

## EXTRACCIÓN ELECTROLÍTICA APLICADA A LA OBSERVACIÓN DE INCLUSIONES EN ACERO INOXIDABLE

M.C. SUAZO<sup>(1,2)</sup>, A. KARASEV<sup>(1)</sup>

(1) Department of Material Science and Engineering, KTH-Royal Institute of Technology, SWEDEN

(2) Departamento Ciencia de Materiales, Universidad Técnica Federico Santa María, CHILE

E-mail (autor de contacto): [maribel.suazo@alumnos.usm.cl](mailto:maribel.suazo@alumnos.usm.cl)

### RESUMEN

*La técnica de laboratorio de extracción electrolítica de inclusiones ha sido aplicada a aceros al carbono sin mayores problemas, pero en el caso de aceros especiales y de alta aleación, el proceso presenta algunas dificultades. Éstas comienzan en el momento de separar las inclusiones de otras partículas y posteriormente en la observación de las mismas. El presente trabajo busca encontrar la combinación óptima de variables en experiencias de extracción electrolítica aplicada a una muestra de acero inoxidable austenítico, para mejorar la etapa de observación de inclusiones. Se realizó un conjunto de experimentos con diferente combinación en las variables del proceso, y posteriormente observación de las partículas colectadas utilizando un microscopio electrónico de barrido y análisis de fotografías. Las variables modificadas en los experimentos corresponden a corriente eléctrica, voltaje y carga eléctrica impuesta. Se realizó una clasificación de las partículas por tamaño, número, composición química y morfología. Encontrándose que para mayores valores de corriente eléctrica, el número y tamaño de partículas indeseables aumenta, con una misma composición química, pero manteniéndose constante el número y tamaño de las inclusiones. Para la cantidad de carga eléctrica no es posible confirmar alguna tendencia de comportamiento, ya que afecta en algunos casos el número de partículas e inclusiones encontradas. En cuanto al voltaje, se observó que no afecta a la calidad de extracción. Con respecto a la cinética del proceso, se encontró que se ve reflejada en la velocidad de extracción, que es afectada directamente por la cantidad de corriente eléctrica, si ésta es mayor la velocidad de extracción aumenta. La cantidad de material disuelto, medido como masa de material extraído, aumenta cuando la carga eléctrica es mayor.*

**TÓPICO:** Tópico 2: Materiales Metálicos

**Palabras claves:** Extracción electrolítica; acero inoxidable austenítico; inclusiones; partículas.

### 1. INTRODUCCIÓN

En la producción limpia de acero inoxidable es necesario conocer las características de las inclusiones no metálicas presentes, que como es sabido, afectan a las propiedades mecánicas del producto final. Existen numerosos métodos para la observación de inclusiones, encontrándose dentro de los más usados: observación en dos dimensiones (2D), sobre una sección transversal de acero pulido; y observación 3D, sobre un film después de un proceso de extracción electrolítica. Al comparar ambos métodos, éstos poseen diferentes ventajas [1]. Con el primero, es posible conocer la ubicación exacta de las inclusiones, pero no se encuentran resultados exactos cuando se requiere conocer morfología y distribución de tamaño y número de las inclusiones. Por otra parte, al aplicar el método de observación 3D, los resultados obtenidos son más correctos, perdiendo información sobre la ubicación de las inclusiones.

