



# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

---

---

FACULTAD DE QUIMICA

EFFECTO DEL HIDROGENO SOBRE LAS PROPIEDADES  
MECANICAS Y FRACTURA DEL ACERO AISI 1018

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

**INGENIERO QUIMICO METALURGICO**

**P R E S E N T A :**

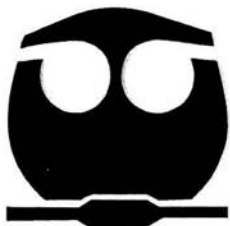
**OSCAR SANTANDER HERNANDEZ**



**EXAMENES PROFESIONALES  
FACULTAD DE QUIMICA**

MEXICO, D.F.

2004





Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

ESTA TESIS NO SALE  
DE LA BIBLIOTECA

UNIVERSIDAD DE CALDAS  
FACULTAD DE CIENCIAS

Autorizo a la Dirección General de Bibliotecas de la UNAM a difundir en formato electrónico e impreso el contenido de mi trabajo recepcional.

NOMBRE: Oscar Santander Hernández

FECHA: 10-06-04

FIRMA: O. Santander

**JURADO ASIGNADO:**

Presidente      TERESITA ROBERT NÚÑEZ  
Vocal            VICTOR JORGE CORTES SUAREZ  
Secretario      JOSÉ GUADALUPE RAMÍREZ VIEYRA  
1er. Suplente    MIGUEL ANGEL HERNÁNDEZ GALLEGOS  
2do. Suplente    RICARDO OROZCO CRUZ

Sitio donde se desarrolló el tema:

FACULTAD DE QUÍMICA, EDIFICIO "D", UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO  
UNIVERSIDAD AUTONOMA METROPOLITANA, UNIDAD AZCAPOTZALCO

ASESOR DEL TEMA                      M EN C. VICTOR JORGE CORTES SUAREZ



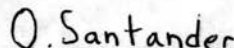
---

SUPERVISOR TÉCNICO                      M EN C. GUILLERMINA GONZÁLEZ MANCERA



---

SUSTENTANTE                                      OSCAR SANTANDER HERNÁNDEZ



---



*A Evangelina...*

*La persona cuyas acciones y consejos fueron sinónimo  
de sabiduría, humildad y amor. Tus enseñanzas no se fueron contigo,  
ahora vivirán en nosotros hasta cuando nuestros caminos se vuelvan a encontrar.*

*A DIOS LE PEDI FUERZAS  
PARA GRANDES LOGROS  
ME HIZO DEBIL PARA APRENDER  
HUMILDEMENTE A OBEDECER.*

*PEDI SALUD  
PARA HACER COSAS GRANDES  
ME DIO ENFERMEDAD PARA  
PODER HACER COSAS BUENAS.*

*PEDI RIQUEZAS  
PARA PODER SER FELIZ  
ME DIO POBREZA  
PARA PODER SER SABIO.*

*PEDI PODER  
PARA OBTENER ALABANZAS  
ME DIO DEBILIDAD PARA  
SENTIR LA NECESIDAD DE DIOS.*

*PEDI TODO  
PARA PODER DISFRUTAR DE LA VIDA  
ME CONCEDIO VIDA  
PARA PODER DISFRUTAR DE TODO.*

*NO RECIBI NADA  
DE LO QUE PEDI  
PERO SÍ TODO  
LO QUE DESEABA.*

*A PESAR DE MI MISMO  
LAS PETICIONES QUE NO HICE  
ME FUERON CONCEDIDAS.*

*YO,  
ENTRE LOS HOMBRES  
SOY EL MAS AFORTUNADO*

## AGRADECIMIENTOS

*Félix Santander:*

*Gracias por todo el apoyo brindado a lo largo de mi vida. Y por no perder la confianza y el ánimo a pesar de las adversidades que se han presentado en nuestro crecimiento.*

*Elvira Hernández:*

*Gracias por tu forma pasiva de guiarme y hacerme visualizar el camino cuando éste se tornaba confuso. Ahora todo se ve con más claridad.*

*Carlos Santander Hernández:*

*Gracias por ayudarme a crecer en muchos aspectos. Tu ejemplo fue fundamental para alcanzar la meta que ahora está muy cercana.*

*Diana Santander Hernández:*

*Tus ganas de descubrir cosas son una energía que me motiva a seguir creciendo cada día. Desde el día en que llegaste todo mejoró para nosotros.*

*Angélica Medina:*

*Gracias por llegar a mi vida en un momento tan importante. Gracias a eso nuestro lazo es tan fuerte. Y gracias también por ser siempre tú misma y enseñarme el verdadero rostro del amor.*

*A toda mi familia:*

*Gracias a todos mis tíos: Marco, Felipe, Juan, Ubaldo, Micaela, Fidel, Eligio, Victoria, Hortensia, Pamela, Arcadio, Gabino, Alejandro, Mode, Phayo, Arnulfo, Elvira.*

*A mis primos: Sandra, Angélica, Alfonso, Raola, Prieta, Ricardo, Polis, Rancho, Gaby, Beto, Phio, Lika, Male, Norma, Memo, Luz, Tronme, César, Aaron, Belén, Phina, David, Adriana, Martha. He aprendido cosas buenas de todos ustedes. Gracias por estar ahí cuando los necesito.*

*M. en C. V. J. Portés Suárez.*

*Gracias por su colaboración para realizar esta tesis. Sus aportaciones y ayuda en general la hicieron posible.*

*M. en C. José G. Ramírez Vieyra.*

*Gracias por la ayuda brindada en la parte de ensayos mecánicos y por las sugerencias para mejorar el presente trabajo.*

*M. en C. Teresita Robert Núñez.*

*Gracias por el tiempo empleado para revisar el trabajo escrito y por las correcciones realizadas para perfeccionarlo.*

*M. en C. Guillermina González Mancera.*

*Gracias por la ayuda brindada en la parte experimental de la tesis.*

*Luis Merced.*

*Gracias a la suma de nuestros esfuerzos logramos llegar hasta éste punto. Sólo es el primer paso, ahora vamos por más.*

*A todos mis amigos:*

*Alejandro, Pablo, Abelardo, Sócrates, Gerardo, Juanito, Serrín, Villegas, Rudo, Paray, Julio, Phava, Huicho, Phabela, Emano, Quike, Campo, Arturo, Irving, Phamaco, Dizzi, Emilio, Ayax, Macla, Rash, Keaton, Mayra, Liliana, Penny, Paola, Samia, Alejandra, Mónica, Kenya, Hugo, Toño, Agustín, Edith, Alejandra, Carlitos, Rulo, Adán, Edgar. Gracias por compartir un estilo de vida, parte de su conocimiento y amistad.*

*A todas las personas que me fallaron y a todas aquellas que han pasado por mi camino, y que de alguna forma ayudaron a mi formación, de todos he aprendido un poco.*

## INDICE DEL CONTENIDO

### CAPÍTULO I

<b>INTRODUCCIÓN</b>	1
1.1 El hidrógeno en el acero	1
1.2 Objetivo del trabajo	2

### CAPÍTULO II

<b>ANTECEDENTES TEÓRICOS</b>	3
2.1 Fragilización por hidrógeno	3
2.2 Efecto del hidrógeno sobre las propiedades mecánicas del acero	3
2.3 Efecto sobre la fractura	4
<b>2.4 Morfologías de la fractura</b>	5
2.4.1 Coalescencia de poros	5
2.4.2 Clivaje	6
2.4.3 Fractura intergranular	8
2.5 Cargado de hidrógeno desde un ambiente acuoso	9
2.6 Mecanismos de evolución catódica de hidrógeno desde soluciones acuosas	10
2.7 Entrada de hidrógeno electrolítico en metales	11
2.8 Modelos de entrada de hidrógeno	12
<b>2.9 Teorías de fragilización por hidrógeno</b>	14
2.9.1 Teoría de la presión	14
2.9.2 Teoría de la adsorción superficial	16
2.9.3 Teoría de decohesión	17
2.9.4 Incremento del flujo plástico	18
2.9.5 Teoría de formación de hidruros	19
2.9.6 Teoría del ataque de hidrógeno	20
2.9.7 Teoría de trampas	20

<b>CAPÍTULO III</b>	
<b>DESARROLLO EXPERIMENTAL</b>	<b>22</b>
3.1 Variables estudiadas en la experimentación	22
3.2 Material estudiado	22
3.3 Análisis microestructural	22
3.4 Preparación de probetas	23
3.5 Prueba de cargado catódico de las probetas	24
3.6 Recubrimiento con cadmio y ensayos de tensión	25
3.7 Evaluación de las topografías de fractura en el MEB	26
3.8 Estudio del efecto de la rapidez de deformación sobre la fragilización por hidrógeno en el acero AISI 1018	27
3.9 Estudio de la influencia del tiempo de exposición de las muestras a ambientes agresivos que generan hidrógeno	27
<b>CAPÍTULO IV</b>	
<b>RESULTADOS Y ANÁLISIS</b>	<b>28</b>
4.1 Presentación de los resultados	28
<b>4.2 Efecto de la rapidez de deformación</b>	<b>28</b>
4.2.1 Análisis microestructural	28
4.2.2 Efecto de la rapidez de deformación sobre la fragilización por hidrógeno	31
4.2.3 Propiedades de resistencia mecánica	32
4.2.4 Propiedades de ductilidad	33
4.2.5 Grado de Fragilización por Hidrógeno.	35
4.2.6 Topografías de la superficie de fractura	36
<b>4.3 Efecto del tiempo de exposición</b>	<b>39</b>

**INDICE**

---

4.3.1 Caracterización del material de llegada	39
4.3.2 Efecto del tiempo de cargado catódico sobre el diagrama esfuerzo-deformación	40
4.3.3 Propiedades de resistencia mecánica	43
4.3.4 Propiedades de ductilidad	45
4.3.5 Fragilización por hidrógeno	47
4.3.6 Superficies de fractura	48
4.3.7 Fractografías	52
4.3.8 Análisis microestructural de las probetas ensayadas	57

**CAPÍTULO V**

<b>CONCLUSIONES</b>	60
---------------------	----

**CAPÍTULO VI**

<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	62
---------------------	----

<b>APENDICES</b>	65
------------------	----

---



---

**INDICE DE TABLAS Y FIGURAS**

Figura	Página
<b>Fig. 2.1</b> Coalescencia de poros en una probeta de acero 1018	6
<b>Fig. 2.2</b> Fractura frágil de un acero 1018 fragilizado con hidrógeno	7
<b>Fig. 2.3</b> Fractura intergranular de una aleación metálica	8
<b>Fig. 2.4</b> Clivaje transgranular en una aleación fragilizada por hidrógeno	9
<b>Fig. 2.5</b> Sistema definido para la evaluación de la permeación de hidrógeno	12
<b>Fig.2.6</b> Difusión reticular de átomos de hidrógeno	14
<b>Fig. 2.7</b> Formación de hidrógeno molecular en el interior del acero	15
<b>Fig. 2.8</b> (a) Formación de una ampolla, (b) agrietamiento, (c) propagación de la grieta	15
<b>Tabla 3.1</b> Composición química del acero ferrítico AISI 1018	22
<b>Fig. 3.1</b> Geometría y dimensiones de las muestras experimentales	23
<b>Fig. 3.2</b> Geometría y dimensiones de las muestras experimentales	24
<b>Fig. 3.3</b> Dispositivo construido para la realización de las pruebas de cargado catódico	25
<b>Fig. 3.4</b> Celda electroquímica para el recubrimiento con cadmio	26
<b>Tabla 3.2</b> Tiempos de cargado catódico elegidos a partir del modelo difusivo de Hidrógeno	27
<b>Fig. 4.1</b> Microestructura del acero AISI 1018 en condición de llegada, corte longitudinal. (a) 200X, (b) 1500X	29
<b>Fig. 4.2</b> Microestructura del acero AISI 1018 en condición de llegada, corte transversal. (a) 1500X, (b) 5000x, (c) 5500X	30
<b>Fig. 4.3</b> Curvas esfuerzo deformación de la probeta referencia ( $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ), y las muestras cargadas con hidrógeno por 24 horas ( $10^{-5} \text{ } 10^{-3}$ y $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ).	31
<b>Fig. 4.4</b> Efecto de la rapidez de deformación sobre las propiedades de resistencia mecánica	32



## INDICE

<b>Fig. 4.5</b> Efecto de la rapidez de deformación e hidrógeno en el acero sobre la ductilidad	34
<b>Fig. 4.6</b> Efecto de la rapidez de deformación sobre el grado de fragilización por hidrógeno	35
<b>Fig. 4.7</b> Microfotografías de MEB de la superficie de fractura el acero AISI 1018	36
<b>Fig. 4.8</b> Microfractografías de MEB (a) Probeta de referencia (b) Probeta ensayada a $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (c) Probeta ensayada a $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	38
<b>Fig. 4.9</b> Corte longitudinal del material de llegada	39
<b>Fig. 4.10</b> Corte transversal del material de llegada	40
<b>Fig. 4.11</b> Curvas esfuerzo-deformación de las probetas testigo, 2.5, 5, 10 y 24 horas de cargado catódico	41
<b>Fig. 4.12</b> Curvas esfuerzo-deformación de las probetas testigo, 7.5 y 24 horas de cargado catódico	42
<b>Fig. 4.13</b> Propiedades de resistencia mecánica de las probetas testigo, 2.5, 5, 10 y 24 horas de cargado catódico	43
<b>Fig. 4.14</b> Propiedades de resistencia mecánica de las probetas testigo, 7.5 y 24 horas de cargado catódico	44
<b>Fig. 4.15</b> Propiedades de ductilidad de las probetas testigo, 2.5, 5, 10 y 24 horas de cargado catódico	45
<b>Fig. 4.16</b> Propiedades de ductilidad de las probetas experimentales sometidas a tiempos variables de cargado catódico	46
<b>Fig. 4.17</b> Fragilización por hidrógeno de los dos grupos de probetas experimentales	47
<b>Fig. 4.18</b> Superficies de fractura de las probetas "A". a) Probeta testigo 2. b) Probeta con 2.5 hrs. de cargado. c) Probeta de 5 hrs. d) Probeta de 7.5 hrs.	48
<b>Fig. 4.19</b> Superficies de fractura de las probetas "A"	49
<b>Fig. 4.20</b> Superficies de fractura de las probetas correspondientes a los ensayos "B"	51
<b>Fig. 4.21</b> Fractografías de las muestras experimentales "A"	52
<b>Fig. 4.22</b> Topografía de fractura de las probetas "A"	54

**INDICE**

---

<b>Fig. 4.23</b> Fractografías de las muestras experimentales “B”	55
<b>Fig. 4.24</b> Topografía de fractura de las probetas “B”	57
<b>Fig. 4.25</b> Microestructuras transversales de las probetas ensayadas	58
<b>Fig. 4.26</b> Microestructuras longitudinales de las de las probetas ensayadas	59

## RESUMEN

---

### Resumen

Se estudió el efecto de la rapidez de deformación y del tiempo de exposición a ambientes que generan hidrógeno sobre la fragilización por hidrógeno en el acero AISI 1018. El hidrógeno fue introducido en probetas de tensión de acero AISI 1018, con cargado catódico, el electrolito utilizado fue  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.5 M, adicionado con 1 ml de  $\text{CS}_2$  y aplicando una densidad de corriente de  $50 \text{ mA/cm}^2$ .

Para determinar el efecto de la rapidez de deformación, el cargado catódico se realizó durante 24 horas a temperatura ambiente. Se aplicó una rapidez de deformación constante de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  para la probeta de referencia, y  $10^{-5}$ ,  $10^{-3}$ , y  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  para las probetas cargadas con hidrógeno.

Para determinar el efecto del tiempo de exposición se utilizaron los resultados obtenidos mediante un modelado de la entrada del hidrógeno en el acero a través del programa TRZ. Dicho programa puede calcular los perfiles de concentración de hidrógeno en una probeta cilíndrica de acero a tiempos predeterminados. El perfil resultante muestra que a 10 horas de cargado catódico se alcanza la concentración superficial en toda la sección transversal de la probeta. Los tiempos de cargado catódico propuestos entonces, fueron 2.5, 5, 7.5, 10 y 24 horas. La rapidez de deformación utilizada fue de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

Con respecto al efecto de la rapidez de deformación, se encontró que la presencia del hidrógeno en el acero y una alta rapidez de deformación, producen una disminución en la resistencia mecánica y en la ductilidad, y ese efecto sinérgico promueve la fractura inestable del acero. La propiedad más sensible de la presencia de hidrógeno en el acero fue la reducción de área. El grado de fragilización por hidrógeno incrementa cuando la rapidez de deformación incrementa de  $10^{-5}$  a  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ .

Con referencia a la influencia del tiempo de exposición de las probetas al cargado catódico, se encontró una tendencia de disminución del porcentaje de deformación a medida que

## RESUMEN

---

incrementa el tiempo de cargado catódico. Sin embargo, considerando las curvas esfuerzo-deformación no fue posible apreciar una tendencia suficientemente clara, del efecto del tiempo de cargado catódico.

En ambos casos, el hidrógeno en el acero produce un cambio en el mecanismo de fractura, de coalescencia de poros a cuasiclivaje.

# CAPÍTULO I

## INTRODUCCIÓN

### 1.1 El hidrógeno en el acero

El hidrógeno, es uno de los elementos más abundantes en la naturaleza. En condiciones de servicio, materiales como los aceros bajo contenido de carbono y los aceros inoxidables, pueden absorber grandes cantidades de hidrógeno. El hidrógeno produce agrietamiento interno en éstos materiales, debido a la difusión y acumulación de átomos de hidrógeno. Esos átomos de hidrógeno pueden recombinarse en el interior del material para formar moléculas de hidrógeno gaseoso. La presencia de gas hidrógeno en intersticios o en dislocaciones en el interior del material, puede generar el inicio de una grieta o microfalla.

