

Capítulo 5

Desarrollo experimental

5.1 Probetas de mortero.

Para los ensayos electroquímicos en mortero, se usaron probetas en forma cilíndrica con dimensiones de 14 cm de altura y un diámetro de 10 cm. En cada una de ellas se embebieron dos barras idénticas de acero y un electrodo auxiliar de grafito. En la siguiente figura se muestran las probetas utilizadas durante la investigación.



Figura 5.1. Probeta de mortero utilizada durante la experimentación.

Para la preparación de la mezcla de mortero se utilizó una relación cemento/arena/agua = 1/3/0.5 con adiciones de 3% de Cl^- (como NaCl) con relación al peso de la cantidad de cemento.

5.2 Descripción del procedimiento para la preparación de las probetas.

La preparación de la mezcla se llevó a cabo en los laboratorios del Instituto de Ingeniería Civil de la UANL ya que ahí se encuentra el equipo adecuado para la preparación de la misma.

Habiéndose determinado las dosificaciones exactas del cemento, agua, arena y sal, se procedió a alimentar una revolvedora para concreto con capacidad de 20 litros y de 33 RPM con una mezcla de agua-cemento (lechada) con el fin de recubrir las paredes de la misma y con esto evitar una variación en las relaciones previamente establecidas. Una vez lista la revolvedora, se agregó agua y posteriormente se hicieron adiciones a intervalos cortos de tiempo, tanto de cemento como de arena y se dejó revolver por un tiempo de 3 minutos, 2 minutos de reposo y otros 3 minutos de mezclado para la homogeneización de la mezcla sin exceder el tiempo, ya que el exceso de éste trae como consecuencia ciertos inconvenientes como pérdida de agua por evaporación, elevación de la temperatura de la mezcla debido a la fricción, pérdida parcial del aire incluido, cuando se emplea un aditivo para este propósito, etc.

Cabe mencionar que la adición de los cloruros Cl^- (como NaCl) se hizo directamente en el agua para la mezcla con el objetivo de asegurar una buena homogeneidad de las concentraciones de dicho ion en toda la mezcla, evitándose gradientes de concentración del mismo.

Habiendo pasado el tiempo adecuado de mezclado, se procedió a vaciar la mezcla en moldes metálicos, se introdujeron las barras de acero y se pusieron sobre una plataforma vibradora con objeto de darle una buena consistencia debido al asentamiento y compactación de la mezcla. Aunado a esto, el nivel de porosidad disminuye.

Las probetas se desmoldaron 24 hrs después de haber sido vaciadas y se curaron durante 24 hrs sobre agua con una humedad relativa $> 90\%$ impuesta por la presión de vapor del H_2O a la temperatura ambiente. Todas las probetas se pusieron dentro de una pila

de manera que éstas quedaran parcialmente sumergidas en agua con el fin de suprimir la disponibilidad de oxígeno como se muestra en la figura 5.2.

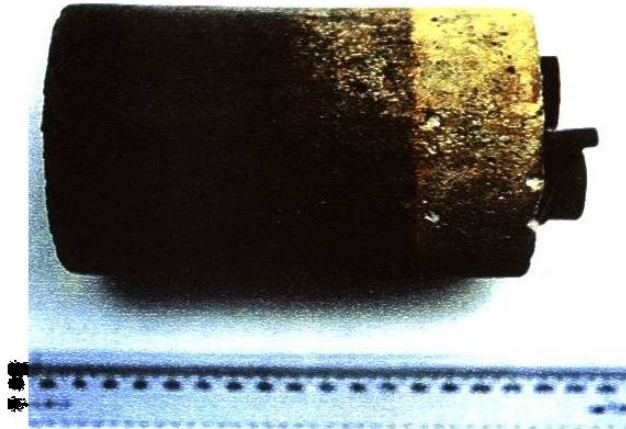


Figura 5.2. Imagen que muestra la diferencia entre el área seca y el área húmeda debido a que las probetas quedaron parcialmente sumergidas en agua.

Las barras de acero se dispusieron paralelas al electrodo de grafito para así conseguir una buena distribución de la corriente eléctrica. También se aisló, mediante cinta adhesiva, la zona donde las barras emergían del mortero evitando el triple contacto aire/mortero/acero. La descripción se ajusta al esquema de la figura 5.3.

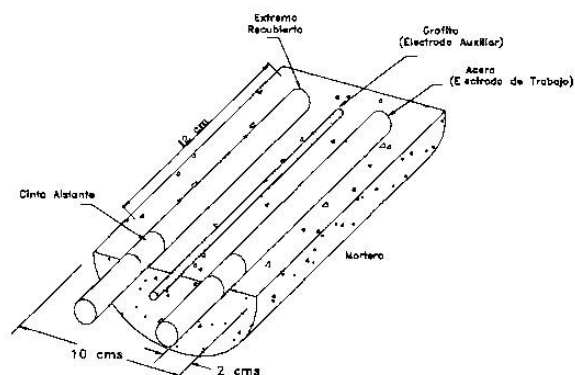


Figura 5.3. Disposición de las barras de acero dentro de la probeta de mortero. Corte longitudinal.

