

CAPITULO 4

RESULTADOS Y DISCUSION

4.1.- Introducción.-

Una vez realizadas las pruebas descritas en el capítulo anterior, se procedió a recopilar los datos generados en el analizador de imágenes, así como las gráficas de aumento en peso contra tiempo de exposición para cada uno de los cupones que se obtuvieron en el analizador termogravimétrico.

4.2.- Morfología inicial de la superficie.-

En la primer etapa de la experimentación, se obtuvieron en el microscopio imágenes de la condición superficial de los cupones sin oxidar, en donde se observan con claridad las líneas del pulido, distinguiendo que entre más fino es el grado de lija utilizado, menores y menos notables son las variaciones en la profundidad de dichas líneas de pulido.

Es posible explicar lo anterior de una manera gráfica si se analizan las figuras 2, 3, 4 y 5; donde se muestran imágenes de la condición superficial de las muestras pulidas con lija grado 180, 320, 400 y 1000 SiC, respectivamente. Se aprecian las diferencias físicas entre acabados superficiales; esas diferencias se deben al hecho de que entre más grueso es el grado de la lija utilizada durante el proceso de pulido de los cupones, más rugosa es la superficie obtenida.



Fig. 2.- Acero 316L, sin oxidar, pulido lija 180 SiC. 200X

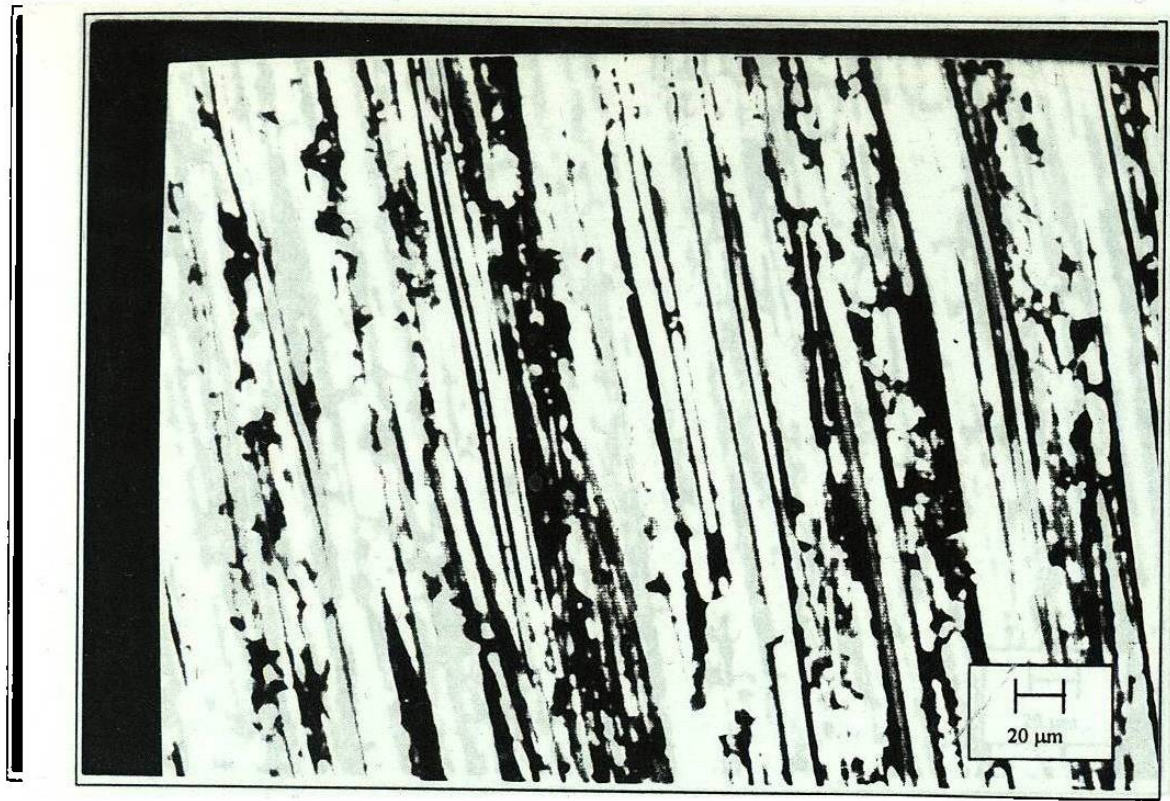


Fig. 3.- Acero 316L, sin oxidar, pulido lija 320 SiC. 200X



Fig. 4.- Acero 316L, sin oxidar, pulido lija 400 SiC. 200X

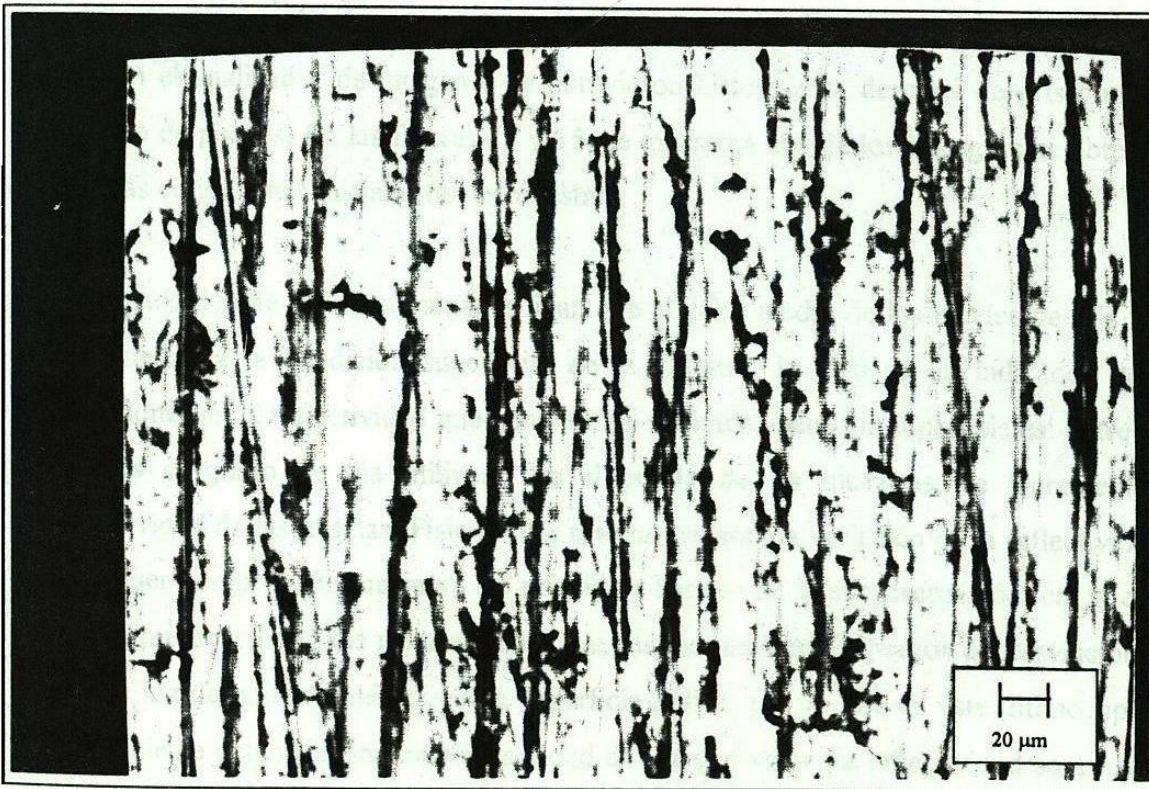


Fig. 5.- Acero 316L, sin oxidar, pulido lija 1000 SiC. 200X

Así mismo, mediante el uso del analizador de imágenes, se obtuvieron imágenes pseudo-tridimensionales de la superficie de cada una de las muestras arriba mencionadas, las cuales pueden apreciarse en las figuras 6, 7, 8 y 9.

Con estas imágenes pseudo-tridimensionales se observa la diferencia existente en la rugosidad superficial de las muestras, donde la superficie se torna más uniforme entre más fino es el pulido superficial de la muestra, apreciándose por un mayor número de crestas y valles pero de menor tamaño y de mayor uniformidad.

En las figuras 10, 11, 12 y 13 podemos observar un acercamiento de las imágenes pseudo-tridimensionales de las figuras 6, 7, 8 y 9, respectivamente; en donde se aprecia con mayor detalle la formación de crestas y valles, los cuales representan la rugosidad superficial de cada una de las muestras, aún sin oxidar. Resulta evidente que entre más fino es el pulido de los cupones, más suaves son las variaciones superficiales observadas.

En el analizador de imágenes se obtuvieron histogramas de nivel de gris contra el número de píxeles. En las figuras 14 y 15 se muestran dos de los histogramas obtenidos para las condiciones iniciales de las muestras.

Los resultados de los histogramas indican que el valor medio de los niveles de gris varía de acuerdo a la condición superficial de la muestra, lo cual es un indicador de las variaciones en la reflectividad que generan los distintos acabados superficiales: entre más fino es el grado de lija utilizado en el pulido de las muestras, se incrementa la reflectividad de las mismas. Físicamente resulta evidente la variación en la reflectividad y puede ser comprobado mediante los principios básicos de la microscopía óptica, que nos indica que una superficie rugosa tendrá una mayor cantidad de puntos de desviación del haz de luz del microscopio que una superficie pulida, por lo que en este último tipo de superficie se detectará una mayor cantidad de luz y el valor de reflectividad será mayor. (Fig. 16)

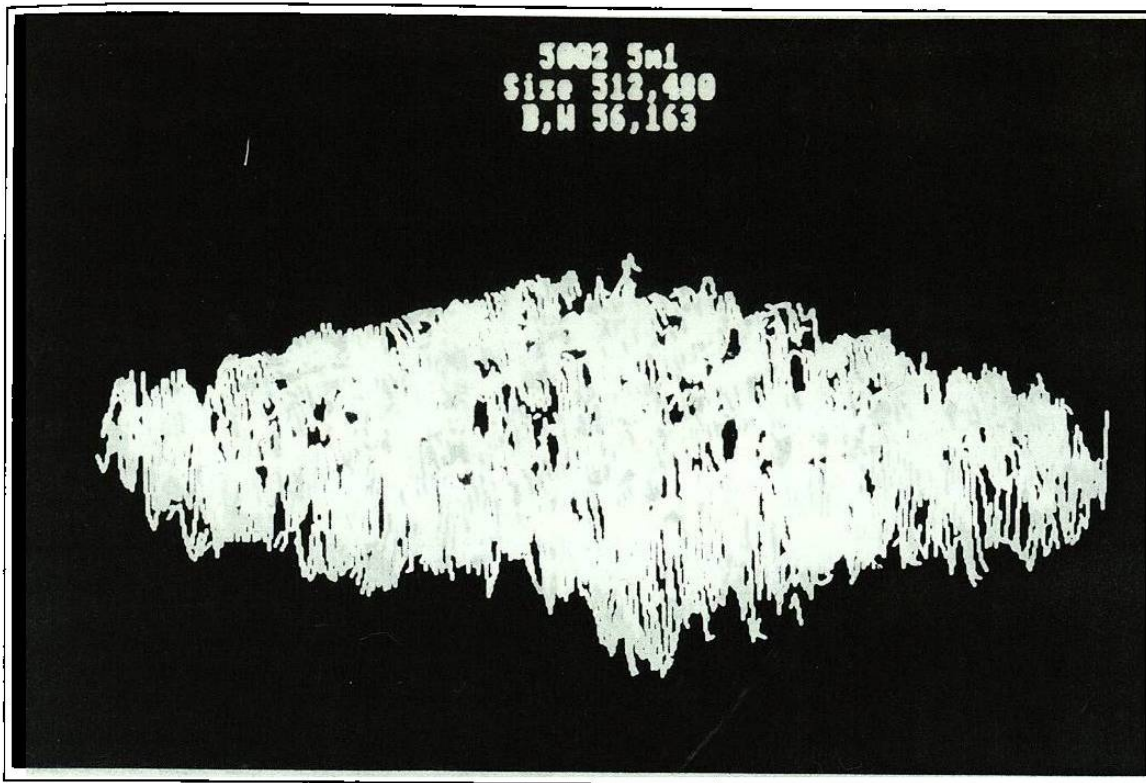


Fig. 6.- Imágen pseudo-tridimensional acero 316L, sin oxidar, pulido lija 180 SiC.

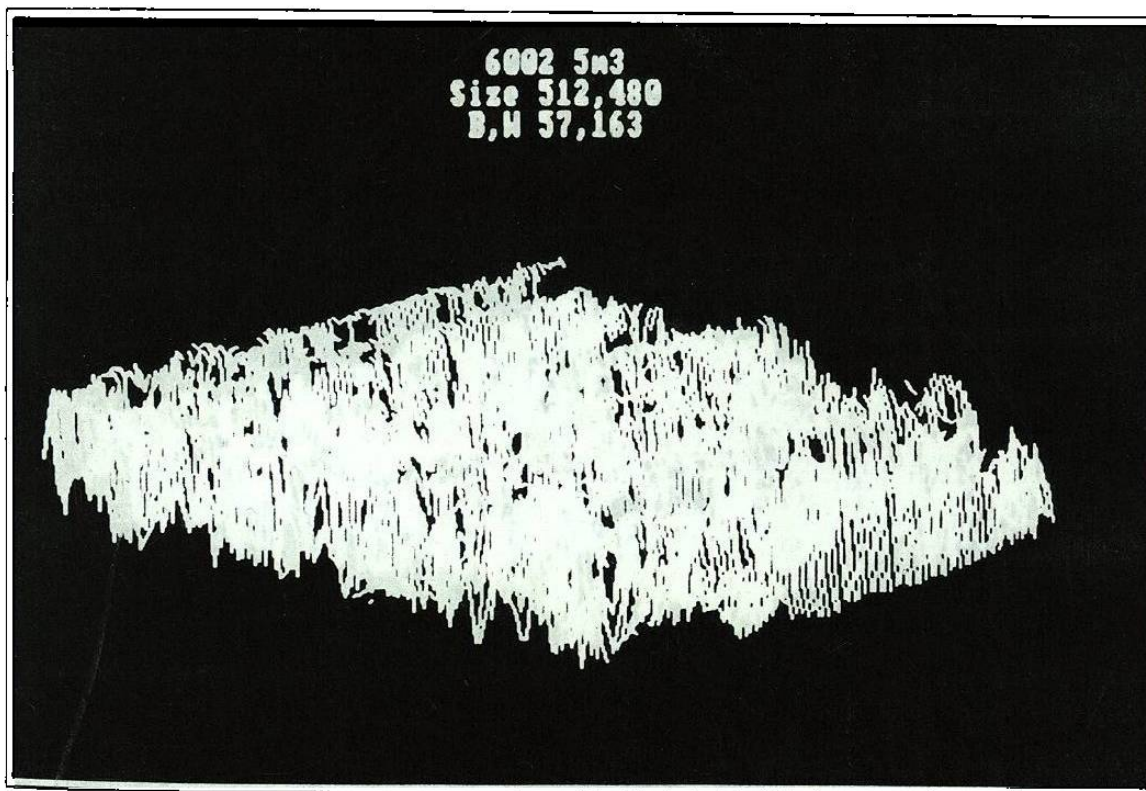


Fig. 7.- Imágen pseudo-tridimensional acero 316L, sin oxidar, pulido lija 320 SiC.

