

CAPITULO 1

ANTECEDENTES

1.1.- Introducción.-

Históricamente se han desarrollado diversos medios para prevenir o retardar el proceso de corrosión en los productos elaborados a base de acero, incluyendo pinturas y recubrimientos, los cuales sin embargo tienen una vida de trabajo muy limitada y requieren de un reemplazo constante, por lo que la fabricación de aleaciones es la mejor opción, protegiendo no solo de la corrosión superficial, sino también de la que existe en el interior del material. Una gran familia de aleaciones se ha desarrollado para satisfacer los requerimientos de resistencia a la corrosión, a la temperatura, o a ambos. Dichas aleaciones son conocidas como aceros inoxidable.

El cromo como elemento fué descubierto en 1797 por el francés Vanquelin (4), y durante el transcurso del siglo XIX diversos investigadores, tanto americanos como europeos, desarrollaron algunas aleaciones con un cierto contenido de cromo, las cuales sin embargo no impedían su oxidación.

A pesar de los avances logrados en el siglo XIX, los aceros inoxidable, como tales, no fueron desarrollados sino hasta los albores del siglo XX, y alrededor de 1920 el mercado ya se había desarrollado sustancialmente, además de tener un gran auge para la fabricación de armamento durante la segunda guerra mundial, y otras aplicaciones importantes (5).

Los primeros aceros inoxidable fueron hechos en crisoles a gas, y posteriormente en hornos eléctricos de inducción, sin embargo ese tipo de hornos eléctricos fueron sustituidos en los años 40's por el horno de arco, mediante el cual sí era posible disminuir el contenido de carbono y por lo tanto mejorar su resistencia a la corrosión.(6)

Sin embargo, y después de diversas modificaciones que fué sufriendo el proceso de fabricación, hoy en día una gran parte de la producción de acero inoxidable se realiza mediante el proceso conocido como Decarburización por Oxígeno-Argón (AOD, por sus siglas en inglés).(6, 7)

La propiedad de resistencia a la corrosión de los llamados aceros inoxidable, se debe a una película delgada, adherente y estable de óxido de cromo que se forma en la superficie y que protege efectivamente al acero contra muchos medios corrosivos. Esta propiedad no es evidente en los aceros estructurales de bajo carbono y existe sólo cuando el contenido de cromo excede el 12 %.

Sin embargo, el contenido de cromo no es la única variable que afecta la resistencia a la corrosión de los aceros inoxidable, esto es, también los tratamientos térmicos, la condición superficial y los procesos de fabricación pueden cambiar su respuesta en un medio específico. (3)

Así mismo, el cromo puede llegar a provocar un severo deterioro en las propiedades mecánicas de los aceros, por lo cuál la mayoría de los aceros inoxidables comerciales tienen un contenido de cromo que varía desde un 12 % hasta un 18 %. (8, 9)

1.2.- Tipos de aceros inoxidables.-

Dependiendo del tipo de microestructura los aceros inoxidables se pueden clasificar en seis clases principales. Estas clases son: ferríticos, martensíticos, austeníticos, austeníticos substituídos al manganeso, duplex austeníticos-ferríticos y endurecidos por precipitación. (10)

1.3.- Nomenclatura de los aceros inoxidables.

El Instituto Americano del Hierro y el Acero (AISI, por sus siglas en inglés) identifica los distintos grados de los aceros inoxidables utilizando un sistema de numeración de tres dígitos.

Los grados austeníticos son designados por los números de las series 200 y 300, mientras que los grados ferríticos y martensíticos son designados por los números de la serie de los 400. Por ejemplo, algunos de los aceros austeníticos más comunes son identificados como 201, 301, 304, 316, los ferríticos como 430 y 446, y los martensíticos como tipos 410, 420, y 440C. (Tabla I) (11, 12)

Tabla I.- Distintos grados y características de los aceros inoxidables. (11)

DESIGNACION DE LA SERIE	GRUPOS
2XX	Cr-Ni-Mn, no endurecibles, austeníticos, no magnéticos.
3XX	Cr-Ni, no endurecibles, austeníticos no magnéticos.
4XX	Cr, endurecibles, martensíticos, magnéticos.
4XX	Cr, no endurecibles, ferríticos, magnéticos.
5XX	Cr, bajo Cr, resistentes al calor.