El método de extracción electrolítica consiste en sumergir un trozo de metal en una solución, comúnmente orgánica, que actúa como electrolito. A través de un electrodo y un alambre de Platino, el sistema se conecta a un potencióstato, desde donde se controla manualmente las principales variables del proceso, que corresponden a: corriente eléctrica, carga eléctrica impuesta y voltaje. La extracción comienza cuando el sistema es conectado a una fuente de poder y se inicia el contador de carga eléctrica, deteniéndose el sistema al alcanzar el valor requerido de carga. La solución obtenida al final del proceso es filtrada, y las partículas en suspensión que se obtienen son colectadas por un filtro tipo film, para posteriormente ser observadas en un microscopio electrónico de barrido. Las características que se observan y miden de las partículas son: forma, tamaño, número y composición química. El primer problema en la extracción comienza en la separación de las inclusiones de otras partículas correspondientes a la matriz del metal, que tratándose de un acero inoxidable austenítico, no pueden ser separadas vía magnética. Por ello, ambos tipos de partículas se colectan en el film, trayendo como consecuencia problemas en la etapa de observación. Estas partículas no disueltas comúnmente son de mayor tamaño que las inclusiones y por lo tanto dificultan el trabajo de observación y determinación de composición química de éstas [2].

Numerosas investigaciones se han realizado acerca del método de extracción electrolítica aplicado a aceros de alta aleación, como aceros de herramientas o inoxidables. Los principales problemas que se generan, luego de determinar el electrolito y tipo de extracción adecuados, es conocer los parámetros exactos para una buena calidad de extracción.

El objetivo principal del presente trabajo es estudiar la disolución de una muestra de acero inoxidable austenítico luego de aplicar extracción electrolítica, y cómo ésta afecta a la observación de inclusiones.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

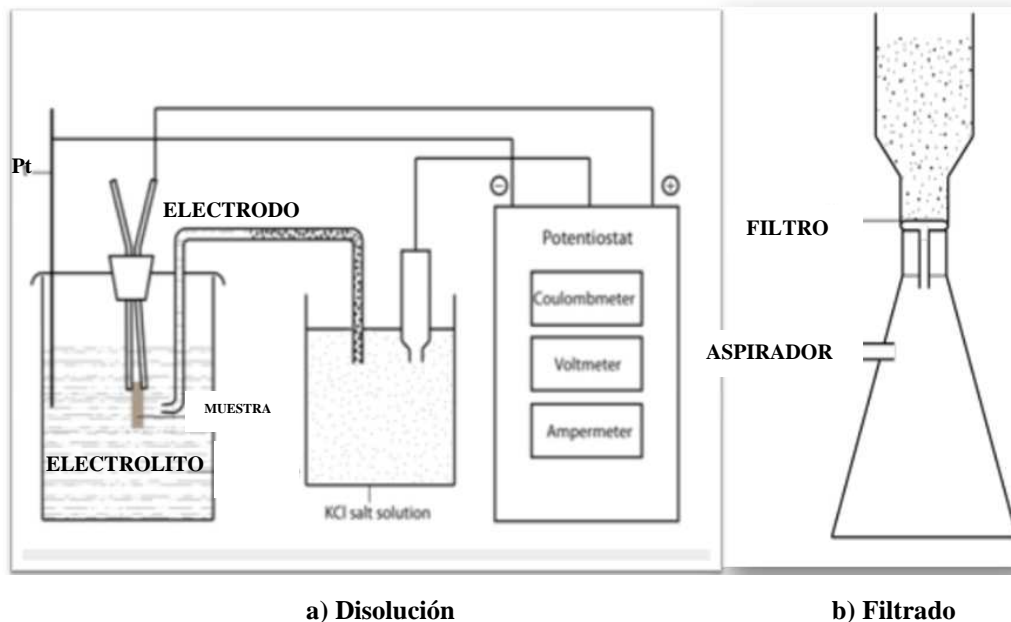
**Procedimiento.** La muestra utilizada corresponde a un acero inoxidable austenítico 316L, con composición mostrada en la Tabla 1.

