



---

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE  
MÉXICO**  
**FACULTAD DE QUÍMICA**

**“LA INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA DE UN ACERO  
BIFÁSICO EN SU SUSCEPTIBILIDAD A SER DEBILITADO  
POR HIDRÓGENO”**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
QUIMICO**

**PRESENTA**  
**ALEJANDRO PADILLA GONZÁLEZ**



**CDMX**

**AÑO 2021**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**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 FABIÁN CAMPILLO  
ILLANES**

**VOCAL:            PROFESOR: GERARDO ARAMBURO PÉREZ**

**SECRETARIO:     PROFESOR: JOSÉ MARTIN ENRIQUE CARRETO  
CORTÉS**

**1º SUPLENTE:    PROFESOR: ITZEL REYES CHAPARRO**

**2º SUPLENTE:    PROFESOR: SERGIO GARCÍA GALÁN**

## **SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:**

**FACULTAD DE QUÍMICA, EDIFICIO D, CIUDAD UNIVERSITARIA**

**FACULTAD DE QUÍMICA, UNIDAD DE SERVICIO DE APOYO A LA  
INVESTIGACIÓN Y A LA INDUSTRIA, CIUDAD UNIVERSITARIA**

**ASESOR DEL TEMA: DR. BERNARDO FABIÁN CAMPILLO ILLANES**

**SUPERVISOR TÉCNICO: M. EN I. ITZEL REYES CHAPARRO**

**SUSTENTANTE: ALEJANDRO PADILLA GONZÁLEZ**

# Contenido

---

1. Introducción.....	4
2. Marco Teórico.....	13
2.1 Clasificación de aceros.....	13
2.2 Tratamientos térmicos.....	14
2.2.1 Recocido.....	14
2.2.2 Normalizado.....	17
2.2.3 Temple .....	18
2.2.4 Revenido.....	20
2.3 Ensayos mecánicos .....	21
2.3.1 Resistencia a la penetración .....	21
2.3.2 Ensayo de tensión .....	23
2.3.3 Prueba de impacto .....	24
2.4 Técnicas de caracterización metalográfica .....	25
2.4.1 Análisis metalográfico.....	25
2.4.2 Microscopía óptica y estereoscópica .....	27
2.4.3 Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	28
2.5 Análisis de la fractura .....	30
2.6 Curvas de polarización .....	31
2.6.1 Ecuación corriente-sobrepotencial.....	32
2.6.2 Control por transferencia de carga .....	33
2.6.3 Control por transferencia de masa .....	34
2.6.4 Régimen de control mixto .....	35
2.7 Métodos de cargado de hidrógeno.....	36
2.7.1 Cargado electrolítico.....	36
2.7.2 Cargado gaseoso.....	36
2.7.2 Cargados nuevos.....	37

3. Procedimiento experimental .....	38
3.1 Descripción general.....	38
3.2 Análisis metalográfico.....	39
3.3 Acero y su composición química .....	39
3.4 Tratamientos térmicos.....	40
3.5 Curvas de enfriamiento .....	42
3.6 Estudios electroquímicos para modelado del debilitamiento por hidrógeno .....	42
3.7 Microscopía óptica .....	45
3.8 Microscopía electrónica de barrido .....	45
3.9 Resistencia a la penetración .....	46
3.10 Ensayo de tracción .....	46
3.11 Fractografía.....	47
4. Resultados y su interpretación.....	48
4.1 Caracterización de la microestructura inicial.....	48
4.2 Normalizado.....	48
4.3 Curvas de enfriamiento .....	50
4.4 Microestructuras obtenidas tras los tratamientos intercríticos .....	52
4.5 Cuantificación de fases .....	60
4.6 Condiciones de fragilización .....	63
4.7 Propiedades mecánicas .....	66
5. Conclusiones .....	79
6. Bibliografía .....	81

---

## 1. Introducción

---

Un átomo está compuesto por un núcleo y electrones que lo orbitan en zonas de acuerdo a la cantidad de energía que tengan, estas zonas se conocen como regiones de probabilidad electrónica y son particulares para cada nivel energético. El núcleo está formado esencialmente por protones y neutrones. Ambas partículas tienen la misma masa, pero los protones tienen carga positiva mientras que el neutrón no tiene carga. Todos los átomos de un elemento tienen el mismo número de protones pero pueden tener un número diferente de neutrones.

Los electrones son partículas cuya masa es más pequeña que la del protón y su carga tiene el mismo valor absoluto pero de signo opuesto. Todos los átomos neutros tienen el mismo número de protones y electrones.

El átomo más pequeño que existe es el del hidrógeno. El isótopo de hidrógeno llamado protio consiste en un solo protón y un solo electrón. El deuterio, es un isótopo que contiene un protón, un electrón y un neutrón, mientras que el tritio consiste en un átomo de protio con dos neutrones. De todos estos isótopos el más abundante es el protio (Casabó I. Gispert, 2014).

El hidrógeno es el elemento más abundante en el universo, pero en la tierra es el decimoquinto. En la tierra este elemento se encuentra casi en su totalidad formando compuestos como el agua o los hidrocarburos (Miessler & Donald, 2004).

Hoy en día, el hidrógeno es una prometedora alternativa a los combustibles fósiles, ya que la reacción de combustión es altamente energética y solo produce como residuo agua. Los retos que han surgido para utilizar el hidrógeno como combustible han sido de diversas

naturalezas, principalmente con su producción, transporte y almacenaje (Li, y otros, 2020).

La razón por la cual el almacenaje y transporte de hidrógeno resultan un reto para la ciencia de los materiales es que al tratarse de una molécula pequeña, puede permear dentro de la estructura del material que lo contiene y cambiar sus propiedades mecánicas (Luo, y otros, 2020).

El material más utilizado en la historia es el acero, y actualmente es el material del que se fabrican la mayoría de los contenedores de gases (entre ellos de hidrógeno) así como las tuberías de hidrocarburos. Es por esta razón que estudiar el comportamiento del hidrógeno en aceros es de suma importancia para el desarrollo de nuevas tecnologías con hidrógeno.

La palabra acero proviene del latín tardío *Aciarium*, que significa "filo" (Corominas, 2018), sin embargo, existe evidencia de que su uso proviene de mucho antes. Las herramientas hechas de acero más antiguas datan del 1800 a.C. y provienen de Kaman-Kalehöyük en la actual Turquía (Akanuma , 2005).

El acero es una aleación de hierro con carbono. La cantidad de carbono presente en el acero va desde 0.003 en masa y hasta el 2.14% en masa (Sengupta, Thomas, Shin, Lee, & Kim, 2006). Sin embargo, la cantidad de carbono que puede disolverse dependerá de los demás elementos aleantes y condiciones microestructurales.

Desde su descubrimiento, el acero ocupa un lugar privilegiado en el campo de los materiales, llegando a convertirse en el estándar dorado con el cual se comparan todos los demás materiales y hoy en día es parte esencial de nuestra vida, al estar presente en toda la industria, desde la construcción, la aeroespacial y el transporte, hasta la medicina y las comunicaciones.

La hegemonía del acero se debe a que de acuerdo a su composición, su estructura y al tratamiento que reciba, puede abarcar un gran intervalo de propiedades. Por ejemplo, la máxima resistencia a la tensión del acero puede ir de los 100 MPa y alcanzar los 3500 MPa (CES EduPack software, Granta Design Limited, Cambridge, UK, 2009).

Estructuralmente y en condiciones de equilibrio el acero al carbón, es decir, aquel acero cuyo principal elemento aleante es el carbono, puede estar en 4 cuatro fases. Estas fases son: la ferrita o hierro  $\alpha$ , la cementita, la austenita o hierro  $\gamma$ , y el hierro  $\delta$ . La última es la menos estudiada ya que solo existe a altas temperaturas (superiores a los 1400 °C). Mediante la combinación de estas fases y las formas que pueden adquirir se pueden obtener toda la gama de propiedades del acero.

En estado sólido, las fases pueden transformarse a través de procesos térmicos. Una de las reacciones importantes para el acero al equilibrio es la transformación de la austenita a perlita. La perlita es un microconstituyente en el que la ferrita y la cementita forman láminas alternadas. Esta reacción es conocida como reacción eutectoide (ASM International, 1996).

En aceros hipoeutectoides, la ferrita precipita antes que la cementita, formando láminas de  $\alpha$  con precipitados de carburo en los bordes, mientras que en aceros hipereutectoides las láminas estarán formadas de cementita con ferrita en los bordes.

Fuera de las condiciones de equilibrio, se pueden producir fases conocidas como martensita ( $\alpha'$ ) o bainita. La martensita es la fase compuesta de hierro y carbono en estructura tetragonal centrada en el cuerpo distorsionada por efecto del temple. Es una fase dura y frágil nombrada en honor al metalúrgico Adolf Martens.

La transformación martensítica se obtiene a partir de la distorsión de la red cristalina, produciendo tensión entre los planos de deslizamiento, favorece la creación de dislocaciones y adquiere una morfología de agujas o láminas afiladas. La distorsión de la red se ve favorecida por los elementos aleantes y a mayor cantidad se obtendrá martensita con más tensiones y dislocaciones (Verhoeven, 1987).

La cantidad de martensita formada dependerá de la severidad del tratamiento térmico y de la composición. Si el acero no tiene la cantidad suficiente de carbono o el temple no es lo bastante severo, puede optar por una transformación parcial llamada bainita.

Para un acero de una composición fija, tanto la martensita como la bainita poseen una mayor densidad de dislocaciones que la ferrita y perlita. Dando como resultado un aumento en la dureza y la resistencia del acero a costa de una pérdida de ductilidad y de ser estructuras más frágiles. A una misma composición, la martensita será más dura, resistente y frágil que la bainita.

A pesar de que se pueden hacer grandes cosas con el conocimiento que tenemos hasta ahora sobre el acero, aun distamos de desentrañar todos sus secretos. Nuestro desarrollo ha provocado que exijamos cada vez más de nuestros materiales, el campo evoluciona constantemente en busca del material más tenaz, más resistente, que no se corra y más recientemente, que su producción sea amigable con el ambiente.

El desarrollo tecnológico ha producido que descubramos nuevos factores que tienen algún papel en las propiedades de los materiales. Uno de estos factores interesantes es la presencia de átomos ajenos a la red cristalina del metal. Estos átomos no se tratan de impurezas, si no que se introducen a la red según el medio en el que se desarrolle el material.

En 1875, William H. Johnson publicó su artículo "On some remarkable changes produced in iron and steel by the action of hydrogen and acids", donde describe que había llamado su atención el efecto que tenía el sumergir barras de hierro en distintos ácidos durante tiempos cortos. En este estudio describe la pérdida de dureza y resistencia que ocurre, pero también de lo reversible que es este efecto. Es la reversibilidad del proceso lo que llevo a pensar que se trataba de algo presente en el ácido que al poco tiempo abandonaba la estructura y esto dio pie a estudios posteriores donde se demostró que eran el hidrógeno el elemento responsable del daño. Con esta investigación nace el concepto de daño por hidrógeno.

En 1968, H.C. Rogers publica en la revista Science el artículo titulado: "Hydrogen Embrittlement of Metals", donde el autor describe como el hidrógeno entra en los materiales durante su fabricación y su uso. En este concluye que la reducción de protones es fenómeno superficial que permite que el hidrógeno entre a la estructura metálica en forma atómica (Rogers, 1968).