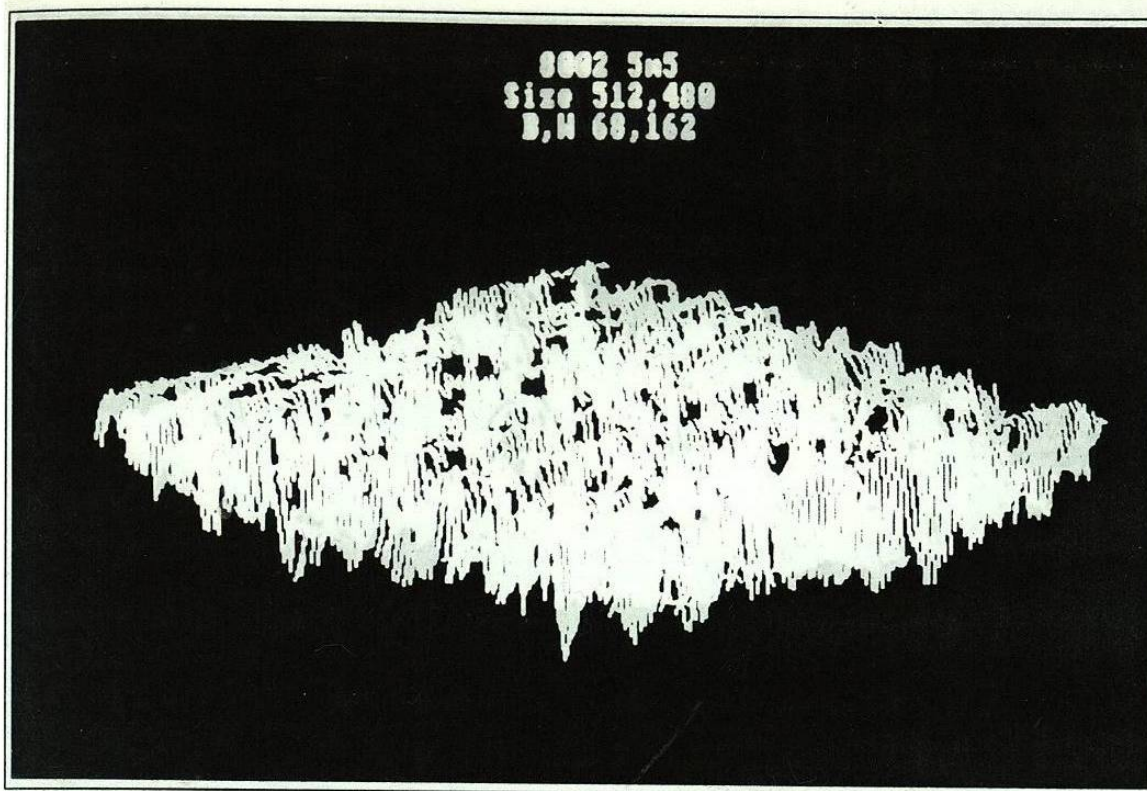


Fig. 8.- Imágen pseudo-tridimensional acero 316L, sin oxidar, pulido lija 500 SiC.

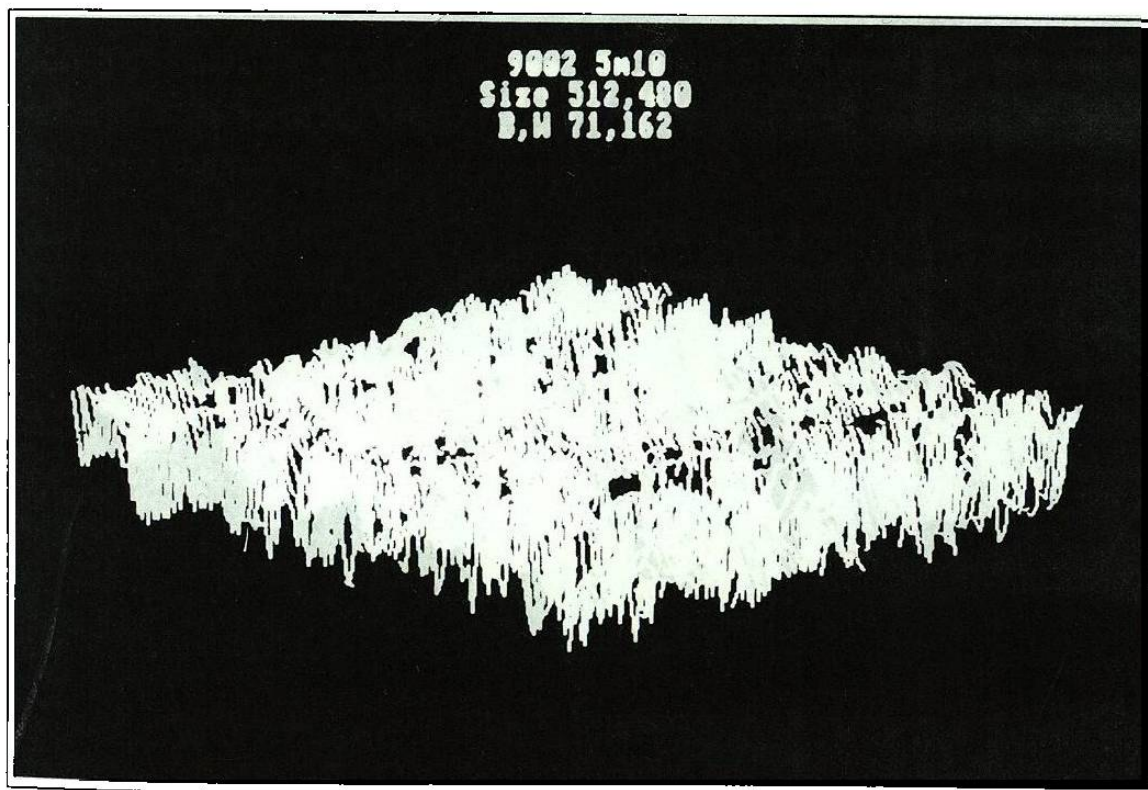


Fig. 9.- Imágen pseudo-tridimensional acero 316L, sin oxidar, pulido lija 1000 SiC.



Fig. 10.- Imágen pseudo-tridimensional acero 316L, sin oxidar pulido lija 180 SiC.



Fig. 11.- Imágen pseudo-tridimensional acero 316L, sin oxidar, pulido lija 320 SiC.

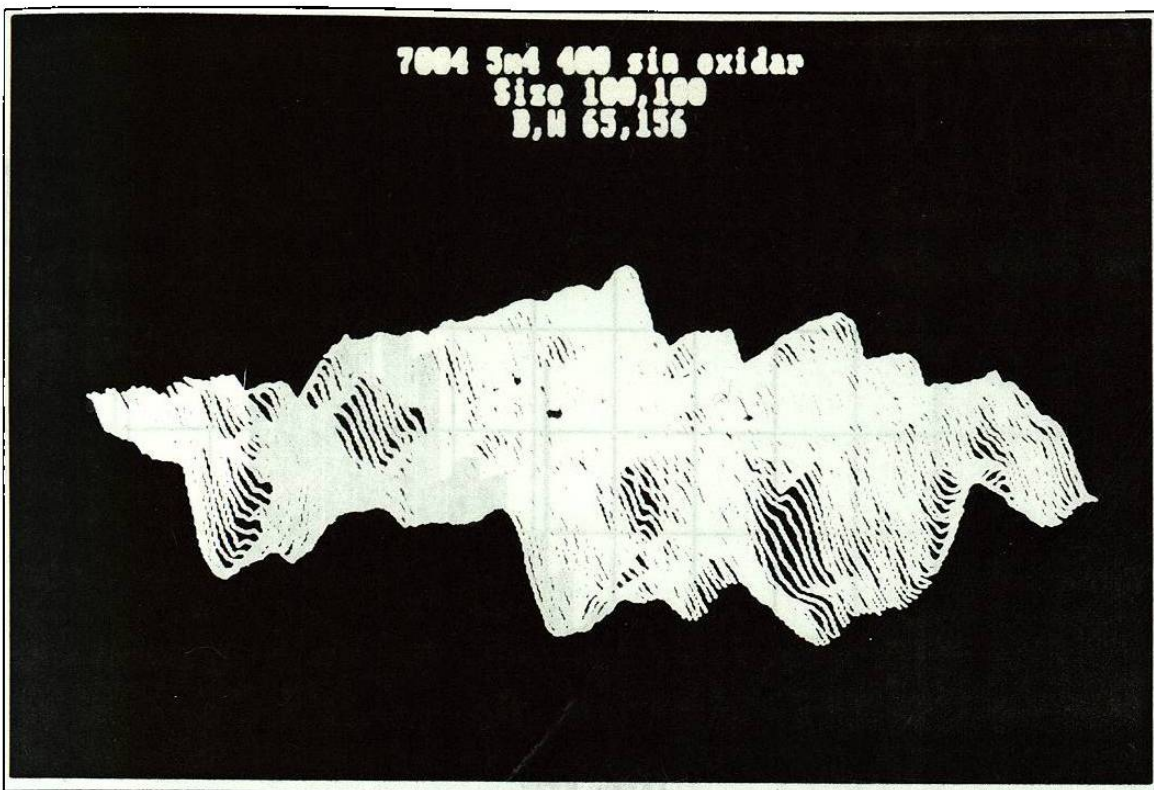


Fig. 12.- Imágen pseudo-tridimensional acero 316L, sin oxidar, pulido lija 400 SiC.

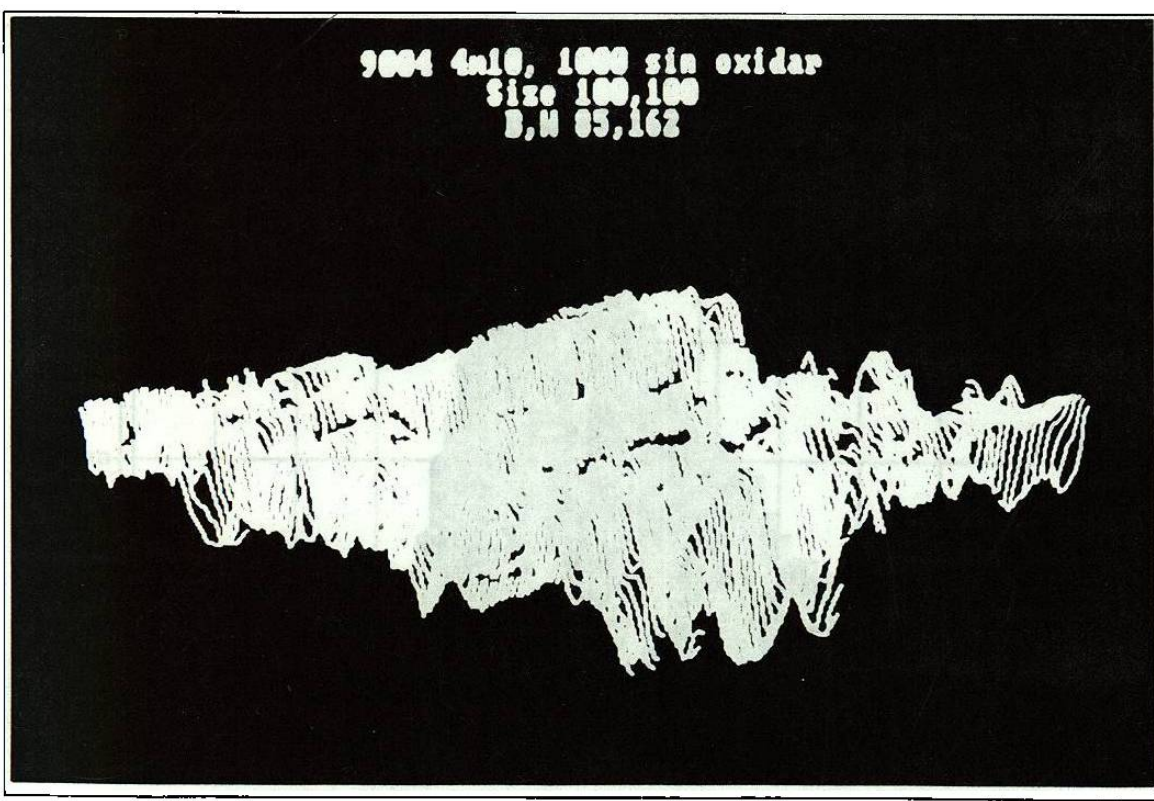


Fig. 13.- Imágen pseudo-tridimensional acero 316L, sin oxidar, pulido lija 1000 SiC

