

# UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLAS DE HIDALGO



# INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALURGICAS

# "ESTUDIO INTERFACIAL Y DE CORROSIÓN EN UNIONES DE ACERO INOXIDABLE AISI 304 PRODUCIDAS CON CINTAS AMORFAS"

# **TESIS**

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRO EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

**ASESOR:** 

Dr. José Lemus Ruíz.

CO ASESOR:

Jorge Alejandro Verduzco Martínez

**AUTOR:** 

Eleazar Bautista Mendoza

**JUNIO 2010** 

# **DEDICATORIA**

A DIOS POR HABERME OTORGADO EL DON TAN MARAVILLOSO DE LA VIDA, Y POR DARME A LA FAMILIA QUE TENGO.

A MI MADRE, MARIA DEL CARMEN MENDOZA SANCHEZ, PORQUE NO HE CONOCIDO HASTA HOY A UNA MEJOR PERSONA QUE ELLA; PORQUE SIEMPRE ME HA BRINDADO TODO SU AMOR Y APOYO, PORQUE CON SUS CONSEJOS Y AYUDA, HE SABIDO SALIR ADELANTE. SIEMPRE ME EXPRESA LO ORGULLOSA QUE SE SIENTE DE MÍ. NO HAY PALABRAS PARA EXPRESAR TODO EL AMOR QUE SIENTO HACIA MI MADRE. ¡¡¡GRACIAS POR ESTAR EN MI VIDA!!!

A MI PADRE ELEAZAR BAUTISTA ROSAS QUE CON SU INTEGRIDAD DE CARÁCTER, PALABRAS DE ANIMO Y MOTIVACIÓN ME HA DADO MÁS DE LO QUE AQUÍ PODRÍA EXPRESAR.

A MI ESPOSA FATIMA DEYANIRA ESTRADA MACEDO, POR SU AMOR, CARIÑO, COMPREHENSIÓN, APOYO INCONDICIONAL EN MOMENTOS DIFICILES, GRACIAS POR SER COMO ERES.

A LA FAMILIA ESTRADA MACEDO POR EL AMOR, AMISTAD Y CONFIANZA CONFERIDA Y EL APOYO INCONDICIONAL MOSTRADO SIEMPRE.

DE UNA MANERA ESPECIAL LES AGRADEZCO A MIS AMIGOS: ULISES, ROMAN, ANTONIO, BALDEMAR, LIZZETE, ISAI, GUSTAVO, ERENDIRA, LUPITA, DIEGO, QUE POR TODOS LOS MOMENTOS DE TENSIÓN Y RELAJAMIENTO QUE PASAMOS JUNTOS, POR LA VALIOSA AMISTAD QUE CULTIVAMOS Y POR ESTAR SIEMPRE DISPUESTOS A AYUDARME.

HEMOS COMPARTIDO TODO EN NUESTRAS VIDAS: ALEGRÍAS, TRISTEZAS, ÉXITOS....., ESTA TESIS, QUE ES UN LOGRO MÁS OBTENIDO, TAMBIÉN ES PARA ELLOS.

ESTE LOGRO, ES SÓLO EL COMIENZO DE MUCHOS MÁS, Y QUE SIEMPRE LES DEDICARÉ A DIOS Y A MI FAMILIA.

## **AGRADECIMIENTOS**

A MI ASESOR, EL DR. JOSÉ LEMUS RUIZ POR SU APOYO BRINDADO DURANTE MIS ESTUDIOS DE MAESTRÍA, POR LOS CONOCIMIENTOS QUE SIEMPRE SE PREOCUPÓ POR TRANSMITIRME, ASÍ COMO POR LOS CONSEJOS Y RECOMENDACIONES QUE SIEMPRE ME HIZO PARA LLEVAR ACABO UN PROYECTO DE INVESTIGACIÓN DE LA MEJOR FORMA POSIBLE.

A MI CO-ASESOR, AL DR. JORGE ALEJANDRO VERDUZCO MARTINEZ POR SUS SABIAS RECOMENDACIONES Y APOYO QUE SIEMPRE SE PREOCUPÓ EN BRINDARME DURANTE LA MAESTRIA, Y PORQUE JUNTO CON EL DR. LEMUS, SIEMPRE ESTUVO AL TANTO DEL PROYECTO ASIGNADO. SIEMPRE ME HIZO SABER QUE PODIA CONFIAR EN EL PARA CUALQUIER DUDA O PROBLEMA QUE SE ME PRESENTARA.

A LOS REVISORES DE MI TESIS: DR. JOSÉ LEMUS R., DR. JORGE A. VERDUZCO M., DR. JUÁN ZÁRATE M., DR. RAFAEL GARCIA H., DR. GERARDO A. ROSAS T., Y DR. HECTOR G. CARREÓN G. POR SU TIEMPO Y PORQUE CON TODAS LAS RECOMENDACIONES Y CORRECCIONES REALIZADAS, PUDE MEJORAR MI TESIS.

A LOS TÉCNICOS DEL IIM: ING. FRANCISCO SOLORIO, SRA. VICKY, M.C. REMEDIOS PORQUE CON SU APOYO TECNICO LOGRE LA CULMINACIÓN DE LA PRESENTE TESIS.

AL DR. JORGE SANCHEZ DE LA UNIVESRIDAD DE CAMPECHE (CICORR), POR EL APOYO EN ESTA INVESTIGACIÓN EN EL AREA DE LABORATORIOS.

A MIS PROFESORES DE MAESTRIA POR TODOS LOS CONOCIMIENTOS QUE LOGRARÓN TRANSMITIRME Y QUE SIEMPRE ME SERAN DE MUCHA UTILIDAD.

FINALMENTE , QUIERO AGRADECER A CONACYT, POR LA BECA OTORGADA DURANTE LA MAESTRÍA Y QUE DE ESTA FORMA ME PERMITIÓ ENFOCARME EN MIS ESTUDIOS Y EN EL DESARROLLO DE MI TEMA DE TESIS.

# ÍNDICE

Índice de figuras II		III
Índice de tablas		
Resumen		VII
	,	
	INTRODUCCIÓN	
Capitulo 2	REVISIÓN BIBLIOGRAFICA	3
2.1	Propiedades de los Materiales.	3
2.2	Aceros inoxidables.	
2.2.1	Definición y composición de un acero inoxidable.	
2.2.2	Tipos de aceros inoxidables.	
2.2.3	Principales ventajas del acero inoxidable.	6
2.2.4	Efecto de los elementos de aleación.	
2.2.4.1	Cromo.	
2.2.4.2	Níquel	7
2.2.4.3	Otros Elementos.	8
2.2.4.3	Aceros inoxidables austeníticos.	
2.2.5.1	Acero inoxidable - AISI 304 Fe/Cr18/Ni10.	10
_		10
2.2.5.2	Influencia de los elementos.	13
2.2.5.3	Usos	13
2.2.5.4	Clasificación	14
2.3	Técnicas de unión metal/metal.	14
2.3.1	Parámetros experimentales mediante el método unión por difusión en estado sólido	16
2.3.2	Mecanismos y problemas de unión metal-metal.	18
2.4	Evaluación mecánica de unión.	19
2.5	Corrosión.	21
2.5.1	Tipos de Corrosión.	22
2.5.2	Ingeniería y ciencia de la corrosión.	27
2.5.3	Corrosión electroquímica.	27
2.5.3.1	Reacciones anódicas.	28
2.5.3.2	Reacciones catódicas.	29
2.5.3.3	Electrodo simple	29
2.5.3.4	Electrodo mixto	29
2.5.3.5	Reacciones electroquímicas	30
2.5.3.6	Polarización.	33
2.5.3.7	Pasividad	34
2.5.3.8	Método electroquímico para el estudio de la corrosión.	37
2.5.4	Formas de corrosión.	37
2.6	Electrodo de referencia	38
2.7	Técnicas electroquímicas	39
2.8	Tratamiento térmico de sensitización.	40
2.8.1	Sensitización	40
2.8.2	Metal sensitizado.	40
2.8.3	Evaluación de una aleación sensitizada.	41
2.8.4	La metalurgia influenciando la corrosión	43
2.8.5	Mecanismos de la corrosión intergranular	43
2.8.6	Métodos de polarización cíclica potenciodinamicos.	46
2.8.7	Evaluación de la corrosión por picadura.	47
2.8.7.1	Experimento ASTM G 61.	47
2.0./.1	Experimento 201111 O 01	<b>−r</b> /

Examinación v evaluación	48
	48
	49
	49
	50
	52
DESARROLLO EXPERIMENTAL	53
Materiales de inicio.	54
Caracterización de los materiales de inicio.	55
Análisis térmico diferencial (DTA)	56
Proceso de Unión.	57
	57
1	57
	58
	59
	60
	61
Lydidacion mecanica de la union	01
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	64
Caracterización de los materiales de inicio.	64
DTA de la cinta metálica amorfa	64
Difractograma de la cinta metálica morfa.	65
Micro análisis de la cinta metálica amorfa.	66
	67
Uniones de acero inoxidable AISI 304/cinta amorfa/ AISI 304.	68
Caracterización interfacial de la unión de AISI 304 /cinta amorfa/AISI 304 en el	68
	72
	73
1	
	74
	75
	76
	77
Experimentos potenciodinámicos realizados a las uniones de AISI 304/C.A./AISI	
304 a diferentes tiempos y temperaturas en agua destilada con 3.5% en peso de	
	79
	89
Evaluación mecánica de resistencia al corte.	96
CONCLUCIONES	00
CONCLUSIONES	99
Referencias bibliográficas	101
	Caracterización de los materiales de inicio.  Análisis térmico diferencial (DTA).  Proceso de Unión.  Preparación de las muestras.  Arreglo de la unión.  Proceso de unión de la muestra.  Caracterización de la unión.  Pruebas de corrosión.  Evaluación mecánica de la unión.  RESULTADOS Y DISCUSIÓN.  Caracterización de los materiales de inicio.  DTA de la cinta metálica amorfa.  Micro análisis de la cinta metálica amorfa.  Micro análisis de la cinta metálica amorfa.  Metalografías de AISI 304.  Uniones de acero inoxidable AISI 304/cinta amorfa/ AISI 304.  Caracterización interfacial de la unión de AISI 304 / cinta amorfa/AISI 304 en el MEB.  Microanálisis puntual.  Mapeo de la interfase de la unión de cinta amorfa / AISI 304 unida a 900 °C por 30 min.  Experimento potenciodinámico realizado a la cinta amorfa sin tratamiento térmico.  Experimento potenciodinámico realizado a la suniones de AISI 304/C.A./AISI 304 a diferentes tiempos y temperaturas.  Experimentos potenciodinámicos realizados a las uniones de AISI 304/C.A./AISI 304 a diferentes tiempos y temperaturas.  Experimentos potenciodinámicos realizados a las uniones de AISI 304/C.A./AISI 304 a diferentes tiempos y temperaturas en agua destilada con 3.5% en peso de NaCl.  Ensayos de sensitización.  Evaluación mecánica de resistencia al corte.  CONCLUSIONES.

# **INDICE DE FIGURAS**

Figura 2.1	La adición de níquel promueve un cambio de estructura cristalina de BCC a FCC 7
Figura 2.2	Aumentar el contenido en níquel cambia la micro estructura de un acero ferrítico (a)
	izquierda en un acero dúplex (b) mitad y en un acero austenítico (c) derecha
Figura 2.3	Diferentes familias de aceros inoxidables
Figura 2.4	Diagrama de Schaeffler
Figura 2.5	Diagrama simplificado de Schaeffler
Figura 2.6	Clasificación de algunas técnicas de unión por difusión
Figura 2.7	Algunos tipos de pruebas al corte en uniones metal/metal
Figura 2.8	Proceso autocatalítico en una picadura
Figura 2.9	Dirección de flujo de corriente entre un ánodo y un cátodo en una celda de corrosión
Figura 2.10	Diagrama esquemático de la disolución del metal M, liberandose en la solución como ion metálico M <sup>2+</sup> y en los electrones metálicos, e <sup>-</sup> , los cuales son consumidos por la reducción de H <sup>+</sup> a H <sub>2</sub>
Figura 2.11	Incremento esquemático en la velocidad de corrosión con el incremento del potencial $E$ y la polarización anódica $\varepsilon_a$
Figura 2.12	Curva de polarización anódica.
Figura 2.13	Pasividad a potenciales de oxidación arriba de Ep
Figura 2.14	Comportamiento de la polarización hipotética anódica y catódica para un material con un comportamiento anódico pasivo
Figura 2.15	Esquema de dos procedimientos para ensayos de polarización por reactivación anódica (a) Método Clarke et al. (b) Método de Akashi 42
Figura 2.16	La figura muestra el uso del ensayo EPR para evaluar la sensitización
Figura 2.17	Comportamiento de la polarización anódica de una aleación activa – pasiva con zonas disminuidas en los límites de grano
Figura 2.18	Comportamiento de la polarizacion anódica de dos fases de una aleación activa – pasiva
Figura 2.19	Corrosión en el acero del tipo 304 en un medio limitado a hervir al 10% (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) con un eliminador de 0.47 gr. de Fe3+/L y adicionando una solución de Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> 45
Figura 2.20	Curvas de polarizacion ciclica potenciodinámicas para la aleación Hastelloy C-276 y para el acero inoxidable 304 en una solución de NaCl al 3.56%
Figura 2.21	Partes de una maquina de jet fabricada con aleaciones por metglas, fabricada por brazing: 1) Tapón de gases de escape de la maquina de jet Pratt & Whitney JT9D-7R4; 2) Tubo de escape de cola para avión Douglas DC-9-50; 3) Tapón de gases de escape de la maquina de jet GE CF6-80; y 4) Boquilla de salida de la maquina de jet para Rolls Royce RB-211.
Figura 3.1	Diagrama de flujo del desarrollo experimental.
Figura 3.2	Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM.5910-LV.
Figura 3.3	Arreglo y montaje de las muestras en dado de grafito
Figura 3.4	Horno de unión conteniendo las muestras a unir
Figura 3.5	Equipo de precisión de disco de diamante empleado para el corte de las muestras 59
Figura 3.6	Potenciostato modelo 273 A
Figura 3.7	Microscopio óptico.
Figura 3.7 Figura 3.8	Muestras empleadas para pruebas mecánicas de resistencia al corte
Figura 3.9	Porta muestras utilizado para realizar los ensayos mecánicos de resistencia al corte 62
Figura 3.9 Figura 3.10	Esquema de la prueba mecánica de resistencia al corte
Figura 3.10 Figura 3.11	
Figura 4.1	Máquina Universal Instron 5500R63DTA de la cinta metálica amorfa63
Figura 4.1	Difractograma de la cinta metálica amorfa.

Figura 4.3	Espectro de la cinta metálica en el MEB.	66
Figura 4.4	Metalografía del AISI 304, atacada con acido pícrico durante 2 min., 2000 X	67
Figura 4.5	Metalografía del AISI 304, atacada con acido pícrico durante 2 min., 500 X	67
Figura 4.6	a)Sección transversal de la zona de unión AISI 304/c.amorfa/AISI304 unida a 900	
C	°C por 25 minutos, a 1 000 X. b) sección transversal de la unión a 900 °C por 25	
	minutos, a 2 000 X, c) sección transversal de la unión a 900 °C por 25 minutos, a 3	
	•	69
Figura 4.7	a) Sección transversal de la zona de unión AISI 304/c.amorfa/AISI304 unida a 900	0,
rigara,	°C por 30 minutos, a 1 000 X. b) Sección transversal de la unión a 900 °C por 30	
	minutos, a 2 000 X, c) Sección transversal de la unión a 900 °C por 30	
		71
Figura 4.8	a) Sección transversal de la zona de unión AISI 304/c.amorfa/AISI304 unida a 1000	, 1
1 Iguia 4.0	°C por 30 minutos, a 1 000 X. b) Sección transversal de la unión a 1000 °C por 30	
	minutos, a 2 000 X, c) Sección transversal de la unión a 1000 °C por 30 minutos, a	
		72
Figura 4. 9	Análisis químico puntual a través de la interfase AISI 304/c. amorfa/ AISI 304 para	12
rigula 4. 9		73
Figura 4.10	<u>.</u>	73 73
Figura 4.10	Mapeo de la interfase de la unión de cinta amorfa / AISI 304 unida a 900 °C por 30	13
riguia 4.11		74
Figura 4.12		7 <del>4</del> 75
Figura 4.12 Figura 4.13	1 1	75 76
-	* *	70
Figura 4.14	Experimento potencio dinámico realizado a la unión de AISI 304/ C.A./AISI 304 a 850 °C por 45 min.	77
Figura 4.15	Experimento potencio dinámico realizado a la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a	
C		79
Figura 4.16	a) Microestructura de la interfase de la unión b) Microestructura de la cinta metálica	
C		80
Figura 4.17	Experimento potenciodinámico realizado a la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a	
C		80
Figura 4.18	a) Microestructura de la interfase de la unión, b) Microestructura realizada a la	
		81
Figura 4.19	Experimento potenciodinámico realizado a la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a	
C		81
Figura 4.20	a) Microestructura de la interfase de la unión, b) Microestructura realizada a la zona	
C		82
Figura 4.21	Experimento potenciodinámico realizado a la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a	
C		83
Figura 4.22	a)Microestructura de la interfase de la unión, b) Microestructura realizada en la zona	
C		84
Figura 4.23	Experimento potenciodinámico realizado a la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a	
C		85
Figura 4.24	a)Interfase de la unión, b) Interfase se observa la cinta metálica, c) Límite de la	
	interfase del AISI y de la cinta metálica amorfa, se observa a la cinta amorfa de la	
		85
Figura 4.25	Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por	
		89
Figura 4.26	Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por	
Č		90

Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por	
45 minutos.	91
Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por	
60 minutos.	92
Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A/AISI 304 a 950 °C por	
45 minutos.	93
Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A/AISI 304 a 1000 °C por	
45 minutos	94
Efecto del tiempo de unión en la resistencia a la tensión al corte para las uniones a	
850 °C por 45 min., a 900 °C por 25, 30, 45 y 60 min., a 950 °C por 45 min., y a	
1000 °C por 45 min	97
	45 minutos.  Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por 60 minutos.  Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A/AISI 304 a 950 °C por 45 minutos.  Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A/AISI 304 a 1000 °C por 45 minutos.  Efecto del tiempo de unión en la resistencia a la tensión al corte para las uniones a 850 °C por 45 min., a 900 °C por 25, 30, 45 y 60 min., a 950 °C por 45 min., y a

# INDICE DE TABLAS

Tabla 2.1	Elementos que entran en la composición de los diferentes aceros inoxidables	5
Tabla 2.2	Clasificación de tipos de corrosión	22
Tabla 3.1	Propiedades físicas de la cinta metálica amorfa (Ni <sub>76.5</sub> Fe <sub>4.2</sub> Cr <sub>12</sub> B <sub>2.8</sub> Si <sub>4.5</sub> )	54
Tabla 3.2	Composición química de la cinta metálica amorfa	54
Tabla 3.3	Propiedades del acero inoxidable austenítico AISI 304	54
Tabla 3.4	Composición del acero inoxidable austenítico AISI 304	55
Tabla 3.5	Propiedades mecánicas del acero inoxidable AISI 304	55
Tabla 3.6	Especificaciones dimensionales de los materiales de inicio	55
Tabla 4.1	Composición química de la cinta amorfa del proveedor y la obtenida por el MEB	66
Tabla 4.2	Resultados de la unión AISI 304/cinta amorfa/AISI 304, realizadas en una atmósfera de Ar	68
Tabla 4.3	Potenciales de corrosión de las uniones de AISI 304/cinta amorfa/ AISI 304 a diferentes tiempos de unión y temperaturas en agua destilada	78
Tabla 4.4	Potenciales de corrosión de las uniones de AISI 304/cinta amorfa/ AISI 304 a diferentes tiempos de unión y temperaturas en agua destilada al 3.5% en peso de NaCl.	86
Tabla 4.5	Diferencia de los potenciales de corrosión de las uniones de AISI 304/cinta amorfa/ AISI 304 a diferentes tiempos de unión y temperaturas en agua destilada y en agua destilada al 3.5% en peso de NaCl.	88
Tabla 4.6	Ensayos de sensitización a temperatura ambiente en agua destilada	94
Tabla 4.7	Resultados de pruebas al corte a varios parámetros de temperatura y tiempo	97

# RESUMEN

En el presente trabajo se realizaron uniones utilizando el acero inoxidable AISI 304 el cual presenta una buena resistencia a la corrosión y además es ampliamente utilizado en la industria. Así mismo se utilizo como medio de unión una cinta metálica amorfa base níquel(Ni<sub>76.5</sub> Fe<sub>4.2</sub> Cr<sub>13</sub> B<sub>2.8</sub> Si<sub>4.5</sub>). La finalidad es aprovechar cada una de las características de los materiales mencionados y desarrollar técnicas que nos permitan obtener uniones funcionales las cuales sean resistentes a diferentes medios corrosivos, y obtener valores aceptables en relación a sus propiedades mecánicas y químicas. La técnica de unión utilizada fue unión por difusión en fase sólida.

Previo a la unión de los materiales se realizo la caracterización de estos, posteriormente se procedió a la preparación de las muestras a unir la cual consistió en corte de pastillas y pulido de las caras que estarán en contacto para posteriormente unirlas en una atmósfera inerte de argón y finalmente caracterizar la zona de reacción. Se comprobó la estructura amorfa de la cinta metálica mediante la técnica de rayos x, de igual forma la temperatura de fusión mediante un análisis térmico diferencial DTA. La unión de las muestras fue de tipo sándwich utilizando dos muestras de acero inoxidable AISI 304 utilizando como medio de unión la cinta amorfa. Los resultados muestran uniones favorables a 850 °C por 45 min., a 900 °C por 25,30,45,60 y 90 min., a 950 °C por 30,45,60 y 90 min., y a 1000 °C por 30, 45, 60 y 90 min. Las uniones se llevaron a cabo mediante la difusión por reacción química entre los materiales. Se realizo un mapeo de la unión a 900 °C por 30 minutos el cual muestra como se llevo a cabo la difusión de los elementos principalmente de Ni, Cr y Fe en la interfase.

Se realizaron pruebas de polarización potenciodinámicas a las interfases de las uniones, ya que se busca la resistencia química, estos experimentos se llevaron a cabo en dos electrolitos, en agua destilada y en solución 3.5% en peso de NaCl. Se realizaron ensayos de sensitización a las uniones utilizando como electrolito una solución al 3.5% en peso de NaCl. Este ensayo fue realizado con la finalidad de estudiar y analizar en dónde se lleva a cabo la corrosión preferencialmente. El fenómeno de sensitización que sufrió la unión a 900 °C por 25 minutos, fue debido a que el acero inoxidable sufrió una precipitación de los carburos de cromo, en los límites de grano.

Se realizaron pruebas de corte o cizallamiento usando una máquina universal Instron, a la temperatura de 950 °C por 45 minutos se obtuvieron valores muy aceptables de resistencia al corte de 102 Mpa, a la temperatura de 900 °C por 60 minutos se obtuvieron valores de resistencia al corte de 108 Mpa., a temperaturas de 850 °C por 45 minutos se obtuvo una resistencia al corte promedio de 77 Mpa, así mismo a 900 °C por 25 minutos se obtuvo una resistencia al corte promedio de 80 Mpa lo cual indica que al incrementar el tiempo de unión se obtuvo una unión más resistente.

# **CAPÍTULO 1**

## Introducción

El acero convencional es básicamente una aleación o combinación de hierro y carbono (alrededor de 0.05% hasta menos del 2%). Algunas veces otros elementos de aleación específicos tales como el cromo y níquel se agregan con propósitos determinados, uno de ellos es el de hacerlos resistentes a la corrosión, es decir, obtener un acero inoxidable. Los aceros inoxidables contienen cromo, níquel y otros elementos de aleación, que los hacen resistentes a la corrosión y oxidación a pesar de la acción de la humedad o de ácidos y gases agresivos. Algunos aceros inoxidables tienen elevada dureza, propiedades mecánicas elevadas y mantienen esa resistencia durante largos periodos a temperaturas extremas.

Debido a sus superficies brillantes se emplean en arquitectura muchas veces con fines decorativos. El acero inoxidable se utiliza para las tuberías y tanques de refinerías de petróleo o plantas químicas, para los fuselajes de los aviones o para cápsulas espaciales. También se usa para fabricar instrumentos y equipos quirúrgicos, en implantes ortopédicos, ya que resiste a la acción de los fluidos corporales. En cocinas y zonas de preparación de alimentos los utensilios son a menudo de acero inoxidable, ya que no afecta los alimentos y pueden limpiarse con facilidad [1].

Los aceros inoxidables son aleaciones a base de hierro, cromo, carbono y otros elementos, principalmente, níquel, molibdeno, manganeso, silicio y titanio, entre otros, que les confieren una resistencia particular a algunos tipos de corrosión en determinadas aplicaciones industriales. Naturalmente, la presencia de cada elemento en determinados porcentajes produce variaciones distintas de las características intrínsecas de los diversos tipos [2]. Según la norma EN 10088 se define a los aceros inoxidables como aquellas aleaciones ferrosas que contienen cromo en una proporción mínima del 10.5 %. Esta característica de buena resistencia a la corrosión se debe a la propiedad de estas aleaciones de pasivarse en un ambiente oxidante.

La formación de una película superficial de óxido de cromo (Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) sirve para la protección del acero inoxidable. Dicha película pasiva se vuelve a reconstruir cuando se la daña si el ambiente es suficientemente oxidante manteniendo una protección permanente del acero.

El uso de los aceros inoxidables es muy amplio ya que van desde usos domésticos hasta usos industriales. Los aceros inoxidables forman ahora parte imprescindible en la vida cotidiana moderna en todos sus aspectos [2].

Por otro lado algunas de las ventajas que tiene el uso de las cintas metálicas amorfas como elemento de unión de materiales sobre el uso de elementos de relleno tales como pastas fabricadas a partir de polvos usando aglutinante, estriba en que las primeras pueden llenar en forma más eficiente las superficies a unir; por otro lado, las pastas pueden llegar a ser frágiles debido a la concentración de elementos que ayudan a disminuir la temperatura, tales como fósforo, boro y/o silicio. Es por esto que el uso de cintas está siendo explotado con mayor frecuencia [3,4].

En este sentido, la fabricación de las cintas debe ser también un aspecto importante a considerar, ya que su producción debe ser rápida y de diversas aleaciones. Es así como con la tecnología de la solidificación rápida es posible fabricar cintas directamente desde el estado líquido, eliminando con esto el largo proceso que conlleva la fabricación de estas por la ruta tradicional; asimismo con la solidificación rápida se pueden fabricar una gran diversidad de aleaciones adecuadas para ser usadas como elemento de unión de materiales. El presente trabajo presenta el efecto que tiene la combinación de tiempo y temperatura en la unión de acero inoxidable 304 usando una cinta metálica amorfa base Ni fabricada directamente desde el estado líquido [5].

Las ventajas de las cintas amorfas como elemento de unión sobre el uso de elementos de relleno como pastas fabricadas a partir de polvos usando aglutinante, las pastas poseen la desventaja de ser frágiles debido a la concentración de elementos los cuales disminuyen la temperatura, tales elementos son: boro, fósforo y silicio. El uso de las cintas metálicas amorfas es un producto que se ha extendido debido a su rápida producción, por tal motivo han sido explotadas con mayor frecuencia [5].

# **CAPITULO 2**

# REVISIÓN BIBLIOGRAFICA

# 2.1 Propiedades de los Materiales

Las propiedades de los materiales determinan el desempeño en sus aplicaciones y por lo tanto la aplicación de cada uno de ellos, es decir, el éxito de una operación está determinado por el comportamiento del material cuando se sujeta a esfuerzos, temperaturas u otros parámetros físicos particulares. Estas propiedades se pueden dividir de manera general en:

# Propiedades Mecánicas

Estas determinan el comportamiento de un material al someterlo a esfuerzos mecánicos. Estas propiedades incluyen el módulo de elasticidad, ductilidad, dureza y varias medidas de resistencia. Las propiedades mecánicas son importantes en el diseño, porque el funcionamiento y desempeño de los productos dependen de su capacidad para resistir deformaciones bajo esfuerzos que enfrentan en servicio, esto es, que el producto resista estos esfuerzos sin cambios significativos en su geometría. [6].