1.4.- Tipos más comunes de corrosión encontrados en los aceros inoxidable.-

Algunos estudios han demostrado que aproximadamente el 55 % de las fallas encontradas en piezas construidas con material inoxidable, son atribuibles directamente a la corrosión, mientras que el resto se debe a fallas mecánicas. (10).

La distribución del tipo de corrosión encontrado en dicho estudio se reporta en la tabla II.

1.5.- Composición, estructura, y propiedades mecánicas de los aceros inoxidable.-

1.5.1.- Aceros inoxidable austeníticos.-

Este tipo de aceros son esencialmente no magnéticos y no endurecen por tratamiento térmico. Se pueden trabajar fácilmente en caliente o en frío; el trabajo en frío les desarrolla una amplia variedad de propiedades mecánicas y, en esta condición, el acero puede llegar a ser ligeramente magnético. Son muy resistentes al impacto y difíciles de maquinar, a menos que contengan azufre y selenio. Estos aceros tienen la mejor resistencia a altas temperaturas (11).

Tabla II.- Fallas más comunes en los aceros inoxidable. (10)

TIPO DE FALLA	PORCENTAJE DE FALLAS ENCONTRADAS
General	15.2
Fractura por esfuerzo y corrosión	13.1
Picadura	7.9
Intergranular	5.6
Corrosión- Erosión	3.8
Corrosión en soldadura	2.5
Corrosión Fatiga	1.5
Oxidación	1.3
Corrosión en hendiduras	0.9
Otras	3.4
% Total de fallas por Corrosión	55.2
% de fallas mecánicas	44.8

1.5.2.- Aceros inoxidables al níquel.-

La serie AISI 300. La serie AISI 300 representa por mucho la categoría más grande de aceros inoxidables producidos. La composición de algunos aceros de la serie 300 se muestra en la tabla III.

Tabla III.- Composición de algunos aceros austeníticos, serie 300.

AISI	Cr	Ni	C	Mn	Si	P	S	Otros
301	16-18	6-8	0.15	2.0	1.0	0.045	0.030	--
304	18-20	8-10.5	0.08	2.0	1.0	0.045	0.030	--
316	16-18	10-14	0.08	2.0	1.0	0.045	0.030	Mo 2-3
316L	16-18	10-14	0.03	2.0	1.0	0.045	0.030	Mo 2-3
384	15-17	17-19	0.08	2.0	1.0	0.045	0.030	--

1.5.3.- Otros elementos aleantes.-

Carbono.- Es un elemento deseable en los aceros inoxidables martensíticos, donde es necesario para las transformaciones de fase; sin embargo, para el resto de los inoxidables es un elemento indeseable ya que provoca la formación de carburos de Cromo, debilitando algunas zonas del acero.

Níquel.- Provoca un efecto favorable para acelerar la formación de la capa protectora superficial, además de estabilizar la estructura austenítica

Molibdeno.- Actúa estabilizando la capa superficial de cromita, especialmente cuando el contenido de cromo es muy alto.

Nitrógeno.- En combinación con el manganeso, es utilizado para estabilizar la estructura austenítica y retardar la formación de fases intermetálicas.

Titanio y Niobio.- Pueden ser agregados para remover carbono de la solución en forma de carburos, pero también pueden provocar la formación de óxidos, nitruros y sulfuros. En combinación con el tantalio reducen la corrosión intergranular.

Cobre.- Se agrega para incrementar la resistencia al ácido sulfúrico y a otros medios.

Se pueden usar otros elementos para incrementar la maquinabilidad (como el azufre, plomo, selenio), la resistencia a la corrosión (aluminio, silicio) o las propiedades mecánicas (vanadio, zirconio, boro). (13)

1.6.- Corrosión por gases calientes.-

1.6.1.- Introducción.-

Los aceros inoxidable son materiales muy utilizados en una amplia gama de procesos, sin embargo, cuando se ponen en contacto con gases a altas temperaturas, reaccionan formando en su superficie óxidos cuya composición depende de la naturaleza de los gases.