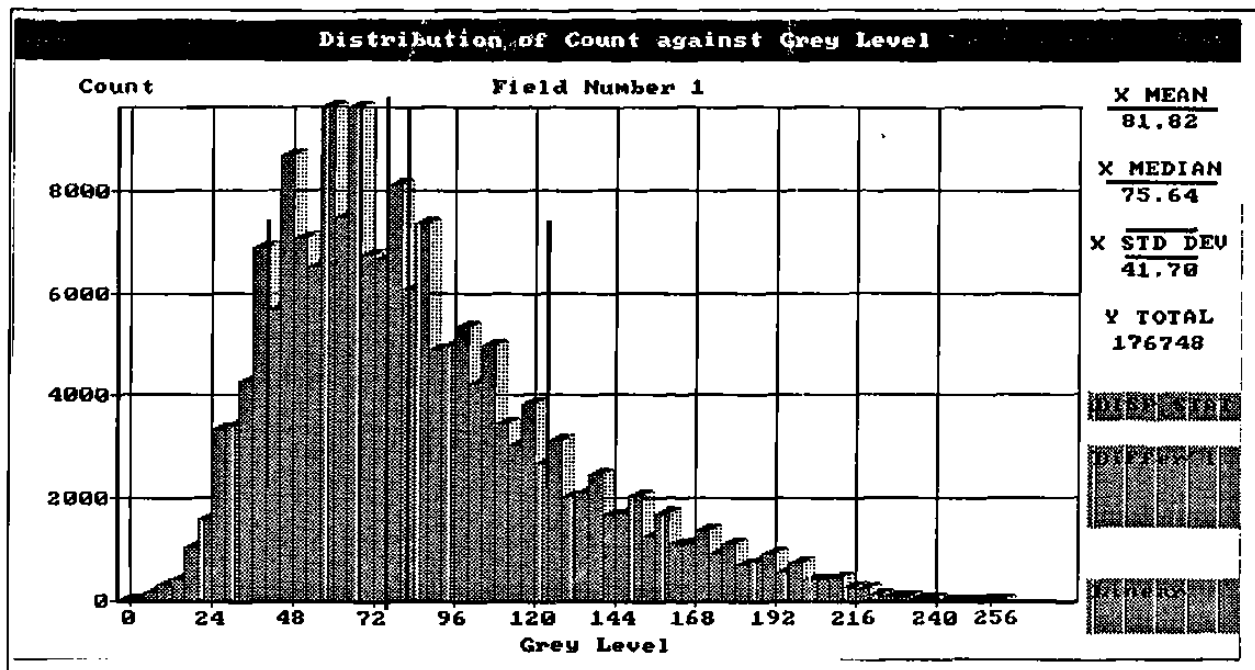


Fig. 14.- Histograma de nivel de gris acero 316L, sin oxidar, pulido lija 180 SiC.

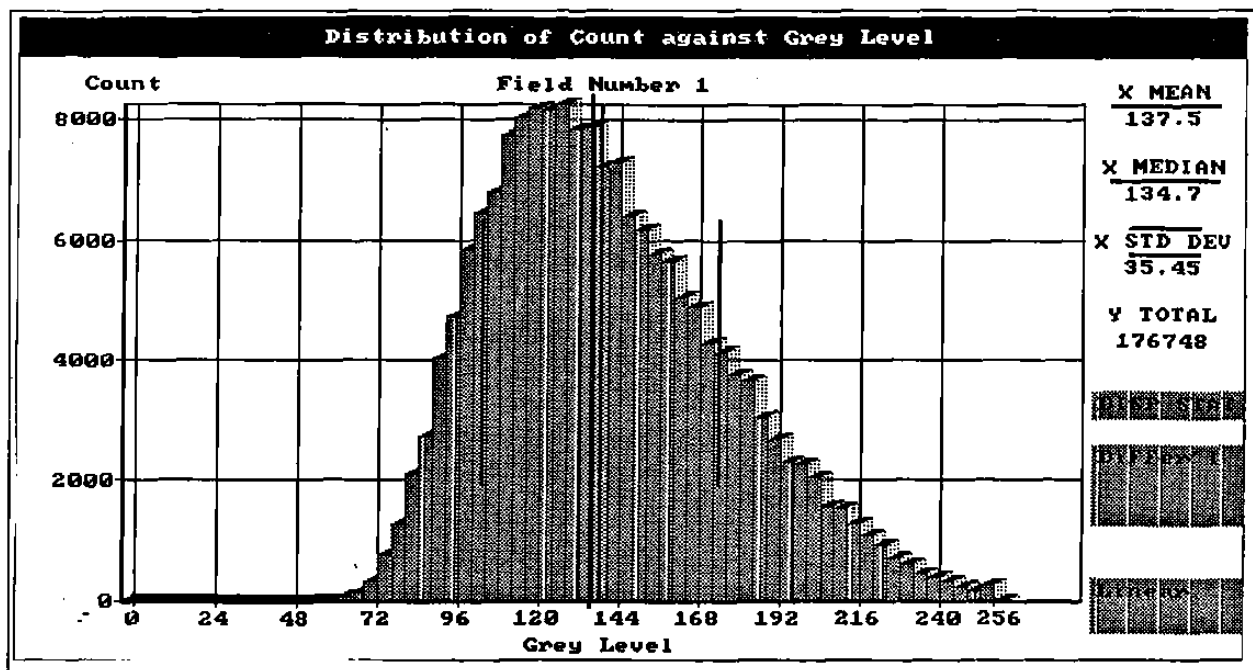


Fig. 15.- Histograma de nivel de gris acero 316L, sin oxidar, pulido lija 1000 SiC.

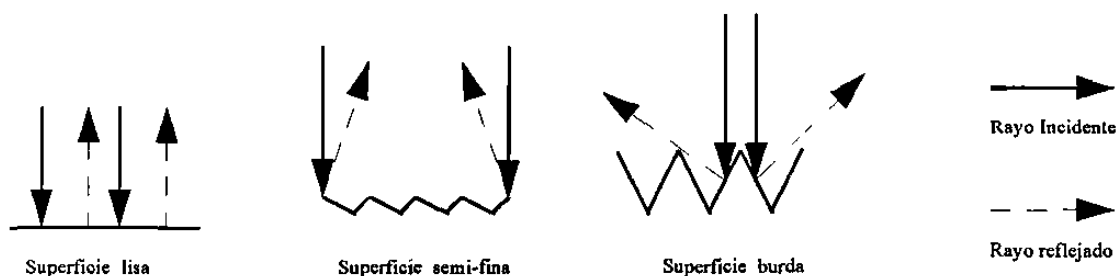


Fig. 16.- Reflexión de un haz de luz, en función del acabado superficial de la muestra.

Lo anterior se aprecia en la figura 17, la cual presenta el valor promedio del nivel de gris - obtenido a partir del valor de la media generado a través de los histogramas - contra el grado de lija con la cual fueron pulidos los cupones, antes de ser sometidos a la oxidación. Como se observa, el comportamiento de la curva indica que entre más fino es el acabado superficial de las muestras, mayor es su reflectividad.

4.3.- Incremento en peso contra tiempo.-

Es posible observar los resultados obtenidos después de exponer las muestras al proceso de oxidación - a 900° C durante 36 horas - en la figura 18, en donde se presenta el incremento en peso (ΔW), en mg, contra el tiempo (t), en minutos, para evaluar la cinética de crecimiento de la capa de óxido de algunas de las muestras analizadas.

Como se observa en la figura 18, existe un incremento gradual en peso, el cual se debe a la formación de óxidos sobre la superficie de la muestra; además, este tipo de comportamiento coincide con el de los denominados procesos térmicamente activados, de acuerdo a la forma de Arrhenius, $D = A \exp(-Q/RT)$. (16)

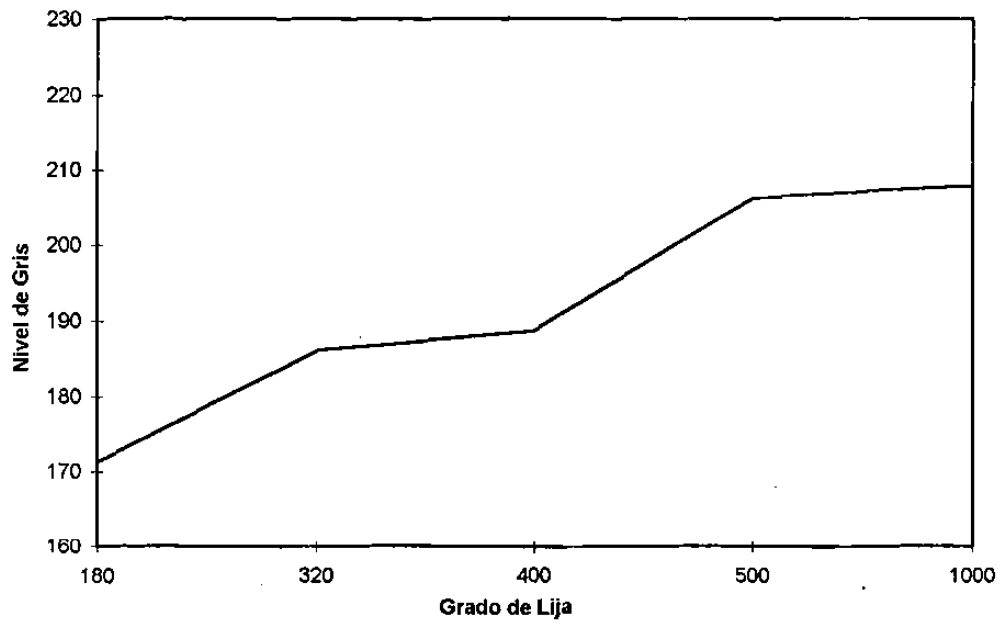


Fig. 17.- Valores promedio de nivel de gris. Acero 316L sin oxidar.

Los resultados observados en la figura 18 indican que las muestras presentan un comportamiento a la oxidación muy similar entre sí, diferenciándose únicamente por la rapidez de crecimiento del óxido. El comportamiento observado en dicha figura, es repetitivo, y coincide con lo que diversos autores proponen (3, 4) pero que no reportan, especialmente para la condición superficial obtenida al pulir con lija grado 500 SiC.

En dicha figura se observa lo siguiente:

Es claro que los valores de rapidez de oxidación así como de incremento en peso observado en la muestra preparada con un grado menor de pulido, esto es, con lija grado 180 SiC, durante todo el período de exposición, son mayores que los valores obtenidos en el resto de las muestras analizadas.

Durante las primeras 12 horas de exposición el comportamiento de todas las muestras es muy parecida, es decir presentan una rapidez de oxidación muy similar, solamente con la excepción de la muestra pulida con lija grado 180 SiC, la cual presenta una resistencia a la corrosión menor - es decir, se oxida más que el resto de las muestras analizadas.

Para tiempos de exposición mayores a 12 horas, las muestras pulidas con lija grado 500 y 1000 SiC sufren un cambio importante, ya que su rapidez de oxidación se incrementa visiblemente, presentando al final de la prueba una oxidación mayor que las muestras con pulido 320, 400 y muy similar entre sí, pero que siempre se mantiene menor que la rapidez de oxidación de la muestra pulida con lija 180.

El comportamiento de las muestras 500 y 1000 se puede explicar como un cambio repentino en el valor de sus constantes de oxidación, probablemente debido a una ruptura en algún punto de la capa de óxido formada y que en un momento dado genere ese aumento de rapidez de oxidación.

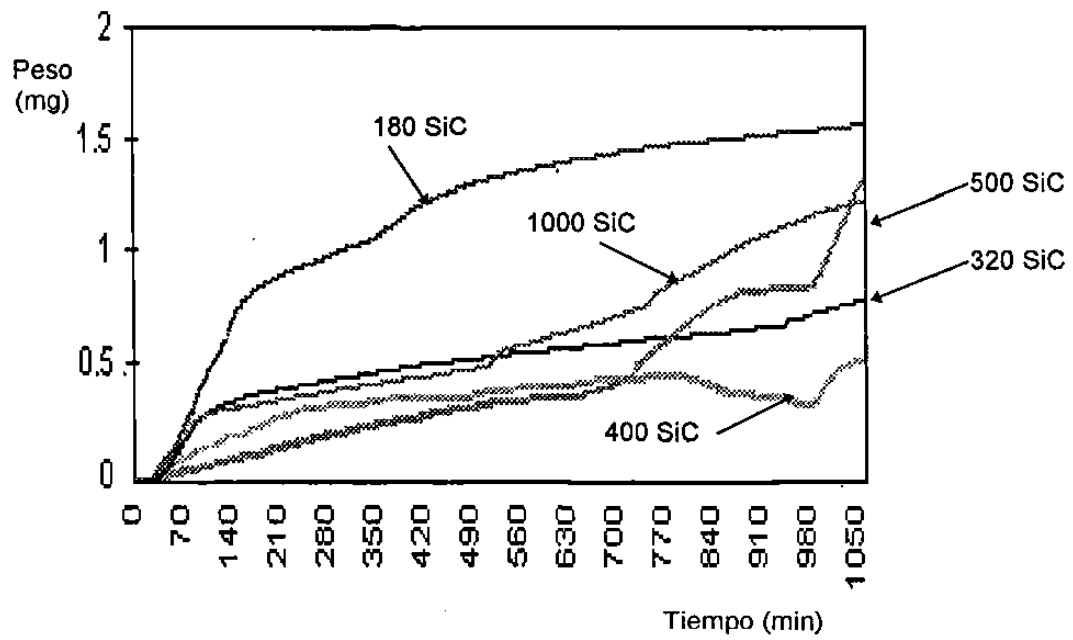


Fig. 18.- Gráfica de incremento en peso contra tiempo. 900 °C. Acero 316L.

