



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**“EFECTO DE LOS CICLOS TÉRMICOS DE
SOLDADURA EN EL ATRAPAMIENTO DE
HIDRÓGENO EN ACEROS MICROALEADOS
EXPERIMENTALES”**

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO**

PRESENTA:

MIGUEL IVÁN DÁVILA PÉREZ



MÉXICO, D.F

2015



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.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: PROFESOR: **BERNARDO FABIAN CAMPILLO ILLANES**

VOCAL: PROFESOR: **GERARDO ARAMBURO PEREZ**

SECRETARIO: PROFESOR: **SERGIO GARCIA GALAN**

1er. SUPLENTE: PROFESOR: **OSVALDO FLORES CEDILLO**

2° SUPLENTE: PROFESORA: **BALBINA OJEDA RAMIREZ**

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

FACULTAD DE QUIMICA, CONJUNTO "D"

ASESOR DEL TEMA:

Dr. BERNARDO FABIAN CAMPILLO ILLANES

SUPERVISOR TÉCNICO (Si lo hay):

M en I EDGAR LOPEZ MARTINEZ

SUSTENTANTE (S):

MIGUEL IVAN DAVILA PEREZ

RESUMEN

El propósito de este trabajo fue el estudio de los efectos de los ciclos térmicos que pueden estar involucrados en la fabricación de una soldadura, en este caso se estudió el efecto en el atrapamiento de hidrógeno en dos tipos de aceros microaleados experimentales (material A y B), con una soldadura sin material de aporte.

Para llevar a cabo el estudio, se fabricaron las probetas y se preparó la zona de interés de las probetas (soldadura o material base), para que estuvieran en adecuadas condiciones para ser utilizadas en la técnica de cargado con hidrógeno y decoración con plata.

El cargado con hidrógeno consiste en un sistema electroquímico, se utilizó H_2SO_4 a 0.5M como medio electrolítico, con As_2O_3 para mejorar la adsorción del hidrógeno en la probeta, en el sistema electroquímico se utilizaron electrodos de grafito como ánodos (+) y la probeta de interés como cátodo (-), todo conectado a una fuente de poder, para cada probeta se determinó la corriente que se le iba a aplicar por medio del área de sus caras y una densidad de corriente de 40 mA/cm^2 . El tiempo de residencia óptimo para el cargado con hidrógeno fue de tres horas. Al finalizar el cargado con hidrógeno, se preparó la superficie de la pieza para poder realizar la técnica de decorado con plata utilizando la solución K ($\text{Ag}(\text{CN})_2$), formada por la interacción del AgNO_3 a 0.86M y KCN a 1.72M; la probeta cargada se sumergió durante tres horas, cumplido el tiempo de residencia, se retiró la probeta, se preparó para su guardado y protección contra la oxidación. Realizada la técnica de decorado con plata, se llevaron las probetas al microscopio electrónico

de barrido, para obtener imágenes a diferentes aumentos y observar plata precipitada en diferentes zonas de interés.

Esas imágenes son los resultados que permitieron obtener la distribución del hidrógeno en diferentes zonas, subzonas de la soldadura y material base y la cuantificación de los precipitados de plata, para poder entender la interacción del hidrógeno con la microestructura de cada probeta estudiada y observar que tan susceptible puede ser la soldadura en cada uno de los dos materiales estudiados.

LISTA DE TABLAS

Número	Descripción	Página
Tabla 4.1	Composición química del acero microaleado tipo A.....	20
Tabla 4.2	Composición química del acero microaleado tipo B.....	21
Tabla 4.3	Parámetros de soldaduras utilizados.....	21
Tabla 4.4	Matriz experimental para la primera corrida de 5 probetas del material base (MB).....	27
Tabla 4.5	Matriz experimental para la segunda corrida de 6 probetas del material base (MB).....	28
Tabla 4.6	Matriz experimental para las cuatro probetas con soldadura.....	29
Tabla 4.7	Matriz experimental para las soldaduras de 5 probetas del material A (SA) y material B (SB).....	30
Tabla 5.1	Resultados obtenidos de las microestructuras y fases presentes en la soldadura y material base.....	36

Número	Descripción	Página
Tabla 5.2	Imágenes obtenidas de microscopía electrónica de barrido de cada probeta a diferentes aumentos.....	39
Tabla 5.3	Imágenes obtenidas de microscopía electrónica de cada probeta a diferentes aumentos.....	41
Tabla 5.4	Imágenes obtenidas de microscopía electrónica de las subzonas (PTZAC, RCZAC, CGZAC) y las zonas (PF y ZF) a 2000x de soldaduras en los materiales A y B.....	73

LISTA DE FIGURAS

Número	Descripción	Página
Figura 2.1	Esquema de las zonas desarrolladas en una soldadura.....	5
Figura 4.1	Antorcha de la soldadura del proceso GTAW adaptada a una máquina de corte con plasma.....	22
Figura 4.2	Probeta preparada para el cargado con hidrógeno y decoración con plata.....	23
Figura 4.3	Formación del precipitado blanco en la reacción.....	25
Figura 4.4	Disolución del precipitado en la reacción.....	25
Figura 4.5	Montaje del equipo para el cargado de hidrógeno.....	26
Figura 4.6	Cargado con hidrógeno del acero microaleado tipo A.....	27
Figura 4.7	Ataque macro realizado a soldadura del material tipo A.....	31
Figura 5.1	Microestructura del material base (A).....	32
Figura 5.2	Microestructura del material base (B).....	32

Número	Descripción	Página
Figura 5.3	Soldadura producida por el proceso GTAW	33
Figura 5.4	Macroestructura de la ZF, ZAC de la soldadura y material base.....	34
Figura 5.5	Resultado de rayos X, para la determinación de plata precipitada en la probeta CA1.....	40
Figura 5.6	Resultado de rayos X, para la determinación de plata precipitada en la probeta AA4 a 5500x	42
Figura 5.7	Imágenes obtenidas de microscopía electrónica de cada zona de la probeta Sa para la detección de plata precipitada	43
Figura 5.8	Imágenes obtenidas de microscopía electrónica de cada subzona de la ZAC en la de la probeta Sa para la detección de plata precipitada	44

Número	Descripción	Página
Figura 5.9	Imágenes obtenidas de microscopía electrónica de cada zona de la probeta Sb para la detección de plata precipitada	44
Figura 5.10	Imágenes obtenidas de microscopía electrónica de cada subzona de la ZAC en la probeta Sb para la detección de plata precipitada	45
Figura 5.11	Imágenes obtenidas de microscopía electrónica de cada zona de la probeta Sc para la detección de plata precipitada	45
Figura 5.12	Imágenes obtenidas de microscopía electrónica de cada zona de la probeta Sd para la detección de plata precipitada	48
Figura 5.13	Imágenes obtenidas de microscopía electrónica de cada subzona de la ZAC en la probeta Sd para la detección de plata precipitada	49
Figura 5.14	Imágenes obtenidas del (a) MB, b) RCZAC, c) CGZAC y d) ZF) en el material A.....	50

Número	Descripción	Página
Figura 5.15	Imágenes obtenidas del (a) MB, b) RCZAC, c) CGZAC y d) ZF) en el material B.....	51
Figura 5.16	Conteo de precipitados de plata en el MB representados por el porcentaje de áreas de cada precipitado en el material A.....	52
Figura 5.17	Conteo de precipitados de plata en el MB representados por el porcentaje de áreas de cada precipitado en el material B.....	53
Figura 5.18	Comparación del número de precipitados de plata contabilizados en el MB de los aceros A y B.....	54
Figura 5.19	Comparación del porcentaje de precipitados de plata presentes en el MB de los aceros A y B.....	54
Figura 5.20	Conteo de precipitados de plata en la RCZAC representados por el porcentaje de áreas de cada precipitado en el material A.....	56
Figura 5.21	Conteo de precipitados de plata en la RCZAC representados por el porcentaje de áreas de cada precipitado en el material B.....	57

Número	Descripción	Página
Figura 5.22	Conteo de precipitados de plata en la RCZAC representados por el porcentaje de áreas de cada precipitado en el material B (tamaño inicial $0.05\mu\text{m}^2$).....	58
Figura 5.23	Conteo de precipitados de plata en la CGZAC representados por el porcentaje de áreas de cada precipitado en el material A	59
Figura 5.24	Conteo de precipitados de plata en la CGZAC representados por el porcentaje de áreas de cada precipitado en el material B	60
Figura 5.25	Conteo de precipitados de plata en la CGZAC representados por el porcentaje de áreas de cada precipitado en el material B (tamaño inicial $0.05\mu\text{m}^2$).....	61
Figura 5.26	Conteo de precipitados de plata en la ZF representados por el porcentaje de áreas de cada precipitado en el material A	62
Figura 5.27	Conteo de precipitados de plata en la ZF representados por el porcentaje de áreas de cada precipitado en el material B	63

Número	Descripción	Página
Figura 5.28	Conteo de precipitados de plata en la ZF representados por el porcentaje de áreas de cada precipitado en el material B (tamaño inicial $0.05\mu\text{m}^2$).....	64
Figura 5.29	Comparación del número de precipitados de plata contabilizados en las zonas y subzonas de la soldadura del material A	65
Figura 5.30	Comparación del porcentaje de precipitados de plata presentes en las zonas y subzonas de la soldadura del material A	66
Figura 5.31	Comparación del número de precipitados de plata contabilizados en las zonas y subzonas de la soldadura del material B	66
Figura 5.32	Comparación del porcentaje de precipitados de plata presentes en las zonas y subzonas de la soldadura del material B	67

Número	Descripción	Página
Figura 5.33	Comparación del número de precipitados de plata contabilizados en las zonas y subzonas de la soldadura del material B (tamaño inicial $0.05\mu\text{m}^2$).....	67
Figura 5.34	Comparación del porcentaje de precipitados de plata presentes en las zonas y subzonas de la soldadura del material B (tamaño inicial $0.05\mu\text{m}^2$).....	68
Figura 5.35	Comparación del número de precipitados de plata contabilizados en las zonas y subzonas de la soldadura en los materiales A y B	68
Figura 5.36	Comparación del porcentaje de precipitados de plata presentes en las zonas y subzonas de la soldadura de los materiales A y B	69
Figura 5.37	Comparación del número de precipitados de plata presentes en las zonas y subzonas de la soldadura y material base presente en los materiales A y B	69

INDICE

	Pagina
Resumen.....	i
Lista de tablas.....	iii
Lista de figuras.....	v
Índice.....	xii
Capítulo 1. Introducción.....	1
Capítulo 2. Antecedentes.....	3
2.1 Aceros microaleados.....	3
2.2 Soldadura.....	4
2.3 Técnica de decoración con plata.....	6
2.4 Deshidrogenado.....	7
Capítulo 3. Estado del arte.....	10
Capítulo 4. Procedimiento experimental.....	20
4.1 Preparación metalográfica del material base.....	20
4.2 Producción y preparación metalográfica de las soldaduras.....	21
4.3 Preparación de las muestras para tratamientos de cargado con hidrógeno y decoración con plata.....	22
4.4 Preparación de disoluciones.....	24

4.5 Cargado de hidrógeno y decoración.....	26
4.6 Tratamiento térmico para descarga de hidrógeno.....	29
4.7 Cargado de hidrógeno y decoración utilizando condiciones experimentales ya establecidas.....	30
Capítulo 5. Resultados y discusión.....	32
5.1 Obtención de la microestructura del material base y soldadura del material A y B.....	32
5.2 Resultados obtenidos mediante la microscopía electrónica del material base en el acero microaleado martensítico y bainítico (material A).....	38
5.3 Resultados obtenidos mediante microscopía electrónica (soldadura en material A) con parámetros experimentales establecidos.....	43
5.3.1 Resultados obtenidos mediante microscopía electrónica para la probeta Sd sometida a un tratamiento de baking.....	48
5.4 Resultados obtenidos mediante microscopía electrónica, previamente atacadas con un ataque selectivo	50
5.4.1 Resultados del conteo de precipitados de plata mediante el uso del imagej en el material base	

(A y B), tomando un tamaño inicial de $0.2\mu\text{m}^2$	52
5.4.2 Resultados complementarios en el conteo de precipitados de plata encontrados en el material base (A y B).....	54
5.4.3 Resultados del conteo de precipitados mediante el uso del ImageJ en la subzona de recristalización (RCZAC) en el material A y B, tomando tamaño inicial de $0.2\mu\text{m}^2$	56
5.4.4 Resultados del conteo de precipitados de plata mediante el uso de ImageJ en la subzona de crecimiento de grano (CGZAC) en el material A y B, tomando un tamaño inicial de $0.2\mu\text{m}^2$	59
5.4.5 Resultados del conteo de precipitados de plata mediante el uso del ImageJ en la zona de fusión (ZF) en el material A y B, tomando un tamaño inicial de $0.2\mu\text{m}^2$	62
5.4.6 Resultados complementarios en el conteo de precipitados de plata encontrados en las zonas y subzonas de la soldadura (A y B).....	65

5.5 Resultados obtenidos mediante microscopía electrónica	
sin ataque selectivo.....	72
Conclusiones.....	75
Referencias.....	77

CAPITULO 1

Introducción

Uno de los principales usos de los aceros microaleados es en la construcción de redes de ductos por medio de soldadura para el transporte de hidrocarburos, en donde se suelen presentar componentes agresivos. Uno de estos componentes, en medio amargo más agresivo que se puede presentar en oleoductos, gasoductos y/o oleo gasoductos es el ácido sulfhídrico. Mediante reacciones de corrosión, éste compuesto puede producir iones hidrógeno, que dependiendo de las condiciones del medio, puede reducirse a hidrógeno atómico, adsorberse, absorberse y difundirse en el acero microaleado a una zona concentradora de esfuerzos, en donde puede acelerar el crecimiento de grietas generando el problema de agrietamiento asistido por el hidrógeno (AAH). El problema del hidrógeno radica en su baja solubilidad en la red, alta potencia para adsorberse, absorberse y difundirse, y su habilidad para localizarse en sitios internos (denominados trampas) como huecos, precipitados, inclusiones, frontera de grano, fases y regiones con altos esfuerzos.

En general, se sabe que la zona de la soldadura es la más propensa a la difusividad del hidrógeno en comparación con el metal base, y por lo tanto también al AAH.

El AAH se puede localizar en la zona de fusión (ZF) o en la zona afectada por el calor (ZAC) dependiendo de la templabilidad del material de aporte y del material base, pero a causa de que la microestructura de la ZF puede ser controlada por composición química del electrodo en soldadura con material de aporte, la ZAC suele ser la región más susceptible al AAH. Por lo tanto se vuelve importante estudiar el efecto que tienen los ciclos térmicos en la microestructura de la zona de la

soldadura, ya que de esto dependerá la susceptibilidad al AAH. Generalmente, la zona de crecimiento de grano (CGZAC), es la que mayormente se ve afectada por el calor aportado por soldadura, debido a que en esta subzona se alcanza la mayor temperatura pico del ciclo térmico, provocando crecimiento de grano de la austenita, disolución, engrosamiento y reprecipitación de precipitados, esfuerzos residuales de tensión y, dependiendo de la rapidez de enfriamiento que se desarrolle, microestructuras susceptibles al AAH.

En este trabajo se utilizó la técnica de decoración con plata para determinar la distribución de hidrógeno en el material base y las diferentes sub-zonas de soldaduras de un acero microaleado.

Mediante el método de decoración con plata, se determinará la distribución del hidrógeno en diferentes sub-zonas de soldaduras.

Se comprobará la forma de atrape del hidrógeno para poder interpretar los mecanismos bajo los cuales el hidrógeno interactúa.

Lograr la eliminación del hidrógeno por tratamiento térmico.

La distribución del hidrógeno en las soldaduras de aceros microaleados se verá influenciada por las características microestructurales, tales como: tamaño de grano, precipitados, defectos, esfuerzos residuales y fases presentes.

CAPITULO 2

Antecedentes

2.1 Aceros microaleados

Los aceros microaleados tienen en su composición química pequeñas cantidades de elementos como el Nb, V y Ti, que se llaman elementos microaleantes. Estos elementos normalmente se adicionan en el acero en porcentajes menores a 0.10 y en combinación con otros elementos (Mn, Si, Mo), más un tratamiento termomecánico adecuado son determinantes para obtener aceros con una excelente combinación de resistencia, tenacidad, ductilidad y soldabilidad. El uso industrial de los elementos microaleantes para la fabricación de acero de alta resistencia, dio lugar a una gran cantidad de investigaciones sobre esta clase de aceros.

El desarrollo de los aceros microaleados ha combinado conocimientos metalúrgicos que permiten el control de las microestructuras y propiedades mecánicas, ya que los elementos se adicionan en pequeñas cantidades, se usan para formar carburos, nitruros y carbonitruros, modificando las propiedades. La excelente combinación de propiedades mecánicas hace de estos aceros una elección atractiva para muchas aplicaciones. Los aceros microaleados se fabrican en forma de placa, lámina, barras y otros productos, teniendo aplicación en la fabricación de puentes, edificios, barcos, tanques de almacenamiento, tuberías, estructuras marítimas y en la industria automotriz [1].

2.2 Soldadura

La soldadura es uno de los procesos alternos de manufactura más importantes que existen, ya que con este proceso pueden ser fabricados componentes mecánicos y/o estructurales. Durante un proceso de soldadura de materiales metálicos, se suele presentar una serie de cambios microestructurales, cambios en propiedades mecánicas, comportamiento mecánico y cambios en el comportamiento en el medio ambiente en la zona de la soldadura. La Figura 2.1 muestra un esquema de las zonas que se desarrollan en un proceso soldadura. El área marcada con el número 1, corresponde a la zona de fusión (ZF), que es donde el material de aporte (si lo hay) y el material base pasan a estado líquido durante el proceso; una de las principales características de esta zona, es que se puede presentar durante el enfriamiento, crecimiento de granos columnares en la dirección de la extracción de calor. El área marcada con el número 2, se le conoce como la subzona parcialmente fundida (PF), en la cual la temperatura que se alcanzó durante la soldadura, se encuentra entre la temperatura liquidus y la temperatura peritética, por lo que sólo parte del material base se funde. Adyacente a esta área, se encuentra otra subzona denominada subzona de crecimiento de grano de la zona afectada por el calor (CGZAC, área 3), en donde la característica principal que presenta es la de crecimiento o engrosamiento de grano debido a las altas temperaturas que se experimenta durante el ciclo térmico de soldadura, el rango de temperaturas que se alcanza en esta subzona oscila entre la temperatura peritética y 1300°C. Posterior, en el área 4, se encuentra la subzona de recristalización de grano de la zona afectada por el calor (RCZAC) en donde se observan granos recristalizados debido a que durante el ciclo térmico de soldadura se experimentan temperaturas pico entre la temperatura crítica A_3 y 1300°C. El área 5 corresponde a la

subzona parcialmente transformada de la zona afectada por el calor (PTZAC), la cual experimenta un rango de temperaturas entre las temperaturas críticas A_3 y A_1 . Al área 6 se le conoce como la subzona intercrítica de la zona afectada por el calor, en la cual no se pueden observar cambios microestructurales debidos a los ciclos térmicos de soldadura ya que las temperaturas pico que se alcanzan son menores a A_1 ; sin embargo, en aceros con microestructuras metaestables se puede observar una disminución de la dureza. Finalmente en el área 7 se encuentra el material base (MB) que no fue afectado térmicamente, es decir, no se observa ningún tipo de cambio microestructural ni de propiedad mecánica [2].

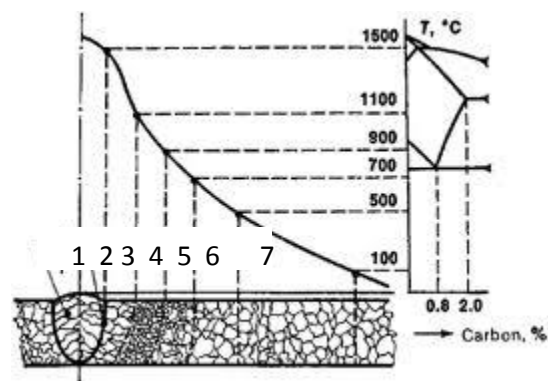


Figura 2.1 Esquema de las zonas desarrolladas en una soldadura

En el caso de los aceros microaleados, debido a los ciclos térmicos que se generan durante un proceso de soldadura, se presenta una serie de cambios microestructurales que consisten en: disolución, crecimiento y reprecipitación de precipitados, transformaciones de fase y crecimiento de grano.

Debido a estos cambios microestructurales, las propiedades mecánicas, comportamiento mecánico, resistencia al medio ambiente, entre otras, se ven afectadas.

Estos productos de transformación generados por los ciclos térmicos, producto del calor aportado durante la soldadura, dependen de la temperatura alcanzada, velocidad de enfriamiento y composición química del acero microaleado. Se sabe que mientras más resistencia mecánica posea un acero microaleado, mayor será su tendencia al AAH [3, 4], pero también se sabe que los precipitados pueden actuar como trampas de hidrógeno que pueden disminuir su difusión. Las trampas son defectos cristalinos que tiene la habilidad de atrapar hidrógeno, que dependiendo de la naturaleza de ellas, pueden evitar la difusión (en el caso de trampas irreversibles) [5-7]. Por lo tanto la solubilidad del hidrogeno en acero aumenta con el aumento de la densidad de defectos [8]. A causa de estos defectos o trampas, la solubilidad es inversamente proporcional al coeficiente efectivo de difusión; por lo que un material con una mayor cantidad de trampas, será menos susceptible al agrietamiento por hidrógeno [8, 9], aunque, bajo ciertas condiciones, se ha demostrado que en ausencia de hidrógeno difusible, el hidrógeno de las trampas irreversibles puede contribuir al agrietamiento [10].

2.3 Técnica de decoración con plata

El contenido de hidrógeno atrapado en los aceros puede representar en muchos casos la causa de alteración de las propiedades mecánicas por fragilización, provocando pérdidas en la producción en los procesos de conformado, lo que puede provocar una falla de piezas en servicio.

La técnica de decoración con plata puede representar una alternativa para determinar tanto la presencia de hidrógeno como la distribución del mismo en el producto. Además permite comprobar el atrapamiento de dicho elemento facilitando la interpretación de los mecanismos bajo los cuales interactúa el hidrógeno para cada caso particular.

La técnica de decoración con plata consiste en utilizar una sal de plata en solución, y en presencia de hidrógeno produce por reducción de los iones Ag, cristales de Ag metálica indicando el sitio en donde se halla atrapado el hidrógeno.



Donde el H_{ad} es el hidrógeno adsorbido en la superficie. Próximo a la superficie existe un equilibrio localizado entre protones en el metal y el hidrógeno atómico adsorbido. Por esta razón puede ser factible el intercambio de electrones para que ocurra la reacción de reducción.

