



CAPÍTULO 5. MATERIALES Y METODOLOGÍA

El desarrollo experimental de este trabajo de tesis requirió la adaptación de un sistema ya existente en el Laboratorio de Propiedades Termofísicas del Instituto Mexicano del Petróleo (IMP). Se recuperaron cuatro celdas empleadas para realizar estudios previos de corrosión en el Instituto (Eustaquio-Rincón et al., 2008). En este Capítulo se describen los materiales, la metodología seguida en el trabajo experimental, las condiciones a las que se realizaron las pruebas y los sistemas estudiados.

5.1 Descripción del equipo

La velocidad de corrosión en los testigos de acero al carbón AISI 1010 y AISI 1018, por soluciones acuosas de MDEA y sales térmicamente estables, se determinó por el método gravimétrico de pérdida de peso, empleando un sistema estático. Dicho sistema consiste en un baño térmico (*Jubalo, modelo SC12; capacidad 10 L*) y un porta-celdas de elaboración propia, de placa de aluminio (Figura 13). El baño se colocó en una campana de extracción, debido a la temperatura a la que se realizaron las pruebas (120 °C, 393 K). Lo anterior para evitar que los vapores del aceite térmico contaminaran el medio ambiente del laboratorio y también para prevenir accidentes del personal cercano al equipo.

El monitoreo de la temperatura de las corridas experimentales se realizó empleando un termómetro digital (*Fluke modelo 2190A*) con termopar calibrado tipo *K* y precisión ± 0.1 K (Anexo I).

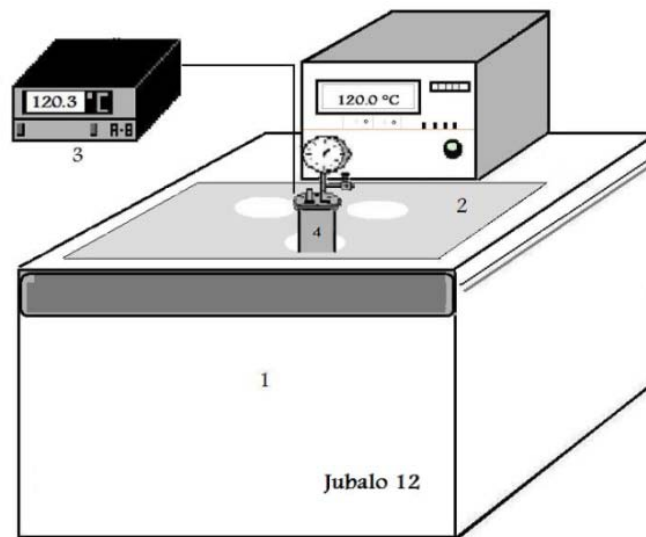


Figura 1. Sistema estático para la evaluación de velocidad de corrosión: (1) Baño térmico con control de temperatura (2) Porta-celdas, (3) Termómetro digital, (4) celda de corrosión.

Las celdas usadas para determinar la velocidad de corrosión fueron construidas de acero inoxidable 316, y estaban compuestas de dos partes importantes: el cuerpo de la celda y el porta-testigos (Figura 14). La capacidad máxima de cada celda fue de 150 cm^3 . El porta-testigos se conformó de dos tubos que cumplieron con las funciones de termopozo y alimentación del gas nitrógeno; empleado para el desgasado y pruebas de hermeticidad, respectivamente. Aunado a ello, dicho dispositivo estaba provisto de una válvula de aguja de acero inoxidable 316 (*Swagelok, Modelo SS-1R4*) y de un manómetro (*Ashcroft*), para medir la presión interna de la celda, en un intervalo de (0-6845) kPa (0-1000 libra/pulgada²). El porta-testigos aceptó un máximo de 10 testigos o cupones.