Al final de la prueba - después de exponer cada uno de los cupones a 900° C durante 36 horas -, la muestra pulida con lija 400 SiC presenta un menor grado de oxidación que el observado en el resto de los cupones analizados, después le sigue la muestra pulido 320, mientras que las muestras pulido 500 y 1000 presentan una resistencia a la oxidación muy parecida y como ya se mencionó anteriormente, la muestra pulido 180 es la que más se oxida.

La gráfica de incremento en peso contra tiempo nos muestra las variaciones en el comportamiento para tiempos cortos de exposición de cada una de las muestras analizadas, por ejemplo, el comportamiento de la muestra pulido 180 SiC coincide con el que otros autores han encontrado para este tipo de aceros; esto es, la curva sigue un comportamiento de acuerdo al modelo de crecimiento de óxido del tipo parabólico (20); además, observando la tendencia del resto de las muestras a incrementar su rapidez de oxidación, sería válido suponer que a tiempos mayores de exposición superiores a las 36 horas de exposición de este estudio - lo cual puede ser demostrado con pruebas de larga duración en la industria - la rapidez de oxidación puede llegar a ser la misma para todas las muestras sin importar su condición superficial inicial, por lo que el comportamiento observado durante esta investigación puede aplicarse solamente a tiempos cortos, o bien durante las primeras etapas de algún proceso industrial, en donde es importante verificar el comportamiento del material durante las primeras horas de exposición.

4.4.- Morfología final de la superficie, después del proceso de oxidación en el TGA.-

Para la tercer etapa de la experimentación, los cupones que fueron expuestos al proceso de oxidación en el TGA son observados nuevamente en el analizador de imágenes, donde se obtuvieron algunas fotografías, las cuales son mostradas en las figuras 19, 20, 21, 22 para las muestras pulidas 180, 320, 500 y 1000 SiC respectivamente.

En dichas figuras se observa la superficie oxidada de cada uno de los cupones y además es posible observar leves diferencias en la uniformidad de la capa de óxido formada, donde a mejor pulido, mayor uniformidad de capa de óxido.

En las figuras 23, 24 se muestran dos de los histogramas generados en el analizador de imágenes para las condiciones finales de las muestras; de estos histogramas se obtiene el valor del nivel de gris de las muestras en función de su condición superficial original, y los resultados son presentados en la figura 25, en la cual se observa una pequeña diferencia en el valor promedio del nivel de gris entre las muestras 180 SiC. y 320 SiC, diferencia que se hace más notoria si se le compara con la muestra pulido 500 SiC y que se acentúa notablemente al observar el valor obtenido para la muestra pulido 1000 SiC.

La forma en que varía el valor de nivel de gris obtenido nos indica que entre más fino es el acabado superficial de las muestras antes de ser sometidas a un proceso de oxidación, menor es el valor de reflectividad de las mismas después de la oxidación, lo cual puede ser considerado como un indicador de que a mejor acabado superficial original de la muestra, más uniforme es la capa de óxido formado, provocando que la reflectividad resultante sea menor.

El comportamiento de la gráfica de la figura 25 es contrario al mostrado en la fig. 17 debido a que se está relacionando el valor de la reflectividad de la superficie de las muestras (nivel de gris) con su grado de rugosidad y como el valor de la reflectividad del metal es opuesto al valor de reflectividad del óxido, es por eso que dichas gráficas - antes y después del proceso de oxidación - se comportan de esa manera. Esto es, en la fig. 25 se aprecia el efecto combinado de la rugosidad superficial y los óxidos formados sobre el valor del nivel de gris de cada una de las muestras.

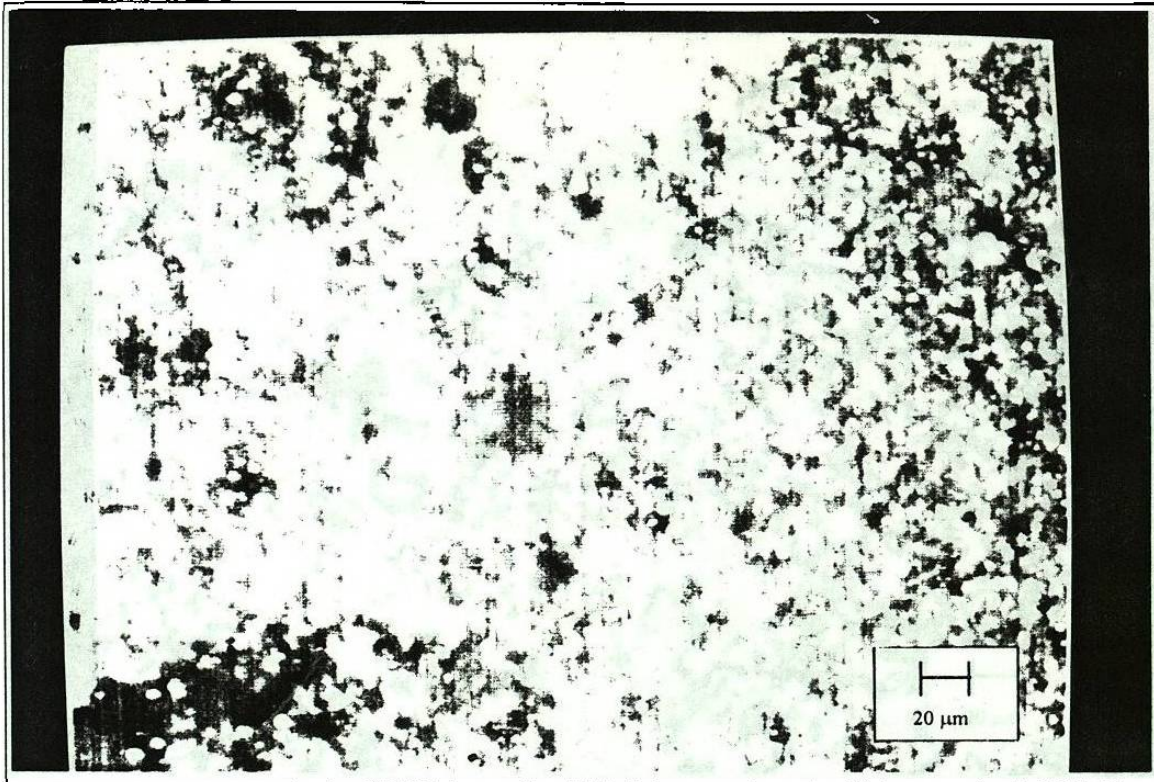


Fig. 19.- Acero 316L, oxidado, pulido lija 180 SiC. 200X

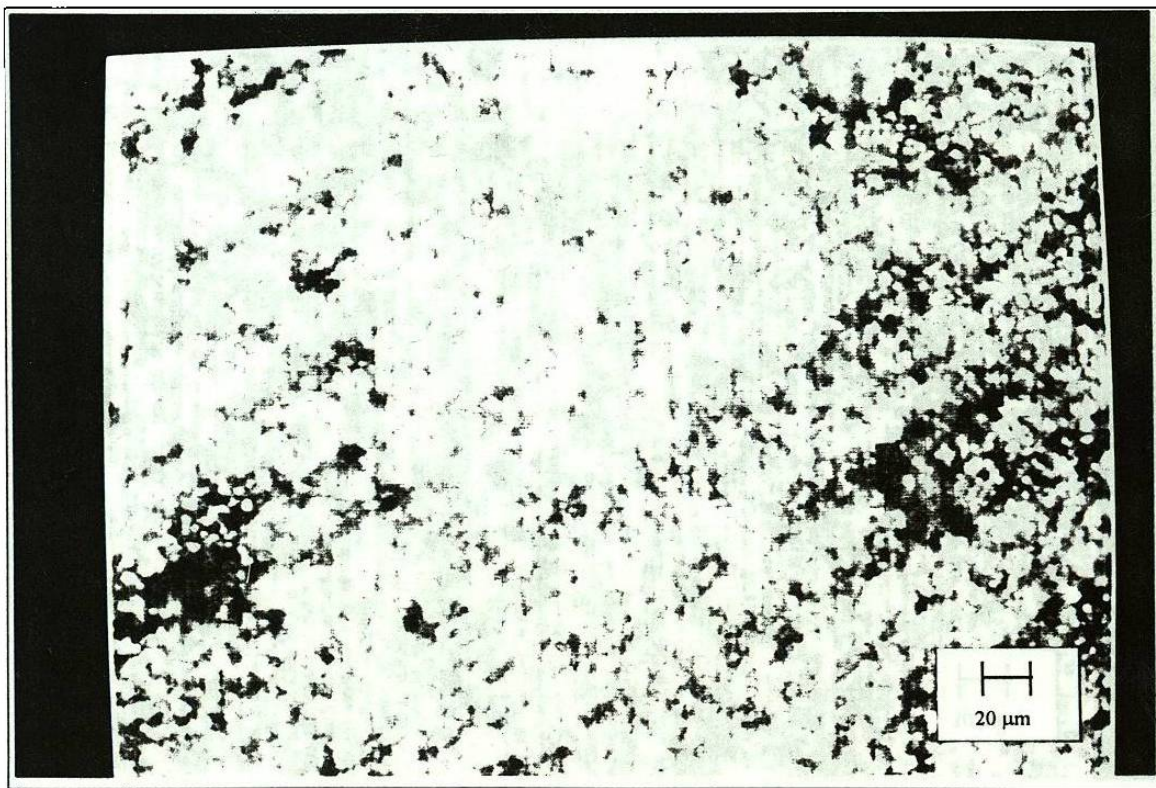


Fig. 20.- Acero 316L, oxidado, pulido lija 320 SiC. 200X



Fig. 21.- Acero 316L, oxidado, pulido lija 500 SiC. 200X

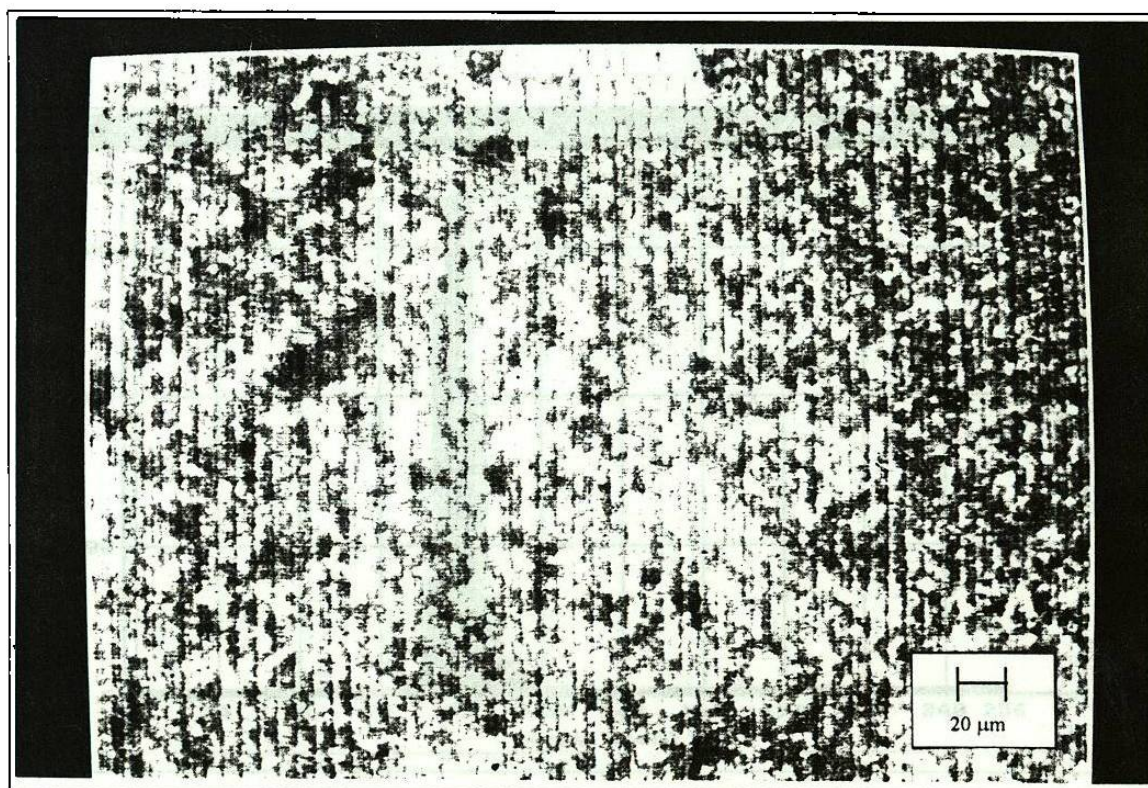


Fig. 22.- Acero 316L, oxidado, pulido lija 1000 SiC. 200X

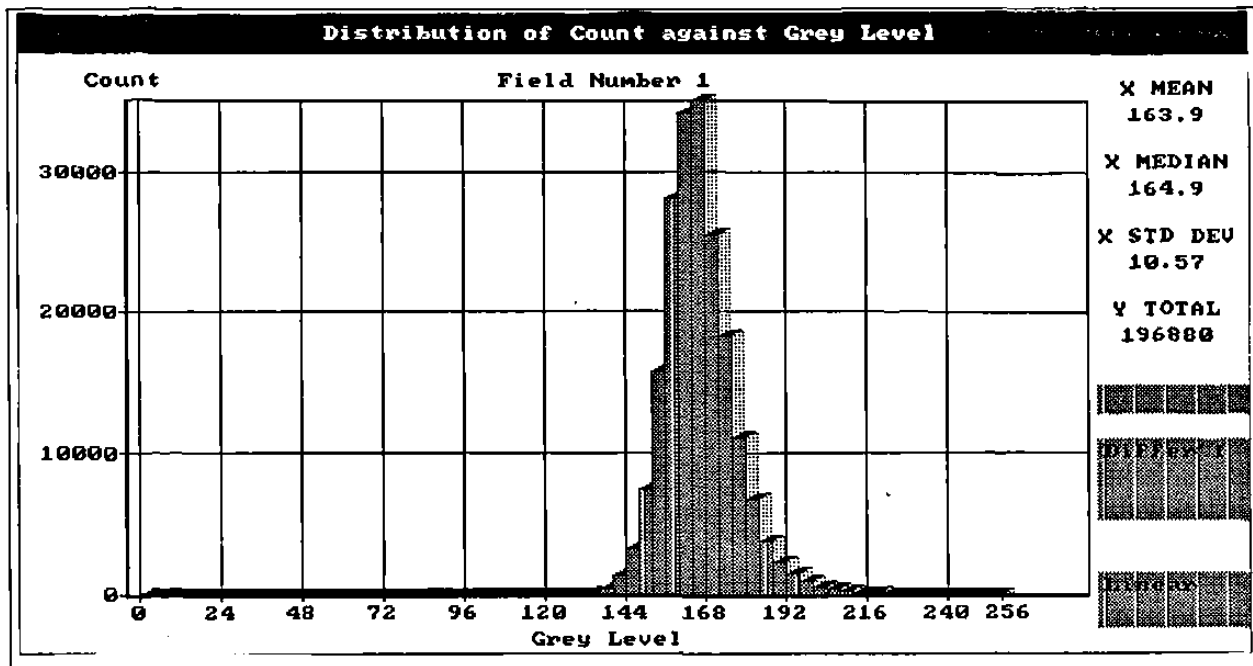


Fig. 23.- Histograma de nivel de gris acero 316L, oxidado, pulido lija 180 SiC.