5.3 Pruebas de corrosión acelerada.

Previo a la realización de las pruebas electroquímicas para la obtención de la densidad de corrosión (i_{corr}) se llevaron a cabo pruebas aceleradas de corrosión, las cuales consistieron en lo siguiente:

Primero: de todos los aceros listados en la tabla 4.4, se tomó una muestra y se dispusieron en dos diferentes soluciones, una de hidróxido de calcio $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ y una segunda de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y sal (NaCl) ya que el $\text{Ca}(\text{OH})_2$ mantiene un pH alcalino (de aproximadamente 13) en la solución y la sal provee los iones cloruro (Cl^-), todo con objeto de simular las condiciones de la solución del poro en el concreto o mortero en condiciones normales y en presencia de agua de mar respectivamente.

Segundo: el tiempo de estancia de las muestras dentro de las soluciones fue de 30 días y el número total de pruebas fueron 3, haciendo un total de 90 días de exposición.

Tercero: la i_{corr} se obtuvo aplicando la ecuación de Faraday⁽⁴⁷⁾ a partir de medir la diferencia en peso de las muestras de acero debido a la pérdida de masa por la oxidación de las mismas en estas dos soluciones.

El propósito de estas pruebas fue el de conocer el mecanismo de corrosión que se generó en la superficie de las muestras de acero y determinar la influencia del tratamiento térmico, distribución de fases y contenido de manganeso en la resistencia a la corrosión de las mismas. A través de estas pruebas se estableció que tipos de acero de los que se muestran en la tabla 4.4 eran los más adecuados para su posterior estudio electroquímico y poder justificar de esta manera la no experimentación de los aceros restantes.

5.4 Probetas de acero.

Los aceros que se utilizaron durante el estudio tienen, como se vio en el capítulo anterior, diferente composición química y diferente tratamiento térmico por lo que se esperaba encontrar diferencias en los comportamientos de los mismos debido a la corrosión. De todos los grados de tratamiento térmico que se llevaron a cabo para todos los tipos de acero, sólo se consideraron los que se listan en la tabla 5.1, puesto que son los que

contienen mayor y menor contenido de Manganeso así como la menor temperatura de tratamiento intercrítico.

Tabla 5.1. Composición química y temperatura de tratamiento intercrítico para los aceros que se utilizaron durante las pruebas electroquímicas.

Acero	%Mn	%Si	Temp. Tratamiento (°C)
Az1	1.92	0.686	742.2
Am1	0.438	0.462	755.6
B1	0.922	0.608	753.1
V1	1.19	0.487	747.7

5.4.1 Tratamiento térmico superficial.

Los aceros denominados Az, Am, B y V, son aceros que no fueron sometidos a tratamiento térmico alguno, es decir, estaban en condición de laminación por lo que se les hizo un tratamiento superficial, en este caso, un carburizado para generar una capa de martensita en la superficie de la barra y ver que efecto tenía ésta en la resistencia a la corrosión y de alguna manera poder compararlo con las varillas producidas por el proceso Tempcore que son las que actualmente satisfacen el mercado de la industria de la construcción.

El tratamiento consistió en calentar las barras de acero a una temperatura de 920°C por 4 hrs y templados en agua, posteriormente se revinieron a 350°C por 2 hrs, obteniéndose una dureza de 50 Rockwell C aproximadamente.

En la figura 5.4 se muestra la microestructura superficial de la barra de acero V carburizada mientras que en la figura 5.5 se muestra el núcleo de la misma barra.

En la tabla 5.2 se muestran todos los tipos de acero que se sometieron a las pruebas electroquímicas para determinar su velocidad de corrosión.

Los dos aceros restantes (testigo) fueron barras proporcionadas por la empresa HYLSA, las cuales tienen las mismas dimensiones que los aceros experimentales y sin corrugado para mantener una igualdad superficial entre ellos. Cabe destacar también, que estos aceros son

los mismos que se utilizan para la fabricación de varillas que actualmente se emplean en la industria de la construcción.

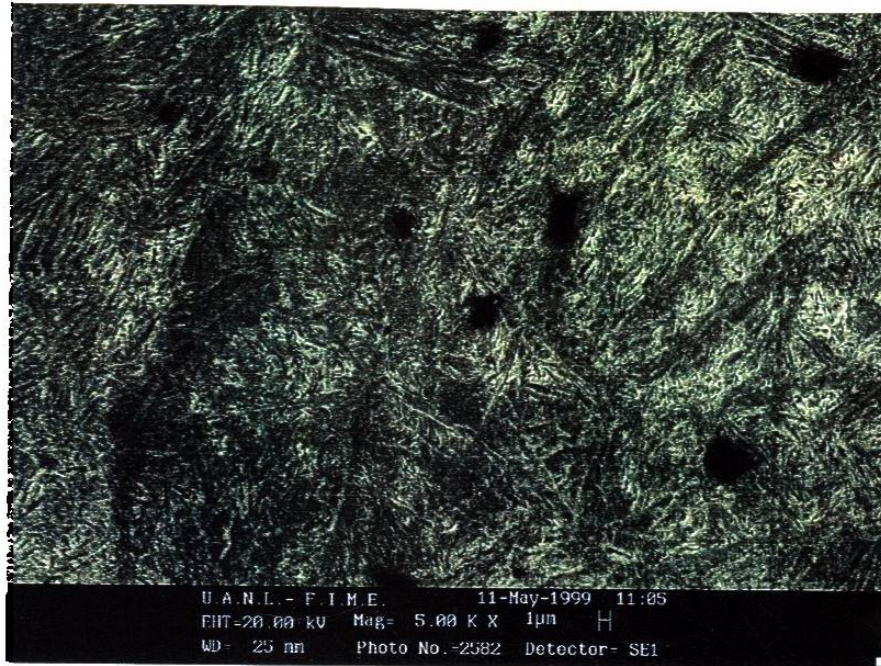


Figura 5.4. Superficie carburizada del acero V. 0.089%C;1.19%Mn;0.487%Si, los puntos oscuros indican zonas de inclusiones no metálicas. Ver anexo A.