1.6.2.- Oxidación.-

La oxidación es la principal forma de corrosión de aceros inoxidable utilizados en los procesos donde se involucran gases a altas temperaturas. Puede ocurrir en presencia de oxígeno, aire, dióxido de carbono, vapor, o alguna atmósfera industrial compleja. (14)

Entre las técnicas utilizadas para medir la oxidación, se encuentra la medición del cambio en peso por unidad de área, así como diversas técnicas metalográficas.

1.6.3.- Termodinámica de la oxidación.-

Si el cambio en la energía libre (ΔG) acompañando la transición de un sistema de un estado a otro es negativo, se indica una pérdida en la energía libre y por lo tanto una reacción espontánea. Esto es, si ninguna fuerza externa actúa sobre el sistema, éste tenderá a transformarse a su estado de mínima energía. (15)

Por el contrario, si el cambio en la ΔG es positivo, se indica que la transición requiere de energía adicional para poder llevarse a cabo. Sin embargo, no es posible predecir con precisión la rapidez de una reacción utilizando solamente el sentido de la energía libre, ya que solamente refleja la dirección de la reacción.

Debido a la variación de la ΔG con respecto a la temperatura absoluta de su óxido, los metales pueden oxidarse muy lentamente (metales nobles) o bien, ser más reactivos. Sin embargo, el valor de ΔG disminuye con el aumento de la temperatura, por lo que los óxidos se vuelven menos estables (2).

El cambio en la energía libre (ΔG) que acompaña una reacción electroquímica, puede ser expresado por la sig. ecuación:

$$\Delta G = - nFE \quad (\text{ec. } 1)$$

- Donde: ΔG es el cambio en la energía libre.
 n es el número de electrones involucrados en la reacción.
 F es la constante de Faraday.
 E es el potencial de la celda. (2)

Utilizando lo anterior, con la termodinámica, o más específicamente, con los potenciales de celda E , se puede afirmar que “ el proceso de corrosión puede o no llevarse a cabo, aún y cuando la dirección espontánea de una reacción indique la oxidación del metal. Si la reacción se desarrolla con una rapidez despreciable, entonces el material será esencialmente inerte” (2).

1.6.4.- Cinética de la oxidación.-

Debido a que durante los procesos de oxidación los sistemas no están en equilibrio, los cálculos termodinámicos no pueden aplicarse, por lo que ahora el enfoque es hacia la cinética de la rapidez de corrosión. A esa desviación del potencial desde el equilibrio se le llama polarización, y su magnitud mide en términos de sobrevoltaje.

Debido a que los productos de la reacción de oxidación generalmente se depositan en la superficie del metal, la rapidez de oxidación usualmente se expresa como ganancia en peso por unidad de área.

Sin embargo, existen diversos factores que afectan la velocidad de crecimiento de la capa de óxido, por ejemplo, si la capa es homogénea y continua, se puede decir que la capa de óxido es protectora, pero si la capa de óxido es porosa o con grietas la capa será no-protectora.

La teoría del potencial mixto, atribuida a Wagner y Traud en 1938, consiste de dos hipótesis:

- 1.- Cualquier reacción electroquímica puede ser dividida en dos o más reacciones parciales de oxidación y reducción.
- 2.- No puede haber acumulación neta de carga eléctrica durante una reacción electroquímica.

De las dos hipótesis anteriores, se desprende que durante el proceso de corrosión de una muestra metálica, eléctricamente aislada, la rapidez de las reacciones de oxidación debe ser igual a la rapidez de las reacciones de reducción.

1.6.5.- Pasividad.

La pasividad es un fenómeno inusual observado durante la corrosión de ciertos metales y aleaciones. Puede ser definido simplemente como la pérdida o la disminución de la reactividad química de un metal bajo ciertas condiciones ambientales, sin embargo queda abierta la posibilidad de otra transición, del estado pasivo al estado activo (estado transpasivo) (3).

Diversos experimentos han demostrado que la pasividad es el resultado de la formación de una película superficial, cuyo comportamiento es muy especial, debido a que cualquier cambio en las condiciones ambientales puede generar un cambio en el metal, desde un estado activo a uno pasivo, y viceversa (16, 17, 18, 19)

A pesar de lo anterior, es posible controlar las condiciones ambientales para lograr que un metal se mantenga dentro de su región pasivada, lo cual provoca que la velocidad de corrosión disminuya enormemente.