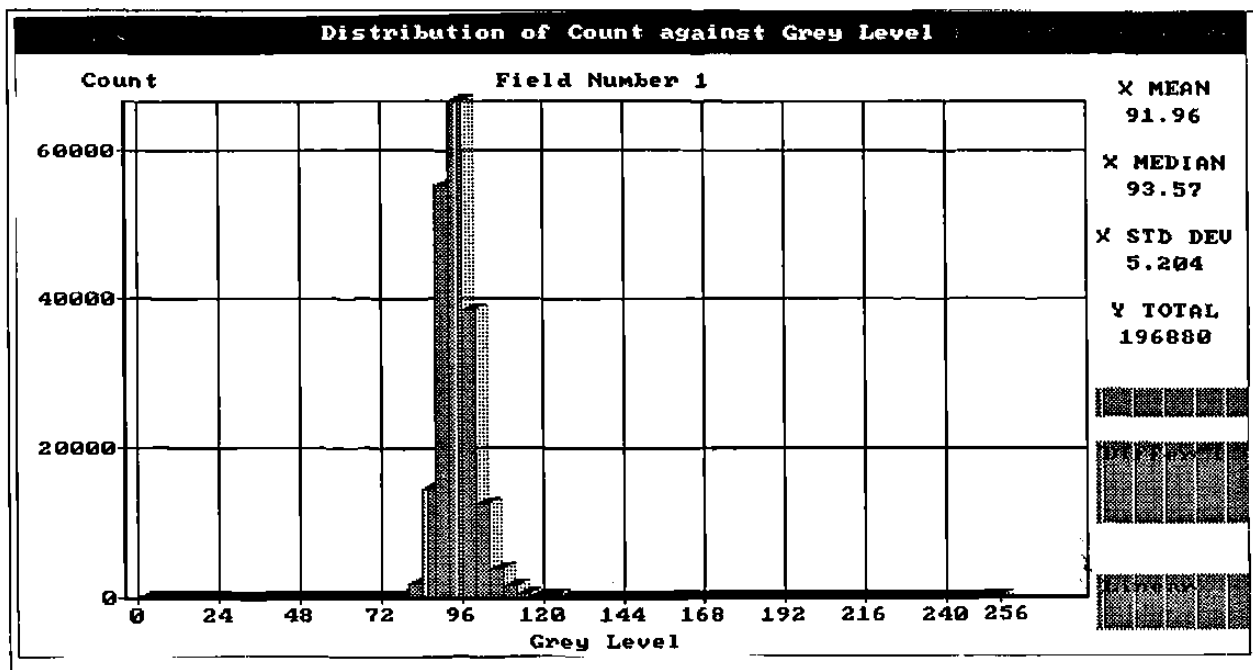


Fig. 24.- Histograma de nivel de gris acero 316L, oxidado, pulido lija 1000 SiC.

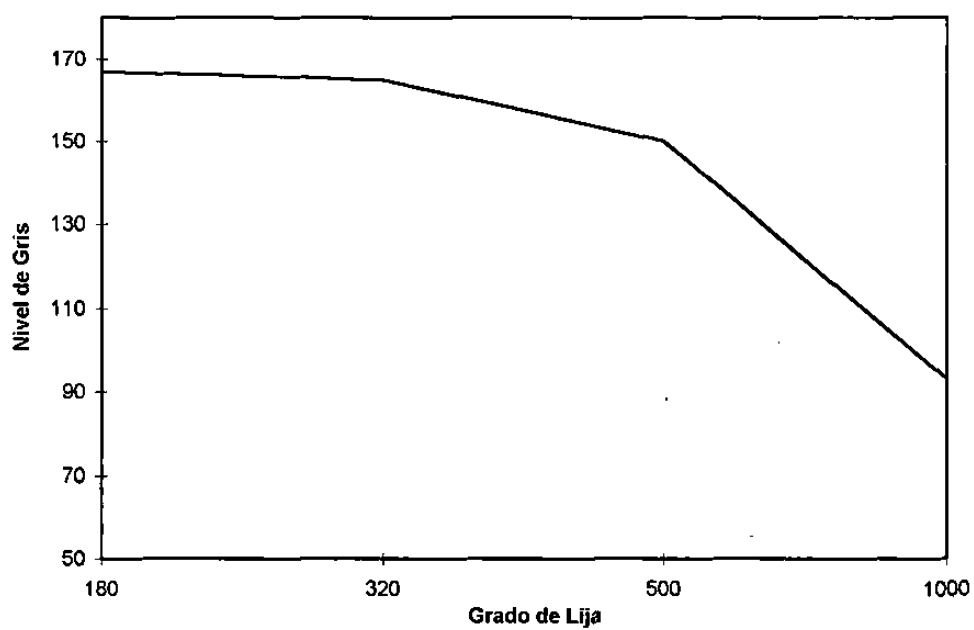


Fig. 25.- Valores promedio de nivel de gris acero 316L oxidadas a 900° C. Período de exposición de 36 horas.

En la tabla VI se muestran comparativamente los resultados obtenidos en los histogramas, en cuanto a nivel de gris se refiere, para cada una de las muestras analizadas, tanto en la condición inicial como final de la etapa de experimentación.

Tabla VI. Valor medio de niveles de gris, antes y después del proceso de oxidación.

Valor medio de Nivel de Gris		
Grado de Lija	Antes de someter a oxidación	Después de someter a oxidación
180	171.3	166.9
320	186.1	165
400	188.8	159
500	206.2	150
1000	207.9	93

En dicha tabla VI se observan las sig. tendencias de los valores de nivel de gris obtenido: El valor del nivel de gris obtenido antes del proceso de oxidación se incrementa al mejorar la condición superficial; indica mayor reflectividad de la muestra. El valor del nivel de gris obtenido después del proceso de oxidación disminuye al mejorar la condición superficial; indica una disminución en el valor de reflectividad de la muestra. El valor del nivel de gris obtenido para una misma muestra antes y después del proceso de oxidación disminuye lo cual también indica una disminución en el valor de reflectividad de la muestra.

En las figuras 26, 27, 28, 29 se observan las imágenes pseudo-tridimensionales obtenidas en el analizador de imágenes para cada uno de los cupones analizados, después de someterlos al proceso de oxidación; dichas figuras nos muestran que en las superficies de los cupones prácticamente han desaparecido todas las crestas y valles que se habían presentado antes de oxidar, observándose solamente la aparición de algunos picos aislados.

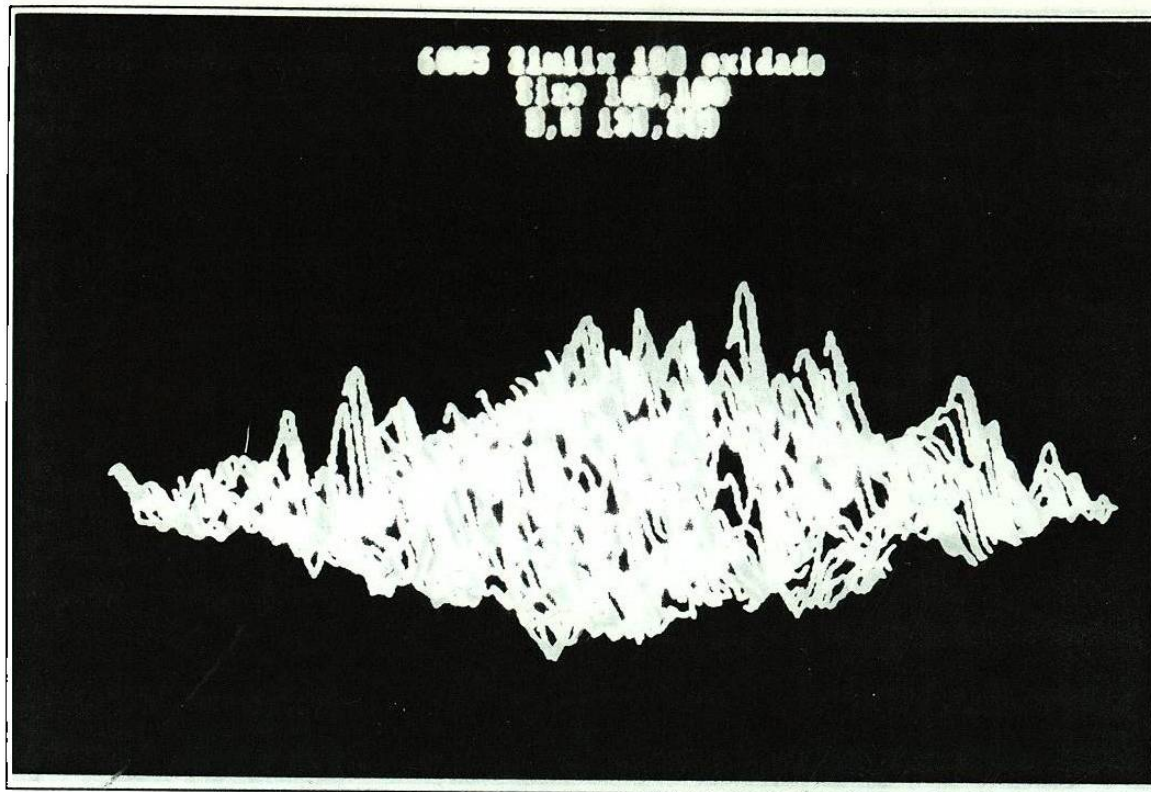


Fig. 26.- Imágen pseudo-tridimensional acero 316L, oxidado, pulido lija 180 SiC.

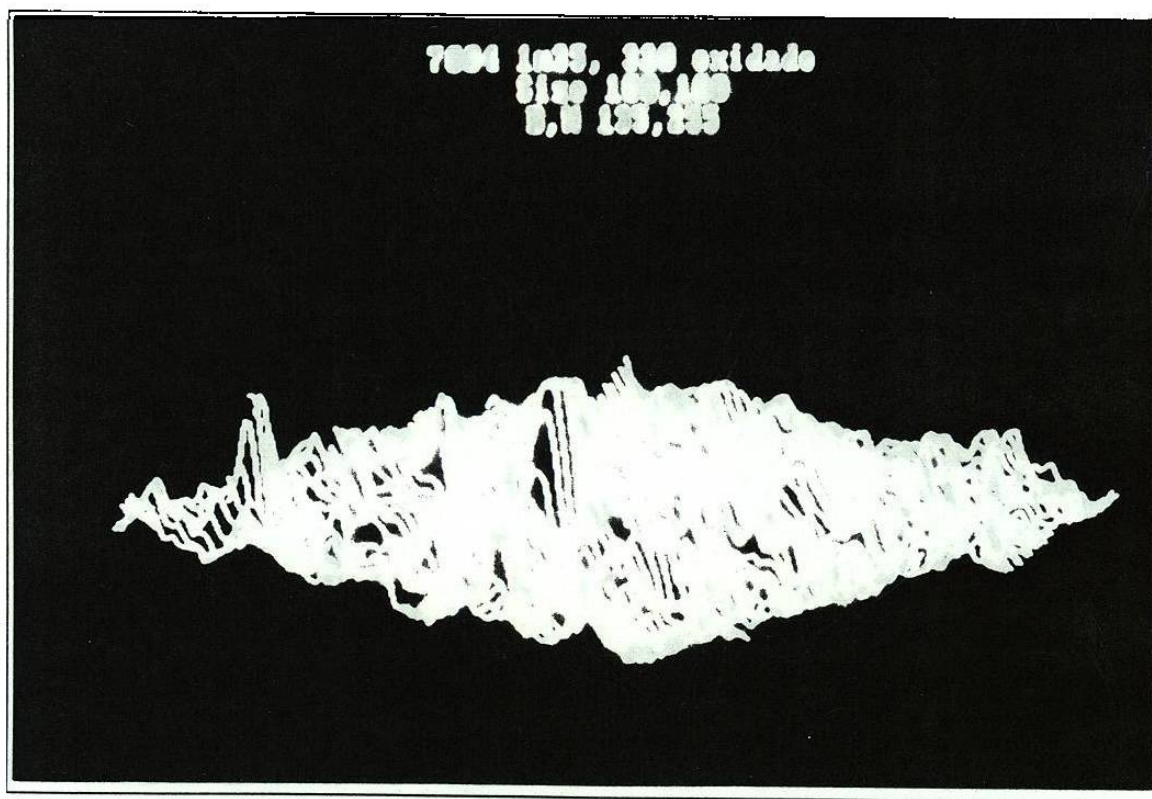


Fig. 27.- Imágen pseudo-tridimensional acero 316L, oxidado, pulido lija 320 SiC.