**Tabla 1.** Composición química de la muestra.

Grado del acero	C (%w)	Si (%w)	Mn (%w)	P (%w)	S (%w)	Cr (%w)	Ni (%w)	Mo (%w)	Ti (%w)	Al (%w)	Fe (%w)
316 L	0.017	0.44	1.3	0.026	0.02	17	10.12	2.03	0.04	0.04	Balance

La muestra fue tomada mediante el método LSHR (Liquid Sampling Hot Rolling) [3], al final del tratamiento de cuchara en el proceso de manufactura de acero inoxidable de una compañía situada en Estocolmo, Suecia [4]. Los procesos de decarburización y reducción química se completaron antes de ser tomada la muestra. La muestra se enfrió a temperatura ambiente y no se aplicó ningún tipo de tratamiento posterior. Desde esta muestra, fue cortado un espécimen rectangular de medidas (12.62 x 8.78 x 4.88 mm). La superficie del espécimen se trató mediante pulido mecánico, con el objeto de remover la capa de óxido y comenzar cada experimento de extracción sin residuos del último. Luego, fue lavado con acetona y bencina de petróleo en un baño ultrasónico por un par de minutos. Las dimensiones y el peso del espécimen fueron registrados antes y después de cada experimento. Se vertió 250 ml de solución al 10% de AA (10% de Acetil-acetona y 1% de cloruro tetrametilamonio - metanol) usada como electrolito. El espécimen se fijó en las tenazas del electrodo, el que se conectó directamente con el potencióstato, como se observa en la figura 1a). Desde aquí se fijan los parámetros: voltaje, corriente eléctrica y posición del ánodo y cátodo. Desde el coulombímetro se puede medir y ajustar la carga eléctrica impuesta. Cuando el sistema alcanza la carga eléctrica fijada, se detiene la extracción. El espécimen es

retirado y limpiado con metanol. La solución final obtenida es filtrada mediante el uso de una bomba de vacío y es pasada a través de un filtro tipo film y un tapón poroso, donde son colectadas las partículas. Este último proceso se muestra en la figura 1b).



**Figura 1.** Ilustración esquemática del proceso de extracción electrolítica

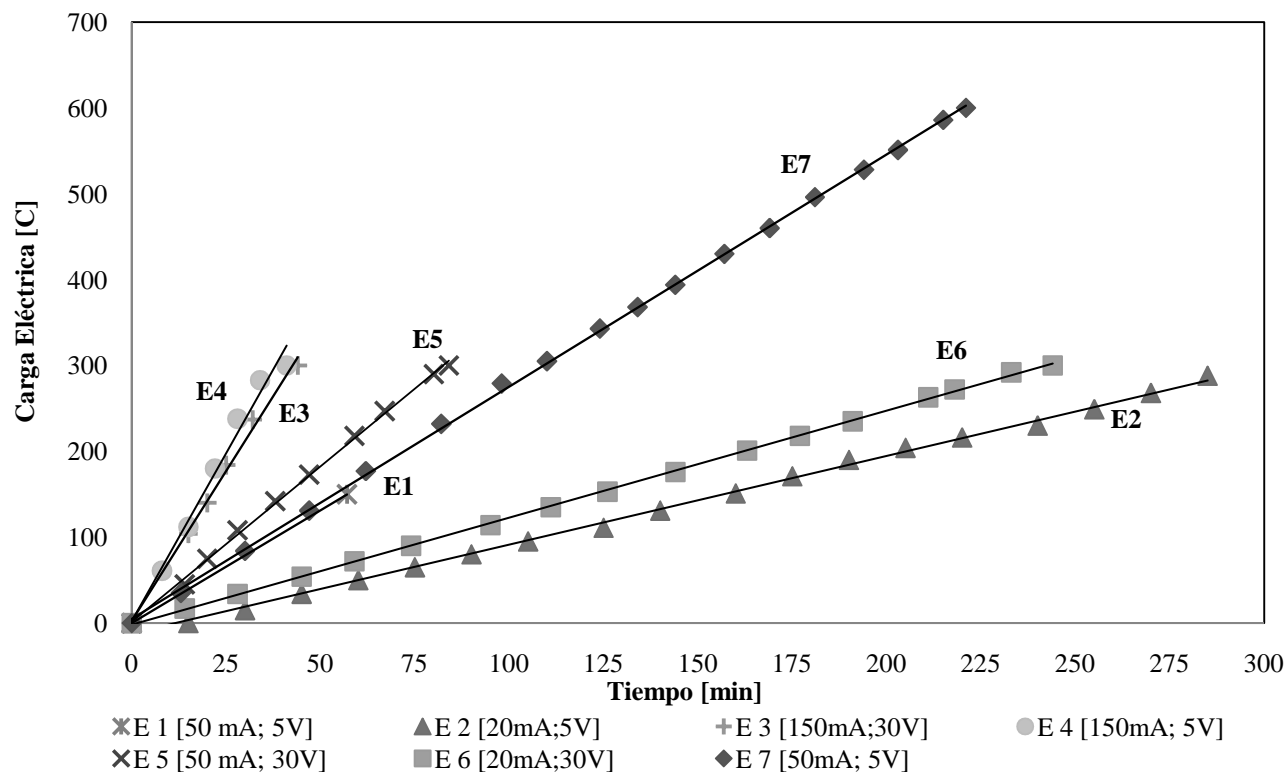
**Análisis de las partículas.** Para obtener características como: morfología, tamaño y cantidad de las partículas, se utilizó un microscopio electrónico de barrido. La composición química se midió a través de la evaluación del espectro de energía, recogido por un detector de rayos X de dispersión de energías, integrado en el microscopio.