La presencia de hidrógeno en el acero puede conducir a un deterioro de las propiedades mecánicas y de su tenacidad, conduciendo a una falla prematura de la estructura metálica durante su servicio.

El daño descrito anteriormente se conoce como *fragilización por hidrógeno*. El fenómeno de la fragilización por hidrógeno inicia con la absorción de este elemento hacia el interior del metal. Esta entrada de hidrógeno depende de muchas variables [1,2], y una vez localizado en la parte sub-superficial del material, el fenómeno es controlado por el transporte de masa en una fase sólida conocido como mecanismo de difusión.

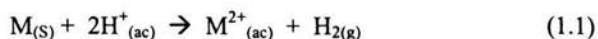
El acero bajo contenido de carbono puede absorber grandes cantidades de hidrógeno, principalmente a partir de ambientes acuosos. El ejemplo más importante y reconocido, es el cargado de hidrógeno o cargado catódico a partir de soluciones ácidas que contienen iones hidrógeno en solución.

## CAPITULO I

---

---

La reacción en medio ácido es:



Parte del hidrógeno producido de esta forma puede ser absorbido (difunde hacia el interior) por el metal, por ejemplo, por el acero.

### 1.2 Objetivo del trabajo

En cuanto a fragilización se refiere, existen dos variables importantes que determinan el grado de fragilización por hidrógeno en un material. La primera es la **rapidez de deformación** a la cual se somete el material o estructura con hidrógeno disuelto. Y la segunda es el **tiempo de exposición** del material a ambientes agresivos que generan hidrógeno.

Por lo tanto, el objetivo de la presente investigación es determinar el efecto de la fragilización por hidrógeno sobre las propiedades mecánicas y el modo de fractura del acero AISI 1018, incluyendo el efecto de la rapidez de deformación y tiempo de exposición del material a ambientes agresivos que generan hidrógeno, estableciendo esos dos parámetros como variables independientes.

## **CAPITULO II**

### **ANTECEDENTES TEÓRICOS**

#### **2.1 Fragilización por hidrógeno**

La presencia del hidrógeno en el acero reduce su ductilidad y causa fallas prematuras bajo carga estática que dependen del tiempo y del esfuerzo. A este fenómeno se le conoce como fragilización por hidrógeno [3,4].

El acero puede ser fragilizado por una cantidad muy pequeña de hidrógeno, frecuentemente por una cuantas partes por millón. El hidrógeno puede provenir de diferentes fuentes. A diferencia del agrietamiento por corrosión-esfuerzo, las fracturas causadas por fragilización por hidrógeno no son ramificadas y la trayectoria de la grieta puede ser tanto transgranular como intergranular. El mecanismo de falla debido a fragilización por hidrógeno esta acompañado por una deformación plástica muy pequeña, y el modo de fractura es usualmente clivaje o cuasiclivaje. La susceptibilidad de un material a la fragilización por hidrógeno generalmente se incrementa con el nivel de resistencia y con la disminución en la rapidez de deformación. También se ha encontrado que la fragilización por hidrógeno es más evidente a temperatura ambiente [1].

#### **2.2 Efecto del hidrógeno sobre las propiedades mecánicas del acero**

El hidrógeno afecta tanto el flujo plástico como las propiedades de fractura del acero. El hidrógeno puede interactuar con las dislocaciones como un átomo soluto causando el fenómeno del punto de fluencia aguda y la fluencia aserrada. En general, esos efectos son significativos solamente a temperaturas cercanas a la del medio ambiente, sugiriendo una

## CAPITULO II

---

---

débil interacción hidrógeno-dislocación a altas temperaturas. También sugiere que una alta difusividad de hidrógeno y una velocidad de arrastre permitirá al hidrógeno moverse libremente con las dislocaciones excepto a altas temperaturas. Entonces, cuando el mecanismo de transporte no es favorecido por la temperatura, el hidrógeno disuelto tiene un efecto poco notable sobre las propiedades macroscópicas de flujo de metales; siempre y cuando nos encontremos en el intervalo de temperatura en el cual el efecto sobre la fractura es más evidente.

### 2.3 Efecto sobre la fractura

El efecto del hidrógeno disuelto en el comportamiento a la fractura se observa en muchos sistemas b.c.c. tales como los aceros ferríticos. Sobre un extenso intervalo de concentraciones de hidrógeno y temperaturas, la ductilidad de esas aleaciones disminuye marcadamente y el modo de fractura cambia de una ruptura dúctil hasta clivaje o modo de fractura frágil intergranular. El modo de fractura depende de varios factores y el mismo sistema puede fallar de diferentes maneras dependiendo de cómo sea ensayado. En la mayoría de los sistemas metal-hidrógeno, por ejemplo, ensayos a alta rapidez de deformación y/o bajas temperaturas conducen a un modo de fractura dúctil mientras que una fractura frágil se observa a una rapidez de deformación más baja o temperaturas más altas [5]. De éste modo, el efecto del hidrógeno sobre la apariencia de la fractura dependerá tanto de la cinética como de factores estáticos. Un factor significativo que controla el comportamiento a la fractura es el flujo de hidrógeno hacia los concentradores de esfuerzos en los cuales puede iniciarse la fractura. En muchos sistemas, la difusividad de hidrógeno a temperatura ambiente es baja y el precargado con hidrógeno soluto no tiene efecto sobre la ductilidad o el comportamiento a la fractura. Sin embargo, si el hidrógeno gaseoso se produce en la punta de la grieta, como por cargado catódico durante la tensión, los sistemas son fragilizados por hidrógeno [6].



## **CAPITULO II**

---

---

La morfología de la fractura es un parámetro que puede evidenciar si el sistema ha sido fragilizado por hidrógeno. Éste parámetro se aborda a continuación.

### **2.4 Morfologías de la fractura**

Para comprender la fragilización por hidrógeno se requiere de una identificación de los diferentes tipos de morfología y tendencia de la fractura, los cuales resultan de la fragilización. Los sistemas afectados por el hidrógeno se agrupan en tres clases con base a la morfología de la fractura:

- a) Fractura dúctil ó coalescencia de poros
- b) Clivaje
- c) Fractura frágil intergranular

#### **2.4.1 Coalescencia de poros**

En sistemas que exhiben fractura dúctil, la morfología de la fractura no se afecta por el hidrógeno. Sin embargo, el tamaño de los microporos, los cuales caracterizan la superficie de fractura, puede cambiar a consecuencia de la presencia del hidrógeno. En muchas aleaciones comerciales esos microporos se forman en partículas de segunda fase.

Si las partículas de segunda fase son coherentes o semicoherentes, el hidrógeno afecta la nucleación de microporos en la interfase matriz-partícula, y la densidad de microporos se incrementa al mismo tiempo que el tamaño promedio del microporo disminuye. En caso contrario, para partículas incoherentes, el hidrógeno asiste al crecimiento de microporos a través del incremento del tamaño promedio y disminuye la densidad de microporos. En esos casos se debe entender que el efecto del hidrógeno es sobre la nucleación y el crecimiento de microporos.

## CAPITULO II

---

Para ilustrar la coalescencia de poros se muestra la figura 2.1, en la cual se observan claramente los bordes de los microporos producto de una elevada deformación plástica. El mecanismo de formación de poros es inducido por la alta deformación plástica que presentan los materiales dúctiles. Los poros se forman en dirección de la carga aplicada. Y los bordes bien definidos son producto de la gran cantidad de energía que puede absorber el material antes de fracturarse.

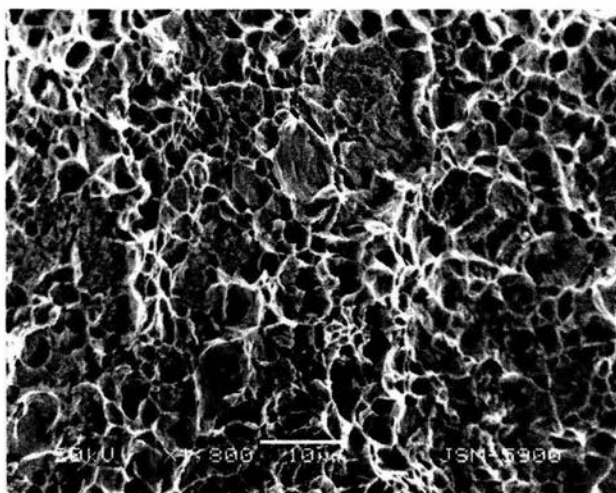


Fig. 2.1 Coalescencia de poros en una probeta de acero 1018 [22].

### 2.4.2 Clivaje

En sistemas en donde se forman hidruros estables, el modo de fractura es dúctil en ausencia de hidrógeno, pero cuando se agrega hidrógeno como soluto ocurre la falla por clivaje. Este modo de fractura es de carácter cristalográfico y en algunas ocasiones está acompañado por una pequeña deformación plástica local.

Cualquier inclusión o cavidad enfrente de la punta de la grieta, dentro de la zona plástica, está presurizada y causa crecimiento y coalescencia de poros, ayudando a la propagación de

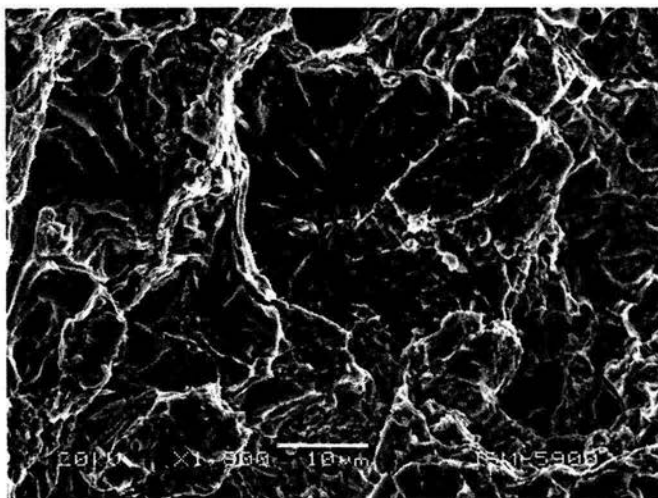
## CAPITULO II

---

---

la grieta. Conforme la grieta se propaga, el factor de intensidad de esfuerzos disminuye y el tamaño de la zona plástica también disminuye. Esta zona reducida no es lo suficientemente grande para incluir suficientes cavidades para la coalescencia de poros y en su lugar se presenta cuasiclivaje, que es una forma de propagación de grieta de baja energía. A medida que la grieta se hace más grande y el factor de intensidad disminuye abruptamente, entonces ni la coalescencia de poros ni el clivaje pueden presentarse, sino que se presenta la fractura intergranular, la cual es una forma de propagación de grieta cinéticamente más lenta y de más baja energía [5].

La figura 2.2 ilustra una muestra metálica que presentó clivaje como su forma de fractura. Se aprecia la ausencia de microporos con bordes definidos. En su lugar se observan planos de propagación de falla frágil, con microgrietas en la dirección perpendicular a la carga aplicada. El comportamiento anterior se conoce como patrón de río.



**Fig. 2.2** Fractura frágil de un acero 1018 fragilizado con hidrógeno. Se aprecia la presencia del clivaje como modo de fractura [22].

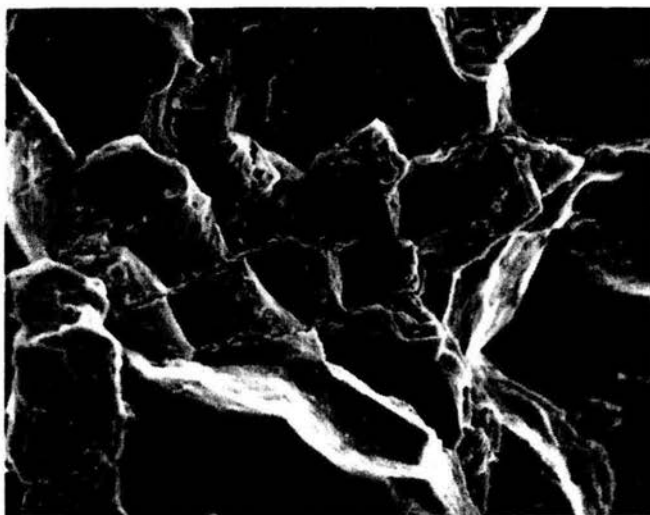
## CAPITULO II

---

---

### 2.4.3 Fractura intergranular.

En sistemas donde no se forman hidruros tales como aleaciones de Ni y Fe, la fractura inducida por hidrógeno generalmente ocurre intergranularmente. En el caso de aceros fragilizados por hidrógeno disuelto o hidrógeno gaseoso, la fractura ocurre a lo largo de los límites de grano de la austenita con un descenso en la plasticidad local, a medida que el nivel de resistencia o concentración de hidrógeno incrementan. El agrietamiento transgranular ha sido observado en aleaciones Fe-Si y de Fe como resultado de una alta fugacidad de hidrógeno que resulta de un cargado catódico [6]. La fractura intergranular se caracteriza por ocurrir a lo largo de los límites de grano, lo cual se ilustra en la figura 2.3.



**Fig. 2.3** Fractura intergranular de una aleación metálica. En ausencia de hidruros, la falla inducida por hidrógeno ocurre intergranularmente [23].

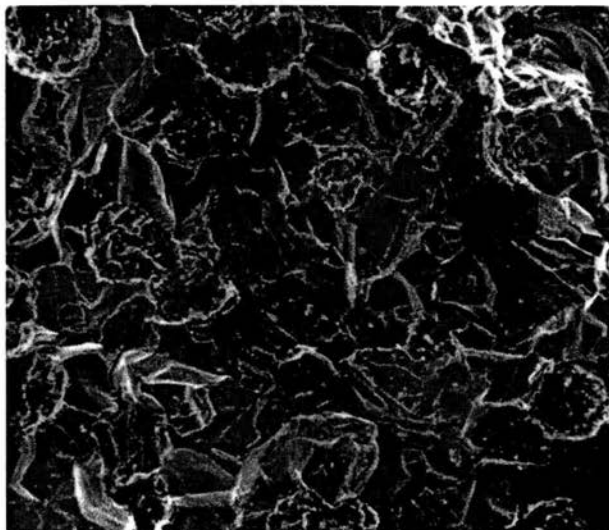
Latanison y Oppenhauser [5] han sugerido que la segregación de elementos que recombinan el hidrógeno, tales como de Sb y Sn, en las fronteras de grano conducen a una entrada preferencial de hidrógeno en tales puntos durante el cargado catódico, favoreciendo el agrietamiento intergranular. En aceros de alta pureza y que tienen bajos niveles de P, Mn

## CAPITULO II

---

---

y Si, no ocurre la segregación de P hacia los límites de grano y la propagación de grieta inducida por hidrógeno solamente ocurre a altos valores del factor de intensidad de esfuerzos. En éste caso, la fractura será transgranular, la cual fue descrita por los autores como “ruptura y clivaje”. Tal modo de fractura es presentado en la figura 2.4.



**Fig. 2.4** Clivaje transgranular en una aleación fragilizada por hidrógeno [23].

La implicación de esos recientes resultados es que la forma de fragilización por hidrógeno generalmente observada en aceros de alta resistencia, p.e. baja ductilidad a la fractura con un valor bajo del factor de intensidad de esfuerzos, refleja el efecto combinado de hidrógeno y otros solutos segregados en los límites de grano de la pre-austenita.

### **2.5 Cargado de hidrógeno desde un ambiente acuoso**

Cuando un metal se corroe en una solución con bajo pH, la reacción catódica parcial es la reducción de los iones hidrógeno. Aunque gran parte del hidrógeno reducido reacciona para formar moléculas de  $H_2$  y dejar la superficie como hidrógeno gaseoso, otra parte del

## CAPITULO II

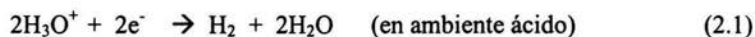
---

hidrógeno formado entra en el metal como hidrógeno monoatómico. La presencia de ciertas sustancias químicas que previenen la recombinación del hidrógeno para formar moléculas de éste, incrementan la absorción del hidrógeno monoatómico dentro del metal. Esas sustancias son llamadas soluciones catódicas, y pueden incluir iones de P, As, Sb, S, Se, Te y CN<sup>-</sup>. Entre las soluciones catódicas el azufre es el más común. Los ácidos sulfúrico y sulfhídrico pueden causar severa fragilización en aceros y en otras aleaciones de alta resistencia [3,4]. Por otro lado, los inhibidores disminuyen la rapidez de corrosión y por tanto la cantidad de hidrógeno cargado dentro del material.

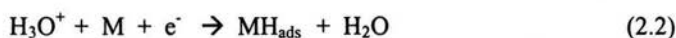
La reacción en medio ácido [7], que describe la liberación de hidrógeno en solución acuosa es la reacción 1.1.

### 2.6 Mecanismos de evolución catódica de hidrógeno desde soluciones acuosas.

La evolución catódica de hidrógeno desde un electrolito ocurre en varias etapas sucesivas. Dependiendo del electrolito, la reacción global de evolución de hidrógeno (HER) puede escribirse como:



Hoy en día, se acepta que son esenciales dos etapas sucesivas para el mecanismo de HER. La primera etapa, la cual es común para todos los metales, consiste en una descarga de protones hidratados en soluciones ácidas:



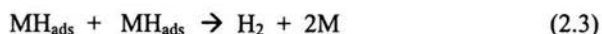
Donde  $\text{MH}_{\text{ads}}$  representa un átomo de hidrógeno adsorbido en la superficie del metal.