Actualmente se define como daño por hidrógeno (DH) al proceso por el cual un material pierde resistencia debido a la introducción de átomos de hidrógeno en su matriz. Simultáneamente ocurre una pérdida de ductilidad en el material haciéndolo frágil. Este daño se observa aún desde concentraciones muy bajas y se manifiesta a través del crecimiento de grietas subcrítico, llegando a iniciar fracturas que pueden llevar a la falla catastrófica de un material (Dwivedi & Vishwakarma, Hydrogen embirttlement in diferent materials, 2018).

Hay distintos factores que afectan la magnitud del DH y los podemos clasificar dentro de tres categorías principales (Figura 1). Primero la susceptibilidad del material, se ha estudiado que distintos materiales pueden ser más o menos susceptibles a ser dañados por hidrógeno de

acuerdo con su composición, por ejemplo los aceros con altos contenidos de manganeso son particularmente susceptibles a este tipo de daño (Koyama, Akiyama, Lee, Raabe, & Tsuzaki, 2017). Segundo, el ambiente donde se aplique el material, diversos estudios han demostrado que el DH es más frecuente en aleaciones expuestas a disoluciones ácidas, o durante el proceso de soldadura (Dong, Liu, & Cheng, 2009). El tercer y último factor responsable de la magnitud del DH es el esfuerzo aplicado a la aleación. Se ha demostrado que a bajas velocidades de deformación, el efecto del daño es más evidente (Kishi & Takano, 2010).

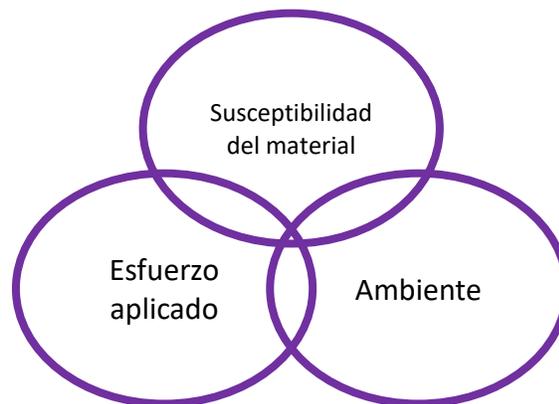


Figura 1. Factores que determinan el daño por hidrógeno.

Los mecanismos por los cuales ocurre el daño por hidrógeno aún son tema de debate, los principales mecanismos por los cuales ocurre el DH se conocen como mecanismo de descohesión favorecida (HEDE por sus siglas en inglés), mecanismo de plasticidad localizada (HELP) y emisión de dislocaciones debidas a la adsorción (AIDE). Sin embargo, el DH ha demostrado ser lo suficientemente complejo como para no deberse a un único mecanismo, por lo que se han desarrollado otras propuestas que pueden revisarse en la literatura (Robertson, y otros, 2015).

El primer mecanismo propuesto para el DH fue el HEDE, este fue introducido por Troiano en 1959. Este mecanismo consiste en que al introducirse el hidrógeno en la estructura cristalina disminuye la fuerza

de los enlaces del hierro. Esto ocurre debido a que el electrón 1s del hidrógeno distorsiona el orbital 3d del átomo de hierro. El debilitamiento del enlace entre los átomos de hierro produce zonas de concentración de esfuerzos en la red cristalina, induciendo fracturas. Al haber hidrógeno distribuido en toda la red cristalina, la energía superficial del material disminuye, haciendo que se necesite menos energía para producir fallas (Figura 2). Al someter el material a estrés, se produce un clivaje en las zonas afectadas por el hidrógeno, puesto que los átomos están unidos con menos fuerza, favoreciendo la fractura de naturaleza frágil (Dwivedi & Vishwakarma, Hydrogen embrittlement in different materials, 2018).

Posterior a la creación del modelo HEDE se presentó el modelo HELP en 1972. Este nuevo modelo parte de que el hidrógeno reduce la energía necesaria para mover las dislocaciones en las zonas donde inicia la fractura. Las dislocaciones actúan como barreras para la deformación plástica, al hacerse más móviles dentro de la red cristalina facilitan la propagación de grietas y disminuyen la resistencia del material. A sí mismo, en este mecanismo también se propone que el hidrógeno se mueve dentro de la estructura cristalina al someter el material a esfuerzos, alojándose en las puntas de la fractura, propagándola (Lynch, 2012).

El modelo HEDE presentaba la dificultad de medir las energías superficiales al momento de haberse propuesto, debido a esto en 1976 se propuso el modelo AIDE. Este modelo propone que el hidrógeno favorece la nucleación de las dislocaciones en la red cristalina. Las dislocaciones nucleadas tienen alta movilidad dentro de la red cristalina. Esto hace que en un material sometido a estrés, se acumulen dislocaciones en las puntas de las grietas, permitiendo que estas se propaguen. En este mecanismo la descohesión de los átomos de hierro debida a hidrógeno ocurre de manera localizada en micro grietas y límites de grano. Cuando el enlace

hierro-hierro se encuentra debilitado es más fácil que estos se muevan. Al ser sometido el material a un esfuerzo, los átomos que se desplazan facilitan el trepado de dislocaciones, acumulándolas en las puntas de las grietas (Figura 2) (Lynch, 2012).

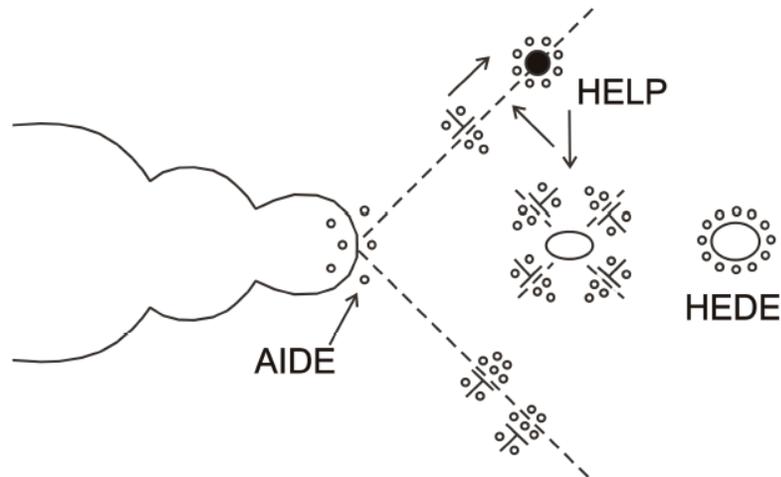


Figura 2. Representación esquematizada de los distintos mecanismos propuestos para el daño por hidrógeno donde las líneas punteadas representan los límites de grano, los puntos las zonas donde el hidrógeno nuclea y los círculos los defectos de donde se propagan las fracturas (Brück, y otros, 2018).<sup>1</sup>

En el acero, se ha observado que el hidrógeno tiene distintos coeficientes de difusividad según su composición y su microestructura. El coeficiente de difusividad nos indica que tan móvil es un átomo soluto, en este caso el hidrógeno, en una fase disolvente, el acero (Van den Eekhout, Depover, & Verbeken, 2018).

A partir de datos experimentales reportados para el coeficiente de difusividad de hidrógeno en acero se elaboró una tabla que se muestra a continuación (Tabla 1). Se observa que según la microestructura, el

<sup>1</sup> Imagen tomada de (Brück, y otros, 2018)

hidrógeno puede moverse dentro de la red en mayor o menor medida, llegando incluso a ser una diferencia de varios órdenes de magnitud. Esto se debe principalmente a que las fases ricas en defectos cristalinos facilitan el paso de hidrógeno, mientras que las fases más compactas y con menos dislocaciones obstruyen el paso (Van den Eekhout, Depover, & Verbeken, 2018).

Tabla 1. Coeficientes de difusividad de hidrógeno reportadas para las distintas fases de acero.

<b>Fase</b>	<b>Coeficiente de difusividad <math>D^0</math> (m<sup>2</sup>/s)</b>	<b>Estructura cristalina</b>
Ferrita	$1 \times 10^{-11}$ *	Cubica Centrada en el cuerpo (BCC)
Austenita	$8 \times 10^{-16}$ *	Cubica centrada en la cara (FCC)
martensita	$1.45 \times 10^{-9}$ **	Ortorrómbica
Perlita	$1.59 \times 10^{-10}$ ***	BCC + Ortorrómbica

\* (Owczarek & Zakroczymski, 2000) \*\* (Frappart, et. al, 2010) \*\*\* (Huang-Long & Sammy Lap-Ip, 1991)

El coeficiente de difusividad es importante porque indica cómo se mueve el hidrógeno dentro de la estructura y esto se ve afectado por distintos factores como composición y procesos térmicos.

Trabajos recientes en aceros de alta resistencia, mostraron que la martensita era una fase altamente susceptible a ser debilitada por hidrógeno, sin embargo, en estos estudio no se estudió la influencia de otras fases, si no que se observaron cada una por separado (Venezuela, y otros, 2018).

Sin embargo, en aceros comerciales es poco común utilizarlos y/o trabajarlos con una sola fase, por lo que estudiarlas por separado no permite comprender el fenómeno de debilitamiento de forma adecuada.

El presente trabajo tiene por objetivo observar la fase más susceptible a ser debilitada por hidrógeno y el efecto que puede tener en una matriz que combine dos fases, ferrita y martensita en un acero con una baja concentración de carbono.

La susceptibilidad a ser dañado se observó mediante la realización de un ensayo de tensión y de dureza en probetas de acero con distintas proporciones de martensita y ferrita, prístinas y debilitadas.

## 2. Marco Teórico

---

En esta sección se discutirán los aspectos teóricos más importantes que están involucrados en el presente trabajo.

### 2.1 Clasificación de aceros

Los aceros se han clasificado de distintas maneras. La primera clasificación que se puede hacer gira en torno a los elementos aleantes que contiene. Donde la más utilizada es según la cantidad de carbono que contienen. Los aceros se clasifican en general como aceros hipoeutectoides, que son aquellos que contienen menos de 0.77% en masa de carbono, mientras que los aceros hipereutectoides son aquellos que contienen más de 0.77% de su masa en carbono y hasta un 2% de masa en carbono.

En 1912 la sociedad de ingenieros de la industria automotriz (SAE por sus siglas en inglés) promovió una clasificación que consistía en cuatro dígitos. El primero indica la aleación principal, para los aceros comunes al

carbón, el primer dígito es un 1. El segundo dígito indica otras cualidades del acero, por ejemplo los aceros 10xx son los aceros aleados solo con carbono, y los 13xx son aceros al carbono re-sulfurados de fácil maquinado. Los últimos dos dígitos representan el contenido de carbono en porcentaje en masa (Lewis, 2001).

El acero 1018 es un acero al carbón, cuya composición teórica se encuentra en la tabla 2.

Tabla 2. Composición teórica del acero 1018 según la norma NMX-B-248-CANACERO-2006 (CANACERO, 2006).

<b>Elemento</b>	Carbono	Manganeso	Fósforo	Azufre	Hierro
<b>Contenido (% m/m)</b>	0.14 - 0.2	0.3 - 0.9	≤0.04	0.05	98.81- 99.26

## 2.2 Tratamientos térmicos

Un tratamiento térmico es un ciclo de operaciones que involucra un calentamiento, una permanencia a determinada temperatura y un enfriamiento con el objetivo de modificar la(s) microestructura(s) de un metal o una aleación. Estas modificaciones ocasionan cambios en sus propiedades mecánicas.