Se cortó un trozo de film de forma triangular y se colocó sobre un sujetador de aluminio. La observación de partículas se realizó en tres zonas diferentes del trozo, en un área de 0.1-0.12 mm<sup>2</sup> aproximadamente. La magnificación de observación para todas las fotografías capturadas fue de 500x.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se presentan resultados de la cinética del método de extracción electrolítica, caracterización completa de las partículas y finalmente cómo y dónde comienza la disolución del metal.

**Cinética de disolución.** Para cada uno de los experimentos realizados, se registró cada 10-15 minutos valores de la carga eléctrica, obteniéndose la grafica mostrada en la figura 2. Se puede observar una tendencia lineal en todos los experimentos, significando que la velocidad con la que se alcanza el valor de carga eléctrica es constante. La velocidad de disolución para cada uno de los experimentos varía de acuerdo a la variación de los parámetros de extracción usados. Es posible observar que hay pares de experimentos con pendientes similares. En estos pares, el valor del voltaje es diferente, concluyéndose que el voltaje no afecta al aumento en la cantidad de carga eléctrica en el tiempo, reflejado en la velocidad de disolución del espécimen.



**Figura 2.** Comportamiento de la carga eléctrica durante cada experimento.

Una mayor pendiente implica una disolución más rápida, la que se produce cuando los valores de corriente eléctrica son más altos. Este comportamiento se puede explicar por el mecanismo con que este proceso funciona. Mayor corriente eléctrica, significa un mayor flujo de electrones en movimiento; significando también un gran flujo de iones removidos desde el espécimen. Consecuentemente, al utilizar un alto valor en la corriente eléctrica se obtiene una mayor velocidad de disolución.

Otras medidas de la velocidad de disolución, corresponden al peso y espesor disueltos después de la extracción. Ha sido confirmado por estudios anteriores, Kanbe [5], en este mismo material, que el peso disuelto tiene un comportamiento lineal con respecto a la carga eléctrica impuesta. En otro tipo de estudio, Ericsson [6], encontró que este comportamiento cambia, al aislar una de las caras del espécimen, perdiéndose la linealidad. Con respecto al espesor de la capa disuelta, también se obtienen valores mayores cuando la carga eléctrica es mayor. Estos valores se calcularon a partir de las dimensiones del espécimen después de cada experimento. En lo que respecta al voltaje, se observa que no afecta al valor de la capa disuelta o al peso disuelto. Finalmente, se obtiene que el único parámetro que afecta a ambos valores mencionados anteriormente, es la cantidad de carga eléctrica impuesta.