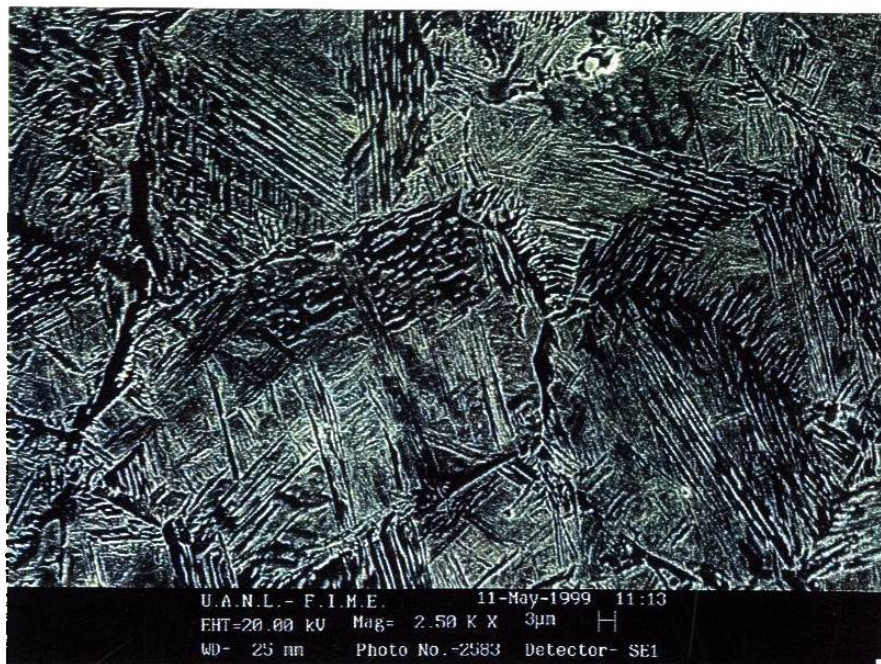


Figura 5.5 Núcleo de la barra de acero V. 0.089%C;1.19%Mn;0.487%Si.

Tabla 5.2. Cantidad total de aceros que se utilizaron durante la experimentación para la obtención de las velocidades de corrosión.

Acero	%Mn	%Si	Temp. Tratamiento (°C)
Az1	1.92	0.686	742.2
Am1	0.438	0.462	755.6
B1	0.922	0.608	753.1
V1	1.19	0.487	747.7
Az	1.92	0.686	Aceros carburizados superficialmente a 950°C
Am	0.438	0.462	
B	0.922	0.608	
V	1.19	0.487	
T*	0.40-0.70	0.15-0.35	

*Acero testigo, utilizado para la fabricación de varillas para la industria de la construcción.

5.5 Microestructuras.

Se realizaron metalografías a los aceros que se listan en la tabla 5.2 con la finalidad de conocer su microestructura y de alguna manera poder establecer algún parámetro que correlacione la microestructura, composición química e impurezas del acero con su resistencia a la corrosión.

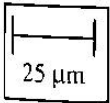
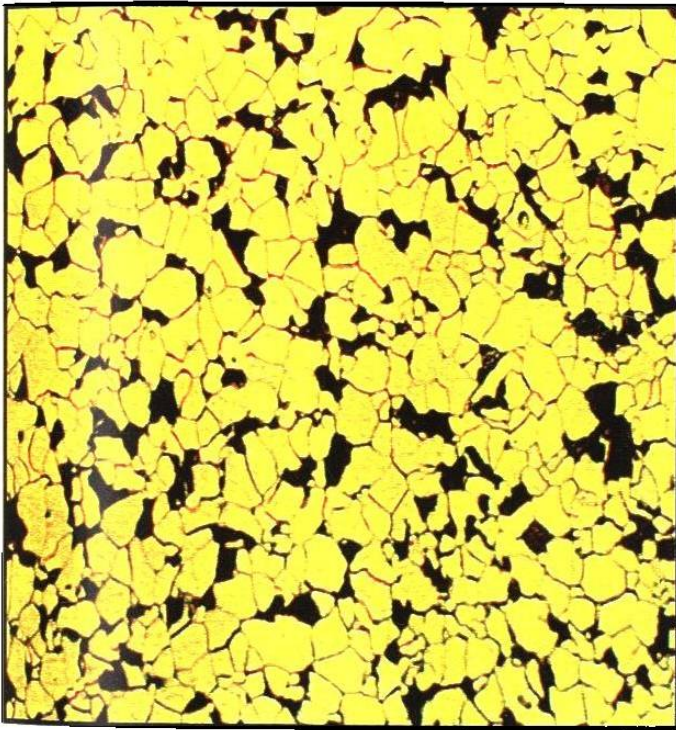
El procedimiento para la preparación de muestras para la realización de las metalografías, fue el siguiente:

- Se hicieron cortes transversales en las barras de acero para así obtener una muestra de tamaño adecuado para su preparación metalográfica. Para esto se utilizó una cortadora de disco abrasivo de carburo de silicio (SiC).
- Las muestras fueron montadas en baquelita.
- Las muestras fueron desbastadas utilizando lijas de SiC.
- Se procedió a pulir las muestras con paño de fieltro y alúmina de 1µm.