### 2.2.1 Recocido

El recocido es un tratamiento térmico que consiste en el calentamiento de la muestra hasta cierta temperatura, después se mantiene esa temperatura y se enfría muy lentamente. Tiene como propósito producir una microestructura parecida a la de equilibrio. La temperatura a la que se lleva la muestra depende de la microestructura objetivo.

Existen distintos tipos de recocido, por ejemplo el recocido total, el de relevo de esfuerzos, de esferoidizado o el de recristalización. Cada uno se distingue por la temperatura de tratamiento y el tiempo que tiene que estar la muestra.

El recocido total tiene como objetivo llevar a la muestra a una estructura cristalina de equilibrio. Esto se hace a través de tratamientos largos, a temperaturas altas y enfriamientos superlativamente lentos.

Para los aceros hipoeutectoides se calienta hasta austenizar completamente mientras que para los hipereutectoides se calienta apenas sobre la temperatura crítica  $A_1$ . Esta diferencia se debe a que en los aceros hipereutectoides la estructura de equilibrio consiste en colonias de perlita rodeadas de una red cementita. Cuando esta estructura está distorsionada, basta con volver a precipitar la perlita para adquirir la estructura de equilibrio y para esto solo es necesario elevar la temperatura sobre la línea crítica  $A_1$ . A continuación, se mantiene la temperatura hasta que la estructura sea homogénea, de nuevo dependerá del grado de distorsión y del tamaño de la muestra. Finalmente se enfría lentamente, tratando de emular condiciones de equilibrio constantemente, coloquialmente se dice que el enfriamiento debe ocurrir a razón de  $1\text{ }^\circ\text{C/hora}$ . Esto se hace dejando la muestra enfriarse dentro del horno (Cain, 1993).

El recocido de relevado de esfuerzos se utiliza para muestras que han sido deformadas. Tras la deformación, la microestructura acumula tensión por el enfrentamiento de los planos de deslizamiento y el movimiento de vacancias (Askeland, 1998). Esta tensión dificulta cualquier tratamiento posterior y puede producir grietas que eventualmente se convierten en fracturas. Para disminuir el impacto que esta tensión puede tener, se somete la muestra a un recocido. En aceros, esto se hace debajo de la temperatura crítica  $A_1$  con el fin de no producir una transformación dentro

del acero. El tiempo dependerá del tamaño de la muestra. Este tratamiento facilita el reacomodo de átomos sin distorsionar la pieza completa.

En aceros, el recocido de esferoidizado consiste en producir cementita en forma de esferoides redondeados. Esto se hace rompiendo las láminas características de la cementita con calor y manteniendo la alta temperatura para que por efecto de tensión superficial la cementita se redondee. Esto puede hacerse de distintas formas, pero en general el tratamiento de esferoidizado de aceros se hace mediante ciclos de calentamiento y enfriamiento donde la temperatura no se aleje de la temperatura crítica  $A_1$ .

El recocido de recristalización se utiliza en muestras deformadas en frío y sirve para producir la nucleación y crecimiento de nuevos granos dentro de la estructura. Estos nuevos granos se forman en los puntos donde las tensiones residuales son más grandes, como en los límites de grano. En aceros, este tratamiento se hace a temperaturas muy por debajo de la temperatura crítica  $A_1$ . Esto con el fin de no producir austenita, mientras que el tiempo de tratamiento dependerá del grado de deformación y de la temperatura. A medida que la muestra este más deformada, requerirá más tiempo y energía para recristalizar completamente.

### 2.2.2 Normalizado

El normalizado es un proceso en el que se busca que la estructura del acero sea restaurada tras una deformación mecánica como forja o laminado. Estos procesos de deformación producen una distorsión de los granos del acero. Para regresar la estructura a la que se tenía antes de deformar, el acero es calentado por arriba de las temperaturas críticas para producir una austenización completa, la pieza de acero permanece a esta temperatura durante algunas horas y después de esto se deja enfriar lentamente. El tiempo que permanece a esta temperatura depende del tamaño de la muestra y el grado de deformación, vox populi una hora por pulgada de sección transversal de transferencia de calor (Cain, 1993).

### 2.2.3 Temple

El temple consiste en el enfriamiento súbito de una muestra de acero con alguno de dos fines, producir una transformación de una fase, o producir una precipitación de una fase dentro de otra.

Generalmente, se busca producir martensita o bainita. Estas dos fases son duras, frágiles y resistentes. Esto se hace calentando la muestra hasta alcanzar una estructura compuesta por austenita y enfriando rápidamente.

De esta forma, se pueden producir microestructuras que no existen en condiciones de equilibrio. Para el enfriamiento súbito se sumerge rápidamente la pieza de acero en un medio de temple. Estos medios de temple pueden ser agua, aceite o mezclas más complicadas que favorecen la extracción de calor.

#### 2.2.3.1 Medios de temple

La velocidad de extracción de calor es de suma importancia para el diseño de un tratamiento de temple. Controlar la cantidad de calor que se extrae de la muestra permite diseñar las proporciones de fases que se producen dentro de la microestructura. Este diseño se hace con la ayuda de un diagrama de enfriamiento continuo de temperatura-transformación (CTT).

Los medios de temple más comunes son el agua, la salmuera y las mezclas de aceites. Estos medios de temple se distinguen entre sí por su severidad. A medida que un medio se hace más severo, su capacidad de extraer calor aumenta. Esta severidad dependerá de la temperatura a la que este el medio y de su estructura química. De los medios más comunes, los más severos son el agua y la salmuera, mientras que el

aceite es menos severo (Tabla 3). La severidad se estudia a través de una relación entre el coeficiente de transferencia de calor y la conductividad térmica del material, esta relación se conoce como el índice de Grossman (H). Es un valor adimensional que nos permite comparar la severidad de un medio con respecto a otro (Askeland, 1998).

Tabla 3. Severidad de los distintos medios de temple.

<b>Medio</b>	<b>Valor H</b>
Temple ideal	$\infty$
Salmuera (sin agitación)	2
Agua (sin agitación)	1
Aceite (sin agitación)	0.25
Aire	0.02

Durante el temple, el enfriamiento ocurre a través de tres fases, la primera se conoce como enfriamiento por capa de vapor. Al sumergirse la muestra en el medio de temple, el medio se evapora rápidamente, formando una burbuja del medio evaporado alrededor de la muestra. A este fenómeno se le conoce como efecto Liedenfrost. Seguido de esto, la burbuja se rompe y ocurre una pérdida de calor por el contacto de la muestra con el medio de temple. Es en esta segunda etapa donde ocurre la mayor parte de la extracción de calor. Finalmente el calor es desprendido por convección del medio (Groover, 2013).

Actualmente se han diseñado gran variedad de medios de temple que cambian sus propiedades de extracción de calor. Se han ensayado mezclas de polímeros en disoluciones acuosas u oleosas y también se ha comenzado a probar el efecto que tienen los tensoactivos en el medio.

Un tensoactivo es una sustancia que al estar en disolución se sitúa en la interfase para minimizar interacciones eléctricas repulsivas que tiene con

alguna de las fases. Al situarse allí, disminuye la tensión superficial permitiendo que existan más interacciones eléctricas entre las fases involucradas. En el caso del medio de temple, el tensoactivo se situará entre la disolución y el aire.

El dodecil sulfato de sodio (SDS), cuya estructura se muestra en la figura 3, es un tensoactivo. La mezcla de agua y SDS se ha probado anteriormente como medio de enfriamiento en forma de spray laminas (Chakraborty, Sarkar, Roshan, Surjya, & Chakraborty, 2019) (Qiang, Chandra, & McCahan, 2003) pero hasta ahora no he encontrado referencias de que sea haya utilizado como medio de temple.

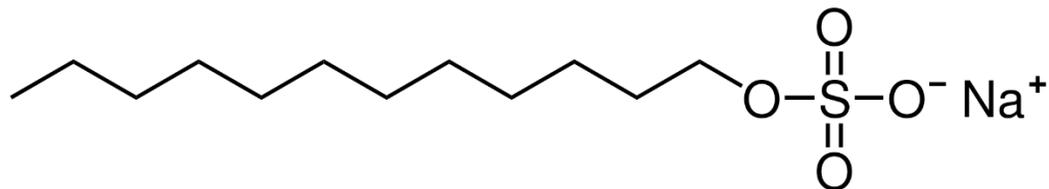


Figura 3. Estructura del dodecil sulfato de sodio (SDS)

#### 2.2.4 Revenido

Dentro de los tratamientos térmicos, el tratamiento de revenido es uno de particular importancia industrial ya que permite transferir tenacidad a una herramienta a costa de su dureza. Se parte de una pieza cuya estructura consista en martensita y/o bainita, se calienta a una temperatura menor a la temperatura crítica  $A_1$ , se mantiene durante cierto tiempo y se enfría. El propósito de este tratamiento es favorecer la recristalización de una fase blanda y tenaz dentro de una matriz dura y resistente, generalmente de ferrita y perlita dentro de martensita y bainita. A medida que aumenta la temperatura y se aproxima a la temperatura crítica  $A_1$ , el tiempo de tratamiento disminuye; sin embargo, se puede producir una descarburización o puede darse una

transformación de fase, provocando la pérdida de la martensita y la bainita (Cain, 1993).

## 2.3 Ensayos mecánicos

Un ensayo mecánico es una prueba de las propiedades físicas de un material. Estas pruebas dan información de la microestructura de un acero, de los procesos de maquinado a los que fue sometido y es parte fundamental del estudio de los materiales.

### 2.3.1 Resistencia a la penetración

La determinación de la resistencia a la penetración consiste en colocar la muestra sobre un soporte metálico y medir la energía necesaria por unidad de área para deformar la muestra plásticamente. Esto se hace indentando la muestra con un penetrador que tiene tamaño y forma predeterminados, con una variedad de cargas aplicadas (Chambers, 1979).

Existen diversas escalas de dureza que se utilizan en diversas circunstancias según la dureza del material. Las más utilizadas son la escala Brinell, Rockwell y Vickers.

La escala Brinell se utiliza típicamente en materiales blandos (como maderas) o en muestras delgadas. Esto es porque típicamente el indentador usado es de acero y puede tener diferentes diámetros; sin embargo, para materiales más duros se utiliza un indentador de carburo de tungsteno. Para esta escala normalmente se utilizan tres fuerzas de prueba, 3000, 1500 y 1000 N/Kgf<sup>1</sup> pero pueden usarse otras. Los valores obtenidos de la medición utilizando esta escala se reportan utilizando el diámetro del indentador, la carga usada y el material del que está hecho

---

<sup>1</sup> Un kilopondio (kgf) equivale a un 1kg x 9.8 m/s<sup>2</sup>

el indentador, esto hace que sea una escala versátil y utilizada para muchos materiales (Askeland, 1998).