**Análisis de partículas no disueltas.** Se ha confirmado experimentalmente que las partículas están homogéneamente distribuidas sobre el film; desde esta premisa es posible asegurar que los resultados obtenidos pueden ser extendidos por toda el área del film.

Cuando se realizó el análisis de composición química, se encontró una relación entre la morfología de las partículas, tamaño y composición química. Se calculó el número de partículas para cada experimento clasificado por morfología y composición química.

Este número es calculado según la relación:

$$N_A = n \frac{1}{(A_{obs} * \Delta p_{dis})}$$

Donde:

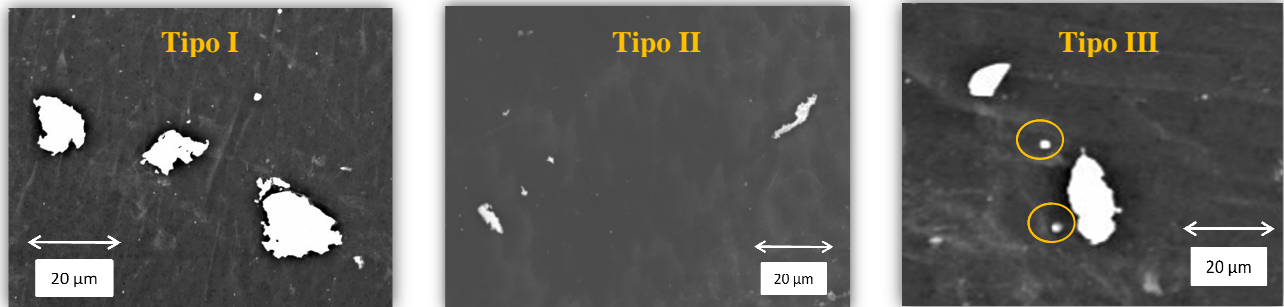
$N_A$  = Número de partículas sobre el film por unidad de área y unidad de peso de metal disuelto

$n$  = Número de partículas dentro de un rango de tamaño

$A_{obs}$  = Area observada en el film en  $mm^2$  y

$\Delta p_{dis}$  = 0.04 - 0.16 g

Se encontraron principalmente tres grupos de partículas, clasificándose por composición química, tamaño y morfología. Dichos grupos son, tipo I, II y III, los que se pueden observar en la figura 3.



**Figura 3.** Morfologías típicas de las partículas encontradas.

Las partículas tipo I, generalmente son de forma irregular y de tamaños que van entre 20-35  $\mu m$ , siendo las de mayor tamaño, con una composición química muy cercana a la matriz. Las de tipo II, corresponden a partículas más alargadas y con composiciones altas en carbono, su tamaño está entre 15-25  $\mu m$ . Finalmente, las de tipo III, que corresponden a las inclusiones, con morfologías compactas y regulares, generalmente esféricas. La composición química de estos tres tipos de partículas se muestra en la Tabla 2.

**Tabla 2.** Composición química de las partículas encontradas.

Elemento	Fe (%w)	C (%w)	Cr (%w)	Ni (%w)	Mo (%w)	Mn (%w)	Ca (%w)	Si (%w)	Al (%w)	S (%w)	O (%w)
Tipo I	50-60	-	14-17	8-10	1.4-2.5	0.9-1.4	-	-	-	-	-
Tipo II	20-40	60-70	3-10	2-7	-	-	-	-	-	-	-
Tipo III	-	30-60	-	-	-	-	1-7	1-2	0.1-1	-	30-40
	-	30-60	-	-	-	-	-	1-5	1-3	1-3	30-40

La composición química de las inclusiones encontradas era la esperada, considerando el tipo de procesos ya aplicados, en donde Ca y Si ya han sido añadidos. Mientras que las cantidades de S y Al, provienen desde la

chatarra usada en el inicio del proceso. La relación de esta clasificación de partículas con los parámetros de extracción se observa en las figuras 4 y 5.