## **Propiedades Físicas**

Las propiedades físicas de un material están determinadas por el comportamiento de éste al ser sometido a otras fuerzas físicas además de las mecánicas. Los componentes de un producto necesitan hacer algo más que simplemente soportar esfuerzos mecánicos, deben conducir la electricidad o prevenir su conducción, permitir el escape de calor, transmitir la luz, etc. [6].

# Propiedades Químicas

Determinan el comportamiento de un material al ser sometido a medios agresivos ya sean básicos, ácidos, altamente oxidantes, etc., al diseñar un material o determinar una aplicación específica, además de considerar las cargas mecánicas a las que estará sometido y el comportamiento físico que le será demandado, se debe de considerar el medio donde va a ser utilizado.

Desde el comienzo de su uso los metales han tenido gran importancia tecnológica y comercial, debido a que presentan propiedades que satisfacen una amplia variedad de requerimientos de diseño, además de que existe una gran variedad y disponibilidad de metales a un costo relativamente bajo, así como una gran diversidad de procesos de manufactura que transforman a los metales en productos útiles.

#### 2.2 ACEROS INOXIDABLES

# 2.2.1 Definición y composición de un acero inoxidable

Tal como el nombre lo indica, los aceros inoxidables son más resistentes a la corrosión que los aceros al carbono y de baja aleación. Son ampliamente utilizados en medios corrosivos como medios acuosos a temperatura ambiente, o en presencia de líquidos a temperatura elevada.

Su resistencia a la corrosión se debe al agregado del elemento cromo en las aleaciones de hierro y carbono. Debido al agregado de este elemento de aleación, el acero genera una delgada película de óxidos de cromo, (Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) en la superficie. A pesar de ser sumamente delgada, esta película se encuentra fuertemente adherida al metal y lo protege contra distintos tipos de medios agresivos, renovándose inmediatamente cuando es dañada por abrasión, corte, maquinado, etc. Pero si la película pasiva es dañada en un medio en el cual las condiciones no permiten su restauración (por ejemplo, medios reductores), el acero va a corroerse tal como los aceros al carbono o de baja aleación [2].

La cantidad mínima de cromo necesaria para conferir esta resistencia a la corrosión no está perfectamente definida. Por ejemplo, el Instituto Norteamericano del Hierro y el Acero (American Iron and Steel Institute) ha elegido el 10% de cromo como la línea divisoria entre aceros aleados y aceros inoxidables, mientras que otros establecen este límite entre el 10.5% y el 11% [2].

En la tabla 2.1 se puede ver casi la totalidad de los elementos que entran en la composición de los diferentes aceros inoxidables. Los elementos nocivos tales como C, S, P, Si, Co, O e H, en cantidades apreciables, pueden disminuir la resistencia a la corrosión o la resistencia mecánica.

Elementos básicos
Fe, Cr, Ni, Mo, N

Elementos importantes (> 0.5%)
Mn, Si, Cu, Ti, Nb, Al, W, V, Co

Elementos menores (< 0.5%)
B, Ce, S, Se, Te

Elementos nocivos
C, S, P, Si, Co, O, H, metales de bajo punto
de fusión (Sn, Zn, Pb)

Tabla 2.1 Elementos que entran en la composición de los diferentes aceros inoxidables.

La mayoría de los aceros inoxidables están disponibles en sus formas principales tales como planchas, barras, flejes, hojas, chapas y tubos [2].

## 2.2.2 Tipos de aceros inoxidables

Como consecuencia del agregado de los elementos de aleación se producen distintos tipos de aceros inoxidables. La clasificación se hace según su microestructura y cada familia tiene diferentes propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión.

**Ferríticos**: contienen una baja cantidad de carbono y entre 12 y 30% de cromo. En esta familia el tipo de acero más utilizado es el que tiene un 18% de cromo, siendo un ejemplo de éste el AISI-430. Se usan principalmente en cubertería, electrodomésticos, etc., [2].

Austeníticos: Tienen en general un contenido de níquel entre el 8 y el 20%, y de cromo entre el 17 y el 25%. Las aleaciones austeníticas de níquel-cromo-hierro fueron desarrolladas en Alemania durante los años 1909-1912 por Benno Strauss y Edward Maurer. Los trabajos posteriores realizados por Strauss y otros más recientes condujeron a los aceros de 18% de cromo – 8% de níquel, popularmente llamados 18-8 (AISI 304), que son tan ampliamente utilizados en la actualidad en fregaderos, calderería, tubería, etc., [2].

**Martensíticos**: son aceros que contienen poco cromo y relativamente mucho carbono. En esta serie se tiene como tipo básico el que posee 13% de cromo, correspondiendo al AISI-420. Todos los martensíticos contienen entre 12% y 17% de cromo, y de 0.1% a 1% de carbono. Su principal ventaja es el endurecimiento por temple: la fase austenita se obtiene en caliente y con un enfriamiento por temple se transforma en martensita. Esta fase, de estructura tetragonal centrada en el cuerpo, es muy dura y frágil. Hay posibilidades de obtener un acero con mejores propiedades mecánicas con tratamientos térmicos. Su mayor aplicación es la cuchillería [2].

#### 2.2.3 PRINCIPALES VENTAJAS DEL ACERO INOXIDABLE

- Una alta resistencia a la corrosión en medios oxidantes
- Una buena resistencia mecánica a altas y bajas temperaturas en los austeníticos
- Buenas propiedades de soldabilidad, doblado y plegado
- Buenas propiedades de mecanizado y corte en los austeníticos
- Apariencia y propiedades higiénicas
- Un bajo costo de mantenimiento
- Son 100% reciclables

# 2.2.4 EFECTO DE LOS ELEMENTOS DE ALEACIÓN

En esta parte se describirá el papel que juegan los elementos determinantes de este tipo de aleación, es decir el cromo y el níquel.

#### 2.2.4.1 Cromo

El cromo es el elemento que le da al acero su carácter de inoxidable, pero no es el único, un mínimo cercano al 10.5% de cromo es necesario para formar una película pasiva estable, que pueda proteger a un acero contra la corrosión atmosférica suave. El aumento de contenido de cromo aumenta la resistencia a la corrosión del acero inoxidable. El cromo es un elemento alfágeno, lo que significa que la adición del cromo estabiliza la estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC, por sus siglas en inglés) del hierro: la ferrita. Si se incrementa el contenido de cromo, más níquel es necesario para formar una estructura austenítica o una estructura dúplex (ferrita + austenita). Sin embargo demasiado cromo promueve también la formación de fases intermetálicas [7].

Hay generalmente por lo menos un 17% de Cr en los aceros inoxidables austeníticos y por lo menos un 22% en los aceros inoxidables dúplex de segunda generación. El cromo también aumenta la resistencia a la oxidación a temperaturas elevadas. Este efecto del cromo es muy importante por su influencia sobre la formación y la remoción del depósito de óxido o de la tinta resultante del tratamiento térmico o de la soldadura. Los aceros dúplex son más difíciles de desoxidar que un acero inoxidable austenítico. Incluso si algunos otros elementos pueden ayudar al cromo a formar o mantener la película de óxido, el cromo sólo confiere las propiedades de resistencia a la corrosión al acero inoxidable [7].

## **2.2.4.2** Níquel

El níquel es un estabilizador de fase austenita, eso quiere decir que la adición de este elemento a una aleación base hierro promueve un cambio en la estructura cristalina de aceros inoxidables de una estructura cúbica centrada en el cuerpo (ferrita) a una estructura cúbica centrada en las caras (FCC, por sus siglas en inglés), (austenita). Los aceros inoxidables ferríticos contienen poco o nada de níquel, mientras que los aceros dúplex contienen una cantidad intermedia de níquel que va desde 4 a 7 %, y los aceros inoxidables austeníticos de la serie 300 contienen por lo menos un 8% [7].

La adición de níquel retrasa la formación de fases intermetálicas perjudiciales en aceros inoxidables austeníticos, pero es menos eficaz que el nitrógeno. La estructura FCC de la austenita es la responsable de la excelente tenacidad de los aceros inoxidables. La presencia de esta fase en cantidades próximas al 50% aumenta de manera considerable la tenacidad de los aceros dúplex, si se los compara con los inoxidables ferríticos [7]. La adición de níquel promueve un cambio de estructura cristalina de BCC a FCC, ver figura 2.1 (al menos un 8% de níquel) [7].

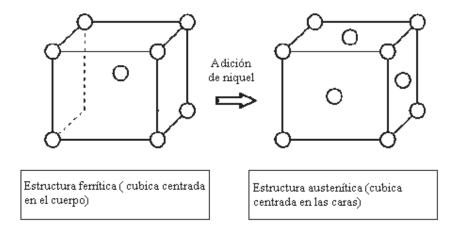


Figura 2.1 La adición de níquel promueve un cambio de estructura cristalina de BCC a FCC

Los aceros dúplex tienen una microestructura en la cual algunos granos son ferríticos y algunos austeníticos; idealmente, alrededor de iguales cantidades de cada uno, ver figura 2.2.

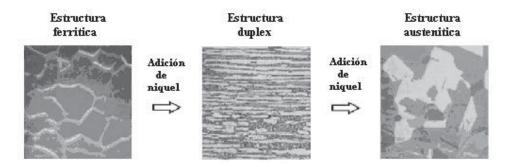


Figura 2.2 Aumentar el contenido en níquel cambia la micro estructura de un acero ferrítico (a) izquierda en un acero dúplex (b) mitad y en un acero austenítico (c) derecha.

#### 2.2.4.3 Otros Elementos

Existen otros elementos de aleación que modifican las propiedades de los aceros dúplex. El silicio por ejemplo es un elemento alfágeno que actúa de manera similar al cromo sobre la estructura. El niobio y el titanio mejoran la resistencia contra todas las formas de corrosión, incluso la corrosión intergranular. Son elementos estabilizadores de los carburos. Tienen una afinidad por el carbono, por lo que juntos forman carburos, permitiendo al cromo permanecer en solución [7].

Cabe destacar también el efecto estabilizador del manganeso, que es un elemento formador de austenita. Cuando el acero contiene muchos elementos, el efecto global es una suma de los diferentes efectos individuales. Ahora bien, es sabido que los elementos más característicos de los aceros inoxidables son el cromo, el molibdeno, el nitrógeno y el níquel, elementos alfágenos y gammágenos. Estos últimos elementos permiten la coexistencia de ferrita y austenita en el seno del acero [7]. La figura 2.3 resume el efecto del contenido de los dos elementos mayores (Cr y Ni) sobre las familias de aceros inoxidables.

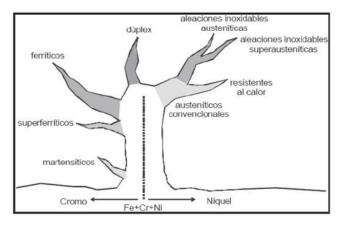


Figura 2.3 Diferentes familias de aceros inoxidables

Schaeffler representó en un sólo gráfico (Fig. 2.4) el efecto combinado del cromo y del níquel tomando en consideración que cualquier otro elemento de aleación produce un efecto similar ya sea ferrítico o austenítico. De esta forma, Schaeffler calculó a partir de la composición química (Fe, Cr y Ni) de la aleación, expresiones y definió coeficientes para dar las proporciones de la fase final. Sin embargo, aunque se ha demostrado experimentalmente que se acercan bastante a la realidad, hay que tener precaución con los coeficientes de Schaeffler [7].

La figura 2.4 muestra en función del contenido de cromo y níquel, las zonas de estabilidad de las diferentes fases de los aceros inoxidables, así como las de coexistencia de diferentes fases con sus proporciones. Este diagrama permite conocer de manera aproximativa las fases presentes en la HAZ (Heat Affected Zone: zona afectada térmicamente) de la soldadura. Los coeficientes de Schaeffler y las expresiones de este último no toman en cuenta los contenidos de nitrógeno (gammágeno), titanio, y niobio (alfágenos) [7].

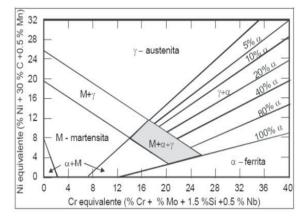


Figura 2.4 Diagrama de Schaeffler

Otra versión del diagrama de Schaeffler es el diagrama de la figura 2.5, representando una versión simplificada de tal forma que el resultado final resume todo en sólo una curva cuyos puntos determinan el porcentaje de ferrita presente en una aleación dúplex en función de la relación del equivalente de cromo y níquel (Eqcr/EqNi). Es una aproximación muy aceptable dado que se consideran casi todos los elementos de aleación en la determinación de los equivalentes de cromo y níquel [7].

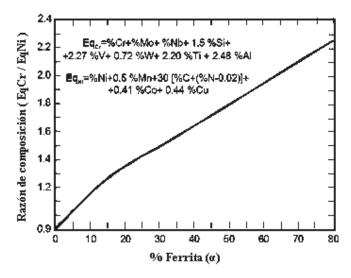


Figura 2.5 Diagrama simplificado de Schaeffler

#### 2.2.5 Aceros inoxidables austeníticos

#### 2.2.5.1 Acero inoxidable - AISI 304 Fe/Cr18/Ni10

Los aceros inoxidables son aleaciones de hierro con un contenido mínimo de 10.5% de cromo. Sus características se obtienen mediante la formación de una película adherente e invisible de óxido de cromo. Es un acero inoxidable y refractario austenítico, aleado con Cr y Ni y bajo contenido de C que presenta una resistencia a la corrosión muy elevada. Este tipo de acero es resistente contra corrosión intercristalina, no es templable ni magnético. Además los aceros inoxidables austeníticos son muy dúctiles y presentan excelente soldabilidad. El inoxidable austenítico más popular es el tipo 304, que contiene básicamente 18% de cromo y 8% de níquel, con un contenido de carbono limitado a un máximo de 0.08%. Tiene gran aplicación en las industrias químicas, farmacéuticas, aeronáutica, naval, uso en arquitectura, alimenticia, y de transporte. Es también utilizado en cubiertos, vajillas, piletas, revestimientos de ascensores; así como también en la industria alimenticia, embotelladoras, tanques de fermentación, almacenamiento, barriles, equipos de leche, cereales, cocina, químicos, maquinaria industrial como en los cuerpos de bombas y tubos [8].

En determinados medios, especialmente en aquellos que contienen iones cloruro, el acero inoxidable 304 muestra propensión a una forma de corrosión llamada corrosión por picadura. Es un tipo de corrosión extraordinariamente localizada, en la cual en determinados puntos de la superficie del material, el medio agresivo consigue romper la película pasiva para después avanzar en profundidad. El crecimiento de las picaduras se da en un proceso autocatalítico y aunque la pérdida en peso pueda ser a veces insignificante, esta forma de corrosión es muy insidiosa, ya que muchas veces una picadura es suficiente para dejar un equipo fuera de servicio [8].

La corrosión por rendijas, puede ser considerada como una corrosión por picadura artificial. El aspecto es frecuentemente semejante al de la corrosión por picadura y el proceso de crecimiento es también autocatalítico. Pero la existencia de una hendidura es necesaria para la ocurrencia del fenómeno, lo que no sucede en la corrosión por picadura. Los mismos medios capaces de provocar la corrosión por picadura, promueven la corrosión por hendiduras en los aceros inoxidables [8].

El molibdeno es introducido como elemento de aleación en los aceros inoxidables precisamente para disminuir la susceptibilidad a estas formas de corrosión. La presencia de molibdeno permite la formación de una capa pasiva más resistente y en casos en que el inoxidable 304 no resiste a la acción de determinados medios, corroyendo por picadura o por hendidura, los inoxidables 316 y 317 constituyen una excelente solución. Son aceros de gran uso en las industrias químicas, de alcohol, petroquímicas, de papel, celulosa, petrolífera, textil y farmacéutica [8].

Cuando están sometidos por algún tiempo a las temperaturas entre 450 °C y 850 °C, los aceros inoxidables austeníticos están sujetos a la precipitación de carburos de cromo en sus límites de granos, lo que los vuelve sensibilizados. Esta precipitación de carburos y la sensibilización resulta en la disminución del contenido de cromo en las regiones vecinas a los bordes, regiones que tienen así su resistencia a la corrosión drásticamente reducida, tornando el material susceptible a la corrosión intergranular en ciertos medios. Las zonas térmicamente afectadas por operaciones de soldado son particularmente sensibles a esta forma de corrosión, ya que durante el ciclo térmico de soldado parte del material es mantenido en la franja crítica de temperaturas. La consideración de este fenómeno llevó al desarrollo de los aceros inoxidables austeníticos ultra bajo carbono, 304L, 316L y 317L, en los cuales el contenido de carbono es controlado en un máximo de 0.03%, quedando así extremadamente reducida la posibilidad de sensibilización [8].

La utilización de aceros estabilizados tiene la finalidad de evitar el problema de la sensibilización. El titanio, adicionado como elemento de aleación, inhibe la formación de carburo de cromo debido al hecho de tener una afinidad mayor por el carbono.

Así, se precipita carburo de titanio y el cromo permanece en solución sólida. Con la misma finalidad puede ser utilizado el niobio. Tanto el titanio como el niobio son estabilizadores del carbono y los aceros inoxidables así obtenidos, el 321 y el 347 son conocidos como aceros inoxidables estabilizados. El inoxidable 316 Ti es la versión estabilizada del tipo 316. Para aplicaciones en equipos que operan entre 400 °C y 900 °C, los aceros inoxidables estabilizados son los más recomendados, ya que conservan mejores propiedades mecánicas a esas temperaturas que los aceros ultra bajo carbono notoriamente la resistencia al creep [8].

En el inoxidable 904 L (20Cr-25Ni-4.5Mo-1.5Cu), la adición de elementos de aleación busca mejorar no sólo la resistencia a la picadura sino también la resistencia a la corrosión en medios ácidos reductores. El elevado contenido de níquel mejora también el comportamiento frente a la corrosión bajo tensión. En los casos en que se pretende una buena resistencia mecánica y no existe gran preocupación por la corrosión intergranular, los aceros inoxidables 304H y 316H, con contenidos de carbono en el rango de 0.04/0.10%, son recomendados. La precipitación de una fina red de carburos de cromo, tan perjudicial desde un punto de vista de la corrosión, se torna benéfica cuando lo que interesa son las propiedades mecánicas [8].

Aumentos considerables en los contenidos de cromo y níquel permiten elevar la temperatura de formación de cascarilla (escamado) de los aceros inoxidables austeníticos. El inoxidable 304 es recomendado para trabajo al aire libre, a temperaturas inferiores a 925 °C en servicios continuos. En las mismas condiciones, el inoxidable 310, con cromo 24/26% y níquel 19/22%, resiste temperaturas de hasta 1150 °C. Es un material clasificado como acero inoxidable refractario [8].

Grandes incrementos de níquel, conllevan a las aleaciones Ni-Cr-Fe, donde el elemento con mayor presencia en el material ya no es el hierro sino el níquel. Estos materiales no son conocidos como aceros inoxidables sino como aleaciones base níquel y presentan excelente resistencia a la corrosión en diversos medios a altas temperaturas. El elevado contenido de níquel da también garantía de una buena resistencia a la corrosión bajo tensión.

El inoxidable 304 es un material con excelente ductilidad. Para casos de estampado extra profundo, un aumento en el contenido de níquel permite mejorar todavía más la ductilidad. Con esta finalidad fue desarrollado el tipo 305. Ligeras reducciones en el tenor de níquel disminuyen la estabilidad de la austenita, permitiendo la aparición de martensita inducida por deformación en frío, consiguiéndose así excelentes propiedades para aplicaciones estructurales. Es el tipo 301 totalmente duro y con gran utilización en las industrias ferroviarias, de trenes metropolitanos y de carrocerías de ómnibus [8].

El tipo 303 resulta del incremento del contenido de azufre en el 304 con la finalidad de mejorar la maquinabilidad. La ductilidad y la resistencia a la corrosión quedan comprometidas por este aumento en la cantidad de azufre. Los aceros de la serie 200, resultan de una substitución parcial de níquel por manganeso. Son utilizados en aplicaciones estructurales, presentando resistencia a la corrosión inferior al 301 [8].

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS

REVISIÓN BIBLIOGRAFICA

2.2.5.2 Influencia de los elementos:

Níquel: es un elemento llamado gammageno y favorece la formación de austenita.

Silicio: aumenta la resistencia química del acero en aire y gases oxidantes.

Molibdeno: aumenta la resistencia en presencia de iones cloruro.

Nitrógeno: es un elemento gammageno y ayuda a la estabilización de la austenita.

Niobio y Titanio: son los elementos fundamentales de los aceros inoxidables austeníticos

estabilizados, ya que son formadores de carburos y tenderán a formar carburos de niobio y de titanio,

dejando el cromo en solución sólida y por lo tanto no son sensibles a la corrosión intergranular [9].

El contenido de estas composiciones varía del 12% al 27 % en cromo y del 7% al 25% en

níquel. Las estructuras correspondientes varían en función del contenido en carbono y de las

velocidades de enfriamiento. Estos aceros están constituidos de una sola fase, estado que cumple una

de las condiciones de inoxidabilidad. Además estos aceros no son magnéticos [9].

Son los tipos de aceros más utilizados. Tipo normalizado AISI -314 acero inoxidable

austenítico al cromo níquel conocido como 18/8. Contiene 0.08% de carbono, 18% de cromo y 9% de

níquel. Muy dúctil y resistente a la corrosión atmosférica, al agua de mar, al ataque de productos

alimenticios, ciertos ácidos minerales y de la mayoría de los ácidos orgánicos [9].

2.2.5.3 Usos

Entre los usos de mayor aplicación destacan los de la construcción de equipos para la industria

química y alimenticia, utensilios de cocina y aparatos domésticos que no requieren soldaduras en las

zonas sometidas a fuerte corrosión.

Admite pulidos con acabados a espejo, por lo que también se usa para ornamentación. Son muy

dúctiles y presentan excelente soldabilidad [9].

13

#### 2.2.5.4 Clasificación:

Los aceros inoxidables austeníticos se pueden clasificar en: no estabilizados, estabilizados y "ELC" (muy bajos en carbono) ejemplos:

- a) SERIE 200:con elementos manganeso, níquel, nitrógeno, 5 a 10, 3 a 6 y 0.25, respectivamente.
- b) SERIE 300:con cromo, níquel, 18 a 25 y de 18 a 22 respectivamente estas dos series son ejemplos de los aceros inoxidables no estabilizados.
- c) Los aceros tipo 300, por ejemplo 316 Nb, 316 Ti son estabilizados.
- d) Los aceros tipo 300, por ejemplo 316 L son "ELC" que significa muy bajos en carbono.

#### 2.3 Técnicas de unión metal/metal

Varias técnicas han sido desarrolladas a través de los años para producir uniones fuertes y confiables entre metales. La elección de un método depende de los materiales a unir, del diseño o forma de unión y las condiciones primordiales de servicio. La clasificación de las técnicas de unión es un poco arbitraria y pueden ser llevadas a cabo por diversas rutas como muestra la figura 2.6.

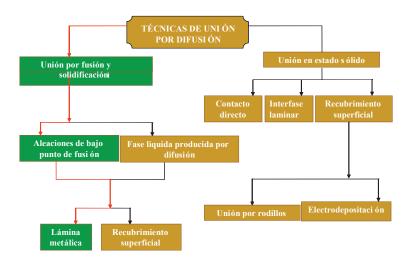


Figura 2.6 Clasificación de algunas técnicas de unión por difusión [10].

El método de unión por difusión en estado sólido es el cual los componentes se unen sin llegar a la fase líquida. Las uniones directas logradas mediante este método son llevadas a cabo debido a un contacto interfacial muy íntimo existente entre ellos, así como de una subsecuente difusión. La soldadura de la difusión en estado sólido es el proceso de unión más común en estos tipos de unión directa. La soldadura involucra la fusión de uno de los componentes a la región de la interfase para promover la unión.

Mientras que la unión por difusión en estado sólido es producir la unión sin fundir alguno de los componentes base. La unión ocurre con o sin transferencia de masa a través de la interfase. En este caso, la unión es el resultado de la transferencia de carga cruzando la interfase por la fuerza de Van Der Waals establecidas entre los materiales (unión física). La transferencia de masa ocurre cuando la especie atómica del material base difunde cruzando la interfase (unión química). En este caso la interfase resultante puede tener una capa de difusión o una capa de reacción dependiendo de la termodinámica del sistema y las condiciones de unión utilizadas.

La unión por difusión en estado sólido es un proceso para la fabricación de metal – metal, cerámico - cerámico y uniones de cerámico a metal las cuales son conceptualmente simples. El proceso requiere una fusión no localizada de componentes o una introducción de un material externo de unión para que las superficies de las muestras a unir tengan una unión íntima, es decir un contacto a escala atómica y obtendremos como resultado una interfase formada por inter difusión con una estructura continua. Tales interfaces tendrán buena integración mecánica aun a elevadas temperaturas. El proceso de unión por difusión más simple involucra la aplicación de una pequeña presión a una elevada temperatura para lograr la unión de los componentes [11].

Las ventajas de la unión por difusión en estado sólido son: un procedimiento de fabricación simple, no existe fusión del material a unir, permite la unión de materiales disímiles y potencialmente una muy alta resistencia de unión.

Sin embargo, existen también algunas limitaciones y desventajas como son: sólo muestras relativamente planas pueden unirse, se requiere de una atmósfera al vacío o de gas inerte, y por siguiente, debe aplicarse una presión. La necesidad de aplicar presión durante la difusión de unión impone restricciones sobre la geometría de unión [11,12].

La unión en estado líquido se refiere a la utilización de un material o aleación de bajo punto de fusión que promueva el enlace de los materiales base a través del líquido producido. Estos materiales intermedios presentan ventajas en las superficies de los materiales a unir, debido a que la mojabilidad del líquido del material de aporte (o también llamado "Braze"), pueden llenar las irregularidades que presentan los materiales mediante acción capilar entre las superficies y como consecuencia promover la unión. Este material intermedio restringe menos la demanda de una buena preparación del material o materiales así como el grado o forma de las superficies a unir.

Normalmente los materiales o aleaciones usados como elemento de unión contienen pequeñas cantidades de otros elementos tales como titanio, zirconio, níquel, molibdeno entre otros metales. Debido a la ductilidad que presentan y otras características mecánicas que les permita compensar la fragilidad de los cerámicos en algunas aplicaciones [13,14].

La unión en fase sólida puede ser lograda por presión en caliente donde pueden ser utilizadas intercapas, se pueden obtener las siguientes ventajas:

- 1.- No se requiere agente de unión para mojar al material cerámico.
- 2.- La ductilidad de un metal puro o las intercapas de doblado pueden permitir que la unión incompatible y por lo tanto la expansión térmica tengan un acomodo más sencillo.

Si metales con un punto de fusión bajo son utilizados, las temperaturas de fabricación de las uniones se deben mantener para evitar que sufran degradación térmica [15].

# 2.3.1 Parámetros experimentales mediante el método unión por difusión en estado sólido

Generalmente las principales variables que influyen en la unión de los materiales son: la presión, temperatura, tiempo, la rugosidad de las superficies y la atmósfera en algunos casos, los cuales deben ser consideradas para que la unión pueda ser llevada a cabo. Es importante mencionar que estos parámetros actúan conjuntamente, sin embargo, a continuación se presentan algunas características en forma separada.

# **Temperatura**

La temperatura es el parámetro más importante en el proceso de unión, debido a que: 1) en los procesos de activación térmicos un pequeño cambio en la temperatura afecta los procesos cinéticos de unión, la difusión y el crecimiento interfacial, 2) por otro eventualmente todos los mecanismos de unión por difusión son sensibles a la temperatura, deformación plástica y difusión. En general la temperatura requerida para obtener una unión lo suficientemente fuerte debe de estar dentro del rango de 0.6 a 0.95 T<sub>m</sub> donde T<sub>m</sub> es el punto absoluto de fusión del material base [11].

# Tiempo

Este parámetro en la unión de las superficies puede variar desde un segundo hasta varias horas dependiendo de la combinación metal/metal y de parámetros como la temperatura. Además está fuertemente relacionado con la temperatura, el tiempo y la presión aplicada a la unión. Y cuando el tiempo es prolongado o la temperatura es muy elevada, la reacción química puede progresar en las interfases de algunos sistemas y por lo tanto influir en la calidad de unión de ambas superficies Estas reacciones pueden inicialmente aumentar la resistencia de unión, formando "puentes químicos", frecuentemente causan degradación debido a su crecimiento progresivo el cual genera diferente esfuerzo, tensión dentro del producto de la reacción del producto de las interfaces de la unión [11].