## CAPITULO II

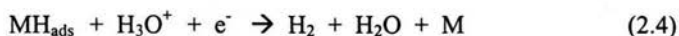
---

---

El mecanismo supuesto para la siguiente etapa de la HER depende de la naturaleza del electrodo metálico y la densidad de corriente catódica. El desprendimiento de átomos de hidrógeno desde la superficie del metal ocurre por medio de desorción química (también llamada recombinación catalítica), el cual es posible tanto en medio ácido como en medio alcalino.



o desorción electroquímica en medio ácido



En el caso de los metales que tienen la habilidad de absorber hidrógeno tanto el HER como la reacción de absorción de hidrógeno (**HAR**) ocurren simultáneamente. En consecuencia, la medición de la rapidez de entrada de hidrógeno puede proporcionar un criterio de diagnóstico para los mecanismos de la reacción de evolución de hidrógeno.

### 2.7 Entrada de hidrógeno electrolítico en metales

Numerosos metales pueden absorber hidrógeno, y ésta absorción proporciona una trayectoria de reacción alternativa para la desorción química ó electroquímica de átomos de hidrógeno. Usualmente sólo una pequeña cantidad del hidrógeno liberado en el cátodo entra en el metal. La rapidez de entrada de hidrógeno depende de muchas variables: la naturaleza del metal o aleación, su composición e historia termomecánica, condiciones superficiales, composición del electrolito, densidad de corriente catódica, potencial de electrodo, temperatura, presión, etc.

## CAPITULO II

Existen sistemas definidos para la evaluación de la permeación de hidrógeno. Uno de éstos parte del Método desarrollado por Devanathan y Stachurski [8], y es ilustrado en la figura 2.5. Se observan los iones en solución y el electrodo metálico. Los iones se desplazan hacia el electrodo debido a una diferencia de concentración.

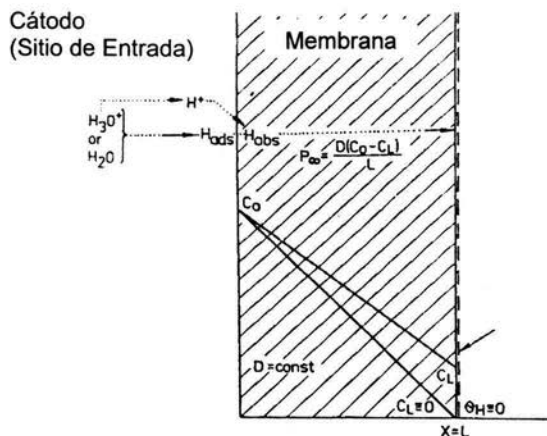


Fig. 2.5 Sistema definido para la evaluación de la permeación de hidrógeno a partir del método desarrollado por Devanathan y Stachurski

### 2.8 Modelos de entrada de hidrógeno

Se han propuesto dos modelos para explicar la entrada de hidrógeno en el metal. El primero de ellos, desarrollado por Bockris, considera que la etapa intermedia a través de la cual el hidrógeno electrolítico entrar al substrato metálico es el estado adsorbido y es idéntico al que conduce la evolución de hidrógeno (HER) [8]. La secuencia de la reacción en la superficie del cátodo es la siguiente:





## CAPITULO II

---



---



Donde  $\text{MH}_{\text{ads}}$  se refiere al hidrógeno adsorbido en la superficie del metal y  $\text{MH}_{\text{abs}}$  se refiere al hidrógeno directamente absorbido debajo de la superficie del metal. De acuerdo con este modelo de permeación (entrada), la rapidez debería ser proporcional al área cubierta de la superficie del metal por átomos de hidrógeno absorbido.

Bagotskaya y Frumkin [6,8] postularon que el hidrógeno entra al metal de la misma acción elemental como en la cual es descargado, y que el estado intermedio a través del cual el hidrógeno entra en la retícula del metal no es idéntico con el estado intermedio de adsorción el cual conduce a la evolución de hidrógeno. En éste modelo, la HER y la HAR ocurren independientemente. La secuencia de reacción en la superficie del cátodo puede escribirse como sigue:



Como es de notarse, este último modelo difiere del anterior sólo en la última etapa, lo cual implica que la HER y la HAR no ocurren simultáneamente.

## CAPITULO II

---

---

### 2.9 Teorías de fragilización por hidrógeno

Como existen muchos tipos de daño por hidrógeno, hay muchas explicaciones o teorías para esas varias formas de degradación. Las principales teorías de fragilización por hidrógeno se basan en la presión, adsorción superficial, decohesión, incremento del flujo plástico, ataque por hidrógeno y formación de hidruros. Aunque se han presentado muchas otras teorías, la mayoría son variaciones de estos modelos básicos.

#### 2.9.1 Teoría de la presión

En líneas anteriores se mencionó la formación de moléculas de hidrógeno debido a la recombinación de átomos absorbidos. Tales moléculas pueden formar burbujas atrapadas en el metal, donde a veces la presión interna generada es del orden de  $10^4$  MPa. La propagación de una fractura frágil debido a estas altas presiones aparece como un mecanismo para reducir la presión interna del metal [2,5,9]. La teoría se divide en tres etapas consecutivas, las cuales son descritas en las figuras 2.6, 2.7 y 2.8.

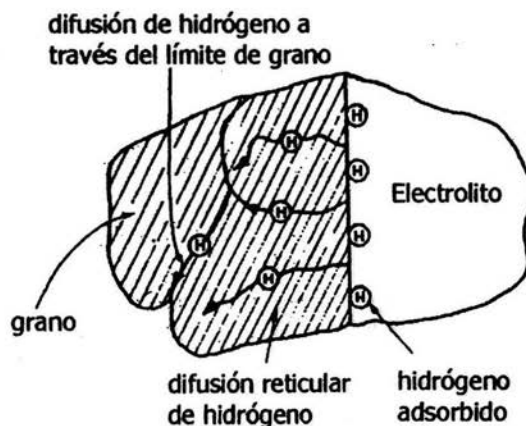


Fig. 2.6 Difusión reticular de átomos de hidrógeno.

## CAPITULO II

En los mecanismos de éste tipo, la fuerza motriz de propagación de grieta es la presión interna de la burbuja en adición con el esfuerzo externo al cual se somete la pieza. En general, estas teorías no explican con claridad la transición de una fractura dúctil a una frágil. Mientras la presión interna en la burbuja proporcione la fuerza motriz inicial para la propagación inicial de la grieta, esta disminuiría rápidamente en la ausencia de una fuente continua de una alta fugacidad de hidrógeno.

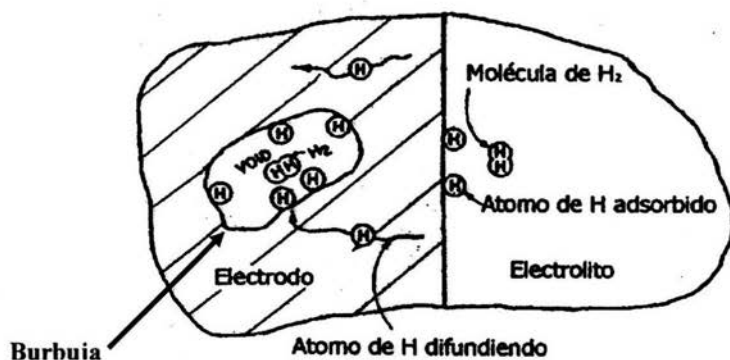


Fig. 2.7 Formación de hidrógeno molecular en el interior del acero.

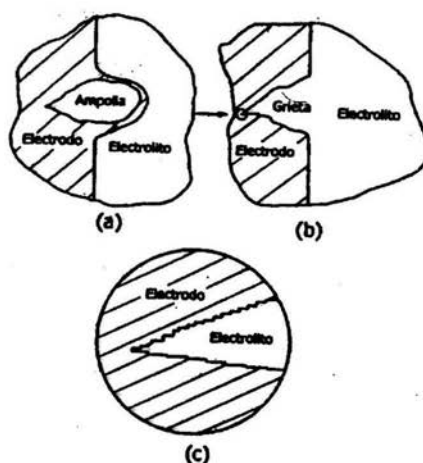


Fig. 2.8 (a) Formación de una ampolla, (b) agrietamiento, (c) propagación de la grieta

## CAPITULO II

---

---

La observación de las fracturas a menudo ocurre bajo condiciones donde tal descenso en la presión interna de la burbuja tiene que resultar en la propagación de la grieta, tal como la fragilización por hidrógeno disuelto, esto sugiere que la teoría de las burbujas presurizadas no es suficiente para que ocurra la fragilización. La observación de fragilización por hidrógeno a bajas presiones de hidrógeno, donde las burbujas altamente presurizadas no pueden formarse, fundamenta éste punto.

Esto fue sugerido por Tien [5], eso significa que las fugacidades locales de hidrógeno aumentan posiblemente por aniquilación de dislocaciones, de poros o de inclusiones; donde los mecanismos primarios de transporte de hidrógeno son las atmósferas de hidrógeno que arrastran las dislocaciones. Si ese incremento de fugacidad ocurre, esto afecta la estabilidad de las microgrietas formadas por la interacción de las dislocaciones. Lo anterior es discutido por Bilby y Hewitt [5,9]. La frecuencia de tales aumentos en la presencia de valores reales de fugacidad de hidrógeno ha sido cuestionado por Johnson y Hirth [5]. Se puede concluir que la formación de burbujas de hidrógeno a altas presiones, pueden ocurrir solo en sistemas endotérmicos con hidrógeno disuelto, entonces pueden generarse sitios donde se nucleen grietas. La presión interna puede proporcionar la fuerza motriz para la propagación de la grieta. La pregunta es por qué el material fragilizado en la punta de la grieta no está gobernado por la teoría de burbujas presurizadas y sí corresponde a fracturas inducidas por fugacidades de hidrógeno bajas.

### 2.9.2 Teoría de la adsorción superficial

Este mecanismo es bastante similar al modelo de decohesión. En el mecanismo de Petch & Stables [1,2,5,9], la atención se enfoca en el efecto del hidrógeno en la energía superficial producida por un avance de la grieta, mientras que el modelo de decohesión discute la influencia sobre la energía atómica de enlace en la punta de la grieta. La consideración de los efectos de adsorción superficial en el caso clásico del criterio de Giffith para la propagación de grietas fue propuesto en primer plano por Petch. Un desarrollo de este

## **CAPITULO II**

---

---

criterio de fractura, el cual incluye el efecto de la deformación plástica en la punta de la grieta [5,7], resulta en conclusiones similares que aquellas basadas en el concepto de una fractura completamente frágil.

Ellos sugirieron que la formación de microgrietas se presenta como resultado del apilamiento de dislocaciones en los límites de grano, y que la adsorción del hidrógeno sobre la superficie interna adyacente a la punta de la grieta disminuye tanto la energía superficial como el esfuerzo requerido para nuclear y propagar la grieta.

### **2.9.3 Teoría de decohesión**

El mecanismo de decohesión fue propuesto originalmente por Troyano y recientemente retomado y extendido por Oriani y Josephic [1,5,7,9].

El fundamento de la teoría consiste en que la fractura frágil ocurre cuando la tensión local excede la resistencia del enlace atómico y una presión de hidrógeno disuelto disminuye la resistencia de tal enlace. Tanto en el mecanismo de formación de hidruros como el de decohesión, la deformación plástica (la cual precede la fractura, la cual a su vez ocurre en la punta de la grieta), juega un papel importante en el proceso de fractura, pero no induce la fragilización por hidrógeno por sí sola. La deformación puede afectar al factor de intensidad de esfuerzos  $K$  en la punta de la grieta, puede influenciar la rapidez de transporte de hidrógeno a la grieta o puede variar el proceso de fractura de otras formas. Por lo tanto, en éste sentido, la falla debida al mecanismo de decohesión, es compatible con mecanismos de fractura dúctiles. Es importante hacer notar que los procesos de decohesión pueden ocurrir en conjunción con la plasticidad general en el sólido también como con deformación local en la punta de la grieta. Este último punto ha sido enfatizado por Thomson y Rice [5] quienes discuten la formación de una microgrieta muy aguda protegida por una zona plástica. Si bien los cálculos son altamente idealizados y utilizan elementos de elasticidad para modelar las interacciones atómicas, ellos muestran que bajo la condición

## **CAPITULO II**

---

---

que la energía de activación para la generación espontánea de dislocaciones de tornillo en la punta de la grieta sea mayor que cero, la punta de la grieta puede permanecer aguda a pesar de la presencia de una zona plástica alrededor de la microfalla.

Una de las complicaciones experimentales de la teoría de decohesión, es que aquellos metales o aleaciones en las cuales la teoría es aplicable (tales como las aleaciones ferrosas), tienen solubilidades de hidrógeno extremadamente bajas. En vista de las complicaciones experimentales bajo las cuales está la teoría, se hace necesario obtener confirmación adicional de los efectos inducidos por tal mecanismo.

### **2.9.4 Incremento del flujo plástico**

La deformación plástica en presencia de concentración de esfuerzos y puntas de grieta puede afectar la fractura en muchas formas, y un número de mecanismos de hidrógeno que afecta las fracturas han sido basados en la influencia del hidrógeno en las propiedades plásticas de los materiales. Como complemento para los mecanismos que serán discutidos a continuación, debería recordarse que la deformación puede afectar la cinética de la fractura por mecanismos de transporte de dislocaciones (los cuales incrementan la difusividad de hidrógeno efectiva), y por efectos de trampas (los cuales disminuyen la difusividad efectiva). Además, el campo de esfuerzos en la punta de la grieta dependerá de la extensión y distribución de la zona plástica y por lo tanto el esfuerzo dependiente del potencial químico de aleantes e hidruros será afectado.

El hidrógeno disuelto ha mostrado tener entalpías vinculadas a las dislocaciones en numerosos sistemas [1,5] y, por tanto, se puede esperar que tengan un efecto importante en la deformación plástica. Los efectos debidos a la interacción hidrógeno-dislocaciones son sin embargo mitigados por la alta movilidad del hidrógeno disuelto en muchos sistemas. Los efectos del hidrógeno disuelto sobre la resistencia del material han mostrado ser significantes principalmente a bajas temperaturas donde el hidrógeno puede actuar como un

## **CAPITULO II**

---

---

punto relativamente inmóvil de apilamiento. El rango de temperatura sobre la cual el hidrógeno puede actuar como una dislocación efectiva o como punto de apilamiento dependerá de la concentración de hidrógeno y difusividad, por lo tanto, puede variar entre sistemas.

Se han propuesto mecanismos de fractura por hidrógeno basándose en cambios en las propiedades plásticas causados por hidrógeno. Éstos también son divergentes en sus aproximaciones. Stroh [5] sugirió originalmente que la fragilización por hidrógeno en aceros podría ser producida por liberación de esfuerzos en la punta de la grieta, debido al hidrógeno disuelto con el consiguiente descenso en la deformación plástica, resultando en un descenso en el factor de intensidad de esfuerzos.

### **2.9.5 Teoría de formación de hidruros**

Muchos metales que exhiben severa fragilización por hidrógeno son también conocidos por formar hidruros.

La movilidad del hidrógeno es suficientemente alta en sistemas de interés para permitir la formación de hidruros en el rango de temperatura donde la fragilización se observa [5,7,9]. Muchos de los hidruros son formados por reacciones ordenadas del hidrógeno disuelto en los intersticios de la red del metal. La red del metal se somete a una distorsión y por lo tanto, la cinética de formación de hidruros es gobernada por la rapidez de difusión intersticial de hidrógeno.

Se puede establecer que si bien los hidruros precipitados pueden nuclear grietas debido a su naturaleza altamente frágil, no necesariamente inducen las fallas poco dúctiles en la solución sólida. Los hidruros disminuyen la resistencia a la fractura reduciendo la sección efectiva del material cuando falla. Completar la fractura frágil, como se ha observado en

## **CAPITULO II**

---

---

muchos sistemas, requiere de un mecanismo de propagación de grietas dentro del material fragilizado.

Aunque la presencia de hidruros no sea un factor determinante para fragilizar al material, si son capaces de nuclear microgrietas, y por consiguiente, favorecer la propagación de la falla del material cuando éste es sometido a una carga estática o a un esfuerzo externo.

### **2.9.6 Teoría del ataque de hidrógeno**

Es uno de los mecanismos mejor comprendidos de daño por hidrógeno, pero es específico de una única clase de deterioro por hidrógeno a alta temperatura [1,3,4]. El ataque por hidrógeno puede tomar dos formas de daño: descarburización superficial o descarburización interna. Sin embargo, el mecanismo es el mismo para ambas formas. A elevadas temperaturas, el hidrógeno difunde dentro del acero o reacciona en la superficie con el carbono en solución sólida ó éste es disociado desde los carburos para formar hidrocarburos, principalmente metano. Esta reacción química es fácilmente descrita termodinámicamente, lo anterior sitúa esta forma de daño por hidrógeno a parte de otras formas más complejas de fragilización. Como es de esperarse, el deterioro depende de la temperatura y de la presión parcial de hidrógeno. La descarburización superficial ocurre a temperaturas por encima de 540°C y la descarburización interna a temperaturas desde 200°C hasta 540°C.