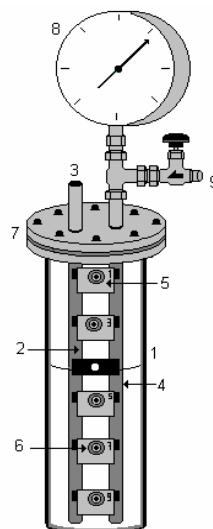


Figura 2. Celda de corrosión de acero inoxidable 316: (1) cuerpo de la celda, (2) porta-testigos, (3) termopozo, (4) tubo de entrada de nitrógeno, (5) testigo, (6) empaques de poli-tetrafluoretileno (PTFE), (7) empaque de poli-tetrafluoretileno, (8) manómetro, (9) válvula de aguja de acero inoxidable

Los testigos se fijaron al porta-testigos empleando empaques de poli-tetrafluoretileno (PTFE), que también sirvieron para evitar el contacto entre los tubos y los testigos. El montaje de los testigos se describe más adelante.

5.2 Materiales

Los materiales empleados en el desarrollo experimental de las pruebas de corrosión se listan a continuación:

- Balanza analítica AND, modelo ER182A con resolución ± 0.0001 g
- Vernier marca Scala con resolución 1/20 mm
- Vasos de precipitados Pyrex de 50 cm³
- Matraces Erlenmeyer Pyrex de 150 cm³
- Parrillas con agitación magnética marca Thermolyne modelo Cimarec[®] 2
- Agitadores magnéticos
- Estufa Marca *Kimet* (110 °C)
- Desecador



- Sistema de vacío
- Sistema de inyección de nitrógeno
- Dispositivo mecánico para pulido de testigos

5.3 Reactivos

Las soluciones acuosas se elaboraron con N- metildietanolamina de pureza comercial. (Aldrich, ± 99.9) y agua bidestilada. Los compuestos que se estudiaron en este trabajo de investigación sobre la velocidad de corrosión, así como su pureza y proveedor se muestran en la Tabla 6.

Tabla 1. Reactivos empleados en las pruebas de corrosión

Compuesto	Fórmula química	Pureza % molar	Proveedor
Bicina	$C_6H_{13}NO_4$	± 99.9	Sigma®
Ácido oxálico	$H_2C_2H_4$	≥ 99.8	Fermont*
Oxalato de sodio	$C_2Na_2O_4$	99.9	Fluka
Ácido fórmico	CH_2O_2	≥ 98.0	Fluka
Formiato de sodio	CHO_2Na	99.0	Sigma®
Ácido acético	CH_3COOH	99.02	J.T. Baker
Acetato de sodio	$CH_3COOH \cdot 3H_2O$	100	Fermont*

* Reactivos de Monterrey

Los reactivos empleados para la limpieza de los testigos antes de las pruebas de corrosión se muestran en la Tabla 7.

Tabla 2. Compuestos de limpieza de testigos antes de las pruebas

Compuesto	Fórmula molecular	Pureza% molar	Proveedor
Hexano	C_6H_{14}	99.9	Aldrich
Acetona	C_3H_6O	99.7	J.T. Baker



Por otra parte, los reactivos empleados en las soluciones de limpieza posterior a las pruebas se presentan en la Tabla 8.

Tabla 3. Reactivos empleados para la limpieza posterior a las pruebas de corrosión

Compuesto	Fórmula molecular	Pureza % molar	Proveedor
Ácido clorhídrico	HCl	36.5	Aldrich
Cloruro estañoso	SnCl ₂	98.1	J.T. Baker
Trióxido de antimonio	Sb ₂ O ₃	99.2	J.T. Baker
Bicarbonato de Sodio	NaHCO ₃	100	J.T. Baker
Benceno	C ₆ H ₆	99.9	Aldrich

La composición y concentración de los aceros al carbón empleados en la experimentación reportadas por el Instituto Americano de Acero y Hierro, dependiendo su clasificación, (AISI por sus siglas en inglés) se reporta en la Tabla 9.