- Para el revelado de la microestructura, se efectuó un ataque químico con nital al 3%.
- Tanto la observación como la obtención de las imágenes se llevaron a cabo por medio de un microscopio óptico de platina invertida, instrumentado con un analizador de imágenes.

A continuación se muestran todas las microestructuras de los aceros que fueron sometidos a las pruebas electroquímicas:

Acero Az



- % Fase Ferrita:
82.022%
- % 2da Fase: 17.978%
- Desviación estándar:
3.0530

Composición química:

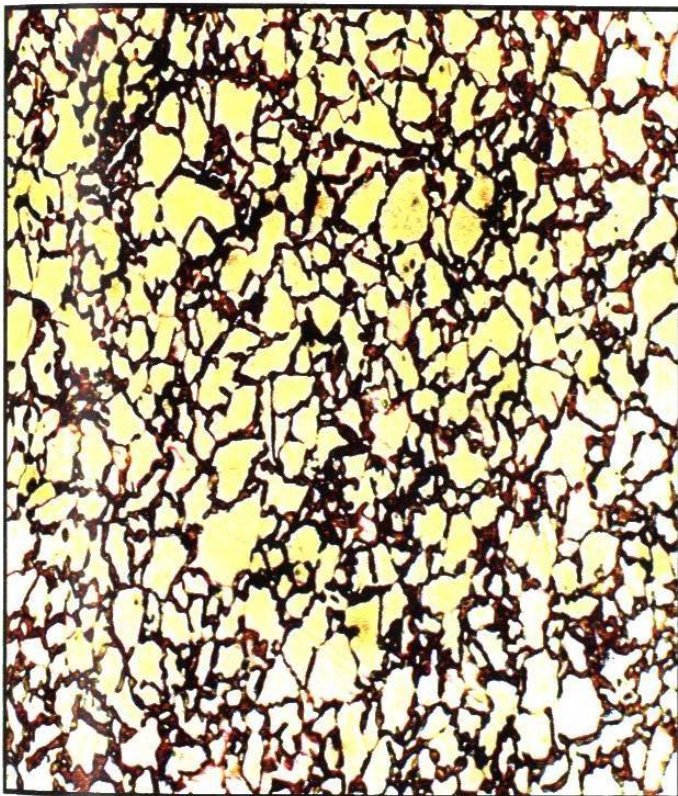
- 0.103% C
- 1.92% Mn
- 0.686% Si

Condición:

- Rolado en caliente.

Figura 5.6. Microestructura de acero Az.

Acero Az1



- % Fase Ferrita: 55.66%
- % 2da Fase: 44.34%
- Desviación estándar: 4.7903

Composición química:

- 0.103% C
- 1.92% Mn
- 0.686% Si

Temperatura de

tratamiento intercrítico:

- 742.2°C

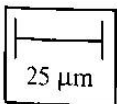
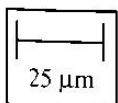


Figura 5.7. Microestructura de acero Az1.

Acero B



- % Fase Ferrita: 87.05%
- % 2da Fase: 12.965%
- Desviación estándar:
1.4576

Composición química:

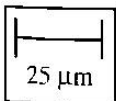
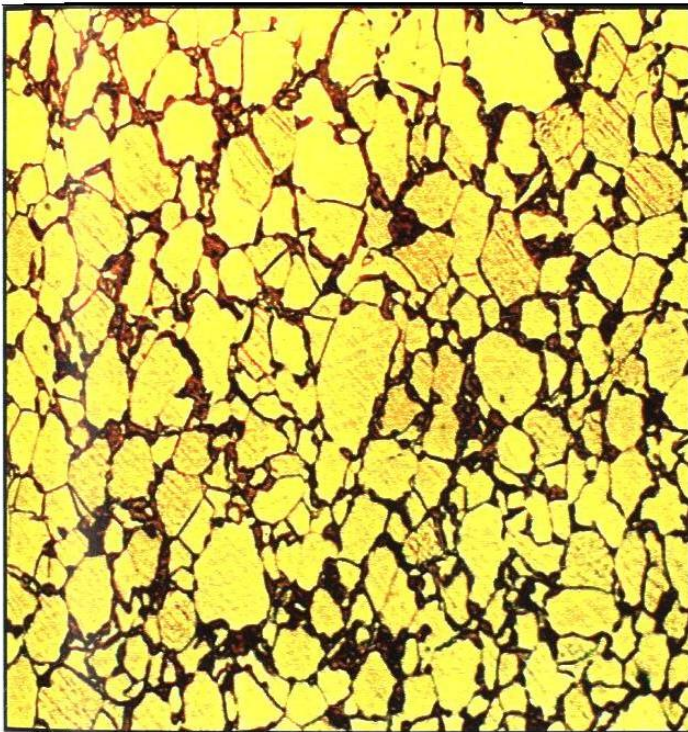
- 0.108% C
- 0.922% Mn
- 0.608% Si

Condición:

- Rolado en caliente.

Figura 5.8. Microestructura de acero B.