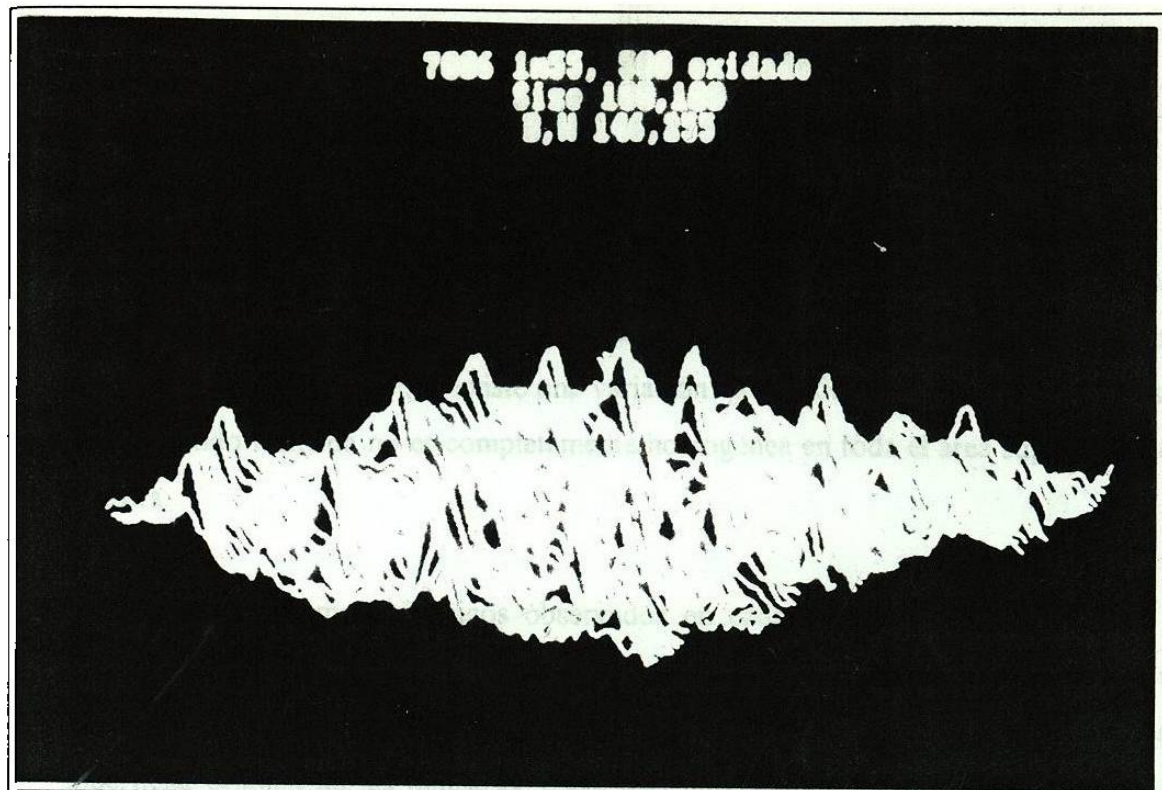


Fig. 28.- Imágen pseudo-tridimensional acero 316L, oxidado, pulido lija 500 SiC.

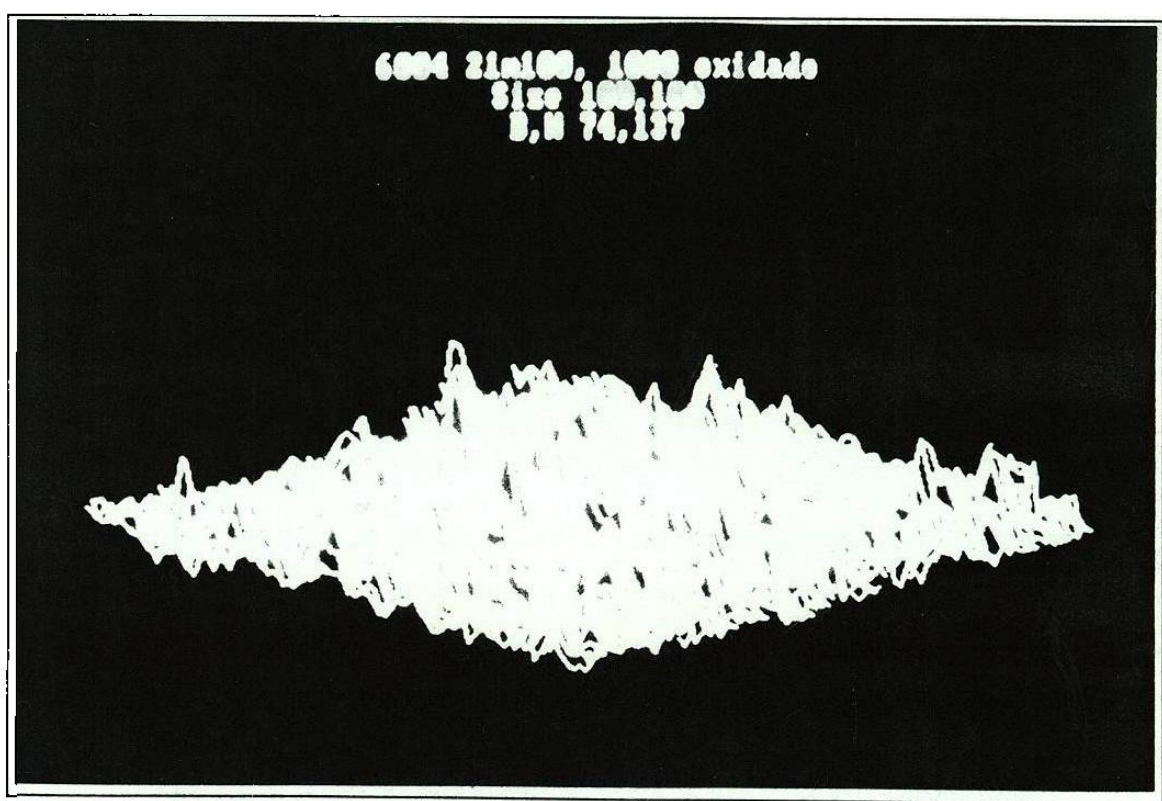


Fig. 29.- Imágen pseudo-tridimensional acero 316L, oxidado, pulido lija 1000 SiC.

La aparición de picos en algunos puntos de la imagen pseudo-tridimensional significa una diferencia en la reflectividad de esos puntos con respecto al resto del área observada, por lo que es de suponer que existe una variación en la oxidación superficial, esto es, la capa de óxido formada no es completamente homogénea en toda el área superficial de la muestra.

Además, el número de picos observados en cada una de las imágenes varía de acuerdo al acabado superficial con que fué pulida originalmente la muestra, lo cual nos indica que la uniformidad de la capa de óxido formada está en función del acabado superficial original de las muestras, entre más burdo es el acabado, la distribución de tamaños de crestas y valles presentes es menos uniforme en la imagen pseudo-tridimensional, y por lo tanto más heterogénea es la capa de óxido formado; y viceversa, entre más fino es el acabado superficial de la muestra antes de oxidarla, menor es el número de picos que se originan y por lo tanto la capa de óxido es más homogénea.

4.5.- Resultados comparativos antes y después del proceso de oxidación.

Si analizamos los resultados obtenidos en el analizador de imágenes, antes y después de someter los cupones al proceso de oxidación en el TGA, es posible visualizar el cambio físico que se lleva a cabo en la superficie de los mismos; por ejemplo, en la figura 30 se puede apreciar la diferencia que sufre la superficie de un cupón que fue originalmente pulido con lija 180 SiC. Prácticamente todo el espacio entre las crestas y valles ha sido ocupado por la capa de óxido, observándose solamente algunos picos aislados,

La aparición de estos picos, se debe a el hecho de que la superficie original de la muestra es tan burda, que en algunas áreas la capa de óxido no llega a cubrir completamente toda la superficie de la muestra, resultando en la imagen pseudo-tridimensional como la aparición de un pico.

En la figura 31 se observa una muestra grado 180 contra una grado 320, ambas después de ser sometidas al proceso de oxidación. Como se puede observar, el número de picos disminuye notablemente entre una imagen y otra, lo cuál nos confirma la afirmación anterior de que aún la aparición de estos picos va en función de a la rugosidad original de la muestra. Algo similar se observa en las figuras 32, 33 donde se compara la muestra grado 180 contra grado 500 y grado 1000 SiC, respectivamente.

En la figura 34 se puede apreciar el acabado superficial y la imagen pseudo-tridimensional de la superficie de una muestra pulida con lija grado 1000 SiC, antes y después de someterla al proceso de oxidación; la superficie original no tiene grandes variaciones, es decir las crestas y valles son muy suaves. Así mismo se aprecia la formación de una capa de óxido muy uniforme, sin observarse la presencia de picos o distorsiones, lo cuál es una consecuencia directa de haber pulido esta muestra con lija grado 1000 SiC.

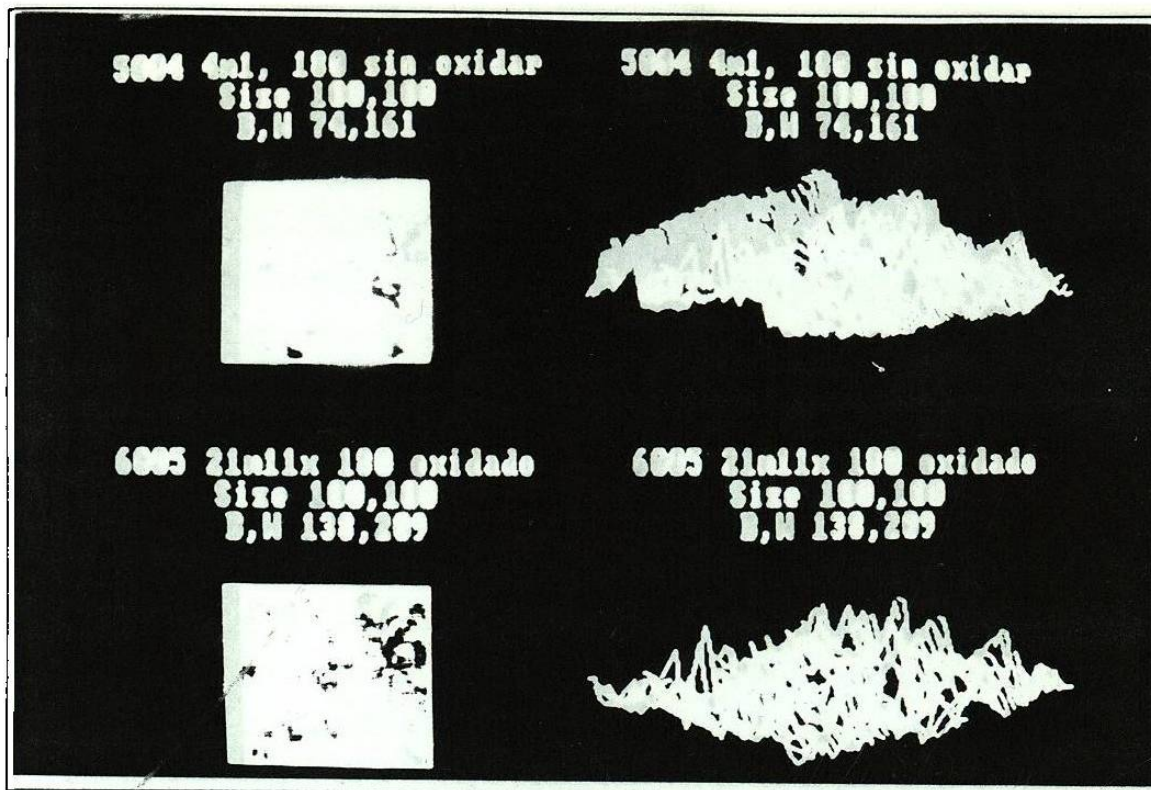


Fig. 30.- Acero 316L, pulido lija 180 SiC. Antes y después de la oxidación.

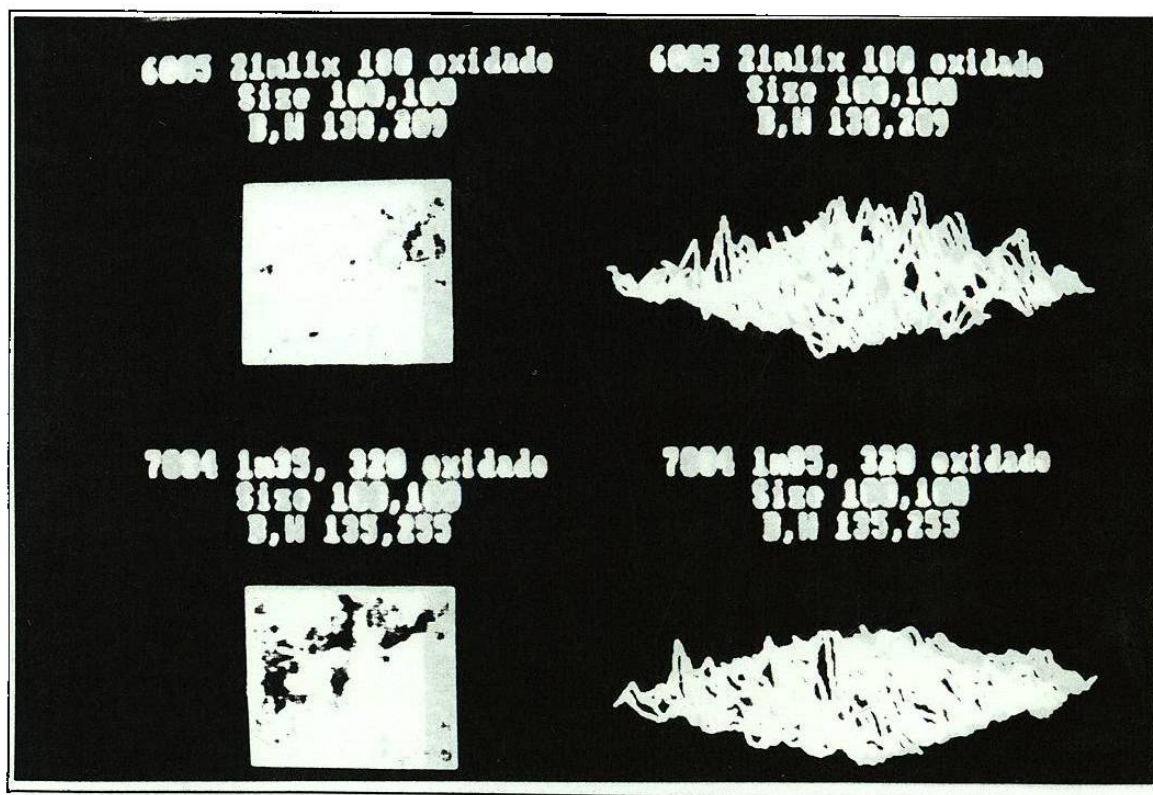


Fig. 31.- Acero 316L, pulido lija 180-vs-320 SiC, después de la oxidación.