### **2.9.7 Teoría de trampas**

Aunque existen numerosos modelos, ninguno explica adecuadamente el comportamiento de las aleaciones en diferentes sistemas que tienen que ver con hidrógeno. Uno de los principales factores que determinan la susceptibilidad al daño por hidrógeno de aleaciones ferrosas es el fenómeno referido a las trampas [5]. Estudios de difusión de hierros y aceros han mostrado un retardo inicial en la rapidez de difusión o un retraso en el tiempo para la



## CAPITULO II

---

---

difusión de hidrógeno a través de esas aleaciones después de un estado estable difusivo. Este tiempo de retraso es generalmente relacionado con el contenido de trampas en el hidrógeno. De hecho, la difusividad aparente de hidrógeno en aceros muestra un descenso considerable cuando incrementa la concentración de partículas (trampas).

Las trampas pueden ser consideradas el enlace de átomos de hidrógeno con impurezas, de defectos estructurales, o constituyentes microestructurales en la aleación. El enlace puede ser atribuido a campos eléctricos locales y campos de esfuerzos, gradientes de temperatura o de potencial químico, o trampas físicas. Esas trampas de hidrógeno pueden ser móviles (dislocaciones, defectos apilados) o estacionarios (límites de grano, partículas de carbono, átomos individuales disueltos). También pueden ser trampas reversibles o irreversibles. Una trampa de hidrógeno de corta duración en la cual el tiempo de ocupación es limitado, es referida como reversible. Un tiempo largo de residencia de hidrógeno caracterizado por una energía de enlace alta está asociado a una trampa irreversible. El concepto e investigación de las trampas ha sido desarrollado primero para aceros: sin embargo, esto no puede ser restringido a estos sistemas. Las aleaciones fcc muestran un comportamiento similar en cuanto a comportamiento de trampas, aunque en algunas de éstas tienen una eficiencia reducida para formar trampas en comparación con los aceros.

---

---

## CAPITULO III

### DESARROLLO EXPERIMENTAL

#### 3.1 Variables estudiadas en la experimentación.

La experimentación se divide en dos bloques. El primer bloque trata el estudio del efecto de la **rapidez de deformación** sobre la fragilización por hidrógeno en el acero AISI 1018. El segundo bloque se enfoca al estudio de la influencia del **tiempo de exposición** de las muestras a ambientes agresivos que generan hidrógeno.

#### 3.2 Material estudiado

El material bajo estudio fue el acero AISI 1018, con una presentación en forma de barra de 12.7 y 6.35 mm de diámetro. La composición química del acero se presenta en la Tabla 3.1

**Tabla 3.1** Composición química nominal del acero ferrítico AISI 1018

% C	% Mn	% Si	% P	% S
0.18	0.75	0.15	0.05	0.05

#### 3.3 Análisis microestructural

La microestructura asociada al acero recocido AISI 1018 fue caracterizada en condición de recibido en las direcciones de laminación y transversal, utilizando la técnica metalográfica.

## CAPITULO III

El análisis microestructural se realizó con un microscopio electrónico de barrido (MEB) JEOL Modelo JSM 5200. La microestructura fue revelada con el reactivo de ataque nital al 3%.

### 3.4 Preparación de probetas

De la barra de 12.7 mm de diámetro se maquinaron probetas con geometría cilíndrica para el ensayo de tensión, de 6.35 mm de diámetro y 25.4 mm de longitud de referencia, como se muestra en la Fig. 3.1. Estas probetas se utilizaron para determinar el efecto de la rapidez de deformación sobre la fragilización por hidrógeno del acero.

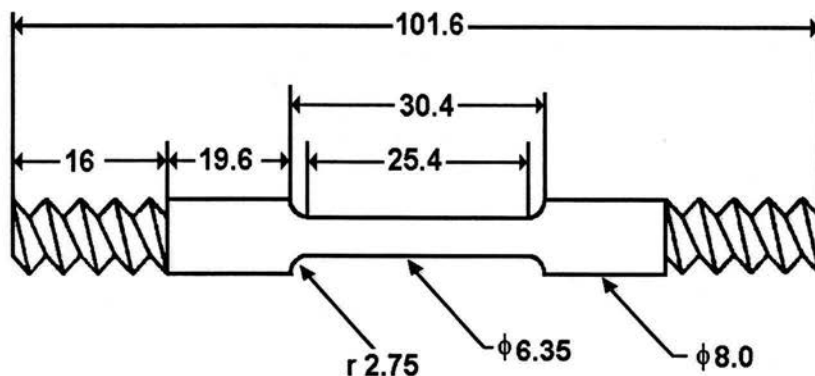
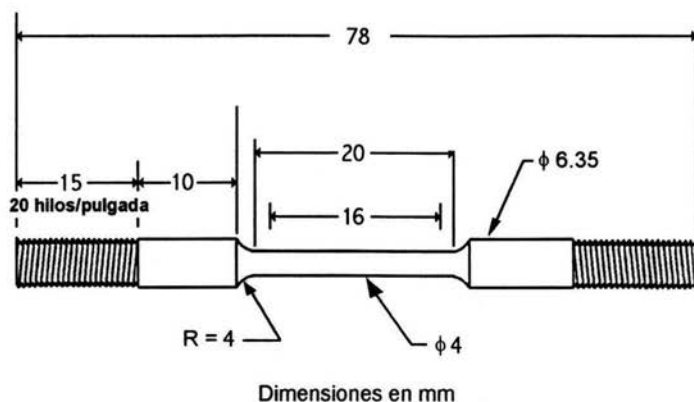


Fig. 3.1 Geometría y dimensiones de las muestras experimentales

De la barra de 6.35 mm de diámetro se maquinaron probetas para el ensayo de tensión, de 4 mm de diámetro y 16 mm de longitud de referencia, como se muestra en la Fig. 3.2. Estas probetas se utilizaron para determinar la influencia del tiempo de exposición de las muestras a ambientes agresivos que generan hidrógeno.

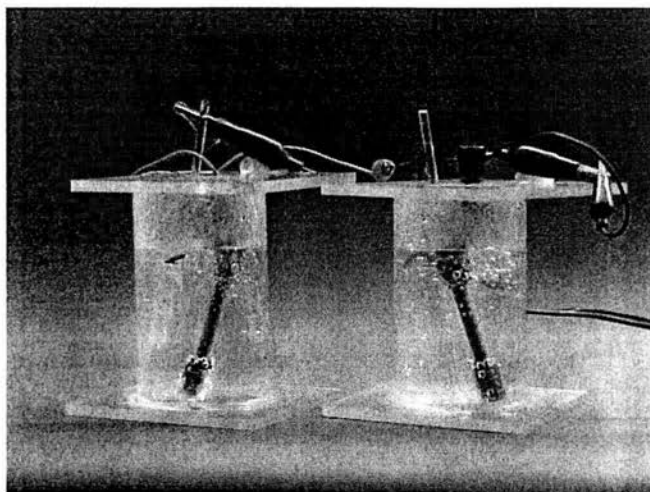


**Fig. 3.2** Geometría y dimensiones de las muestras experimentales.

Una vez obtenidas las probetas de tensión, éstas fueron sometidas a un tratamiento térmico de relevado de esfuerzos. El tratamiento consistió en un calentamiento a  $650^{\circ}\text{C}$  durante  $\frac{1}{2}$  hora, lo cual tuvo como objetivo eliminar los esfuerzos residuales en el material producto de las deformaciones locales provocadas por el maquinado de las piezas. Bajo esa condición, las probetas, fueron sometidas a la prueba de cargado catódico para introducir el hidrógeno en el acero. Los ensayos fueron por duplicado para asegurar reproducibilidad del fenómeno y se presenta el promedio de los resultados de las pruebas realizadas.

### 3.5 Prueba de cargado catódico de las probetas

El hidrógeno fue introducido previo al ensayo de tensión a las probetas de acero AISI 1018, con cargado catódico a temperatura ambiente durante 24 horas. Fue necesario construir la celda de geometría cilíndrica con un diámetro de 6.5 cm y 8.5 cm de longitud para contener un volumen de aproximadamente 250 ml de solución. La forma en la cual fue montada la celda se muestra en la Fig. 3.3.

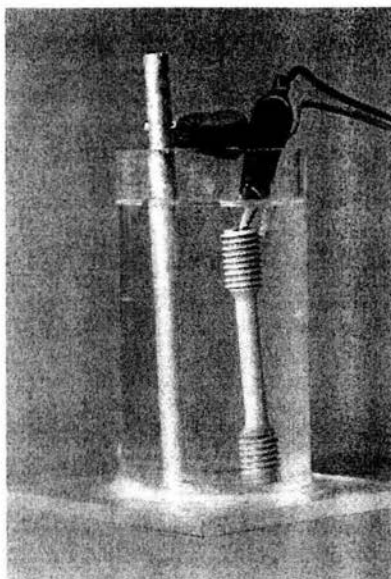


**Fig. 3.3** Dispositivo construido para la realización de las pruebas de cargado catódico.

El cátodo fue la probeta de acero, y el ánodo un alambre de platino. El electrolito utilizado fue  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.5 M, adicionado con 0.1 ml de  $\text{C}_2\text{S}_2$ , para inhibir la recombinación del gas hidrógeno. El cargado catódico se realizó aplicando una densidad de corriente de 50  $\text{mA}/\text{cm}^2$ .

### **3.6 Recubrimiento con cadmio y ensayos de tensión**

Al finalizar el cargado catódico, cada una de las probetas fue extraída del dispositivo y se colocaron en otra celda para realizar un recubrimiento con cadmio y así evitar que el hidrógeno disuelto en el acero se escape [7] (Figura 3.4). Para aplicar el recubrimiento se utilizó una barra de cadmio como ánodo, y la probeta de acero como cátodo, inmersos en una solución de cadmio (ver Apéndices). El recubrimiento se realizó a temperatura ambiente por un periodo de tiempo de 10 minutos y aplicando una densidad de corriente de 34  $\text{mA}/\text{cm}^2$ .



**Fig. 3.4** Celda electroquímica para el recubrimiento con cadmio.

Una vez realizado el recubrimiento, las probetas fueron sometidas a un ensayo de tensión utilizando una máquina MTS modelo 810 con capacidad de 250 KN.

### **3.7 Evaluación de las topografías de fractura en el MEB.**

Una vez ensayadas en tensión, las superficies de fractura de las probetas fueron sometidas a un análisis de fractura en el microscopio electrónico de barrido JEOL Modelo JSM 5200. Se tomaron fotos de las superficies de fractura en lugares aleatorios. Los aumentos empleados fueron desde 25X pasando por aumentos de 1000X, 1500X y 2500X, hasta un máximo de 3000X para observar las tendencias de la fractura desde lo macroscópico hasta lo microscópico.

### CAPITULO III

---

#### 3.8 Estudio del efecto de la velocidad de deformación sobre la fragilización por hidrógeno en el acero AISI 1018.

Para determinar el efecto de la rapidez de deformación sobre la fragilización por el hidrógeno en el acero AISI 1018 se utilizaron 3 rapidezces de deformación:  $10^{-5}$  para la probeta de referencia,  $10^{-5}$   $10^{-3}$  y  $10^{-1}$  para las probetas cargadas con hidrógeno, con el propósito de observar el comportamiento al flujo plástico y modo de fractura. El comportamiento de las probetas cargadas con hidrógeno se toma como referencia para determinar el efecto de la rapidez de deformación.

#### 3.9 Estudio de la influencia del tiempo de exposición de las muestras a ambientes agresivos que generan hidrógeno

Para determinar el efecto del tiempo de exposición a ambientes agresivos, se utilizaron los resultados obtenidos mediante un modelado de la entrada del hidrógeno en el acero a través del programa TRZ [22]. Los tiempos de cargado catódico obtenidos con ese programa se muestran en la Tabla 3.2.

**Tabla 3.2** Tiempos de cargado catódico elegidos a partir del modelo difusivo de Hidrógeno

<b>t (h)</b>	Testigo	0.5	2.5	5	7.5	10	24
--------------	---------	-----	-----	---	-----	----	----

La rapidez de deformación utilizada fue de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , una lenta rapidez de deformación para determinar el efecto del hidrógeno en el modo de fractura.

---

---

## CAPITULO IV

### RESULTADOS Y ANÁLISIS

#### 4.1 Presentación de los resultados

Los datos obtenidos experimentalmente serán presentados de manera ordenada y comenzando con la descripción del **efecto de la rapidez de deformación** en muestras fragilizadas con hidrógeno. Posteriormente se presentarán los resultados correspondientes al estudio de la influencia del **tiempo de exposición** del acero a medios que generan hidrógeno. La presentación de los resultados incluye gráficas comparativas de propiedades mecánicas, curvas esfuerzo-deformación e ilustraciones donde se compara el porcentaje de fragilización por hidrógeno de las diferentes probetas ensayadas. Como parte final se muestran las fractografías de las diferentes probetas para comparar los modos de fractura implicados cuando se alteran las variables ya mencionadas.

#### 4.2 Efecto de la rapidez de deformación

##### 4.2.1 Análisis microestructural

Se realizó el análisis metalográfico del material de llegada con el propósito de comprobar la naturaleza del material empleado en los ensayos. En las Figs. 4.1 y 4.2 se muestran las metalografías de la barra de acero AISI 1018 de 12.7 mm de diámetro, en sus cortes longitudinal y transversal, respectivamente.

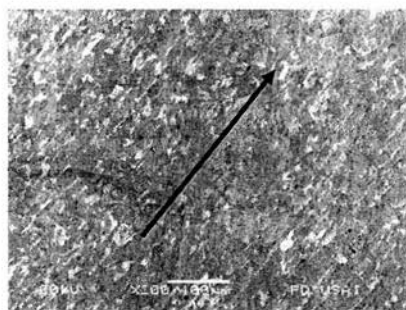
La Fig. 4.1a corresponde al corte longitudinal, muestra a la perlita (color claro) y la fase ferrita (color oscuro) en proporciones características de un acero de bajo carbono. Se



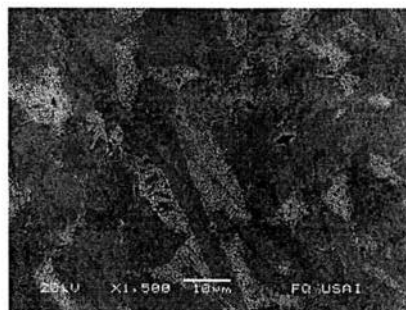
## CAPITULO IV

aprecia que los granos son alargados en la dirección del laminado, debido a la deformación que provoca el tratamiento de conformado mecánico. Esa tendencia se ilustra por medio de una flecha.

En la Fig. 4.1b se aprecia la matriz perlítica semejante a una huella digital (cuadro), debido a que la fotografía fue tomada a 1500 aumentos.



(a)



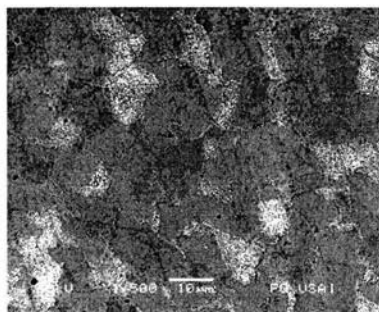
(b)

**Fig. 4.1** Microestructura del acero AISI 1018 en condición de llegada, corte longitudinal. a) 200X, b) 1500X

Con respecto al corte transversal de la barra de acero, en la Fig. 4.2a se observan granos equiaxiales, característicos de cortes transversales en barras obtenidas por medio de trabajado mecánico, también se aprecian las proporciones aparentes de ferrita (oscura) y perlita (clara) son correspondientes a las reportadas para aceros bajo carbono de alrededor de 0.16 %C a 0.2 %C [3,4]. En cuanto a las Figs. 4.2b y 4.2c se observa claramente la

## CAPITULO IV

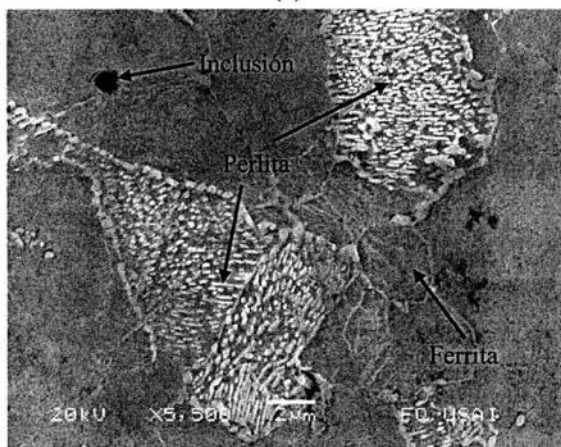
diferencia entre las dos fases presentes en el acero, mostrando a la perlita con el patrón de “huella digital” tan particular de ese microconstituyente.



(a)



(b)



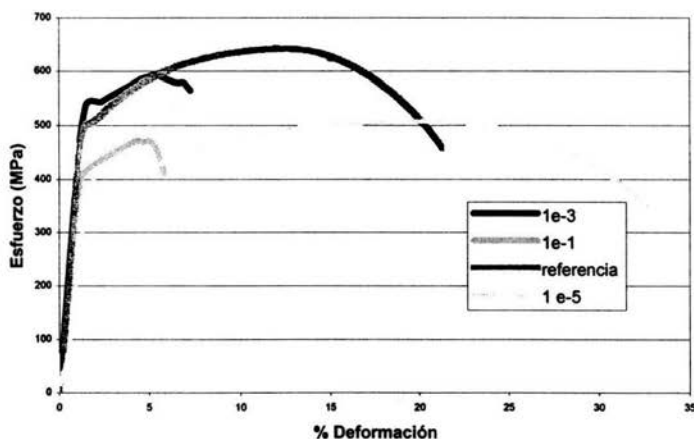
(c)

Fig. 4.2 Microestructura del acero AISI 1018 en condición de llegada, corte transversal. a) 1500X, b) 5000x, c) 5500X.