Acero B1



- % Fase Ferrita:
72.845%
- % 2da Fase: 27.16%
- Desviación estándar:
6.5783

Composición química:

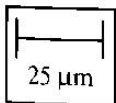
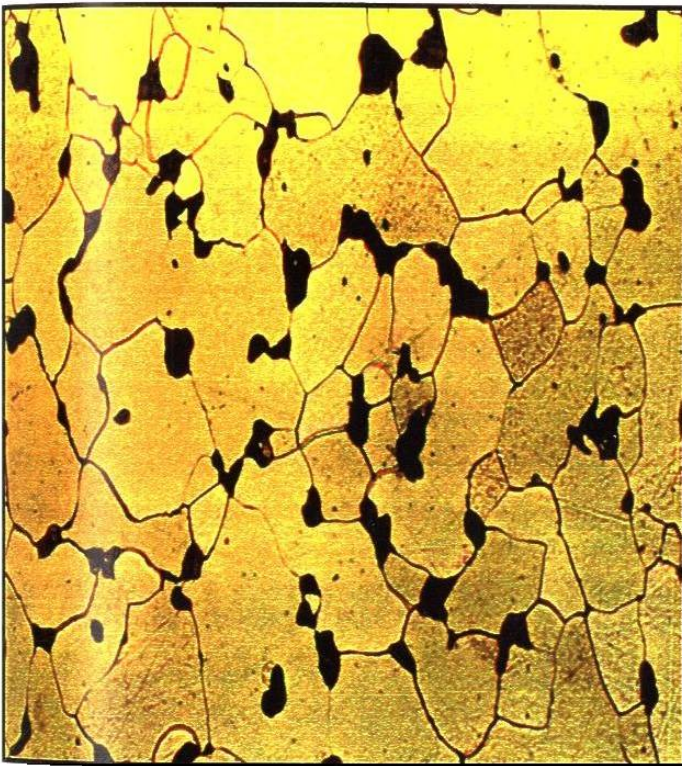
- 0.108% C
- 0.922% Mn
- 0.608% Si

**Temperatura de
tratamiento
intercrítico:**

- 753.1°C

Figura 5.9. Microestructura de acero B1.

Acero Am



- % Fase Ferrita: 90.32%
- % 2da Fase: 9.68%
- Desviación estándar:
2.1647

Composición química:

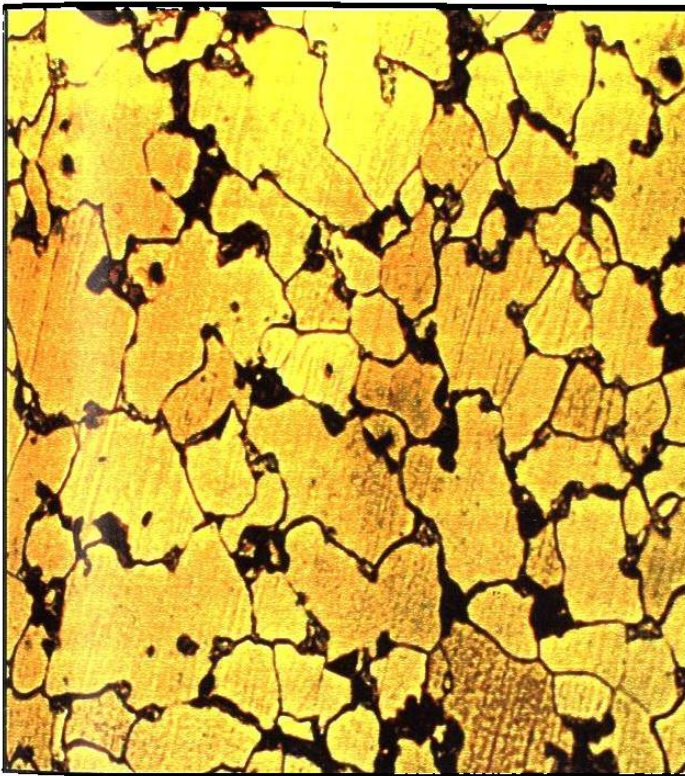
- 0.115% C
- 0.438% Mn
- 0.462% Si

Condición:

- Rolado en caliente.

Figura 5.10. Microestructura de acero Am.

Acero Am1



- % Fase Ferrita:
83.91%
- % 2da Fase: 16.09%
- Desviación estándar:
3.3800

Composición química:

- 0.115% C
- 0.438% Mn
- 0.462% Si

**Temperatura de
tratamiento
intercrítico:**

- 755.6°C

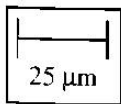
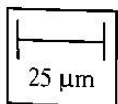
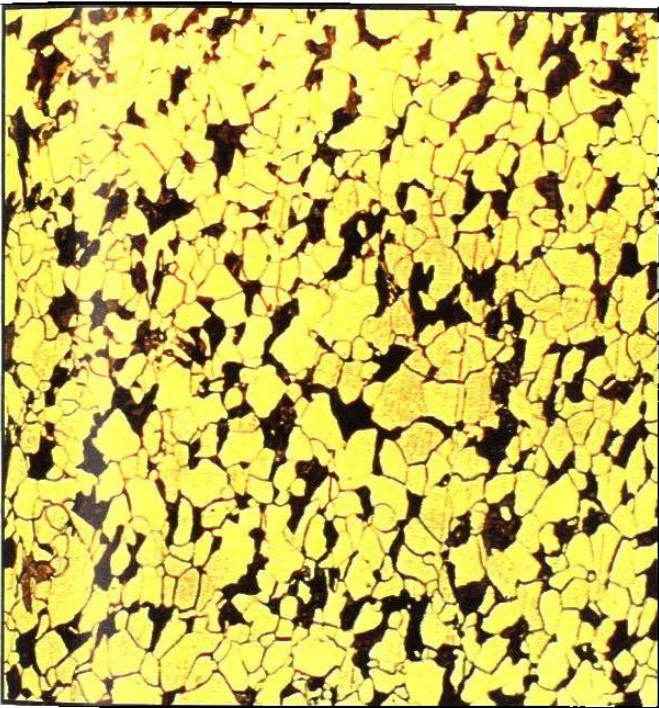


Figura 5.11. Microestructura de acero Am1.