# Rugosidad de las superficies

En los procesos de unión de metales en estado sólido, la preparación de la superficies es muy importante, debe ser muy plana para un mejor y mayor contacto íntimo entre ellos y los componentes de la unión, mientras que para el caso de unión por difusión en estado líquido (brazing) esto no es tan estricto, ya que el metal líquido "braze" puede llenar las irregularidades existentes en las superficies de los materiales base e incrementar el contacto en ellos. Sin embargo, es recomendable realizar una preparación superficial para mejorar la unión.

Este parámetro contempla varios objetivos los cuales son: producir una superficie libre de contaminantes que pueden ser capas de aceite, capas superficiales frágiles, de productos de corrosión o alguna otra capa protectora que podría inhibir el enlace de la unión. De modo que, una vez teniendo las superficies limpias entonces es preciso asegurarse que exista una uniformidad macroscópica entre las superficies de los componentes a unir. Sin esto, una carencia de uniformidad de las superficies, puede limitar el contacto íntimo entre ellos ya sea una unión directa o con el uso de intercapas de unión como en el presente trabajo. Por igual, es necesario pulir las superficies de los materiales antes de que sean unidos mejorando el área de contacto inicial metal-metal y previniendo la formación de grandes huecos. La eliminación de óxidos o de otros productos de corrosión y la creación de anomalías macroscópicas y microscópicas se puede conseguir con un tratamiento mecánico de las superfícies [11].

## Atmósfera

El medio ambiente es el medio donde se vive a temperatura de 26 °C y la variante es la humedad en el cual se lleva a cabo el proceso de unión es un factor crucial para el éxito y la reproducibilidad de las uniones por difusión en estado sólido. El medio ambiente afecta la química de la superficie de los componentes a ser unidos y por lo tanto la influencia ejercida desde un principio en el proceso de unión consiste en la conversión de superficies a interfaces. El medio ambiente utilizado en el proceso de unión rara vez es aire debido a que generalmente ocasiona la formación de películas de óxido que actúan como barreras al contacto directo entre los componentes de la interfase [11]. De esto depende en gran medida evitar la oxidación de los sistemas. Por lo que los procesos de unión metal-metal son desarrollados comúnmente en una atmósfera de bajo contenido de oxígeno, como en ambientes de gas inerte (Ar,He, N₂,) a una presión generalmente de 100 kPa (≈1 atm.), o en atmósfera de vacío.

Lo interesante de utilizar estos gases, es porque son totalmente inertes químicamente, pero existen diferencias físicas entre los gases que podrían afectar su eficiencia como medios de unión. Sin embargo, es conveniente el uso de gases inertes ya que son de poca afinidad con la capa de óxido formado sobre la superficie de los componentes metálicos. De lo contrario, la presencia de películas de óxido formados por la interacción con el oxígeno en el aire, actúan como barrera e impiden el contacto directo entre los materiales. Por lo tanto, es de crucial importancia utilizar un proceso cuidadoso de remoción de óxidos antes de cargar los componentes dentro del equipo, para llevar a cabo la unión, de la misma forma se debe de tener cuidado en el medio gaseoso en el que se lleve a cabo la unión ya que puede ocasionar problemas cuando la unión por difusión involucra gas atrapado en la interfase de la unión [11,16].

#### 2.3.2 Mecanismos y problemas de unión metal-metal.

Uno de los principales requerimientos en las uniones por difusión, es la creación de un contacto íntimo de las superficies a unir. De hecho, un buen contacto en las superficies a unir mejora la difusión entre los materiales en un tiempo razonable. Por lo que, a partir de la ductilidad del metal y por el efecto de la temperatura, la deformación plástica conlleva al incremento en el área de contacto de las superficies y mediante la difusión se puede esperar la unión de los materiales. Sin embargo, como cualquier otro proceso, es típico esperar problemas de unión apegados a la interfase desde el punto de vista microscópico.

Problemas que se ven reflejados en la mala unión o en uniones débiles provocadas por los defectos en forma de poros sobre la interfase o islas sin unir, que resulta a su vez en una reducción en la resistencia de unión de dichos componentes.

Los esfuerzos residuales con altas concentraciones generalmente se encuentran cercanos a la interfase, dependiendo además, de la forma y dimensión de los materiales. En muestras cilíndricas, la amplitud de los esfuerzos se incrementa con el diámetro de unión. Mientras que para muestras rectangulares, las esquinas de las fases de unión actúan como puntos de alta concentración de esfuerzos [11,16].

#### 2.4 Evaluación mecánica de unión

Un aspecto fundamental en los procesos de unión desde el punto de vista tanto del diseño como de la confiabilidad, es la resistencia mecánica, resultado de la interfase de unión, por lo cual es importante seleccionar un medio capaz de predecir con un alto grado de confianza, la funcionalidad o no del componente bajo ciertas condiciones típicas de operación y de esta forma poder predecir las posibles aplicaciones de dicha unión.

En las uniones metal-metal, las propiedades que deben ser consideras son: propiedades mecánicas, eléctricas o térmicas entre otras, cuya unión depende de la aplicación así como de las condiciones de operación. En algunos casos, unas propiedades son más importantes que otras. Sin embargo, las propiedades mecánicas son de las más tomadas en cuenta en cualquier tipo de unión. Por lo anterior, existe una variedad de métodos que han sido desarrollados para medir la resistencia de la unión entre los materiales unidos o soldados, de las cuales, las más comunes son: pruebas de tensión, al corte o cizallamiento y de flexión o doblez.

En el caso del diseño, se requiere que la unión a ser evaluada proporcione información confiable sobre la resistencia de unión, la cual estará bajo carga ya sea por tres o cuatro puntos, al corte o cizallamiento. Aunque la resistencia, resultado de la unión metal/metal, es una función de la diferencia térmico-elástico interfacial, así como de morfología y defectos interfaciales o de componentes formados cerca de la interfase. La figura 2.7, ilustra esquemáticamente diferentes tipos de pruebas al corte en uniones metal-metal en estado sólido.

El tipo a) se refiere a una muestra unida doblemente, o con otro componente. Sin embargo, en este tipo existe una limitante, ya que el equipo empleado es muy sensible a la descalibración y por lo tanto arrojara datos erróneos. El tipo b) consiste básicamente en emplear una carga compresiva la cual sujeta la muestra y las fuerzas de corte aplicadas. El tipo c) consiste en un método bastante simple y común para medir la resistencia de una unión. En este caso se debe de tener cierta precaución para evitar una fuerza excesiva al sujetar la probeta, la cual podría afectar en los resultados. Es decir, en un ensamble excesivo de la probeta en función de la línea de unión puede conducir a una flexión o fractura de los materiales unidos obteniendo datos no confiables. Otros estudios coinciden en distancias menores de 0.7 mm., antes de la línea de unión.

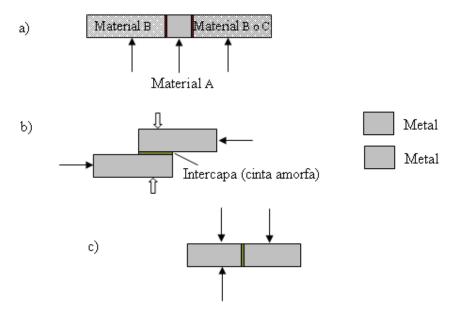


Figura 2.7 Algunos tipos de pruebas al corte en uniones metal/metal, a) se refiere a una muestra unida doblemente, o con otro componente, b) consiste básicamente en emplear una carga compresiva la cual sujeta la muestra y las fuerzas de corte aplicadas, c) consiste en un método bastante simple y común para medir la resistencia de una unión [11].

En este tipo de pruebas al corte o cizallamiento de uniones M/M., la resistencia puede ser calculada usando la ecuación propuesta por A. M Hadian[17], Drew y Martinelli [18].

$$S = P_{\text{max}} / 2A \tag{2.1}$$

Donde:

S = resistencia al corte (MPa)

 $P_{max} = carga de corte máximo (N)$ 

A = sección transversal de la muestra (m<sup>2</sup>)

 $1 \text{ Pa} = 1 \text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ 

Las pruebas al corte han sido utilizadas por varios investigadores aunque las pruebas de flexión de tres o cuatro puntos son también comúnmente empleadas. Sin embargo aunque ambos están bajo un máximo esfuerzo, la prueba de flexión por cuatro puntos es más preferible debido a que ofrece mayor área del material expuesto a la carga. Además proporciona resultados más consistentes y confiables que por tres puntos, donde el esfuerzo ocurre únicamente a lo largo de una sóla línea que se encuentra sobre la superficie de prueba de la barra opuesta al punto donde se aplica la carga y no se obtienen resultados con exactitud, el numero 2 de la formula es debido a las 2 secciones transversales de la muestra.

Los tamaños de las muestras de evaluación incluyendo la longitud y la sección transversal varían: El tamaño de los especimenes puede tener una insignificante influencia sobre los resultados debido a la naturaleza estática de la fractura en un material frágil, la forma de las uniones ya sea cilíndrica o rectangular es un factor el cual debe de considerarse. Generalmente si el tamaño de la probeta incrementa, la probabilidad de obtener un tamaño de flujo crítico que conlleve a un inicio de la falla puede incrementar dando como resultado una disminución en cuanto a la resistencia de unión. Consecuentemente la compatibilidad y la reproducibilidad de los datos pueden ser carentes. De forma tal que la mayoría de los investigadores e ingenieros normalmente coinciden en muestras de dimensiones de 10 mm a 50 mm., de longitud para pruebas de resistencia de unión [17,19].

# 2.5 Corrosión

La corrosión es el deterioro del material por Me → Me<sup>+</sup> + ne<sup>-</sup>, la reacción química entre un metal o una aleación metálica y su medio ambiente. Los átomos metálicos en la naturaleza están presentes en los compuestos químicos (minerales). Las mismas cantidades de energía necesarias para extraer los metales de sus minerales son emitidas durante las reacciones químicas que producen la corrosión. La corrosión regresa al metal de su estado combinado en compuestos químicos que son similares o idénticos a los minerales de donde se extrajo el metal. Por lo tanto, la corrosión a sido llamada metalurgia extractiva inversa [20].

Muchos materiales no metálicos, tales como cerámicos, consisten de metales que tienen una reactividad química satisfecha por la formación de enlaces con otros iones reactivos tales como óxidos y silicatos. Estos materiales no son químicamente reactivos y se degradan por descomposición física a altas temperaturas desgaste mecánico o erosión.

De forma similar los polimeros organicos o plásticos son relativamente no-reactivos debido a que tienen un enlace covalente muy estable, principalmente entre átomos de carbono [20].

# 2.5.1 Tipos de corrosión

La corrosión se puede clasificar en base a diferentes aspectos como: el mecanismo por el cual ocurre, el medio en el que se desarrolla y la morfología de cómo se presenta [20]. De igual forma se puede clasificar en tipos de corrosión químicos y electroquímicos.

De acuerdo a los mecanismos se clasifican en: corrosión química y corrosión electroquímica. En base al medio en el que se presenta se clasifica como: corrosión en aguas, corrosión en suelos, corrosión atmosférica y corrosión en medios químicos. De acuerdo a la manifestación morfológica la corrosión se puede clasificar en generalizada o uniforme y localizada. Esta clasificación es la más utilizada y aparece de manera esquemática en la tabla 2.2 [21].

CORROSIÓN

\* Galvanica
\* Erosión
\* Disolución selectiva
\* Cavitación
\* Picadura
\* Intergranular
\* Agrietamiento
\* Bajo esfuerzos

Tabla 2.2 Clasificación de tipos de corrosión [21].

Corrosión uniforme: Es caracterizada por un ataque corrosivo sobre una gran fracción del área total. Un adelgazamiento total toma lugar hasta que falla el metal. La corrosión uniforme es relativamente fácil de medir y predecir, haciendo fallas desastrosas relativamente raras. Debido a que afecta uniformemente una superficie, puede ser controlada mediante protección catódica, el uso de cubiertas o pinturas simplemente especificando una tolerancia de corrosión. Este tipo de corrosión se clasifica de acuerdo a su origen en:

Corrosión atmosférica: Este tipo de corrosión causa tanto la mayor parte de las fallas como también de los costos de sistemas de protección para prevenirla, ya que un gran número de aceros está expuesto a la atmósfera y a los ataques por oxígeno y agua.

Corrosión por metales líquidos: Es la degradación corrosiva de metales en presencia de ciertos líquidos tales como el mercurio, zinc, grafito, cadmio. Este tipo de corrosión incluye: disolución química, aleación metal a metal y agrietamiento [22].

Corrosión por altas temperaturas: Los metales expuestos a elevadas temperaturas pueden ser corroídos por reacción directa con un gas, usualmente hidrógeno, en la ausencia de un electrolito líquido. Este tipo de corrosión es llamada oxidación a altas temperaturas, ataque inducido por hidrógeno o escamado. El grado de tal ataque es una función directa de la temperatura [20].

Corrosión localizada: Se presenta y actúa exclusivamente sobre determinadas áreas de la superficie metálica, puede producir fallos prematuros de una pieza o estructura sin afectar al resto de la superficie. Este tipo de corrosión tiende a ser más dañino que la corrosión uniforme. Y se divide en diversos tipos que son:

Corrosión galvánica: Esta se produce por una corriente migratoria de electrones que se genera por la diferencia entre potenciales eléctricos de metales disímiles que estén conectados eléctricamente. Como los metales ganan o pierden electrones a través de los iones del electrolito, se disponen entre sí positiva o negativamente como una celda, así la corriente comienza a fluir entre ellos. El metal menos noble se vuelve el ánodo positivo y pierde electrones en la solución del electrolito, mientras el metal más noble se vuelve cátodo adquiere una carga negativa y atrae electrones libres. El resultado es que el material menos noble pierde masa. La corrosión galvánica ocurre despacio porque la corriente realmente envuelta en este proceso es muy baja. Cuando esta reacción continúa, el cátodo se cubre de una película cedida por las partículas del metal anódico y se reduce aún más la corriente que circula entre ambos polos. El metal que se corroe recibe el nombre de metal activo, mientras que el que no sufre daño se le denomina metal noble. La resistencia a la corrosión de un material puede ser predecida midiendo el potencial de corrosión.

**Corrosión por erosión:** Aparece en presencia de gases, sustancias orgánicas, metales líquidos, líquidos o gases con sólidos en suspensión. Se presenta como agujeros direccionales en el sentido del flujo del medio y el metal se desprende en forma de iones o productos de corrosión.

La corrosión por erosión frecuentemente es mayor por la presencia de sólidos suspendidos que incrementan gravemente la erosión de la película superficial. Las soluciones fluyendo rápidamente pueden romper la superficie de la película protectora contra corrosión.

La corrosión por erosión es mayor en aleaciones como el acero al carbón cobre y aluminio. La corrosión por erosión toma la forma de estrías, formas rasgadas hoyos y formas de herradura. La corriente de vapor corroe al condensarse en gotas.

La película de la superficie desarrolla protección en óxidos, pero al momento de depositar las gotas en la superficie corroen y adelgazan el óxido y acelera la re oxidación y corrosión de la superficie. El ataque es acelerado en codos, turbinas, bombas, tubos en construcción y otras fracciones estructurales que alteran la dirección del flujo o velocidad e incremento de turbulencia.

Corrosión por disolución selectiva: Este tipo de corrosión se refiere a la remoción selectiva de un elemento de una aleación que es activo (electroquímicamente negativo) como resultado del proceso de corrosión. Un ejemplo común es la pérdida de zinc en el latón, que es producida en una estructura de cobre porosa. La selectiva remoción de zinc puede ser de una manera muy general o en una escama localizada. Otro ejemplo es la grafitización, donde un esqueleto de débil grafito permanece en la disolución de hierro [21].

Corrosión por cavitación: Aparece debido a la formación y condensación de burbujas de vapor en un líquido. La superficie corroída se presenta como un panal de abeja con hoyos o picaduras debido al martilleo de las burbujas de aire al explotar contra la superficie metálica. Cuando la velocidad del fluido es tan alta que la reducción de presión que sucede en el flujo permite la nucleación de burbujas de vapor de agua, que colapsan en la superficie del metal, destruyendo capas superficiales. La morfología del ataque es de picaduras rugosas, que eventualmente producen orificios. Sucede en aspas de turbinas, propelas de turbinas, de barcos, tuberías en donde suceden grandes cambios de presión.

Corrosión por picadura: Es una corrosión altamente localizada que ocurre en la superficie del metal. La picadura típicamente ocurre como un proceso de disolución local anódica donde la pérdida de metal puede ser agravada por la presencia de un pequeño ánodo y un gran cátodo. Los productos de corrosión generalmente cubren las picaduras, dificultando su detección. Una pequeña picadura aunque profunda con mínima pérdida de metal puede llevar a la falla de una pieza. La presentan los metales pasivos tales como los aceros inoxidables, el aluminio, por rompimiento de la película pasiva.

# Causas de las picaduras:

- Inclusiones no metálicas más o menos nobles que la matriz, que provocan la formación de micro celdas galvánicas.
- 2.- Depósitos de productos de corrosión que forman celdas de aeración diferencial.
- 3.- Rompimiento de películas pasivas por iones Cl, Br, I, Fe.

Aparte de la pérdida localizada de metal, las picaduras de corrosión pueden actuar como incrementadoras de esfuerzo. Una corrosión por fatiga y/o por esfuerzo puede ser iniciada en base a una picadura.

Este tipo de corrosión es un proceso autocatalítico. Esto es ilustrado esquemáticamente con la figura 2.8. Un metal M está siendo picado por una solución de cloruro de sodio. Una rápida disolución ocurre dentro de la picadura, mientras la reducción del oxígeno toma lugar en la superficie adyacente. La rápida disolución de metal dentro de la picadura tiende a producir un exceso de cargas positivas en el área, resultando en la migración de iones cloro para mantener la electro neutralidad. Además, en la picadura hay una alta concentración de M – Cl y como resultado de la hidrólisis, una alta concentración de iones hidrógeno y un PH menor comparado con el resto de la solución. Tanto los iones hidrógeno y cloruro estimulan la disolución de la mayoría de los metales y aleaciones y el proceso entero se acelera con el tiempo. Debido a que la solubilidad del oxígeno es virtualmente cero en soluciones concentradas, no ocurre reducción de oxígeno dentro de la picadura.

La reducción catódica de oxígeno en la superficie adyacente a la picadura tiende a suprimir corrosión. En ese caso resulta en protección catódica a la picadura para el resto de la superficie del metal [21].

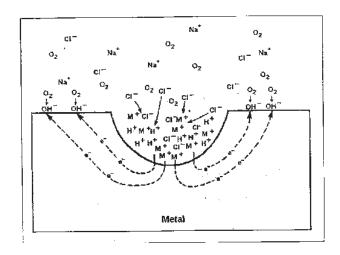


Figura 2.8 Proceso autocatalítico en una picadura

Corrosión intergranular: La causa de la corrosión intercristalina es el empobrecimiento en cromo que ocurre en el límite de grano, como resultado de la segregación de fases ricas en dicho elemento (tales como el Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>). Este empobrecimiento se produce durante el calentamiento del acero en el intervalo de temperaturas entre 400 °C y 850 °C, auque también se han reportado casos de corrosión intercristalina a temperaturas más bajas.

Durante la formación de los carburos del tipo Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, la difusión del carbono es mucho más rápida que la del cromo por tanto el carbono se restablece fácilmente no solo en el límite del grano sino también en el centro; sin embargo, debido a su baja velocidad de difusión del cromo durante el proceso de formación de carburos se agota en el límite y puede llegar a valores inferiores al que garantiza la inmunidad frente al ataque corrosivo (13%). El tratamiento post soldadura de un componente soldado para alivio de esfuerzos es una causa común de este problema. En la ausencia de este paso de tratamiento post soldadura, la aleación no tendrá un ataque corrosivo. Las causas de una corrosión intergranular pueden ser:

- 1.- Impurezas segregadas en los límites de grano.
- 2.- Enriquecimiento de un elemento de aleación en los límites de grano.
- 3.- Empobrecimiento de uno de los elementos de aleación en los límites de grano.

Corrosión por agrietamiento: Es una corrosión localizada, la cual puede ocurrir en pequeñas áreas de solución estancada en empaques, materiales de aislamiento, uniones y bajo depósitos de corrosión. Este ataque corrosivo ocurre como resultado de una celda cerrada que se forma en una grieta de la superficie del metal. Por lo general las condiciones para que se presente este tipo de corrosión son dos:

- **1.-** Un metal o aleación susceptibles. Aceros de alta resistencia, latones y aceros inoxidables y aleaciones comunes de aluminio, acero, etc.
- **2.- Un medio ambiente específico.** Por lo general un ambiente húmedo o salado, por lo general un ambiente lleno de iones específicos (iones de cloruro, iones de amonio, etc.)

La corrosión por agrietamiento no ocurre en todas las combinaciones metal – agente corrosivo y algunos materiales son más susceptibles para producirla que otros, como por ejemplo aquellos que dependen de las películas protectoras de óxido formadas por el aire para adquirir su resistencia a la corrosión tal y como sucede con el acero inoxidable y el titanio. Estos materiales pueden ser aleados para mejorar su resistencia y el diseño deberá hacerse de tal manera que se reduzcan las hendiduras tratando de mantener las superficies limpias para combatir este tipo de corrosión.

## 2.5.2 Ingeniería y Ciencia de la Corrosión

La ciencia de la corrosión es el estudio de la química y los procesos metalúrgicos que suceden durante la corrosión. La ingeniería de la corrosión es el diseño y aplicación de métodos para prevenir la corrosión. Idealmente, la ciencia y la ingeniería deberían estar unidas para inventar nuevos y mejores métodos de prevención y aplicar los existentes de manera más inteligente y efectiva [20].

### 2.5.3 Corrosión electroquímica

A temperatura ambiente la forma de corrosión más frecuente y más seria es de índole electroquímica, este tipo de corrosión implica un trasporte de electricidad a través de un electrolito. En los procesos de corrosión electroquímica circulan, sobre el material expuesto a corrosión, corrientes eléctricas.

Las causas más frecuentes de estas corrientes eléctricas son:

1.- El contacto de dos materiales diferentes, tal como ocurre con el hierro en contacto con el cobre, el aluminio en contacto con el cobre, el cobre en contacto con el zinc, etc. La unión de dos partes de un mismo metal mediante un material de soldadura.

2.- Presencia de fases diferentes de una misma aleación, ejemplo: aceros inoxidables.

3.- Diferentes grados de aireación de una pieza metálica.

4.- Corrientes inducidas por circuitos eléctricos mal aislados. Tal es el caso de corrientes vagabundas en estructuras metálicas enterradas.

5.- Impurezas, tensiones en el metal.

Los factores anteriormente mencionados hacen que el metal existan zonas de diferente potencial, es decir aparecen zonas anódicas y zonas catódicas (microelectrodos) que convierten al cuerpo metálico junto con el medio agresivo en un gran conjunto de micropilas electroquímicas. El medio agresivo puede ser la delgada capa de humedad que casi inevitablemente recubre a todo cuerpo expuesto al aire atmosférico. Las reacciones que tienen lugar durante la corrosión son las siguientes:

## 2.5.3.1 Reacciones anódicas

Las reacciones anódicas que interesan son las de disolución del material afectado, o sea, el pasaje de iones metálicos de la red metálica al medio corrosivo.

Ejemplo: (a)

Metal 
$$\rightarrow$$
 Metal  $^{n+}$  +  $ne^{-}$  (a)

Fe 
$$\rightarrow$$
 Fe<sup>2+</sup> + 2e<sup>-</sup> (b)

$$Zn \rightarrow Zn^{2+} + 2e^{-}$$
 (c)

Los electrones originan una corriente eléctrica que circula dentro del metal (conducción metálica).

### 2.5.3.2 Reacciones catódicas

Una de las reacciones catódicas más importantes que se produce en los procesos de corrosión es la reducción del oxígeno.

$$O_2 + 4H^+ + 4e^- \rightarrow 2H_2O$$
 (d)

Esta reaccciones ocurre en casi todos los procesos de corrosión en medio acuoso. Otra reacción catódica importante, en especial, en los casos de corrosión en ácidos o en ausencia de oxígeno, es el desprendimiento de hidrógeno: Ph < 4.3.

$$2H^{+} + 2e^{-} \rightarrow H_{2(g)}$$
 (e)

El hidrógeno formado en esta reacción puede desprenderse y pasar al medio ambiente o puede ser absorbido por un metal en proceso de corrosión. En el segundo caso, el metal puede formar hidruros o fragilizarse. Otra reacción catodica en zona bastante oxigenada puede ser:

$$O_{2(g)} + 2H_2O_{(l)} + 4e^- \rightarrow 4OH^- \text{ ph} > 4.3$$
 (f)

Estas reacciones están caracterizadas por una magnitud característica (la cual varia según muchas variables como podrían ser el ph y la temperatura de la solución) que es el potencial para el cual una reacción ocurre en uno u otro sentido, sobre la superficie de un electrodo en un medio dado. De esta forma podemos distinguir dos casos:

- **2.5.3.3 Electrodo simple:** En este caso, sobre el electrodo sólo ocurre la misma reacción en uno y otro sentido, sin reacciones secundarias. Para este caso encontramos que el potencial libre del electrodo en la solución, o sea el potencial el cual el electrodo está en equilibrio con la solución de sus iones, es el potencial reversible de la reacción.
- **2.5.3.4 Electrodo mixto:** Por el contrario, en este caso encontramos que en la superficie ocurre más de una reacción (por ejemplo: las reacciones del agua del medio, además de las correspondientes a la anódica y catódica del electrodo). De esta manera el potencial libre que tomará el electrodo en la solución será un valor intermedio entre los potenciales reversibles de las reacciones que se produzcan en la superficie, y este valor dependerá de las cinéticas de las reacciones que ocurren sobre el electrodo.

A este potencial encontramos que, pese a que no se mida una corriente externa, existe una corriente de disolución neta del mismo.

Para que se lleve a cabo un proceso electroquímico se debe cumplir las siguientes condiciones:

- 1.- Debe existir un ánodo y un cátodo.
- 2.- Debe existir un potencial eléctrico entre los dos electrodos.
- 3.- Debe haber un medio electrolítico que conecte eléctricamente el ánodo y el cátodo.
- 4.- Tanto el ánodo como el cátodo deben estar sumergidos en un electrolito conductor de la electricidad, el cual está ionizado.

Los componentes principales se presentan en la figura 2.9. Las flechas representan corrientes eléctricas fluyendo de la solución desde el ánodo (-) al cátodo (+) y regresando desde el cátodo hasta el ánodo a través de un conductor metálico.

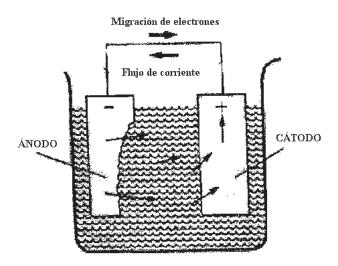


Figura 2.9 Dirección de flujo de corriente entre un ánodo y un cátodo en una celda de corrosión [23].

## 2.5.3.5 Reacciones Electroquímicas

Considere la corrosión entre el zinc y el ácido clorhídrico mediante la siguiente reacción total:

$$Zn + 2HCl \rightarrow ZnCl_2 + H_2$$
 (g)

El zinc reacciona con la solución ácida formando cloruro de zinc soluble y liberando burbujas de hidrógeno en la superficie. Este tipo de reacciones son utilizadas para la limpieza de superficies decapado, limpiado corrosivo a metales y aleaciones. La reacción en forma iónica es:

$$Zn + 2H^{+} + 2Cl^{-} \rightarrow Zn^{2+} + 2Cl^{-} + H2$$
 (h)

Eliminando Cl<sup>-</sup> de ambos lados de la reacción tenemos:

$$Zn + 2H^{+} \rightarrow Zn^{2+} + H_{2}$$
 (i)

Por lo tanto, la misma reacción de corrosión ocurrirá en ácido sulfúrico. La reacción (i) se puede separar de la siguiente forma:

$$Zn \rightarrow Zn^{2+} + 2e^{-}$$
 reacción anódica (j)

$$2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2$$
 reacción catódica (k)

La reacción (j), definida como reacción anódica, es una oxidación en la cual la valencia del zinc se incrementa de 0 a +2, liberando electrones, e, mientras que la (k), es definida como reacción catódica, es una reducción en la cual el estado de oxidación del hidrógeno disminuye de + 1 a 0 consumiendo electrones. La reacción compuesta que involucra transferencia de carga o intercambio de electrones se muestra en la figura 2.10. El metal se disuelve por (j) liberando electrones al metal, el cual migra a la superficie contigua, donde reaccionan con el H<sup>+</sup> en solución para formar H<sub>2</sub> por (k). La suma de (j) y (k) da (i). Se requiere del agua como portador de iones, tales como el Zn<sup>2+</sup> y H<sup>+</sup>, y este es llamado electrolito.