Tabla 4. Composición y concentración en por ciento masa de los aceros al carbón estudiados

Acero al carbón	C	Mn	P	S
AISI 1010	0.08-0.13	0.30-0.60	0.04	0.050
AISI 1018	0.15-0.20	0.60-0.90	0.04	0.050

La diferencia en concentración para obtener el 100 % masa, se le asigna al Hierro (Fe).



5.4 Descripción de las pruebas

La metodología a seguir en las pruebas de corrosión se basó en el método de la norma ASTM G1-03, la cual da los procedimientos para la preparación, limpieza y evaluación de la velocidad de corrosión en testigos usados en pruebas de laboratorio. Se realizaron modificaciones al método, con base en recomendaciones de experimentación previa (Eustaquio-Rincón et al., 2008) y de información bibliográfica sobre métodos de prueba y evaluación de corrosión. En la Figura 15 se ilustra la metodología utilizada en este trabajo para la determinación de velocidad de corrosión por el método de pérdida de peso, incluyendo las modificaciones realizadas.

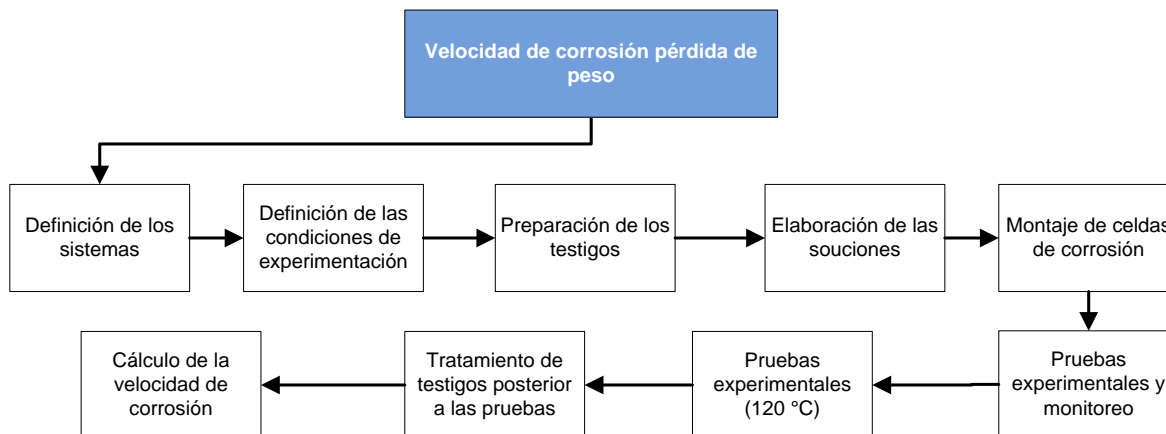


Figura 3. Metodología para determinación de velocidad de corrosión por pérdida de peso.

A continuación se describen los procedimientos de la metodología ilustrada en la Figura 15, a partir de la preparación de los testigos.

5.4.1 Método de preparación de los testigos

El acondicionamiento de los testigos para las pruebas de corrosión requirió una serie de pasos con el objeto de asegurar que la superficie de estos se encontrara en las condiciones recomendadas por la literatura (Sheler et al, 1995). En la Figura 16 se muestra el procedimiento empleado para la preparación de los testigos utilizados en las pruebas de corrosión.



Figura 4. Metodología para la preparación de testigos

Se elaboraron testigos en forma cuadrangular, de (2.200 x 2.200) cm aproximadamente (Figura 17). Se observa que los testigos poseen una perforación circular, la cual se empleó para fijarlos al porta-testigos de cada celda. Los testigos de acero AISI 1010 se cortaron de una lámina del material con un grosor de 0.130 cm.; mientras que, los de acero al carbono AISI 1018 se elaboraron a partir de una barra sólida, empleando un torno mecánico.