La escala Rockwell es la escala más popular para aceros, esto es por la gran variedad de indentadores y cargas que pueden utilizarse. Hay dos tipos de indentadores. Uno está hecho de acero endurecido, tiene forma esférica y puede ser de 1/16, 1/8, 1/4 o 1/2 de pulgada. El otro tipo de indentador es cónico con punta de diamante en un ángulo de 120° y es usado para los materiales más duros. El ensayo se realiza en dos etapas, primero se ejerce un "precargado" de 10 kgf para eliminar el efecto de la deformación elástica. Después se ejerce una carga que puede ser de 60, 100 o 150 kgf. La combinación de indentador con la carga secundaria dan como resultado las distintas escalas Rockwell (Tabla 4) Muchas de estas escalas tienen equivalencias entre si y se utilizan para materiales de distintas dureza (Cain, 1993).

Tabla 4. Escalas de dureza Rockwell.

<b>Escala</b>	<b>Símbolo</b>	<b>Carga (kgf)</b>	<b>Indentador</b>
A	HRA	60	Diamante
B	HRB	100	1/16' acero
C	HRC	150	Diamante
D	HRD	100	Diamante
E	HRE	100	1/8' acero
F	HRF	60	1/16' acero
G	HRG	150	1/16' acero
H	HRH	60	1/8' acero
K	HRK	150	1/8' acero

La escala Vickers es a veces llamada como un ensayo universal para medir dureza. Las cargas van desde los 5 hasta los 150 kgf y se utiliza un

indentador con forma de pirámide hecho de diamante en un ángulo de 136°. Los resultados de este ensayo se reportan como xxxHVyy/zz donde xxx representa el valor obtenido, HV indica que se trata de escala Vickers, yy es la carga empleada en kgf y zz es el tiempo en el que se ejerce la carga. Los valores de zz típicamente son de 10 o 15 s con variaciones para distintos materiales llegando hasta los 20 s.

### 2.3.2 Ensayo de tensión

El ensayo de tensión consiste en someter una muestra a dos fuerzas paralelas y en sentido contrario. Esta prueba produce como resultado una curva esfuerzo deformación, la cual nos da información vital sobre el material (Figura 4). Con este ensayo se puede obtener el módulo de elasticidad, el punto de fluencia, la resistencia y la máxima resistencia a la rotura. Adicionalmente, al realizar este ensayo podemos obtener información acerca de la tenacidad y resiliencia del material (Chambers, 1979).

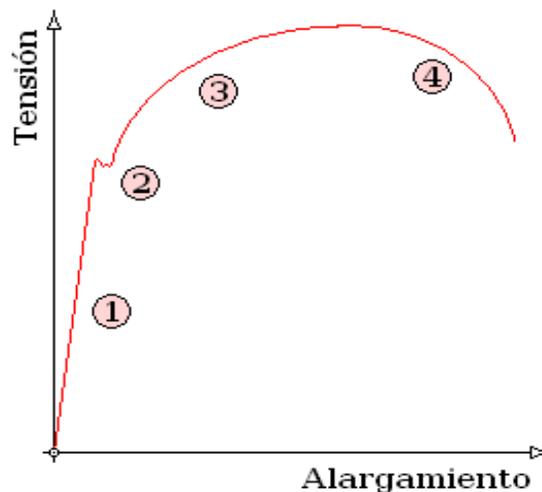


Figura 4. Curva esfuerzo deformación genérica. 1. Zona elástica 2. Esfuerzo de fluencia. 3. Zona de deformación plástica. 4. Estricción.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Imagen tomada de: [https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Curva\\_tensi%C3%B3n\\_deformaci%C3%B3n\\_zonas.png](https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Curva_tensi%C3%B3n_deformaci%C3%B3n_zonas.png) consultada el día 26/10/2020

### 2.3.3 Prueba de impacto

La prueba es una forma de medir la tenacidad de una muestra. Se trata de una prueba dinámica y destructiva. El método más común para realizar esta prueba es conocido como Charpy, este método contempla dos tipos, uno llamado prueba de impacto con flexión y el segundo prueba de impacto con flexión y muestra.

Estos dos tipos se distinguen entre sí por la forma de la probeta, pero operacionalmente son muy similares. Ambas pruebas consisten en colocar la muestra en la trayectoria de un péndulo de masa conocida que es liberado desde una altura determinada. Estas características permiten conocer la energía que lleva el péndulo al momento de impactar con la muestra. Mediante una carátula se registra la altura que alcanza el péndulo tras el impacto con la muestra, y con esto se conoce la energía que absorbió la muestra antes de romperse (Chambers, 1979).

La presencia de una muesca permite concentrar la energía del péndulo en un solo punto y es comúnmente utilizada en muestras cuya tenacidad esperada sea alta y sea poco elástica. Esto permite garantizar que la fractura ocurra en una sección específica del material.

## 2.4 Técnicas de caracterización metalográfica

En metalurgia, el poder conocer las fases que componen una muestra es de suma importancia. Para hacerlo existen distintas técnicas que en conjunto nos pueden indicar las fases de las que está compuesto un material.

### 2.4.1 Análisis metalográfico

La primera técnica de la que se tiene que hablar es el análisis metalográfico. Esta técnica es de donde nace la metalurgia moderna. Para comenzar, la muestra es sometida a un desbaste grueso y después a uno fino. El desbaste grueso consiste en aplanar una muestra con lijas gruesas o cintas de esmeril, mientras que el fino se hace retirando material de la muestra con lijas con tamaño de grano sucesivamente más pequeño. Este primer paso se hace para crear una superficie lo más plana posible y debe hacerse con cuidado para no rayar la muestra o dejar surcos en ella.

Después la muestra se pule hasta alcanzar un acabado "de espejo", esto quiere decir que no quedan rastros del desbaste. Este acabado se puede verificar mediante el uso de un microscopio óptico para cerciorarse de que en efecto se produjo una superficie plana, homogénea al grado de reflejar la luz. Este pulido se hace con un paño y un abrasivo en suspensión. La elección tanto de abrasivo como del medio en el que está suspendido dependerá del material. Entre los abrasivos más comúnmente utilizados están la almunia ( $Al_2O_3$ ) de distintos tamaños de partícula y el polvo de diamante, mientras que como medios el más utilizado es el agua.

Una vez que se tiene la muestra perfectamente pulida se revela la microestructura mediante un ataque químico. Este proceso tiene como objetivo producir un contraste entre las distintas fases del material y para esto se aprovecha la reactividad particular de cada fase. El ataque químico consiste en la oxidación controlada de una de las fases mientras que se deja intactas las demás. La fase oxidada puede disolverse en el medio, dejando atrás una zona que bajo el microscopio puede verse opaca o permanecer en la muestra observándose del color del óxido (Vander Voort, 2004).

La elección de la mezcla de reactivos con que se va a atacar es de suma importancia ya que de estos dependen las fases que pueden revelarse. Para aceros de bajo carbono, las mezclas de ataque más utilizadas son el Picral y el Nital-n. El Picral es una disolución de ácido pícrico al 5% m/v en etanol o metanol y sirve para revelar el tamaño de grano de la austenita, el Nital-n es una disolución de ácido nítrico en la que letra n representa el porcentaje en m/v de ácido nítrico en etanol o metanol, así el Nital-5 contiene ácido nítrico en 5% m/v.

En los aceros, el ataque químico se fundamenta en la diferencia de potencial de reducción para el hierro según la fase en la que se encuentren. Estos potenciales varían según la composición de la aleación, y la posición que ocupe el átomo dentro de la red cristalina. La composición produce compuestos dentro del metal, alterando como interactúa con un oxidante, por ejemplo, el aumento de átomos de carbono produce una mayor proporción de cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) que es menos resistente a la oxidación (Green & Parkins , 1968). El lugar que ocupa un átomo dentro de la red también es importante, un átomo en un borde de grano será más susceptible a oxidarse que uno dentro del grano (Vander Voort, 2004).

#### 2.4.2 Microscopía óptica y estereoscópica

Para la metalurgia y el estudio de los materiales, es importante el poder observar las muestras bajo la luz del microscopio. Generalmente se usa primero un microscopio estereoscópico (Figura 5.B). Este microscopio tiene pocos aumentos, típicamente logrados a través de la reflexión de la luz sobre la muestra y pasa a través de una serie de lentes que culminan en dos oculares ligeramente inclinados que producen una imagen tridimensional de la muestra. Este tipo de microscopio da información sobre la superficie del material analizado, pero no sobre la microestructura.

Para un análisis más profundo y detallado, se utiliza un microscopio de platina invertida (Figura 5.A). El detalle sobre la posición de la platina es de particular importancia debido a que la gran mayor parte de las muestras metalográficas no son translucidas y esta posición de la platina permite reflejar un haz de luz sobre la muestra y a través de una serie de lentes que dan imágenes a grandes aumentos. El funcionamiento de un microscopio de platina invertida se encuentra esquematizado en la figura 5.C.

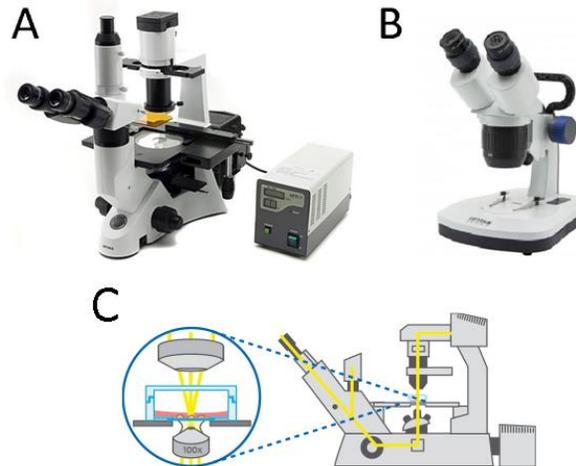


Figura 5. A. Microscopio de platina invertida <sup>1</sup> . B. Microscopio estereoscópico<sup>2</sup>. C. Diagrama del funcionamiento de un microscopio de platina invertida<sup>3</sup>.

#### 2.4.3 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Para la dilucidación de estructuras más complejas y el análisis con mayor detalle se utiliza la microscopía electrónica de barrido. Esta técnica de microscopía consiste en el bombardeo de la muestra con electrones y basándose en el patrón de difracción se puede conocer la composición de la muestra y se obtienen imágenes de muy alta resolución y a grandes aumentos (Figura 6.A).

Los aumentos logrados y la resolución en esta técnica son proporcionales al voltaje empleado para acelerarlos e inversamente proporcionales a la longitud de onda de los electrones emitidos.

<sup>1</sup> Imagen tomada de: <https://www.interempresas.net/Medico-hospitalario/FeriaVirtual/Producto-Microscopio-trinocular-Invertido-Optika-XDS-2FL-101741.html> Consultada el día 02/11/2020

<sup>2</sup> Imagen tomada de: <https://www.microscopiomania.com/microscopios-estereoscopicos/6538-microscopio-estereoscopico-optika-sfx-52.html> consultada el día 02/11/2020

<sup>3</sup> Imagen tomada de: <https://ibidi.com/content/212-inverted-and-upright-microscopy> consultada el día 21/01/2020

El haz de electrones impacta sobre la muestra y produce varios tipos de señales por las interacciones que tienen con la muestra (Figura 6.B). Cada uno de estos tipos de electrones difractados pueden ser colectados por detectores específicos e interpretados por una computadora para obtener información espectroscópica de la muestra (González Mancera & Noguez Amaya , 2009).