1.6.6.- Relación de Pilling-Bedworth.

En uno de los primeros estudios científicos de la oxidación, Pilling y Bedworth propusieron un método que lleva su nombre para determinar si la capa formada en la superficie de un metal es protectora o no; matemáticamente, puede describirse de la siguiente manera (13):

$$R = \frac{Md}{nmD} \quad (\text{ec. 2})$$

Donde: R: volumen de óxido formado.

M, d: peso molecular y densidad del óxido, respectivamente.

n: número de átomos de metal en la fórmula molecular de la capa de óxido.

m, D: peso atómico y la densidad del metal, respectivamente.

De acuerdo a Pilling-Bedworth, si la relación R es menor a la unidad, no se produce el suficiente óxido para cubrir el metal, por lo que la capa de óxido será no protectora; si la relación es mucho mayor a la unidad, se generarán enormes esfuerzos de compresión internos que ocasionan la ruptura de la capa, provocando una resistencia a la oxidación muy baja. De acuerdo a lo anterior, tenemos que para lograr que la capa formada sea protectora la relación ideal R debe ser cercana a 1. La tabla IV muestra la relación de Pilling-Bedworth de algunos materiales.

Tabla IV.- Relación de Pilling-Bedworth para algunos materiales.

OXIDOS PROTECTORES	OXIDOS NO-PROTECTORES
Be - 1.59	Li - 0.57
Cu - 1.68	Na - 0.57
Cr - 1.99	W - 3.40
Fe - 1.77	Mo - 3.40
Ni - 1.52	V - 3.18

Sin embargo, esta relación fué concebida como un criterio empírico, por lo que para determinar la resistencia a la corrosión de un material, es necesario considerar otras propiedades y características, así como la aplicación específica del material.

Además de la relación de Pilling-Bedworth, existen otros factores que afectan la resistencia a la oxidación de un metal, por ejemplo, el óxido metálico debe de tener un coeficiente de expansión similar al del sustrato, buena adherencia, alto punto de fusión, y baja conductividad eléctrica, entre otros.

1.6.7.- Mecanismos de crecimiento de óxidos.

Existen varios postulados empíricos que predicen el comportamiento del crecimiento de los óxidos, los cuales son mostrados en la fig. 1.

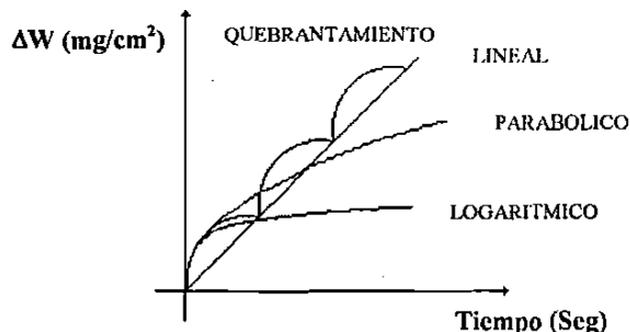


Fig. 1.- Mecanismos de crecimiento de óxidos.

El más simple de los mecanismos mencionados, es el que sigue un comportamiento lineal, esto es, el aumento en el espesor de la capa de óxido es directamente proporcional al tiempo; está dada por la sig. ecuación (2):

$$W = k_L t \quad (\text{ec. 3})$$

Donde: W : es la ganancia en peso por unidad de área

t : es el tiempo

k_L : es la constante de velocidad lineal

Este tipo de comportamiento es característico en metales cuya capa de óxido superficial es muy porosa (R menor a 1), como el sodio y el potasio.

La ley de crecimiento parabólico, que rige el comportamiento de los óxidos está dada por:

$$W^2 = k_p t + C \quad (\text{ec. 4})$$

Donde: K_p : es la constante de velocidad parabólica.

C : es una constante.

Esta forma de comportamiento se aprecia en los materiales con una R mayor a la unidad, lo cual nos indica que la capa de óxido es protectora y se presenta en metales como Cu, Ni, Fe, Cr, Co, etc.