En base a este principio, mediante el empleo de un reactivo químico que se prepara a tal fin, se logra revelar el hidrógeno existente, sobre una muestra previamente preparada para la observación metalográfica [11, 12].

2.4 Deshidrogenado

El único calentamiento que puede realizarse antes de la soldadura es el llamado deshidrogenado (baking). Tiene como objetivo remover el hidrógeno del material al ser soldado, que pudiese haber quedado debido al efecto contaminante que tienen algunas sustancias que generan hidrógeno atómico, ya que los equipos que han estado en presencia de hidrógeno atómico, son susceptibles a fisurarse durante la reparación por soldadura.

Este gas, en forma atómica, penetra en el acero causando agrietamiento, porosidad, ampollamiento y pérdidas de ductilidad. Con el paso del tiempo, el hidrógeno atómico difunde en la red cristalina del

acero recombiniéndose a hidrógeno molecular en espacios vacíos, provocando ampollamiento. Puede producir fisuras en zonas de alta dureza tales como la ZAC y puntos duros.

Las fuentes usuales de hidrógeno atómico son:

- Reacciones de diversos procesos químicos.
- Adición de hidrógeno atómico con fines específicos.
- Presencia de hidrógeno atómico en el producto.
- Aplicación de recubrimientos electrolíticos.
- Procesos de limpieza química de óxidos.
- Protección catódica
- Eventual descomposición de la humedad.

Las temperaturas de deshidrogenado suelen variar entre 150°C y 450°C aunque las temperaturas más apropiadas rondan entre 200°C-250°C. Un incremento en la temperatura por encima de la temperatura ambiente incrementa la velocidad de difusión del hidrógeno y de esa manera se acelera su eliminación de la soldadura. Por encima de los 150°C la velocidad de difusión sigue aumentando pero a un ritmo menor.

Para elegir la temperatura de deshidrogenado hay que tener en cuenta los siguientes factores:

- a) Debe ser superior a 200°C ya que por encima de esa temperatura todo el hidrógeno es atómico, condición necesaria para su difusión.
- b) El aumento de la velocidad de difusión por encima de los 150°C no es tan importante como por debajo de 150°C.
- c) Si se realiza la deshidrogenación a temperaturas superiores para maximizar la velocidad de difusión (450°C a 650°C) debe tenerse en cuenta que a temperaturas superiores entre 200°C y 250°C el

hidrógeno atómico puede reaccionar con los carburos (especialmente con carburos simples de hierro y menos probable con carburos de cromo).

- d) La solubilidad del hidrógeno en el acero aumenta con la temperatura y por lo tanto a altas temperaturas el hierro disuelve en equilibrio más hidrógeno que a bajas temperaturas de esa manera quedaría más hidrógeno en la red del metal que realizando el deshidrogenado a más bajas temperaturas.

En la red cristalina, existen atrapadores de hidrógeno o trampas. Son regiones en la red cristalina en donde la probabilidad de escape del hidrógeno es menor que en un sitio normal.

Los tipos de trampa por ejemplo son los defectos cristalinos tales como los límites de grano, las dislocaciones, las interfases entre la matriz e inclusiones y otros sitios en donde la energía de interacción con el hidrógeno es mayor que la encontrada entre el hidrógeno y los espacios cristalinos de la red.

Existen dos tipos de trampas que se pueden clasificar de acuerdo con su energía de interacción:

- a) Trampas reversibles: Son aquellas en donde el hidrógeno tiene corto tiempo de residencia a la temperatura de interés y cuentan con baja energía de interacción.
- b) Trampas irreversibles: Son aquellas con una mínima velocidad de liberación del hidrógeno y alta energía de interacción.

CAPITULO 3

Estado del arte

Existe un número limitado de técnicas para revelar la distribución microestructural del hidrógeno en una superficie o en puntos de salida del flujo del hidrógeno en el metal. Las técnicas más destacadas son la auto radiografía con tritio, experimentos con ion-microsonda, decoración con cristal de plata y varias técnicas nucleares. En particular la decoración con plata se utiliza para revelar la actividad del hidrógeno atómico sobre una superficie de metal para poder reducir iones Ag en Ag elemental. Por lo que es sensible al flujo del hidrógeno a través de la interfaz.

Últimamente se ha descrito una nueva variación de la técnica de decoración con plata que extiende su aplicabilidad y su sencillez al utilizar. Además de que se puede eliminar la necesidad de utilizar procedimientos con emulsiones nucleares de AgBr en la cámara oscura. El principio de estas técnicas actuales es de la reducción de los iones Ag, Au en disolución y compuestos de Pd por el hidrógeno atómico y la posterior formación de cristales del metal elemental visibles en zonas de la superficie en donde puede haber una actividad alta del hidrógeno.

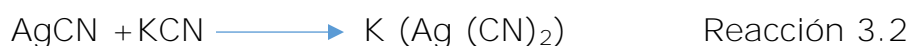
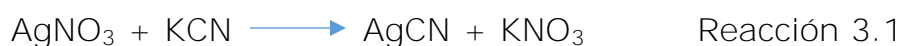
Las muestras utilizadas en este trabajo experimental fueron una hoja de Ni recocida de alta pureza y placas de Ni de un solo cristal, que pasaron por un electropulido antes de la carga del hidrógeno catódico (en 0.1 N de H₂SO₄, $i = 10$ a 100 mA/cm^2 , tiempo = 103 segundos, T = 20°C). En varias zonas de la superficie de las placas fueron cubiertos con una laca resistente al ácido (que esa capa de laca luego fue eliminada después de

la carga) para poder obtener "zonas de referencia" que no fueron expuestas al hidrógeno. Después de la carga con hidrógeno las superficies fueron sometidas a un ligero electropulido para poder eliminar cualquier contaminación o capa deformada producto de la carga catódica.

Posteriormente, las muestras se sumergieron (10 minutos) en las soluciones de los iones metálicos, pasados los 10 minutos se enjuagaron con agua destilada y se secaron las placas.

El análisis de las superficies decoradas se llevó a cabo por microscopía electrónica de barrido y en algunos casos por microscopía electrónica de transmisión (TEM) para las muestras de menor grosor. Para todos los casos, la dilución de la solución como los tiempos de exposición se ajustaron de manera que sólo una pequeña deposición de cristales de **metal suceda en "zonas de referencia"**. También cabe mencionar que se obtuvieron resultados reproducibles sólo si las muestras que se les aplicaron un electropulido. Para las muestras que se les realizó pulido mecánico o pulido vibratorio se observaron demasiados artefactos en la superficie.

Para la decoración con plata se obtuvieron los mejores resultados con una solución de cianuro de potasio y nitrato de plata. Fue preparada mediante la adición de gotas de una solución de KCN 4 pct (porcentaje) en 10mL de una solución de AgNO₃ 12 pct, se mezcla hasta que el precipitado blanco de AgCN (reacción 3.1) sólo se disuelve (reacción 3.2):



Esta solución se diluye con agua a 1 parte en 50. La actividad específica de la solución es debido a las siguientes reacciones:



El electrón en la reacción 3.4 es proporcionado para la reducción de los iones Ag^+ .



En la superficie de la placa se encuentra el hidrógeno absorbido, por lo tanto cerca de la superficie existe un equilibrio local entre el protón H^+ disuelto en el metal y el hidrógeno atómico adsorbido. Este último puede proporcionar electrones para la reducción mostrado en la reacción 3.4 [13].

La técnica de decoración con plata propuesta por Schober y Dieker [13] para revelar el flujo de hidrógeno local en términos de las características microestructurales se puede reinterpretar. Los resultados obtenidos de las pruebas de decoración en níquel policristalino y paladio con o sin carga de hidrógeno se muestra que el flujo de hidrógeno no es el único responsable, ni un requisito previo para la deposición de cristales de plata en las superficies metálicas. Por lo que hay una correspondencia uno a uno entre los átomos de hidrógeno liberado y los átomos de plata depositados durante el proceso de decoración como se mencionó anteriormente.

En la película de óxido formada durante el electropulido impide la deposición de los cristales de plata, si esta capa sufre cualquier daño o si existen factores que reduzcan su estabilidad, se puede propiciar la deposición de los cristales de plata de una manera espontánea en ausencia de hidrógeno. Con esta nueva interpretación se puede utilizar la técnica de decorado con plata para poder obtener información cualitativa con respecto al transporte del hidrógeno a lo largo de los límites de grano en los materiales metálicos [14].

El método de decoración con plata se ha aplicado en superficies de materiales como al platino, paladio y un acero inoxidable austenítico (tipo 304), para poder determinar la distribución del hidrógeno en la superficie de los materiales. Los tres materiales fueron cargados con hidrógeno en un sistema electroquímico, ya que posteriormente fueron sumergidos en la solución de plata K ($\text{Ag}(\text{CN})_2$). La técnica de decoración con plata es causada por la reducción de los iones de plata por el hidrógeno atómico, ya que el hidrógeno adsorbido en las superficies de los materiales por el cargado fue localizado por medio de la plata precipitada, mientras que en la superficie donde no se realizó la carga con hidrógeno no hubo plata precipitada.

Se encontró que la decoración con plata es favorable utilizarla para los materiales que tiene una mayor solubilidad de hidrógeno en su superficie. La efectividad de la decoración depende fuertemente del pH de la solución de decoración ya que existe una condición de pH apropiada para una apariencia clara en la distribución del hidrógeno, la decoración se mejora a pH más bajo mientras que se suprime a pH más alto. Existe un pH apropiado para revelar una imagen clara de la distribución de hidrógeno. En el caso del acero inoxidable, se observaron diferentes densidades de las partículas de plata de grano a grano en el

sustrato, lo que se sugiere que la tasa de desorción del hidrógeno es dependiente de la orientación de los granos en el mismo material [15].

La técnica de microimpresión de hidrógeno (HMT) fue aplicada a muestras de acero analizado experimentalmente. Las cantidades de hidrógeno liberadas en la superficie de las muestras se midieron mediante un método electroquímico por permeabilidad del hidrógeno, esas cantidades de hidrógeno también fueron evaluadas por medio del HMT con las mismas condiciones de carga que fueron empleadas para la prueba de permeabilidad.

Las pruebas de permeabilidad de hidrógeno y pruebas de HMT, fueron realizadas cargando hidrógeno electrolíticamente colocando la muestra en lado catódico del dispositivo, utilizando una densidad de corriente constante mediante el uso de un circuito galvanostático. Los átomos de hidrógeno disueltos en la muestra se difundieron al lado opuesto, al lado anódico en donde hay electrodeposición de níquel, en donde cada átomo de hidrógeno se oxida al instante, por lo que este proceso de oxidación ocurre con una corriente equivalente, tal como se expresa en la siguiente reacción:



Por lo que esta corriente de oxidación de hidrógeno se registró como un transitorio de sobre la tira de un registrador gráfico. La oxidación instantánea del hidrógeno se logró manteniendo el potencial de la zona anódica a un nivel suficientemente positivo mediante un circuito potencioestático.

Mientras que para la prueba HMT, una de las superficies de la muestra se cubrió con una película de gelatina que contenía cristales de bromuro de plata, para que cuando los átomos de hidrógeno que se encontraban en la superficie, redujeron los iones de plata en los cristales de bromuro

de plata a plata metálica, este proceso fue expresado en la siguiente reacción:



Los cristales de bromuro de plata sobrantes, fueron eliminados sumergiendo la muestra en una solución fijadora, por lo tanto los precipitados de plata permanecieron en la superficie, mostrando las zonas en donde se encontraba el hidrógeno adsorbido. En condiciones ideales la cantidad de precipitados de plata deben corresponder a la cantidad del hidrógeno que se encontraba en la superficie de la muestra [16].

La cantidad de hidrógeno atrapado en los aceros puede ser la causa de que las propiedades mecánicas sean afectadas por la fragilización en los aceros provocando rechazos en los productos finales en los procesos de conformado o la falla en piezas que se encuentren en servicio.

Para determinar la presencia del hidrógeno en los diferentes productos del acero, es necesariamente útil comprender la forma de atrape y los efectos que puede causar la degradación del hidrógeno en dichos materiales.

Para poder determinar la presencia de hidrógeno y su distribución en los aceros, la técnica de decoración con plata puede representar una alternativa para determinar los factores ya mencionados, además permite comprobar la forma de atrape del hidrógeno, agilizando la interpretación de los mecanismos con los cuales el hidrógeno interactúa.

En este trabajo se estudia inicialmente daño por hidrógeno en aceros, las fracturas y sus características asociadas al mismo daño. Se presenta una técnica para revelar la presencia de hidrógeno en la microestructura

y se analizan diferentes mecanismos de acción y agrietamiento a causa de la difusión del hidrógeno en el acero.

También se discute el daño por hidrógeno en aceros y se presentan estudios en donde la técnica ha permitido comprobar la presencia del mismo, determinar la distribución en diferentes zonas de atrape y poder determinar la desorción del hidrógeno a través de tratamientos térmicos [11, 12].

El contenido de hidrógeno y nitrógeno, aunque se encuentre en bajas cantidades, puede generar serios problemas de calidad en el acero, ya que pueden producir alteraciones de las propiedades mecánicas. Estas alteraciones pueden resultar en un punto crítico en los aceros ferríticos-perlíticos de bajo carbono ya que de estos aceros se requiere una buena respuesta en sus propiedades mecánicas. Ya que para evitar altos niveles de rechazo de piezas en productos terminados o fallas prematuras en piezas en servicio, es importante implementar el conocimiento sobre el efecto del hidrógeno y nitrógeno en el acero.

Por lo que es necesario determinar esa presencia de esos elementos en los aceros para que se pueda entender las interacciones de ambos elementos y otros solutos presentes en los aceros, como también entender los mecanismos de atrape o las distorsiones generadas a nivel estructural que provocan alteraciones en las propiedades mecánicas.

Como objetivo principal fue analizar la influencia del hidrógeno y nitrógeno sobre la estructura de aceros ferríticos-perlíticos, el impacto por envejecimiento por deformación y las alteraciones en las propiedades mecánicas, ya que la influencia del hidrógeno se observó sobre muestras cargadas y no cargadas de hidrógeno, mientras que para el nitrógeno se estudiaron las muestras con diferente contenido de

nitrógeno. Para finalizar se realizó un estudio comparativo de solubilidad del hidrógeno y nitrógeno en la ferrita.

Para la verificación del contenido del hidrógeno en las muestras, se realizó la técnica de decoración con plata en las muestras cargadas y no cargadas con hidrógeno [17].

El contenido de hidrógeno atrapado en aceros puede causar alteraciones en las propiedades mecánicas, por lo que en consecuencia puede provocar pérdidas en procesos de producción, durante el conformado, lo que provocaría muchos rechazos de productos finales e incluso podría provocar una falla de una pieza en servicio.

La difusividad que puede ser influenciada por la temperatura, composición de la aleación y la estructura cristalina, puede ser descrita por el coeficiente de difusión del hidrógeno en la red cristalina. Utilizando métodos de permeación con carga electroquímica pueden permitir determinar la difusividad efectiva, velocidad de permeación y solubilidad del hidrógeno a diferentes temperaturas, aunque muchas veces se recurre a la carga gaseosa para su evaluación por el deterioro producido en las membranas.

En este caso se interpretaron las curvas de permeación obtenidas en los ensayos de carga con hidrógeno realizados a diferentes temperaturas sobre un acero ferrítico-perlítico. La presencia del hidrógeno en el material se realizó por medio de la técnica de decorado con plata. También se calculó el coeficiente de permeación que se relacionaron con la posible ubicación del hidrógeno dentro del material y tiempos mínimos de exposición del material [18].

Para poder examinar el fenómeno de la fragilización por hidrógeno en un acero austenítico inoxidable 316, primero se llevaron a cabo ensayos de

tracción a lo largo de direcciones establecidas con la muestra cargada con hidrógeno.

Generada la fractura cuasi-divisoria, se observó fragilización asistida por hidrógeno en ambas orientaciones de la tracción. La degradación de la tensión en la fractura, la absorción del hidrógeno, el alargamiento y la superficie de la fractura inducida por el hidrógeno dependían de la orientación a la tracción.

La técnica de decoración con plata mostró hidrógeno localizado en regiones en donde apareció la fractura cuasi-divisoria asistida por el hidrógeno [19].

En el caso de que el objetivo primordial fuera cuantificar la energía de activación (E_a) liberada del hidrógeno desde las trampas reversibles o irreversibles en la red cristalina en donde podría ser atrapado el hidrógeno. Esta energía podría determinarse de manera experimental por medio de las mediciones de las temperaturas pico obtenidas para dos velocidades de calentamiento diferentes ($3^\circ\text{C}/\text{min}$ y $5^\circ\text{C}/\text{min}$), en ensayos de calorimetría diferencial de barrido (DSC) desde temperatura ambiente hasta 500°C . Para poder simular cargado de hidrógeno severo en probetas de acero resulfurado de alta resistencia, se realizaron ensayos de permeación electrolítica sobre probetas que son aptas para ensayos de fatiga que soportan bajo número de ciclos.

Para los resultados obtenidos en cuanto a la energía de atrape en las inclusiones, se destacó el efecto del agregado del veneno (NaAsO_2) sobre los valores obtenidos, ya que se pudieron evidenciar que las inclusiones de MnS , con alta energía de atrape, actúan como unas fuertes trampas de hidrógeno.

Empleando las técnicas de decorado con plata, se comprobó una fuerte presencia del hidrógeno gracias a los cristales de plata depositados en los alrededores de las inclusiones de MnS [20].

CAPITULO 4

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

4.1 PREPARACIÓN METALGRÁFICA DEL MATERIAL BASE

El material de llegada o material base se trata de placas de 11 mm de espesor de acero microaleado experimental de alta resistencia con tratamiento termomecánico. La tabla 3.1 muestra la composición química del acero y el carbono equivalente (Pcm) determinado según la fórmula de Ito-Bessyo[21].

Para revelar la microestructura del material base, se realizó una preparación metalográfica, la cual consistió en tomar una muestra mediante corte con disco, desbaste con la secuencia de lijas 240, 320, 400 y 600, pulido grueso con alúmina con tamaño de partícula de 1 micrómetro, pulido fino con alúmina con tamaño de partícula de 0.3, y finalmente pulido fino con tamaño de partícula de 0.05 micrómetros.

Posteriormente, la muestra fue atacada con reactivo de ataque Nital 3 por un tiempo de 15 segundos.

Tabla 4.1.- Composición química del acero microaleado tipo A.

Elemento	C	Si	Mn	Cr	Mo
%	0.028	0.244	1.000	0.422	0.180
Elemento	Ni	Cu	Nb	Ti	Pcm
%	1.354	0.011	0.025	0.015	0.142

Tabla 4.2.- Composición química del acero microaleado tipo B.

Elemento	C	Si	Mn	Cr	Mo
%	0.021	0.242	1.042	0.426	0.170
Elemento	Ni	Cu	Nb	Ti	Pcm
%	1.334	0.011	0.025	0.015	0.136

4.2 PRODUCCIÓN Y PREPARACIÓN METALGRÁFICA DE LAS SOLDADURAS

Para el proceso de soldadura, se cortó una placa del material base con dimensiones aproximadas de 105 mm de ancho por 105 mm de alto y 11 mm de espesor. Para eliminar el óxido, se carearon las caras de la placa y posteriormente se limpiaron y desengrasaron con alcohol. Con el objetivo de eliminar la variable de diseño de la junta, se simuló una soldadura de una pasada con el proceso GTAW, es decir, se produjo un arco sobre la placa de acero microaleado. Los parámetros de soldadura que se utilizaron son mostrados en la Tabla 3.3 Debido al carbono equivalente del material base (0.142), no se realizó un precalentamiento de la placa.

Tabla 4.3.- Parámetros de soldadura utilizados.

Corriente (A)	200 A
Velocidad de soldadura (mm/s)	3
Electrodo	Tungsteno con 2% de Rodio
Punta del electrodo (mm)	Afilada
Distancia entre la placa a soldar y el electrodo (mm)	1.00
Tipo de corriente	Corriente directa con electrodo negativo
Diámetro del electrodo (mm)	3.18
Calor aportado nominal (J/mm)	933

Con el objetivo de obtener una alta calidad de soldadura, la antorcha de la soldadura se adaptó a una máquina de corte con plasma, obteniendo una velocidad de soldadura y una distancia entre el electrodo y la placa constantes (Figura 3.1). Debido a que se cuenta con poco material, sólo se realizó una soldadura en una placa.

Una vez terminada la soldadura, se obtuvo una muestra para realizar una preparación metalográfica en la zona de la soldadura.



Figura 4.1.- Antorcha de la soldadura del proceso GTAW adaptada a una máquina de corte con plasma.

4.3 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS PARA TRATAMIENTOS DE CARGADO CON HIDRÓGENO Y DECORACIÓN CON PLATA

Para poder realizar las pruebas de cargado con hidrógeno y decoración con plata, se obtuvieron muestras del material base y de la zona de la soldadura. Se cortaron varias muestras (10 mm de ancho, 10 mm de largo y 1.5 mm de espesor) con la cortadora Buehler ISOMET 1000 a las mismas condiciones (225rpm y 150 g de carga), aunque cuando el disco se llegaba a atascar, se bajaba la carga aplicada y las rpm se disminuían a 150 para evitar que se atasque el disco y el corte fuera recto. Una vez obtenidas las muestras del material base, se prosiguió a realizar para

ambas caras de las muestras un desbaste siguiendo la secuencias de lijas 240, 320, 400, 600 y 1200, seguido con un pulido grueso con alúmina de 1 micrómetro de tamaño de partícula y finalmente pulido fino con alúmina del 0.3 y 0.05 micrómetros, aunque el pulido fino solamente se realizó en una cara porque esa cara necesita estar en buenas condiciones ya que ahí se realizó la decoración con plata y posteriormente se observó en el microscopio electrónico de barrido. Al acabar el pulido de la probeta, se revisó en el microscopio óptico para observar que no hubiera rayas ni alúmina adherida en la muestra. Hecho esto, las muestras fueron secadas con alcohol y guardadas en un desecador para evitar la oxidación. Debido a que la muestra es de dimensiones pequeñas, y que durante el proceso de cargado con hidrógeno debe de estar sumergida por completo, a cada muestra, se pegó un cable delgado en una de las caras con el uso de tinta conductora y plastiacero. En la Figura 3.2 se presenta una muestra ya preparada.