Los electrones Auger son de particular importancia porque nos dan información acerca de la composición de la muestra. Se conoce como Auger al electrón emitido tras la desaparición de un primer electrón. Este fenómeno ocurre cuando un electrón emitido de las capas internas de un átomo. Al dejar vacante una posición de menor energía que será ocupada por un electrón de un nivel energético superior, al ser este electrón de un nivel superior se crea un exceso de energía. Este exceso puede ser emitido como un fotón o transmitido a un electrón que es emitido del átomo. La energía del electrón Auger puede ser medida y es característica de cada configuración electrónica, lo que nos da información del tipo de núcleo del que se trata, dando información composicional de la muestra (González Mancera & Noguez Amaya , 2009).

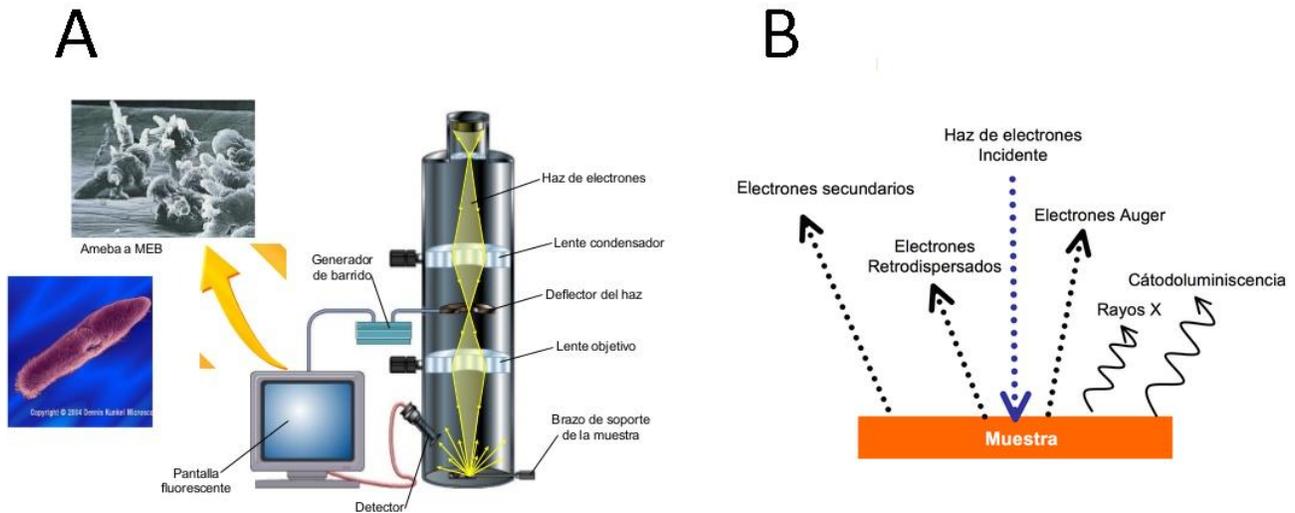


Figura 6. A. Diagrama del funcionamiento de un microscopio electrónico de barrido<sup>1</sup>. B. Esquema de los electrones producidos y detectados en MEB<sup>2</sup>.

## 2.5 Análisis de la fractura

Cuando un material se fractura, es producto de la dinámica de los átomos de la estructura cristalina y como consecuencia produce una fractura dúctil o frágil. Al analizar la fractura podemos obtener mucha información sobre el material y lo que provocó la fractura. El reconocimiento de estos tipos no siempre es evidente y por ello requiere un análisis detallado y a menudo asistido de técnicas de análisis microscópico (ASM International, 1996).

La fractura frágil se caracteriza por tener bordes afilados y son producto de una propagación de una fractura. Este modo de fractura es común en materiales rígidos, poco elásticos y que generalmente se fracturan antes de llegar a una deformación plástica.

<sup>1</sup> Imagen tomada de <https://metodosexperimentales.wordpress.com/microscopia-electronica-de-barrido-sem/> consultada el día 21/06/2020

<sup>2</sup> Imagen tomada de <https://www.pardell.es/el-microscopio-electronico-de-barrido-sem.html> consultada el día 21/06/2020

Mientras tanto, la fractura dúctil se caracteriza por la presencia de una deformación de cuello de botella y por una elongación del material. Este tipo de fractura es característico de materiales plásticos elásticos (ASM International, 1996).

Microestructuralmente, las fracturas pueden correr transgranularmente o intergranularmente. Una fractura transgranular atraviesa los granos de los que está compuesto el material. Este tipo de fractura típicamente se asocia a un modo dúctil, sin embargo, puede darse una fractura frágil transgranular. El tipo de fractura intergranulares es la que corre por los límites de grano y es típicamente asociada a una fractura frágil, pero al igual que la transgranular, la presencia de una fractura frágil no garantiza que sea transgranular.

## 2.6 Curvas de polarización

La magnitud del daño que puede causar el hidrógeno en un material es proporcional a la cantidad de este que se introduce en la estructura (Lynch, 2012). Para evaluarlo en condiciones de laboratorio es necesario poder producir la mayor cantidad de hidrógeno sin comprometer la estructura del material a probar durante la producción.

Las técnicas de polarización han sido sumamente exitosas en el estudio de procesos electroquímicos y para conocer las características cinéticas de las reacciones de óxido-reducción (Stern & Geary, 1957). Las curvas de polarización son la correlación de la intensidad de corriente con el potencial de electrodo y nos permiten obtener información sobre la cinética de reacción sobre el electrodo.

Estas curvas se determinan registrando la densidad de corriente que circula a través del sistema y dependiendo de la dirección del potencial impuesto son conocidas como curvas de polarización catódica o anódica (Lewis, 2001).

La forma que adquiere una curva de polarización nos habla de la cinética de reacción. Se han descrito varios modelos para describir el comportamiento de la curva de polarización en distintos escenarios que se describen a continuación.

### 2.6.1 Ecuación corriente-sobrepotencial

Como su nombre lo dice, esta ecuación presenta la relación entre la intensidad de corriente y el sobrepotencial administrado. La ecuación tiene dos partes, la primera es el componente catódico y la segunda es componente anódico (ecuación 1). Describe el comportamiento de una curva de polarización en cualquiera de sus puntos.

$$i = i_0 \left[ \frac{C_0^S}{C_0} \exp\left(-\frac{\alpha_c n F \eta}{RT}\right) - \frac{C_R^S}{C_R} \exp\left(\frac{(1-\alpha_a) n F \eta}{RT}\right) \right] \quad (1)$$

Donde:

$i$ : simboliza la densidad de corriente (A/cm<sup>2</sup>)

$i_0$ : la densidad de corriente de intercambio (A/cm<sup>2</sup>)

$\eta$ : el sobrepotencial (V)

$C_0^S$ : es la concentración del oxidante en el seno de la disolución (mol/L)

$C_0$ : es la concentración del oxidante en el sitio de reacción (mol/cm<sup>3</sup>)

$C_R^S$ : es la concentración del reductor en el seno de la disolución (mol/cm<sup>3</sup>)

$C_R$ : es la concentración del reductor en el seno de la disolución (mol/cm<sup>3</sup>)

$\alpha_c$ : es el coeficiente de transferencia de carga catódico

$\alpha_a$ : es el coeficiente de transferencia de carga anódico

$n$ : es el número de electrones involucrados

$F$ : es la constante de Faraday en (C/mol)

R: es la constante de los gases (J/mol K)

T: representa la temperatura absoluta (K)

La velocidad transferencia de carga en la interfase sólido-líquido es lo que define la velocidad de una reacción electroquímica y depende de la difusión de los átomos desde el seno de reacción hasta el electrodo. Esto provoca que haya tres regímenes de control, por transferencia de carga (CTC), por transferencia de masa (CTM) y control mixto (CM). A continuación se describirá cada régimen de control (Bard & Faulkner, 2000).

#### 2.6.2 Control por transferencia de carga

Este régimen de control se da cuando la disolución se encuentra bien agitada o en el caso de que la corriente neta sea lo suficientemente baja como para que las concentraciones, tanto del seno de la disolución como las superficiales no difieran significativamente, lo que hace que los términos de concentración de la ecuación (1) se igualen, dando como resultado la ecuación (2) y es conocida como ecuación de Butler-Volmer.

$$i = i_0 \left[ \exp\left(-\frac{\alpha_c n F \eta}{RT}\right) - \exp\left(\frac{(1-\alpha_a) n F \eta}{RT}\right) \right] \quad (2)$$

Si el sobrepotencial es elevado, ya sea en dirección catódica o anódica, uno de los dos términos exponenciales se vuelve despreciable y se conserva solo el término de la rama catódica o anódica respectivamente. Esta situación se conoce como la aproximación de campo bajo.

Por el contrario, si el sobrepotencial es bajo (potenciales cercanos al equilibrio) la corriente neta varía de forma lineal con respecto al

sobrepotencial. Este comportamiento provoca que la ecuación 2 se exprese como la ecuación 3 y se conoce como la aproximación de campo bajo (Bard & Faulkner, 2000).

$$i = i_0 \frac{nF\eta}{RT} \quad (3)$$

Para el modelado del daño por hidrógeno en matrices metálicas, el régimen de control por transferencia de carga no es ideal ya que requiere de agitación, que desprende las burbujas del electrodo evitando que entren en el material, o concentraciones bajas, que minimizan la cantidad de hidrógeno producido en relación a los otros regímenes de control.

### 2.6.3 Control por transferencia de masa

Este régimen de control se distingue por que la velocidad de reacción se ve limitada por la difusión de los átomos del seno de la disolución a la superficie del electrodo. Este fenómeno se ve reflejado en la curva de polarización en la zona donde al aumentar la densidad de corriente, no hay un aumento de sobrepotencial. Este régimen se modela con la ecuación (4) que fue postulada a partir de la ley de Faraday y la de Fick (Bard & Faulkner, 2000)

$$i = nFD \left( \frac{C_b - C_s}{\Delta x} \right) \quad (4)$$

Donde:

i: Intensidad de corriente (A)

D: es el coeficiente de difusión (m<sup>2</sup>/s)

C<sub>b</sub>: La concentraciones del reactante en el seno de la disolución (mol/cm<sup>3</sup>)

C<sub>s</sub>: La concentración del reactante en el sitio de la disolución (mol/L)

Δx: Representa el gradiente del espesor de la capa de difusión (mol/L)

Cuando la concentración en el sitio de reacción tiende a cero, se alcanza la máxima velocidad de reacción y se alcanza la densidad de corriente límite, donde la única limitante para la reacción es la difusión. Durante este régimen de control ocurre la máxima pérdida de masa de los electrodos. Esto ocasiona que se formen poros y grietas en los electrodos que ocultan la fragilización por hidrógeno.

#### 2.6.4 Régimen de control mixto

En este régimen de control, la velocidad de reacción depende de la velocidad de transferencia de carga y de la transferencia de masa. En esta circunstancia la intensidad de corriente esta modelada por la ecuación (5).

$$i = i_0 \left[ \left( 1 - \frac{i}{i_{LC}} \right) \exp \left( -\frac{\alpha_c n F \eta}{RT} \right) - \left( 1 - \frac{i}{i_{LA}} \right) \exp \left( \frac{(1-\alpha_a) n F \eta}{RT} \right) \right] \quad (5)$$

Donde:

$i_{LC}$ : Intensidad de corriente límite catódica (A)

$i_{LA}$ : Intensidad de corriente limite anódica (A)

El control mixto representa una zona de transición entre los otros regímenes de control. Análogo al control por transferencia de carga, si el sobrepotencial es elevado, una de las ramas de la ecuación cinco se hace despreciable (Bard & Faulkner, 2000).