Acero V



- % Fase Ferrita: 74.8%
- % 2da Fase: 25.2%
- Desviación estándar: 4.0819

Composición química:

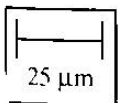
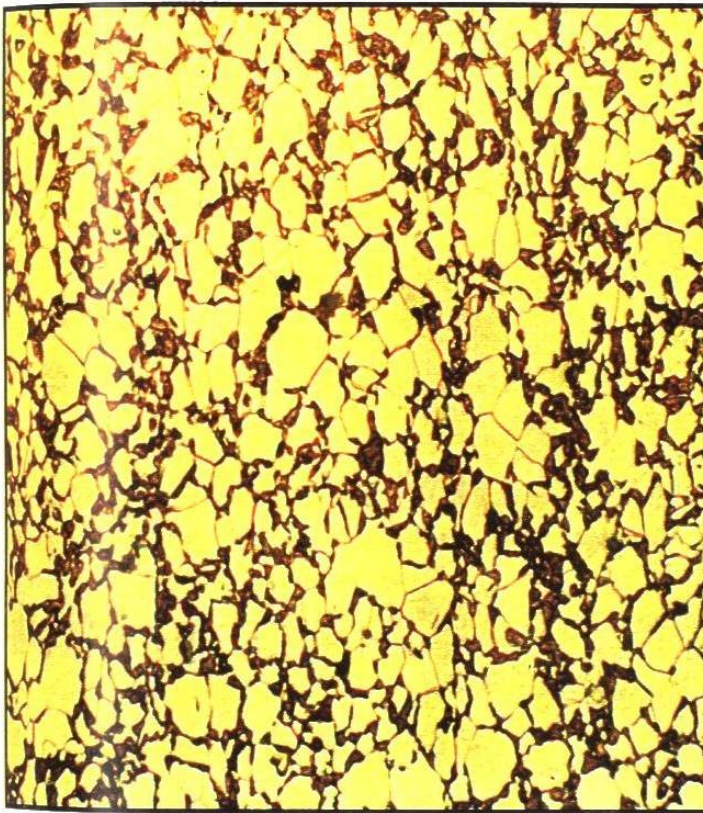
- 0.0891% C
- 1.19% Mn
- 0.487% Si

Condición:

- Rolado en caliente.

Figura 5.12. Microestructura de acero V.

Acero V1



- % Fase Ferrita:
67.765%
- % 2da Fase:
32.235%
- Desviación estándar:
4.3279

Composición química:

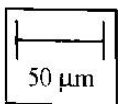
- 0.0891% C
- 1.19% Mn
- 0.487% Si

Temperatura de tratamiento intercrítico:

- 747.7°C

Figura 5.13. Microestructura de acero V1.

Acero T

**Composición química:**

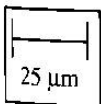
- 0.35-0.39% C
- 0.40-0.70% Mn
- 0.15-0.35% Si

Condición:

- Rolado en caliente.

Figura 5.14. Microestructura de acero T.

Acero T

**Composición química:**

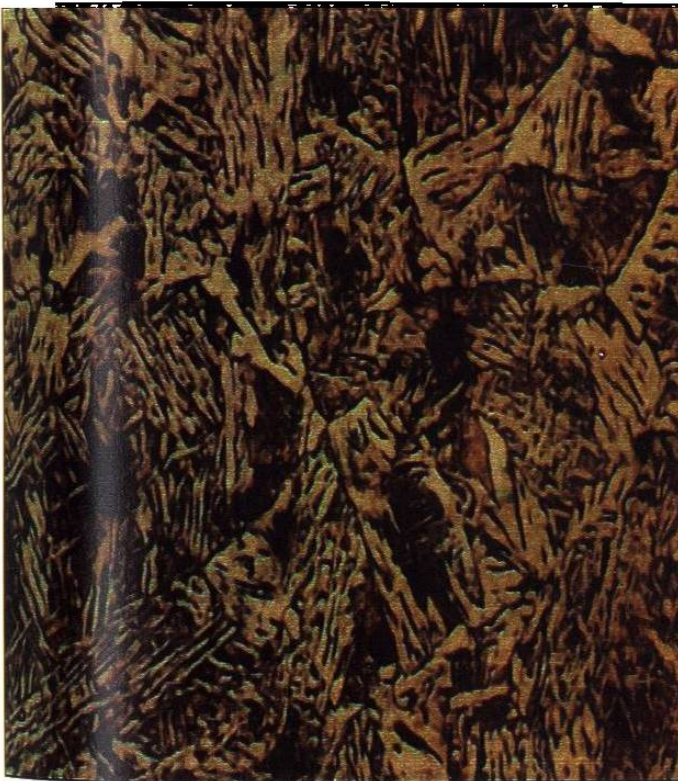
- 0.35-0.39% C
- 0.40-0.70% Mn
- 0.15-0.35% Si

Condición:

- Rolado en caliente.