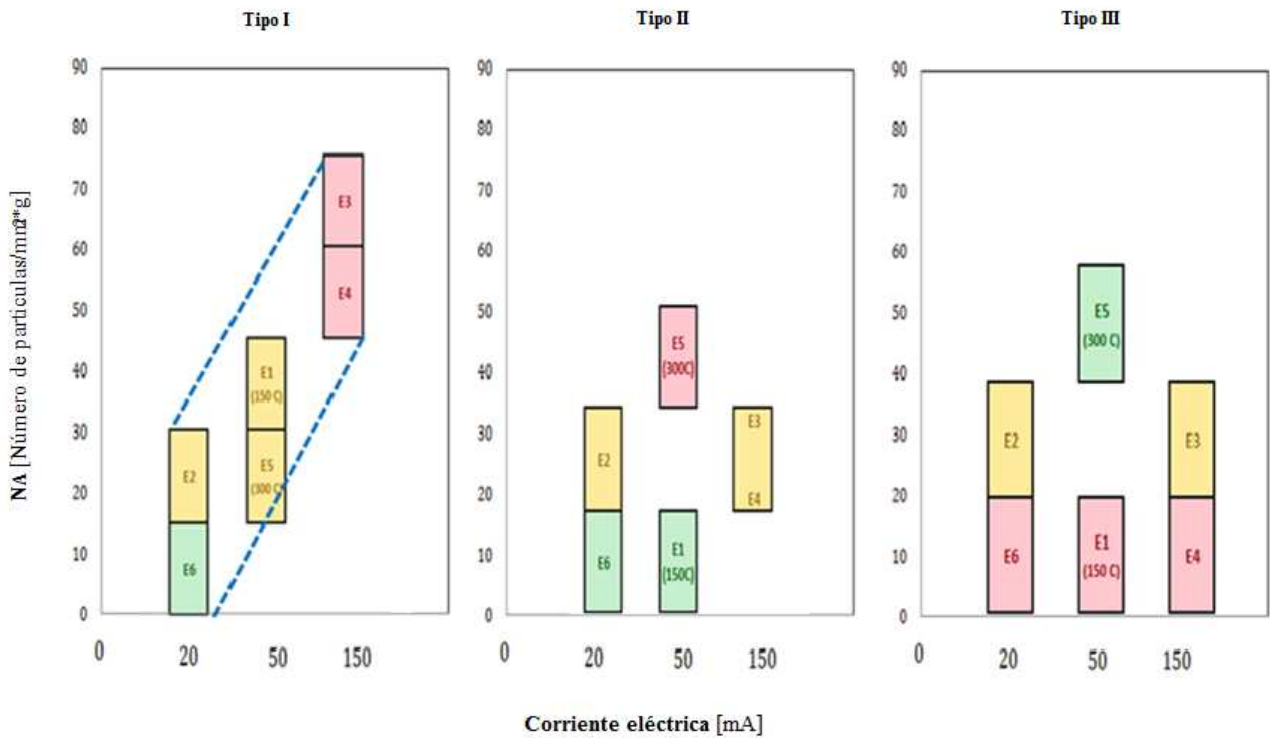


Figura 4. Número de partículas encontradas después de la extracción para diferentes valores de corriente eléctrica.