Para el modelado de la fragilización por hidrógeno, el régimen de control deseado debe ser mixto y próximo al de control por transferencia de masa con alto sobrepotencial. Esto provoca que se produzca la máxima cantidad de hidrógeno sobre la superficie del electrodo, facilitando su introducción al material (Dwivedi & Vishwakarma, Hydrogen embrittlement in different materials: A review, 2018).

## 2.7 Métodos de cargado de hidrógeno

Un método de cargado de hidrógeno hace referencia a un proceso que tiene como fin introducir hidrógeno dentro de la estructura de un material. Esto se hace para evaluar el efecto que tiene dentro de la microestructura. En estudios recientes se ha demostrado que el método de cargado puede producir diferentes resultados según el material que se esté estudiando. Estas diferencias se han atribuido a que el método de cargado influye en los sitios que se ocupan y en la profundidad a la que llega el hidrógeno (Zhao, y otros, 2019).

### 2.7.1 Cargado electrolítico

Este método consiste en producir hidrógeno sobre la superficie del material a probar a través de la electrolisis de agua. Una proporción del hidrógeno producido se introduce en el material mientras que el resto es desprendido como burbujas. El hidrógeno se produce a través de sumergir la muestra en una disolución rica en protones y en una condición galvanostática o potencioestática (Zhao, y otros, 2019).

### 2.7.2 Cargado gaseoso

Para introducir el hidrógeno se introduce la muestra en una cámara presurizada rica en hidrógeno y a elevada temperatura. En este método el hidrógeno se introduce en la estructura a través de depósito en la superficie donde posteriormente se introduce en la microestructura (Zhao, y otros, 2019).

### 2.7.2 Cargados nuevos

Las discrepancias en los resultados obtenidos según el método de cargado han producido investigaciones que buscan producir muestras cargadas con hidrógeno. Uno de estos nuevos métodos es el método de cargado por plasma. Este método consiste en tener una fuente de hidrógeno constante y hacerlo pasar a través de un sistema de tubos donde se ioniza el hidrógeno y se bombardea la muestra para introducir los átomos de hidrógeno (Depover, y otros, 2019).

### 3. Procedimiento experimental

---

#### 3.1 Descripción general

El protocolo experimental consistió en tres partes. Durante la primera, se buscó conocer las mejores condiciones de tiempo y temperatura para los tratamientos térmicos y el debilitamiento por hidrógeno. La segunda etapa consistió en la producción de las muestras con las distintas proporciones de fases, tanto las que servirían de blanco como las que serían debilitadas. La tercera etapa es la realización del ensayo de tracción y de la determinación de la resistencia a la penetración tanto de las probetas prístinas (sin tratamiento) como de las dañadas por hidrógeno (Figura 7). Todas las etapas fueron monitoreadas mediante el análisis metalográfico descrito a continuación.

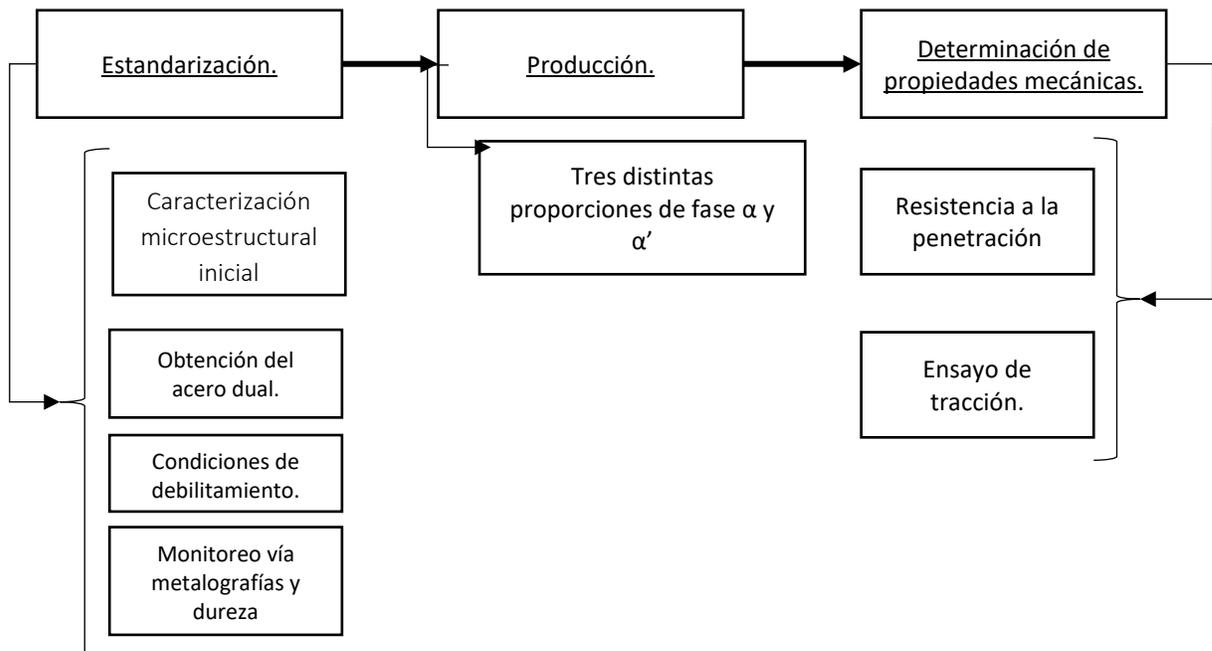


Figura 7. Diagrama de flujo general para el procedimiento experimental seguido durante este trabajo.

### 3.2 Análisis metalográfico

Para el monitoreo de las fases obtenidas durante todos los tratamientos térmicos, las muestras fueron preparadas metalográficamente y se reveló su microestructura con un ataque químico. Esta preparación metalográfica consistió en desbastar muestras del acero AISE/SAE 1018 con forma de moneda de 2.54 cm de radio y 1.5 cm de altura con lijas sucesivamente más finas. Las lijas empleadas en designación CAMI<sup>1</sup> fueron 120, 220, 400, 600, 1000 y 1200. Posteriormente se pulieron con alúmina hasta lograr un acabado "de espejo". Una vez con las muestras pulidas a espejo se atacaron con una mezcla de 3% v/v de ácido nítrico en metanol (Nital-3) a temperatura ambiente.

### 3.3 Acero y su composición química

Para observar el efecto del hidrógeno sobre un acero bifásico, se seleccionó el acero AISI/SAE-1018 (cuya composición se encuentra en la tabla 5). Para el diseño de los tratamientos térmicos posteriores se realizó un análisis metalográfico inicial del acero para conocer las condiciones microestructurales al momento de recibirlo.

---

<sup>1</sup> La designación CAMI es la más utilizada para describir el tamaño de grano de una lija. Fue introducida por la Federación Europea de fabricantes de materiales abrasivos (FEPA por sus siglas en inglés).

Tabla 5. Composición del acero AISI/SAE-1018 en porcentaje en masa utilizado para observar el efecto del hidrógeno en un acero con microestructura bifásica determinadas vía espectrometría de emisión por chispa.

<b>Elemento</b>	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Al	Cu	Ti	Fe
<b>% m/m</b>	0.222	0.121	0.650	0.019	0.378	0.015	0.017	0.039	0.003	98.9

### 3.4 Tratamientos térmicos

La dilucidación de las condiciones para los tratamientos térmicos se llevó a cabo en una mufla Thermo Scientific, modelo Barnstead Thermolyne. El objetivo fue realizar una microestructura dual de  $\alpha$  y  $\alpha'$ . Para esto se realizó un tratamiento intercrítico en el que se buscó partir de una microestructura  $\gamma$  y  $\alpha$ . Los factores más influyentes para este tratamiento térmico fueron la temperatura, el tiempo de permanencia a ésta y el medio de temple.

Para homogenizar la microestructura de las muestras de acero AISI/SAE 1018, se realizó un tratamiento de normalizado durante 6 horas y a 915 °C, siguiendo las recomendaciones de la ASM (ASM Handbook, 2013) para el acero 1018.

La búsqueda de un tratamiento intercrítico que satisficiera las condiciones anteriores requirió de una serie de 54 muestras, tres para cada temperatura y tiempo, estas probetas tuvieron forma de moneda que tuvieron un radio de 1.75 cm y altura de 0.5 cm.

Los tiempos probados de tratamiento fueron 15, 10 y 5 minutos. Tiempos más largos de tratamiento producirían que la estructura se homogenice,

dando lugar a estructuras más parecidas a las observables en condiciones de equilibrio.

Se probaron tres temperaturas, 720°C, 760°C y 800°C. Estas temperaturas fueron seleccionadas a partir del diagrama Fe-Fe<sub>3</sub>C, que para la concentración de carbono del acero AISI/SAE 1018, se encuentran distribuidas homogéneamente en la zona de coexistencia entre la ferrita y la austenita.

Tras el tratamiento térmico, las muestras de acero AISI/SAE 1018 fueron templadas en alguno de dos medios. En agua a 2°C o en una mezcla de agua con SDS (2.39 g/L) a 2°C.

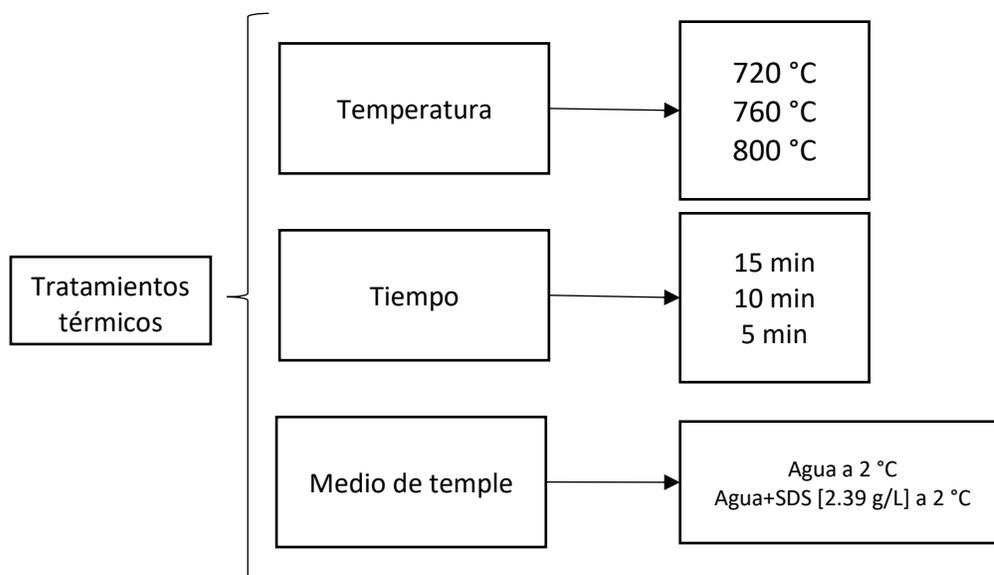


Figura 8. Diagrama de flujo donde se resumen los tratamientos térmicos probados.