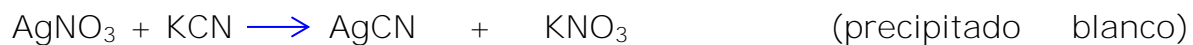
Figura 4.2.- Probeta preparada para el cargado con hidrógeno y decoración con plata

4.4 PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES

Para poder realizar el cargado con hidrógeno, se prepararon 500mL de ácido sulfúrico 0.5M, ya que será utilizado como medio electrolítico para el cargado con hidrógeno, además al ácido sulfúrico se le agregó 0.2gr de trióxido de arsénico por cada litro de ácido sulfúrico preparado. Los reactivos para la decoración con plata fueron preparados utilizando las soluciones de AgNO_3 y KCN a 0.86M y 1.72M respectivamente. Se pesaron 1.4907gr de AgNO_3 Y 1.1667gr KCN para poder obtener 10mL de cada solución a las concentraciones ya mencionadas. Obtenidas las soluciones, se depositó el mililitro de la solución de AgNO_3 en un tubo de ensayo en donde se fue agregando gota por gota un mililitro de la solución de KCN hasta consumir el mililitro. El tubo de ensayo contaba con una tapa, el cual se cerraba bien para evitar fugas de las dos soluciones depositadas, se agitó el tubo de ensayo para propiciar que el precipitado formado se disolviera, la solución tenía que lucir transparente, ya que eso nos indicó que había presencia del complejo K ($\text{Ag}(\text{CN})_2$), y es el que se necesita para poder realizar la decoración con plata.

Obtenido el complejo K ($\text{Ag}(\text{CN})_2$), se realizó una dilución de 1/100 (en el caso que se pida la concentración del complejo a 4.3mM, en el caso de una concentración de 8.6mM la dilución sería 1/50); ya que se toma 0.10mL del complejo y se diluye con 10mL de agua destilada. Las soluciones preparadas siempre se realizaron en la campana.

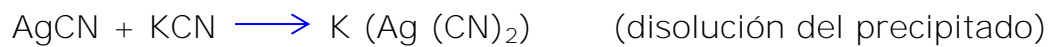
Reacciones involucradas en la decoración con plata



Reacción 4.1



Figura 4.3.- Formación del precipitado blanco en la reacción.



Reacción 4.2

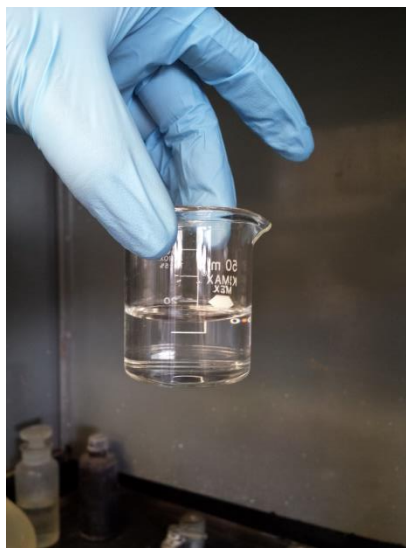


Figura 4.4.- Disolución del precipitado en la reacción.



4.5 CARGADO DE HIDRÓGENO Y DECORACIÓN

Ya teniendo listas las probetas de puro material base, se realizó la carga de hidrógeno montando un sistema electroquímico conectado los electrodos de grafito como ánodos (+) y la placa del material A como cátodo (-) en la fuente de poder; los ánodos y el cátodo se sumergieron en la solución electrolítica (ácido sulfúrico), la carga aplicada para cada probeta era determinada por el área de las dos caras y una $i = 40 \text{ mA/cm}^2$. Diluida la solución del complejo y terminada la carga de hidrógeno en la probeta del material A, se procedió a sumergir la probeta de la solución diluida con el complejo a un determinado tiempo de residencia para cada probeta de material A.

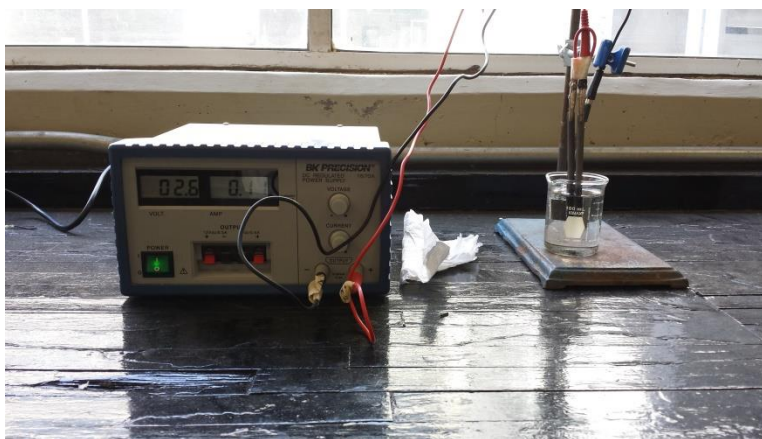


Figura 4.5.- Montaje del equipo para el cargado de hidrógeno.

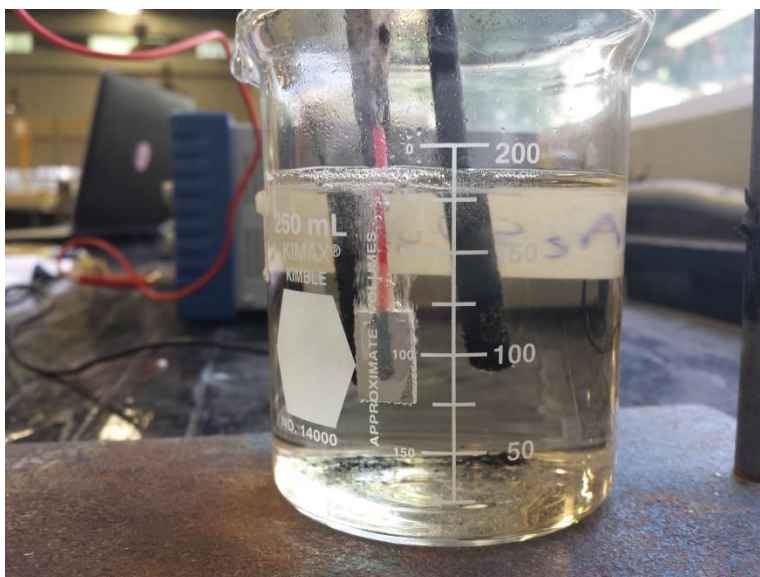


Figura 4.6.- Cargado con hidrógeno del acero microaleado tipo A.

Terminado el tiempo establecido en la matriz experimental para cada probeta (Tabla 4.4 y Tabla 4.5) se sacó la probeta, se limpió con agua destilada, se secó con alcohol absoluto y se guardó para protegerla de que no se oxide.

Tabla 4.4.- Matriz experimental para la primera corrida de 5 probetas de material base (MB).

Probeta	Área (cm²)	Corriente (A)	Tiempo de carga (minutos)	Tiempo de decoración (minutos)	Concentración (mM)
CA1	2.943	0.12	30	60	4.3
CA2	2.73	0.11	30	60	8.6
CA3	2.358	0.09	60	60	4.3
CA4	2.392	0.10	60	60	8.6
CA5	-----	-----	-----	60	8.6

Tabla 4.5.- Matriz experimental para la segunda corrida de 6 probetas de material base (MB).

Probeta	Área (cm²)	Corriente (A)	Tiempo de carga (minutos)	Tiempo de decoración (minutos)	Concentración (mM)
AA1	2.146	0.09	60	60	4.3
AA2	2.37	0.095	60	60	4.3
AA3	2.144	0.09	60	120	4.3
AA4	2.18	0.09	120	120	4.3
AA5	2.354	0.09	180	120	4.3
AA6	2.19	0.09	180	120	4.3

La preparación de las probetas de soldadura consistió en realizar un corte transversal a la dirección de la soldadura a baja velocidad de corte (150 rpm) para evitar cualquier tipo de transformación de fase. Para la preparación metalográfica, se realizó el mismo procedimiento para preparar las probetas de material base y también se utilizó el mismo procedimiento para montar las probetas con soldadura pegando el cable con el plásticero y la tinta conductora. Ya obtenidas las probetas de soldadura se procedió a atacarlas con nital 3 para revelar la macroestructura y el tamaño de grano de las diferentes zonas y subzonas de la ZAC, ya atacadas las piezas con una navaja se decidió hacerle marcas en la ZF y en las subzonas de la ZAC para que al momento de estar decoradas las probetas y se tenga que tomar las imágenes con el microscopio electrónico de barrido, se obtengan imágenes en la zonas y subzonas de la ZAC.

Atacadas las soldaduras se realizó la carga con hidrógeno, acabada la carga, se realizó un pulido fino con alúmina de 0.05 micrómetros, realizado el pulido fino se procedió a realizar la decoración con plata. El

tiempo de cargado y decoración para cada probeta fue aplicado mediante la matriz experimental mostrada en la Tabla 4.6.

Tabla 4.6.- Matriz experimental para las cuatro probetas con soldadura.

Probeta	Área (cm²)	Corriente (A)	Tiempo de carga (minutos)	Tiempo de decoración (minutos)	Concentración (mM)
Sa	3.5	0.14	180	120	4.3
Sb	2.42	0.10	180	180	4.3
Sc	2.42	0.10	360	120	4.3
Sd*	4.13	0.17	180	120	4.3

Las muestras de material base y de soldadura fueron guardadas adecuadamente para evitar que se oxiden y para mantenerlas intactas para que se puedan obtener buenas imágenes con el microscopio electrónico de barrido.

4.6 TRATAMIENTO TÉRMICO PARA DESCARGA DE HIDRÓGENO

Para la soldadura Sd se efectuó el tratamiento térmico de baking, primero se cargó la soldadura a un tiempo determinado en la matriz experimental mostrada en la Tabla 4.6, se realizó un pulido fino con alúmina de 0.05 micrómetros de tamaño de partícula, ya realizado el pulido se procedió a realizar el tratamiento térmico en una mufla a 150°C durante 3 horas; ya realizado el tratamiento térmico se volvió a realizar el pulido fino para poder realizar la decoración con plata.

4.7 CARGADO DE HIDRÓGENO Y DECORACIÓN UTILIZANDO CONDICIONES EXPERIMENTALES YA ESTABLECIDAS

Para esta parte experimental, se procedió a cortar y preparar muestras de material base y soldadura pertenecientes al material A y material B, posteriormente se procedió a cargar y realizar la decoración con plata con las condiciones experimentales (tiempo de carga de hidrógeno, tiempo de decoración con plata y concentración de reactivo) establecidas por las matrices experimentales realizadas anteriormente.

Tabla 4.7.- Matriz experimental para las soldaduras de material A (SA) y material B (SB).

Probeta	Área (cm²)	Corriente (A)	Tiempo de carga (minutos)	Tiempo de decoración (minutos)	Concentración (mM)
SA1	2.58	0.1032	180	180	4.3
SA2	2.52	0.1008	180	180	4.3
SA3	2.36	0.09	180	180	4.3
SB1	1.92	0.08	180	180	4.3
SB2	1.82	0.07	180	180	4.3

Para las probetas SA2 y SB1, antes de realizarles de decoración con plata, se les realizó un ataque selectivo utilizando nital 2 y el picral, en este caso se utilizó el picral porque actúa como un activador y revelador de los carburos y la microestructura presente en los aceros microaleados.

Para las probetas SA3 y SB2, primero se les realizó un ataque macro utilizando solamente nital 2 para revelar las zonas y subzonas de la soldadura antes de realizar la carga de hidrógeno y decoración con plata, ya que al tener identificadas esas zonas se procedió a realizarles

una marca con un objeto punzocortante en cada zona y subzona de la soldadura con el objetivo de tenerlas bien identificadas al momento de que se tuviera que tomar imágenes en el microscopio electrónico de barrido.



Figura 4.7.- Ataque macro realizado a soldadura del material tipo A.

CAPITULO 5

Resultados y discusión

5.1 Obtención de la microestructura del material base y soldadura del material A y B.

En la Figura 5.1 se observa la microestructura del material base (material A), la cual consiste de martensita y bainita, además de que se observan presencia de precipitados (carbonitruros).

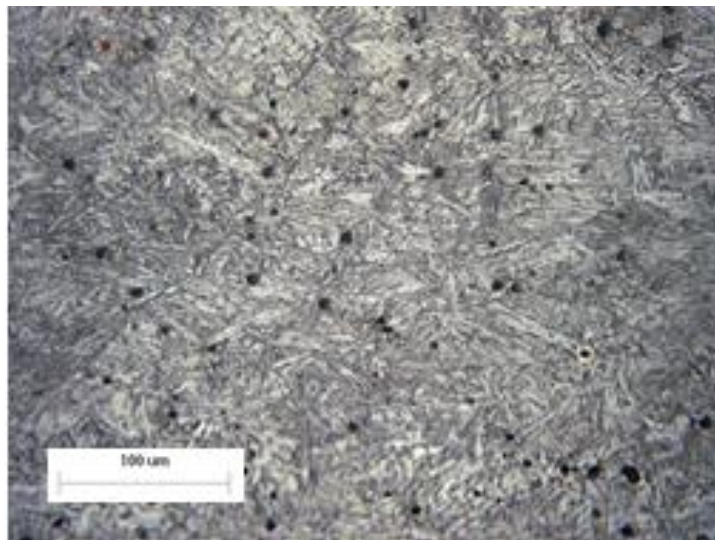


Figura 5.1.- Microestructura del material base (A).

En la Figura 5.2 se observa la microestructura del material base (material B), la cual consiste de una microestructura de ferrita con presencia de precipitados (carbonitruros).

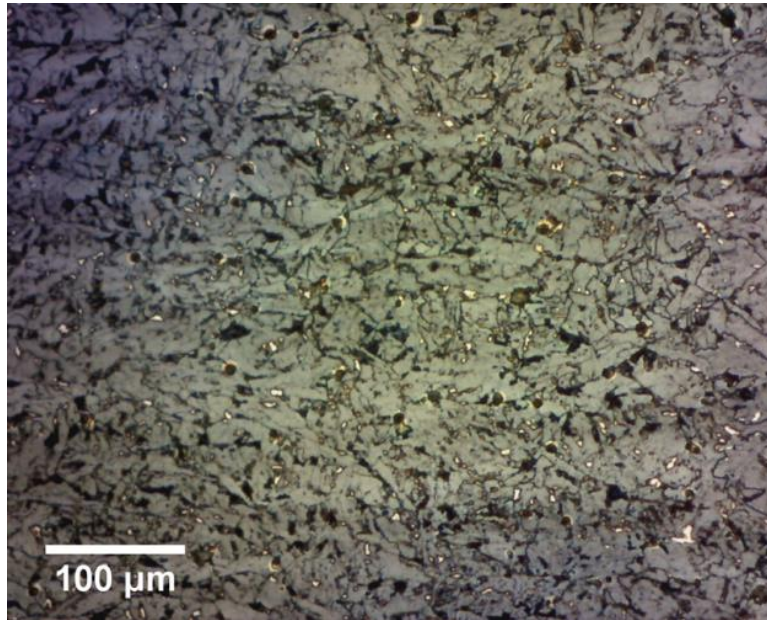


Figura 5.2.- Microestructura del material base (B).

En la Figura 5.3 se observa la soldadura obtenida, la cual se encontró libre de imperfecciones como salpicaduras, falta de continuidad del cordón, fisuras, poros y otros defectos. A simple vista en la soldadura se puede observar una ZAC claramente desarrollada.

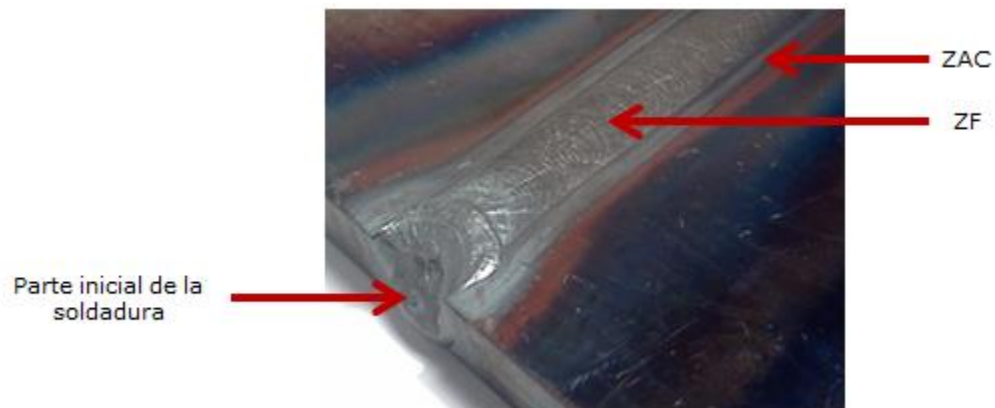


Figura 5.3.- Soldadura producida por el proceso GTAW.

De la macroestructura de la soldadura (Figura 5.4), se observó la zona de fusión (ZF), zona afectada por el calor (ZAC) y sus subzonas, que son las siguientes:

- Subzona parcialmente fundida (PFZAC)
- Subzona de crecimiento de grano (CGZAC)
- Subzona de recristalización (RCZAC)
- Subzona parcialmente transformada (PTZAC)

Fue observada la zona del material base, pero este no fue afectado por el calor y no presenta defectos como porosidades o grietas.

Utilizando un analizador de imágenes, se determinó que la ZF tiene una profundidad de 2.43mm, la ZAC de 2.95mm y la PTZAC de 1.10mm. El grosor de la ZAC es el total de los espesores de las subzonas: CGZAC, RCZAC y PTZAC

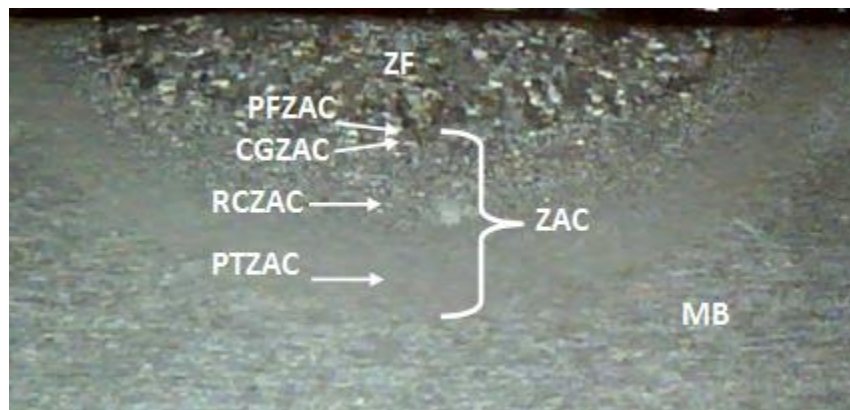



Figura 5.4.- Macroestructura de la zona de la soldadura. Zona de fusión (ZF), zona afectada por el calor (ZAC) y sus respectivas subzonas de la ZAC y el material base (MB) identificadas en la soldadura realizada en el acero microaleado, corte transversal en dirección de la soldadura.

Para la soldadura (A y B) se realizó un análisis de las microestructuras localizadas en las zonas y subzonas de la soldadura. En la Tabla 5.1 se observan las microestructuras y fases presentes en la ZAC, y en el material base.

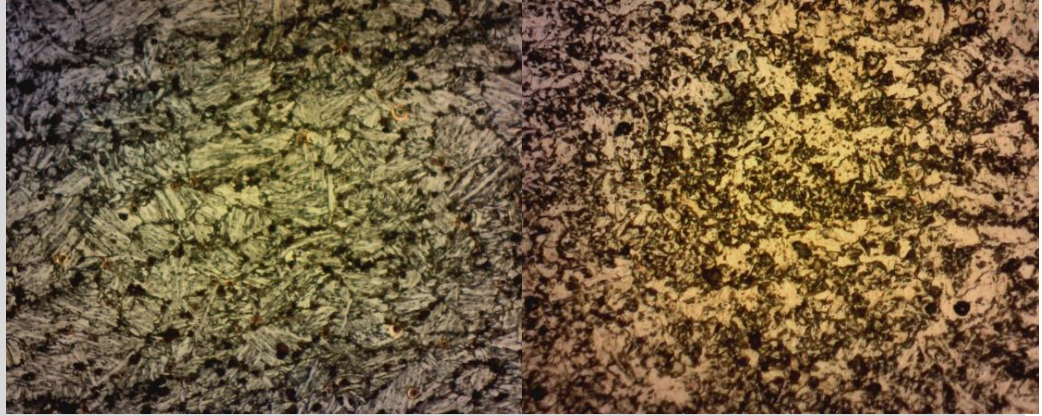
Para el material A, el material base cuenta con una microestructura de martensita y bainita, se obtuvo una microdureza de 318 HV 0.1, debido a que se tiene una mezcla de martensita y bainita el bajo contenido de carbono en el acero microaleado (0.028%). La martensita que se formó durante el enfriamiento del proceso termomecánico es de baja dureza. En la PTZAC se observaron temperaturas pico entre las temperaturas críticas A_1 y A_3 , por lo que la bainita y la martensita se descompusieron para formar austenita en el ciclo de calentamiento, porque se enfrió y formó una mezcla de ferritas, como la ferrita de borde de grano, poligonal y ferrita acicular, y el material base que no se transformó, en especial la martensita, ya que los cambios sufridos fueron parecidos al de un revenido de alta temperatura. En la RCZAC se alcanzó una temperatura mayor a la temperatura crítica A_3 , pero inferior a 1300°C , por lo que la microestructura original del material base fue austenizada durante todo el ciclo de calentamiento. No se observó formación de martensita porque el grano austenítico no creció mucho, por lo que propició que se formaran nuevas fases por la existencia de muchos sitios de nucleación y favoreció la formación de ferrita poligonal, ferrita de borde de grano y bainita. Tamaño de grano promedio (μm) = $6.50 + 0.15$. Debido a las altas temperaturas que se experimentan (entre 1300°C y 1453°C) en la CGZAC se presentó un tamaño de grano mayor que en la RCZAC, se observó la formación de martensita, bainita, ferrita de borde de grano y ferrita Widmanstätten. Hubo presencia de fenómenos de disolución de precipitados, lo que promueve el crecimiento de grano. Tamaño de grano promedio (μm) = $18.92 + 0.59$.

Para el material B, el material base (MB) presentó una microestructura ferrítica con presencia de precipitados; la zona afectada por el calor (ZAC) presentó una mezcla compleja de microestructuras, desde bainitas, ferrita de borde de grano y ferrita poligonal cerca del material base, martensita, bainita y ferrita widmanstätten cerca de la zona de fusión (ZF); la zona de fusión presentó una microestructura de martensita, bainita y ferrita acicular.