## CAPITULO IV

**4.2.2 Efecto de la rapidez de deformación sobre la fragilización por hidrógeno**

A continuación se presentan los resultados de la parte concerniente a la rapidez de deformación. En la Fig. 4.3 se muestra el efecto combinado de la rapidez de deformación y presencia de hidrógeno sobre el comportamiento mecánico del acero AISI 1018. La probeta de referencia sin hidrógeno se ensayó a una rapidez de deformación de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  y sin hidrógeno, las probetas ensayadas a  $10^{-5}$ ,  $10^{-3}$  y  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  fueron previamente cargadas con hidrógeno durante 24 horas. Se observa que con respecto a la probeta de referencia, la presencia del hidrógeno en el acero y una alta rapidez de deformación, producen una disminución tanto en la resistencia mecánica como en la ductilidad, y ese efecto sinérgico promueve la fractura inestable del acero.



**Fig. 4.3** Curvas esfuerzo deformación de la probeta referencia ( $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ), y las muestras cargadas con hidrógeno por 24 horas ( $10^{-5}$ ,  $10^{-3}$  y  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ).

Se aprecia que la probeta de referencia tiene propiedades de resistencia mucho mayores que las tres muestras fragilizadas con hidrógeno. La probeta de referencia tiene una resistencia a la tracción de alrededor de 650 MPa, mientras que las probetas ensayadas a velocidades de  $10^{-3}$  y  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  tienen resistencia a la tracción de alrededor de 600 y 480 MPa

## CAPITULO IV

respectivamente. Además, la probeta con 24 horas de cargado y ensayada a  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  presentó una elongación bastante alta, de alrededor del 32%, pero su resistencia a la tracción es la más baja (alrededor de 500 MPa). Los esfuerzos de fluencia de la probeta de referencia y la probeta ensayada a  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  son bastante similares, aproximadamente de 500 MPa. Sin embargo, se observa una diferencia bastante considerable en cuanto a la tenacidad de las probetas, siendo las muestras de referencia y la ensayada a  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  las más tenaces con un área bajo la curva mayor que las dos probetas restantes.

#### 4.2.3 Propiedades de resistencia mecánica

A continuación se presentan las comparaciones entre las propiedades de resistencia mecánica de las cuatro muestras. En la Fig. 4.4 se presentan los parámetros esfuerzo de fluencia  $\sigma_0$ , resistencia a la tracción  $\sigma_t$  y esfuerzo de fractura  $\sigma_f$ , los valores obtenidos fueron leídos directamente de los diagramas esfuerzo-deformación correspondientes.

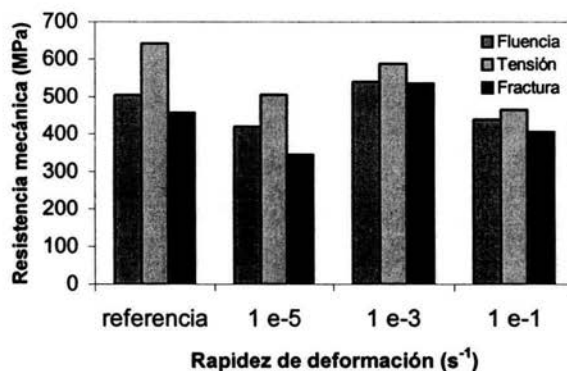


Fig. 4.4 Efecto de la rapidez de deformación sobre las propiedades de resistencia mecánica

En el gráfico se nota la disminución en las propiedades de resistencia mecánica del acero a medida que la rapidez de deformación aumenta. Sin embargo, las propiedades de

## CAPITULO IV

---

---

resistencia mecánica de la probeta ensayada a  $10^{-5}$  se vieron bastante deterioradas. De acuerdo con los resultados anteriores, al incrementar la rapidez de deformación y en presencia de hidrógeno en el acero, se requiere de una magnitud de carga estática cada vez menor para hacer ceder y finalmente fracturar al acero.

### 4.2.4 Propiedades de ductilidad

Unos de los principales parámetros que caracterizan la ductilidad de un material son el porcentaje de elongación que alcanza antes de fracturarse y el porcentaje de reducción de área de su sección transversal. Una elongación y reducción de área considerables son características de un material dúctil. Por el contrario, si el material presenta una elongación muy pequeña y una reducción de área casi nula se está hablando de un material poco dúctil, o en algunos casos, de un material frágil. Tales parámetros se calculan con las ecuaciones (4.1) y (4.2) respectivamente.

$$\% \text{ elongación} = \frac{l_f - l_0}{l_0} * 100 \quad (4.1)$$

Donde  $l_f$  es la longitud característica final de la probeta fracturada y  $l_0$  la longitud característica de referencia de la probeta antes del ensayo de tensión.

La ecuación (4.2) muestra la expresión para calcular el porcentaje de reducción de área.

$$\% \text{ reducción de área} = \frac{A_0 - A_f}{A_0} * 100 \quad (4.2)$$

## CAPITULO IV

En la Fig. 4.5 se muestra el efecto de la rapidez de deformación e hidrógeno en el acero sobre las tres propiedades de ductilidad.

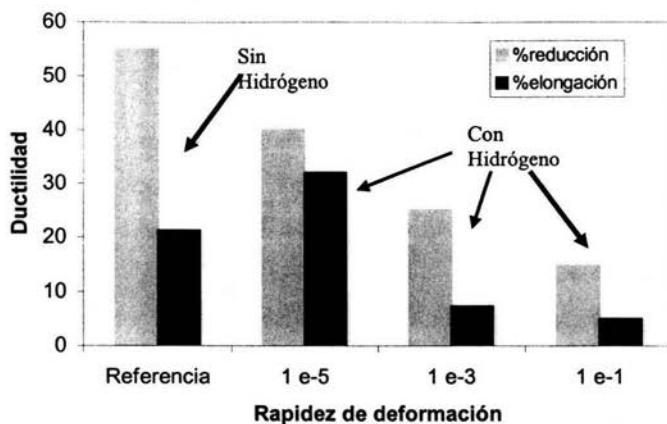


Fig. 4.5 Efecto de la rapidez de deformación e hidrógeno en el acero sobre la ductilidad

Se observa la tendencia de deterioro de las propiedades de ductilidad. La probeta de referencia, ensayada a una rapidez de deformación de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  muestra una superioridad notable con respecto a las propiedades de las probetas fragilizadas con hidrógeno, excepto con la probeta fragilizada y ensayada a  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , la cual presenta una elongación mayor. En cuanto a la variación de la rapidez de deformación de  $10^{-3}$  a  $10^{-1}$  en las dos muestras fragilizadas con hidrógeno, se exhibe un deterioro aún mayor de la ductilidad cuando la rapidez de deformación se incrementa.

## CAPITULO IV

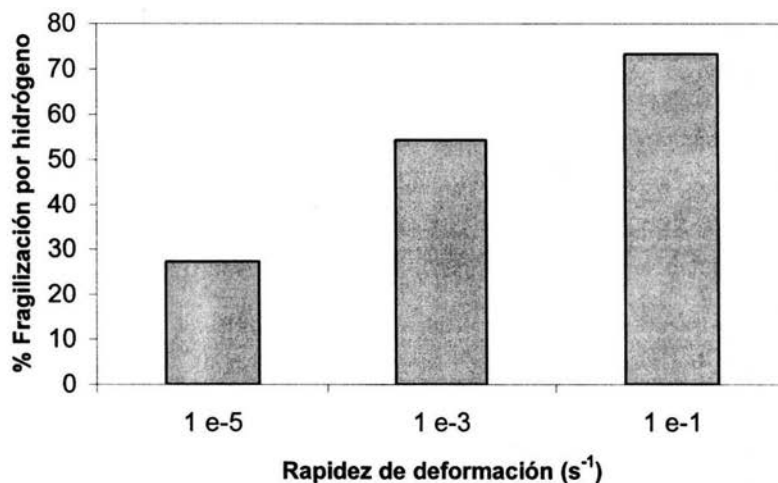
**4.2.5 Grado de Fragilización por Hidrógeno**

Es posible cuantificar el grado o índice de fragilización por hidrógeno (%FH) en muestras que han sido expuestas a ambientes que generan el hidrógeno. La expresión comúnmente utilizada es:

$$\%FH = \frac{RA_{SH} - RA_{CH}}{RA_{SH}} * 100 \quad (4.3)$$

Donde  $RA_{SH}$  se refiere a la reducción de área de la muestra sin hidrógeno (testigo) y  $RA_{CH}$  es la reducción de área de la probeta que fue sometida al cargado catódico.

En la Fig. 4.6 se muestran los porcentajes de fragilización por hidrógeno de las tres muestras sometidas al cargado catódico.



**Fig. 4.6** Efecto de la rapidez de deformación sobre el grado de fragilización por hidrógeno

## CAPITULO IV

---

---

La gráfica presentada muestra claramente que la rapidez de deformación es una variable fundamental en el fenómeno de la fragilización por hidrógeno. Se aprecia el aumento del grado de fragilización por hidrógeno cuando la rapidez de deformación incrementa de  $10^{-5}$  a  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . La magnitud de la fragilización se eleva de 28% al 75% aproximadamente, lo cual ilustra la importancia de la rapidez de deformación. Por lo tanto, cuando las piezas expuestas al hidrógeno son sometidas a carga aplicada, las más susceptibles a la fragilización debida al hidrógeno, deterioro de propiedades y a la falla serán aquellas que presenten una rapidez de deformación mayor.

### 4.2.6 Topografías de la superficie de fractura

En ésta sección se presentan las topografías de la superficie de fractura obtenidas por medio del análisis en el microscopio de barrido de electrones. Esas características se muestran en la Fig. 4.7.

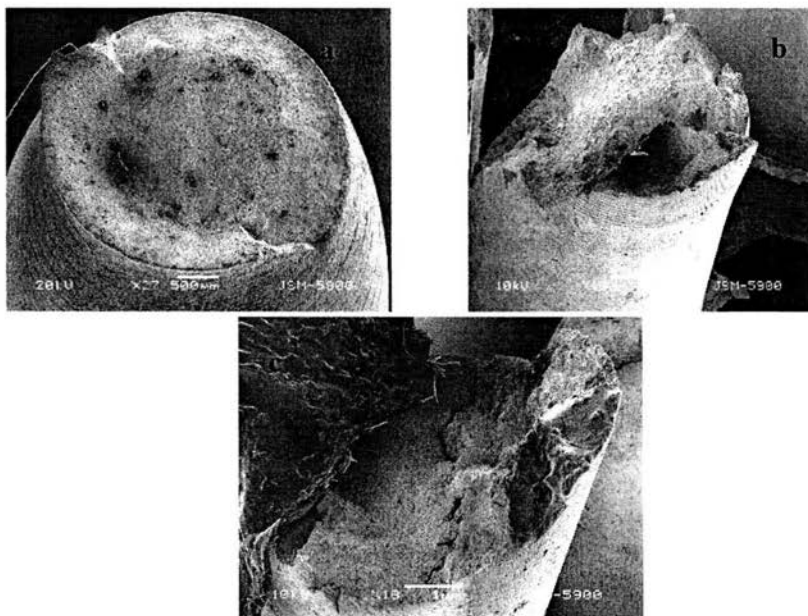


Fig. 4.7 Microfotografías de MEB de la superficie de fractura el acero AISI 1018.



## CAPITULO IV

---

---

La información de la superficie de fractura proporciona una evidencia más, del efecto del hidrógeno en probetas sometidas a diferente rapidez de deformación. En 4.7(a) se presenta la imagen correspondiente a la probeta de referencia ensayada a una rapidez de deformación de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , la 4.7b corresponde a la probeta con hidrógeno ensayada a  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , y la 4.7c es de la probeta con hidrógeno ensayada a  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ .

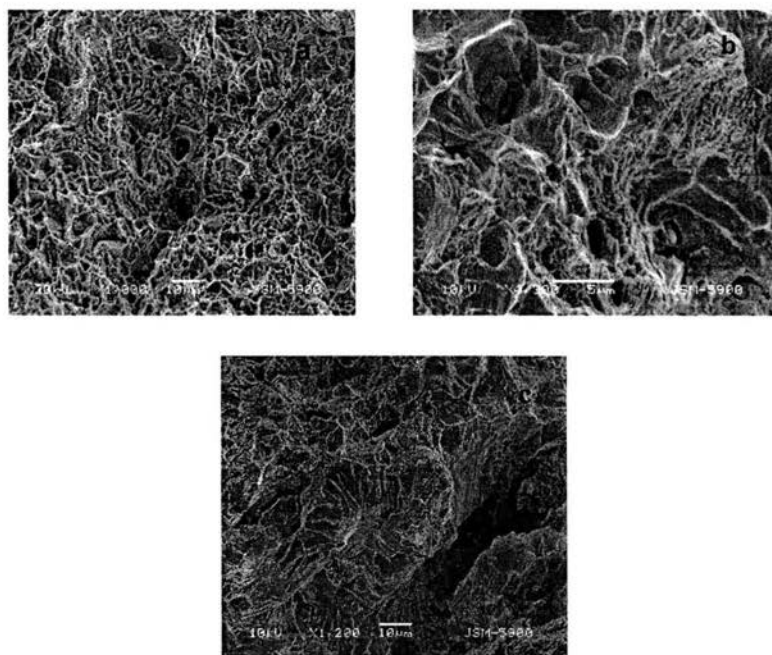
Se observa que a medida que incrementa la rapidez de deformación, disminuye la reducción de área.

Es notable la formación de cuello o estricción en la probeta testigo (4.7a), a simple vista se aprecia una reducción de área considerable, la cual es alrededor de 25% (Fig. 4.5). Además la fractura luce bastante dúctil debido a la formación de la media copa y la apariencia opaca de la superficie de falla. En cuanto a las dos probetas restantes se nota una evolución bastante clara de fractura dúctil a frágil. En la Fig. 4.7b la cual corresponde a la muestra que fue ensayada a  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  se observa ya un patrón de desgarramiento con formación de grietas secundarias en los bordes de la probeta, todo esto acompañado de una reducción de área significativamente menor que en el caso anterior, la reducción de área es de alrededor de un 15% (Fig. 4.5). En cuanto a la probeta ensayada a  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  es evidente la presencia de una fractura frágil, la reducción de área es de menos del 5% (Fig. 4.5), en la superficie de fractura se aprecian un par de planos de falla de apariencia brillante, lo cual es característico de la fractura frágil y se aprecian varias grietas tanto en la superficie de fractura como en el perímetro de la falla.

Las microfotografías obtenidas a partir del análisis con el MEB se muestran en la Fig. 4.8. La Fig. 4.8a, correspondiente a la probeta ensayada  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  muestra coalescencia de poros con sus bordes bien definidos, tal comportamiento corresponde a piezas que sufren una deformación plástica significativa dando lugar a la formación de microporos en la dirección de la deformación de la pieza. Las superficies de fractura que exhiben este tipo de comportamiento son evidencia de un comportamiento dúctil en el material. En cambio, en

## CAPITULO IV

la Fig. 4.8b correspondiente a la probeta ensayada a  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  se observa una tendencia completamente diferente, los bordes de los microporos están bastante distorsionados y se observan planos de propagación de grieta intergranular, es decir, a lo largo de las fronteras de grano, con una combinación de pequeñas zonas características del cuasiclivaje (patrón de río), lo cual corresponde a una factura de naturaleza frágil. Tal tendencia se aprecia aún más claramente en la Fig. 4.8c, incluso se observa al posible origen de propagación de fractura frágil en forma de roseta y en su entorno se notan patrones de río bastante marcados, los cuales evidencian la escasa deformación plástica presentada por la probeta mencionada, ese mecanismo de fractura se asocia con el cuasiclivaje.



**Fig. 4.8** Microfractografías de MEB a) Probeta de referencia b) Probeta con hidrógeno ensayada a  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  c) Probeta con hidrógeno ensayada a  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$

## CAPITULO IV

---

---

### 4.3 Efecto del tiempo de exposición

A continuación se analiza la influencia del tiempo de exposición de las probetas al cargado catódico. Al igual que en la sección anterior, se presentan los resultados promedio de los dos ensayos. Los resultados están agrupados en dos partes. Cada una de éstas presenta una tendencia ligeramente definida. Primero se comparan las propiedades mecánicas y de fractura de las probetas testigo con las muestras sometidas a 2.5, 5, 10 y 24 horas de cargado catódico. Posteriormente la testigo se compara con las muestras sometidas por 7.5 y 24 horas de cargado catódico. La comparación se realizó de esa forma debido a las tendencias obtenidas en los resultados. Todos los ensayos se realizaron a una rapidez de deformación de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

#### 4.3.1 Caracterización del material de llegada

Los resultados del análisis microestructural del material de llegada se presentan en las Figs. 4.9 y 4.10. El material de llegada fue barra de acero AISI 1018, al cual se le realizó una metalografía que muestra una microestructura perlítica bandeada con una dirección que es paralela a la dirección a la cual se llevó a cabo el proceso de laminado en frío, esta perlita se encuentra en una matriz ferrítica con granos homogéneos y con un tamaño de 5 ASTM.