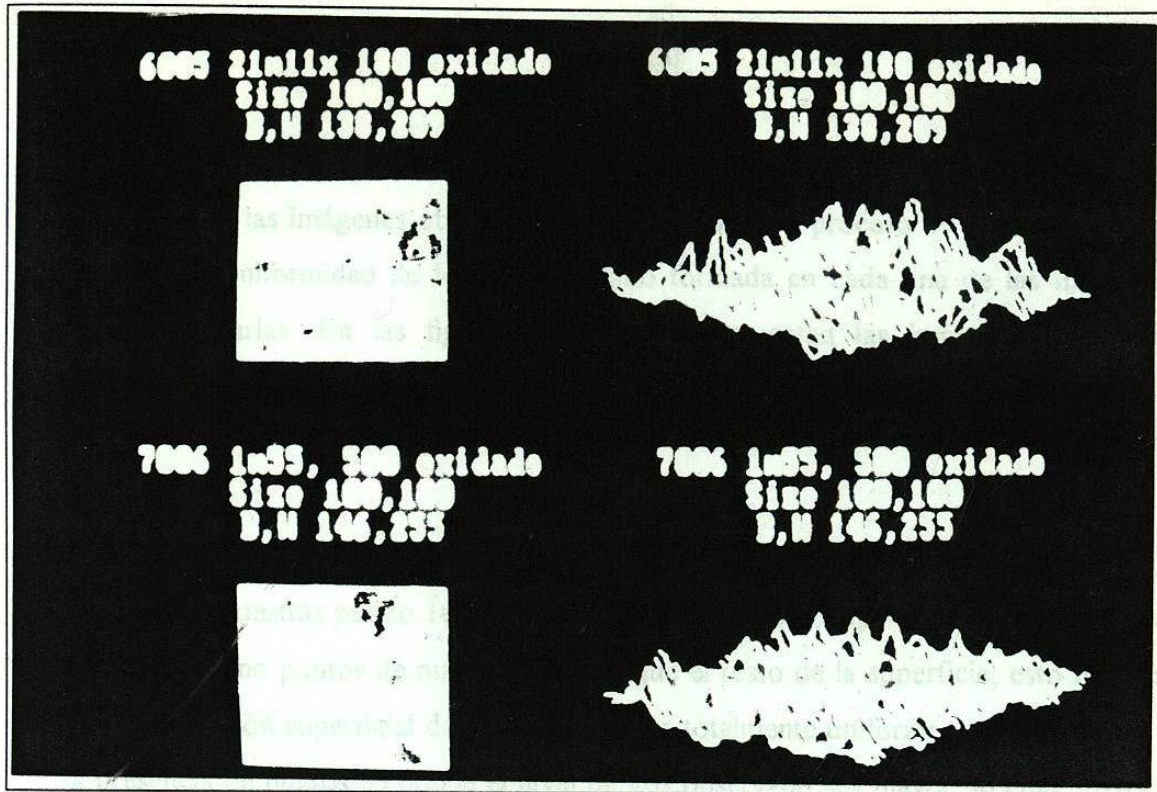


Fig. 32.- Acero 316L, pulido lija 180-vs-500 SiC, después de la oxidación.

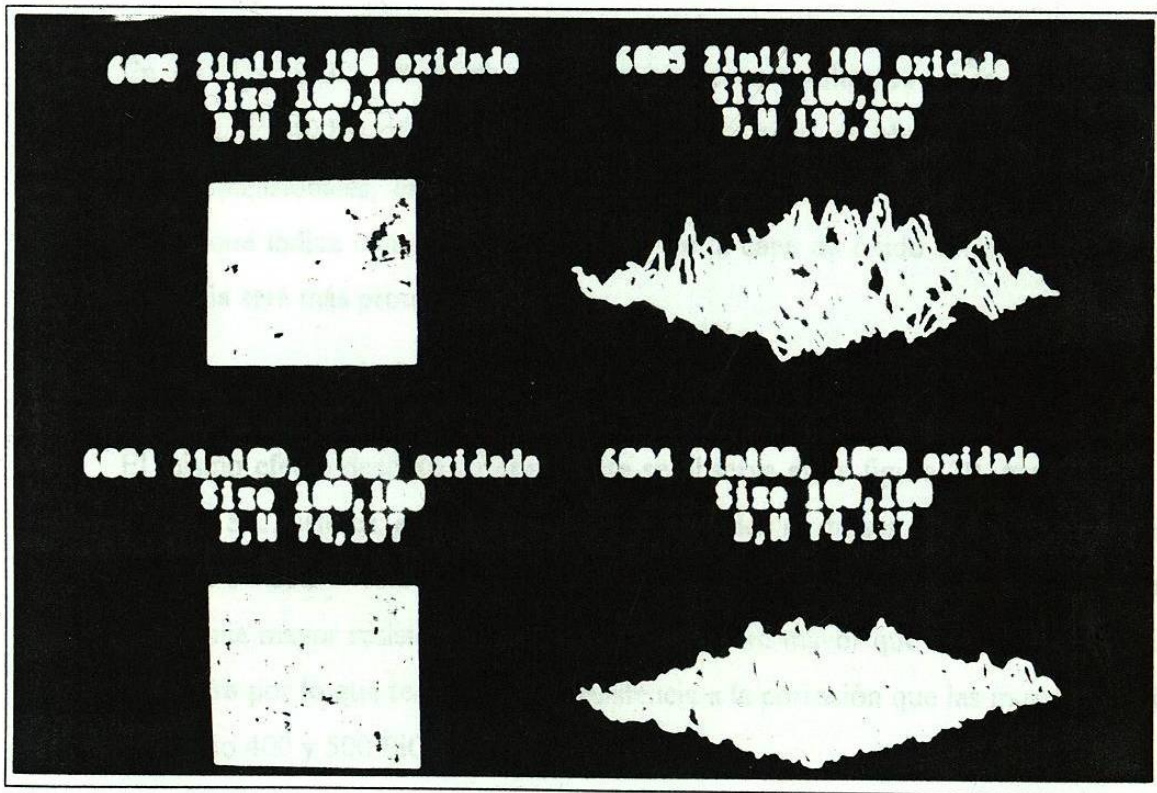


Fig. 33.- Acero 316L, pulido lija 180-vs-1000 SiC, después de la oxidación.

Las imágenes obtenidas en el analizador de imágenes después de realizar la resta algebraica de las imágenes obtenidas antes y después del proceso de oxidación, permite observar la uniformidad de la capa de óxido formada en cada una de las muestras, y poder analizarlas. En las figuras 35 a 39 se presentan las imágenes digitalizadas resultantes para las muestras pulido 180, 320, 400, 500, 1000 SiC respectivamente.

Como se observa en la imagen pseudo-tridimensional que aparecen en las figuras 35, 36 para las muestras pulido 180 y 320 SiC respectivamente, aparecen una serie de picos, que no son sino puntos de mayor brillantez que el resto de la superficie; esto nos indica que la oxidación superficial de la muestra no es totalmente uniforme, generando con ello la presencia de puntos en donde el nivel de gris observado sea mayor, lo cuál provoca la formación de dichos picos.

En las figuras 37, 38 se observan las imágenes resultantes de la resta, para las muestras pulido 400 y 500 SiC respectivamente. Como se observa en las imágenes pseudo-tridimensionales, en estas muestras aparecen menos picos o distorsiones en la imagen, lo que indica una uniformidad mayor de la capa de óxido formada, la cual por consecuencia será más protectora.

El mismo efecto descrito anteriormente se observa en la figura 39, para la muestra pulido 1000 SiC, esto es, el número de picos generados es menor a los observados en las figuras 35, 36 - con lo cual la capa de óxido superficial será más uniforme y por lo tanto presentará una mayor resistencia a la oxidación - , pero mayor que los observados en las figuras 37, 38 por lo que tendrá menor resistencia a la corrosión que las muestras pulidas con lija grado 400 y 500 SiC.

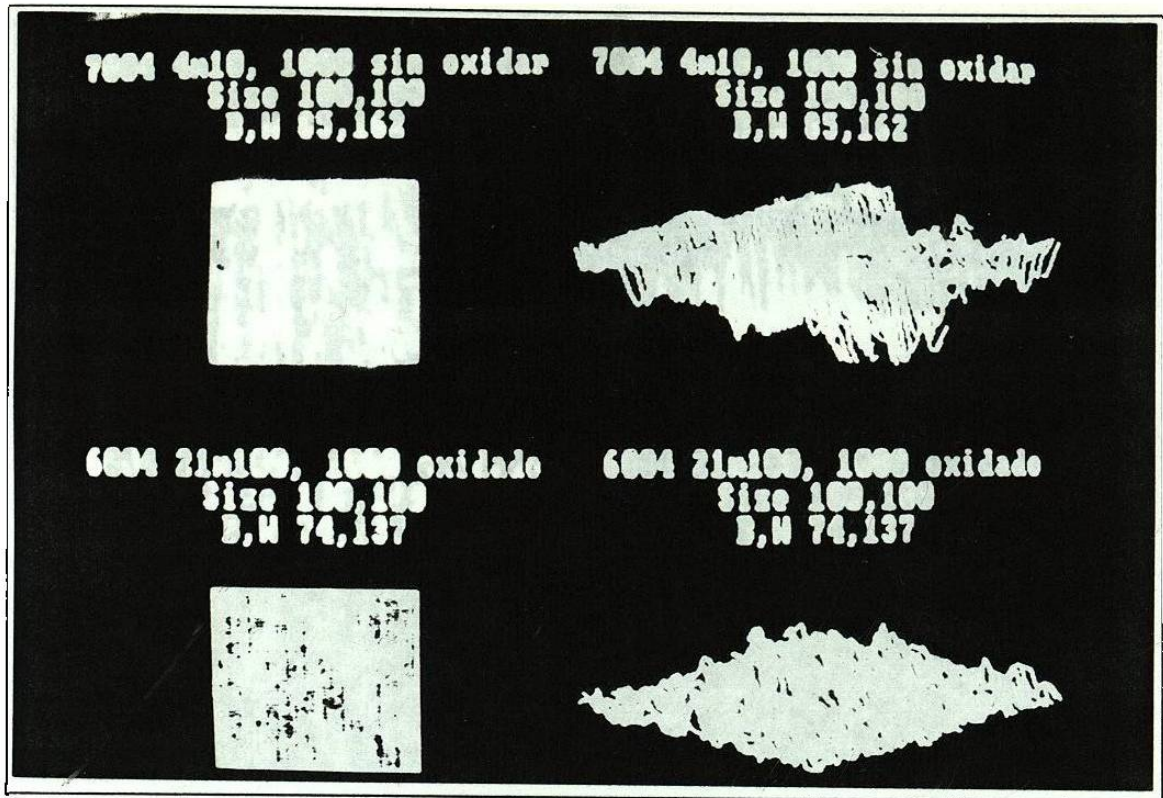


Fig. 34.- Acero 316L, pulido lija 1000 SiC. Antes y después de la oxidación.

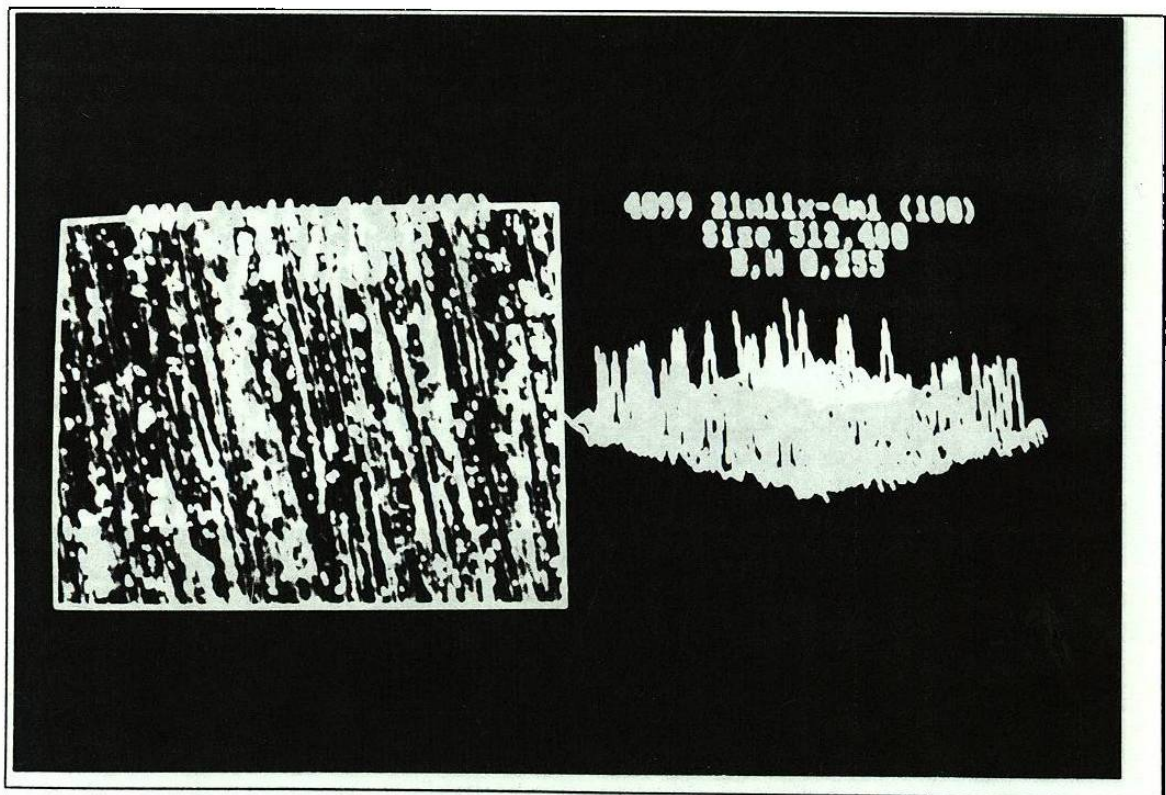


Fig. 35.- Imagen resultante de la resta de imágenes antes y después del proceso de oxidación. Muestra pulido 180 SiC.