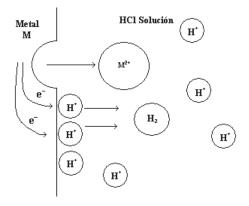


Figura 2.10 Diagrama esquemático de la disolución del metal M, liberandose en la solución como ion metálico  $M^{2+}$  y en los electrones metálicos,  $e^-$ , los cuales son consumidos por la reducción de  $H^+$  a  $H_2$ .

La separación de (i) para dar (j) y (k) con intercambio de electrones, e-, es de forma artificial a menos que haya evidencia que los electrones estan involucrados. Cuando es suministrado un exceso de electrones al metal, figura 2.10, siempre se observa que la velocidad de corrosión, expresada por la reacción anódica (j), es reducida, mientras que la velocidad de formación de hidrógeno (k) se incrementa. Todas las reacciones de corrosión en agua involucran una reacción anódica tal como en (j); la aplicación de un potencial negativo con un exceso de electrones siempre disminuye la velocidad de corrosión. Esta es la base de la protección catódica para la mitigación de la corrosión de ductos, estructuras de plataformas petroleras, y tanques de acero de agua caliente.

Por lo tanto, todas las reacciones acuosas de corrosión se consideran electroquímicas. La mayoría de las reacciones de corrosion involucran al agua, ya sea líquida o en forma de vapor condensado. En la corrosión de metales, la reacción anódica invariablemente es de la forma:

$$M \rightarrow M^{n+} + ne^{-}$$
 (1)

Ejemplos adicionales a (j) son;

$$Fe \rightarrow Fe^{2+} + 2e-$$
 (m)

$$Ni \rightarrow Ni^{2+} + 2e$$
- (n)

$$A1 \rightarrow A1^{3+} + 3e-$$
 (o)

Reacciones de reducción catodica de corrosión son pocas en numero. La reacción más simple y una de las más comunes es la reducción de iones hidrógeno(i) en solución ácida. Otra es la reducción de un ion oxidado en solución por una reacción de redox; el ejemplo más importante es la reducción del ion férrico a ion ferroso,

$$Fe^{3+} + e^{-} \rightarrow Fe^{2+}$$
 (p)

Otros tales como;

$$Sn^{4+} + 2e^{-} \rightarrow Sn^{2+}$$
 (q)

están presentes pero no son frecuentes y no son muy importantes. La reducción del oxígeno disuelto se observa con frecuencia en soluciones ácidas y neutras expuestas al aire ambiente. Las reacciones de reducción correspondientes son:

$$O_2 + 2H_2O + 4e^- \rightarrow 4OH^-$$
 (r)

y

$$O^2 + 4H^+ + 4e^- \rightarrow 2H_2O$$
 (s)

En ausencia de todas las reacciones de reducción, el agua se reducirá como:

$$2H_2O + 2e^- \rightarrow H_2 + 2OH^-$$
 (t)

lo cual es equivalente a (4), asumiendo que la disociación de agua a H<sup>+</sup> y OH<sup>-</sup> y le restamos OH<sup>-</sup> de ambos lados de la reacción.

### 2.5.3.6 Polarización

Las reacciones electroquímicas anódicas y catódicas proceden solo en porcentajes finitos. Si los electrones estuvieran disponibles para la reacción catódica, el potencial en la superficie llega a ser más negativo, lo que sugiere que el exceso de electrones con sus cargas negativas se acumulan en la interfase metal/solución esperando reaccionar. Es decir, que la reacción no es lo suficientemente rápida para acomodar a todos los electrones disponibles. Este cambio de potencial negativo se llama polarización catódica. Por otra parte, una deficiencia de electrones en el metal liberado por (j) en la interfase produce un cambio de potencial positivo llamada polarización anódica.

Como la deficiencia (polarización) llega ser mayor, la tendencia para la disolución anódica crece. Por lo tanto, la polarización anódica representa una fuerza motriz para la corrosión por la reaccion anódica (j). Cuando la medición del potencial de superficie es más positivo, el poder de oxidación (o corrosión) de la solución se incrementa debido a que la polarización anódica es mayor.

En un electrolito acuoso la superfice llegará hasta un estado de potencial constante  $E_{corr}$  el cual dependera de la habilidad y velocidad en que los electrones sean intercambiados por las reacciones disponibles catódica y anódica. Así como el potencial de la superficie incremente más arriba de Ecorr de E, la velocidad de reacción anódica o velocidad de corrosión incrementara, tal como se muestra en la figura 2.11 La polarización anódica es definida como  $\varepsilon_a = E - E_{corr}$  sin polarización, la fuerza motriz produce velocidades elevadas, y la línea en la figura 2.11 será horizontal con inclinación cero.

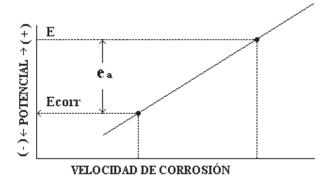


Figura 2.11 Incremento esquemático en la velocidad de corrosión con el incremento del potencial E y la polarización anódica  $\epsilon_a$ .

## 2.5.3.7 Pasividad

La pasivación es una condición en la cual un metal activo se vuelve como un cátodo, resultado de una pelicula de óxido protector en la superficie del metal. Esta pelicula es usualmente de pocos amgstrongs de espesor. En la figura 2.12 se muestra una curva de polarización típica para aleaciones que muestran un comportamiento activo – pasivo, tales como las series 300 de acero inoxidable. A la vez se muestra la curva catódica para la reducción del oxígeno disuelto.

Hay que recordar que la forma de una curva es una función de su composición, dureza y propiedades de la película que es formada a partir del paso de las regiones activa a la pasiva. El comportamiento del metal se divide en tres regiones: activo, pasivo y transpasivo. En la región activa, el comportamiento del metal es tal que un incremento en el potencial aplicado causa un rápido incremento del rango de corrosión.

Cuando el potencial aplicado es incrementado suficientemente, el rango de corrosión repentinamente decrece. Este comportamiento corresponde al nicio de una región pasiva. Incrementando mucho más el cambio de potencial produce un pequeño cambio en el grado de disolución anódica hasta que, eventualmente, el grado de corrosión empieza de nuevo a incrementarse en una región llamada región transpasiva, donde la película protectora es termodinámicamente inestable.

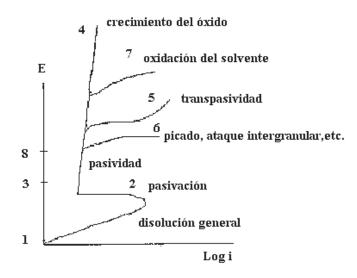


Figura 2.12 Curva de polarización anódica

Si la sobretensión es pequeña se suele observar una relación lineal entre la sobretensión y el logaritmo de la corriente. En la zona 1-2 se dice que el metal se disuelve en forma activa. En la zona - 3 aparece una zona de pasividad (sobre el metal se forma una película muy delgada de óxido que dificulta su disolución). Si la película pasivante es aisladora, al aumentar el potencial el óxido pasivante irá aumentando su espesor sin que se note un aumento importante de la corriente, es la zona 3-4 (por ejemplo: Al, Zr, Te, etc.)

Se dan otros casos en que ocurren otros fenómenos como los indicados por las curvas 5, 6, 7.

Curva 5: Cuando la película pasivante está formada por elementos que pueden oxidarse a una valencia mayor y dar productos solubles, se nota también un aumento de la corriente acompañado por disolución del metal. Este fenómeno se conoce como transpasividad, y lo presentan elementos tales como el cromo, o el manganeso, así como las aleaciones de que forman parte.

Curva 6: Por encima de cierto potencial cuando hay presentes ciertos iones "agresivos" cloruros, nitratos, bromuros, etc. La película pasivante puede perder estabilidad y se produce un fenómeno de corrosión localizada, el picado y lo presentan metales tales como el hierro, cromo, etc. (el picado crea problemas muy serios).

Curva 7: Si el óxido pasivante es buen conductor de electrones una vez alcanzado el potencial de desprendimiento de oxígeno, la solución comenzará a descomponerse y se notará aumento en la corriente de corrosión. Si el potencial se puede mantener entre los valores 3 y 8 la corrosión será despreciable y se dice que hay protección anódica. Por debajo de 1 también la corrosión se torna imposible.

En muchos metales incluyendo el hierro, níquel, cromo, titanio y cobalto, la velocidad de corrosión disminuye por encima de algún potencial crítico Ep, como se ve en la fig. 2.13. Esta resistencia a la corrosión arriba de Ep, a pesar de la alta fuerza motriz que conduce la corrosión, se define como pasividad (ejemplo: una elevada polarización anódica). Por debajo de Ep la aleación se corroe a una velocidad elevada. Las velocidades de corrosión pasiva son muy bajas; una reducción de  $10^3$  a  $10^6$  veces por debajo de la velocidad de corrosión en el estado activo no es usual. La pasividad es causada por la formación de una película delgada de hidróxido hidratado superficial, que es protectora, la pelicula superficial producto de la corrosion actua como una barrera para la reacción de disolución anódica.

Dependiendo del potencial o poder de oxidación de la solución, una aleación puede existir en el estado pasivo por arriba del Ep o en el estado activo por debajo de él. Ejemplo: el acero inoxidable 304 es pasivo en un ambiente oxigenado o aereado pero activo en agua salada sin aerear. El cromo es un elemento clave de las aleaciones ya que forma resistentes películas de óxido pasivo en la superficie. Por lo tanto no puede utilizarse solo ya que el cromo es fragil, el cromo incrementa su pasividad cuando es aleado con otros metales, especialmente hierro y niquel en aceros inoxidables.

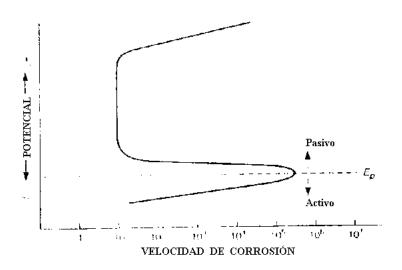


Figura 2.13 Pasividad a potenciales de oxidación arriba de Ep.

## 2.5.3.8 Método electroquímico para el estudio de la corrosión

La corrosión por picaduras está asociada comúnmente con el rompimiento de la pasividad [24]. El comportamiento electroquímico anódico de una aleación pasiva en acido deaereado se muestra en la figura 2.14.

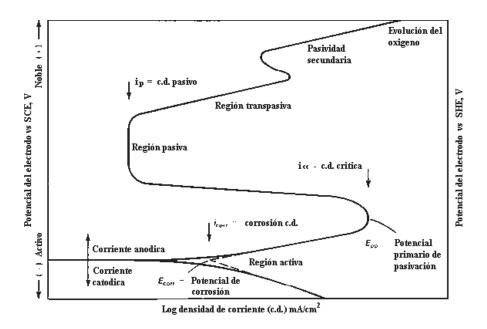


Figura 2.14 Comportamiento de la polarización hipotética anódica y catódica para un material con un comportamiento anódico pasivo [25].

## 2.5.4 Formas de Corrosión

Varias formas de corrosión se listan como sigue:

- Corrosión uniforme
- Corrosión galvánica
- Corrosión por grietas o fisuras
- Corrosión por picaduras
- Fractura o agrietamiento inducido por medio ambiente
- Daño por hidrógeno
- Corrosión intergranular
- Pérdida de aleación
- Corrosión por erosión

### 2.6 Electrodo de referencia

Para las mediciones de potencial se utilizan los que son llamados electrodos de referencia. Lo que se hace entonces es medir la diferencia de potencial entre el electrodo que se desea estudiar y el electrodo de referencia, que tiene un valor conocido de antemano. Los requerimientos que debe tener un electrodo de referencia son:

- 1.- Que el valor del potencial sea estable en el tiempo.
- 2.- Que corresponda a un electrodo reversible.
- 3.- Que sea poco polarizable, o sea que presente poca o nula variación de potencial ante un cambio de corriente.

Para establecer los valores de potencial de los electrodos de referencia se tomó como convención que el electrodo correspondiente a la reacción:

$$2H^+ + 2e^- \longleftrightarrow H_2$$
 (u)

En las condiciones estándar (25 °C, concentraciones de iones 1 molar, presiones de gases a 1 atm., y fases sólidas puras) se corresponde con el valor cero de potencial y se lo denominó electrodo estándar de hidrógeno.

El electrodo más comúnmente utilizado es el electrodo de calomel saturado (SCE). Este consiste de cloruro de mercurio, Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, en contacto con una solución de KCl. El contacto eléctrico es hecho a través de un alambre de platino inerte sumergido en el medio. La reacción de media celda para el electrodo de calomel:

$$Hg_2Cl_2 + 2e^- = 2Hg + 2Cl^-$$
 (v)

La ecuación de Nernst es:

$$E_{cal} = 0.268 + 0.059 \log (C1)$$
 (Eq 1)

El potencial del electrodo SCE es un poco más bajo que el potencial estándar para la reacción de la media celda ( $e^{o}_{cal} = 0.268 \text{ V}$ ) debido a que la saturación de la actividad del cloruro (Cl-) es más grande que la unidad.

El SCE es más conveniente para la corrosión debido a que la actividad del cloruro puede ser rápidamente controlada a un nivel constante manteniendo la saturación del KCl. En un estudio electroquímico más preciso, el electrodo de calomel con baja actividad de Cl<sup>-</sup> tiene una variación del coeficiente de temperatura baja.

## 2.7 Técnicas Electroquímicas

Las posibilidades actuales que brinda la electrónica en relación al manejo de senales eléctricas, ha favorecido el desarrollo de un número importante de técnicas electroquímicas. Si tenemos en mente que todas las técnicas tienen en común la aplicación de una perturbación al electrodo bajo estudio y al posterior análisis de la respuesta del sistema, ambos aspectos pueden ser realizados de diversas maneras de acuerdo a la disponibilidad instrumental.

Actualmente la mayoría de los equipos disponibles en el mercado permiten contar con un gran número de técnicas sin necesidad de modificar el sistema de medida. Las distintas perturbaciones aplicadas al electrodo son conocidas usualmente como el programa aplicado. Este programa puede tener distintas características de acuerdo al tipo de técnica en cuestión. Muchas de estas técnicas se pueden realizar por medio de un potenciostato, en este método se reportan todas las variaciones de potencial existentes en un circuito formado por dos electrodos y se muestran en una gráfica, dependiendo de la intensidad de corriente aplicada al circuito. Por medio del potenciostato se pueden sacar las siguientes curvas:

- 1.- Potenciostática: El potencial ( E ) se mantiene constante y se mide la variación de la corriente ( i ) que circula en el sistema.
- **2.-** Galvanostática: Es cuando la corriente que circula por el sistema se mantiene constante y se mide la variación del potencial.
- **3.- Potenciodinámica:** En este método el potencial del sistema se hace variar con el tiempo de manera uniforme y se registra el cambio correspondiente que sufre la corriente del sistema.
- **4.- Galvanodinámica:** La i que circula en el sistema se hace variar de manera uniforme con el tiempo y se registra el cambio correspondiente que sufre E.

## 2.8 Tratamiento Térmico de Sensitización

Un tratamiento térmico ya sea accidental, intencional, o incidental (por ejemplo una soldadura), causa precipitación de los constituyentes en los límites de grano, frecuentemente ocasionando que la aleación sea susceptible a corrosión intergranular o a corrosión intergranular con esfuerzo por fractura o agrietamiento.

### 2.8.1 Sensitización

En los aceros inoxidables austeníticos, la precipitación de los carburos de cromo, usualmente en los límites de grano, o a la exposición de temperaturas cerca de 550 °C a 850 °C (cerca de 1000 °F a 1550 °F), deja los límites de grano reducidos de cromo y por lo tanto susceptibles a una corrosión por ataque preferencial en un medio óxido.

### 2.8.2 Metal sensitizado

La sensitización es un cambio metalúrgico que ocurre cuando ciertos aceros inoxidables austeníticos, ferríticos, aleaciones base níquel, y otras aleaciones son tratadas bajo condiciones específicas. Esto provoca la precipitación de carburos en los límites de grano, lo cual reduce la resistencia a la corrosión. Cualquier tratamiento inducido por ejemplo alivio de esfuerzos o soldadura pueden causar sensitización, lo cual depende del tiempo y la temperatura. Hay un rango de temperatura específica sobre cada aleación en particular la cual la sensitiza rápidamente. La soldadura es la causa más común de sensitización.

Por otro lado, muestras de acero soldadas no manifiestan sensitización, porque estas proporcionan una soldadura insuficiente comparada con los procesos actuales, por lo tanto pasan un tiempo insuficiente en el rango de temperatura de sensitización, y la susceptibilidad a corrosión intergranular no será detectada. Un tratamiento térmico apropiado de sensitización garantiza que cualquier corrosión inducida por soldadura o por algún tratamiento térmico será detectada. La temperatura óptima y los rangos de tiempo para la sensitización varían para diferentes aleaciones. Por ejemplo, 30 minutos a 650 °C (1200 °F) es suficiente para sensitizar a un acero inoxidable AISI 316.

## 2.8.3 Evaluación de una aleación sensitizada

Medición de la cantidad de coulombs generados durante la polarizacion electroquímica de un material de una zona pasiva a una zona con el potencial de corrosión activo el cual puede ser utilizado para detectar la susceptibilidad a un ataque intergranular asociado con la precipitación de carburos de cromo y nitruros de cromo en los límites de grano [26-29]. Una modificación de este procedimiento llamado ensayo de la doble vuelta [30, 31], involucra inicialmente la polarización de la superficie del metal del potencial del circuito abierto en la región activa al potencial en el rango pasivo. Ambas variaciones de este método están ilustradas en la figura 2.15.

De la siguiente manera se continúa con la polarización en reversa en la dirección opuesta al potencial del circuito abierto. En este método, el grado de sensitización es determinado tomando la relación de la corriente máxima generada en la reactivación, o reversa, escaneo generado en el escaneo anódico inicial (Ir/Ia). La racionalidad de este procedimiento depende de la presencia de corriente sobre el escaneo de reactivación que resulta principalmente de la pasivación incompleta de la región adyacente a los límites de grano debido a la disminución del cromo. Para materiales no sensitizados, la película pasiva permanece escensialmente intacta durante el escaneo en reversa, y el tamaño del pico de la polarización de reactivación permanece pequeño. Como resultado de la carga, Q es pequeña. En un estudio la carga fue normalizada por el área de los límites de grano (GBA) porque esta es el área en la cual la mayoría de las corrientes se eleva en el escaneo de reactivación solo [29].

$$P = \frac{Q}{GBA (coulombs/cm^2)}$$
 (Eq 2)

GBA = As 
$$[5.0954 \times 10^{-3} \cdot \exp(0.34696 \cdot X)]$$
 (Eq 3)

$$\frac{i_{\rm r}}{i_{\rm a}} = \frac{I_{\rm r}}{I_{\rm a}} [5.0954 \times 10^{-3} \cdot \exp(0.34696 \cdot X)]$$
(Eq. 4)

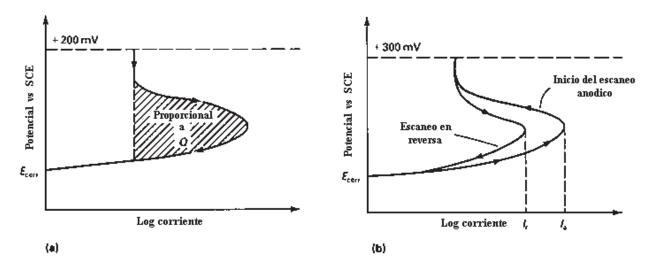


Figura 2.15 Esquema de dos procedimientos para ensayos de polarización por reactivación anódica (a) Método Clarke et al. [26-29]. (b) Método de Akashi [30, 31].

Existen varios ensayos de corrosión para detectar la susceptibilidad al ataque preferencial en los límites de grano. La media apropiada y las condiciones de los experimentos varían ampliamente para las diferentes familias de aceros inoxidables. La figura 2.16 muestra la técnica electroquímica que también puede ser utilizada, así como lo es la reactivación electroquímica potenciostática, ensayo (EPR) [32].

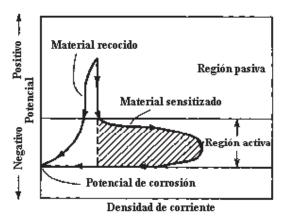


Figura 2.16 La figura muestra el uso del ensayo EPR para evaluar la sensitización. La pieza es primero polarizada a un potencial pasivo en el cual el metal resiste la corrosión. Entonces el potencial es barrido en reversa a través de la región activa, donde la corrosión ocurre [32].

## 2.8.4 La metalurgia influenciando la corrosión

La corrosión es afectada por factores metalúrgicos. Estos factores incluyen química de la aleación el tratamiento térmico. Factores mecánicos tales como el esfuerzo o fatiga. Las influencias metalúrgicas consideradas son la estabilidad relativa de los componentes en una aleación, fases metálicas, fases metaloides tales como los carburos, las variaciones locales en composición en una fase sola. Un ejemplo está dado en los diferentes modos en los cuales inclusiones no metálicas, tales como óxidos y sulfuros pueden influenciar la corrosión.

Desaleación, lixiviación selectiva o disolución o separación de los elementos constitutivos originales de una formación son términos utilizados para describir la forma de la corrosión en la cual un elemento es removido selectivamente de una aleación. La forma más común de la influencia de la metalurgia en la corrosión es la corrosión intergranular. Esta ocurre cuando la corrosión es localizada en los límites de grano. Por lo regular esta corrosión localizada lleva al desalojamiento de granos individuales en la áspera superficie afectada. Este representado por un incremento aparente en la velocidad de corrosión.

## 2.8.5 Mecanismos de la corrosión intergranular

La corrosión intergranular toma lugar cuando la velocidad de corrosión de los límites de grano en un área de la aleación excede los interiores de los granos. Esta diferencia en la velocidad de corrosión es generalmente el resultado de las diferencias entre la composición del límite de grano y del interior. Las diferencias en la velocidad de corrosión pueden haber sido causadas por un número de reacciones. Una fase puede precipitar en el límite de grano y reducir la matriz de un elemento que afecte su resistencia a la corrosión. Una fase en el límite de grano puede ser más reactiva que la matriz. Varios átomos de soluto pueden segregar a los límites de grano y acelerar localizadamente la corrosión.

Los cambios metalúrgicos que llevan a la corrosión intergranular no son siempre observables en la micro estructura, por lo tanto los ensayos de corrosión pueden algunas veces ser indicadores sensitivos de los cambios metalúrgicos. La figura 2.17 muestra la electroquímica de la corrosión intergranular. Las curvas de polarizacion son mostradas en los límites de grano de las áreas de la matriz. El sistema seleccionado es uno que muestra el comportamiento activo y pasivo, por ejemplo, un acero inoxidable de composición cromo, níquel, hierro en acido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

Varios puntos serán notados. La diferencia en la velocidad de la corrosión varia con el potencial. Las velocidades son cercanas o casi las mismas en los rangos activos y transpasivos y varían considerablemente con el potencial en el rango pasivo.

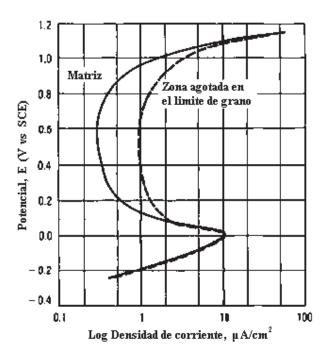


Figura 2.17 Comportamiento de la polarizacion anódica de una aleación activa – pasiva con zonas disminuidas en los límites de grano [33].

La corrosión intergranular no es usualmente el resultado de los límites de grano activos y pasivos de la matriz. La superficie corroída es una zona potencial. Diferencias en la composición producen diferentes velocidades de corrosión con el mismo potencial en la región pasiva. Cuando más de una fase metálica está presente en la aleación, su comportamiento de polarizacion será el promedio de la suma del volumen del comportamiento de cada fase (ver figura 2.18) superficies activas – pasivas son posibles en estos casos [33, 34].

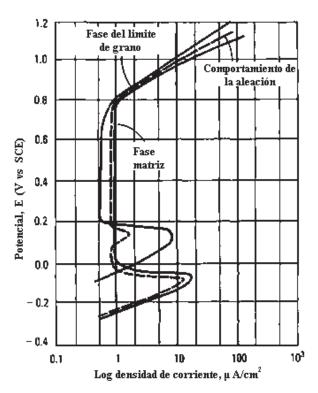


Figura 2.18 Comportamiento de la polarizacion anódica de dos fases de una aleación activa – pasiva.

Cuando una aleación está en proceso de corrosión intergranular, su velocidad de pérdida de peso usualmente acelerará con el tiempo. Tal como se disuelve el área en el límite de grano, los granos que no son afectados se salen y esto incrementa la pérdida de peso. La pérdida de peso contra el tiempo en que las curvas de una aleación está en proceso de corrosión intergranular se muestra en la figura 2.19.

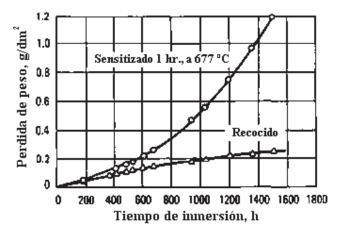


Figura 2.19 Corrosión en el acero del tipo 304 en un medio limitado a hervir al 10% (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Con un eliminador de 0.47 gr. de Fe3+/L y adicionando una solución de Fe<sub>2</sub> (SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> [34].

## 2.8.6 Métodos de polarización cíclica potenciodinámicos

La norma ASTM G 61 describe un procedimiento para la medición de la conducción de la polarización cíclica potenciodinámica para determinar la relación de la susceptibilidad y la corrosión localizada [35].

El método es diseñado para ser utilizado en el hierro o aleaciones base níquel en un medio de cloro. En este ensayo es realizado un barrido cíclico de polarizacion anódica con una velocidad de escaneo y voltaje arreglados. Se pone particular atención en las dos características del comportamiento del diagrama de la polarizacion cíclica anódica. Este es el potencial en el cual la corriente anódica se incrementa considerablemente con un potencial dirigido o con la interrupción del potencial.

En general lo más noble de este potencial obtenido es la velocidad del escaneo fijo en este experimento y de esta forma la aleación será menos susceptible al inicio del ataque localizado, la segunda característica de gran interés es el potencial en el cual el ciclo de histéresis es completado en una polarización de escaneo en reversa.

En general una vez iniciada la corrosión localizada se puede propagar algún potencial más electropositivo en el cual el ciclo de histéresis halla sido completado (cuando es determinada una velocidad de escaneo fija). Por lo tanto el potencial más electropositivo en el cual la vuelta de la histéresis es completada será en la cual la corrosión localizada ocurrirá.

Este potencial es conocido como el potencial de protección. La figura 2.20 muestra el comportamiento de la polarización cíclica para la aleación Hastelloy C-276 y para el acero inoxidable 304 en una solución de NaCl al 3.56%. Basados en el criterio anterior es evidente que la aleación Hastelloy C-276 es más resistente a la corrosión localizada en este medio ambiente.