**Fig. 4.9** Corte longitudinal del material de llegada. Se observan los granos de ferrita alargados y perlita bandeada debido al laminado en frío (300X)

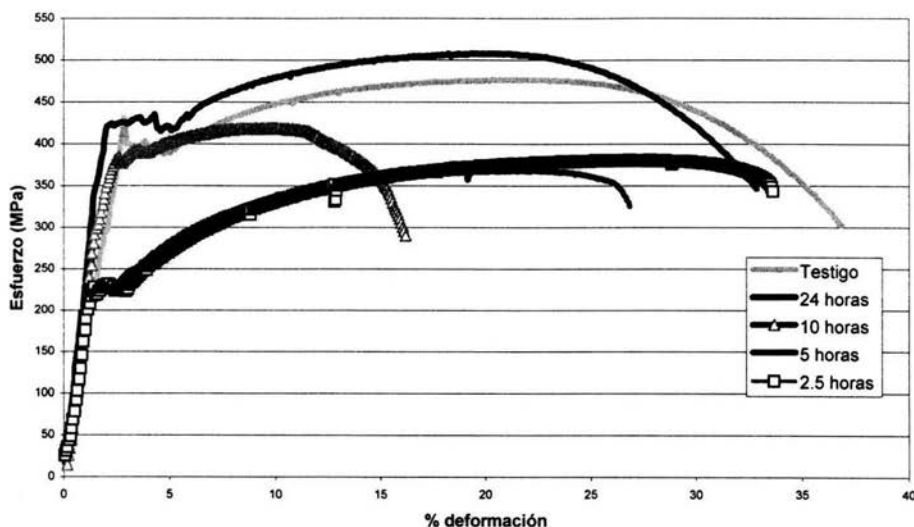
La Fig. 4.10 presenta el corte transversal del material de llegada, es característica la presencia de granos equiaxiales en la dirección perpendicular al laminado.



**Fig. 4.10** Corte transversal del material de llegada. La imagen muestra granos equiaxiales (300X)

#### **4.3.2 Efecto del tiempo de cargado catódico sobre el diagrama esfuerzo-deformación**

En la Fig. 4.11 se muestra las gráficas esfuerzo-deformación de las probetas ensayadas. Se observa una tendencia de disminución del porcentaje de deformación a medida que incrementa el tiempo de cargado catódico, sin embargo, la probeta con 24 horas de cargado catódico presenta un área bajo la curva bastante mayor a las demás probetas, lo cual hace pensar que el material no es el mismo, o que el cargado catódico no fue eficiente pues la curva presenta cierta similitud con la probeta testigo. Las muestras que sí presentan un área bajo la curva bastante reducida son las probetas con 2.5, 5 y 10 horas de cargado catódico. En estos casos, el cargado con hidrógeno aminoró notablemente la tenacidad y la elongación de las muestras implicadas.



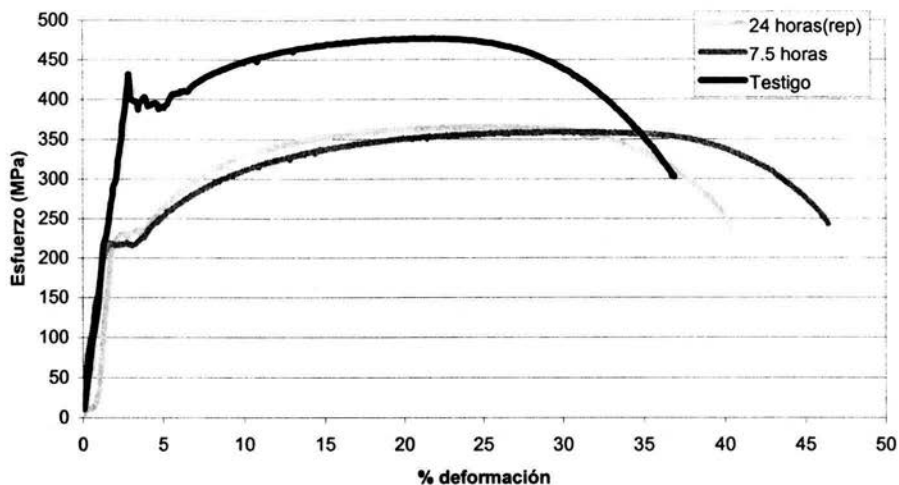
**Fig. 4.11** Curvas esfuerzo-deformación de las probetas testigo, 2.5, 5, 10 y 24 horas de cargado catódico

En la Fig. 4.11 se aprecian los siguientes comportamientos: Se observa claramente que la probeta con 24 horas de cargado posee las mejores propiedades de resistencia mecánica con una resistencia a la tracción de más de 500 MPa. Se observa también que la probeta testigo es la que presenta una mayor elongación, lo cual es representativo de materiales bastante dúctiles, sin embargo, sus propiedades de resistencia son menores que las de la probeta con 24 horas de cargado, su resistencia a la tracción es de 470 MPa aproximadamente y su esfuerzo de fluencia es alrededor de 400 MPa.

En cuanto a la muestra con 10 horas de cargado, se observa que es la que presentó la menor deformación, la cual fue aproximadamente un 20%. Sin embargo, su resistencia a la tracción es aproximadamente 80 MPa mayor que la de las probetas con 2.5 y 5 horas de cargado catódico.

## CAPITULO IV

En la Fig. 4.12 se comparan las curvas de las probetas restantes. En cuanto a la probeta de 24 horas de cargado, se encuentra una disminución evidente de propiedades con respecto a la probeta testigo.



**Fig. 4.12** Curvas esfuerzo-deformación de las probetas testigo, 7.5 y 24 horas de cargado

En este lote de ensayos, las propiedades de la probeta con 24 horas de cargado son menores a las de la probeta testigo. Su resistencia a la tracción es muy similar a la de la probeta con 7.5 horas de cargado y tiene un valor aproximado de 360 MPa, menor que la probeta de 24 horas anterior, la cual tiene una resistencia a la tracción de alrededor de 500 MPa.

Sólo es apreciable la reducción en las propiedades de resistencia mecánica de las probetas de 7.5 y 24 horas de cargado, con respecto a la probeta testigo. En cuanto al porcentaje de elongación, se nota que éste es aún mayor que el de la probeta testigo en los dos casos. Este parámetro supera el 40% en ambos casos.

## CAPITULO IV

No es posible apreciar una tendencia suficientemente clara en cuanto a las curvas presentadas, por lo tanto la discusión será complementada en las siguientes secciones en donde se comparan directamente las propiedades de resistencia mecánica y las de ductilidad, además del índice de fragilización por hidrógeno.

Debido a la ausencia de una relación o tendencia entre las curvas obtenidas, fue necesario realizar un análisis microestructural de cada una de las muestras implicadas. Los resultados de éste análisis se presentan en la última sección del presente capítulo.

### 4.3.3 Propiedades de resistencia mecánica

A continuación se presentan las propiedades de resistencia mecánica del primer grupo de probetas analizadas. Los resultados se presentan en la Fig. 4.13.

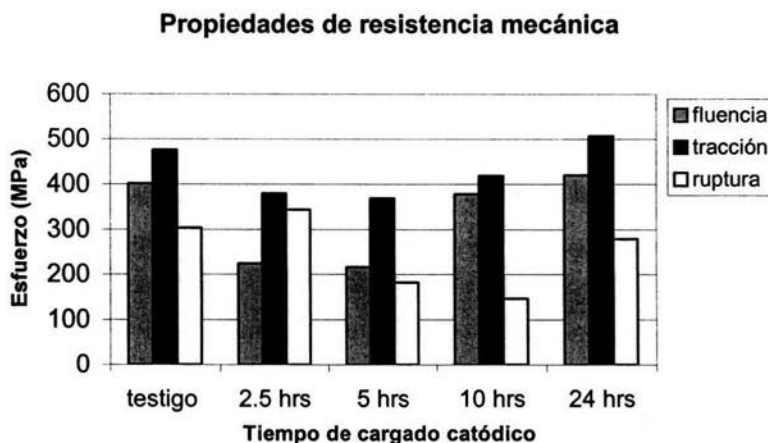
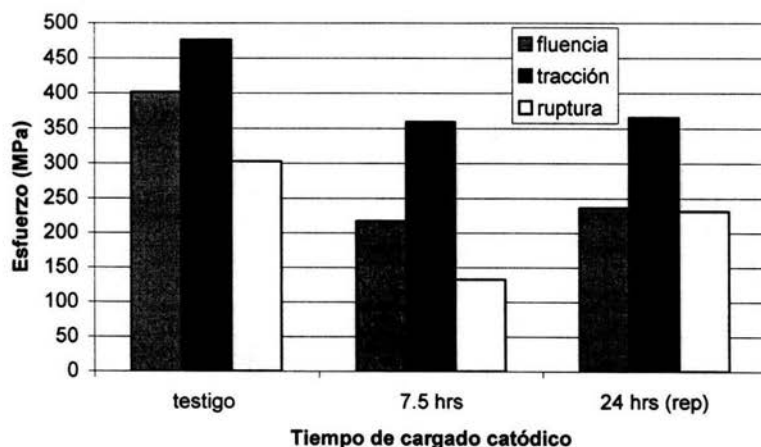


Fig. 4.13 Propiedades de resistencia mecánica de las probetas testigo, 2.5, 5, 10 y 24 horas de cargado catódico.

## CAPITULO IV

Se observa que las propiedades de las probetas con 24 horas cargado son las mayores en la gráfica, la resistencia a la tracción de la probeta de 24 horas de cargado es cerca de 500 MPa, aproximadamente 50 MPa más que la probeta testigo. Lo anterior creó conflictos en cuanto a los resultados, por tanto se repitieron los ensayos para tales probetas. En la repetición de la probeta con 24 horas de cargado, las propiedades decrecen considerablemente con respecto a la muestra testigo. Tal tendencia se aprecia en la Fig. 4.14. donde todas las muestras sometidas a cargado catódico presentan una resistencia a la tracción similar, con un valor comprendido entre 350 y 400 MPa. Es excepción la primera probeta con 24 horas de cargado (Fig. 4.13) con una resistencia a la tracción de más de 500 MPa, tal como se había mencionado.



**Fig. 4.14** Propiedades de resistencia mecánica de las probetas testigo, 7.5 y 24 horas de cargado catódico

En cuanto a los esfuerzos de fluencia, las probetas sometidas a 2.5, 5 y 7.5 hrs. de cargado son las que presentan el valor más bajo de ésta propiedad con alrededor de 200 MPa, la repetición de la probeta con 24 horas de cargado también tienen un similar esfuerzo de fluencia.



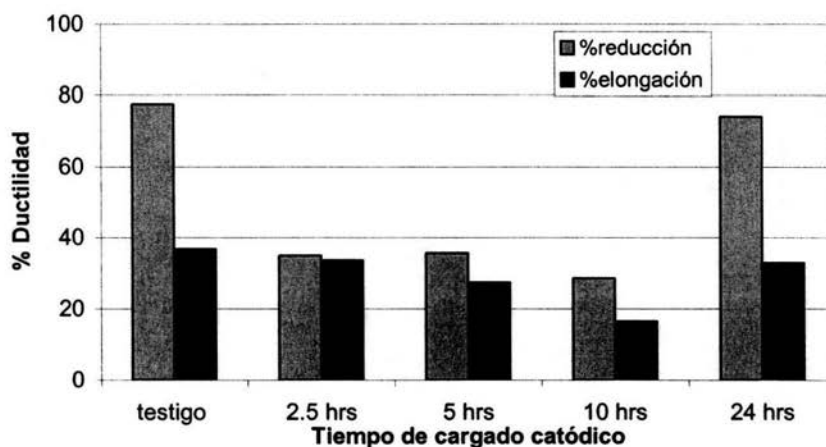
## CAPITULO IV

**4.3.4 Propiedades de ductilidad**

En la sección 4.2.4 se describen los parámetros que evidencian la ductilidad de un material. Tales parámetros son el porcentaje de elongación que se alcanza a sufrir antes de la fractura y el porcentaje de reducción de área de su sección transversal. Las ecuaciones para calcular éstos factores son las ecuaciones 4.1 y 4.2 respectivamente.

A continuación se presentan las propiedades de ductilidad de las especies sometidas a distintos tiempos de cargado catódico.

En la Fig. 4.15 se aprecia claramente que las probetas más deterioradas en cuanto a su ductilidad son las de 2.5, 5 y 10 horas de cargado. Tales probetas también presentaron un deterioro considerable en sus propiedades de resistencia mecánica.



**Fig. 4.15** Propiedades de ductilidad de las probetas testigo, 2.5, 5, 10 y 24 horas de cargado catódico

La probeta testigo, la de 7.5 y 24 horas de cargado, presentan propiedades de ductilidad bastante similares con casi un 80% de reducción de área (Fig. 4.16).

## CAPITULO IV

Las probetas de 7.5 horas de cargado muestran un contraste entre sus propiedades de resistencia mecánica y las de ductilidad. Tales muestras presentaron propiedades de resistencia mecánica bastante bajas, pero una ductilidad considerable con una reducción de área cercana al 80% y un porcentaje de elongación cercano al 50%.

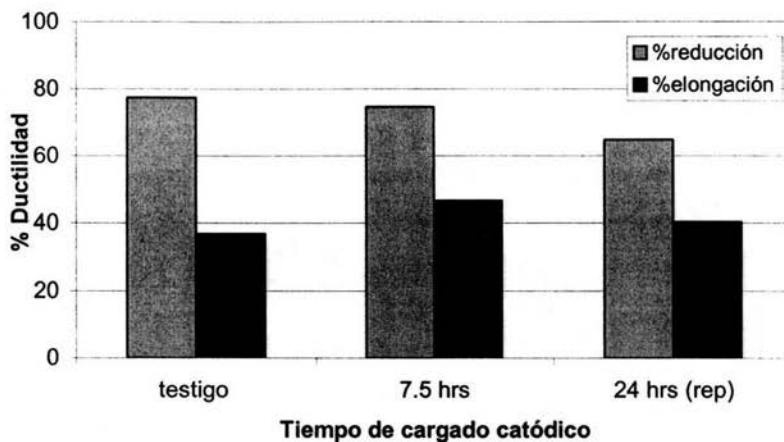


Fig. 4.16 Propiedades de ductilidad de las probetas experimentales sometidas a tiempos variables de cargado catódico

Sin duda, las especies con un mejor conjunto de propiedades son las probetas testigo. Con respecto a las muestras que contienen hidrógeno, mostrando mejores propiedades tanto de resistencia como de ductilidad.

Sin mostrar una tendencia definida, los especímenes conteniendo hidrógeno presentan deterioro notable ya sea en su ductilidad o en su tenacidad.

## CAPITULO IV

## 4.3.5 Fragilización por hidrógeno

La expresión para cuantificar el índice de fragilización por hidrógeno está dada en la ecuación 4.3. La Fig. 4.17 presenta las gráficas correspondientes a éste parámetro. En conjunto, la muestra con un mayor índice de fragilización por hidrógeno es la correspondiente a 10 horas de cargado catódico, con un porcentaje de fragilización de cerca del 70%. Está seguida de las probetas con 2.5 y 5 horas de cargado, con valores de índice de fragilización de cerca del 60%

Las probetas con un índice de fragilización bastante bajos son las correspondientes a 7.5 y 24 horas con un porcentaje apenas del 5%. En cuanto a la repetición de las probetas de 24 horas se encontró un índice cercano al 20%.

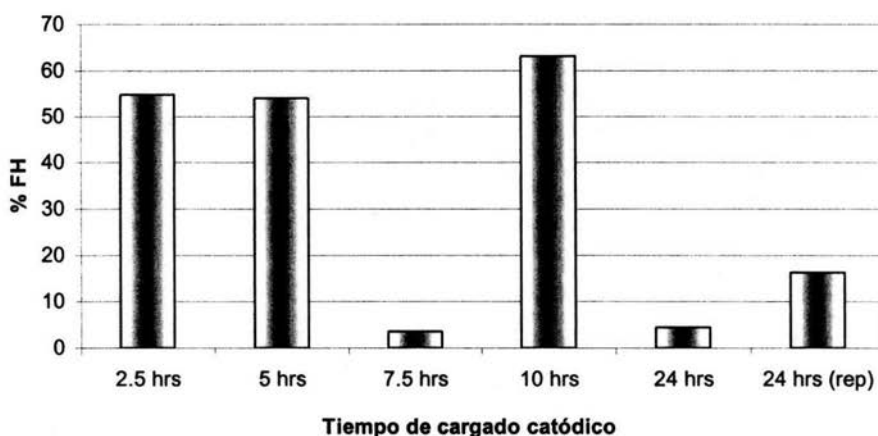


Fig. 4.17 Fragilización por hidrógeno de los dos grupos de probetas experimentales

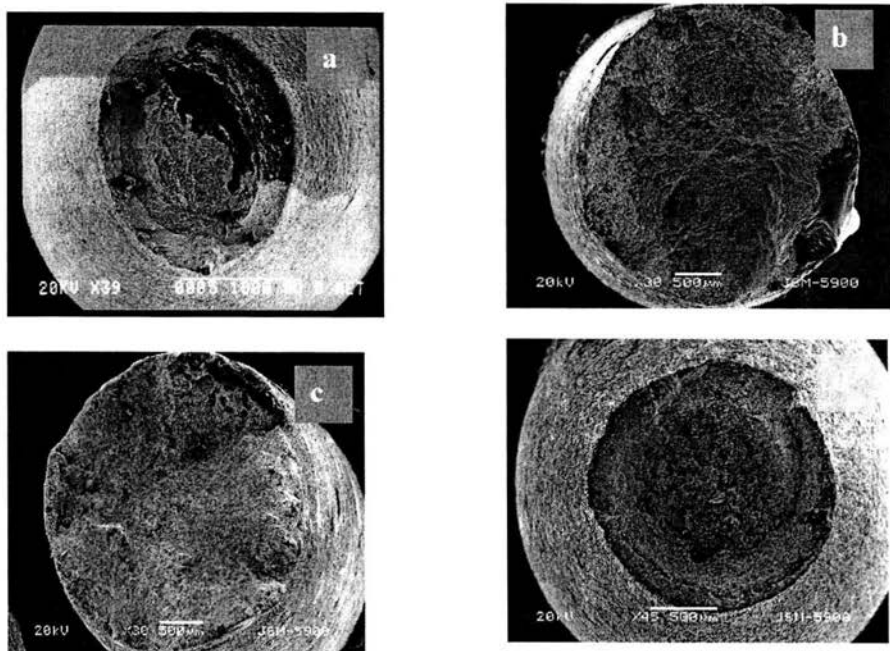
Al igual que en la comparación de propiedades mecánicas, en lo que se refiere a la fragilización por hidrógeno, tampoco se observa una tendencia marcada en el comportamiento de las probetas.