La ley de crecimiento logarítmica se puede expresar como:

$$W = k_e \log (Ct + A) \quad (\text{ec. 5})$$

Donde: K_e, C, A : son constantes

El comportamiento logarítmico se observa en capas de óxido muy delgadas a bajas temperaturas, y resulta del efecto de campos eléctricos que asisten al transporte iónico a través de la cascarilla, en el interior de las capas de óxido. Algunos materiales que presentan este comportamiento son Al, Cu, Fe y algunos otros metales, a temperatura ambiente.

Bajo ciertas condiciones, algunos metales siguen la ley de crecimiento cúbico, de acuerdo a la siguiente relación:

$$W^3 = k_c t \quad (\text{ec. 6})$$

Donde: k_c, C : son constantes

Usualmente este comportamiento está restringido a períodos cortos de exposición. Sin embargo no es muy común o significativo.

El tipo de crecimiento por rompimiento o "break-away" tiene lugar cuando se tienen grandes esfuerzos en la capa de óxido, los cuales pueden llegar a causar fallas y agrietamientos, provocando que un comportamiento del tipo parabólico se convierta en uno aproximadamente lineal.

Analizando la fig. 1, se puede observar que la oxidación que presenta una rapidez lineal es la más perjudicial de los modelos analizados, ya que la rapidez de corrosión se incrementa con el tiempo, mientras que los comportamientos parabólico y logarítmico aparentemente alcanzan un espesor máximo, con lo cual prácticamente el proceso de corrosión se detiene (2).

CAPITULO 2

CONDICION SUPERFICIAL

2.1.- Introducción.-

Diversas investigaciones han demostrado que uno de los principales factores que afectan el comportamiento de los aceros inoxidables sometidos a altas temperaturas son las condiciones de operación de la superficie de trabajo de dichos aceros; sin embargo no se han establecido claramente las diferencias entre la condición superficial y su efecto sobre la resistencia a la corrosión (16, 17, 18, 20)

2.2.- Variables principales.-

Además de los elementos mencionados en el capítulo anterior, en los procesos industriales existen otras variables que pueden afectar, en diversas magnitudes, la rapidez de corrosión de los aceros inoxidables; en el presente trabajo se mencionarán solamente las más significativas de ellas.

2.2.1.- Atmósfera de trabajo.-

La mayoría de los procesos industriales requieren de atmósferas de trabajo que contienen principalmente oxígeno y carbono, con diversos valores de actividad y presión; sin embargo, algunos procesos requieren de atmósferas más agresivas, las cuales llegan a reaccionar químicamente con los aceros inoxidables.

Si además de lo anterior consideramos que la mayoría de los procesos industriales se llevan a cabo a altas temperaturas, resulta que los materiales que son expuestos a dichas atmósferas y por períodos prolongados de tiempo, sufren comúnmente de oxidación, carburización, o incluso de oxi-carburización, formando delgadas capas de óxido que bajo ciertas condiciones funcionan como capas protectoras (20).

2.2.2.- Temperatura de trabajo.-

Como se discutió en el Capítulo 1, el uso de los aceros inoxidable en procesos desarrollados a alta temperatura, está condicionado a la rapidez de formación de una capa superficial en el material, la cuál puede ser protectora, semiprotectora o no-protectora, y que se forma debido a la reacción entre el metal y el gas, dependiendo de la temperatura de trabajo.

2.2.3.- Condición superficial del material.-

Como se mencionó anteriormente, la función de la condición superficial dentro del mecanismo de corrosión no está bien definida, aún y cuando se menciona en diversas investigaciones como uno de los principales factores que propician el desarrollo de la corrosión.

Este trabajo parte de la hipótesis compartida por diversos investigadores (7, 8, 9) de que un acabado superficial burdo - pulido con lija 180 SiC. - presenta una rapidez de oxidación muy similar a la que genera un acabado superficial fino - pulido con lija 1000 SiC. -, la cuál a su vez es menor que la rapidez de oxidación observada para un acabado superficial intermedio - obtenida en este estudio al pulir las muestras con lija grado 400 SiC. Para corroborar la hipótesis de una manera cualitativa, se hace uso de diversas técnicas, como el análisis de imágenes y análisis termogravimétrico.