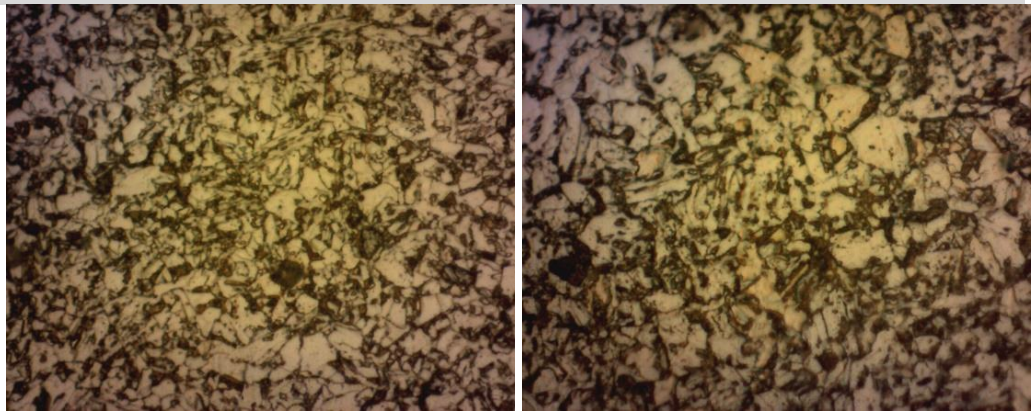
Tabla 5.1.- Resultados obtenidos de las microestructuras y fases presentes que fueron desarrolladas en la zona de la soldadura por el efecto térmico que fue aportado en la soldadura. Imágenes a 500x.

Zonas y subzonas	Material A (acero microaleado martensítico y bainítico)	Material B (acero microaleado ferrítico)
MB		
Continuación		

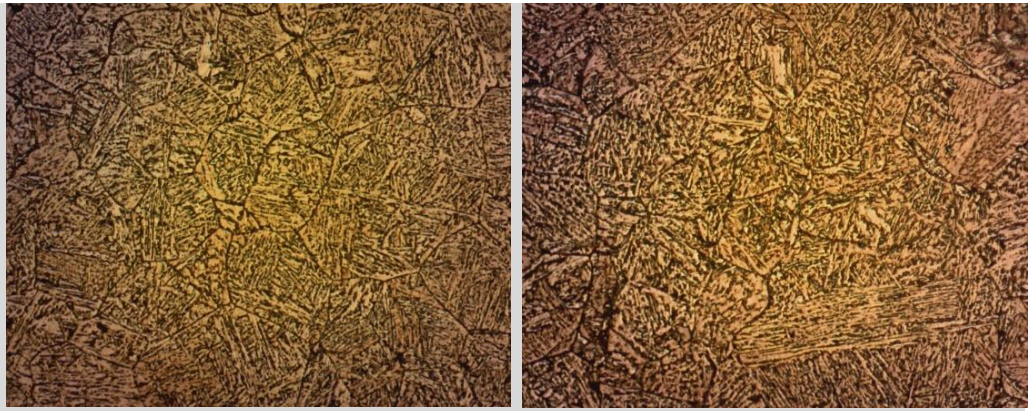
PTZAC



RCZAC



CGZAC



Continuación

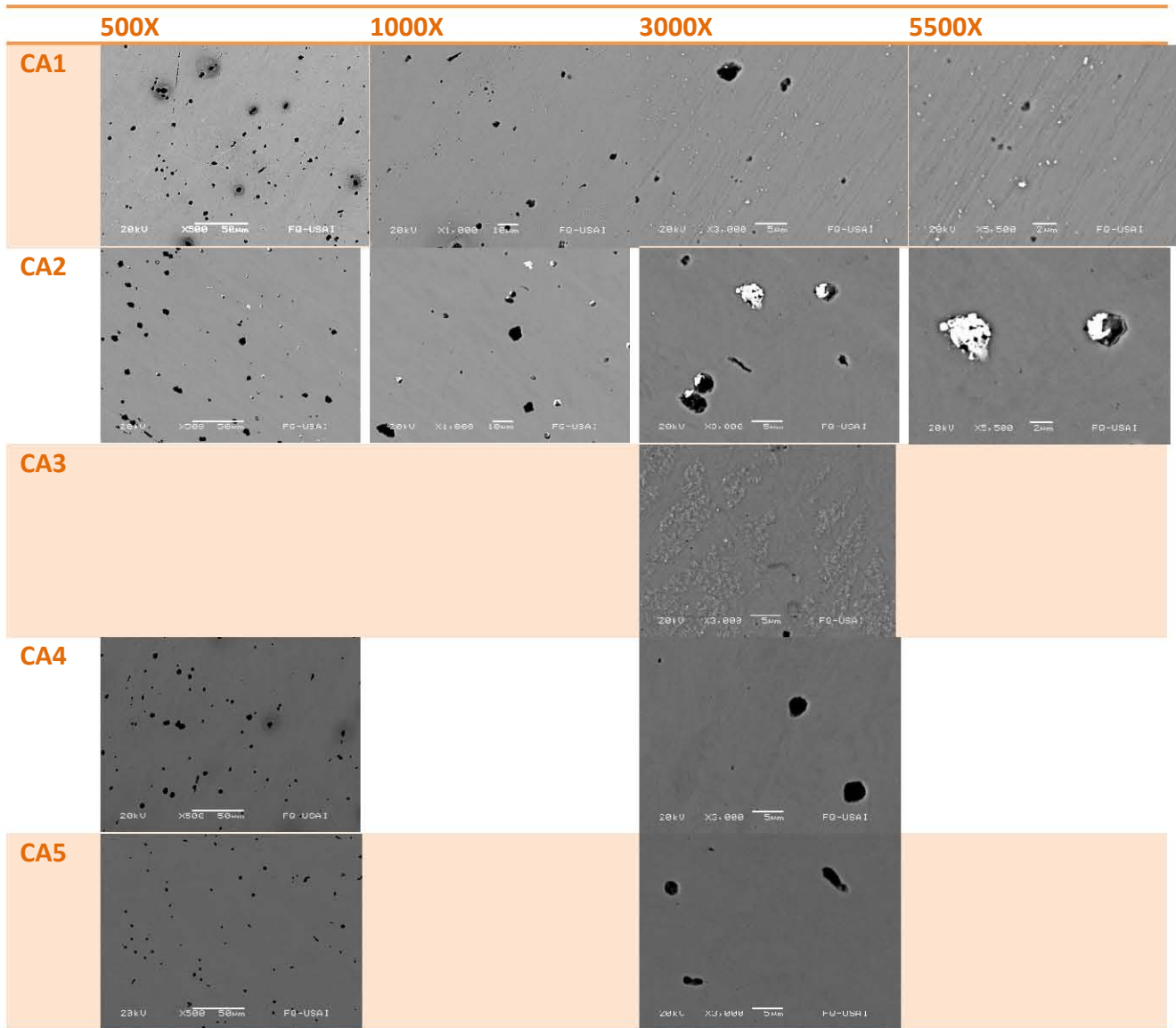


5.2 Resultados obtenidos mediante la microscopía electrónica del material base en acero microaleado martensítico y bainítico (material A)

En la Tabla 5.2 se mostraron los resultados obtenidos de la decoración con plata para las probetas de la primera corrida que solamente son de material base. En las imágenes se muestra la nula presencia de plata precipitada en la superficie de cada probeta, a excepción de la probeta CA1 se observó una mínima presencia de plata precipitada, ya que fue apreciable en las imágenes obtenidas a diferentes aumentos y en el análisis semi-cuantitativo (análisis de rayos x, Figura 5.5), indicaron que los precipitados analizados en esa probeta contenían plata.

El tiempo de cargado de hidrógeno fue mínimo en comparación con la segunda corrida, por lo que fue factor para que las probetas a excepción de una en la primera corrida no presentaran plata precipitada.

Tabla 5.2.- Imágenes obtenidas de la microscopía electrónica de barrido de cada probeta a diferentes aumentos.



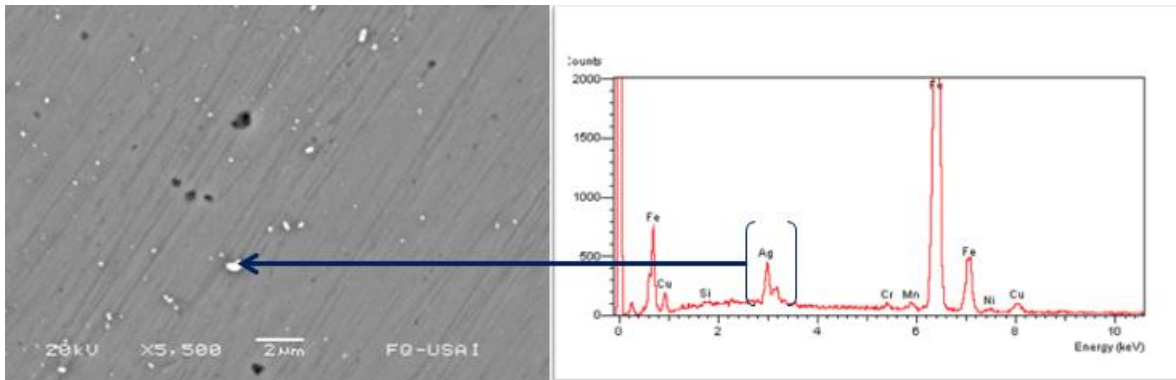


Figura 5.5.- Resultado obtenido de la prueba de rayos X, para la determinación de plata precipitada en la probeta CA1. Se observó presencia de plata.

Observaciones

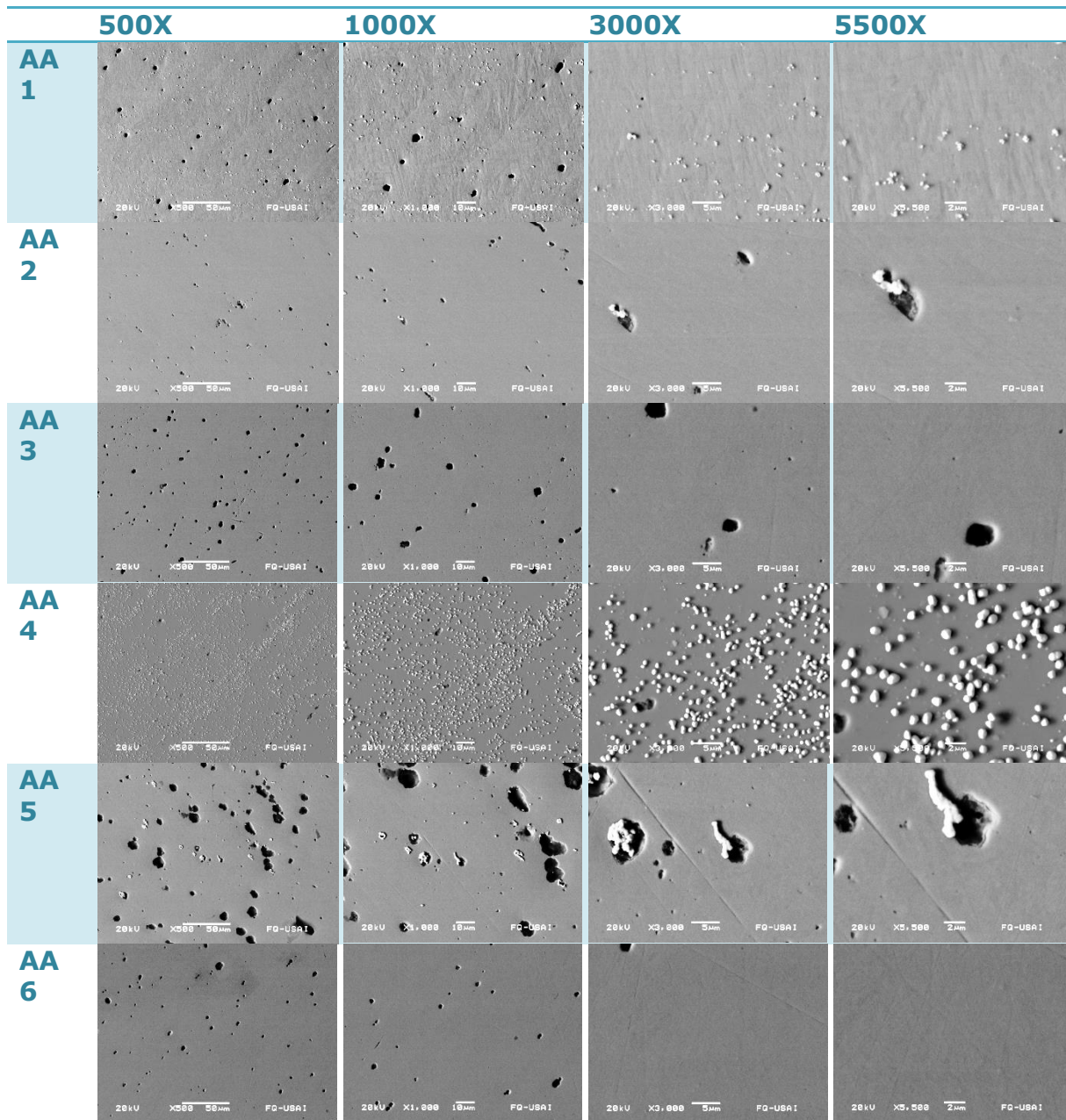
- En la imagen de la probeta CA3 a 3000x, se observó una falla, debido al desprendimiento del epóxico que protegía de la interacción química al conductor.
- Para las probetas CA4 y CA5, no hubo presencia de plata precipitada al realizar la prueba de rayos X a los 3000x.

Los resultados obtenidos de la segunda corrida en la Tabla 5.3, se observó un aumento de precipitados de plata en algunas probetas de esa corrida, se debió a que en la matriz experimental el tiempo de cargado de hidrógeno fue aumentado, por lo que el hidrógeno tuvo más tiempo de difundir por lo tanto, quedo absorbido en zonas preferenciales en la probeta y la plata precipitó en zonas con mayor hidrógeno absorbido.

El resultado más relevante es el de la probeta AA4, ya que en su superficie se observó una mayor precipitación de plata, por lo tanto, los parámetros utilizados en la matriz experimental son buenos y fueron aplicados en las probetas de mayor interés (soldaduras).

En las otras probetas que fueron sometidas a diferentes parámetros experimentales que la probeta AA4, presentaron una mínima o nula precipitación de plata en la superficie.

Tabla 5.3.- Imágenes obtenidas de la microscopía electrónica de cada probeta a diferentes aumentos.



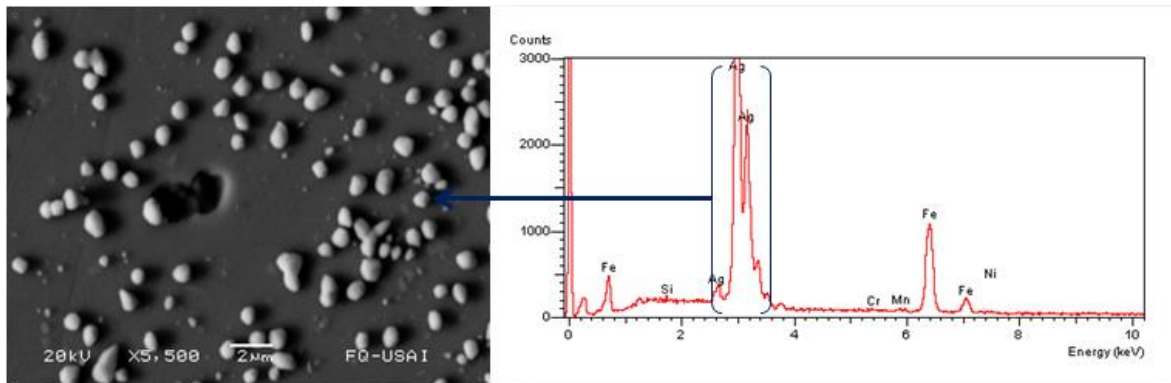


Figura 5.6.- Resultado obtenido de la prueba de rayos X para la determinación de plata precipitada en la probeta AA4 a 5500x. Se observó presencia de plata.

Observaciones

Con los resultados arrojados de la primera y segunda corrida, se pudo fijar parámetros experimentales como la concentración de los reactivos de decoración, el tiempo de cargado de hidrógeno y decoración con plata, utilizados posteriormente para las matrices experimentales de las probetas de interés de estudio (soldaduras).

5.3 Resultados obtenidos mediante microscopía electrónica (soldadura en material A) con parámetros experimentales establecidos

En esta corrida (de la Tabla 5.4 a la Tabla 5.10) se cargó con hidrógeno y se decoró con plata en las zonas de la soldadura (ZF y ZAC), ya que se observó la distribución del hidrógeno, considerando si la microestructura, las fases, los defectos cristalinos y el tamaño de grano pueden ser factor en la distribución del hidrógeno en las zonas y subzonas de la soldadura y el material base.

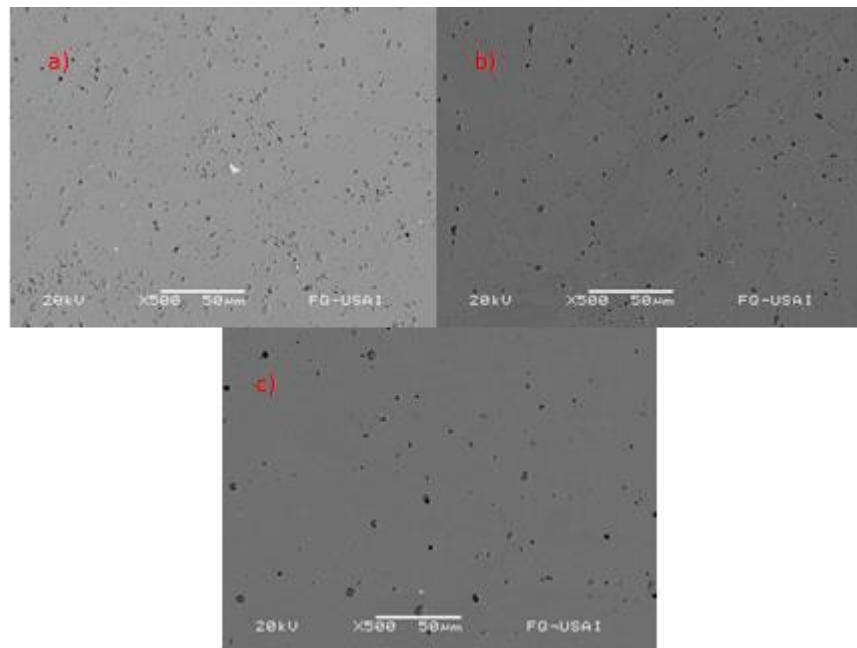


Figura 5.7.- Imágenes obtenidas de la microscopía electrónica de cada zona de la probeta Sa (a) ZF, B) ZAC y c) MB) para detección de plata precipitada.

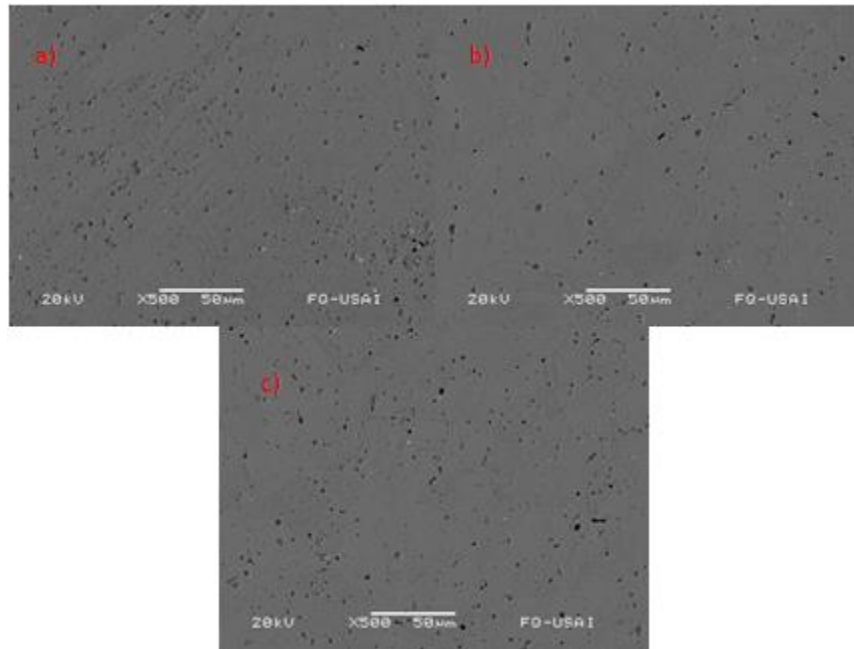


Figura 5.8.- Imágenes obtenidas de la microscopía electrónica de las subzonas de la ZAC en la probeta Sa (a) CGZAC, b) RCZAC y c) PTZAC) para la detección de plata precipitada.

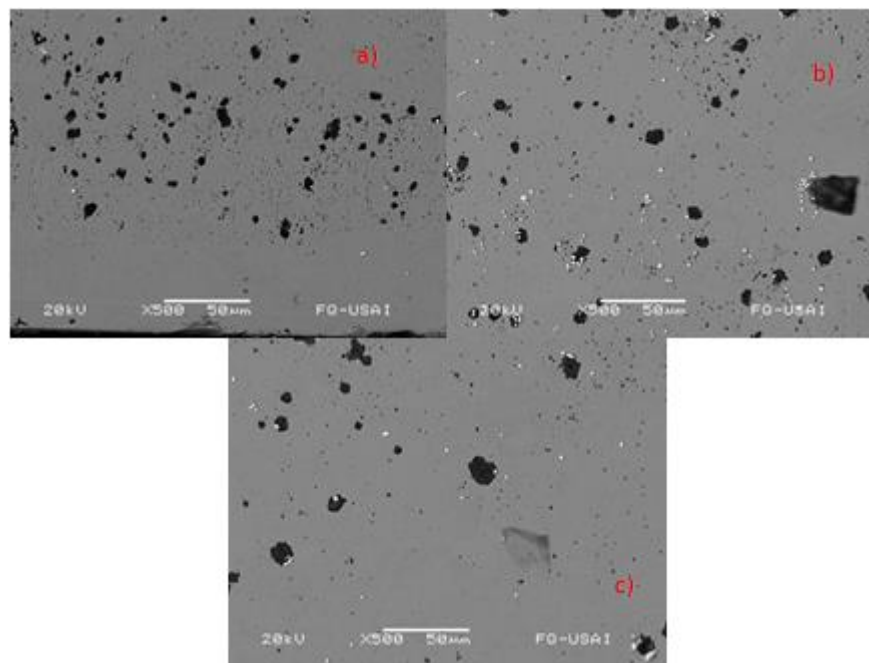


Figura 5.9.- Imágenes obtenidas de la microscopía electrónica de cada zona de la probeta Sb (a) ZF, B) ZAC y c) MB) para detección de plata precipitada.