Los testigos se pulieron hasta que su superficie no presentara marcas evidentes originadas por el proceso de cortado. El pulido se realizó empleando un dispositivo mecánico con arena de tamiz de 1 μ m. El tiempo de pulido de los lotes de testigos varió dentro de un intervalo de (138-499.5) hrs, debido al tipo de acero y sus condiciones superficiales.

Los testigos pulidos se marcaron con números arábigos consecutivos a fin de identificarlos y tener un control adecuado de sus valores de masa y dimensiones, en cada prueba. El marcado de los testigos se realizó con un sello metálico, martillado manualmente.

Los testigos marcados se sumergieron en hexano por intervalo de media hora con el objeto de remover cualquier impureza de grasa o aceite presente durante el proceso de pulido en el dispositivo mecánico.

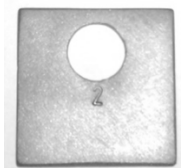


Figura 5. Testigo de acero al carbón

La masa de los testigos pulidos y limpios se obtuvo empleando una balanza analítica. Las dimensiones largo (L), ancho (A) y espesor (E), de cada testigo, se determinaron empleando un vernier. De igual forma, se determinaron las dimensiones del diámetro de los empaques de PTFE, que se emplearon para sujetar los testigos en el soporte, a fin de poder calcular el área total de exposición de los testigos. Dicha área se incluirá más adelante.

5.4.2 Elaboración de soluciones

Se elaboraron soluciones acuosas de MDEA (50 % *m/m*) y sales térmicamente estables o ácidos orgánicos para cada corrida de corrosión (Anexo III). Para ello, se empleó una balanza analítica. En cada corrida, las soluciones se homogenizaron en parrillas con agitación magnética durante un tiempo aproximado de cinco horas. El volumen de solución preparada para cada concentración de sal o ácido orgánico fue de 180 o 90 g, si se empleaban dos celdas con un sistema o sólo una respectivamente, debido a que cada celda empleó aproximadamente 85 g de solución.

5.4.3 Montaje de las celdas

Los pasos realizados para montar las celdas de corrosión se muestran en la Figura 18. Para el montaje de las celdas se realizaron pruebas de hermeticidad a las celdas de corrosión con el objeto de asegurar que no existieran fugas en ellas. Para ello, las celdas vacías se armaron, se les inyectó nitrógeno a una presión de 300 libras/pulgada² y se colocaron en un baño de agua para determinar si alguno de los elementos de la celda presentaba fugas.

En el caso del montaje de los testigos, la posición que cada uno ocuparía en el portatestigos se asignó antes de su montaje. Lo anterior para identificar y tener el control del número de testigos en cada una de las fases y su ubicación en la celda.