Hasta el momento, en diversas investigaciones previas la mayoría de las pruebas se ha realizado utilizando principalmente dos tipos de acabado superficial: uno con un acabado superficial ligeramente rugoso, que resulta del hecho de pulir las muestras con una lija SiC 180 y el otro es un acabado superficial electropulido. (16, 17, 18)

Aún y cuando los estudios previos han utilizado distintas condiciones para la realización de los experimentos (como por ejemplo, variando la actividad de los elementos de la atmósfera de trabajo y/o las presiones parciales de los mismos), uno de las propuestas comunes que se generan en cada uno de ellos (16, 17), es el hecho de que las muestras no-pulidas, presentan una menor resistencia a la corrosión; sin embargo esa diferencia con respecto a las muestras electropulidas no ha sido cuantificada debido a que las pruebas son de larga duración por lo que se requeriría de un largo periodo de observación del comportamiento del material en una aplicación industrial real.

En resumen, dos de las más importantes observaciones que han aportado hasta el momento diversas investigaciones (16, 17) son las siguientes:

- 1.- La condición superficial tiene un efecto significativo en la resistencia a la corrosión de diversos aceros; esto ha sido evidente debido a que las investigaciones incluyen tratamientos mecánicos que inducen deformación superficial. (17)
- 2.- Independientemente del resto de las variables que pueden afectar el comportamiento de las muestras, se ha encontrado que a temperaturas superiores a los 925° C, los efectos de la condición superficial prácticamente desaparecen; esto es, el comportamiento de las muestras ante la corrosión es el mismo, sin importar su condición superficial. (18)

CAPITULO 3

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1.- Introducción.-

El objetivo de este trabajo es caracterizar el efecto que genera la condición superficial inicial de los aceros refractarios AISI 316 sobre la rapidez de corrosión cuando son sometidos a un proceso a alta temperatura.

3.2.- Equipo experimental utilizado.-

Microscopio.- El microscopio utilizado es un Nikon Epiphot acoplado a un analizador de imágenes, y cuenta además con platina motorizada y autoenfoco, con aumentos de 50, 100, 200, 400, 1000X.

Análisis Termogravimétrico.- El equipo utilizado para el análisis termogravimétrico (TGA, por sus siglas en inglés) es un TGA 50 de Shimadzu, con un rango de temperatura de operación de hasta 1500° C. y peso máximo de la muestra de 2 gramos (incluyendo tara) y que trabaja en distintas atmósferas (aire, gas inerte, vapor, vacío)., con un grado de precisión de hasta 0.001 mg. El TGA es básicamente una termobalanza donde la muestra se coloca y calienta, en un medio donde la temperatura va cambiando de una manera controlada y a una rapidez constante, cuyos valores típicos de calentamiento generalmente fluctúan en el rango de 10 a 15°C/min. Además, el TGA proporciona de manera directa la gráfica de aumento en peso contra tiempo de exposición. (21,22)

Análisis de Imágenes.- El equipo de análisis de imágenes es un Leica Quantimet 520, con capacidad de adquirir imágenes por medio de una cámara de video tipo CCD acoplada al microscopio óptico. Las imágenes son digitalizadas por medio de un convertidor de 8 bits que discretiza la imagen en 256 niveles de gris, en donde un Nivel de Cero indica un color negro (sin reflexión de luz) mientras que el nivel de 256 indica un color blanco (máxima reflexión de luz). (23, 24)

3.3.- Imágenes Pseudo-tridimensionales.-

Dentro de la información que se puede obtener mediante el uso del analizador de imágenes, se encuentra la imagen pseudo-tridimensional, la cual en términos generales, es una curva de superficies con el mismo nivel de gris, en donde los ejes X y Y de la gráfica representan la posición física de cada uno de los puntos analizados de la superficie, mientras que el eje Z representa el valor del nivel de gris resultante de cada pixel, esto es, lo que gráficamente correspondería a la altura de los picos y valles observados en la imagen. (Un pixel es un elemento de imagen, picture element). (25, 26)

Dicho de otra manera, una imagen Pseudo-tridimensional es una representación gráfica de las variaciones en la condición superficial - rugosidad - de la muestra analizada, basada en el nivel de gris de la superficie; esto es, la aparición de un pico en la imagen pseudo-tridimensional representa un nivel de brillantez alto, mientras que un valle representa una zona de baja brillantez o baja reflectividad. Es posible analizar cuantitativamente las variaciones de la rugosidad mediante los histogramas de nivel de gris obtenidos en el analizador de imágenes. (27)

3.4.- Caracterización de los aceros.-

La composición química del acero analizado se obtuvo utilizando la técnica de espectrometría de absorción atómica y se reporta en la tabla V.