La concentración empleada de dodecil sulfato de sodio (SDS) fue de 2.39 g/L. Esta concentración es la micelar crítica a 25 °C (Khan & Shah, 2008). Al enfriar el medio, producimos una disolución sobresaturada de SDS, garantizando que toda la superficie se encuentre ocupada por el tensoactivo, dando un mínimo de tensión superficial a esa temperatura.

### 3.5 Curvas de enfriamiento

Para probar la severidad de los dos medios de temple probados, se realizaron curvas de enfriamiento. Esto se hizo sobre un acero inoxidable 306-L templado desde 850 °C en ambos medios. El acero 306-L es un acero inoxidable auténtico, esto quiere decir que en condiciones de equilibrio tiene una microestructura austenítica. Se seleccionó este acero por su microestructura que lo hace ideal para determinar curvas de enfriamiento ya que al templarse desde altas temperaturas no ocurre ninguna transformación de fase que produzca "escalones" en la curva, a diferencia del AISI/SAE-1018 que se transformaría en ferrita, cementita, bainita o martensita.

### 3.6 Estudios electroquímicos para modelado del debilitamiento por hidrógeno

Para que se dé una pérdida de propiedades mecánicas por hidrógeno es necesario que este penetre en la estructura del material. Este es un proceso que ocurre comúnmente en las muestras de acero expuestas a medios corrosivos y a lo largo del tiempo. Con el fin de evaluarlo en el laboratorio se escogió el cargado electrolítico ya que este método nos permite modelar el daño en un ambiente corrosivo, semejante a aquellos a los que se somete un acero de tubería o expuesto al agua de mar.

Para modelar el daño por hidrógeno es necesario que se produzca la mayor cantidad de moléculas de hidrógeno posibles sobre la muestra. La cantidad de moléculas de hidrógeno que se produzcan está en función de la intensidad de corriente empleada, sin embargo, se requiere que el hidrógeno producido se quede sobre la muestra debilitada. La intensidad de corriente ideal para esto es aquella que se encuentre dentro del régimen de control mixto. Para determinar la intensidad de corriente a emplear que se encuentre en el intervalo del régimen de control mixto,

se realizó una curva de polarización catódica sobre una muestra del acero AISI/SAE 1018 de 1 cm<sup>2</sup> expuesto a la celda.

Una vez con la curva, se obtuvo su primera derivada para observar la razón de cambio del potencial respecto de la intensidad de corriente, el régimen de control mixto se obtendrá en la zona delimitada por el primer cambio brusco de pendiente y hasta donde sea

Para la determinación de la curva de polarización se empleó un programa de perturbación potencioestático, esto quiere decir que se controla el potencial de la celda mediante la detección de cambios en su resistencia. El software relaciona la resistencia de la disolución con la intensidad de corriente y produce un gráfico de intensidad de corriente contra la diferencia de voltaje impuesta respecto a un electrodo de referencia. Las mediciones de la resistencia de la disolución fueron hechas con una frecuencia de 50 veces por segundo. Las características del sistema electroquímico empleado en la obtención de la curva de polarización fueron:

1. Se utilizó un Potenciostato/Galvanostato ACM Gill modelo 1123. La adquisición de datos se hizo utilizando el software proporcionado por el fabricante (ACM v.2001)
2. Los electrodos empleados fueron:
  - a. Trabajo: Muestra cilíndrica sólida del acero AISI/SAE 1018. La cara expuesta a la celda es de 1 cm<sup>2</sup>
  - b. Auxiliar: Electrodo cilíndrico de grafito de 5 cm de largo y 0.5 cm de radio.
  - c. Referencia: Calomel saturado (ECS)
3. Como electrolito soporte se empleó ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) en una concentración de 0.1 mol/L. Como disolvente se utilizó agua destilada.

La cantidad de hidrógeno gaseoso producido en la superficie de la muestra de acero AISI/SAE 1018 es directamente proporcional al área del electrodo, por lo que en la figura 18, donde se presenta la curva de polarización obtenida, se reporta la densidad de corriente. Debido a que los resultados obtenidos abarcan varios ordenes de magnitud, se representa el logaritmo de la densidad de corriente ( $\log \text{ mA/cm}^2$ )

Para introducir el hidrógeno dentro de las muestras se utilizó una segunda celda. En esta celda se impuso la intensidad de corriente que corresponde al régimen de control mixto determinada con la curva de polarización. Esta celda está compuesta por un electrodo que actuará como ánodo hecho de acero inoxidable 304. La superficie de los electrodos es importante para garantizar que la reacción de reducción del hidrógeno ocurriera en la muestra. El ánodo tenía una superficie de contacto igual a  $35.86 \text{ cm}^2$ , 1.91 veces el área del cátodo. Como cátodo se empleó la muestra para el ensayo de tensión hecha con el acero AISI/SAE-1018 (Figura 9). Para imponer la intensidad de corriente determinada con la curva polarización catódica se utilizó un Potenciostato/Galvanostato ACM Gill modelo 1123.

El electrolito soporte empleado fue ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0.1 mol/L. Este ácido cataliza la electrolisis sin interferir con la reacción. Es importante mencionar que emplearlo en concentraciones más altas podría provocar la formación de sulfuros en los electrodos, ocultando el efecto del hidrógeno, mientras que, al utilizar el electrolito soporte en concentraciones más bajas, obtendríamos una menor producción de hidrógeno (Miessler & Donald, 2004). Este ensayo se realizó sin agitación para evitar remover las burbujas de hidrógeno de la superficie del cátodo y permitir su introducción en el acero AISI/SAE 1018

### 3.7 Microscopía óptica

Todas las muestras obtenidas de los tratamientos térmicos fueron preparadas metalográficamente y observadas en microscopio de platina invertida para observar las fases producidas tras los tratamientos. Estas muestras fueron fotografiadas a 200, 500, 750 y 1000 aumentos.

#### 3.7.1 Cuantificación de fases.

Para conocer la proporción de fases obtenidas durante el tratamiento térmico se utilizó el software Image-Pro Plus v.6.0.0.260 para Windows/WP 1993-2006. La cuantificación se hizo tomando distintas zonas de la micrografía a 50 aumentos y utilizando el cuantificador del software. Se optó por utilizar las micrografías a 50 aumentos ya que a mayores no se aprecia la microestructura completa y solo cuantificaríamos secciones pequeñas del material, mientras que a menores aumentos es muy difícil distinguir las fases presentes como laminas, como la perlita.

### 3.8 Microscopía electrónica de barrido

Para discernir las fases obtenidas en los tratamientos térmicos se prepararon las muestras metalográficamente y se analizaron usando MEB. A través de este tipo de análisis es posible discernir con certeza entre martensita y bainita ya que a aumentos mayores a 750x es posible observar las diferencias morfológicas entre estas dos fases.

Adicionalmente, se analizaron de esta forma las fracturas obtenidas tras los ensayos de tensión con el fin de observar el tipo de fractura y el daño que provoca el hidrógeno en forma de grietas microscópicas.

### 3.9 Resistencia a la penetración

Para esta prueba, todas las 54 muestras tratadas térmicamente fueron desbastadas y pulidas "a espejo" con el fin de garantizar que la medición de dureza no se viera influenciada por irregularidades de la superficie.

Para la muestra de llegada, así como para la normalizada y las debilitadas por hidrógeno, se utilizó la escala Rockwell B, para esta escala, se usa un indentador esférico de 1/16" y una carga de 100 Kgf. Las muestras tratadas térmicamente se midieron usando la escala Rowckwell C. Para la escala HRC se usa un indentador con punta de diamante de 120° y una carga de 150 Kgf.

### 3.10 Ensayo de tracción

Para este ensayo se maquinaron 6 probetas de acero AISI/SAE 1018 por cada temperatura probada, 3 para servir como referencia y 3 para ser fragilizadas con hidrógeno. Se fabricaron siguiendo la norma ASTM A370/ASME SA-370 "Métodos y definiciones estándar para ensayos mecánicos en productos de acero" para muestras "subsize" para láminas. Las dimensiones de estas se especifican en la figura 9.

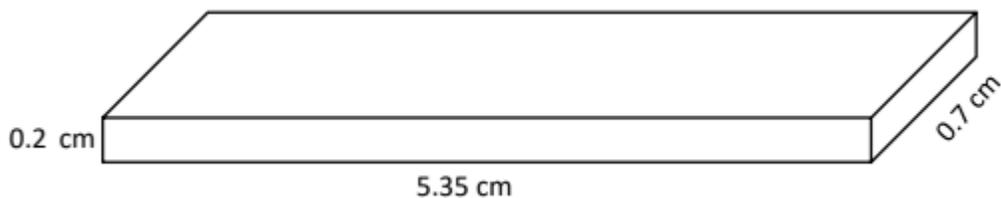


Figura 9. Dimensiones de la probeta de tensión utilizada siguiendo la norma ASTM A370/ASME SA-370

Estos ensayos se llevaron a cabo en una máquina de tracción marca Instron modelo 4206. La velocidad de deformación utilizada fue de 5 mm/minuto.

### 3.11 Fractografía.

Tras fracturar las probetas de tensión se fotografiaron utilizando MEB con el fin de obtener imágenes de las fracturas que indiquen el tipo y el origen de las mismas, así como información respecto al mecanismo asociado a la fractura.

## 4. Resultados y su interpretación

---

### 4.1 Caracterización de la microestructura inicial.

En la figura 10. A y B, se observan las microestructuras obtenidas de la barra del acero AISI/SAE 1018 en condición de llegada. Las fases presentes son ferrita y carburo de hierro en forma de perlita. La ferrita encontrada tiene forma de granos alargados y deformados. Estas características indican que la barra fue deformada en frío.

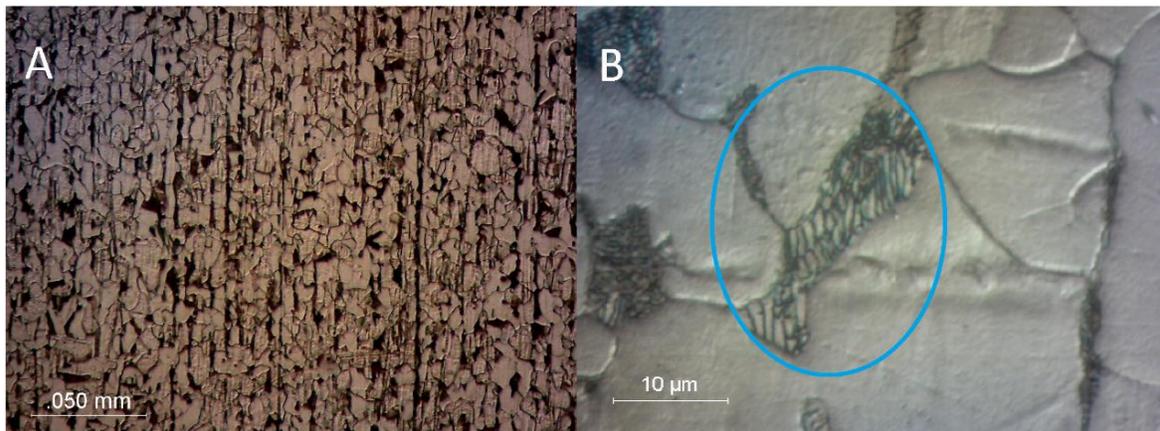


Figura 10. Micrografía del acero AISI/SAE 1018 en condición de llegada atacada con Nital-3 tomada con el ocular de 50x. A. Microestructura ferrítica-perlítica deformada. B. Detalle de la microestructura donde se aprecia la perlita dentro del círculo azul tomado con el ocular de 100x.