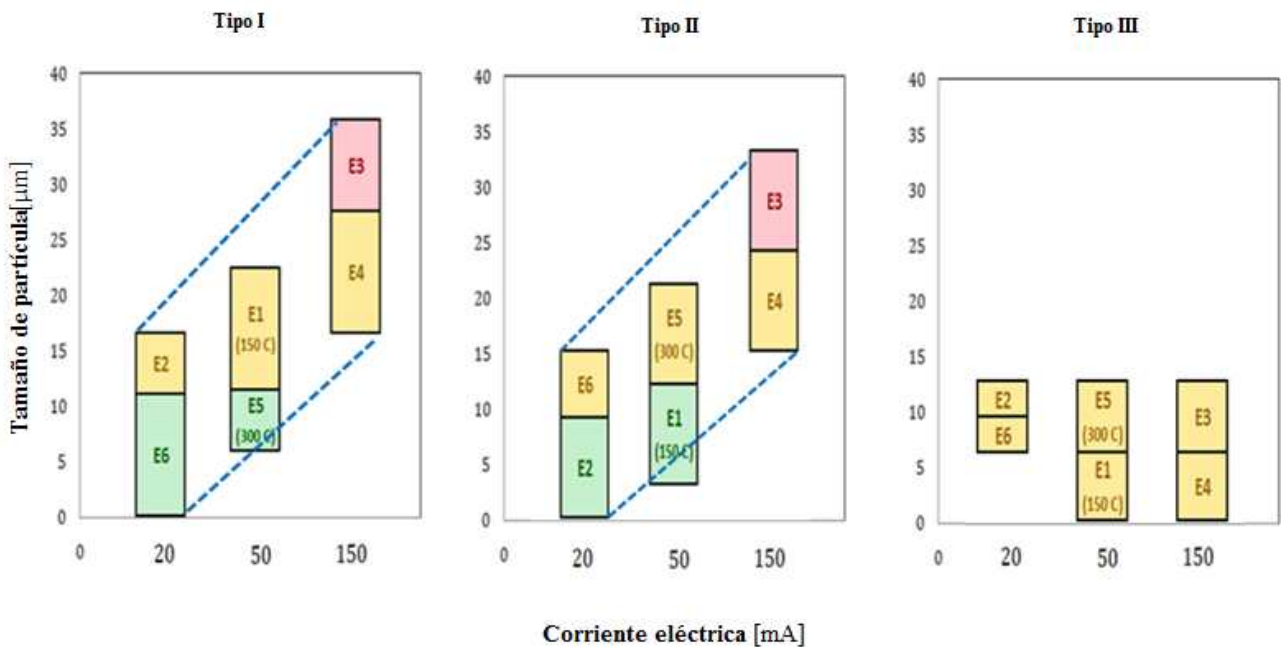


Figura 5. Tamaño de partículas encontradas después de la extracción para diferentes valores de corriente eléctrica.

Los colores en ambas figuras representan las zonas en las que es preferible obtener los resultados: rojo significa valores indeseables, amarillo es una zona regular y el verde corresponde a los resultados más eficientes.

La cantidad de este tipo de partículas se incrementa al aumentar los valores de corriente eléctrica. El tamaño de partícula también aumenta mientras la disolución es más rápida. Ambos fenómenos están relacionados en cómo trozos de metal son desprendidos desde la matriz del acero. Cuando la velocidad de disolución es alta, no existe un tiempo suficiente para disolver la matriz y los alrededores de las partículas a extraer. Como resultado de este fenómeno, una partícula de gran tamaño es extraída y generalmente de forma irregular. Si la disolución es más lenta, hay más tiempo para disolver más material que rodea a la partícula lográndose tamaños más pequeños.

Las partículas tipo II, no presentan una tendencia clara en cuanto a número. Sin embargo, si se mantiene constante la corriente eléctrica, el número de partículas es mayor cuando la corriente eléctrica aumenta. Esto muestra un efecto causado por la carga eléctrica impuesta en el número y tamaño de las partículas. El tamaño de estas partículas es menor que las del tipo I y poseen mayor contenido de carbono. El origen de este tipo de partículas no es claro.

Para las inclusiones no metálicas, tipo III, se encuentra que el número de estas partículas no cambia considerablemente en relación al aumento de la corriente eléctrica. Por otro lado, se aprecia un aumento en el número, cuando la carga eléctrica aumenta. El tamaño de las inclusiones se mantiene constante para valores mayores de corriente eléctrica.