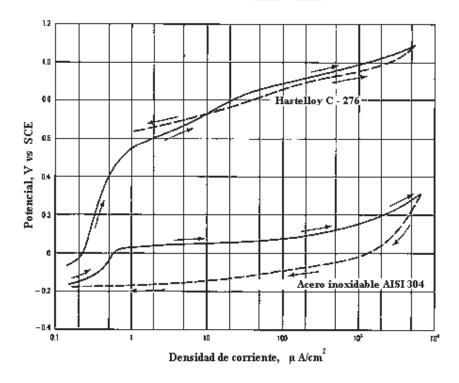


Figura 2.20 Curvas de polarizacion cíclica potenciodinámicas para la aleación Hastelloy C-276 y para el acero inoxidable 304 en una solución de NaCl al 3.56%[35]. También es razonable el método en el cual se proyectan las variaciones dependiendo de la composición de la aleación así como del medio [35-39].

### 2.8.7 Evaluación de la corrosión por picadura

La picadura es una forma localizada de la corrosión que frecuentemente concierne a la pasivación de metales y aleaciones en medios agresivos. La picadura también puede ocurrir en aleaciones no pasivadas con recubrimientos protectores o en ciertos medios corrosivos heterogéneos. La picadura es un medio de corrosión muy peligroso. Por lo tanto se han creado ensayos especiales acelerados para la evaluación de la resistencia de aleaciones pasivas a la corrosión por picaduras.

## 2.8.7.1 Experimento ASTM G 61

Describe el procedimiento para las mediciones de la polarización potenciodinámica cíclica y así determinar la susceptibilidad a la corrosión localizada [40]. El ensayo es preferentemente utilizado para aleaciones de hierro, níquel y aleaciones base cobalto en medios donde esté involucrado el cloro. Este ensayo utiliza el potencial crítico y el potencial de protección para las picaduras, para comparar la resistencia a las picaduras de los materiales [41].

Debido a que la corrosión por picadura puede perforar y destruir superficies delgadas de equipo industrial, el potencial de protección Ep, representa un potencial límite el cual no debe de ser excedido. Muchas autoridades han cuestionado la validez de dichos ensayos. La crítica más frecuente es que estos ensayos no predicen adecuadamente el comportamiento de la corrosión a largo plazo [42, 43]. La carencia de consistencia entre los resultados del potencial de protección y la carencia de un ensayo más conservador provoca la necesidad de una mayor investigación del potencial de protección. Por lo tanto los ensayos de ingeniería más conservadores serán necesarios y utilizados [41].

## 2.8.7.2 Examinación y evaluación

La norma ASTM G46 provee la asistencia en la selección de procedimientos para la identificación y examinación de picaduras así mismo en la evaluación de la corrosión por picaduras y de esta forma determinar la amplitud de este efecto. Es importante determinar la amplitud de las picaduras y grietas en ensayos de laboratorio y así determinar el tiempo restante de servicio de una estructura y de esta forma seleccionar a los materiales más resistentes a la corrosión por picaduras [44, 45].

### 2.8.7.3 Penetración del metal

En este método las profundidades máximas de las picaduras son medidas y la penetración del metal es expresada en términos de la máxima profundidad de la picadura, un promedio de las 10 picaduras más profundas o ambas. La penetración del metal es significante cuando se tiene la intención de que trabaje en un ambiente cerrado con gas, líquido y esto ocasione que un agujero provoque pérdida de fluido. La penetración del metal también puede ser expresada en términos de factores de picaduras, el radio de la penetración más profunda así como del promedio de las penetraciones del metal (determinado para la pérdida de masa).

$$\mathbf{Fp} = \mathbf{Mpm} / \mathbf{Ppm} \tag{Eq 5}$$

**Donde:** 

Fp = Factor de picadura

Mpm = Máxima profundidad del metal

Ppm = Penetración promedio del metal

Un factor de picadura 1 representa una corrosión uniforme. El factor de picadura no puede ser utilizado cuando la corrosión general o por picadura es pequeña, valores de 0 al infinito pueden ser obtenidos.

## 2.9 Inmersión alterna de NaCl al 3.5%

Las condiciones para este ensayo ha ganado una amplia aceptación, este ensayo utiliza un periodo de inmersión en NaCl al 3.5% en substitución del agua de mar. Cuando los ensayos son realizados en substitución del agua marina se preparara sin metales pesados de acuerdo con ASTM D 1141 [46]. Una ventaja en la substitución del agua marina en el caso de los ensayos de corrosión por tensión de ciertas aleaciones de alta resistencia de aluminio es que causa una picadura menos severa que una solución de NaCl al 3.5%. Sin embargo es preferida en algunos otros ensayos ya que las condiciones son muy similares al agua marina [46, 47].

# 2.10 Cinta Metálica Amorfa (Ni<sub>76.5</sub> Fe<sub>4.2</sub> Cr<sub>12</sub> B<sub>2.8</sub> Si<sub>4.5</sub>)

Las aleaciones metálicas amorfas no tienen un orden atómico de largo alcance. Se les conoce también como vidrios metálicos. Estas se fabrican por una variedad de técnicas las cuales involucran la solidificación rápida desde el estado gaseoso o líquido de los aleantes constituyentes. La solidificación ocurre tan rápidamente que los átomos son atrapados en su configuración líquida. Hay indicadores estructurales claros e indicaciones por sus muchas propiedades de que el vecino más próximo, o local, no existe un orden en la mayoría de las aleaciones metálicas amorfas, sino un rango de desorden atómico. Como resultado de esta estructura amorfa, existen comportamientos únicos tales como magnéticos, mecánicos, eléctricos y de corrosión. Por ejemplo, se comportan como materiales magnéticos blandos; son excepcionalmente duras y tienen resistencias a la tensión extremadamente altas y en algunas aleaciones el coeficiente de expansión térmica puede ser cero; tienen resistencias eléctricas 3 o 4 veces más altas que aquellas aleaciones convencionales de hierro o hierro níquel; finalmente, una de las mayores atracciones de estos materiales es que son aleaciones excepcionalmente resistentes a la corrosión [5].

Los efectos micro estructurales de SR incluyen refinamiento de la celda/ dendrita o espacios eutecticos y tamaños de la inclusión (y grano de matriz), supresión o dispersión de fases ínter metálicas primarias y reducción en la escala y/o amplitud de la micro segregación. Eso facilita un procesamiento termomecánico posterior y puede llevar a un rendimiento mejorado en servicio [5].

Mejoramientos logrados en las propiedades incluyen resistencia a la tensión y fatiga, dureza formabilidad, resistencia a la corrosión/ erosión, resistencia al desgaste, estabilidad térmica y resistencia a la deformación, propiedades magnéticas suaves y duras comportamiento catalítico [5].

## Las principales atracciones de esta tecnología son:

- 1.- Rutas cortas de productos terminados casi a la forma final.
- 2.- Tolerancia aumentada para atrapar elementos y altos niveles de aleación.
- 3.- Potencial para reducir o sustituir adiciones aleantes.
- 4.- Posibilidad de producir formas únicas.
- 5.- Capacidad de lograr combinaciones únicas en cuanto a sus propiedades.

### 2.10.1 Uso de cintas metálicas amorfas como elemento de unión

La unión de materiales que se lleva a cabo por el método de brazing o soldering es una práctica antigua que se ha involucrado dentro de la tecnología moderna a través de varias innovaciones, tales como el uso de metales de relleno solidificados rápidamente.

La tecnología de unión convencional puede ser utilizada cuando se considera el uso de metal de relleno solidificado rápidamente. En muchas aplicaciones, una delgada capa o un metal de relleno es situado entre dos materiales a ser unidos. Posteriormente, es aplicada alta temperatura al sándwich prefabricado resultando una capa metálica fundida [5].

El ensamblado entero es después enfriado y el metal de relleno, resultando una unión fuerte entre las piezas metálicas. Ejemplos específicos de componentes comerciales que son unidos por el método de brazing utilizando aleaciones metálicas amorfas se muestran en la figura 2.21.

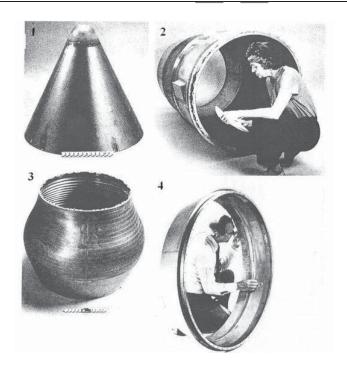


Figura 2.21 Partes de una máquina de jet fabricada con aleaciones por metglas, fabricada por brazing: 1) Tapón de gases de escape de la maquina de jet Pratt & Whitney JT9D-7R4; 2) Tubo de escape de cola para avión Douglas DC-9-50; 3) Tapón de gases de escape de la maquina de jet GE CF6-80; y 4) Boquilla de salida de la maquina de jet para Rolls Royce RB-211.

Las ventajas de las aleaciones solidificadas rápidamente son muchas: ductilidad, homogeneidad de la estructura, temperatura de fusión baja, espesores delgados, y la posibilidad de tener un fluido seguro.

Muchas aleaciones convencionales utilizadas en el brazing son quebradizas debido al contenido de los elementos que reducen la temperatura de fusión tales como el fósforo, boro y silicio. Por este motivo una forma convencional de aleaciones utilizadas en brazing es pasta, en las que las aleaciones en forma de polvos se unieron en forma orgánica. Aplicaciones de esta forma es conveniente en las que el compuesto metálico puede ser fácilmente dirigido al punto de contacto de las dos piezas metálicas a ser unidas. La desventaja radica en el residuo y la porosidad que puede resultar cuando la cinta metálica se encuentra en esta forma. En contraste la solidificación rápida puede resultar en la producción de la misma composición de la pasta pero en forma de cinta o polvos dúctiles.

La razón de esto es que los elementos que son adicionados a la cinta metálica disminuye el punto de fusión el cual forma vidrio para la aleación cuando se solidifica rápidamente. Por lo tanto el resultado es una cinta delgada, dúctil con baja temperatura de fusión. Además la lámina dúctil puede ser estampada en preformas, permitiendo que el hueco entre la base de las piezas metálicas sea más completo y eficiente durante la unión. De hecho algunas aleaciones amorfas que contienen fósforo pueden ser utilizadas para unir cobre sin el uso de un fundente limpio.

Al usar una cinta metálica vítrea como metal de relleno en una unión no es amorfo totalmente después de la unión, su micro estructura es extremadamente fina, y está directamente asociada con la fineza de su micro estructura de la cinta metálica de relleno utilizada al inicio [5].

Son varias las aplicaciones en las cuales cintas metálicas de relleno solidificadas rápidamente son utilizadas. Por ejemplo en sellos por rozamiento para motores de avión fue una de las primeras aplicaciones comerciales para las aleaciones metálicas amorfas como metal de relleno. En otros casos, las aleaciones metálicas amorfas de relleno han sido utilizadas para reemplazar metales de relleno convencionales base oro los cuales son más costosos. Otra aplicación en la que las aleaciones metálicas amorfas pueden ser utilizadas con ventaja es en los intercambiadores de calor en la cual estructuras complejas de panal necesitan uniones de precisión y confiabilidad.

Debido a la naturaleza de RSP, la aleación metálica de relleno para el cojinete de contra flecha en conjunto es relativamente simple, debido a la forma de lámina dúctil del producto. Otras aplicaciones de las cintas metálicas solidificadas rápidamente incluyen la unión de boquillas de carburo cementado utilizado para perforar los yacimientos de petróleo, en base a una unión metal/cerámico, e inclusive tiene aplicaciones en ortodoncia [5].

# CAPÍTULO 3

## **DESARROLLO EXPERIMENTAL**

En el presente capítulo se presentan los procesos de caracterización de los materiales, preparación de las muestras así como la unión y evaluación de las mismas de acuerdo al diagrama de la figura 3.1.

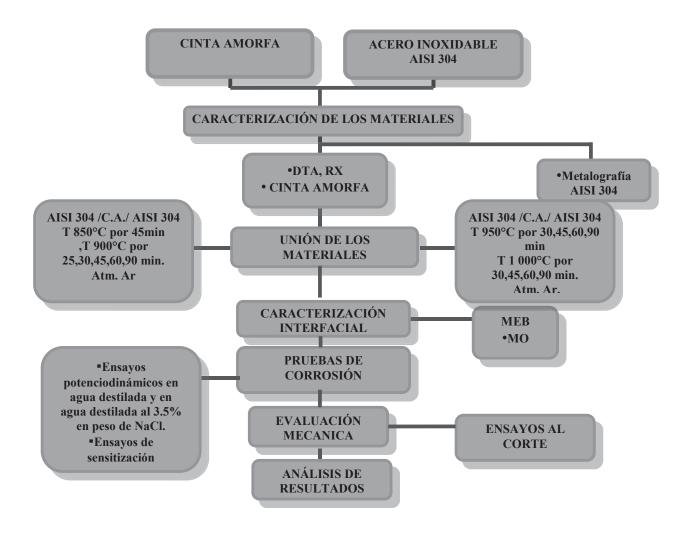


Figura 3.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental

## 3.1 Materiales de inicio

Los materiales empleados en el presente trabajo son: Acero inoxidable austenítico AISI 304 y cinta metálica amorfa, fabricados comercialmente. Algunas características físicas y químicas se muestran a continuación, para la cinta metálica amorfa en las tablas 3.1 y 3.2, para el acero inoxidable AISI 304, proporcionadas por el proveedor en las tablas 3.3, 3.4 y 3.5. En la tabla 3.6 se encuentran las especificaciones dimensiónales de los materiales de inicio.

Tabla 3.1 Propiedades físicas de la cinta metálica amorfa (Ni<sub>76.5</sub> Fe<sub>4.2</sub> Cr<sub>12</sub> B<sub>2.8</sub> Si<sub>4.5</sub>) [48].

Cinta metálica amorfa (Ni <sub>76.5</sub> Fe <sub>4.2</sub> Cr <sub>12</sub> B <sub>2.8</sub> Si <sub>4.5</sub> )						
Producto:	Lámina base níquel Metglas®MBF - 15					
Proveedor:	Metglas®, Inc.					
Apariencia	Cinta metálica brillosa					
Estado físico	Sólido					
Densidad (ρ)	7.82 g /cm <sup>3</sup>					

Tabla 3.2 Composición química de la cinta metálica amorfa [48].

Material	Composición Química, % en peso									
	Cr	Fe	Si	C*	В	P	Mn	Co	Ni	S
Cinta Amorfa MetGlass 15	12.0	4.2	4.5	0.03	2.8	-	-	-	76.47	-
* Concentración máxima										

Tabla 3.3 Propiedades del acero inoxidable austenítico AISI 304, [49].

Material	Temperatura	Densidad	Expansión	Forma
	de Fusión	Teórica	Térmica	
	(°C)	(gr./cm <sup>3</sup> )	$(10^{-6}/K)$	
<b>AISI 304</b>	1400 -	8.03	18 22.2	Cilíndrica
	1450			

Tabla 3.4 Composición del acero inoxidable austenítico AISI 304.

Material	Composición Química, wt. %									
	Cr	Fe	Si	C*	В	P	Mn	Co	Ni	S
AISI 304	18.0 20.0	66 74	1.0*	0.08		.045*	2.0	-	8 12	.03*
* Concentración máxima										

Tabla 3.5 Propiedades mecánicas del acero inoxidable AISI 304.

Propiedades mecánicas del acero inoxidable austenítico AISI 304						
Dureza brinell	160-190					
Impacto izod ( J m <sup>-1</sup> )	20-136					
Módulo de elasticidad ( GPa )	190-210					
Resistencia a la tracción ( Mpa )	460-1100					

Tabla 3.6 Especificaciones dimensionales de los materiales de inicio.

Material	Diámetro	Pureza	Espesor
Cinta amorfa metglass 15	Lamina	Comercial	38 μm.
AISI 304	7.9 mm.	Comercial	3 mm.

## 3.2 Caracterización de los materiales de inicio

Para realizar el microanálisis químico, tanto de las muestras de acero inoxidable como de las cintas metálicas amorfas fueron preparadas de la siguiente forma: de la barra de acero inoxidable se realizó un corte transversal de 3 mm., utilizando una cortadora de precisión de disco de diamante ISOMET BUEHLER, la muestra se sometió a una limpieza superficial con un disco abrasivo de diamante de 45 µm., seguido por lijas de carburo de silicio grado 400, 600, 1000, 1200 y 1500 para posteriormente ser pulida con una solución de alúmina de 0.05 μm; finalmente, la muestra se limpió utilizando una tina de ultrasonido BRANSON; del rollo de cinta, se cortó una pieza de 1 cm. x 1 cm., este material únicamente se limpio utilizando la tina de ultrasonido, puesto que uno de los lados está libre de asperezas debido al método utilizado para la obtención de este producto en el que dicho lado no hace contacto con algún otro material durante la solidificación de la cinta.

Los microanálisis químicos en ambos materiales se efectuaron en un microscopio electrónico de barrido, MEB, JEOL, modelo JSM - 5910- LV, en el laboratorio de microscopía del Postgrado en Metalurgia del Instituto Tecnológico de Morelia, este microscopio se muestra en la figura 3.2.



Figura 3.2 Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM.5910-LV

## 3.3 Análisis térmico diferencial (DTA)

En el análisis térmico se mide continuamente la variación del peso o de la diferencia de temperatura de la sustancia objeto de estudio con respecto a una referencia inerte, en función del tiempo o de la temperatura, mientras muestra y referencia se someten a una rampa de temperatura bajo condiciones controladas, ya sea en una atmósfera oxidante o reductora. Esta técnica permite obtener, a partir de una pequeña cantidad de muestra (5-10 mg.), información relativa a su naturaleza, composición, estabilidad térmica, si el proceso es endotérmico o exotérmico así como transformaciones químicas y físicas.

Se realizó la prueba de DTA a la cinta metálica amorfa para obtener la temperatura a la cual llega al estado líquido. Las características del equipo utilizado son: TA Instruments, SDT – Q600, el cual tiene un programa definido y se trabaja en función de la temperatura. Este equipo se encuentra en el Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la U.M.S.N.H.

### 3.4 Proceso de Unión

Es fundamental en el método de unión en fase sólida la calidad y limpieza de las superficies, el eliminar residuos contaminantes en las superficies de las muestras a unir para evitar que estos queden atrapados, y de esta forma establecer un contacto íntimo durante el proceso.

### 3.4.1 Preparación de las muestras

Para llevar a cabo el proceso de unión se realizaron cortes de aproximadamente 3 y 10 mm de longitud a las barras de 7.9 mm de diámetro de acero inoxidable austenítico AISI 304, utilizando la misma cortadora de precisión de disco de diamante. Dado que la cinta metálica amorfa que se empleó como elemento de unión se encuentra en forma de hoja de 38 µm de espesor, se recortó en forma de círculos de 7.9 mm de diámetro mismas que se sometieron al proceso de limpieza por ultrasonido durante 5 minutos utilizando la tina de ultrasonido BRANSON. Cabe mencionar que se empleó el mismo procedimiento para todas las muestras, buscando la reproducibilidad de la unión.

### 3.4.2 Arreglo de la unión

Posterior a la limpieza de las muestras a unir, se realizó el arreglo de estas, el cual consistió en colocar en un extremo de la superficie pulida el acero inoxidable AISI 304, en el otro extremo de la superficie otra muestra del mismo acero, insertando entre ambas la cinta metálica amorfa, este arreglo se montó en un dado de grafito el cual fue cubierto previamente con polvo de nitruro de boro, con el objetivo de evitar la contaminación de grafito hacia las muestras, así como realizar una distribución uniforme de la fuerza que se emplea para mantener fijas dichas muestras como se muestra en la figura 3.3. Cabe mencionar que la presión que genera el tornillo del dado de grafito el cual se observa en la parte superior, es específicamente para evitar el movimiento de las muestras y favorecer el contacto uniforme entre las superficies.

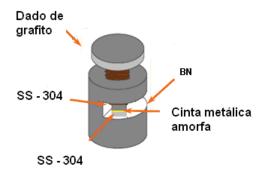


Figura 3.3 Arreglo y montaje de las muestras en dado de grafito.

### 3.4.3 Proceso de unión de la muestra

El método de unión en fase sólida consiste en la aplicación de calor y presión entre los materiales, bajo una atmósfera inerte de Ar., durante un tiempo suficiente para que ocurra la migración de átomos entre las superficies en contacto con el fin de fabricar una interfase de unión fuerte. En base a esto el elemento de unión, la cinta metálica amorfa funde a una temperatura de 1300 °C, según el análisis térmico diferencial (DTA) que se le realizó, por tal motivo se decidió trabajar a temperaturas de unión de 850 °C, 900°C, 950°C y 1000°C y tiempo de permanencia de 25, 30, 45, 60 y 90 minutos, esto con la finalidad de evitar que conforme se incremente la temperatura de unión, la cinta metálica incrementara su cristalinidad paulatinamente y por lo tanto, sus propiedades de resistencia a la corrosión, la cual es una propiedad que se analiza en el presente trabajo. La figura 3.4 muestra un esquema del procedimiento de unión.

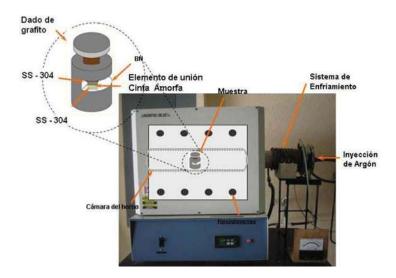


Figura 3.4 Horno de unión conteniendo las muestras a unir.

El equipo utilizado en los experimentos de unión se muestra en la figura 3.4, el cual consiste básicamente en un horno con una cámara tubular de 8 cm. de diámetro y 80 cm. de longitud, esta cámara es calentada por resistencias que se encuentran en el exterior de esta y su temperatura es monitoreada controlada por medio de un controlador electrónico de temperatura y un termopar colocado en la proximidad de las resistencias. Esta cámara tubular puede ser sellada y cuenta con una entrada y salida de gases por medio de un sistema de mangueras, el cual permite la circulación del gas de Ar., mismo que evita la oxidación en el proceso de unión. Cabe mencionar que el horno cuenta con un sistema de enfriamiento de agua mediante un sistema de espiral, el cual circula constantemente alrededor del tubo de alúmina para evitar su calentamiento.

### 3.5 Caracterización de la unión

En esta etapa, las uniones producidas fueron montadas en resina y cortadas transversalmente utilizando la cortadora con disco de diamante de alta precisión ISOMET BUEHLER para obtener muestras para analizar y caracterizar la zona de unión, el disco gira de manera continua tocando su extremo en aceite con el objetivo de evitar algún tipo de falla del disco o de algún calentamiento de la muestra a cortar; el aceite actúa al mismo tiempo como refrigerante; el equipo utilizado se puede observar en la figura 3.5.



Figura 3.5 Equipo de precisión de disco de diamante empleado para el corte de las muestras.

Una vez cortadas las muestras unidas, se les dio un pulido y limpieza de acuerdo al siguiente procedimiento:

- 1.- Se sometieron a una limpieza superficial con un disco abrasivo de diamante de 45 μm.
- **2.-** Posteriormente, se sometieron a una limpieza por lijas de carburo de silicio grado 400, 600, 1000,1200 y 1500.
- 3.- Finalmente se efectuó una limpieza superficial con una solución de alumina de  $0.05 \mu m$ , a una velocidad de 150 r.p.m. por un tiempo de 5 minutos, seguido de una limpieza en la tina de ultrasonido Branson.

Es importante señalar que la preparación de las muestras unidas requiere de cierta habilidad, ya que se trata de pulir la interfase entre la unión metal – metal, actuando como elemento de unión la cinta metálica amorfa y durante esta etapa se deben utilizar velocidades lentas y tiempos prolongados.

Es fundamental cuidar que la zona de reacción formada por la unión sea paralela al desplazamiento de las partículas de alumina que se encuentran en el disco de paño, esto con la finalidad de evitar que elementos de los materiales base sean arrastrados hacia esta zona provocando errores en la caracterización.

Posteriormente se observaron las muestras unidas en su sección transversal con el propósito de evaluar la interacción metal/metal producidas durante el proceso de unión realizando micrografías y análisis puntual por microscopía electrónica de barrido en el microscopio JEOL JSM-5910-LV. Además, se realizó a las interfases de las uniones un análisis mediante la técnica de distribución atómica (mapeo), así como un barrido en línea, esto con la finalidad de caracterizar por completo la interfase de unión, el microscopio mencionado es de bajo vacío y permite analizar muestras sin requerir de una metalización previa, lo cual proporciona imágenes de mejor calidad.

### 3.6 Pruebas de corrosión

Se realizaron pruebas de polarización potenciodinámicas a las interfases de las uniones, ya que se busca la resistencia química, estos experimentos se llevaron a cabo en dos electrolitos, en agua destilada y en solución 3.5% en peso de NaCl. Primero se realizaron ensayos potenciodinamicos a la cinta metálica amorfa y al acero inoxidable AISI 304 sin efecto de temperatura, en agua destilada, la celda electroquímica fue la convencional utilizando un electrodo de calomel SCE como electrodo de referencia, un alambre de platino como contra electrodo y la cinta metálica amorfa y el acero inoxidable AISI 304 por separados como electrodos de trabajo.

Posteriormente se realizaron pruebas de polarización potenciodinámicas a las interfases de las uniones utilizando como electrolitos agua destilada y en solución 3.5% en peso de NaCl, la celda electroquímica fue la convencional utilizando un electrodo de calomel SCE como electrodo de referencia, un cilindro de grafito como contra electrodo y las uniones como los electrodos de trabajo.

Finalmente se realizaron ensayos de sensitización a las uniones utilizando como electrolito una solución al 3.5% en peso de NaCl, la celda electroquímica fue la convencional utilizando un electrodo de calomel SCE como electrodo de referencia, un cilindro de grafito como contra electrodo y las uniones como los electrodos de trabajo. Este ensayo fue realizado con la finalidad de estudiar y analizar en dónde se lleva a cabo la corrosión preferencialmente en la interfase, si en la cinta amorfa o en el acero inoxidable austenítico AISI 304.

Los ensayos se realizaron a temperatura ambiente en un recipiente de 500 mililitros de capacidad. Se utilizó un Potentiostat/Galvanostat Model 273 A,- EG & G Princeton applied Research, el cual podemos ver en la figura 3.6- Model 352 Corrosion Software, el cual se encuentra en el Centro de Investigación en Corrosión, CICORR, de la Universidad Autónoma de Campeche. En la figura 3.7 podemos observar el microscopio óptico utilizado en las micrográfias obtenidas.



Figura 3.6 Potenciostato modelo 273 A



Figura 3.7 Microscopio óptico

#### 3.7 Evaluación mecánica de la unión

No es suficiente unir un material con otro y realizar el estudio interfacial, se debe realizar un trabajo complementario en el cual se mida su funcionalidad, es decir, la resistencia mecánica de la unión AISI 304/cinta metálica amorfa/AISI 304, es por eso que se realizaron pruebas de corte o cizallamiento usando una máquina universal Instron 5500R de pruebas mecánicas con capacidad máxima de 10 toneladas, la cual se encuentra en el laboratorio de deformaciones plásticas del Postgrado en Metalurgia del ITM.

Fue necesario unir muestras de acero de 10 mm., de longitud para llevar a cabo los ensayos al corte, en comparación de las uniones empleadas para caracterizar la interfase de la unión, manteniendo los mismos diámetros de 7.9 milímetros, las uniones se realizaron siguiendo el mismo procedimiento utilizado en las uniones empleadas para la caracterización interfacial, ver figura 3.8.

Posteriormente se utilizó un portamuestras especialmente diseñado y fabricado, el cual permitió sujetar las probetas con las medidas establecidas y así mismo éste pudo ser ensamblado en el equipo a utilizar para realizar las pruebas de resistencia al corte. En la figura 3.9 se presenta el diseño del porta muestras con las piezas manteniendo alineadas las piezas, el tornillo opresor sujeta la muestras para evitar cualquier movimiento, esto con la finalidad de evitar errores en los resultados de las pruebas, en la figura 3.10 se muestra el equipo y esquema de la dirección en que se aplicó la fuerza para realizar los ensayos.



Figura 3.8 Muestras empleadas para pruebas mecánicas de resistencia al corte.