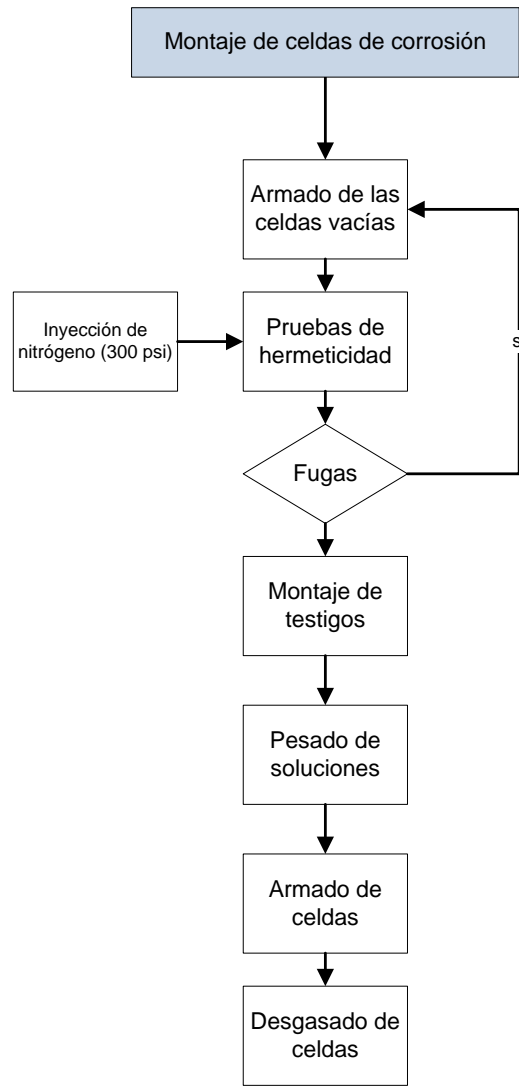


Figura 6. Metodología para el montaje de las celdas

Los testigos se fijaron al porta-testigos con tornillos y se separaron con barriles de acero inoxidable y se utilizaron empaques PTFE y rondanas metálicas para evitar el contacto de los testigos con los tornillos (Figura 19). Una vez montados los testigos se realizó la limpieza de los soportes de los porta-testigos. Estos se sumergieron por intervalo de 5 minutos en agua caliente, se enjuagaron con acetona y, se sumergieron en hexano por 3 minutos.

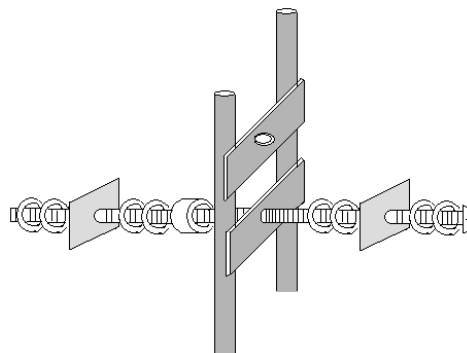


Figura 7. Montaje de testigos

El armado de la celda se realizó después de la limpieza de los soportes de los porta-testigos. Se colocaron tornillos para unir los elementos de las celdas de corrosión con ayuda de un tornillo mecánico para evitar posibles fugas en las bridas de las celdas.

El desgasado de las celdas consistió en la inyección de nitrógeno a una presión de 100 libras/pulgada² y el vacío de la celda hasta mantener la presión constante. Para la inyección del nitrógeno, se cerraron las válvulas de las celdas y éstas se invirtieron. Posteriormente, las celdas se conectaron a un sistema de inyección de nitrógeno por medio de la válvula, la cual se abrió para dejar pasar el nitrógeno a la celda, la válvula se cerró nuevamente cuando se alcanzó la presión requerida. La celda se desconectó del sistema y se desfogó, abriendo lentamente la válvula. El vacío de la celda se alcanzó conectando ésta a un sistema de vacío, el cual contaba con un medidor de presión. Es importante mencionar que no se tuvo pérdida de solución al realizar este procedimiento debido a que el tubo por donde se hizo burbujear la solución se encontró a una altura mayor en comparación al nivel de la solución.

5.4.4 Inicio de las pruebas y monitoreo

Para el inicio de las pruebas el baño térmico se calentó hasta alcanzar los 120 °C. Alcanzada dicha temperatura se colocaron las celdas de corrosión en la base del porta-testigos, se midió la presión de las celdas. A lo largo del tiempo en el que se llevaron a cabo las pruebas de corrosión se registró la temperatura del baño y presión del baño cada hora durante un intervalo de aproximadamente ocho horas por cada día de prueba.



5.4.5 Tratamiento de los testigos posterior a las pruebas

En la Figura 20 se muestran los procedimientos para realizar el tratamiento posterior a las pruebas de corrosión. Al finalizar cada prueba, las celdas se retiraron del sistema y se dejaron enfriar en un baño de agua a temperatura ambiente. Posterior a ello, se desfogó la presión contenida en ellas y se abrieron en una campana de extracción. Se realizaron las observaciones de la apariencia de los testigos y de las soluciones.