El análisis fractográfico y microestructural nos proporcionarán un panorama más amplio del porqué de la disposición de los resultados.

## CAPITULO IV

## 4.3.6 Superficies de fractura

En la presente sección se comparan las distintas superficies de fractura de las muestras experimentales. Debido a que éstos resultados no pueden promediarse, se presentan los resultados de los dos ensayos. La Fig. 4.18 presenta las superficies de fractura de las muestras "A". La probeta testigo presenta una considerable reducción de área (Fig. 4.18a), lo cual indica una alta ductilidad (Fig. 4.15 y 4.16). También se aprecia la zona oscura de iniciación de grieta rodeada de una superficie opaca de fractura, lo cual refuerza el comportamiento dúctil. A diferencia de la probeta testigo, las muestras con 2.5 y 5 horas de cargado (Figs. 4.18b y 4.18c respectivamente), presentan una baja reducción de área y una superficie casi plana. También se observan zonas de grietas secundarias en el perímetro de los dos probetas, lo cual es una evidencia de la fragilización por hidrógeno.

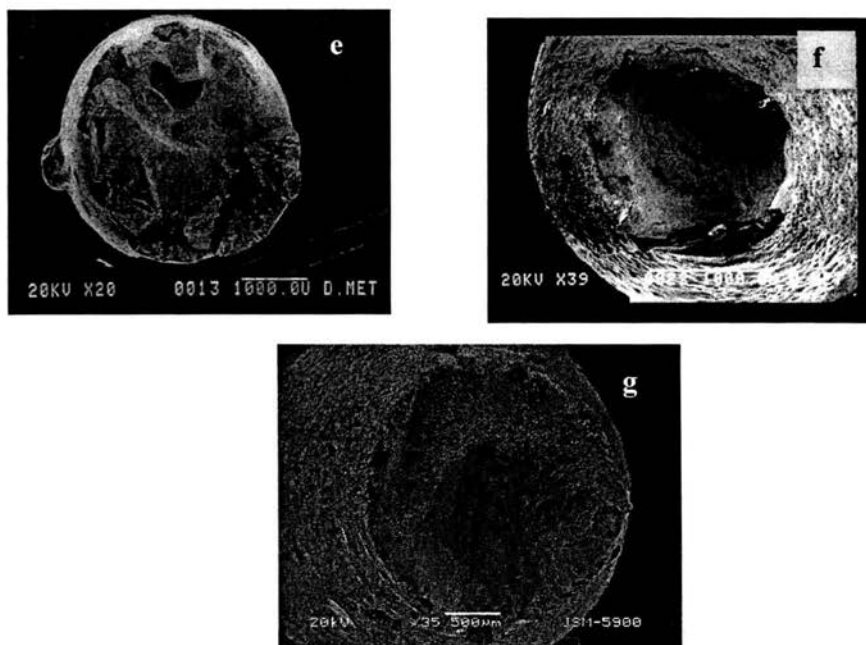


**Fig. 4.18** Superficies de fractura de las probetas "A". a) Probeta testigo 2. b) Probeta con 2.5 hrs. de cargado. c) Probeta con 5 hrs. de cargado. d) Probeta con 7.5 hrs. de cargado

## CAPITULO IV

También la probeta con 7.5 horas de cargado presenta una reducción de área considerable; Fig. 4.18d. Sin embargo la superficie no tiene apariencia fibrosa como en la probeta testigo, lo cual indica que no se trata de una fractura del todo dúctil. Es cierto que la probeta mencionada tiene una gran ductilidad (Fig. 4.16), pero sus propiedades de resistencia mecánica son menores en comparación con la probeta testigo (Fig. 4.14).

En la Fig. 4.19 se aprecia las topografías restantes de fractura de las probetas correspondientes a los ensayos "A". La probeta con 10 horas de cargado catódico presenta una reducción de área casi imperceptible, lo cual implica una fragilización por hidrógeno bastante alta (Fig. 4.17). También se nota la presencia de grietas secundarias y planos de propagación de fractura frágil.



**Fig. 4.19** Superficies de fractura de las probetas "A". e) Probeta con 10 horas de cargado, f) Probeta con 24 horas de cargado, g) Repetición de la probeta con 24 horas de cargado

## CAPITULO IV

---

---

Ambas probetas sometidas 24 horas al hidrógeno electrolítico exhiben reducciones considerables de sus secciones transversales, pero sus topografías son diferentes. La primera probeta (Fig. 4.19f) formó la media copa característica de la fractura dúctil, lo cual no ocurre con la repetición de este ensayo (Fig. 4.19g), donde se presenta una fractura de apariencia plana y con regiones brillantes, lo cual es una tendencia pertinente a muestras con comportamiento frágil.

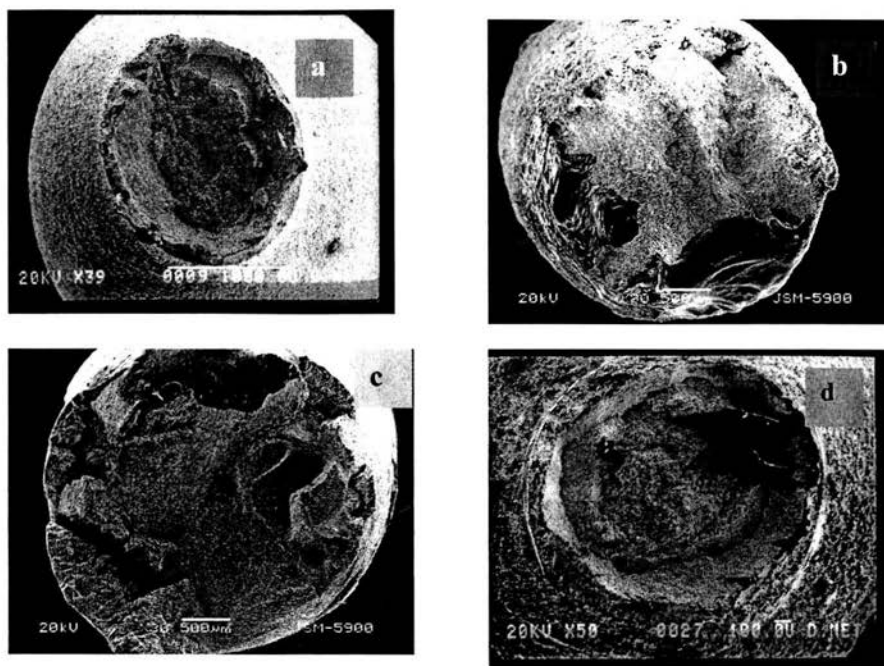
Las afirmaciones del párrafo anterior reiteran las diferencias entre las probetas de 24 horas de cargado. El ensayo de repetición muestra comportamientos más relacionados con la fragilización por hidrógeno, tales como el cambio en el modo de fractura y la reducción de las propiedades de resistencia mecánica.

La Fig. 4.20 presenta las superficies de fractura de las muestras testigo 3, y las sometidas a 5, 10 y 24 horas de cargado catódico. Las muestras pertenecen a los ensayos "B". Las probetas faltantes de 2.5, 7 y 24 horas (repetición) se omiten por su similitud con el ensayo "A".

En la ilustración se aprecia la reducción de área considerable en las probetas testigo 3 y en la muestra expuesta 24 horas al hidrógeno, Figs. 4.20a y 4.20d respectivamente. La apariencia de la primera es fibrosa en su mayoría, a diferencia de la segunda, que muestra zonas de desgarramiento, patrón característico de propagación de fractura frágil. Sin embargo, la probeta con 24 horas de cargado supera en todas sus propiedades de resistencia mecánica a la probeta testigo (Fig. 4.13), lo cual resulta incoherente. Tal tendencia se invierte si comparamos la probeta testigo con la repetición al ensayo de 24 horas de cargado. En éste caso la probeta testigo supera en propiedades a la repetición del ensayo.

Con respecto a las muestras con 5 y 10 horas de cargado, Figs. 4.20b y 4.20c respectivamente, se encontró una reducción de área muy pequeña, lo cual implicó un índice de fragilización por hidrógeno bastante alto (Fig. 4.17). También sus propiedades mecánicas y de ductilidad se vieron bastante deterioradas.

## CAPITULO IV



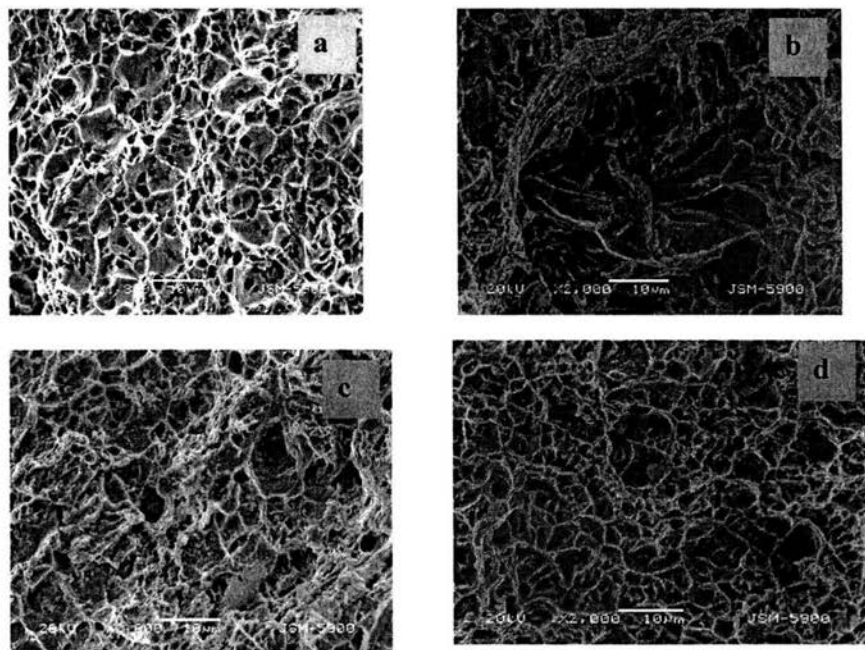
**Fig. 4.20** Superficies de fractura de las probetas correspondientes a los ensayos “B”. a) Probeta testigo 3. b) Probeta con 5 horas de cargado catódico. c) Probeta con 10 horas de cargado. d) Probeta con 24 horas de cargado

## CAPITULO IV

**4.3.7 Fractografías**

Las fractografías de las probetas experimentales, exhiben a escala microscópica el comportamiento de la fractura de cada material. A continuación se presentan los análisis fractográficos de ambos grupos de probetas.

La coalescencia de poros está presente en la probeta testigo 2 y en la probeta sometida a 7.5 horas de cargado catódico (Figs. 4.21a y 4.21c) respectivamente. En ambos casos, los bordes de los microporos se ven bien definidos, lo cual ocurre cuando la deformación plástica es muy alta. Tal afirmación se asegura si recordamos que la probeta testigo y la sometida a 7.5 horas de cargado fueron las que presentaron mayores propiedades de ductilidad (Fig. 4.16).



**Fig. 4.21** Fractografías de las muestras experimentales “A”. a) Probeta testigo 2. b) Probeta con 2.5 hrs. de cargado catódico, c) Probeta con 5 hrs. de cargado catódico, d) Probeta con 7.5 hrs. de cargado catódico



## CAPITULO IV

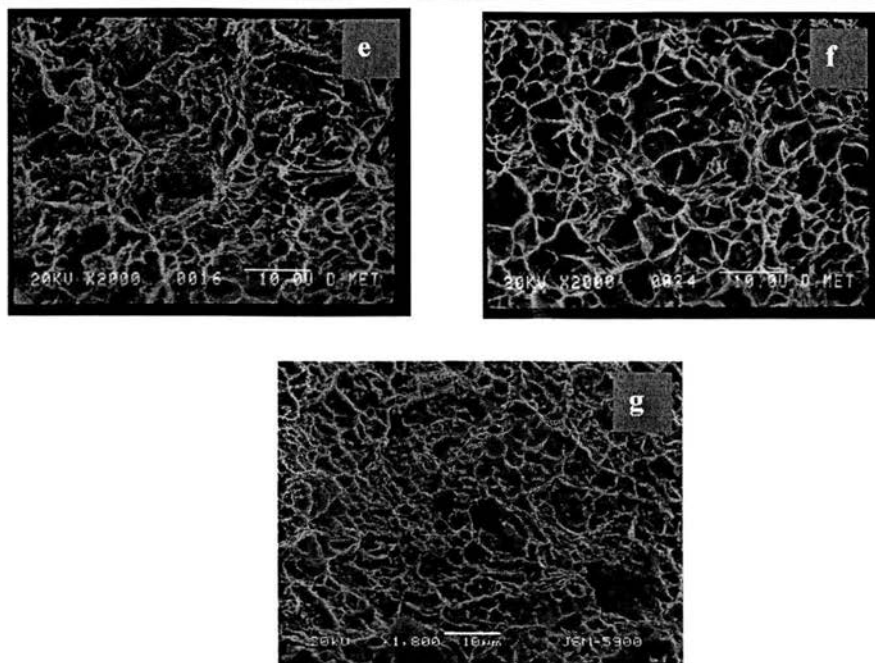
---

---

En cambio, la probeta correspondiente a 2.5 horas de cargado (Fig. 4.21b) muestra un notable comportamiento frágil. Se observan patrones de río bien definido, y hay ausencia de microporos con bordes delimitados. En el centro de la imagen se observa un posible origen de grieta debido a una inclusión o impureza en el material. La propagación de la falla ocurre por medio de clivaje transgranular, es decir, a través de los granos. La fractografía de la Fig. 4.21c, correspondiente a la probeta con 5 horas de cargado, muestra cuasiclivaje en su topografía de fractura, se observan bordes de microporos bastante distorsionados debidos a la escasa deformación plástica, y pequeñas zonas con patrón de río.

La Fig. 4.22 presenta las fractografías restantes de los ensayos "A". En ella se aprecia claramente la tendencia de las dos probetas con 24 horas de cargado catódico a formar microporos representativos de la fractura dúctil. Es cierto que se encuentran ligeramente deformados debido a un flujo plástico. Sin embargo éste no es tan considerable como el observado en la probeta testigo 2 o en la probeta con 7.5 horas de cargado. Sólo en la probeta réplica se observan ligeras tendencias al cuasiclivaje en la zona central y derecha de la ilustración.

## CAPITULO IV

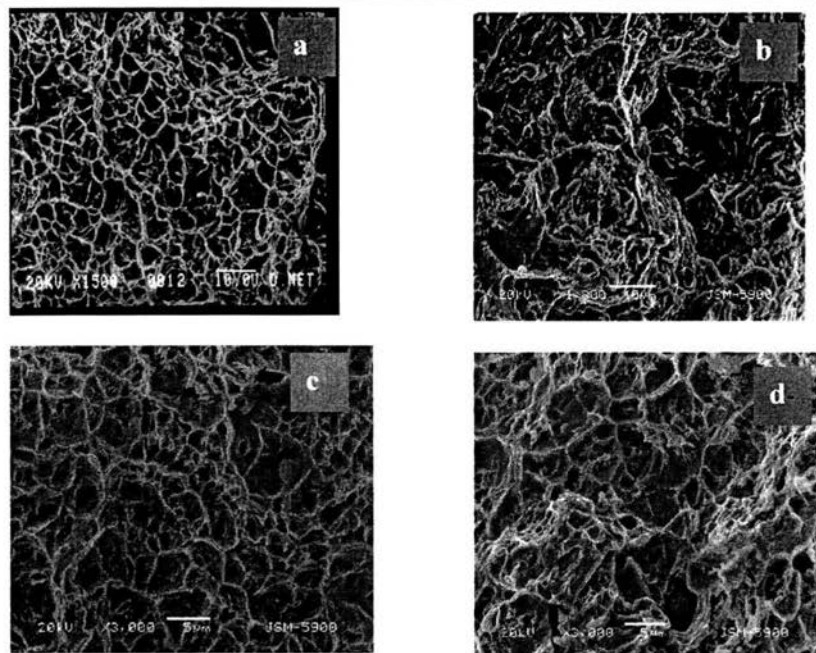


**Fig. 4.22** Topografía de fractura de las probetas “A”. e) Probeta con 10 horas de cargado catódico, f) Probeta con 24 horas de cargado catódico. g) Repetición de la probeta con 24 horas de cargado catódico

La Fig. 4.22e resulta muy interesante. En la parte superior de ésta se aprecia nítidamente el clivaje transgranular. Se observa como la propagación de la falla partió prácticamente a la mitad a los cristales del material. Es importante recordar que la probeta con 10 horas de cargado es de las que exhibe un deterioro bastante alto en sus propiedades mecánicas.

En lo que se refiere a fractografías, el grupo “B” de probetas mostró comportamientos similares a los ensayos “A”. La probeta testigo 3 y la probeta con 7.5 horas de cargado presentan coalescencia de poros en sus respectivas fractografías (Figs. 4.23a y 4.23d). Nuevamente se presentan los microporos con los bordes bien definidos, evidenciando una deformación plástica bastante alta.