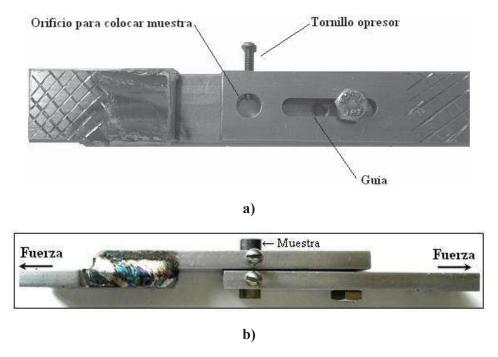


Figura 3.9 Porta muestras utilizado para realizar los ensayos mecánicos de resistencia al corte, a) vista superior, b) vista lateral

Las pruebas mecánicas de resistencia al corte para las probetas se realizaron mediante la aplicación de una carga axial sobre la muestra a una velocidad de 0.5 mm/min., esto hasta lograr la fractura de la probeta. En la figura 3.9 a) se observa el orificio donde se introduce la muestra y en la figura 3.9 b) observamos la dirección donde es aplicada la fuerza de resistencia al corte. La carga aplicada es activada a través de la computadora la cual se encuentra conectada a la máquina Instron, donde a su vez registra los resultados obtenidos de cada una de las pruebas realizadas, los resultados obtenidos fueron analizados para determinar la resistencia de las uniones así como sus variaciones.

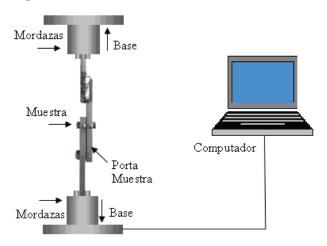


Figura 3.10 Esquema de la prueba mecánica de resistencia al corte

El equipo donde se realizaron los ensayos se muestra en la figura 3.11 cuenta con opciones para realizar pruebas de tensión, compresión, termo fluencia, relajación de esfuerzos de tensión o de compresión. Su capacidad de carga es de 10,000 kgf. Cuenta con dos celdas de carga, una de 0.5 ton., y otra de 10 Ton. Se tienen accesorios para realizar ensayos con cualquier tipo de probeta, plana, laminar, rectangular o cilíndrica.

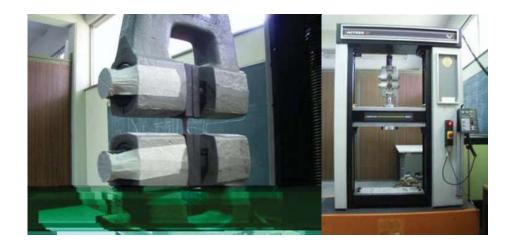


Figura 3.11 Máquina Universal Instron 5500R.

#### **CAPITULO 4**

### RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se muestran los resultados experimentales de la unión metal/metal, mediante el proceso de unión por difusión en fase sólida utilizando como elemento de unión una cinta metálica amorfa base níquel, como parte de los resultados obtenidos se presentan la caracterización del acero inoxidable austenítico AISI 304, de la cinta metálica amorfa base Ni, así como también los resultados obtenidos durante las pruebas de unión, la caracterización interfacial de la zona de unión, los resultados obtenidos de los ensayos potenciodinámicos de corrosión y de sensitización realizados a las uniones, así como los resultados obtenidos de la evaluación mecánica de las muestras unidas.

#### 4.1 Caracterización de los materiales de inicio.

Con la finalidad de conocer la estructura de los materiales de inicio y de verificar su composición, se realizó la caracterización del acero inoxidable AISI 304, mientras que a la cinta metálica amorfa se le hizo una prueba de análisis térmico diferencial, así como un análisis de rayos-x en la superficie de la cinta metálica amorfa.

## 4.2 DTA de la cinta metálica amorfa (Ni<sub>76.5</sub> Fe<sub>4.2</sub> Cr<sub>12</sub> B<sub>2.8</sub> Si <sub>4.5</sub>)

A la cinta metálica amorfa (Ni<sub>76.5</sub> Fe<sub>4.2</sub> Cr<sub>12</sub> B<sub>2.8</sub> Si <sub>4.5</sub>), se le hizo una prueba de análisis térmico diferencial para saber a qué temperaturas se pueden llevar a cabo las uniones. En la figura 4.1 se muestra el análisis térmico diferencial de la cinta amorfa para un rango de temperatura de 24 °C a 1400 °C.

En los resultados obtenidos encontramos un pico exotérmico a la temperatura de 447 °C, después se presenta otro pico exotérmico a la temperatura de 512.5 °C, correspondientes a las temperaturas de cristalización, posteriormente encontramos un pico endotérmico más pronunciado a la temperatura de 1009.4 °C, podemos observar varios picos exotérmicos a las temperaturas de 1016.4 °C, 1094.5 °C, 1136.4 °C y 1189.4 °C las cuales también son temperaturas de cristalización de la cinta metálica amorfa, la última temperatura registrada es de 1395.6 °C temperatura cercana a la transformación al estado líquido la cual es de 1430 °C.

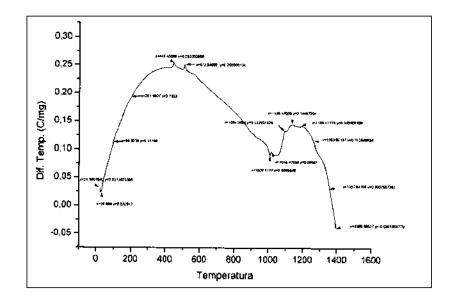


Figura 4.1 DTA de la cinta metálica amorfa

#### 4.3 Difractograma de la cinta metálica morfa

Se realizó un análisis de rayos-x en la superficie de la cinta metálica amorfa Ni<sub>76.5</sub> Fe<sub>4.2</sub>Cr<sub>13</sub> B<sub>2.8</sub> Si<sub>4.5</sub>, la figura 4.2 muestra el patrón de difracción obtenido. Esta técnica confirma la condición de amorfo para la cinta. El difractograma consiste de una curva difusa en su base indicando la ausencia de planos cristalográficos. La protuberancia entre los 40° y 50° es evidencia de ordenamiento de corto alcance, esta protuberancia corresponde a la región en la cual debieran presentarse las principales reflexiones de Ni, Ni- Fe y Ni – Cr, también se encontró que el difractograma obtenido es característico de los materiales amorfos.

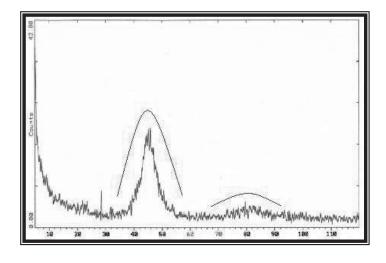


Figura 4.2 Difractograma de la cinta metálica amorfa

#### 4.4 Micro análisis de la cinta metálica amorfa

Posteriormente se realizo un microanálisis químico de elementos a la cinta metálica amorfa en el MEB Modelo JEOL JSM.5910-LV, en la tabla 4.1 se encuentran las composiciones químicas, la proporcionada por el proveedor y la obtenida del análisis realizado a la cinta metálica, donde se puede comprobar los elementos que la componen así como la cantidad, cabe mencionar que el B y el Co por las cantidades tan pequeñas que contienen no se pudieron cuantificar; en la figura 4.3 se observa el espectro del análisis realizado a la cinta metálica amorfa donde se observa la presencia de los elementos como son el Ni, Fe, Cr y Si en mayores cantidades.

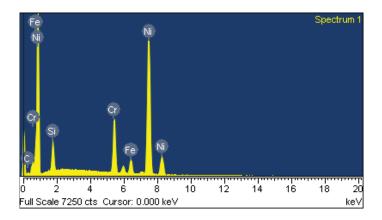


Figura 4.3 Espectro de la cinta metálica en el MEB

Tabla 4.1 Composición química de la cinta amorfa del proveedor y la obtenida por el MEB

Elemento	% Peso	% Peso
	C.Q.	Análisis
	Proveedor	realizado
Si	4.5	4.87
Cr	13	13.76
Fe	4.2	4.71
В	2.8	
Ni	76.5	76.30
Со	1.0	
C	0.03	0.35
Total	100.00	100.00

#### 4.5 Metalografías de AISI 304

Con la finalidad de revelar la estructura granular del acero empleado durante la experimentación se prepararon muestras, las muestras se sometieron a una limpieza superficial con un disco abrasivo de diamante de 45 µm., seguido por lijas de carburo de silicio grado 400, 600, 1200 y 1500, para posteriormente ser pulida con suspensiones de alumina de 0.5 µm y obtener un acabado a espejo. Un aspecto fundamental es la rugosidad superficial de las muestras a unir ya que de esto depende el área inicial de contacto entre los materiales, así como el éxito de la unión (ver figura 4.4 y 4.5, en las cuales observamos la estructura austenítica y contenidos de ferrita).

Posteriormente se realizó una metalografía al acero inoxidable austenítico AISI 304, el análisis se realizó en el microscopio metalográfico Leite Wetzlar Epivert, para corroborar su estructura austenítica la cual la podemos observar en la figura 4.4 atacada con acido pícrico durante 2 minutos a 2000 X de aumento, así mismo podemos observar en la figura 4.5 la misma estructura austenítica, muestra atacada con acido pícrico durante 2 minutos a 500 X de aumento, se utilizo el ácido pícrico ya que es el indicado para revelar la matriz austenítica, así mismo podemos observar contenidos de ferrita en este tipo de aceros, las muestras analizadas fueron previamente desvastadas con el proceso antes mencionado.

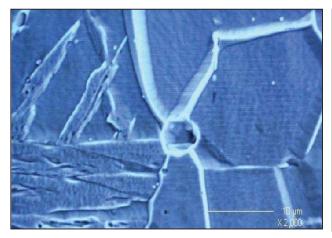


Figura 4.4 Micrografías del AISI 304, atacada con acido pícrico durante 2 min., 2000 X.

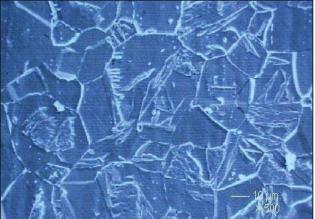


Figura 4.5 Micrografías del AISI 304, atacada con acido pícrico durante 2 min., 500 X.

#### 4.6 Uniones de acero inoxidable AISI 304/cinta amorfa/AISI 304

Las uniones realizadas se llevaron a cabo a las temperaturas de 850 °C, 900 °C, 950 °C y 1000 °C utilizando diferentes tiempos de unión, todas las muestras se unieron satisfactoriamente a todos los tiempos utilizados. Fue posible llevar a cabo las uniones a estas temperaturas sin llegar a la temperatura de fusión de la cinta metálica amorfa, por tal motivo se decidió utilizar el proceso de unión por difusión en fase sólida. La tabla 4.2 muestra los resultados obtenidos para las condiciones utilizadas en las uniones AISI 304/cinta amorfa/AISI 304. La diferencia en tiempos es debida a que buscamos bajo que tiempos de unión obtendremos propiedades mecánicas de resistencia mecánica aceptables y de igual forma propiedades de resistencia a la corrosión.

Tabla 4.2 Resultados de la unión AISI 304/cinta amorfa/AISI 304, realizadas en una atmósfera de Ar.

Temperatura C	Tiempo (minutos)	Resultado
850 °C	45	unidas
900 °	25, 30,45, 60,90	unidas
950 °	30, 45,60,90	unidas
1 000 °C	30, 45,60,90	unidas

#### 4.7 Caracterización interfacial de la unión de AISI 304 /cinta amorfa/AISI 304 en el MEB

Las uniones fueron observadas en su sección transversal con la finalidad de evaluar la interacción metal/cinta amorfa/metal, que se llevó a cabo durante el proceso de unión y de esta forma analizar el comportamiento en la zona de reacción en función del tiempo y la temperatura.

La figura 4.6 a) presenta la interfase de la unión a 900 °C por 25 minutos, a 1 000 X, en su sección transversal, la interacción entre el elemento de unión y el acero no se ha dado completamente se presentan algunas zonas obscuras en forma de agujas o elipses las cuales son precipitados de cromo y níquel en el extremo derecho de la interfase. Por otro lado, podemos observar la figura 4.6 b) en su sección transversal de la zona de unión AISI 304 / c. amorfa unida a 900 °C por 25 minutos, a 2 000 X, en la cual se observa la interacción de las interfaces, podemos ver algunos precipitados de níquel en la zona de la cinta metálica amorfa. Así mismo observamos la figura 4.6 c) en su sección transversal de la zona de unión AISI 304 / c. amorfa unida a 900 °C por 25 minutos, a 3 000 X, en la cual podemos observar precipitados de Cr en forma de aguja (obscuros) y precipitados de Ni en forma de agujas (color claro), en la zona del elemento de unión es decir de la cinta amorfa.

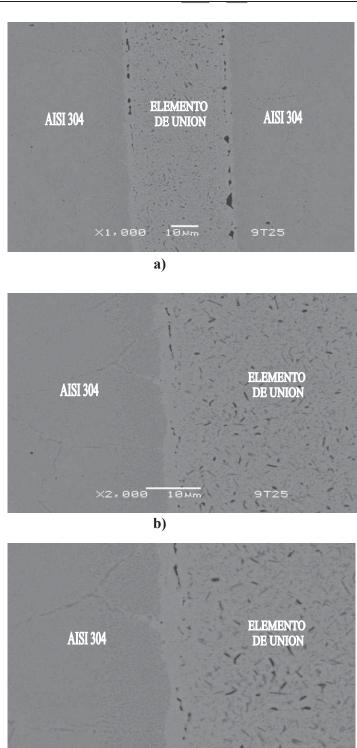
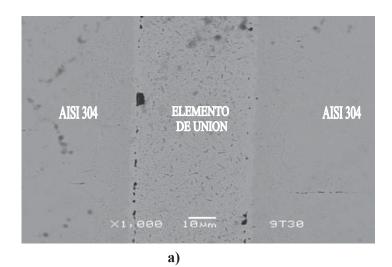


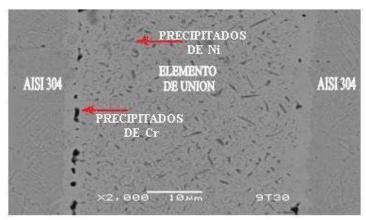
Figura 4.6 Sección transversal de la zona de unión AISI 304/c.amorfa/AISI304 unida a 900 °C por 25 minutos, a) 1 000 X, b) 2 000 X, c) 3 000 X en una atmósfera de Ar.

c)

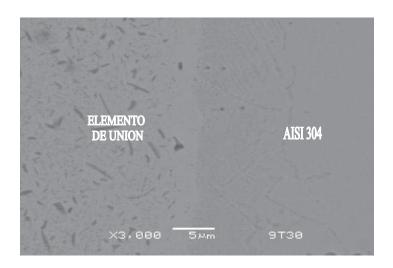
Con el propósito de clarificar el efecto de la temperatura y el tiempo analizamos las muestras unidas a 900 °C por 30 minutos en la figura 4.7 a) en la cual observamos la interacción AISI 304/cinta metálica amorfa/AISI 304 observamos porosidades remanentes en la parte izquierda de la interfase. Por otra parte observamos en la figura 4.7 b) precipitados de Cr en forma de elipses obscuras y precipitados de Ni en forma de agujas de color claro.

Así mismo en la figura 4.7 c) observamos una zona de interacción completa entre la cinta metálica amorfa y el AISI 304, observamos precipitados de Ni en la zona de la cinta amorfa, esta interfase se caracteriza por presentar una línea de unión uniforme y homogénea.





b)



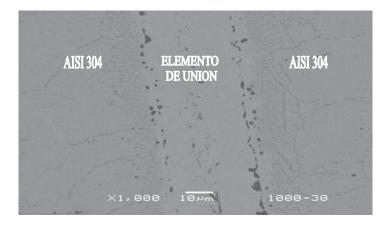
c)

Figura 4.7 Sección transversal de la zona de unión AISI 304/c.amorfa/AISI304 unida a 900 °C por 30 minutos, a) 1 000 X, b) 2 000 X, c) 3 000 X en una atmósfera de Ar.

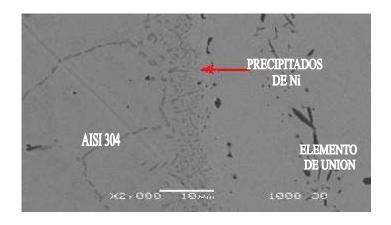
En la figura 4.8 a) observamos la interfase de la unión en la cual observamos precipitados de níquel en forma de agujas claras en la zona de la cinta amorfa, también aquí podemos observar como se forman precipitados de cromo en la zona del AISI 304.

Por otro lado en la figura 4.8 b) observamos algunos precipitados de níquel en la zona de la cinta amorfa en forma de agujas claras.

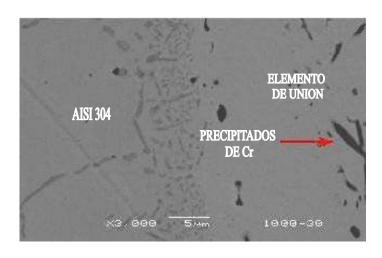
En la figura 4.8 c) Observamos precipitados de níquel en la zona del AISI 304, así como también precipitados de cromo en forma de agujas obscuras en el extremo derecho.



a)



b)



c)

Figura 4.8 Sección transversal de la zona de unión AISI 304/c.amorfa/AISI304 unida a 1000 °C por 30 minutos, a) 1 000 X, b) 2 000 X, c) 3 000 X en una atmósfera de Ar.

#### 4.8 Microanálisis puntual

Se realizó un análisis químico puntual de 16 puntos en la interfase de la muestra unida a 900 °C por 30 minutos (ver figura 4.9), con la finalidad de establecer los componentes de las fases presentes a través de la interfase, así como algunas concentraciones (precipitados) de algunos elementos en ciertas áreas de la zona de unión. En la figura 4.10 se gráfica la concentración de los elementos a través de ambas interfases, en la cual se observa cómo disminuye el contenido de Fe principalmente en la zona de la cinta amorfa y de forma contraria como incrementa el contenido de Cr y de Ni en la zona de la cinta amorfa conforme se acerca a la interfase, de igual forma observamos que en algunas zonas cuando la concentración de Ni disminuye mientras que la de Cr aumenta, también se observa como disminuye el contenido de Si en la cinta amorfa conforme se aproxima a la interfase.

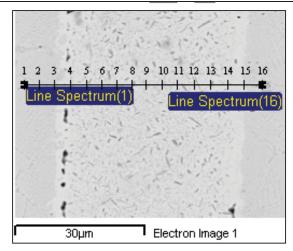


Figura 4. 9 Análisis químico puntual a través de la interfase AISI 304/c. amorfa/AISI 304 para la muestra unida a 900 °C por 30 minutos, en una atmósfera de Ar.

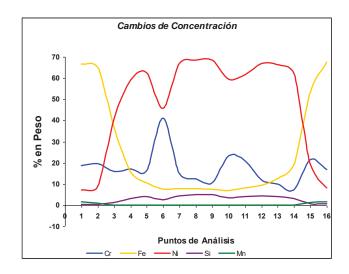
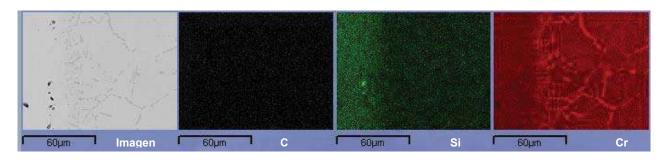


Figura 4.10 Barrido de la Interfase de la unión AISI 304 / C. Amorfa unida a 900°C / 30 min.

#### 4.9 Mapeo de la interfase de la unión de cinta amorfa / AISI 304 unida a 900 °C por 30 min.

La figura 4.11 muestra un mapeo llevado a cabo a la unión del AISI 304 / cinta metálica amorfa, unida a 900 °C por 30 minutos, en el cual se observa en colores claros las distribuciones homogéneas del Ni y Cr, que se encuentran en mayor concentración en la parte de la cinta, observamos en el mapeo el Cr su concentración en forma rojo claro, mientras que en concentraciones pequeñas se encuentra al Mn, Si y Fe, en la parte del acero se aprecian las distribuciones del Cr, Fe y Ni en mayor concentración con colores claros y al Si, Mn y Mo en pequeñas concentraciones en el mapeo también podemos percibir cómo se forman los precipitados de Cr en la zona del AISI 304 preferentemente en los límites de grano.



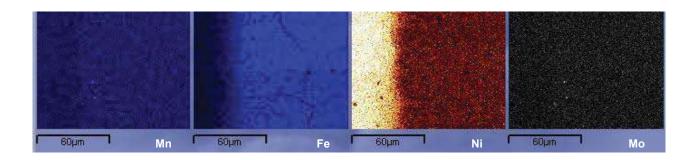


Figura 4.11 Mapeo de la interfase de la unión de cinta amorfa / AISI 304 unida a 900 °C por 30 min.

# 4.10 Experimentos de corrosión

Las pruebas de corrosión se realizaron utilizando un Potentiostat/Galvanostat Model 273 A EG & G Princeton applied Research, Model 352 Corrosion Software, utilizando un rango de corriente:  $10~\mu A$  auto  $\downarrow \downarrow$  un filtro apagado, con una celda conectada, se trabajo en modo de alta estabilidad, se mantuvo un control continuo durante todas las pruebas realizadas, se utilizó una interfase conocido como foco *talk* con un parpadeo continuo durante el experimento, también se utilizó una interfase conocida como foco *listen* con un parpadeo continuo durante el experimento, también se utilizó una interfase conocida como foco *remote* el cual se mantuvo prendido durante el experimento se trabajo con una  $I = +6.730~\mu A$ , se utilizo un soporte electrónico regulado así como un monitor samsung syncmaster 551V y un cpu con un software windows 2000 professional NT wkstn 4.0. Las pruebas se realizaron a temperatura ambiente en un recipiente de vidrio.

Con la finalidad de tener un comparativo entre el comportamiento de cada uno de los materiales, se realizaron 2 pruebas potenciodinámicas a cada una de las uniones, primero en agua destilada y después en una solución al 3.5% en peso de NaCl, así mismo, se realizaron por separado ensayos potenciodinámicos a la cinta metálica amorfa sin tratamiento térmico, así como también a una muestra cilíndrica de 7.9mm., de diámetro y 1 cm., de longitud de AISI 304.

#### En todos los ensayos realizados se siguió el siguiente procedimiento con las muestras:

- 1.- Las muestras se lijaron con lija del número 240.
- 2.- Se limpiaron con agua de la llave.
- 3.- Se limpiaron con agua destilada.
- 4.- Por último se limpiaron con acetona.
- 5.- Se realizó el ensayo potenciodinámico

#### Datos de los experimentos potenciodinámicos:

Condiciones del experimento:

PH del Agua destilada: 7.8

Potencial inicial: - 0.600 mV., con circuito abierto Potencial final: + 0.600 mV., con circuito abierto

Velocidad: 0.1660 mV/s

## 4.11 Experimento potenciodinámico realizado a la cinta amorfa sin tratamiento térmico

En este ensayo el electrodo de trabajo fue la cinta amorfa metálica Ni<sub>76.5</sub> Fe<sub>4.2</sub>Cr<sub>12</sub> B<sub>2.8</sub> Si<sub>4.5</sub>, utilizando un electrodo de referencia de KCl 4 M (molar), se utilizó un contra electrodo de alambre de platino, mismo que sirvió como cátodo. En la figura 4.12 podemos observar el resultado del experimento potenciodinámico realizado a la cinta amorfa metálica Ni<sub>76.5</sub> Fe<sub>4.2</sub>Cr<sub>12</sub> B<sub>2.8</sub> Si<sub>4.5</sub>AISI 304, sin efecto de temperatura en agua destilada, la muestra presenta en la zona activa una polarización catódica, el estado de potencial constante E<sub>corr</sub> es -0.21 V, es decir, que la reacción no es lo suficientemente rápida para acomodar a todos los electrones disponibles, mientras que en el zona pasiva presenta una tendencia a la polarización anódica.

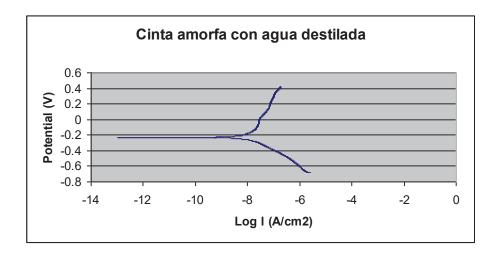


Figura 4.12 Curva de polarización de la cinta amorfa en agua destilada

#### 4.12 Experimento potenciodinámico realizado al AISI 304 sin tratamiento térmico

En este ensayo el electrodo de trabajo fue una muestra cilíndrica de 7.9 mm., de diámetro y 1 cm., de largo del AISI 304, el electrodo de referencia fue de calomel SCE 0.2415 V, utilizando un contraelectrodo de alambre de platino, que sirvió como cátodo. En la figura 4.13 podemos observar el experimento potenciodinámico realizado al AISI 304, sin efecto de temperatura en agua destilada, la muestra presenta en la zona activa una polarización catódica, el estado de potencial constante E<sub>corr</sub> es - 0.075 V, es decir, que la reacción no es lo suficientemente rápida para acomodar a todos los electrones disponibles, mientras que en el zona pasiva presenta una tendencia a la pasivación la cual es causada por la formación de una película delgada de hidróxido de cromo hidratado superficial, que es protectora [20]. La película superficial de cromo producto de la corrosión actúa como una barrera para la reacción de disolución anódica, sin embargo, se lleva a cabo la polarización anódica. En el experimento potenciodinámico podemos observar que existe una variación en la corriente catódica lo cual provoca una gran variación en la corriente anódica (o sea en la corriente de corrosión), por lo tanto el sistema está bajo control catódico.

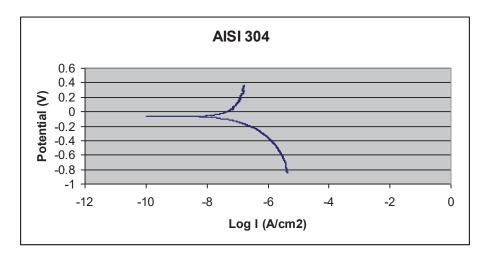


Figura 4.13 Curva de polarización del acero inoxidable en agua destilada

El potencial de corrosión de la cinta fue de -0.21 V, y el del acero AISI 304 fue de -0.075 V, lo cual quiere decir que la cinta es más anódica, con llevando con esto a una mayor tendencia a la corrosión en agua destilada, mientras que el segundo es más catódico y así su tendencia a la corrosión es menor.

# 4.13 Experimentos potenciodinámicos realizados a la uniones de AISI 304/C.A./AISI 304 a diferentes tiempos y temperaturas

En la figura 4.14 observamos el experimento potenciodinámico realizado a la unión del AISI 304/c.a./AISI 304 con efecto de temperatura en agua destilada, se utilizó un electrodo de trabajo el cual fue la muestra de la unión de AISI 304/c.a./AISI 304 a 850 °C por 45 min., se utilizó un electrodo de referencia el cual fue de calomel SCE 0.2415 V, se utilizó un contraelectrodo el cual fue un cilindro de grafito, como cátodo; la muestra presenta en la zona activa una polarización catódica, el estado de potencial constante E<sub>corr</sub> es - 0.15 V, es decir, que la reacción no es lo suficientemente rápida para acomodar a todos los electrones disponibles, mientras que en el zona pasiva presenta una tendencia a la pasivación, sin embargo se lleva a cabo la polarización anódica.

Es importante señalar que los experimentos realizados en las muestras unidas a 900 °C por tiempos de 25, 30, 45 y 60 min., así como la muestra unida a 950 °C a 45 min., siguieron el mismo comportamiento, la diferencia radicó en los potenciales constantes Ecorr que fueron de -0.17, -0.19, -0.13, -0.13 y -0.14 V, respectivamente. Mientras que en la muestra unida a 1000 °C por 45 min., el Ecorr registrado fue de -0.3 V, es decir, que la reacción no es lo suficientemente rápida para acomodar a todos los electrones disponibles, mientras que en la zona pasiva presenta una polarización anódica, esta muestra es la que presenta un mayor valor anódico y por lo tanto será mayor su tendencia a la corrosión, esto es debido al tratamiento térmico que sufrió de 1 000 °C y además al tiempo del tratamiento el cual fue de 60 minutos lo cual disminuyo sus propiedades de resistencia a la corrosión.

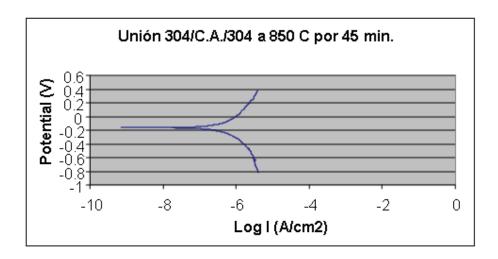


Figura 4.14 Curva de polarización realizado a la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 850 °C por 45 min., en agua destilada.