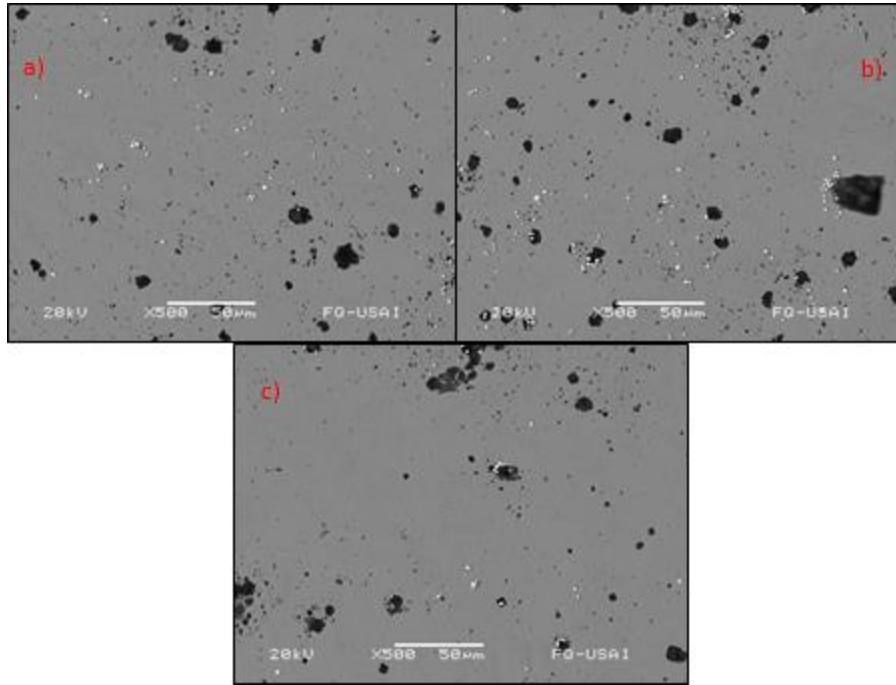


Figura 5.10.- Imágenes obtenidas de la microscopía electrónica de las subzonas de la ZAC en la probeta Sb (a) CGZAC, b) RCZAC y c) PTZAC) para la detección de plata precipitada.

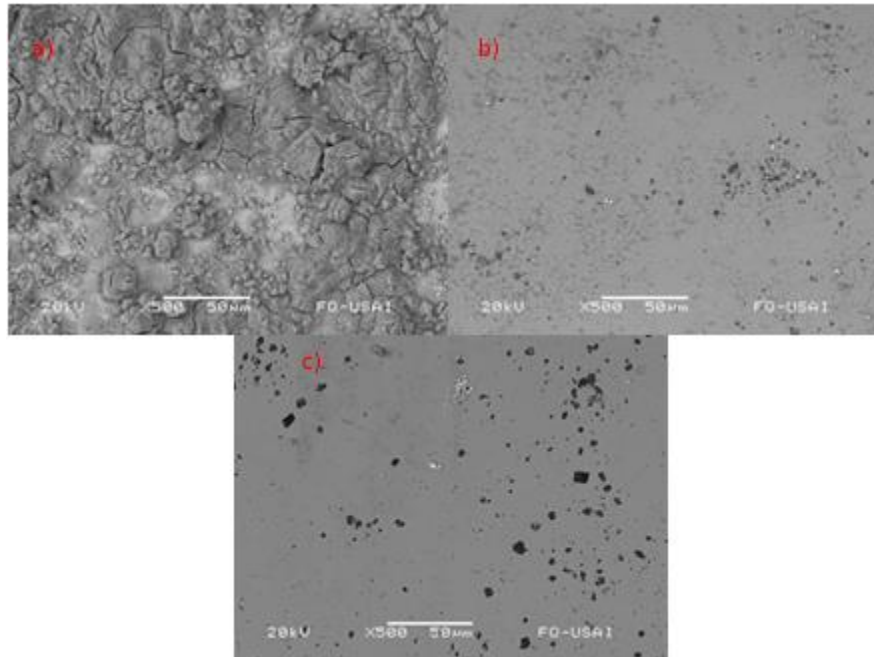


Figura 5.11.- Imágenes obtenidas de la microscopía electrónica de cada zona de la probeta Sc (a) ZF, B) ZAC y c) MB) para detección de plata precipitada.

Al observarse el material base, se notó precipitación de plata aunque en menor cantidad, por lo que la poca plata encontrada fue gracias a los precipitados presentes en el material base. Se observó porosidad, que fue generada porque la microestructura del material base es más dura y forma acicular, por lo tanto fue más susceptible a sufrir daños por hidrógeno.

La ZAC es en donde se presentó una mayor distribución de precipitados de plata, por lo tanto es en donde se encuentra el hidrógeno distribuido en mayor concentración, no se debe de olvidar que la decoración con plata es un indicador que muestra en que zonas puede haber mayor concentración de hidrógeno adsorbido debido a que las subzonas PTZAC y RCZAC cuentan con un menor tamaño de grano, cuentan con microestructura ferrítica debido a que la microestructura original fue austenizada, al irse enfriando propicio la formación de una mezcla de ferritas, y la solubilidad del hidrógeno es menor en la ferrita debido a sus intersticios tetraédricos, hay una mayor concentración adsorbida en las subzonas mencionadas, sin olvidar los precipitados, límites de grano, dislocaciones, inclusiones y vacancias que pueden actuar como trampas de hidrógeno. Por lo tanto se observó una mayor precipitación de plata en las subzonas mencionadas.

En la CGZAC se observó una menor precipitación de plata debido a que la subzona experimento una mayor temperatura que las dos subzonas ya mencionadas, se experimentó una disolución de precipitados y un aumento en el tamaño de grano, por lo que hay menos límites de grano, por lo que hay menos trampas para hidrógeno y existe una menor presencia de ferrita en comparación de las dos primeras subzonas, por lo tanto la difusividad del hidrógeno en esa fase es mayor.

La PFZAC y ZF, son las que experimentaron una mayor temperatura, se observó plata precipitada debido a que muy altas temperaturas en esas zonas suele haber una disolución de precipitados, aunque esas zonas experimentan una reprecipitación, por lo que hay presencia de precipitados y por lo tanto actúan como trampas que atrapan al hidrógeno y este es revelado por la decoración con plata.

En la probeta Sc, no se realizó análisis en las subzonas, debido a que las probetas se oxidaron al permanecer guardadas después de haber sido secadas posteriormente a su decoración con plata. La corrosión observada en la probeta se le atribuyó a la humedad en el ambiente.

5.3.1 Resultados obtenidos mediante microscopía electrónica (soldadura en material A) para la probeta Sd sometida a un tratamiento de baking.

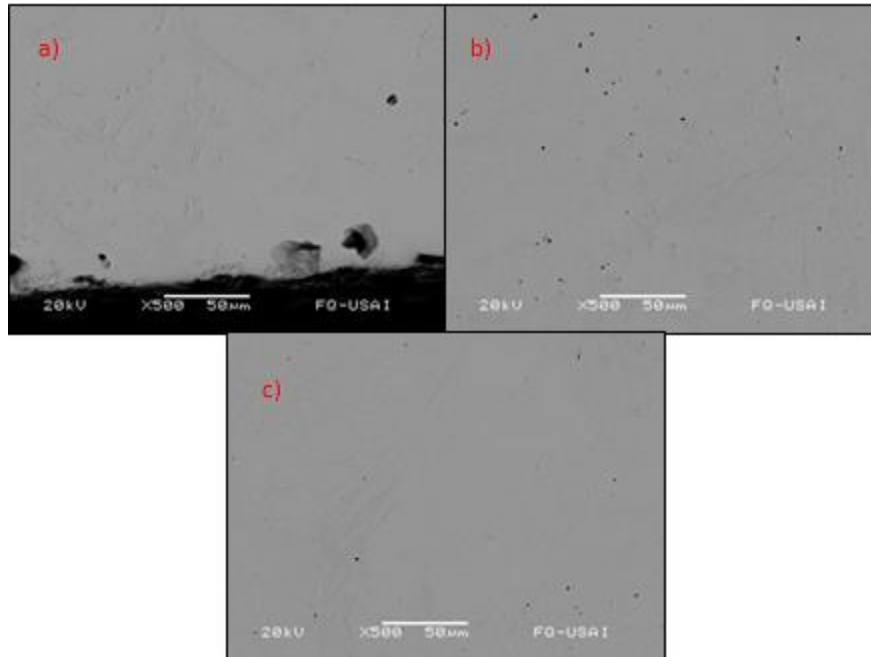


Figura 5.12.- Imágenes obtenidas de la microscopía electrónica de cada zona de la probeta Sd (a) ZF, B) ZAC y c) MB) para detección de plata precipitada.

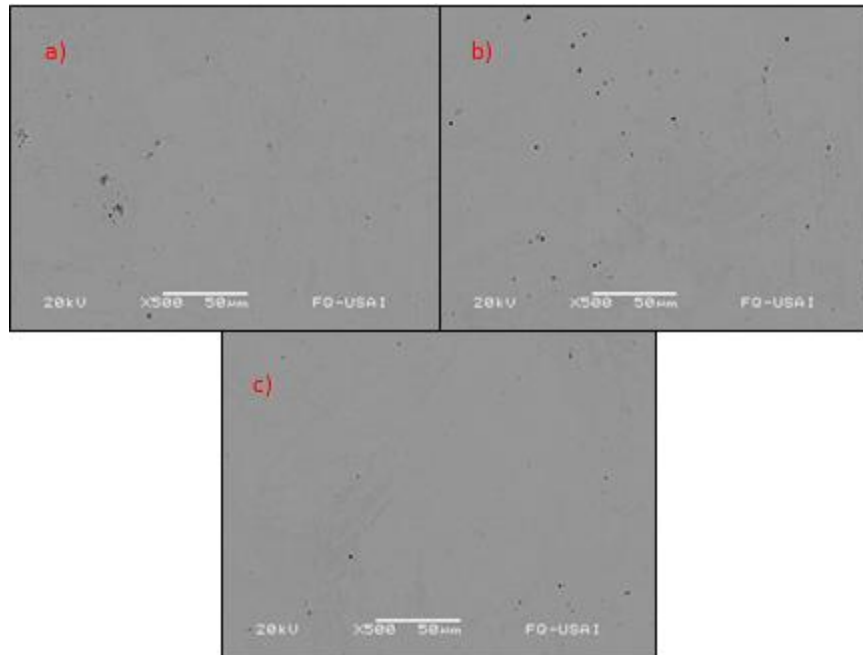


Figura 5.13.- Imágenes obtenidas de la microscopia electrónica de las subzonas de la ZAC en la probeta Sd (a) CGZAC, b) RCZAC y c) PTZAC) para la detección de plata precipitada.

La probeta Sd de la tercera corrida fue la única que se le aplicó el tratamiento térmico de baking, en la Tabla 5.9 y en la 5.10, se observó que no hay presencia de plata precipitada, eso se debió que al aumentar la temperatura a un determinado tiempo, aumentó la difusividad en el hidrógeno y eso ayudó a expulsar el hidrógeno en la soldadura y puede darnos una idea que las trampas que probablemente se encuentren presentes en el material son trampas reversibles ya que mantuvieron un cierto tiempo al hidrógeno dependiendo de la temperatura de interés y que la energía de interacción sea baja.

5.4 Resultados obtenidos mediante microscopía electrónica previamente atacadas con un ataque selectivo.

En esta parte se prepararon dos muestras de cada material (A y B), se les aplicó la decoración con plata en las zonas y subzonas de las soldaduras que ya se habían analizado y realizado la decoración con plata, con la diferencia que solamente se había realizado al material A, en este caso se realizó tanto para el material A y B, ya que estos materiales son de una microestructura base diferente, se deseaba observar las diferencias en cada uno de los materiales y si la distribución del hidrógeno depende de sus características microestructurales.

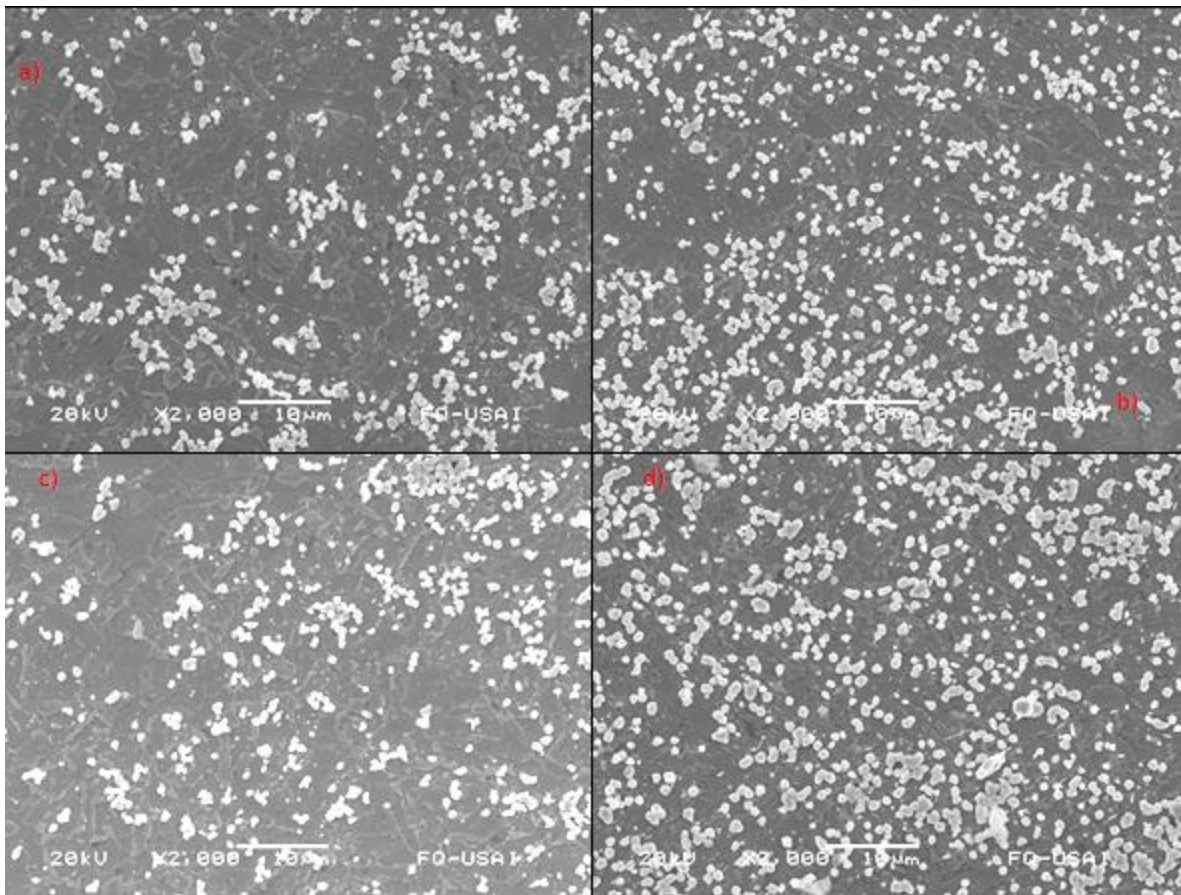


Figura 5.14.- Imágenes obtenidas de la decoración con plata en (a) MB, b) RCZAC, C) CGZAC y d) ZF) en el material A.

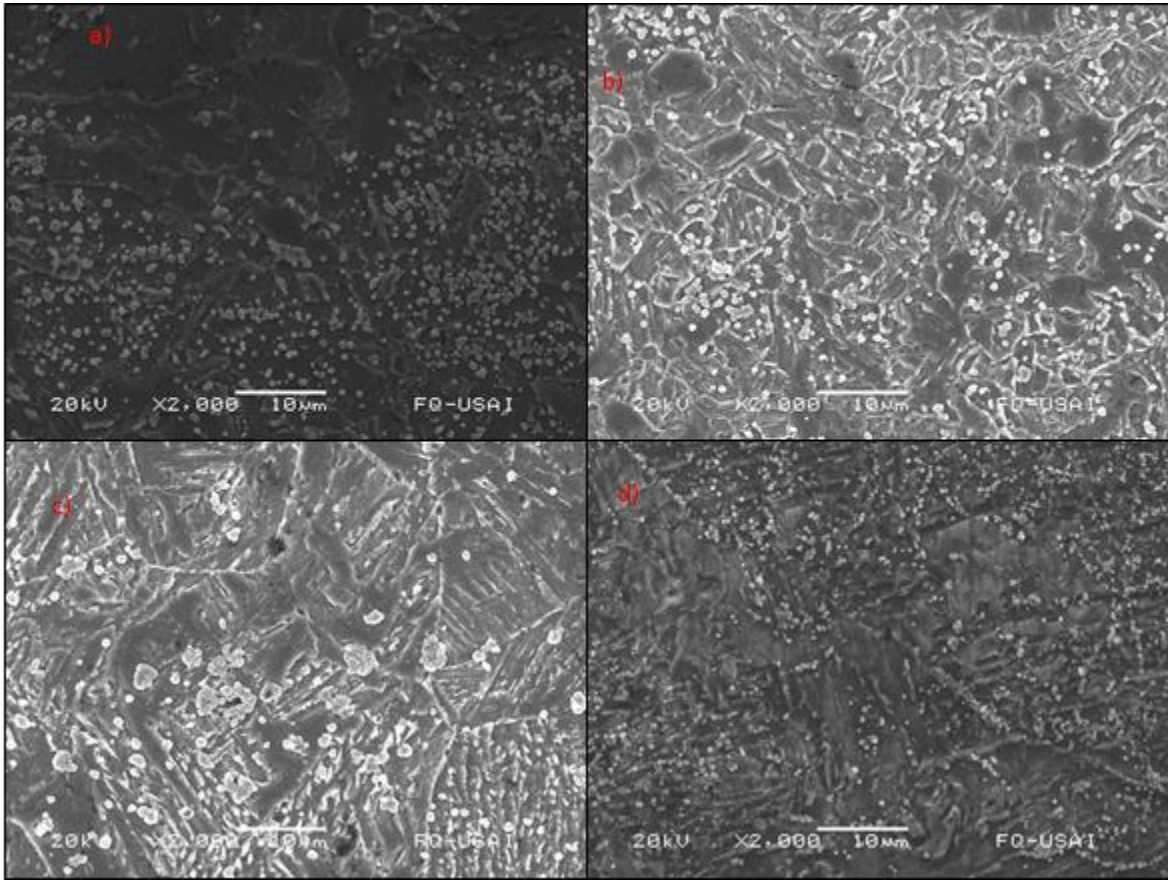


Figura 5.15.- Imágenes obtenidas de la decoración con plata en (a) MB, b) RCZAC, C) CGZAC y d) ZF) en el material B.

5.4.1 Resultados del conteo de precipitados de plata mediante el uso del ImageJ en el material base (A y B), tomando un tamaño inicial de $0.2\mu\text{m}^2$.

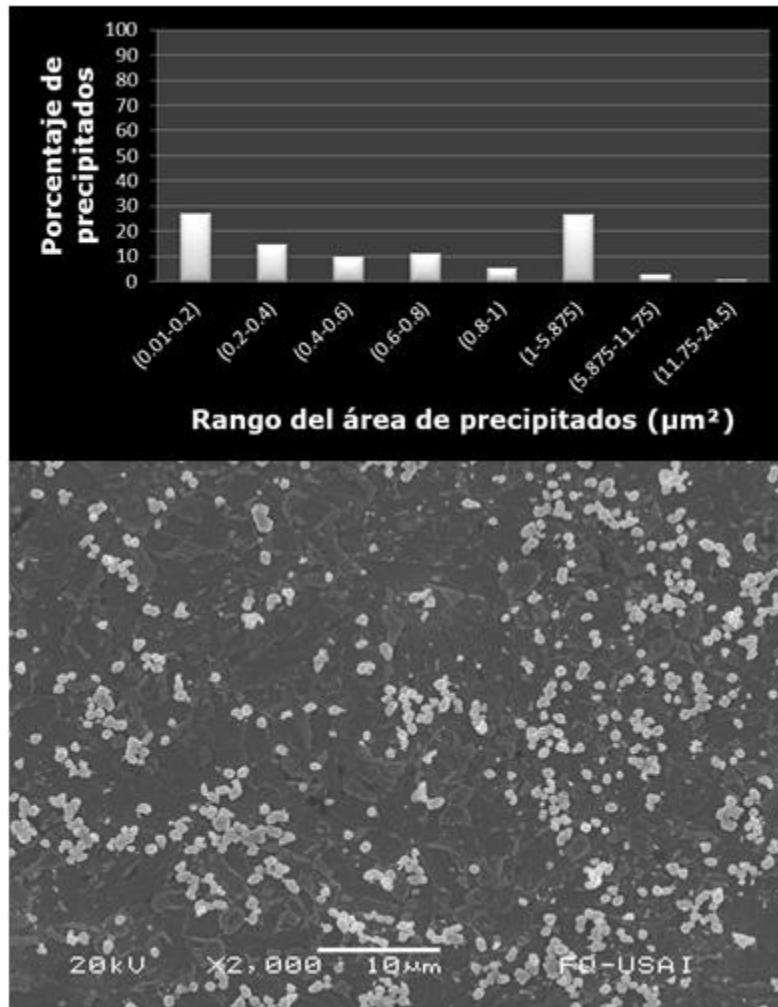


Figura 5.16.- Resultados obtenidos del conteo de precipitados de plata utilizando el programa ImageJ, representados por los porcentajes del rango de las áreas de los precipitados contabilizados (material A).