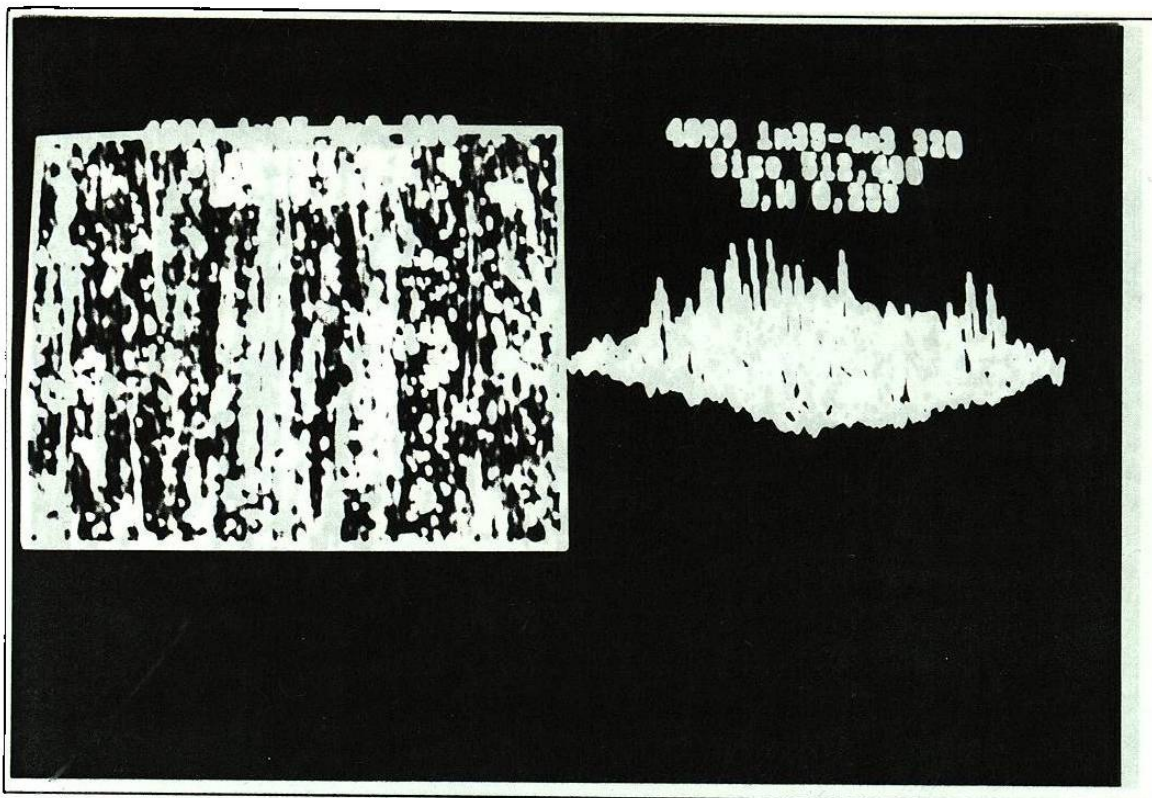


Fig. 36.- Imagen resultante de la resta de imagenes antes y después del proceso de oxidación. Muestra pulido 320 SiC.

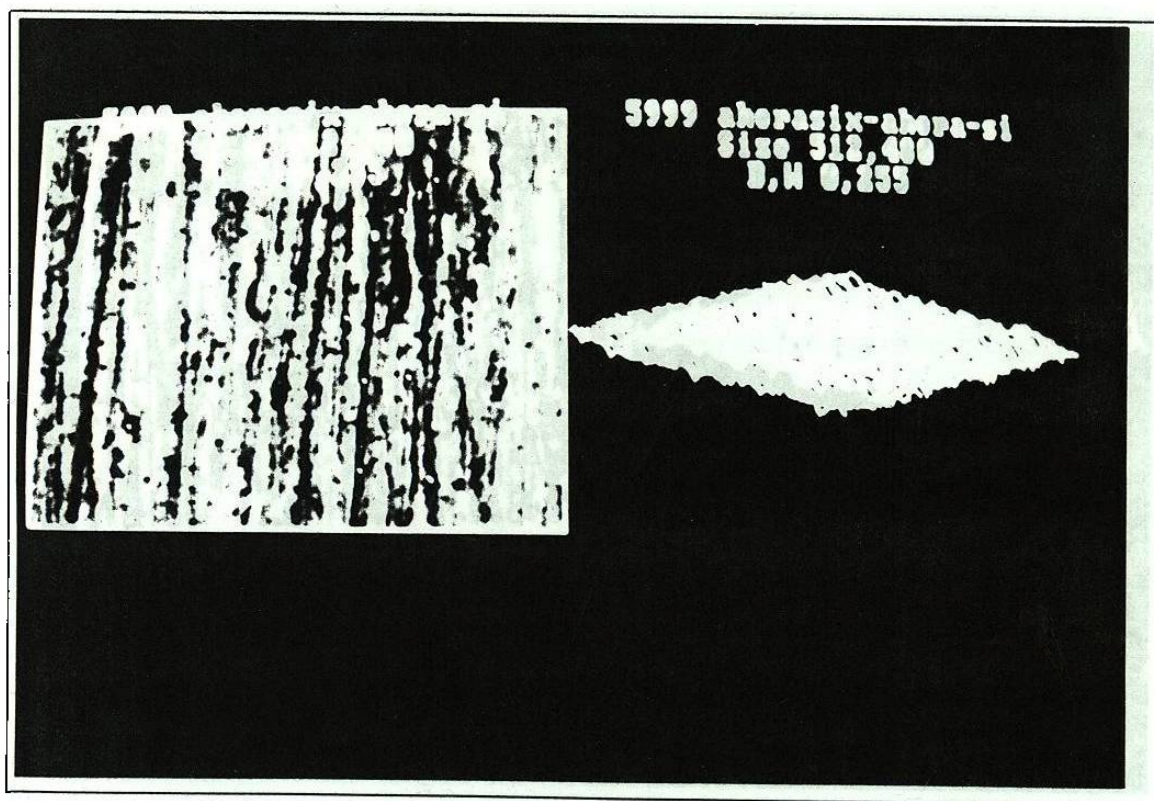


Fig. 37.- Imagen resultante de la resta de imagenes antes y después del proceso de oxidación. Muestra pulido 400 SiC.

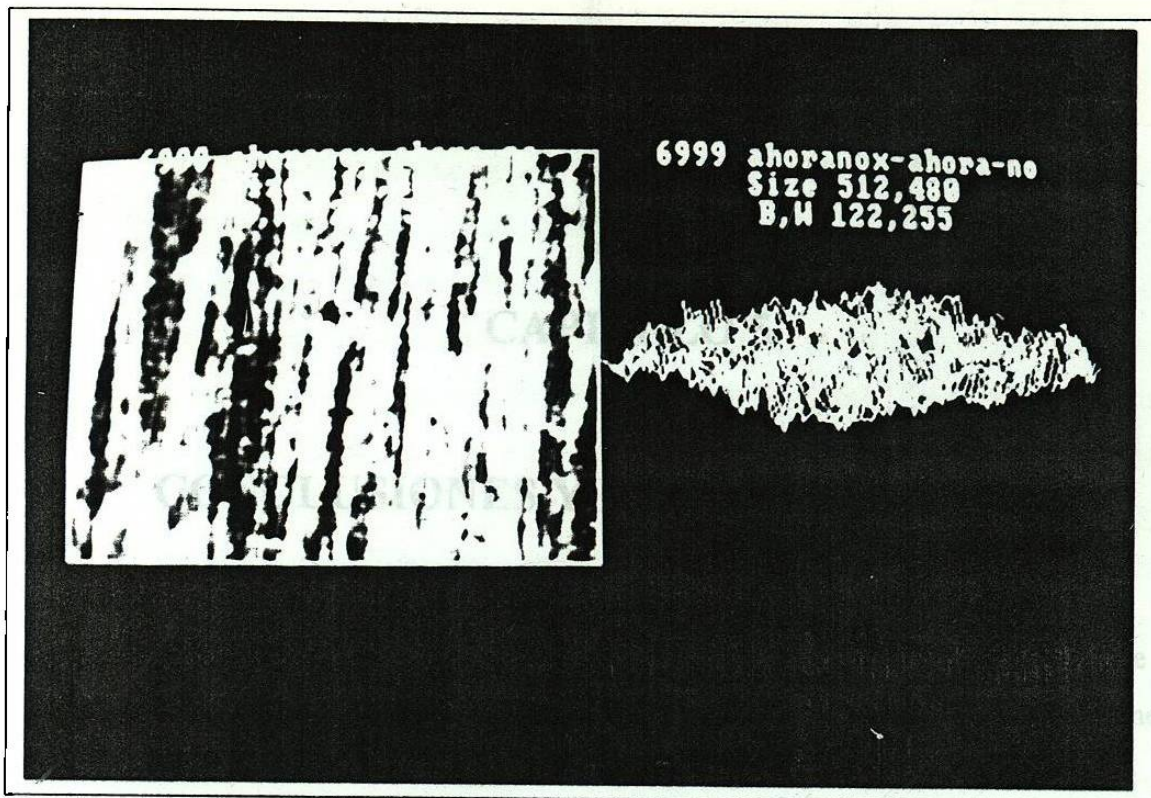


Fig. 38.- Imagen resultante de la resta de imagenes antes y después del proceso de oxidación. Muestra pulido 500 SiC.

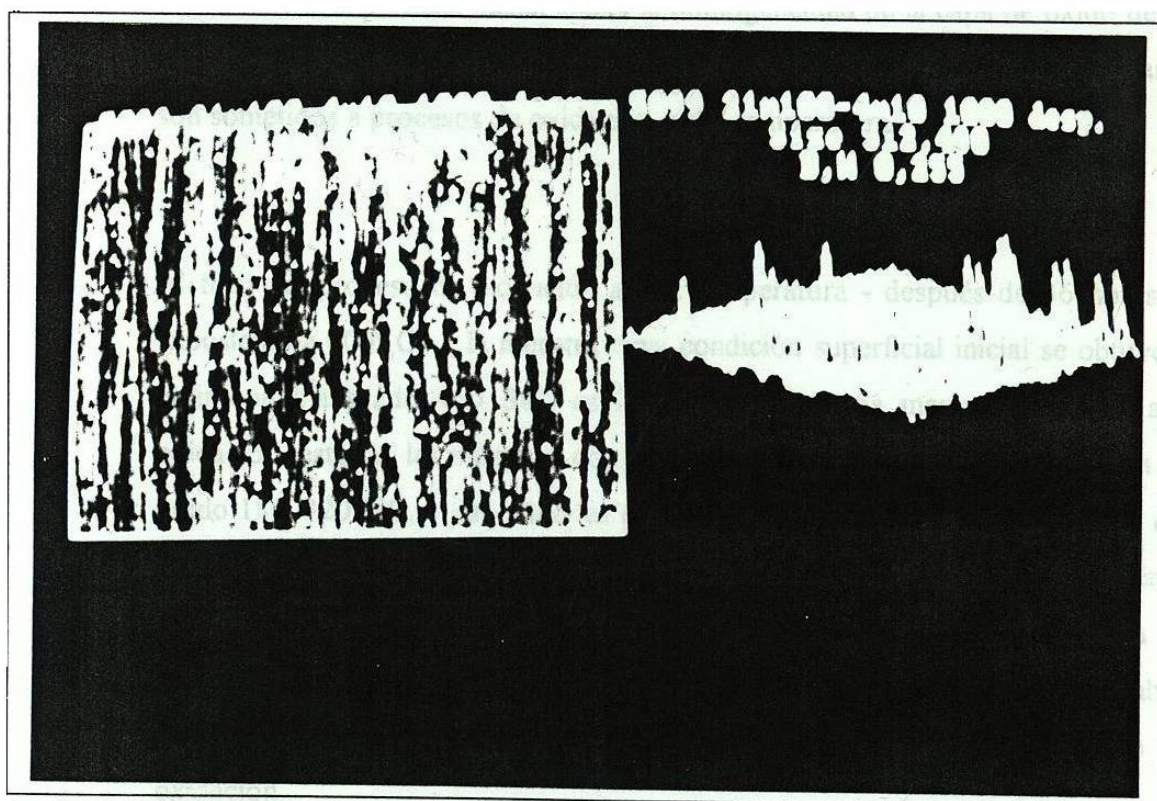


Fig. 39.- Imagen resultante de la resta de imagenes antes y después del proceso de oxidación. Muestra pulido 1000 SiC.