Figura 5.15. Microestructura de acero T.

Acero B



25 μm

Composición química:

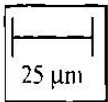
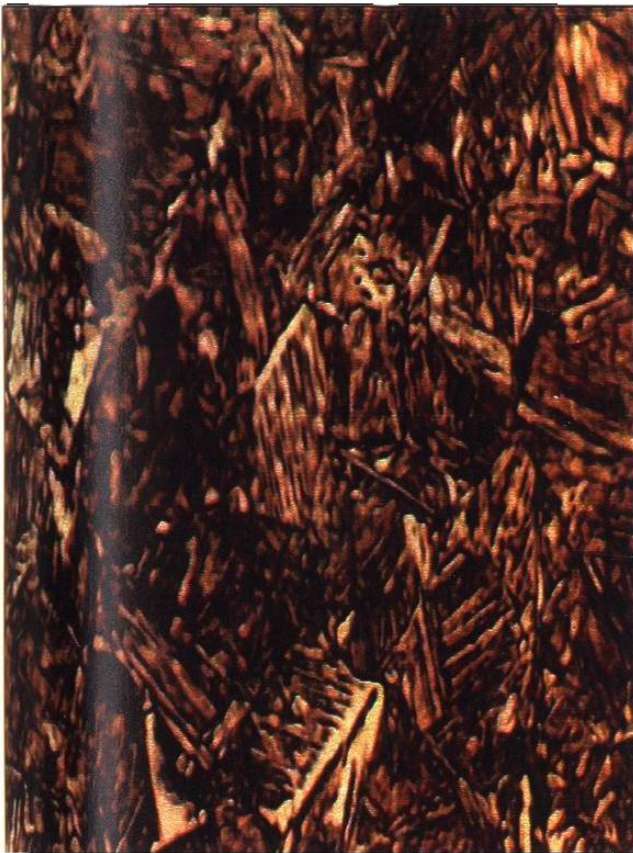
- 0.108% C
- 0.922% Mn
- 0.608% Si

Condición:

- Templado a 920°C por 4 hrs.
- Revenido a 350°C por 2 hrs.

Figura 5.16. Microestructura de acero B carburizado superficialmente. Templado y revenido.

Acero Az

**Composición química:**

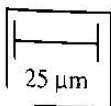
- 0.103% C
- 1.92% Mn
- 0.686% Si

Condición:

- Templado a 920°C por 4 hrs.
- Revenido a 350°C por 2 hrs.

Figura 5.19. Microestructura de acero Az carburizado superficialmente. Templado y revenido.

Acero Am



Composición química:

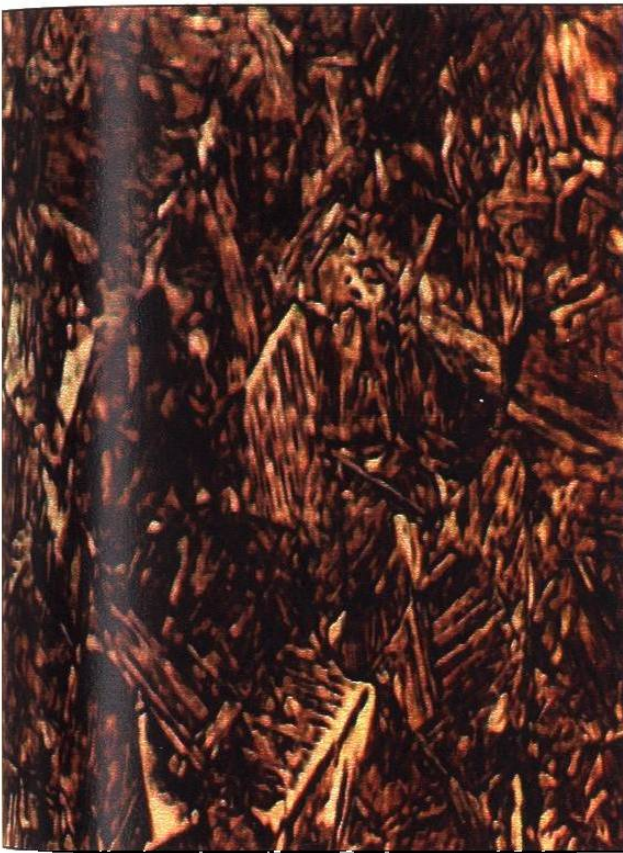
- 0.103% C
- 1.92% Mn
- 0.686% Si

•Condición:

- Templado a 920°C por 4 hrs.
- Revenido a 350°C por 2 hrs.

Figura 5.18. Microestructura de acero Am carburizado superficialmente. Templado y revenido.

Acero Az

**Composición química:**

- 0.103% C
- 1.92% Mn
- 0.686% Si

Condición:

- Templado a 920°C por 4 hrs.
- Revenido a 350°C por 2 hrs.

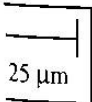


Figura 5.19. Microestructura de acero Az carburizado superficialmente. Templado y revenido.

5.6 Registro del E_{corr}

El E_{corr} del refuerzo es la diferencia de potencial eléctrico que puede medirse con el voltímetro entre el refuerzo embebido (acero) en el mortero o concreto y un electrodo de referencia situado sobre su superficie y perpendicular a la barra de acero. Figura 5.20.