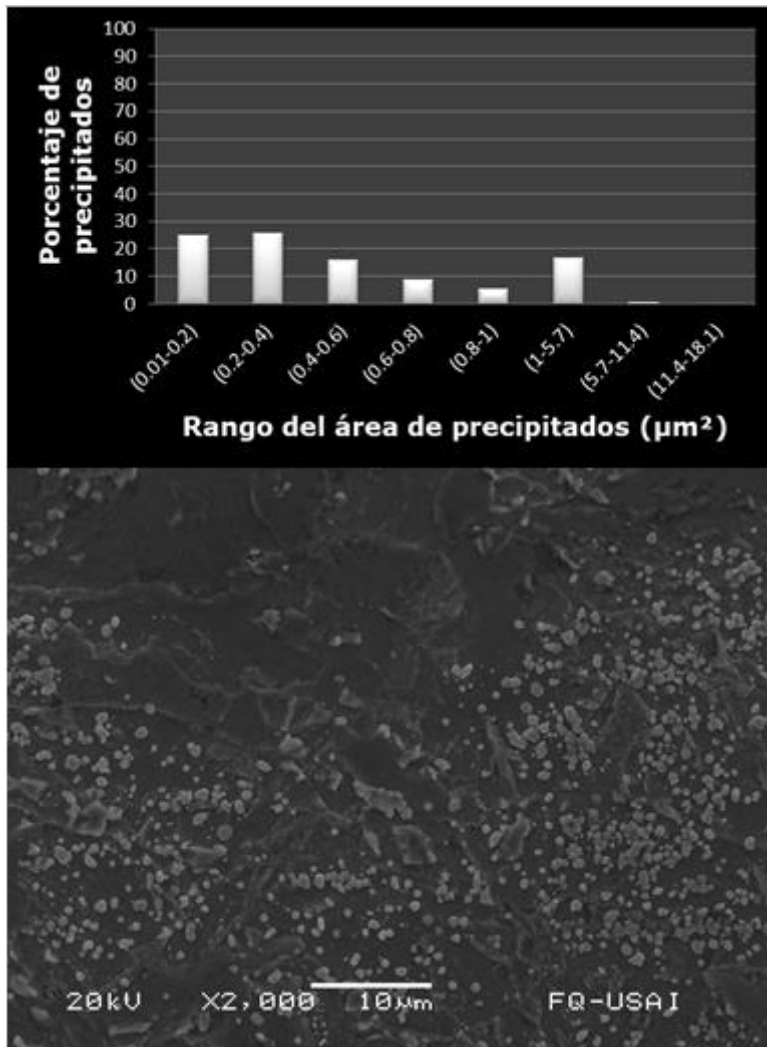


Figura 5.17.- Resultados obtenidos del conteo de precipitados de plata utilizando el programa de ImageJ, representados por los porcentajes del rango de las áreas de los precipitados contabilizados (material B).

5.4.2 Resultados complementarios en el conteo de precipitados de plata encontrados en el material base (A y B)

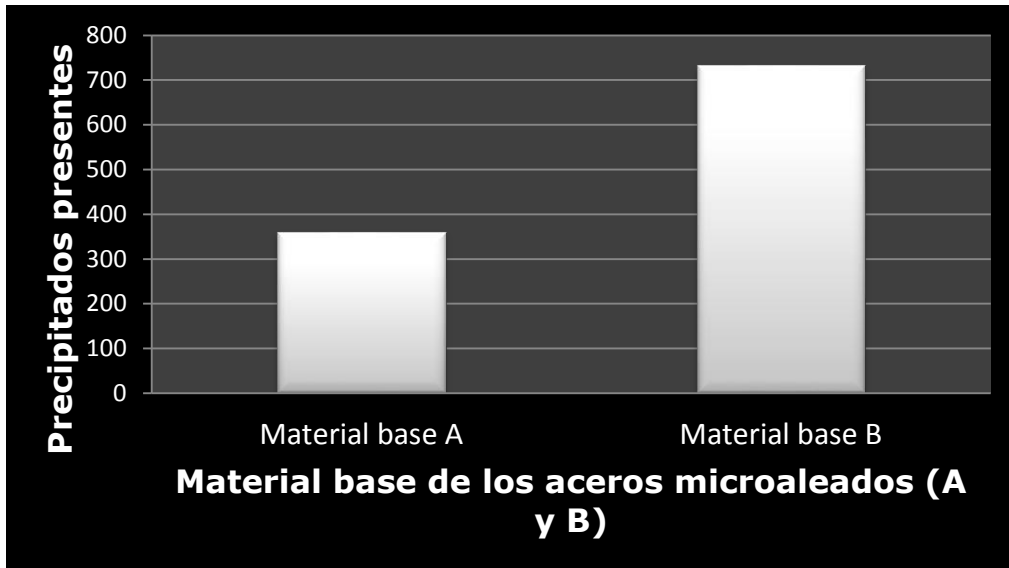


Figura 5.18.- Comparación del número de precipitados de plata contabilizados con el ImageJ del material base presente de los aceros A y B.

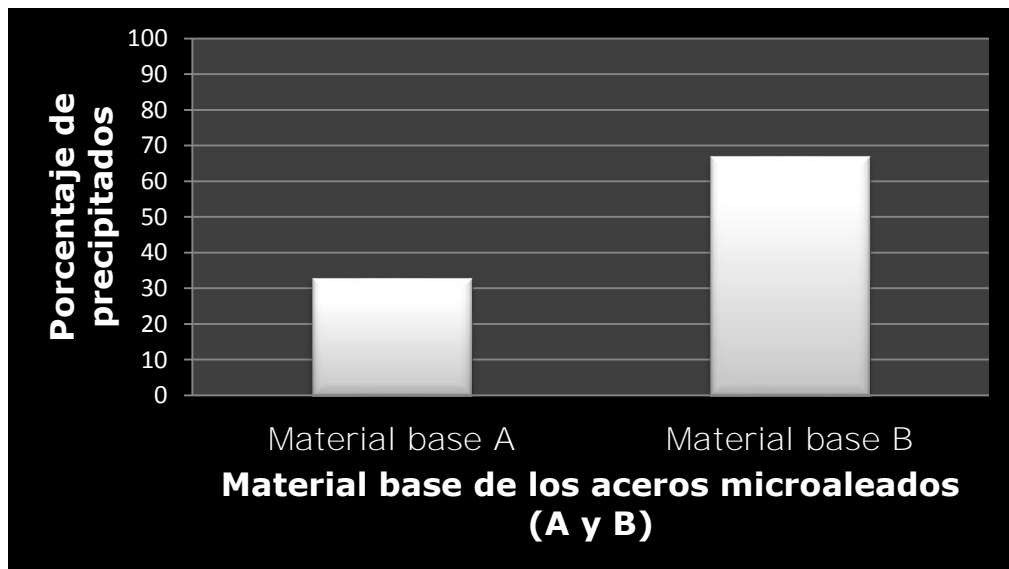


Figura 5.19.- Comparación del porcentaje de precipitados de plata presentes en el material base de los aceros A y B.

Para el material base de los aceros microaleados A y B, se observa una mayor precipitación de plata en el acero B, por lo que en ese acero hay una mayor cantidad de precipitados, trampas de hidrógeno reversibles, propiciando una mayor solubilidad del hidrógeno en el material base del acero B, sin olvidar que su microestructura es ferrítica y por lo tanto es menos dura que la microestructura del material base del acero A que es martensítica y bainítica, por lo tanto es más dura y susceptible al hidrógeno.

Con respecto al tamaño de los precipitados de plata en el material base de los dos aceros, el tamaño de los precipitados no es homogéneo en los dos aceros, se apreció una mayor cantidad de precipitados de tamaño mayor en el acero A, en comparación del acero B que presentó una mayor cantidad de precipitados de menor tamaño.

Comparando las zonas del material base de los aceros A y B mediante los resultados obtenidos y analizados, aunque el material base del acero B, presente una microestructura ferrítica y en la literatura se mencione que hay una mayor difusividad del hidrógeno por su estructura cristalina BCC; por la presencia de precipitados en esa zona que actúan como trampas, provoca que el acero B tenga una mayor solubilidad y disminución en la difusividad del hidrógeno en la red cristalina en comparación al acero A, y eso muestra que el material base del acero A pudiera ser más susceptible al agrietamiento asistido por hidrógeno.

5.4.3 Resultados del conteo de precipitados de plata mediante el uso de ImajeJ en la subzona de recristalización (RCZAC) en el material A y B, tomando un tamaño inicial de $0.2\mu\text{m}^2$.

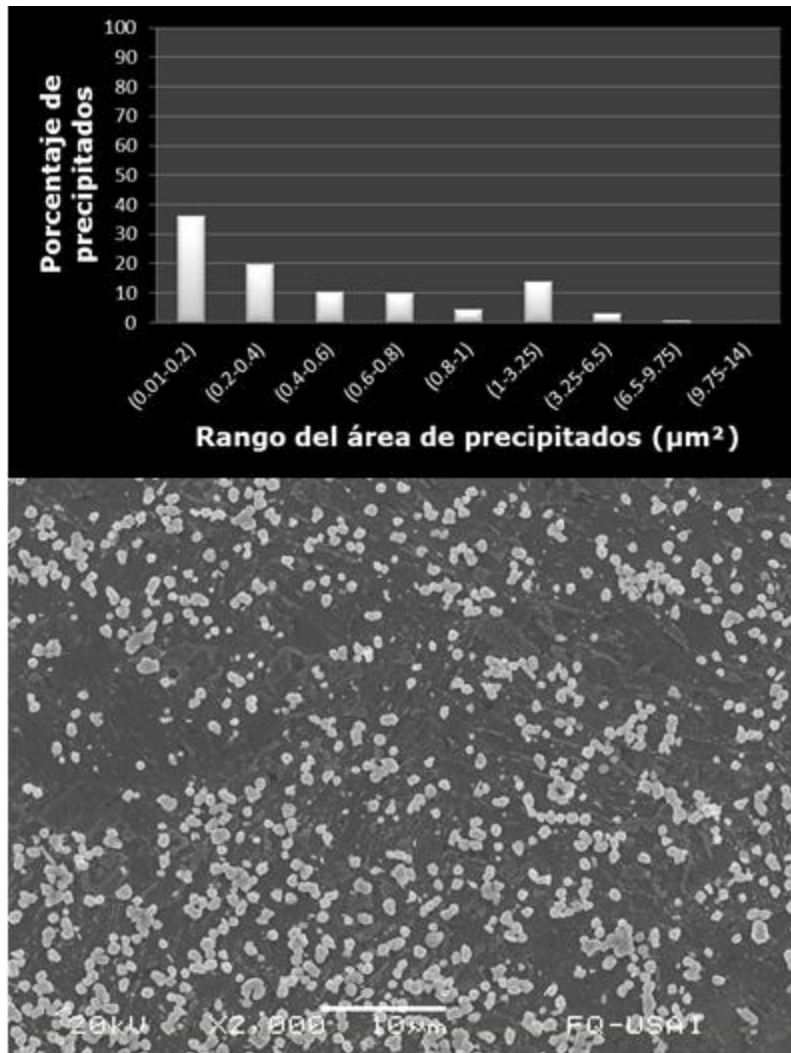


Figura 5.20.- Conteo de precipitados de plata obtenidos, representados por el porcentaje del rango de áreas de cada precipitado contabilizado de la RCZAC en el material A.

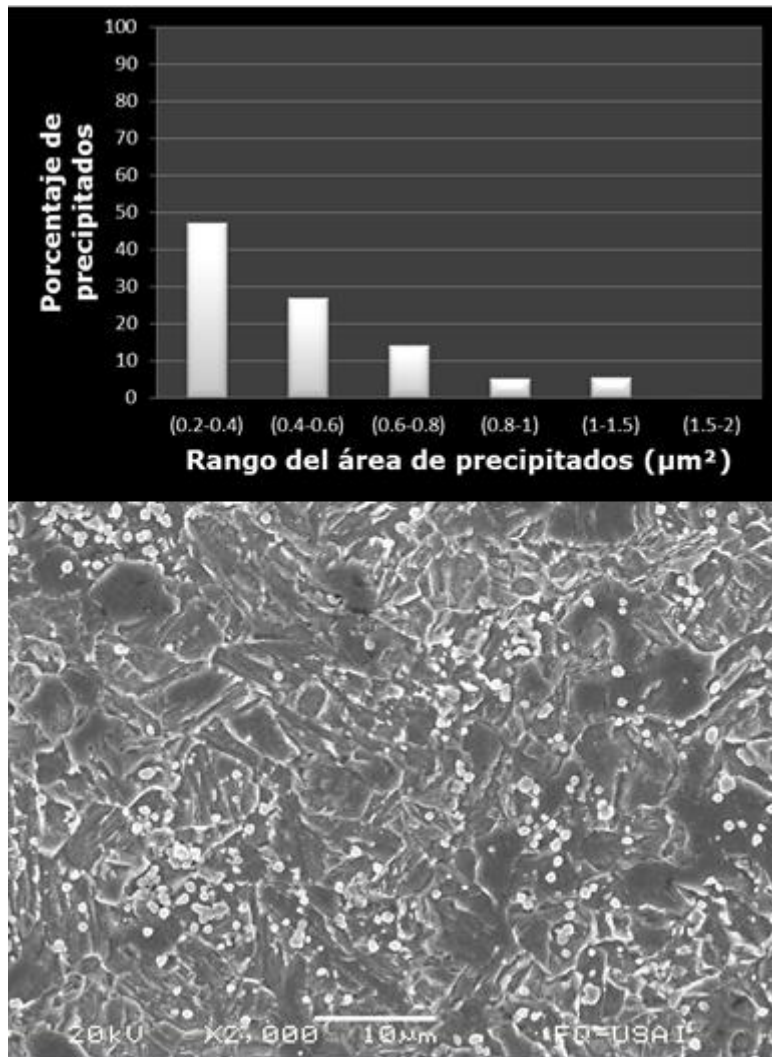


Figura 5.21.- Conteo de precipitados de plata obtenidos, representados por el porcentaje del rango de áreas de cada precipitado contabilizado de la RCZAC en el material B.

Para el acero microaleado ferrítico (material B), se realizó otro conteo en la RCZAC, debido que en la imagen obtenida de microscopía electrónica se apreciaron precipitados de plata con un área menor a los $0.2\mu\text{m}^2$, utilizando un tamaño inicial de $0.05\mu\text{m}^2$. Solamente se realizaron estos conteos adicionales en las zonas y subzonas de la soldadura del material B debido a la presencia de precipitados de plata de un menor tamaño.

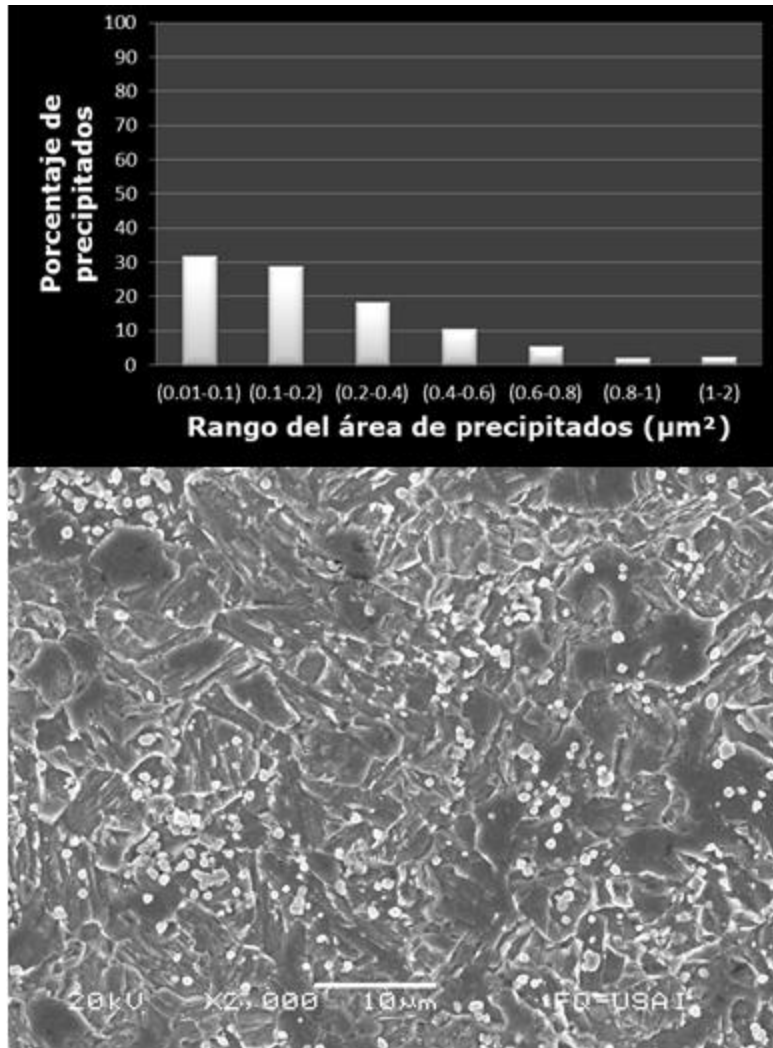


Figura 5.22.- Conteo de precipitados de plata obtenidos, representados por el porcentaje del rango de áreas de cada precipitado contabilizado de la RCZAC en el material B.

5.4.4 Resultados del conteo de precipitados de plata mediante el uso de ImajeJ en la subzona de crecimiento de grano (CGZAC) en el material A y B, tomando un tamaño inicial de $0.2\mu\text{m}^2$.

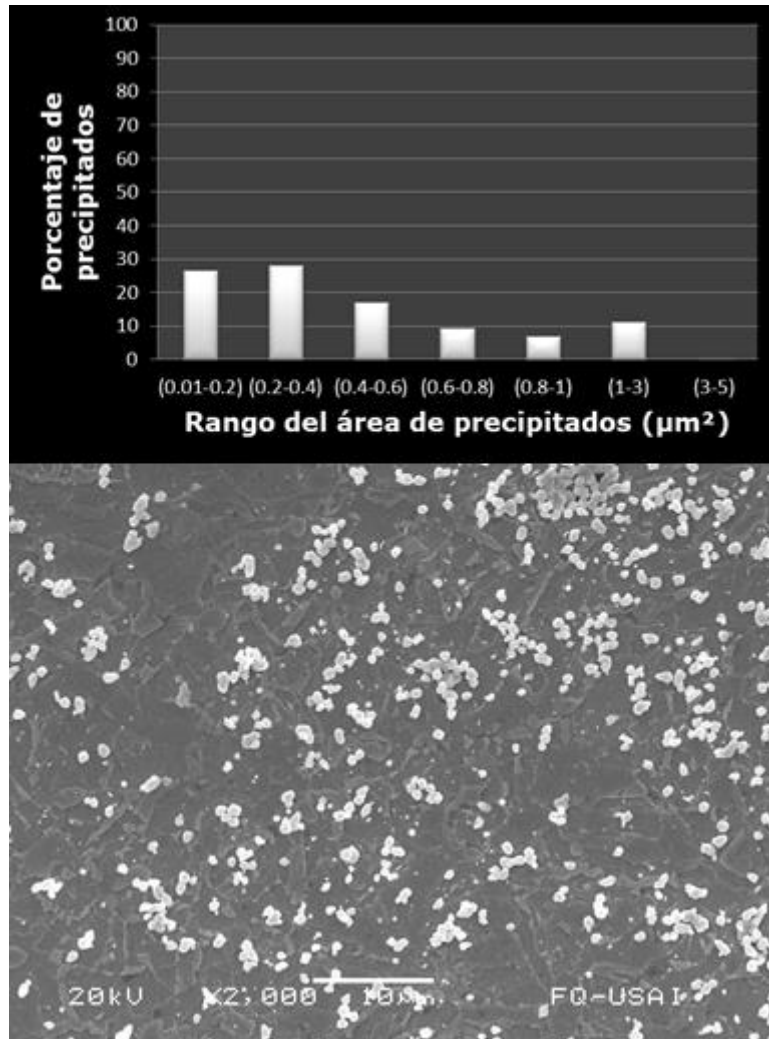


Figura 5.23.- Conteo de precipitados de plata obtenidos, representados por el porcentaje del rango de áreas de cada precipitado contabilizado de la CGZAC en el material A.

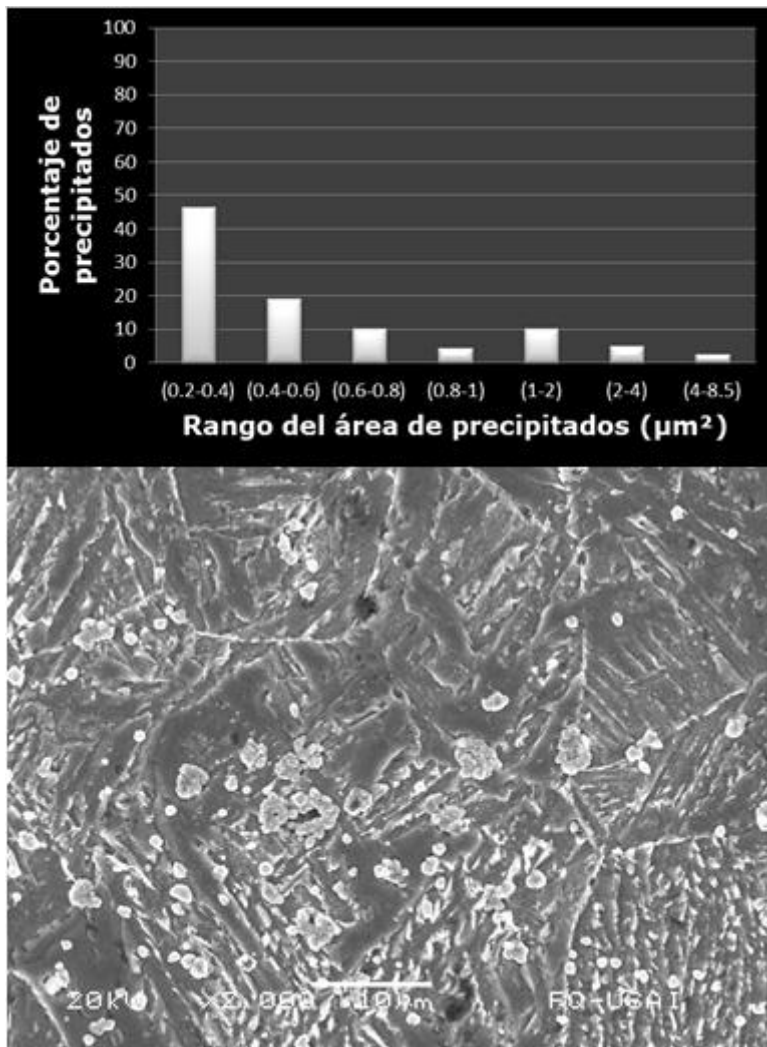


Figura 5.24.- Conteo de precipitados de plata obtenidos, representados por el porcentaje del rango de áreas de cada precipitado contabilizado de la CGZAC en el material B.