Luego de este análisis, es posible concluir que los parámetros usados en la extracción electrolítica distan de ser los óptimos. Para una mejor observación de inclusiones, el número de partículas del tipo I y II debe ser pequeño, por dos objetivos diferentes: para maximizar la libre observación de inclusiones y minimizar la probabilidad de calcular un falso número de inclusiones en el acero observado. Con estos resultados, es posible recomendar una disolución lenta.

#### **4. CONCLUSIONES**

Si bien se han realizado experimentos en este tipo de acero, no estaba completamente comprobado que se podía aplicar extracción electrolítica mediante el método potencioestático a un acero inoxidable austenítico, y obtener algunos resultados satisfactorios.

La velocidad de disolución es directamente afectada por la corriente eléctrica, como se discutió en la figura 2. Para mayores valores de corriente eléctrica la disolución toma menos tiempo que para valores menores. Este fenómeno se refleja en algunas características particulares de las partículas encontradas.

El número de partículas no disueltas encontradas también varía con la corriente eléctrica impuesta. Para valores mayores de corriente eléctrica, es mayor el número de partículas tipo I y II. La carga eléctrica también afecta a este número, cuando el valor de la corriente es el mismo, como es el caso de los experimentos E1 y E5. Cuando la carga eléctrica es mayor, significa que la disolución ocurre por un tiempo superior, llevando a un mayor número de partículas de esos tipos.

El tamaño de las partículas es mayor también cuando la corriente eléctrica es mayor. Esto se puede explicar por cómo la disolución toma forma. Cuando la velocidad de disolución es alta, hay un menor tiempo para disolver la misma cantidad de material, llevando a que las partículas extraídas posean mayor cantidad de matriz en sus alrededores, ya que ésta última no alcanzó a disolverse completamente antes de caer al film. Esto genera que las partículas colectadas sean de mayor tamaño y de formas más irregulares. Las inclusiones son bloqueadas por

estas partículas de gran tamaño. Ésta puede ser la razón, de por qué para valores mayores de corriente eléctrica, el número de inclusiones disminuye. Adicionalmente, se encontró que el tamaño de las inclusiones se mantuvo constante para los diferentes valores en los parámetros usados para cada uno de los experimentos.

A la luz de este trabajo es posible recomendar un conjunto de experimentos donde la extracción pueda comportarse de mejor manera. Se sugiere trabajar con bajas velocidades de disolución, lo que significa utilizar menores valores de corriente eléctrica. Por otra parte, se podría obtener mayor información sobre la relación encontrada al usar una carga eléctrica baja, variando la corriente eléctrica. Finalmente, se concluye que el valor del voltaje no afecta el número, tamaño o forma de las partículas observadas en estos experimentos.

## REFERENCIAS

- [1] Andrey Karasev and Hideaki Suito. Analysis of Size Distributions of Primary Oxide Inclusions in Fe-10 Mass Pct Ni-M (M=Si, Ti, Al, Zr and Ce) Alloy. Metallurgical and Materials Transactions B, Vol 30B, 1999. (*paper*)
- [2] Jesper Janis, et al. Characteristic of Ti-Ce Complex Deoxidation Products in a Fe-20mass% Cr Alloy. Steel research int. 80 (2009) No. 1 (*paper*)
- [3] Thorbjörn Hansén, LSHR, The Liquid Sampling Hot Rolling Method for Macro Inclusion Assesment, Tesis de licenciatura, KTH, 2005.
- [4] OUTOKUMPU Stainless, Melt shop, Avesta Works, Suecia.
- [5] Yuichi Kanbe, Analysis of largest inclusion with statistics of extreme values. (*paper no publicado*)
- [6] O.T. Ericsson, A.V. Karasev and P.G. Jönsson, Homogeneity of Liquid Steel Samples, Tesis de licenciatura, Ola Ericsson, KTH, 2009.