Tabla 4.3 Potenciales de corrosión de las uniones de AISI 304/cinta amorfa/ AISI 304 a diferentes tiempos de unión y temperaturas en agua destilada.

Ensayos a temperatura ambiente en agua destilada				
Uniones a diferentes tiempos y temperaturas	Tiempo en min.	Ecorr		
AISI 304/C.A/AISI 304 a 850 °C por 45 min.	50 min.	- 0.15 V		
AISI 304/C.A/AISI 304 a 900 °C por 25 min.	50 min.	- 0.17 V		
AISI 304/C.A/AISI 304 a 900 °C por 30 min.	50 min.	- 0.19 V		
AISI 304/C.A/AISI 304 a 900 °C por 45 min.	50 min.	-0.13 V		
AISI 304/C.A/AISI 304 a 900 °C por 60 min.	50 min.	-0.13 V		
AISI 304/C.A/AISI 304 a 950 °C por 45 min.	50 min.	-0.14 V		
AISI 304/C.A/AISI 304 a 1000 °C por 45 min.	50 min.	-0.3 V		

En la tabla 4.3 podemos observar los valores de los potenciales de corrosión, encontramos que el potencial de corrosión de la unión de a 1000 °C por 45 min., es más negativo -0.3 V , a 900 °C por 30 min., -0.19 V, a 900 °C por 25 min., -0.17 V esto quiere decir que son uniones más anódicas y por lo tanto tienen mayor tendencia a la corrosión en agua destilada, mientras tanto las uniones a 800 °C por 45 min., -0.15 V, 950 °C por 45 min., -0.14 V, son menos negativas por lo tanto son más catódicas y será mayor su resistencia a la corrosión en agua destilada, las uniones que son más catódicas y por lo tanto tienen menor tendencia a la corrosión son las uniones: a 900 °C por 45 min., -0.13 V, y a 900 °C por 60 min., -0.13 V. Tenemos que a mayores temperaturas la cinta amorfa se cristaliza en mayor proporción ya que se acerca a su temperatura de fusión de igual forma disminuyen sus propiedades de resistencia a la corrosión, mientras tanto el AISI también disminuye su resistencia a la corrosión a elevadas temperaturas y ha tiempos más largos de tratamiento térmico, ya que hay precipitación de carburos de cromo en la interfase lo que aumenta su velocidad de corrosión. Esta resistencia a la corrosión arriba de Ep, a pesar de la alta fuerza motriz que conduce la corrosión , se define como pasividad.

# 4.14 Experimentos potenciodinámicos realizados a la uniones de AISI 304/C.A./AISI 304 a diferentes tiempos y temperaturas en agua destilada con 3.5% en peso de NaCl

En los experimentos realizados se utilizaron las siguientes condiciones: potencial inicial utilizado en el experimento fue de - 0.600 mV con circuito abierto, así mismo el potencial final del experimento fue de + 0.600 mV con circuito abierto, la velocidad de escaneo (*scan rate*) utilizada fue de 0.3320 mV/s, el PH del agua destilada fue de 7.8, se utilizo un electrodo de trabajo el cual fue la muestra de la unión de AISI 304/c.a./AISI 304 a 850 °C por 45 min., se utilizo un electrodo de referencia el cual fue de calomel SCE 0.2415 V, se utilizo un contra electrodo el cual fue un cilindro de grafito.

En la figura 4.15 se observa el experimento potenciodinámico realizado a la unión del AISI 304/c.a./AISI 304 con efecto de temperatura en agua destilada al 3.5% en peso de NaCl, se muestran las curvas catódica y anódica que representan el comportamiento electroquímico del ensayo realizado en el cual se observa una activación en la curva catódica en la cual hay transferencia de masa, liberación de electrones mientras que en la zona anódica se observa una inestabilidad, no se observa tendencia a formar una película pasiva en la curva anódica, sin embargo, se observa una zona de pasivación, pero posteriormente continua el proceso de oxidación. El acero inoxidable sufrió corrosión por picaduras, sin embargo en el electrolito se comporto como cátodo y la cinta metálica amorfa como el ánodo, la cual se oxido esto basándonos en los valores de la serie galvanica. En la figura 4.16 a) se observa la microestructura de la interfase de la unión, b) se observa la microestructura de la cinta metálica amorfa, de la unión AISI 304/C.A./AISI 304 a 850 °C por 45 min.

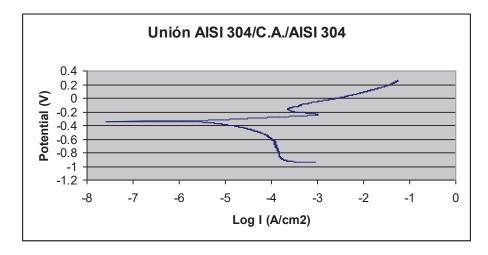
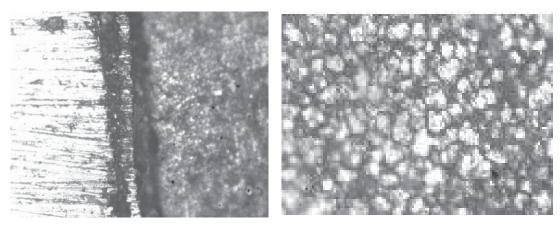


Figura 4.15 Curva de polarización de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 850 °C por 45 min., en agua destilada con 3.5% en peso de NaCl



- a) Interfase de la unión a 10X
- b) Interfase se observa la cinta a 50X

Figura 4.16 a) Microestructura de la interfase de la unión b) Microestructura de la cinta metálica amorfa realizadas a la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 850 °C por 45 min.

En la figura 4.17 se observa el experimento potenciodinámico realizado a la unión del AISI 304/c.a./AISI 304 con efecto de temperatura, se utilizo un electrodo de trabajo el cual fue la interfase de la unión de AISI 304/c.a. a 900 °C por 25 min., se utilizo un electrodo de referencia el cual fue de calomel SCE 0.2415 V, se utilizo un contra electrodo el cual fue un cilindro de grafito, se muestran las curvas catódica y anódica que representan el comportamiento electroquímico del ensayo realizado en el cual se observa una activación controlada en la curva catódica en la cual hay transferencia de masa, liberación de electrones mientras que en la zona anódica se observa el avance de la oxidación por picadura así como por ataque intergranular, lo cual se observa en la curva anódica, no se observa tendencia a formar una película pasiva y continua el proceso de oxidación.

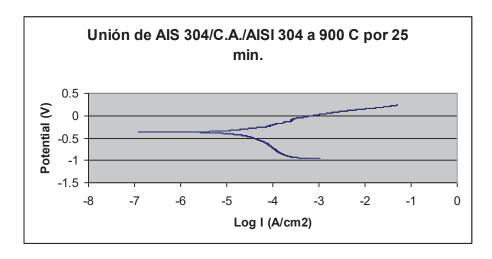


Figura 4.17 Curva de polarización de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por 25 min., en agua destilada con 3.5% en peso de NaCl

En solución al 3.5% en peso el acero inoxidable sufrió corrosión por picaduras, así como por ataque intergranular debido a la precipitación de carburos de cromo en los límites de grano, sin embargo el acero inoxidable en el electrolito se comporto como cátodo y la cinta metálica amorfa como el ánodo.

En la figura 4.18 a) se observa la microestructura de la interfase de la unión, b) se observa la microestructura de la interfase en la cual podemos observar al acero inoxidable así como a la cinta metálica amorfa, de la unión AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por 25 min.

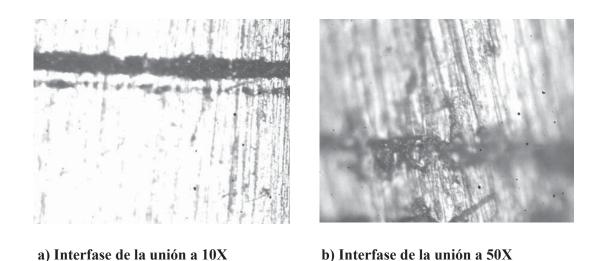


Figura 4.18 a) Microestructura de la interfase de la unión, b) Microestructura realizada a la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por 25 min.

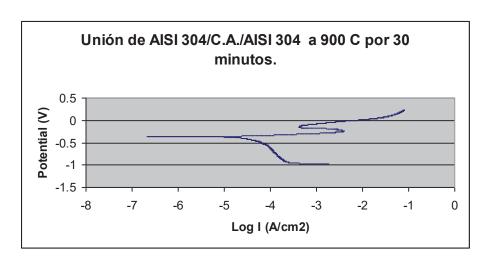
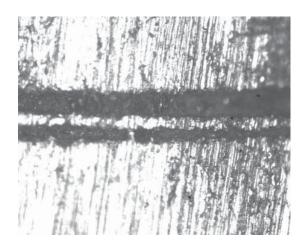
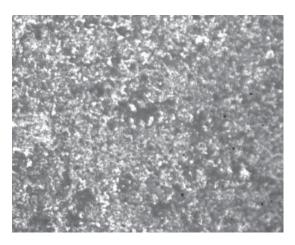


Figura 4.19 Curva de polarización de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por 30 min., en agua destilada con 3.5% en peso de NaCl

En la figura 4.19 se observa el experimento potenciodinámico realizado a la unión del AISI 304/c.a./AISI 304 con efecto de temperatura en agua destilada al 3.5% en peso de NaCl, se utilizo un electrodo de trabajo el cual fue la interfase de la unión de AISI 304/c.a. a 900 °C por 30 min., se utilizo un electrodo de referencia el cual fue de calomel SCE 0.2415 V, se utilizo un contra electrodo el cual fue un cilindro de grafito, se muestran las curvas catódica y anódica que representan el comportamiento electroquímico del ensayo realizado en el cual se observa una activación en la curva catódica en la cual hay transferencia de masa, liberación de electrones mientras que en la zona anódica se observa una inestabilidad, no se observa tendencia a formar una película pasiva en la curva anódica, sin embargo se observa una zona de pasivación, posteriormente se observa un fenómeno o curva de transpasividad la cual es originada por una película pasivante formada por elementos que se oxidan a una velocidad mayor y se obtienen productos solubles, se nota también un aumento de la corriente acompañado por disolución del metal, este fenómeno es debido a la presencia de elementos tales como el cromo, manganeso así como de las aleaciones que forman parte.

En solución al 3.5% en peso el acero inoxidable AISI 304 sufrió corrosión por picaduras así como por ataque intergranular debido a la precipitación de carburos de cromo en los límites de grano, sin embargo el acero inoxidable en el electrolito se comporto como cátodo y la cinta metálica amorfa como el ánodo la cual debido al tratamiento térmico que sufrió provoco que se cristalizara disminuyeran sus propiedades de resistencia a la corrosión y por lo tanto también se oxido en el electrolito. En la figura 4.20 a) se observa la microestructura de la interfase de la unión, b) se observa la microestructura del acero inoxidable de la unión AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por 30 min.





a) Interfase de la unión a 10X

b) AISI 304 a 5X

Figura 4.20 a) Microestructura de la interfase de la unión, b) Microestructura realizada a la zona del AISI 304 de la unión a 900 °C por 30 min.

En la figura 4.21 se observa el experimento potenciodinámico realizado a la unión del AISI 304/c.a./AISI 304 con efecto de temperatura en agua destilada al 3.5% en peso de NaCl, se utilizo un electrodo de trabajo el cual fue la interfase de la unión de AISI 304/c.a. a 900 °C por 45 min., se utilizo un electrodo de referencia el cual fue de calomel SCE 0.2415 V, se utilizo un contraelectrodo el cual fue un cilindro de grafito, se muestran las curvas catódica y anódica que representan el comportamiento electroquímico del ensayo realizado en el cual se observa una activación en la curva catódica en la cual hay transferencia de masa, liberación de electrones mientras que en la zona anódica se observa una inestabilidad, no se observa tendencia a formar una película pasiva en la curva anódica, sin embargo se observa una zona de pasivación, posteriormente se observa un fenómeno o curva de transpasividad la cual es originada por una película pasivante formada por elementos que se oxidan a una velocidad mayor y se obtienen productos solubles, se nota también un aumento de la corriente acompañado por disolución del metal, este fenómeno es debido a la presencia de elementos tales como el cromo, manganeso así como de las aleaciones que forman parte. En solución al 3.5% en peso el acero inoxidable sufrió corrosión por picaduras así como por ataque intergranular debido a la precipitación de carburos de cromo en los límites de grano, sin embargo el acero inoxidable en el electrolito se comporto como cátodo y la cinta metálica amorfa como el ánodo la cual debido al tratamiento térmico que sufrió provoco que se cristalizara disminuyeran sus propiedades de resistencia a la corrosión y por lo tanto también se oxido en el electrolito.

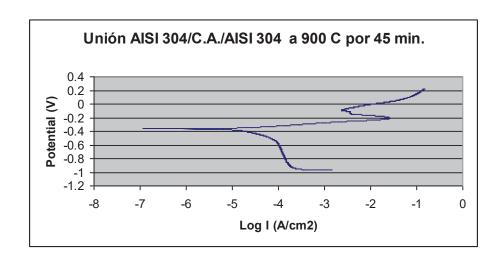


Figura 4.21 Curva de polarización de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por 45 min., en agua destilada con 3.5% en peso de NaCl

En la figura 4.22 a) se observa la microestructura de la interfase de la unión, b) se observa la microestructura del acero inoxidable de la unión AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por 45 min.

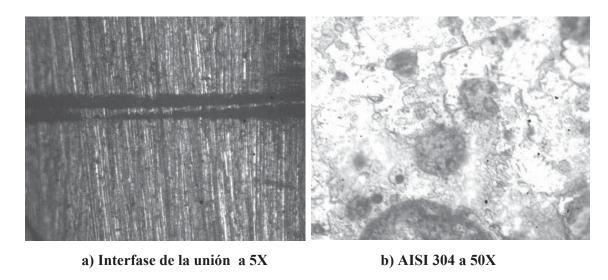


Figura 4.22 a) Microestructura de la interfase de la unión, b) Microestructura realizada en la zona del AISI de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por 45 min.

En la figura 4.23 se observa el experimento potenciodinámico realizado a la unión del AISI 304/c.a./AISI 304, se utilizo un electrodo de trabajo el cual fue la muestra de la unión de AISI 304/c.a./AISI 304 a 1 000 °C por 45 min., se utilizo un electrodo de referencia el cual fue de calomel SCE 0.2415 V, se utilizo un contra electrodo el cual fue un cilindro de grafito, se muestran las curvas catódica y anódica que representan el comportamiento electroquímico del ensayo realizado en el cual se observa una activación en la curva catódica en la cual hay transferencia de masa, liberación de electrones mientras que en la zona anódica se observa una inestabilidad, no se observa tendencia a formar una película pasiva en la curva anódica, sin embargo, se observa una zona de pasivación, posteriormente se observa que continua el proceso de oxidación, sin embargo, tenemos que el óxido de cromo es un buen conductor de electrones por lo cual alcanza el potencial de desprendimiento de oxígeno, se nota también un aumento de la corriente de corrosión acompañado por disolución del metal. El acero inoxidable sufrió corrosión por picaduras así como por ataque intergranular debido a la precipitación de carburos de cromo en los límites de grano, sin embargo, el acero inoxidable en el electrolito se comportó como cátodo y la cinta metálica amorfa como el ánodo la cual debido al tratamiento térmico que sufrió provoco su cristalización y la disminución de su resistencia a la corrosión y por lo tanto, también se oxido en el electrolito. La corrosión intergranular ocurre cuando la corrosión es localizada en los límites de grano, varios átomos de soluto pueden segregar en los límites de grano y acelerar localizadamente la corrosión [50]. En la figura 4.24 a) se observa la microestructura de la interfase de la unión, b) se observa la microestructura de la cinta metálica amorfa, c) se observa el limite de la interfase y observamos el lado de la cinta metálica amorfa, de la unión AISI 304/C.A./AISI 304 a 1000 °C por 45 min.

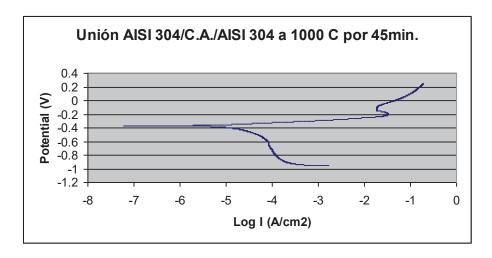
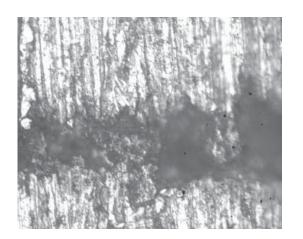
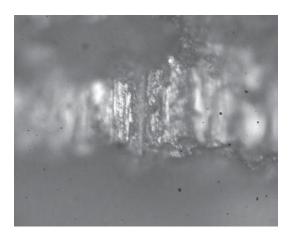
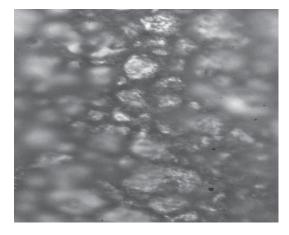


Figura 4.23 Experimento potenciodinámico realizado a la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 1000 °C por 45 min.





a) Interfase de la unión, se observa al AISI a 50X b) Interfase se observa la cinta metálica a 50X



c) Limite de la interfase del AISI y de la cinta metálica amorfa a 50X

Figura 4.24 a) Interfase de la unión, b) Interfase se observa la cinta metálica, c) Límite de la interfase del AISI y de la cinta metálica amorfa, se observa a la cinta amorfa de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 1000 °C por 45 min.

Los cambios metalúrgicos que llevan a la corrosión intergranular no son siempre observables en la microestructura, por lo tanto los ensayos de corrosión pueden algunas veces ser indicadores sensitivos de los cambios metalúrgicos [50].

Tabla 4.4 Potenciales de corrosión de las uniones de AISI 304/cinta amorfa/ AISI 304 a diferentes tiempos de unión y temperaturas en agua destilada al 3.5% en peso de NaCl.

Ensayos a temperatura ambiente en agua destilada al 3.5% de NaCl			
Uniones a diferentes tiempos y temperaturas	Tiempo en min.	Ecorr	
AISI 304/C.A/AISI 304 a 800 °C por 45 min.	50	-0.35 V	
AISI 304/C,A/AISI 304 a 900 °C por 25 min.	50	-0.36 V	
AISI 304/C.A/AISI 304 a 900 °C por 30 min.	50	-0.35 V	
AISI 304/C.A/AISI 304 a 900 °C por 45 min.	50	-0.36 V	
AISI 304/C.A/AISI 304 a 1000 °C por 45 min.	50	-0.39 V	

En la tabla 4.4 podemos observar los valores de los potenciales de corrosión, encontramos que el potencial de corrosión de la unión a 1000 °C por 45 min., continua siendo el más negativo -0.39 V , se observa una activación en la curva catódica en la cual hay transferencia de masa, liberación de electrones mientras que en la zona anódica se observa una inestabilidad, no se observa tendencia a formar una película pasiva en la curva anódica, posteriormente se observa que continua el proceso de oxidación, a 900 °C por 45 min. -0.36 V, observamos en el experimento potenciodinámico una activación en la curva catódica en la cual hay transferencia de masa, liberación de electrones mientras que en la zona anódica se observa una inestabilidad, no se observa tendencia a formar una película pasiva en la curva anódica, sin embargo, se observa una zona de pasivación, posteriormente se observa un fenómeno o curva de transpasividad la cual es originada por una película pasivante formada por elementos que se oxidan a una velocidad, mayor y se obtienen productos solubles, se nota también un aumento de la corriente acompañado por disolución del metal, a 900 °C por 25 min., -0.36 V, observamos en el experimento potenciodinámico una activación controlada en la curva catódica en la cual hay transferencia de masa, liberación de electrones mientras que en la zona anódica se observa el avance de la oxidación por picadura así como por ataque intergranular lo cual se observa en la curva anódica, no se observa tendencia a formar una película pasiva y continua el proceso de oxidación, por lo tanto las uniones mencionadas son uniones más anódicas y por lo tanto tienen mayor tendencia a la corrosión en agua destilada al 3.5% en peso de NaCl.

Mientras tanto las uniones a 800 °C por 45 min., -0.35 V, observamos que en la curva catódica hay transferencia de masa, liberación de electrones mientras que en la zona anódica se observa una inestabilidad, no se observa tendencia a formar una película pasiva, sin embargo, se observa una zona de pasivación, pero posteriormente continua el proceso de oxidación, a 900 °C por 30 min., -0.35 V, observamos una activación en la curva catódica en la cual hay transferencia de masa, liberación de electrones mientras que en la zona anódica se observa una inestabilidad, no se observa tendencia a formar una película pasiva en la curva anódica, sin embargo, se observa una zona de pasivación, posteriormente se observa un fenómeno o curva de transpasividad la cual es originada por una película pasivante formada por elementos que se oxidan a una velocidad mayor y se obtienen productos solubles, se nota también un aumento de la corriente acompañado por disolución del metal, este fenómeno es debido a la presencia de elementos tales como el cromo, manganeso así como de las aleaciones que forman parte, las uniones anteriores son un poco menos negativas, por lo tanto, son más catódicas y será menor su tendencia a la corrosión en agua destilada al 3.5% en peso de NaCl, las uniones que son más catódicas y por lo tanto tienen menor tendencia a la corrosión son las uniones: a 800 °C por 45 min., -0.35 V, y a 900 °C por 30 min., -0.35 V.

Se considera que el agua destilada al 3.5% en peso de NaCl es un medio agresivo que favorece el fenómeno de la corrosión. Por lo tanto, tenemos que a mayores temperaturas la cinta amorfa se cristaliza en mayor proporción y disminuyen sus propiedades de resistencia a la corrosión, mientras tanto el acero inoxidable también disminuye su resistencia a la corrosión a elevadas temperaturas ya que hay precipitación de carburos de cromo en la interfase lo que aumenta su velocidad de corrosión.

Tabla 4.5 Diferencia de los potenciales de corrosión de las uniones de AISI 304/cinta amorfa/AISI 304 a diferentes tiempos de unión y temperaturas en agua destilada y en agua destilada al 3.5% en peso de NaCl.

Uniones a diferentes tiempos y temperaturas	Ensayos a temperatura ambiente en agua destilada		Ensayos a temperatura ambiente en agua destilada al 3.5% de NaCl		Aumento de Ecorr de experimentos en agua destilada y agua destilada al 3.5% de NaCl	
	Tiempo en min.	Ecorr	Tiempo en min.	Ecorr	Tiempo en min.	Aumento Ecorr
AISI 304/C.A/AISI 304 a 800 °C por 45 min.	50 min.	-0.15	50 min.	-0.35	50 min.	-0.20
AISI 304/C.A/AISI 304 a 900 °C por	50 min.	-0.17	50 min.	-0.36	50 min.	-0.19
25 min.						
AISI 304/C.A/AISI 304 a 900 °C por	50 min.	-0.19	50 min.	-0.35	50 min.	-0.16
30 min.						
AISI 304/C.A/AISI 304 a 900 °C por	50 min.	-0.13	50 min.	-0.36	50 min.	-0.23
45 min.						
AISI 304/C.A/AISI 304 a 1000 °C	50 min.	-0.3	50 min.	-0.39	50 min.	-0.09
por 45 min.						

Podemos observar en la tabla 4.5 que hay una diferencia de los valores de Ecorr al realizar los experimentos primero en agua destilada y posteriormente en agua destilada al 3.5% en peso de NaCl, por lo tanto, tenemos que a la unión a 800 °C por 45 min., aumento -0.20 V, a la unión de 900 °C por 25 min., aumento -0.19 V, a la unión de 900 °C por 30 min., aumento -0.16 V, a la unión de 900 °C por 45 min., aumento -0.23 V y por ultimo a la unión de 1000 °C por 45 min., fue la que menos aumento tuvo -0.09 V, estos aumentos de Ecorr son debido a que el agua destilada al 3.5% en peso con NaCl es un medio que favorece el fenómeno de la corrosión y debido al contenido de Na y Cl aumenta la velocidad de corrosión mientras que los valores de Ecorr en agua destilada son menores ya que no es un medio agresivo que favorezca el fenómeno de la corrosión. Por lo tanto, la corrosión intergranular ocurre este tipo de corrosión es localizada en los límites de grano, lleva al desalojamiento de granos individuales en la superficie afectada.

#### 4.15 Ensayos de sensitización

Condiciones de los experimentos: Para los experimentos de sensitización realizados en agua destilada se utilizo el método de polarización en reversa donde obtenemos el valor de los mA/cm², generados durante la polarizacion electroquímica, el potencial inicial utilizado en el experimento fue de - 0.600 mV., con circuito abierto, así mismo el potencial final del experimento fue de + 0.600 mV., con circuito abierto, la velocidad de escaneo (*scan rate*) utilizada fue de 0.1660 mV/s, el PH del agua destilada fue de 7.8, se utilizo un electrodo de trabajo el cual fue interfase de la unión de AISI 304/c.a. a 850 °C por 45 min., se utilizo un contra electrodo el cual fue un cilindro de grafito.

En la figura 4.25 podemos observar el fenómeno de sensitización que sufrió la unión de AISI 304/c.a./AISI 304 a 900 °C por 25 minutos, ya que el acero inoxidable sufrió una precipitación de los carburos de cromo, en los limites de grano, a la temperatura de 900 °C y por lo tanto susceptibles a una corrosión intergranular.

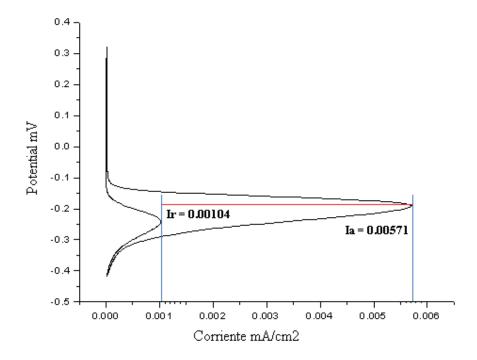


Figura 4.25 Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por 25 minutos en agua destilada.

Por lo tanto la susceptibilidad a corrosión intergranular es detectada, el valor de los mA/cm², generados durante la polarizacion electroquímica de la unión de una zona pasiva a una zona con el potencial de corrosión activo es 0.00467 mA/cm² generados, se considera que la susceptibilidad a la corrosión es pequeña ya que aunque sufrió un tratamiento térmico a 900 °C el tiempo no fue suficiente para que se sensitizara la unión, el valor obtenido es utilizado para detectar la susceptibilidad a un ataque intergranular asociado con la precipitación de carburos de cromo y nitruros de cromo en los limites de grano. Por ejemplo, 30 minutos a 650 °C (1200 °F) es suficiente para sensitizar a un acero inoxidable AISI 316 [50].

En la figura 4.26 podemos observar el fenómeno de sensitización que sufrió la unión de AISI 304/c.a./AISI 304 a 900 °C por 30 minutos, ya que el acero inoxidable sufrió una precipitación de los carburos de cromo, en los limites de grano, a la temperatura de 900 °C y esto provoco que los limites de grano fueran reducidos de cromo y por lo tanto susceptibles a una corrosión intergranular, por lo tanto la susceptibilidad a corrosión intergranular es detectada el valor de los mA/cm², generados durante la polarizacion electroquímica de la unión de una zona pasiva a una zona con el potencial de corrosión activo es 0.021003 mA/cm² generados, se considera que la susceptibilidad a la corrosión es elevada ya que sufrió un tratamiento térmico a 900 °C y el tiempo fue suficiente para que se sensitizara la unión, el valor obtenido es utilizado para detectar la susceptibilidad a un ataque intergranular asociado con la precipitación de carburos de cromo y nitruros de cromo en los limites de grano.