Conteo en la CGZAC con tamaño inicial de $0.05\mu\text{m}^2$

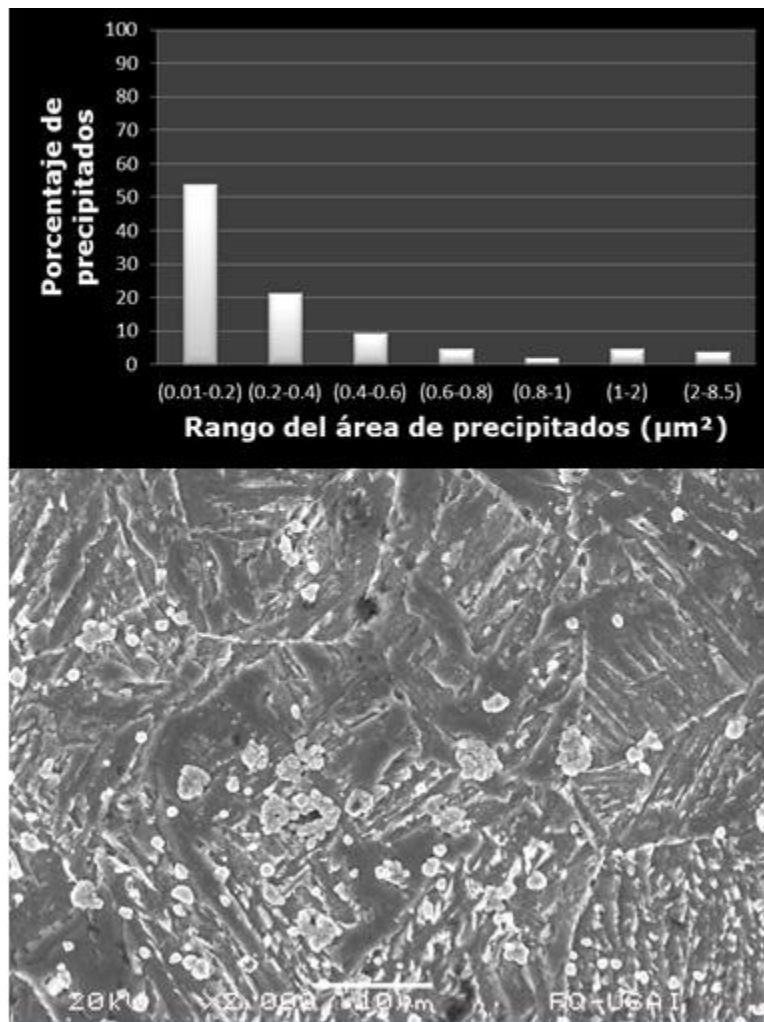


Figura 5.25.- Conteo de precipitados de plata obtenidos, representados por el porcentaje del rango de áreas de cada precipitado contabilizado de la CGZAC en el material B.

5.4.5 Resultados del conteo de precipitados de plata mediante el uso de ImajeJ en la zona de fusión (ZF) en el material A y B, tomando un tamaño inicial de $0.2\mu\text{m}^2$.

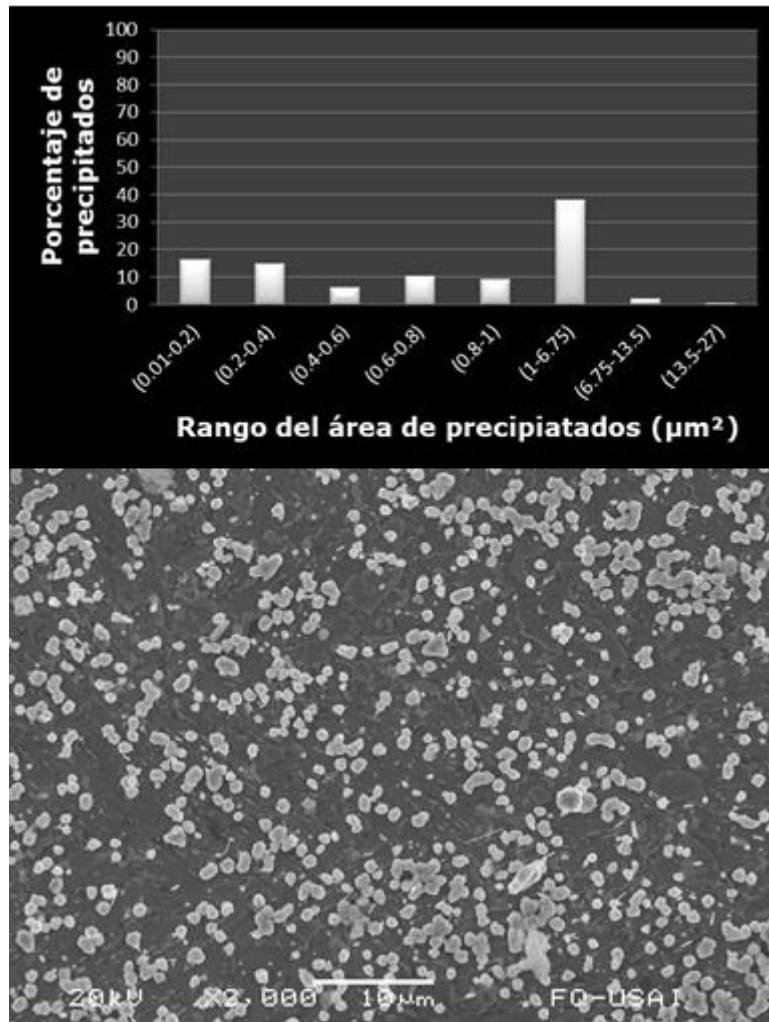


Figura 5.26.- Conteo de precipitados de plata obtenidos, representados por el porcentaje del rango de áreas de cada precipitado contabilizado de la ZF en el material A.

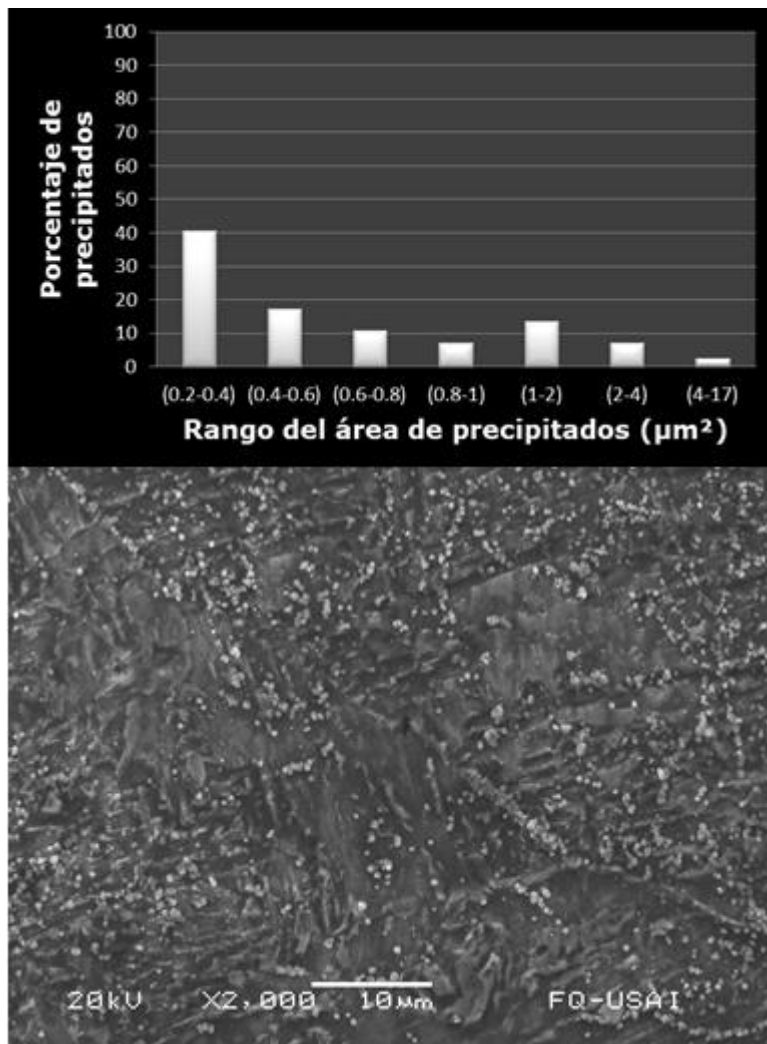


Figura 5.27.- Conteo de precipitados de plata obtenidos, representados por el porcentaje del rango de áreas de cada precipitado contabilizado de la ZF en el material B.

Conteo en la ZF con tamaño inicial de $0.05\mu\text{m}^2$

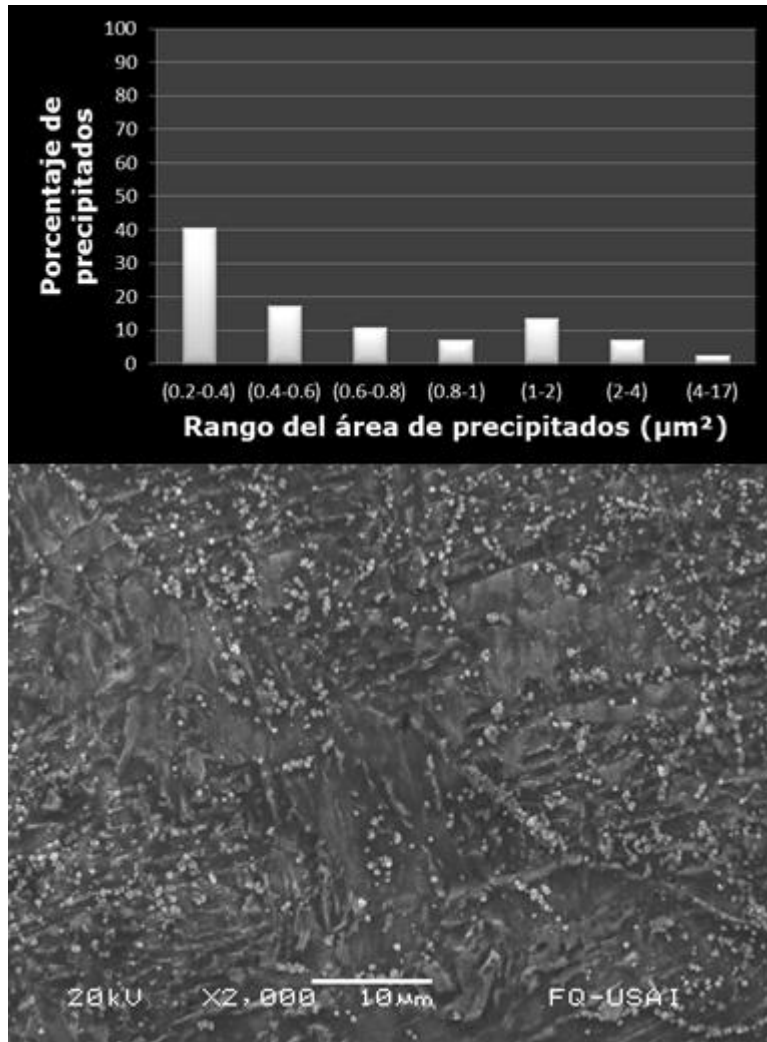


Figura 5.28.- Conteo de precipitados de plata obtenidos, representados por el porcentaje del rango de áreas de cada precipitado contabilizado de la ZF en el material B.

De los resultados obtenidos de la distribución y tamaño de precipitados en las subzonas de la zona afectada por el calor (ZAC), y la zona de fusión (ZF) presentes en los aceros A y B, no se observó una tendencia en el tamaño de los precipitados de plata en los dos materiales, aunque en la RCZAC y ZF se observaron precipitados de mayor tamaño en el

acero A, aunque en el CGZAC, se observaron precipitados de mayor tamaño en el acero B que en el acero A.

5.4.6 Resultados complementarios en el conteo de precipitados de plata encontrados en las zonas y subzonas de la soldadura (A y B)

Zonas y subzonas de la soldadura en el acero microaleado martensítico y bainítico (material A)

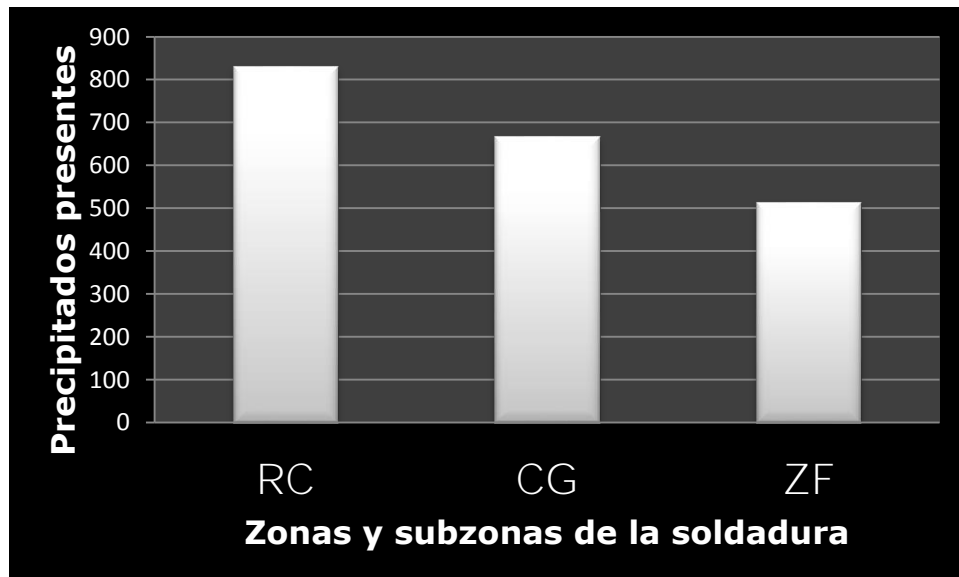


Figura 5.29.- Comparación del número de precipitados de plata contabilizados con el ImageJ de las zonas y subzonas de la soldadura presentes en el material A.

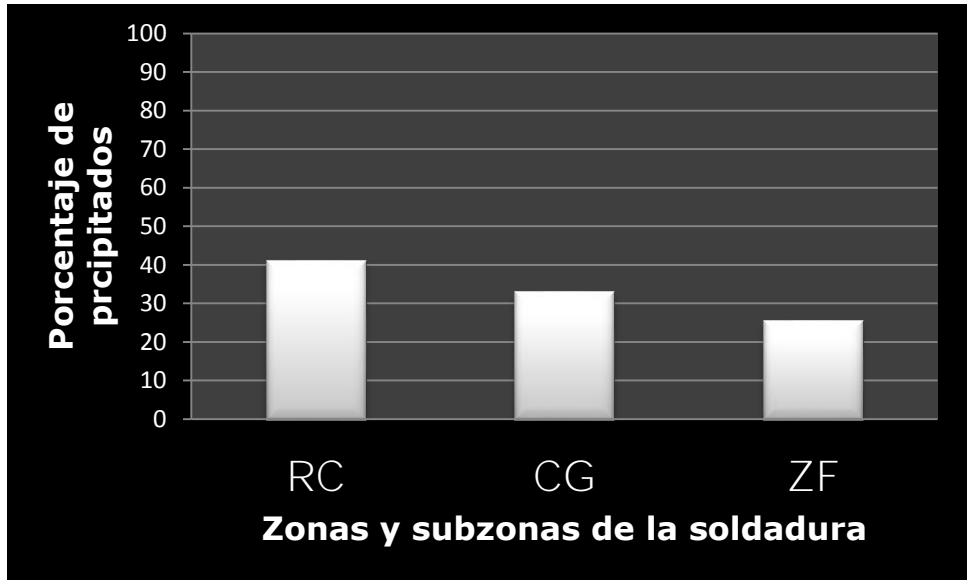


Figura 5.30.- Comparación del porcentaje de precipitados de plata presente en las zonas y subzonas de la soldadura presente en material A.

Zonas y subzonas de la soldadura en el acero microaleado ferrítico (material B)

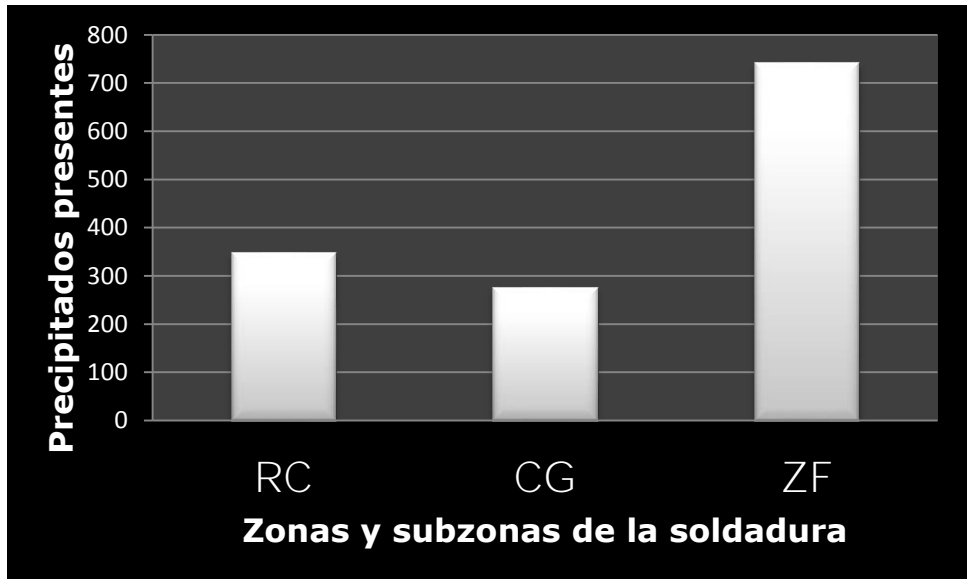


Figura 5.31.- Comparación del número de precipitados de plata contabilizados con el ImageJ de las zonas y subzonas de la soldadura presentes en el material B.

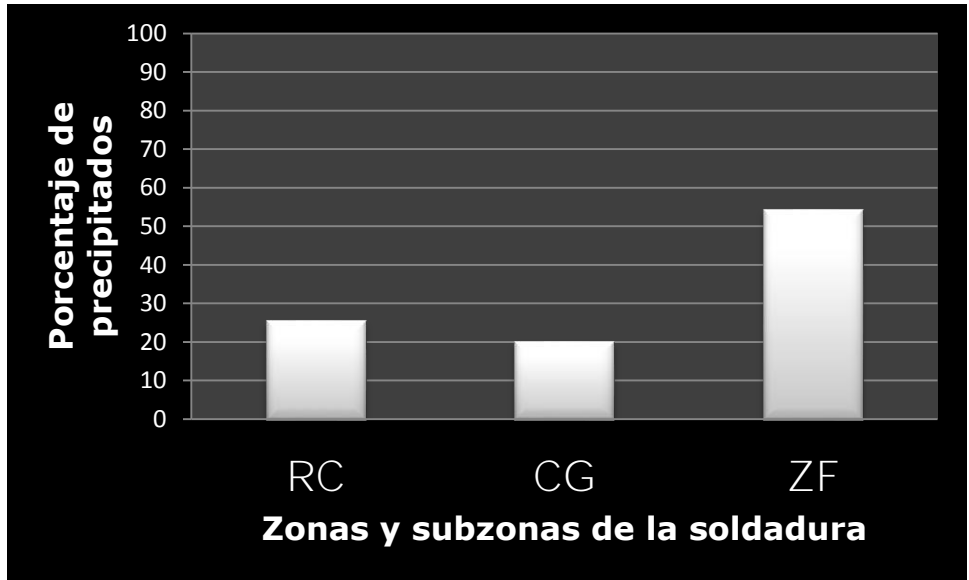


Figura 5.32.- Comparación del porcentaje de precipitados de plata presente en las zonas y subzonas de la soldadura presente en material B.

Zonas y subzonas de la soldadura en el acero microaleado ferrítico (material B 0.05 μm^2)

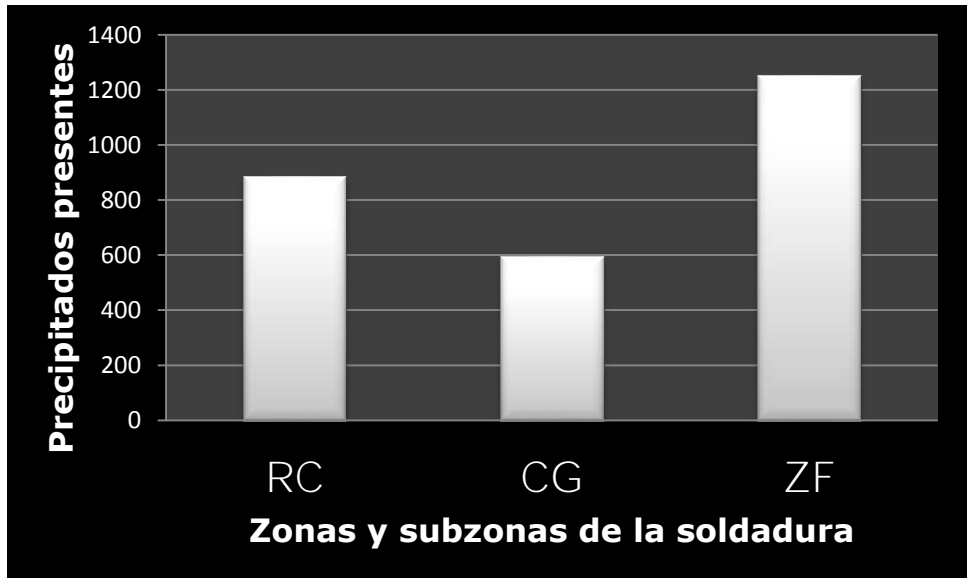


Figura 5.33.- Comparación del número de precipitados de plata contabilizados con el ImageJ de las zonas y subzonas de la soldadura presentes en el material B.

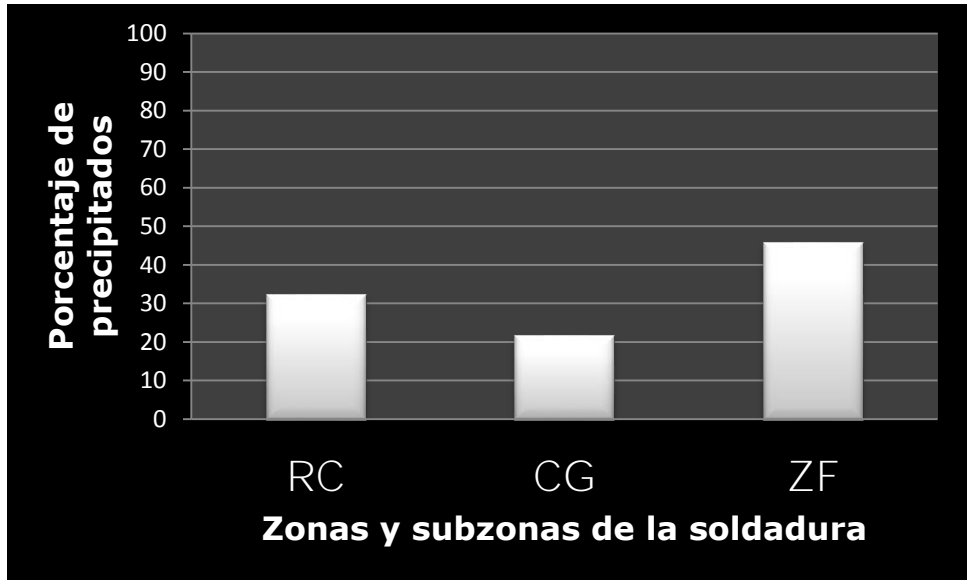


Figura 5.34.- Comparación del porcentaje de precipitados de plata presente en las zonas y subzonas de la soldadura presente en el material B.