Los registro de E_{corr} durante el primer mes de haber sido desmoldadas las probetas, se tomaron diariamente, posteriormente a medida que pasaba el tiempo la frecuencia de registro disminuyó hasta hacer una toma de datos cada 3 días durante 9 meses para los aceros Az1, Am1, B1 y V1, y durante 6 meses para aquellos que fueron carburizados así como para los testigo.

El equipo utilizado para el registro del E_{corr} fue un potencióstato/galvanostato PG-5EV marca VIMAR y un electrodo de referencia de Hg/HgCl_2 (calomel) saturado. En la figura 5.20 se muestra esquemáticamente la forma de obtener el registro de E_{corr} ⁽⁴⁸⁾.

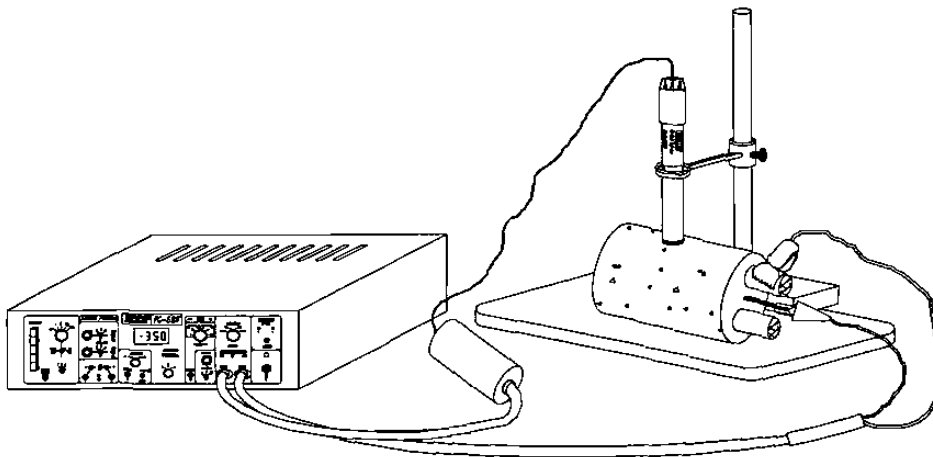


Figura 5.20. Representación esquemática para la obtención del E_{corr} según la norma ASTM G-876-91.

5.7 Medición de la velocidad de corrosión.

Para la medición de la velocidad de corrosión se utilizó el método de Resistencia de Polarización (R_p) desarrollado por Stern y Geary⁽⁴⁹⁾ en 1957 cuya ecuación en su forma más simple es la siguiente:

$$i_{corr} = B \frac{\Delta I}{\Delta E} = \frac{B}{R_p} \dots (5.1)$$

Para conocer esta R_p fue necesario polarizar al acero a través de aplicar el método electroquímico de ciclovoltametría⁽⁵⁰⁾ que consiste en aplicar al electrodo de trabajo, a partir del E_{corr} , una rampa triangular de potencial a cierta velocidad de barrido para obtener una respuesta en corriente (ΔI) y en potencial (ΔE) y aplicar la ecuación (5.1) para obtener la velocidad de corrosión (i_{corr}). Ver figura 5.21.

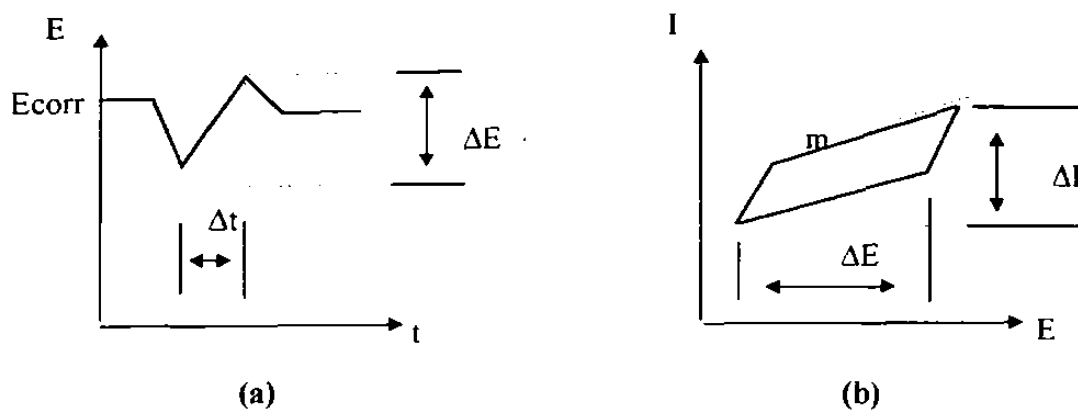


Figura 5.21 Representación esquemática a).- de una rampa de potencial (barrido) y b).- de su respuesta (ciclo).

donde m es la pendiente que resulta del ciclo como respuesta al impulso triangular de potencial, esta m es la resistencia de polarización (R_p).

De la ecuación (5.1), B es la constante que varía de 0.013 a 0.052V, por lo general se toma un valor promedio de 0.026V. Stern-Geary⁽⁴⁹⁾ determinan esta B a partir de las pendientes de Tafel que resultan de la polarización anódica y catódica en las curvas de polarización⁽²⁾.

La velocidad de barrido utilizada durante las pruebas electroquímicas fue de 50 mV/seg con un ΔE de 100 mV siendo estos valores las condiciones óptimas de experimentación para obtener una ciclovoltametría V-I simétrica para la obtención de la R_p .