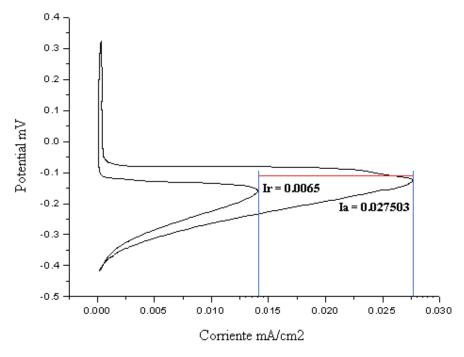


Figura 4.26 Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por 30 minutos en agua destilada

En la figura 4.27 podemos observar el fenómeno de sensitización que sufrió la unión de AISI 304/c.a./AISI 304 a 900 °C por 45 minutos, ya que el acero inoxidable sufrió una precipitación de los carburos de cromo, en los limites de grano, a la temperatura de 900 °C y esto provoco que los limites de grano fueran reducidos de cromo y por lo tanto susceptibles a una corrosión intergranular, por lo tanto la susceptibilidad a corrosión intergranular es detectada el valor de los mA/cm², generados durante la polarizacion electroquímica de la unión de una zona pasiva a una zona con el potencial de corrosión activo, el valor obtenido es 0.013503 mA/cm² generados, el tiempo no fue suficiente para que se sensitizara la unión, el valor obtenido es utilizado para detectar la susceptibilidad a un ataque intergranular asociado con la precipitación de carburos de cromo y nitruros de cromo en los limites de grano.

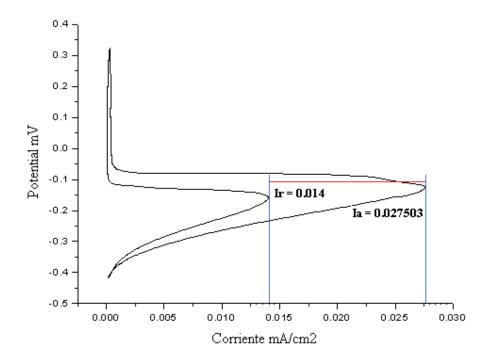


Figura 4.27 Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por 45 minutos en agua destilada

En la figura 4.28 podemos observar el fenómeno de sensitización que sufrió la unión de AISI 304/c.a./AISI 304 a 900 °C por 60 minutos, ya que el acero inoxidable sufrió una precipitación de los carburos de cromo, en los limites de grano, a la temperatura de 900 °C y esto provoco que los limites de grano fueran reducidos de cromo y por lo tanto susceptibles a una corrosión intergranular, por lo tanto la susceptibilidad a corrosión intergranular es detectada el valor de los mA/cm², generados durante la polarizacion electroquímica de la unión de una zona pasiva a una zona con el potencial de corrosión activo es 0.022493 mA/cm² generados, se considera que la susceptibilidad a la corrosión es elevada ya que sufrió un tratamiento térmico a 900 °C y el tiempo fue suficiente para que se

sensitizara la unión, el valor obtenido es utilizado para detectar la susceptibilidad a un ataque intergranular asociado con la precipitación de carburos de cromo y nitruros de cromo en los limites de grano.

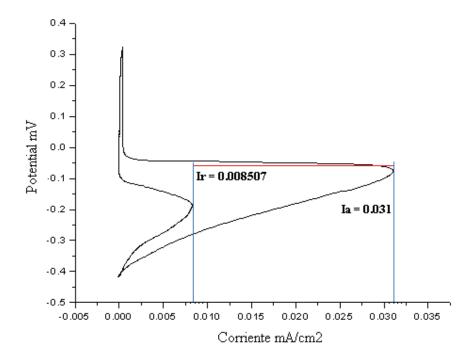


Figura 4.28 Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A./AISI 304 a 900 °C por 60 minutos en agua destilada

En la figura 4.29 podemos observar el fenómeno de sensitización que sufrió la unión de AISI 304/c.a./AISI 304 a 950 °C por 45 minutos, ya que el acero inoxidable sufrió una precipitación de los carburos de cromo, en los limites de grano, a la temperatura de 950 °C y esto provoco que los limites de grano fueran reducidos de cromo y por lo tanto susceptibles a una corrosión intergranular, por lo tanto la susceptibilidad a corrosión intergranular es detectada el valor de los mA/cm², generados durante la polarizacion electroquímica de la unión de una zona pasiva a una zona con el potencial de corrosión activo es 0.01403 mA/cm² generados, se considera que la susceptibilidad a la corrosión es moderada ya que sufrió un tratamiento térmico a 950 °C y el tiempo no fue suficiente para que se sensitizara la unión, el valor obtenido es utilizado para detectar la susceptibilidad a un ataque intergranular asociado con la precipitación de carburos de cromo y nitruros de cromo en los limites de grano.

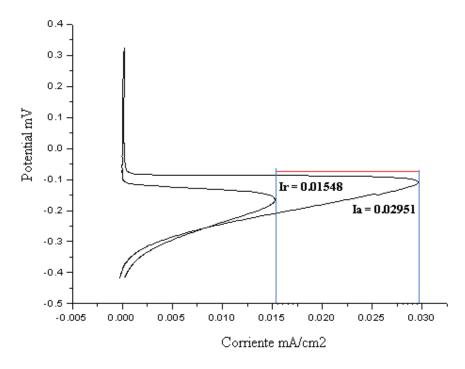


Figura 4.29 Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A/AISI 304 a 950 °C por 45 minutos en agua destilada.

En la figura 4.30 podemos observar el fenómeno de sensitización que sufrió la unión de AISI 304/c.a./AISI 304 a 1000 °C por 45 minutos, ya que el acero inoxidable sufrió una precipitación de los carburos de cromo, en los limites de grano, a la temperatura de 1000 °C y esto provoco que los limites de grano fueran reducidos de cromo y por lo tanto susceptibles a una corrosión intergranular, por lo tanto la susceptibilidad a corrosión intergranular es detectada el valor de los mA/cm², generados durante la polarizacion electroquímica de la unión de una zona pasiva a una zona con el potencial de corrosión activo es 0.02261 mA/cm² generados, se considera que la susceptibilidad a la corrosión es elevada ya que sufrió un tratamiento térmico a 1000 °C y el tiempo fue suficiente para que se sensitizara la unión, el valor obtenido es utilizado para detectar la susceptibilidad a un ataque intergranular asociado con la precipitación de carburos de cromo y nitruros de cromo en los limites de grano.

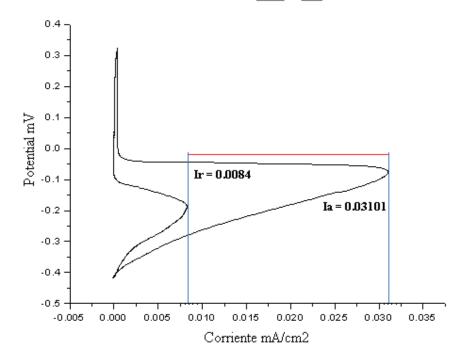


Figura 4.30 Experimento de sensitización de la unión de AISI 304/C.A/AISI 304 a 1000 °C por 45 minutos en agua destilada.

Tabla 4.6 Ensayos de sensitización a temperatura ambiente en agua destilada

Ensayos de sensitización a temperatura ambiente en agua destilada					
Uniones a diferentes tiempos y temperaturas	Tiempo en min.	Ir	Ia	Cantidad de mA/cm <sup>2</sup>	Ir/Ia (mA/cm²)
AISI 304/C.A/AISI 304 a 900 °C por 25 min.	30	0.00104	0.00571	0.00467	0.1821
AISI 304/C.A/AISI 304 a 900 °C por 30 min.	30	0.0065	0.027503	0.021003	0.2363
AISI 304/C.A/AISI 304 a 900 °C por 45 min.	30	0.014	0.027503	0.013503	0.5090
AISI 304/C.A/AISI 304 a 900 °C por 60 min.	30	0.008507	0.031	0.022493	0.2744
AISI 304/C.A/AISI 304 a 950 °C por 45 min.	30	0.01548	0.02951	0.01403	0.5245
AISI 304/C.A/AISI 304 a 1000 °C por 45 min.	30	0.0084	0.03101	0.02261	0.2708

En la tabla 4.6 observamos que el fenómeno de sensitización que sufrió la unión a 900 °C por 30 minutos, fue debido a que el acero inoxidable sufrió una precipitación de los carburos de cromo, en los limites de grano, y esto provoco que los limites de grano fueran reducidos de cromo y por lo tanto susceptibles a una corrosión intergranular, por lo tanto, la susceptibilidad a corrosión intergranular es detectada, obtenemos el valor de los mA/cm², generados durante la polarizacion electroquímica de la unión de una zona pasiva a una zona con el potencial de corrosión activo, el valor obtenido es 0.00467 mA/cm² generados, se considera que la susceptibilidad a la corrosión es pequeña ya que aunque sufrió un tratamiento térmico a 900 °C el tiempo no fue suficiente para que se sensitizara la unión, el fenómeno de sensitización que sufrió la unión a 900 °C por 30 minutos, fue debido a que el acero inoxidable sufrió una precipitación de los carburos de cromo, en los limites de grano, a la temperatura de 900 °C y esto provoco que los limites de grano fueran reducidos de cromo y por lo tanto susceptibles a una corrosión intergranular, por lo tanto, la susceptibilidad a corrosión intergranular es detectada.

Obtenemos el valor de los mA/cm<sup>2</sup>, generados durante la polarizacion electroquímica de la unión de una zona pasiva a una zona con el potencial de corrosión activo, el valor obtenido es 0.021003 mA/cm<sup>2</sup> generados, se considera que la susceptibilidad a la corrosión es elevada ya que sufrió un tratamiento térmico a 900 °C y el tiempo fue suficiente para que se sensitizara la unión, el fenómeno de sensitización que sufrió la unión a 900 °C por 45 minutos, fue debida a que el acero inoxidable sufrió una precipitación de los carburos de cromo, en los limites de grano, a la temperatura de 900 °C y esto provoco que los limites de grano fueran reducidos de cromo y por lo tanto susceptibles a una corrosión intergranular, por lo tanto, la susceptibilidad a corrosión intergranular es detectada, obtenemos el valor de los mA/cm<sup>2</sup>, generados durante la polarizacion electroquímica de la unión de una zona pasiva a una zona con el potencial de corrosión activo, el valor obtenido es 0.013503 mA/cm<sup>2</sup> generados, se considera que la susceptibilidad a la corrosión es moderada ya que sufrió un tratamiento térmico a 900 °C y el tiempo no fue suficiente para que se sensitizara la unión, el fenómeno de sensitización que sufrió la unión a 900 °C por 60 minutos, fue debida a que el acero inoxidable sufrió una precipitación de los carburos de cromo, en los limites de grano, a la temperatura de 900 °C y esto provoco que los limites de grano fueran reducidos de cromo y por lo tanto susceptibles a una corrosión intergranular, por lo tanto la susceptibilidad a corrosión intergranular es detectada, obtenemos el valor de los mA/cm<sup>2</sup>, generados durante la polarizacion electroquímica de la unión de una zona pasiva a una zona con el potencial de corrosión activo, el valor obtenido es 0.022493 mA/cm<sup>2</sup> generados, se considera que la susceptibilidad a la corrosión es elevada ya que sufrió un tratamiento térmico a 900 °C y el tiempo fue suficiente para que se sensitizara la unión, los valores obtenidos son utilizados para detectar la susceptibilidad a un ataque intergranular asociado con la precipitación de carburos de cromo y nitruros de cromo en los limites de grano, es importante hacer notar que los factores tiempo y temperatura son fundamentales para que la unión se haya sensitizado.

#### 4.16 Evaluación mecánica de resistencia al corte

Para asegurar el desempeño de uniones metal – metal, es necesario elegir un medio capaz de predecir con un alto grado de certeza, si se acepta o no, el componente a operar bajo ciertas condiciones, dependiendo de la aplicación de la unión. Algunas propiedades son más importantes que otras, sin embargo, las propiedades mecánicas son de las más importantes que se deben de tener en cuenta en cualquier tipo de unión. Las muestras utilizadas para la evaluación mecánica de la unión AISI 304/cinta amorfa/AISI 304 fueron preparadas y unidas bajo el mismo proceso empleado para las muestras empleadas en la caracterización interfacial tienen 10 mm., de longitud y 7.9 mm., de espesor, para realizar estos ensayos de resistencia al corte se trabajo con una velocidad de 0.5 mm./min., de aplicación de carga.

En el presente trabajo se calculo la resistencia al corte para las uniones a 850 °C por 45 min., a 900 °C por 25, 30, 45 y 60 min., a 950 °C por 45 min., y a 1000 °C por 45 min., temperaturas y tiempos utilizadas en las uniones antes mencionas. Para realizar las evaluaciones mecánicas se utilizo una maquina instron. Podemos observar gráficamente en la figura 4.31 el efecto del tiempo de unión en la resistencia a la tensión al corte de las uniones realizadas. A si mismo tenemos los resultados de la evaluación mecánica los cuales se muestran en la tabla 4.7.

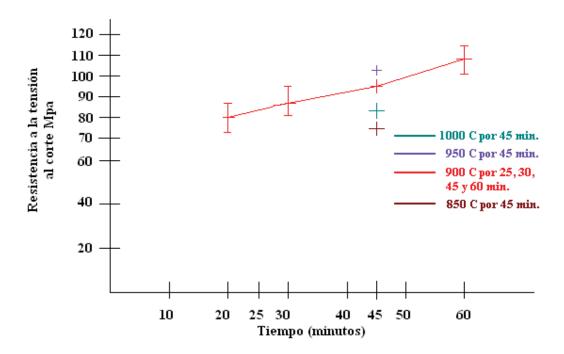


Figura 4.31 Efecto del tiempo de unión en la resistencia a la tensión al corte para las uniones a 850 °C por 45 min., a 900 °C por 25, 30, 45 y 60 min., a 950 °C por 45 min., y a 1000 °C por 45 min.

Tabla 4.7 Resultados de pruebas al corte a varios parámetros de temperatura y tiempo.

Temperatura °C	Tiempo (minutos)	Resistencia al corte en
		Mpa
850 °C	45	77
900 °	25	80
900 °	30	88
900 °	45	95
900 °	60	108
950 °	45	102
1000 °	45	83

A temperaturas menores y a tiempos cortos de unión obtenemos valores de resistencia al corte menores como lo fue en las uniones de 850 °C por 45 minutos en el cual se obtuvo una resistencia al corte promedio de 77 Mpa, así mismo a 900 °C por 25 minutos se obtuvo una resistencia al corte promedio de 80 Mpa en la cual observamos que se incremento el porcentaje debido al tiempo de unión, a 900 °C por 30 minutos se obtuvo una resistencia al corte promedio de 88 en la cual influyo el tiempo y la temperatura de unión y a 900 °C por 45 minutos se obtuvo una resistencia al corte de 95 Mpa, en la cual se incremento el porcentaje debido al tiempo de unión, posteriormente a 900 °C por 60

minutos nuevamente incremento el promedio a 108 Mpa debido al incremento de tiempo de unión, a 950 °C por 45 minutos incremento el porcentaje a 102, y por ultimo tenemos que a 1000 °C por 45 minutos empezó a disminuir su resistencia al corte obteniendo un valor de 83 Mpa., influyendo en esta la temperatura la cual se acerca más a la temperatura de cristalización de la cinta amorfa lo cual disminuye sus propiedades de resistencia al corte.

#### **CAPITULO 5**

#### **CONCLUSIONES**

Una vez realizado el proyecto de investigación sobre la unión de un acero inoxidable austenítico 304, mediante la difusión utilizando una intercapa de la aleación Ni, Cr y Fe, a cuatro temperaturas diferentes (850 °C, 900 °C, 950 °C y 1000 °C y tiempos de 25,30,45,60 y 90 minutos de permanencia, se puede concluir lo siguiente:

El mapeo de la unión a 900 °C por 30 minutos muestra como se llevo a cabo la difusión de los elementos principalmente de Ni, Cr y Fe en la interfase se puede observar que en la interfase se encuentra en equilibrio la difusión de los elementos. En el barrido de la interfase de la unión AISI 304 / c. amorfa unida a 900°C / 30 min., observamos como disminuye el contenido de Fe principalmente en la zona de la cinta amorfa y de forma contraria como incrementa el contenido de Cr y de Ni en la zona de la cinta amorfa conforme se acerca a la interfase.

Respecto a los resultados de corrosión se concluye que:

El potencial de corrosión de la cinta amorfa sin tratamiento térmico es más negativo -0.21 V esto quiere decir que es más anódica y por lo tanto tiene mayor tendencia a la corrosión en agua destilada, mientras tanto el potencial de corrosión del AISI 304 sin tratamiento térmico es menos negativo -0.075 V por lo tanto es más catódico y será menor su tendencia a la corrosión.

Se determino que el potencial de corrosión de la unión a 1000 °C, con tiempo de permanencia de 45 minutos., es de -0.3 V, a esta temperatura es más negativo que los otros experimentos, a 900 °C por 30 min., -0.19 V, a 900 °C por 25 min., -0.17 V esto quiere decir que son uniones más anódicas y por lo tanto tienen mayor tendencia a la corrosión en agua destilada, mientras tanto las uniones a 800 °C por 45 min., -0.15 V, 950 °C por 45 min., -0.14 V, son menos negativas por lo tanto son más catódicas y será mayor su resistencia a la corrosión en agua destilada.

Hay una diferencia de los valores de Ecorr al realizar los experimentos primero en agua destilada y posteriormente en agua destilada al 3.5% en peso de NaCl, tenemos que a la unión a 800 °C por 45 min., aumento -0.20 V, a la unión de 900 °C por 25 min., aumento -0.19 V, a la unión de 900 °C por 30 min., aumento -0.16 V, a la unión de 900 °C por 45 min., aumento -0.23 V y por ultimo a la unión de 1000 °C por 45 min., fue la que menos aumento tuvo -0.09 V.

Estos aumentos de Ecorr son debido a que el agua destilada al 3.5% en peso con NaCl es un medio que favorece el fenómeno de la corrosión y debido al contenido de Na y Cl aumenta la velocidad de corrosión. Por lo tanto ocurre la corrosión intergranular localizada en los límites de grano, lo cual lleva al desalojamiento de granos individuales en la superficie afectada.

Se considera que la susceptibilidad a la corrosión es elevada ya que sufrió un tratamiento térmico a 900 °C y el tiempo no fue suficiente para que se sensitizara la unión para 40 min., el tiempo fue suficiente para que se sensitizara la unión para 60 min.

Los valores obtenidos son utilizados para detectar la susceptibilidad a un ataque intergranular asociado con la precipitación de carburos de cromo y nitruros de cromo en los limites de grano. Se puede evitar la susceptibilidad a la corrosión intergranular en los aceros inoxidables controlando sus contenidos de carbón o adicionando elementos cuyos carburos sean más estables que los carburos de cromo.

A la temperatura de 950 °C por 45 minutos se obtuvieron valores muy aceptables de resistencia al corte de 102 Mpa., lo cual indica que la unión puede ser utilizada en aplicaciones en estos rangos de resistencia. A la temperatura de 900 °C por 60 minutos se obtuvieron valores de resistencia al corte de 108 Mpa., lo cual indica que la unión puede ser utilizada en aplicaciones en estos rangos de resistencia al corte, lo cual indica que al incrementar el tiempo de unión se obtuvo una unión más resistente.

A temperaturas menores y a tiempos cortos de unión obtenemos valores de resistencia al corte menores como lo fue en las uniones de 850 °C por 45 minutos en el cual se obtuvo una resistencia al corte promedio de 77 Mpa, así mismo a 900 °C por 25 minutos se obtuvo una resistencia al corte promedio de 80 Mpa, a 900 °C por 30 minutos se obtuvo una resistencia al corte promedio de 88 y a 900 °C por 45 minutos se obtuvo una resistencia al corte de 95 Mpa.

# REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- 1. Martínez R., Alfonso, A, 2000 (Noviembre), "La Soldadura de los Aceros Inoxidables y su Problemática Industrial", XII Congreso Nacional de Soldadura, curso pre evento. IIM UMSNH.
- 2. Lula, R.A. 1985 (May) "Stainless Steel, Revision fron an Introdution to Stainless Steels". American Society for Metals.
- 3. Colombier y Hochmann "Aceros inoxidables, aceros refractarios", Ediciones Urmo, 1998
- 4. Rabinkin, A., Wenski, E. and Ribaudo, A., "Brazing stainless steel using a New MBF-Series of Ni-Cr-B-Si amorphous brazing foils", Welding Research Supplement, 1998, pp. 66-75.
- 5. González-Sánchez, J., Verduzco, J. A., Lemus-Ruiz J., Téllez A., M. G. and Torres, R., "Corrosion resistance of stainless steel joints bonded with a Ni-based amorphous interlayer", Anticorrosion Methods and Materials, 54/2, 2007, pp. 68-73.
- 6. Monde A. Otooni, "Elements of Rapid Solidification Fundamentals and Applications", (Ed.), Springer Series in Materials Science 29.
- 7. B.H. Amstead, Ph. F. Ostwald, M.L. Begeman, Procesos de Manufactura Versión SI, 10<sup>a</sup> edición, Continental, S.A. de C.V., México, 1995.
- 8. "Practical Guideline for the fabrication of Duplex Stainless Steels", Revised Edition, Internacional Molybdenum Association, 2001.
- 9. Manuel R.P., "Fundamentos Tecnológicos y Metalúrgicos para la soldadura de los Aceros Inoxidables", Centro de investigación de Soldadura, Universidad Central de las Villas, Cuba Instituto de Investigaciones Metalúrgicas.
- 10. Adrián Inchaurza Zavala, "Aceros inoxidables y aceros resistentes al calor", Ed. Limusa, 2002
- 11. David V. Dunford and A. Wisbey, "Diffusion bonding of Advanced Aerospace Metallics", Mat. Res. Soc. Proc. 1993.
- 12. J. Lemus R., "Diffusion Bonding of silicon Nitride to Titanium", McGill University Ph, D, Tesis 2000.
- 13.- Masakatsu Maeda, R. Omoto, T. Shiba and M. Naka, "Solid-State diffusion Bonding of Silicon Nitride Using Titanium Foils", Institute Osaka, Japan, 2002.
- 14.- M. I. Osendi and P. Miranzo "Joining of Silicon Nitride by Interposing Metal Foils", Materials Science Forum, 2003.
- 15.- M.R. Locatelli, B. J. Dalgleish, K. Nakashima, A. P. Thomsia and A.M. Glieser, "New Approaches to Joining Ceramic for High-Temperature Applications", Ceramic International, 1997.

- 16.- Mel M. Schwart "Ceramic Joining", Chief of Metal Engineering Sikarsky Aircraft, United Technologies.ASM
- 17.- M.G. Nicholas, "Joining Process" Introduction to Brazing and Diffusion bonding, Kluwer Academic Publishers, 1998.
- 18.- A. M. Hadian "Joining of Silicon Nitride to Silicon nitride and Molibdenum", McGill University, Ph, 1993.
- 19.- R.A.L Drew and A.E Martinelli, "Microstructural and Mechanical Behavior of Diffusion- Bonded Si3N4-Mo Joints", McGill University, Canada, 1999.
- 20.- W. Tillman, E. Logscheider, K. Schlimbach, "Heat- Resist Active Brazing of Silicon Nitride", Mechanical Evaluation of Braze Joints, 1997.
- 21.- Denny A. Jones "Principles and Prevention of Corrosion", second edition, Departament of Chemical and Metallurgical Engineering University of Nevada, Reno., Prentice Hall., 1992,1996.
- 22.- Fontana, Mars., "Corrosion Engineering Board", Mc Graw Hill Book Company, EEUU, 1986, Tercera ed.
- 23.- Roberge, Pierre R. "Handbook of Corrosion Engineering", Mc Graw Hill, second ed.
- 24.- Javier Avila M., J,Genescá L., "Más alla de la Herrumbre", fondo de cultura económica, México, D.F. 1995
- 25.- J. Kruger, in Passivity and Its Breakdown on Iron and Iron Based Alloys, R.W. Staehle and H. Okada, Ed., National Association of Corrosion Engineers, 1976
- 26.- "Standard Practice for Conventions Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing," G 3, Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 1985
- 27- M. Prazak, Corrosion, Vol 19 (No. 3), 1963, p 75t
- 28.- P. Novak, R. Stefec, and F. Franz, Corrosion, Vol 31 (No. 10), 1975, p 344
- 29.- W.L. Clarke, V.M. Romero, and J.C. Danko, Paper (preprint 180), presented at Corrosion/77, National Association of Corrosion Engineers, 1977
- 30.- W.L. Clarke, R.L. Cowan, and W.L. Walker, in *Intergranular Corrosion of Stainless Alloys*, STP 656, R.F. Steigerwald, Ed., American Society for Testing and Materials, 1978, p 99
- 31.- M. Akashi, T. Kawamoto, and F. Umemura, Corros. Eng., Vol 29, 1980, p 163
- 32.- A.P. Majidi and M.A. Streicher, Corrosion, Vol 40 (No. 11), 1984, p 584
- 33.- T.A. DeBold, Which Corrosion Test for Stainless Steels, Mater. Eng., Vol 2 (No. 1), July 1980
- 34.- R.F. Steigerwald, *Metall. Trans.*, Vol 5, 1974, p 2265-2269

- 35.- M.A. Streicher, in *Intergranular Corrosion of Stainless Alloys* STP 656, R.F. Steigerwald, Ed., American.
- 36.- "Standard Practice for Conducting Cyclic Potentiodynamic Measurements for Localized Corrosion," G, 61, *Annual Book of ASTM Standards*, American Society for Testing and Materials
- 37.- B.E. Wilde, *Corrosion*, Vol 28, 1972, p 283
- 38.- B.C. Syrett, *Corrosion*, Vol 33, 1977, p 221
- 39.- N. Pessall and C. Liu, *Electrochim. Acta*, Vol 16, 1971, p 1987
- 40.- B.E. Wilde and E. Williams, J. Electrochem. Soc., Vol 118, 1971, p 1057
- 41.- "Standard Practice for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion," G61, Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials
- 42.- M. Hubbell, C. Price, and R. Heidersbach, Crevice and Pitting Corrosion Tests for Stainless Steels: A Comparison of Short-Term Tests With Longer Exposures, in *Laboratory Corrosion Tests and Standards*, STP 866, G.S. Haynes and R. Baboian, Ed., American Society for Testing and Materials, 1985, p 324-336.
- 43.- B.E. Wilde, Critical Appraisal of Some Popular Laboratory Tests for Predicting the Localized Corrosion Resistance of Stainless Alloys in Sea Water, *Corrosion*, Vol 28 (No. 8), Aug 1972, p 283.
- 44.- F.L. LaQue and H.H Uhlig, An Essay on Pitting, Crevice Corrosion and Related Potentials, *Mater. Perform.*, Vol 22 (No. 8), Aug 1983, p 34.
- 45.- "Standard Recommended Practice for Examination and Evaluation of Pitting Corrosion," G 46, *Annual Book of ASTM Standards*, American Society for Testing and Materials.
- 46.- F.A. Champion, Corrosion Testing Procedures, 2nd ed., John Wiley & Sons, 1985, p 197
- 47.- B.R. Pathak, Testing in Fresh Waters, *Handbook on Corrosion Testing and Evaluation*, W.H. Ailor, Ed., John Wiley & Sons, 1971, p 553
- 48.- P.M. Aziz and H.P. Godard, Influence of Specimen Area on the Pitting Probability of Aluminum, *J. Electrochem. Soc.*, Vol 102, Oct 1955, p 577
- 49.- G.N. Scott, Adjustment of Soil Corrosion Pit Depth Measurements for Size of Sample, in *Proceedings of the American Petroleum Institute*, Vol 14, Section IV, American Petroleum Institute, 1934, p 204.
- 50.- M. Romanoff, *Underground Corrosion*, National Bureau of Standards Circular 579, U.S. Government Printing Office, 1957, p 71.
- 51.- I.A. Denison, Soil Exposure Tests, in *The Corrosion Handbook*, H.H. Uhlig, Ed., John Wiley & Sons, 1948, p 1048

- 52.- "Standard Specification for Substitute Ocean Water," D 1141, *Annual Book of ASTM Standards*, American Society for Testing and Materials.
- 53.- "Standard Recommended Practice for Alternate Immersion Stress Corrosion Testing in 3.5% Sodium Chloride Solution," G 44, *Annual Book of ASTM Standards*, American Society for Testing and Materials.
- 54.- <a href="http://www.metglas.com">http://www.metglas.com</a>
- 55.- La paloma compañía de metales s.a. de c.v.
- 56.- ASM Metals HandBook Volume 13 Corrosion