizaron en el banco de pruebas de corrosión-erosión, utilizando una solución ácida  $\frac{1}{2}$  M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ +3.5%NaCl, esta solución permite evaluar tanto la disolución en medio ácido como la corrosión por picadura, y es típica para evaluar la resistencia a la corrosión de los aceros inoxidable.

Se evaluó el comportamiento de los materiales bajo tres velocidades de rotación del disco: 2000, 3500 y 5000 rpm y dos ángulos de impacto del flujo sobre la superficie de la muestra: 30 y 90°.

Finalmente, las pruebas de corrosión-erosión se realizaron formando un lodo de solución ácida  $\frac{1}{2}$  M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ +3.5%NaCl y partículas de sílice en una concentración de 30% en peso. De nuevo se utilizaron 2000, 3500 y 5000 rpm y 30 y 90° como ángulos de impacto sobre la superficie.

### 4.3 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

La estructura de los aceros inoxidable AISI 304 y AISI 420 Stavax fue caracterizada utilizando microscopía óptica en un microscopio *Olympus PME-Leica GZ6*, microscopía electrónica de barrido (MEB) en un equipo *JEOL 5910LV* del Laboratorio de Microscopía Avanzada de La Sede y difracción de rayos X (DRX) en un equipo *Advance D8* en el Laboratorio de Física del Plasma de la Universidad Nacional de Colombia, Sede Manizales. Además su composición química fue obtenida utilizando espectroscopía de energía dispersiva (EDS) en el equipo *JEOL 5910LV*.

Para los aceros recubiertos se utilizaron las mismas técnicas de caracterización superficial, además de espectroscopia de fotoelectrones (XPS) en un equipo *Escalab 250* en el Laboratorio de Física del Plasma de la Universidad Nacional de Colombia, Sede Manizales.

#### 4.4 CARACTERIZACIÓN DE LAS SUPERFICIES

Las superficies de las muestras ensayadas fueron caracterizadas utilizando microscopía electrónica de barrido en el laboratorio de Microscopía avanzada de La Sede y microscopía de fuerza atómica (AFM) en Laboratorio de Física del Plasma de la Universidad Nacional de Colombia, Sede Manizales. La observación de las superficies permite establecer algunos de los mecanismos involucrados en el daño superficial de las muestras.

Para algunas de las muestras ensayadas en corrosión erosión, se prepararon secciones transversales para reconocer mejor el avance y la forma de las picaduras. Para la observación de las secciones, las muestras fueron inicialmente montadas en resina (*bakelita*) para disminuir el efecto del corte sobre la superficie ensayada, luego cortadas en una cortadora de precisión con disco diamantado *Isomet 600*, pulidas en medio húmedo con papeles abrasivos hasta denominación 600 y finalmente pulidas en paño con partículas de alúmina de 12  $\mu\text{m}$  y de diamante de 3  $\mu\text{m}$ .