## CAPITULO IV



**Fig. 4.23** Fractografías de las muestras experimentales “B”. a) Probeta testigo 2, b) Probeta con 2.5 hrs. de cargado catódico, c) Probeta con 5 hrs. de cargado catódico, d) Probeta con 7.5 hrs. de cargado catódico

Una vez más la probeta expuesta al hidrógeno durante 2.5 horas presenta el modo de fractura más frágil. El patrón que presenta en la Fig. 4.23b es clivaje transgranular. En la ilustración se notan los límites de grano del material y cómo éstos están “arrancados” formando el patrón de río de la fractura frágil. Lo anterior debido a la escasa deformación plástica presentada por el material.

La muestra con 5 horas de cargado catódico, Fig. 4.23c, no presenta un comportamiento homogéneo. Se observan bordes de poros definidos pero con una deformación considerable. También se nota una inclusión, la cual puede ser el origen de una grieta, ya que en su entorno hay zonas de cuasiclivaje.

## CAPITULO IV

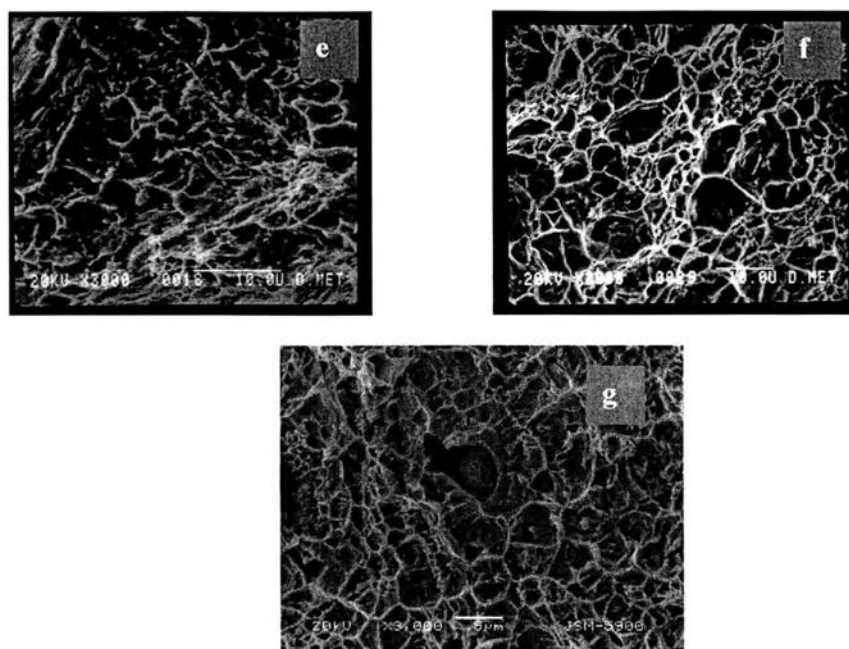
---

---

Al parecer las muestras expuestas 24 horas al hidrógeno se comportan dúctilmente. De nueva cuenta tales piezas tienen suficiente deformación plástica como para nuclear poros y presentar la coalescencia. Aún con la presencia de una inclusión existe deformación plástica en el entorno de ésta (Fig. 4.24g).

La Fig. 4.24e, correspondiente a 10 horas de exposición, muestra nuevamente la propagación de falla por medio de clivaje transgranular. Junto con la probeta de 2.5 horas de cargado, éstas son las muestras que presentan un modo de fractura más frágil y un deterioro considerable en sus propiedades de resistencia y ductilidad.

Las probetas correspondientes a 2.5, 5 y 10 horas de cargado catódico son las que presentan un deterioro mayor tanto en sus propiedades mecánicas como en las de ductilidad. También son las que tienen un mayor índice de fragilización. Todo esto en conjunto, proporciona una evidencia clara de que estas muestras fueron seriamente fragilizadas. Las superficies de fractura y fractografías reiteran el comportamiento frágil de tales muestras debido a la presencia del hidrógeno en su microestructura como solución sólida o como hidrógeno gas. Lo anterior depende del mecanismo de fragilización que haya actuado en cada muestra.



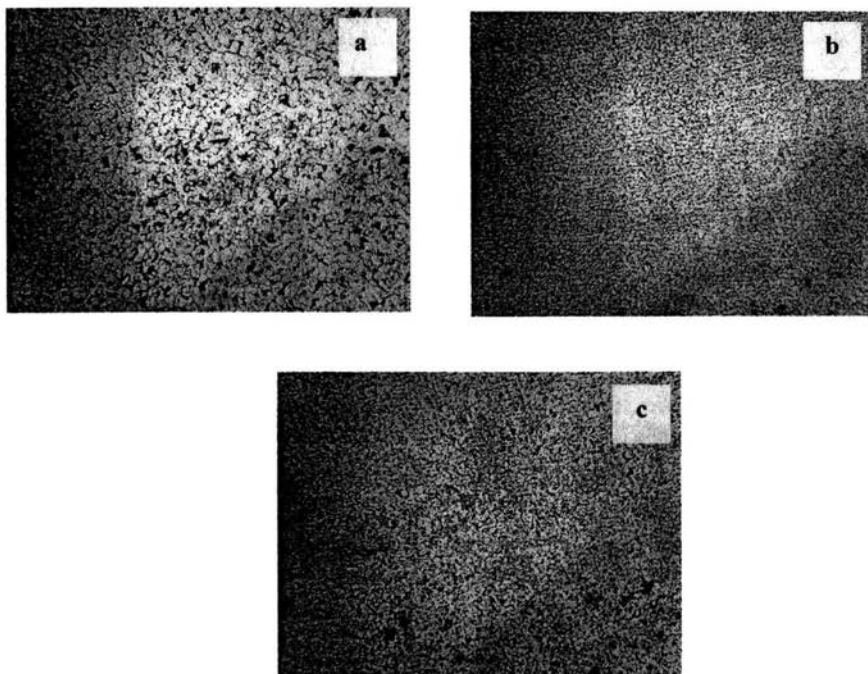
**Fig. 4.24** Topografía de fractura de las probetas “B”, e) Probeta con 10 horas de cargado catódico, f) Probeta con 24 horas de cargado catódico, g) Repetición de la probeta con 24 horas de cargado.

#### 4.3.8 Análisis microestructural de las probetas ensayadas

Debido a la divergencia de los resultados obtenidos, y a la ausencia de una tendencia en las propiedades mecánicas y fractura con respecto al tiempo de exposición, se realizó un análisis microestructural para las probetas que no presentaron fragilización por hidrógeno. Tales muestras son las de 7.5 y 24 horas de cargado, las cuales presentaron un índice de fragilización de *m* menos del 5%. Su análisis microestructural fue comparado con el de la probeta con 2.5 horas de cargado, la cual presentó un porcentaje de fragilización de más del 50%. El reactivo de ataque fue nital al 3% y las fotografías fueron tomadas a 200X.

## CAPITULO IV

En la Fig. 4.25 se presentan los cortes transversales de las tres probetas implicadas.



**Fig. 4.25** Microestructuras transversales de las probetas ensayadas, todas a 200X a) Probeta con 2.5 horas de cargado catódico, b) Probeta con 7.5 horas de cargado catódico, c) Probeta con 24 horas de cargado catódico.

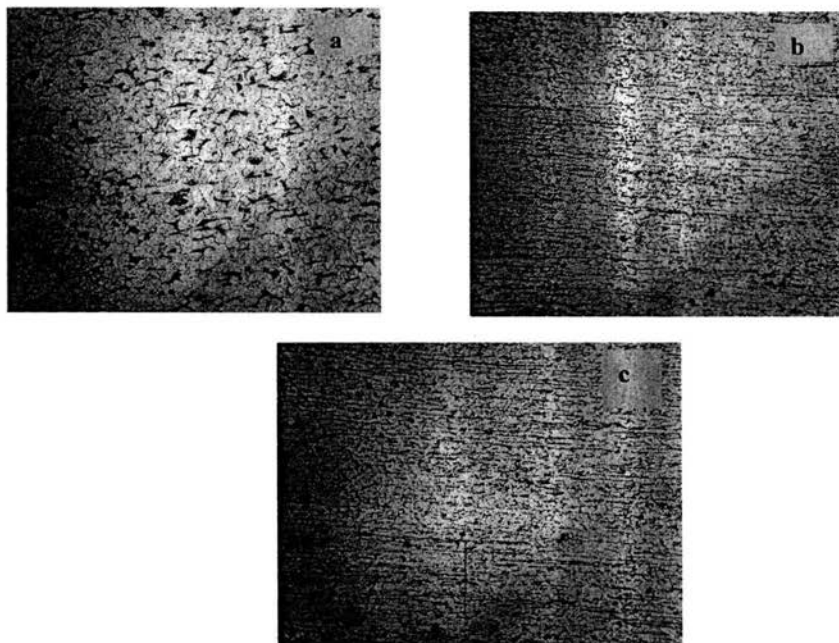
Las microestructuras de los cortes transversales de las probetas son muy similares, en los tres casos se observa la matriz ferrítica-perlítica con granos equiaxiales, lo cual es característico de éste tipo de cortes de las barras de acero. Sólo se observan diferencias en el tamaño de grano.

En los cortes longitudinales se aprecian diferencias más notables en las microestructuras, Tales diferencias pueden ser la causa de la divergencia en los resultados.

La Fig. 4.26 muestra éstas diferencias. Es muy evidente la presencia de granos equiaxiales en la muestra con 2.5 horas de cargado (Fig. 4.26a). Sólo unos cuantos granos se notan

## CAPITULO IV

alargados por el proceso de laminado en frío. A diferencia de la probeta anterior, las correspondientes a 7.5 y 24 horas de exposición presentan la matriz ferrítica-perlítica bandeada, debido al proceso de laminación. La diferencia anterior es muy importante si consideramos que sólo la muestra con 2.5 horas presentó una fragilización por hidrógeno considerable.



**Fig. 4.26** Corte longitudinal de las microestructuras de las probetas experimentales. a) Probeta con 2.5 horas de cargado catódico, b) Probeta con 7.5 horas de cargado catódico, c) Probeta con 24 horas de cargado catódico. Todas a 200X.

Las diferencias entre las microestructuras son evidentes. Las probetas con microestructura de perlita bandeada corresponden a las muestras que no sufrieron fragilización por hidrógeno, Fig. 4.26b y 4.26c. Además se nota que el tamaño de grano es mucho menor que en el caso de 2.5 horas de cargado. Lo anterior puede explicar una posible resistencia a la difusión y aglomeración de átomos de hidrógeno para originar microfallas en el material, y por lo tanto, una fragilización por hidrógeno más severa.

## CAPÍTULO V.

### CONCLUSIONES.

Las conclusiones derivadas de este estudio son:

- ◆ El incremento en la rapidez de deformación en muestras fragilizadas por hidrógeno produce un deterioro considerable en las propiedades de resistencia mecánicas del acero AISI 1018. Las propiedades más perjudicadas son el esfuerzo de fluencia, la resistencia a la tracción, y la tenacidad del material.
- ◆ A medida que incrementa la rapidez de deformación, el acero pierde considerablemente su ductilidad. Lo anterior se manifiesta con porcentajes de elongación y reducción de área considerablemente menores con respecto a las probetas ensayadas a una rapidez de deformación de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Por lo tanto, el porcentaje de fragilización por hidrógeno, el cual está directamente relacionado con la ductilidad del material, también se acrecentó conforme la rapidez de deformación aumentó.
- ◆ Por lo tanto, cuando las piezas expuestas al hidrógeno son sometidas a una carga o esfuerzo, las más susceptibles a la fragilización debida al hidrógeno, deterioro de sus propiedades y a la falla serán aquellas que se sometan a una mayor rapidez de deformación.
- ◆ El modo de fractura del acero AISI 1018 cambia de coalescencia de poros a cuasiclivaje cuando se incrementa la rapidez de deformación de las probetas fragilizadas por hidrógeno. El efecto del hidrógeno combinado con una velocidad de deformación alta es el de promover la fractura inestable.



CAPITULO IV

---

---

- ◆ La fragilización por hidrógeno no presentó una tendencia definida cuando se evaluó el efecto del tiempo de exposición de las muestras al hidrógeno liberado electrolíticamente.
- ◆ El deterioro de propiedades de resistencia mecánicas y ductilidad fue evidente en las muestras expuestas 2.5, 5 y 10 horas, sin embargo, las muestras correspondientes a 7.5 y 24 horas no presentaron daños considerables en sus propiedades.
- ◆ La divergencia de éstos resultados se debió a la diferencia de microestructuras entre las probetas que sufrieron deterioro por hidrógeno y las que no lo hicieron. Las deterioradas presentaron microestructuras caracterizadas por granos equiaxiales de gran tamaño, y las probetas no deterioradas presentaron granos bastante pequeños y deformados en la dirección del proceso de laminado en frío.
- ◆ Las microestructuras ferríticas-perlíticas caracterizadas por la presencia de granos equiaxiales de gran tamaño son favorables para la difusión y concentración de hidrógeno, lo cual hace al material más susceptible al deterioro de propiedades mecánicas y fragilización por hidrógeno.
- ◆ En las fallas producidas por hidrógeno pueden presentarse varios tipos de morfología de fractura. El cuasiclivaje es el modo más recurrente, sin embargo, el clivaje transgranular también suele presentarse, ó incluso una combinación de cuasiclivaje con coalescencia de poros distorsionados, debido a una escasa deformación plástica.

## CAPÍTULO VI

### BIBLIOGRAFÍA

1. ASM Handbook. Vol. 13 Corrosion. ASM International. The Materials Information Society, pp 161-166.
2. BERNSTEIN, I.M., THOMPSON, A. W. Hydrogen Effects in Metals. Conference Proceedings. The Metallurgical Society of Aime, New York 1981, pp 27-37, 777-784.
3. ASM handbook. Vol. 11. Failure Analysis and Prevention. ASM International. The Materials Information Society, pp 245-251.
4. Metals Handbook. Vol. 10. Failure Analysis and Prevention. 8<sup>th</sup> Edition. American Society of Metals. Metals Park Ohio 1975.
5. The Metallurgical Society of AIME. Environment-sensitive fracture of Engineering Materials. Edited by Z.A. Foroulis. N.Y. 1979. BIRHBAUM, H.K. Hydrogen related failure mechanism in metals, pp 326-360.
6. Noyes Publications 1985. MACDONALD, D. Hydrogen Degradation of Ferrous Alloys. Cap. 4. The Electrolyte-Iron Interface.
7. NAPOLES, H. La Fragilización del acero (AISI 1018) inducida por el proceso de reducción de hidrógeno. Tesis Licenciatura. UNAM 2001.
8. Noyes Publications 1985. ZACKOCZYMSKI, T. Hydrogen Degradation of Ferrous Alloys. Cap.11 Entry of Hydrogen into Iron Alloys from the Liquid Phase.
9. TROIANO, F. Hydrogen Embrittlement and Stress Corrosion Cracking. American Society for Metals, Cleveland, Ohio 1986, pp 29-39.

CAPITULO VI

---

---

10. ASM Handbook. Vol. 12. Fractography. ASM International. The Materials Information Society.
11. HEISER, F.A. COLANGELO, V.J. Analysis of Metallurgical Failures. John Wiley & Sons, New York 1974.
12. Metallurgical Transactions A. Vol. 11A, June 1980. HIRTH, J.P. Effects of Hydrogen on the properties of Iron and Steel. pp 885-887.
13. THOMPSON, A. W., MOODY, N. R. Hydrogen Effects on Material Behavior. TMS International Society.
14. Metallurgical Transactions A. Vol. 6A, March 1975. CASKEY, G.R., PILLINGER, W, L. Effects of Trapping on Hydrogen Permeation, pp 467-476.
15. Fracture: Measurement of Localized Deformation by Novel Techniques. The Metallurgical Society. Edited by: W.W. Gerberich and D.L. Davidson. Pennsylvania 1985.
16. ASM International. Atlas of Stress-Strain Curves. 2<sup>nd</sup> Edition. The Materials Information Society.
17. EVANS, U. The Corrosion and Oxidation of Metals. Edward Arnold (Publishers) Ltd. London 1977.
18. THOMASON, P.F. Ductile Fracture of Metals. Pergamon Press. Member of Maxwell Macmillan Pergamon Publishing Corporation. 1<sup>st</sup> Edition 1990.
19. ASM International. Atlas of Stress-Strain Curves. Edited by Howard E. Boyer. Metals Park, Ohio 1987.
20. ASM International. Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel. Edited by G. Totten, M. Howes, and T. Inove. USA 2002.
21. CADDEL, R. Deformation and Fracture of Solids. Prentice-Hall Inc. New Jersey 1980.

CAPITULO VI

---

---

22. MERCED, L. Difusión de Hidrógeno en acero ferrítico AISI 1018. Tesis Licenciatura. UNAM 2004.
23. Virginia Tech Materials Science and Engineering. Submitted by Ron Halahan  
[www.eng.vt.edu/eng/materials/classes](http://www.eng.vt.edu/eng/materials/classes).
24. Chapter Outline: Failure Ductile vs brittle fracture  
[www.materialsengineer.com](http://www.materialsengineer.com).

**APÉNDICE A**

La solución para el recubrimiento de las probetas de Acero Ferrítico AISI 1018 se preparó con un litro de agua destilada, adicionando 112g de NaCN y agitando hasta alcanzar una disolución completa, posteriormente se adicionaron 12g de NaOH continuando con la agitación. Enseguida, se calentó la disolución a una temperatura de 30 °C hasta que fuese homogénea y al final se adicionaron 32g de CdO, manteniendo una agitación constante hasta alcanzar nuevamente la homogeneidad.