Tabla V. Composición química del acero 316L analizado. (% en peso)

	Cr	Ni	Mo	C	Mn
316L	17	12.7	2.1	0.01	1.5

3.5.- Presión, temperatura y atmósfera de trabajo.-

Todos los experimentos se desarrollaron a presión atmosférica.

La temperatura de trabajo es de 900° C.

La atmósfera de trabajo es aire ambiental.

En este trabajo no se considera el efecto de la atmósfera de trabajo - que en un proceso real pudiera ser: oxidante, reductor o una mezcla de ambos - ya que las pruebas se llevaron a cabo bajo una atmósfera consistente de aire ambiental, con la finalidad de eliminar los posibles efectos de los elementos oxi-reductores.

3.6.- Preparación de las muestras.-

Debido a que este paso es uno de los más importantes en este estudio, el procedimiento de preparación de las muestras fué estandarizado, con la finalidad de eliminar el mayor número posible de variables que pudieran afectar el desarrollo de los experimentos.

El procedimiento de preparación de las muestras fué el siguiente:

El primer paso es obtener los cupones de prueba, de 10 x 5 x 1 mm cada uno.

En la segunda etapa se procede a medir y limpiar mediante ultrasonido los cupones, se pesan en una balanza de precisión y finalmente son identificados.

Posteriormente los cupones se pulen manualmente con distintos grados de lijas SiC de la siguiente numeración: 180, 320, 400, 500, 1000.

Sin embargo, es importante hacer notar que durante el proceso de pulido de cada uno de los cupones analizados se observaron las siguientes precauciones:

El pulido se hizo solamente en uno de los lados de los cupones (10 x 1 mm).

El pulido se hizo de forma manual, en un solo sentido (el longitudinal), en cada uno de los cupones.

Lo anterior con la finalidad de tratar de que las condiciones de exposición entre todos los cupones fueran los más similares posible, y de esa manera poder estudiar los resultados de manera comparativa.

3.7.- Procedimiento de prueba.-

Una vez terminado el paso anterior, la superficie pulida de los cupones fue examinada con un microscopio óptico y la imagen obtenida enviada a un analizador de imágenes, cuya operación se describe en el apartado 3.2. Se obtuvieron fotografías (ver capítulo 4) así como imágenes digitalizadas, a partir de las cuales se elaboraron histogramas de Nivel de Gris contra el número de píxeles.

Es importante hacer notar que en cada una de las etapas en que se utilizó el microscopio óptico, el nivel de iluminación del mismo se mantiene en un valor fijo, con la finalidad de que las lecturas sean comparables.

Posteriormente, se procede a oxidar las muestras, utilizando para ello el Analizador Termogravimétrico, donde los cupones se colocan y se oxidan a una temperatura de 900° C, bajo una atmósfera compuesta a base de aire ambiental, y por un tiempo de hasta 36 horas, obteniendo la gráfica de incremento en peso contra tiempo de exposición.

Una vez hecho lo anterior, se sacan los cupones del TGA, se pesan en la misma balanza de precisión, se observan en el microscopio óptico y se obtiene su imagen digitalizada en el analizador de imágenes, en el cual también se generan los histogramas de nivel de gris y las imágenes pseudo-tridimensionales correspondientes. Así mismo, y con la finalidad de comparar gráficamente la condición superficial de las muestras antes y después del proceso de oxidación, se realiza en el analizador de imágenes una resta algebraica de las mismas, lo cual no es sino la resta algebraica del nivel de gris por pixel de cada una de las imágenes generadas antes del proceso de oxidación, menos el valor del nivel de gris de cada pixel de la imagen correspondiente posterior a la oxidación, generando con esto una nueva imagen resultante, en la cual se podrá apreciar el efecto generado por el proceso de oxidación sobre cada una de las superficies analizadas.