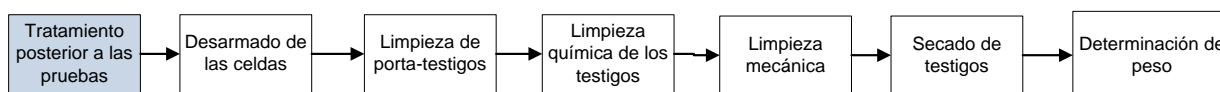


Figura 8. Metodología a realizar posterior a las pruebas de corrosión

El procedimiento de limpieza de los testigos requirió una serie de pasos. Los porta-testigos se enjuagaron con agua corriente. Posteriormente, estos se desmontaron y se enjuagaron nuevamente con agua. La limpieza química se efectuó sumergiendo cada testigo, manteniendo agitación por intervalo de un minuto, en las siguientes sustancias:

- a) Benceno
- b) Acetona
- c) Agua bidestilada
- d) Solución de ácido clorhídrico 93 % masa, trióxido de antimonio 2 % masa y cloruro estañoso 5 % masa.
- e) Solución de bicarbonato de sodio 5% masa.
- f) Agua bidestilada

La limpieza mecánica consistió en el lavado de los testigos con jabón y un cepillo de cerdas suaves, enjuagándolos perfectamente con agua bidestilada. Los testigos se colocaron en cajas Petri y se secaron en una estufa eléctrica, a 105 °C, por espacio de una hora. Estos se enfriaron en un desecador durante media hora para posteriormente determinar su masa.

5.4.6 Cálculo de velocidad de corrosión

La velocidad de corrosión, en milésimas de pulgada por año (mpy), se calculó empleando la ecuación 3. (ASTM, 2003)

$$\text{velocidad de corrosión} = \left(\frac{KW}{A_T TD} \right)$$

Ecuación 1

donde K corresponde a una constante para el ajuste de unidades (Véase Anexo I), T es el tiempo de exposición en horas, W es la masa perdida en gramos, D es la densidad del material en g/cm^3 y A es el área de exposición del testigo en cm^2 .

La Figura 21 muestra un esquema de las dimensiones del testigo y empaque considerados en el cálculo del área de exposición.

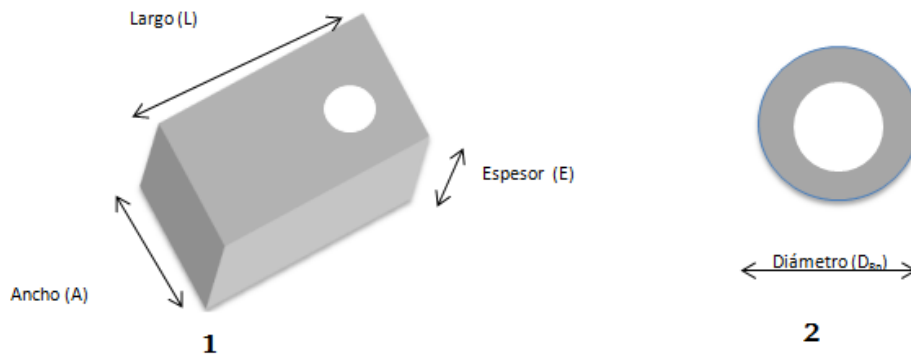


Figura 9. Diagrama esquemático de: (1) Testigo (2) Empaque de PTFE

El área total (A_T) de exposición de cada testigo se calculó empleando la Ecuación 12. Se consideró el área de cada una de las caras (A_1): anverso, reverso y caras laterales; y se restó la correspondiente a los empaques de las caras superior e inferior de los testigos; (A_2) y (A_3) respectivamente.

$$A_T = A_1 - (A_2 + A_3)$$

Ecuación 2



$$A_1 = 2(L * A) + 2(L * P) + 2(P * A)$$

Ecuación 3

$$A_2 = \pi \left(\frac{DR_1}{2} \right)^2$$

Ecuación 4

$$A_3 = \pi \left(\frac{DR_2}{2} \right)^2$$

Ecuación 5