Comparación entre el material A y B de los resultados obtenidos de las zonas y subzonas de la soldadura.

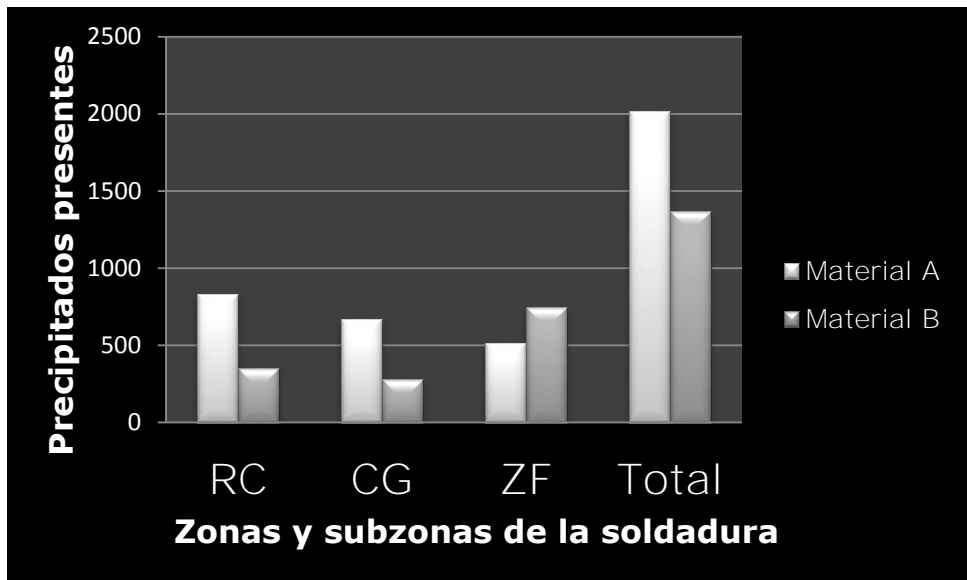


Figura 5.35.- Comparación del número de precipitados de plata contabilizados con el ImageJ de las zonas y subzonas de la soldadura presentes en el material A y B.

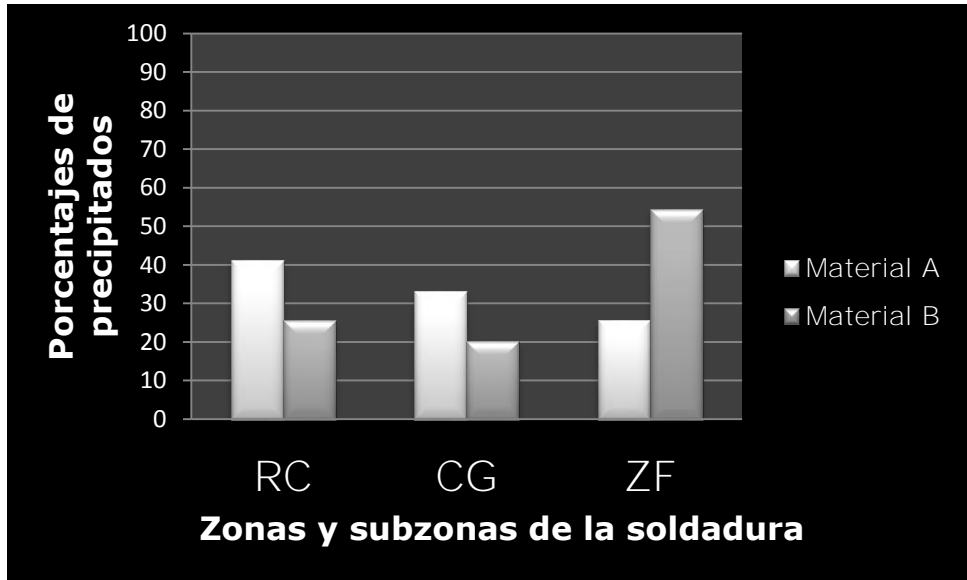


Figura 5.36.- Comparación del porcentaje de precipitados de plata presente en las zonas y subzonas de la soldadura presente en material A y B.

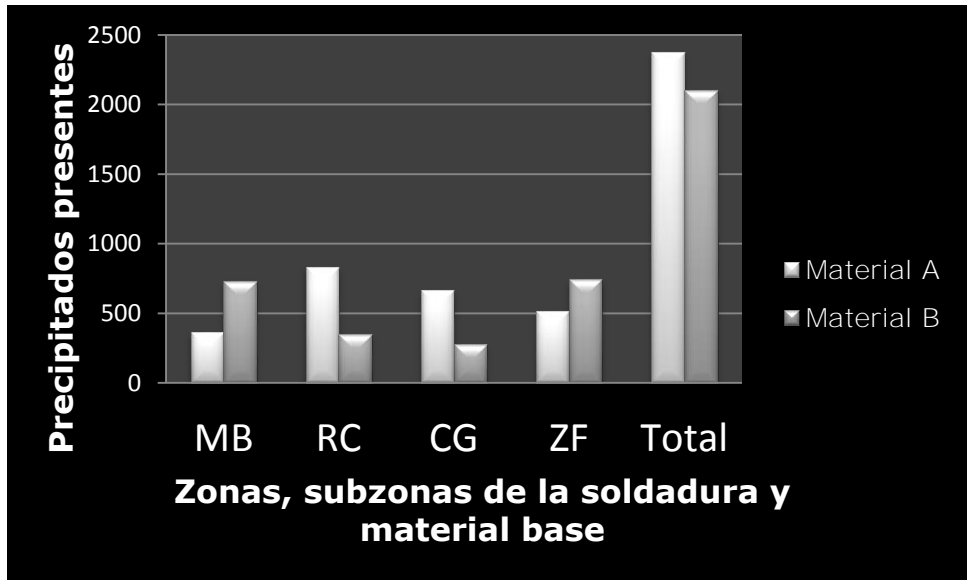


Figura 5.37.- Comparación del número de precipitados de plata presentes en las zonas, subzonas de la soldadura y material base presente en material A y B.

Al analizar los resultados finales que arrojaron el conteo de los precipitados de plata en las subzonas presentes en la zona afectada por

el calor y la zona de fusión, primero para el material A se observó que en el conteo de los precipitados de las subzonas de la ZAC, hay una mayor presencia de precipitados en la RCZAC que en la CGZAC, debido a que en la RCZAC cuenta con más fases presentes, límites de grano, precipitados que actúan como trampas de hidrógeno, presentó una mayor precipitación de plata, en cambio como en la CGZAC se experimentaron temperaturas mayores, existen en la subzona granos de un tamaño mayor al de la RCZAC, por lo que hay menos límites de grano, y como hubo una disolución de precipitados, hay una menor cantidad de precipitados, y por consecuencia menos trampas de hidrogeno y en consecuencia la solubilidad del hidrógeno es menor y su difusividad aumenta en la CGZAC en comparación con la RCZAC.

Aunque al observar el resultado del conteo de precipitados de plata que hubo en la ZF y comparándola con los conteos de las subzonas de la ZAC en el material A, existe una menor precipitación de plata en la ZF, debido a que hay una menor cantidad de defectos o trampas de hidrógeno presentes y a las características microestructurales presentes en la ZF.

Para el material B, en las subzonas de la ZAC, siguen la misma tendencia en el conteo de precipitados de plata, por lo tanto la subzona de la ZAC más susceptible al agrietamiento asistido por hidrógeno es la CGZAC, resultado aplicable para los dos aceros estudiados. Mientras que la ZF en el acero B no muestra la misma tendencia que en el material A, ya que el conteo de precipitados de plata mostró una mayor cantidad de precipitados en la ZF que en las subzonas de la ZAC, por lo que las características microestructurales siguen siendo un factor muy importante en la distribución y precipitación de plata, eso refleja que hay una mayor concentración de defectos y trampas de hidrógeno,

provocando una mayor solubilidad de hidrógeno y menor difusividad del hidrógeno en esa zona del material B.

Comparando los resultados del conteo de los materiales A y B, en la ZAC, se observó una mayor precipitación de plata en el acero A que en el B, mientras que en la ZF, el acero B contó con una mayor precipitación de plata que en el material A. Y al contemplar el conteo total de todos los precipitados de plata contados en las subzonas y zonas estudiadas de los dos aceros, el acero A contó con una mayor cantidad de precipitados presentes, eso nos dice que este material cuenta con una mayor solubilidad del hidrogeno debido a sus precipitados, defectos o trampas y características microestructurales que a la vez disminuye la difusividad del hidrógeno que a la vez reduce la susceptibilidad al agrietamiento asistido por hidrógeno.

5.5 Resultados obtenidos mediante microscopía electrónica sin ataque selectivo.

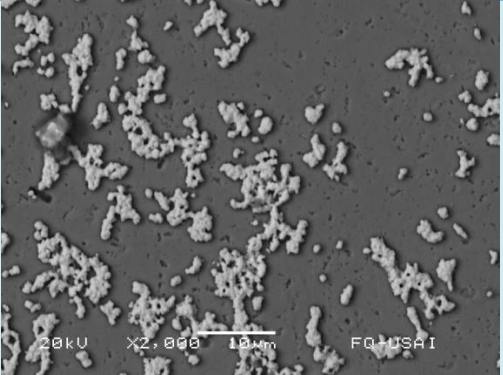
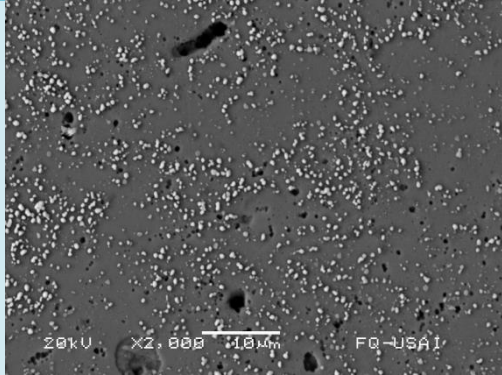
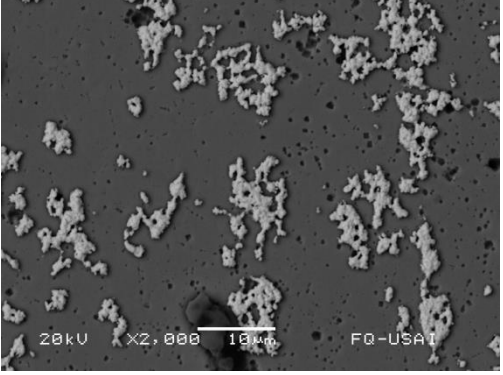
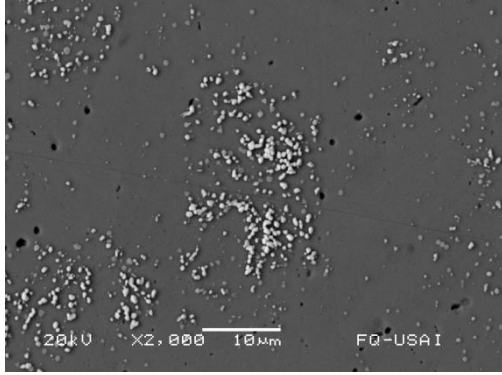
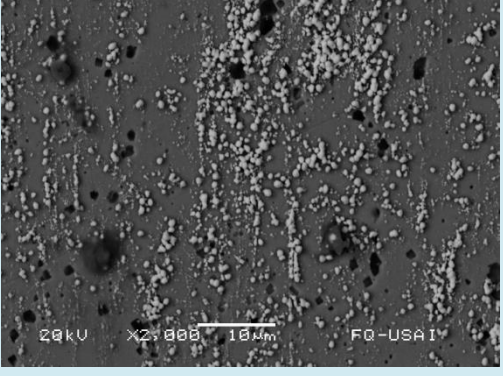
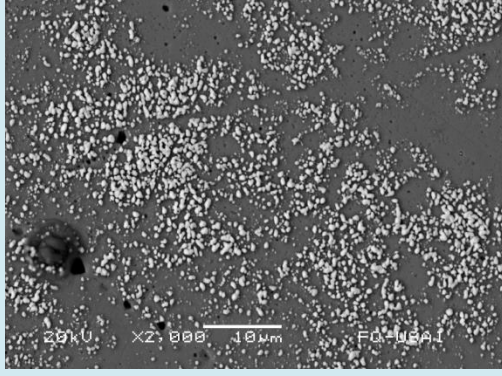
Para estas dos últimas corridas de los aceros microaleados A y B no se les realizó un ataque selectivo previo a la decoración con plata, debido a que se necesitaba un sobre ataque para tener imágenes nítidas de la microestructura y sus fases presentes al momento de obtener los resultados de la microscopía electrónica.

Para estas dos últimas dos corridas se procedió a realizar primero un ataque macro que revelara las zonas y subzonas de la soldadura, ya reveladas se les realizó una marca con un punzón en cada zona y subzona de la soldadura, con el objetivo de poder identificar las zonas ya mencionadas cuando la probeta se encuentre con los precipitados de plata producto de la decoración con plata.

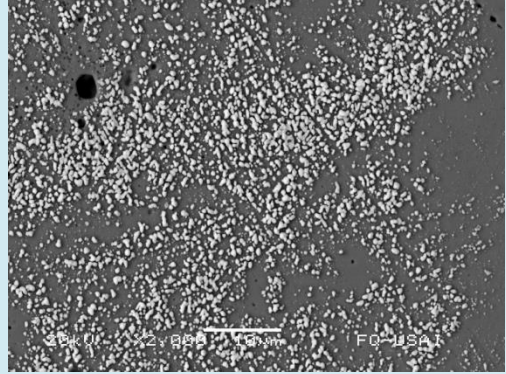
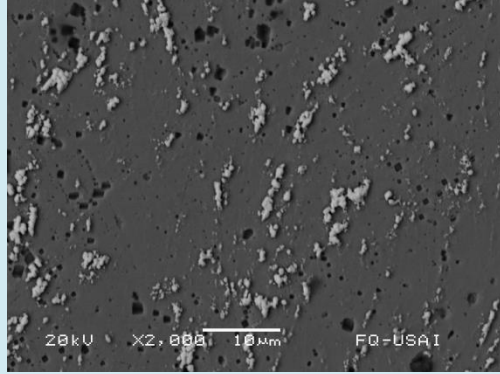
Al observar las muestras de los dos aceros en microscopio electrónico de barrido, apreciaron precipitados de plata en la superficie de las subzonas de la ZAC y la zona de fusión, por lo que estos resultados pueden ser reproducibles, sin la necesidad de que la superficie de la muestra este atacada o no, que en el caso de la corrida anterior la superficie de las muestras, fueron atacadas con un ataque selectivo, mientras que en la última corrida realizada de los dos aceros solamente se realizó el ataque macroscópico para poder identificar las zonas y marcarlas, posteriormente se eliminó el ataque puliendo la superficie para la realización del cargado de hidrógeno y decoración con plata.

En la Tabla 5.4 se muestran los resultados de la microscopía electrónica de los aceros A y B que no se les realizó un ataque selectivo.

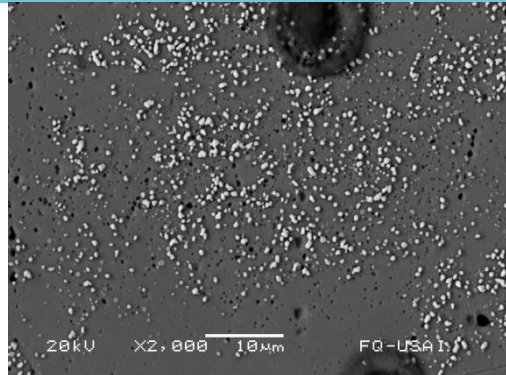
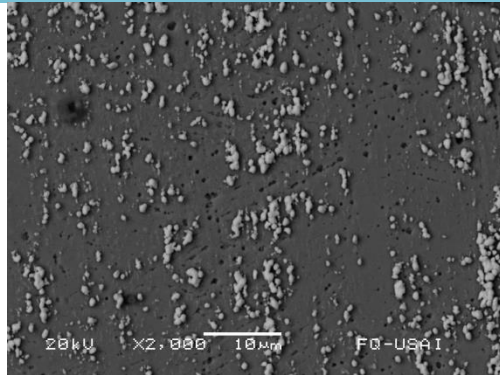
Tabla 5.4.- Imágenes obtenidas de la microscopía electrónica de la PTZAC, RCZAC, CGZAC, PF y ZF a 2000x de soldaduras en los materiales A y B.

Zonas y subzonas	Material A (acero microaleado martensítico y bainítico)	Material B (acero microaleado ferrítico)
PTZAC		
RCZAC		
CGZAC		
Continuación		

PF



ZF



Conclusiones

Se determinó el efecto de los ciclos térmicos de soldadura en el atrapamiento de hidrógeno en aceros microaleados experimentales, realizando experimentos de cargado con hidrógeno y decoración con plata.

La distribución de hidrógeno en las soldaduras en los aceros microaleados A y B, se ve afectada dependiendo las características microestructurales y fases presentes en la soldadura. La subzona con mayor cantidad de hidrógeno en trampas en la soldadura es RCZAC y por lo tanto, podría ser menos susceptible al agrietamiento asistido por hidrógeno (AAH).

La subzona de CGZAC podría ser más susceptible al AAH, por contar con una menor cantidad de hidrógeno en trampas en la soldadura.

En las zonas y subzonas del material A presentaron precipitados de plata del mayor tamaño que en el material B.

La ZF en el material A podría ser más susceptible al AAH que la ZF del material B, debido a la mayor distribución de hidrógeno.

El material A cuenta con una menor distribución de hidrógeno en la ZF, aunque en la ZAC cuenta con una mayor distribución de hidrógeno en comparación con el material B, por lo tanto el material A es más confiable que el material B por ser menos susceptible al AAH en la ZAC.

La técnica de decoración con plata es efectiva para determinar la distribución de hidrógeno en la soldadura presente en los aceros microaleados.

El tratamiento térmico de baking es efectivo para descargar hidrógeno en una soldadura presente en un acero microaleado debido al aumento de la difusividad del hidrógeno y que las trampas donde se atrapó el hidrógeno son trampas reversibles.

REFERENCIAS

1. Béjar-Gómez, L., A. Medina-Flores, and R. Martínez-Sánchez, *Caracterización de precipitados mediante microscopía electrónica de transmisión de alta resolución en aceros microaleados*. Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, 2003. **23**(1): p. 59-62.
2. Poorhaydari, K., B. Patchett, and D. Ivey. *Microstructure/Property Examination of Weld HAZ in Grade 100 Microalloyed Steel*. in *2002 4th International Pipeline Conference*. 2002: American Society of Mechanical Engineers.
3. Hardie, D., E. Charles, and A. Lopez, *Hydrogen embrittlement of high strength pipeline steels*. Corrosion science, 2006. **48**(12): p. 4378-4385.
4. Davis, J.R., *Corrosion of weldments*. 2006: ASM International.
5. Hurtado Noreña, C. and P. Bruzzoni, *Effect of microstructure on hydrogen diffusion and trapping in a modified 9% Cr-1% Mo steel*. Materials Science and Engineering: A, 2010. **527**(3): p. 410-416.
6. Hadžipašić, A.B., J. Malina, and Š. Nižnik, *The influence of microstructure on hydrogen diffusion in dual phase steel*. Acta Metallurgica Slovaca, 2011. **17**(2): p. 129-137.
7. Mine, Y., K. Tachibana, and Z. Horita, *Grain-boundary diffusion and precipitate trapping of hydrogen in ultrafine-grained austenitic stainless steels processed by high-pressure torsion*. Materials Science and Engineering: A, 2011. **528**(28): p. 8100-8105.
8. Young, G. and J. Scully, *Evidence that carbide precipitation produces hydrogen traps in Ni-17Cr-8Fe alloys*. Scripta materialia, 1997. **36**(6): p. 713-719.

9. Chatteraj, I., et al., *Investigation on the mechanical degradation of a steel line pipe due to hydrogen ingress during exposure to a simulated sour environment*. Corrosion science, 1995. **37**(6): p. 885-896.
10. Murakami, Y. and S. Matsuoka, *Effect of hydrogen on fatigue crack growth of metals*. Engineering Fracture Mechanics, 2010. **77**(11): p. 1926-1940.
11. Brandaleze, E., et al. *Evaluation of hydrogen distribution through sem microscopy in hot rolled products*. in *15th IAS Rolling Conference, 2004, San Nicolas, Argentina*. 2004.
12. Brandaleze, E., et al. *IDENTIFICATION OF HYDROGEN TRAPPED IN STEELS BY MEANS OF THE TECHNIQUE OF DECORATION WITH SILVER*. in *15 th Steelmaking Conference Proceedings*. 2005.
13. Schober, T. and C. Dieker, *Observation of local hydrogen on nickel surfaces*. Metallurgical Transactions A, 1983. **14**(11): p. 2440-2442.
14. Yao, J. and J.R. Cahoon, *The use of silver decoration technique in the study of hydrogen transport in metallic materials*. Metallurgical Transactions A, 1990. **21**(2): p. 603-608.
15. Saitoh, H., T. Hishi, and T. Misawa, *Observation of hydrogen distribution on Pt, Pd and type 304 austenitic stainless steel by silver decoration method*. Materials Transactions, JIM(Japan), 1996. **37**(3): p. 373-378.
16. Ichitani, K., S. Kuramoto, and M. Kanno, *Quantitative evaluation of detection efficiency of the hydrogen microprint technique applied to steel*. Corrosion science, 2003. **45**(6): p. 1227-1241.
17. Brandaleze, E., et al., *NITROGEN AND HYDROGEN EFFECTS ON THE MECHANICAL PROPERTIES BEHAVIOUR OF FERRITIC-PERLITIC STEELS*.

18. López, M.G., et al., *DETERMINACIÓN DEL COEFICIENTE DE DIFUSIÓN EN UN ACERO FERRÍTICO-PERLÍTICO MEDIANTE CARGA GASEOSA.*
19. Koyama, M., et al., *Hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture in a single crystalline type 316 austenitic stainless steel.* Corrosion science, 2013. **75**: p. 345-353.
20. STEEL, C.I.A.H.S., *DETERMINACIÓN DE LA DESORCIÓN TÉRMICA Y LIBERACIÓN DE HIDRÓGENO EN UN ACERO DE ALTA RESISTENCIA.* 2014.
21. Suzuki, H., *Carbon equivalent and maximum hardness.* Transactions of the Japan Welding Society, 1984. **15**(1): p. 25-33.