### 4.2 Normalizado

El proceso de normalizado se llevó a cabo a 915 °C durante 6 horas. La temperatura se seleccionó siguiendo las recomendaciones de la ASM (ASM Handbook, 2013). Esta temperatura se encuentra muy por encima de la temperatura crítica  $A_3$  (821.24 °C) calculada a partir de las concentraciones de elementos aleantes usando la ecuación de Andrews.

Este tratamiento provoca que la barra tratada adquiera una estructura completamente de austenita ( $\gamma$ ).

En la Figura 11 se muestra la microestructura obtenida tras el normalizado. Se observa una microestructura compuesta por las mismas fases (ferrita y perlita), pero con una distribución diferente a la mostrada en la Figura 10.

La perlita del acero adquirió una nueva distribución, de estar alineada a estar distribuida de manera dispersa en toda la muestra, sin embargo, conservó el espacio interlaminar original (Figuras 10 y 11). El grano de ferrita se observa menos deformado y con tendencia a morfologías equiaxiales. Esta nueva estructura es más homogénea y puede favorecer transformaciones (Askeland, 1998), sin embargo, aún se observan rastros de la deformación en la ferrita. Eliminar estos rastros y generar una estructura como la del equilibrio requeriría un tratamiento más largo que podría traer consigo una descarburización.

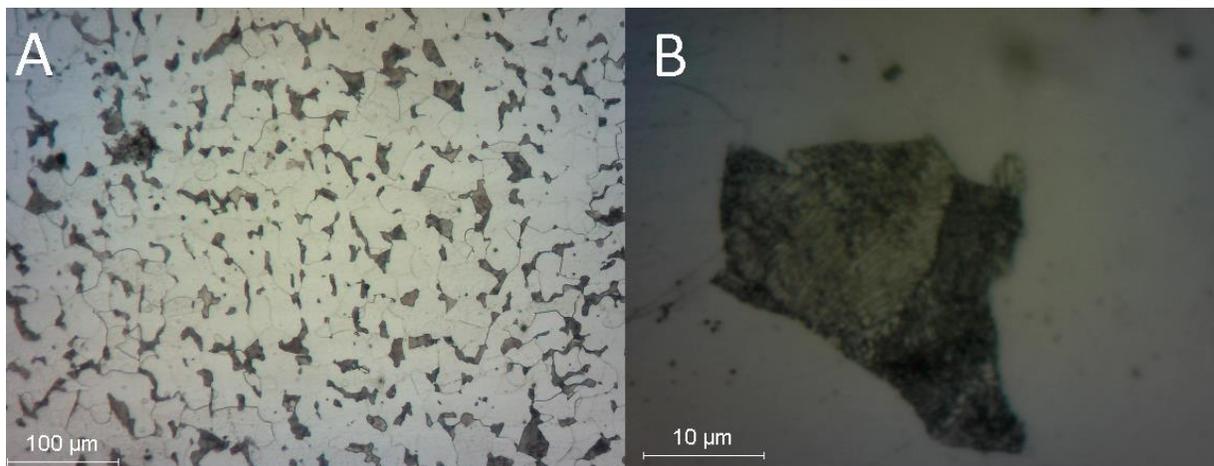


Figura 11. Micrografías del acero AISI/SAE 1018 tomada a 50x. A. Después de ser normalizada, atacada con Nital-3. B) Detalle donde se observa la nueva distribución de la perlita 100x.

La dureza en una muestra de acero hipoeutectoide está relacionada primero con la concentración de carbono, después con la morfología y

distribución de la perlita. Al normalizar, se relaja la estructura y se engrosan las láminas de la perlita (Figura 11), provocando que disminuya su dureza. Además, la homogenización de la muestra hace que las mediciones se encuentran menos dispersas, dando una desviación estándar ( $\sigma$ ) menor (Tabla 6).

Tabla 6. Mediciones de dureza para la barra de acero AISI/SAE con microestructura de llegada y normalizada.

<b>Pieza</b>	<b>Dureza promedio [HRA]</b>	<b>Desviación estándar (<math>\sigma</math>) [n=3]</b>
Llegada	55.65	1.90
Normalizada	49.43	0.75

### 4.3 Curvas de enfriamiento

A continuación se presentan las curvas de enfriamiento para ambos medios de temple (Figura 12). En esta figura podemos observar que ambas curvas alcanzaron la temperatura del medio en cinco segundos tras el temple. Sin embargo, ambas curvas siguen trayectorias diferentes. Durante los primeros segundos del temple la mezcla de SDS extrae más calor que el agua, dando lugar a que las transformaciones ocurran antes y permite la producción una microestructura más dura y resistente.

El SDS es un anfífilo que provoca una disminución en la tensión superficial del medio. Al introducir una muestra a alta temperatura se evapora el agua, formando una burbuja alrededor de la muestra que limita la transferencia de calor de la muestra al medio, a este fenómeno se le conoce como efecto Liedenfrost.

Al disminuir la tensión superficial del medio, la burbuja es más pequeña, mejorando la transferencia de calor. Además, en disolución acuosa el SDS se disocia formando sus entidades iónicas, dodecil sulfato y iones sodio. Estas entidades iónicas provocan que el agua tenga un punto de ebullición más alto que el agua sin SDS, ya que interactúan con el momento dipolar de la molécula de agua, retrasando el efecto Liedenfrost. Todas estas propiedades hacen que el medio sea más severo en comparación con el agua durante los primeros 1.5 s de temple.

En el temple con agua se comporta como un temple tradicional. Se observa que tras transcurrir la etapa de extracción de calor por capa de vapor, el temple en agua fue más severo que el temple en la mezcla de SDS. Durante la etapa de extracción de calor por convección ambos métodos de temple se comportaron de manera análoga.

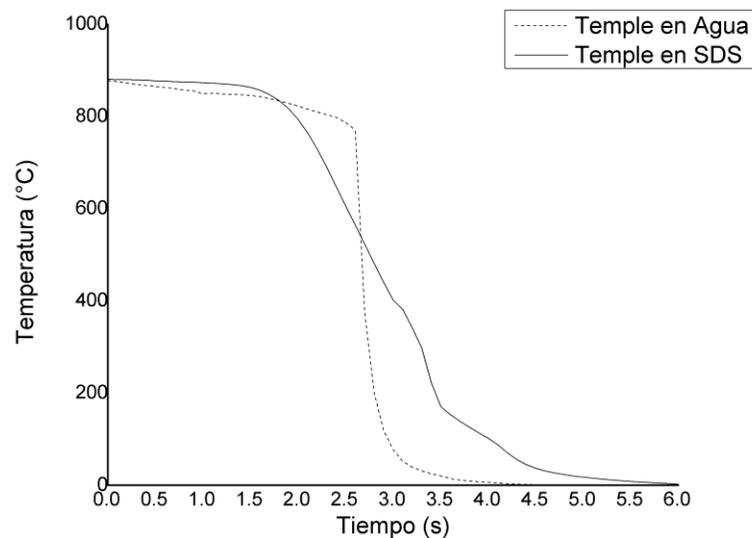


Figura 12. Curvas de enfriamiento obtenidas con el acero 306-l para los medios de temple probados.

#### 4.4 Microestructuras obtenidas tras los tratamientos intercríticos

Tras los tratamientos intercríticos de las muestras, se prepararon metalográficamente y se obtuvieron una serie de micrografías. En la figura 13 se presentan las micrografías obtenidas tras los tratamientos hechos a 800 °C y distintos tiempos. Es notoria la diferencia de microestructuras obtenidas. A menor tiempo, podemos observar una mayor proporción de fase  $\alpha'$  que proviene de la fase  $\gamma$  proeutectoide, mientras que a tiempos más largos vemos que se favorece la migración de carbono hacia fase  $\gamma$ , haciendo que a pesar del temple, la microestructura obtenida sea parecida a la normalizada.

Cuando se calienta una muestra de acero hipoeutectoide hasta la temperatura crítica  $A_1$ , la perlita comienza a transformarse en austenita. En este punto, la microestructura será de ferrita ( $\alpha$ ) y austenita ( $\gamma$ ), que se alcanza a través de un mecanismo difusivo. El carbono presente en la cementita de la perlita migra hacia la fase  $\alpha$  mientras que el aumento de temperatura provoca el reacomodo de átomos de su estructura FCC a una BCC, dando lugar a una  $\gamma$  proeutectoide.

Si se sigue aumentando la temperatura, ahora la fase  $\alpha$  comenzará a transformarse en fase  $\gamma$ . La línea crítica  $A_2$  describe la proporción en que se llevará a cabo esta transformación que también está mediada por la difusión de los átomos de carbono. En este punto, existen simultáneamente dos fases  $\gamma$ , una que proviene de la perlita, más rica en carbono, y una que proviene de fases  $\alpha$ . A medida que se aumenta el tiempo de tratamiento, se permite la migración de carbono, haciendo una sola  $\gamma$  con concentración de carbono homogénea.

Durante el tratamiento intercrítico realizado, los tiempos cortos no permiten la formación de una fase  $\gamma$  homogénea, es decir, que se temple cuando aún existe en la microestructura una  $\gamma$  con aproximadamente

0.8% de carbono (concentración eutectoide) y ferrita, lo que da lugar a una fase  $\alpha'$  de mucho mayor dureza que aquella que provenga de una fase  $\gamma$  al equilibrio, donde la concentración promedio de carbono será de 0.22%. Entonces se explica porque a medida que aumenta el tiempo de tratamiento, se obtiene un acero menos duro que a tiempos cortos.

En la muestra tratada durante 15 minutos (Fig. 13-A), podemos observar dos fases, una oscura y una blanca. Por el tratamiento dado, sabemos que la fase blanca se trata de fase  $\alpha$  mientras que no es posible dilucidar a que microestructura corresponde la fase oscura a través de la micrografía, para hacerlo, utilizamos MEB. En la imagen de la muestra obtenida a través de MEB podemos distinguir agujas afiladas dentro de la fase oscura, por lo que se trata de una mezcla de bainita inferior con martensita.

La morfología de la ferrita es variada, ya que se observan regiones menos afectadas por el tratamiento térmico donde los granos conservan una forma alotriomórfica, esta morfología de fase  $\alpha$  produce un incremento de dureza y resistencia ya que los planos de deslizamiento se encuentran encontrados en los límites de grano con los planos del siguiente grano. Mientras que la ferrita localizada entre las láminas de la mezcla de bainita-martensita adquieren formas menos regulares y más afiladas.

Al tratar la muestra durante 10 minutos (figura 13. C), se observa que la microestructura obtenida está constituida con las mismas fases que en la muestra tratada durante 15 minutos, una fase blanca que corresponde a la fase  $\alpha$ , y la segunda fase, más opaca, se trata de una formación compacta de láminas de carburo de hierro, que pueden atribuirse a la presencia una mezcla de martensita y bainita superior.

La ferrita formada durante este tratamiento también tiene distintas morfologías, en las zonas más cercanas a donde ocurre la transformación

$\gamma \rightarrow \alpha'$  se observa  $\alpha$  alargada y con bordes afilados mientras que en las zonas distantes a la transformación se notan más equiaxiales.

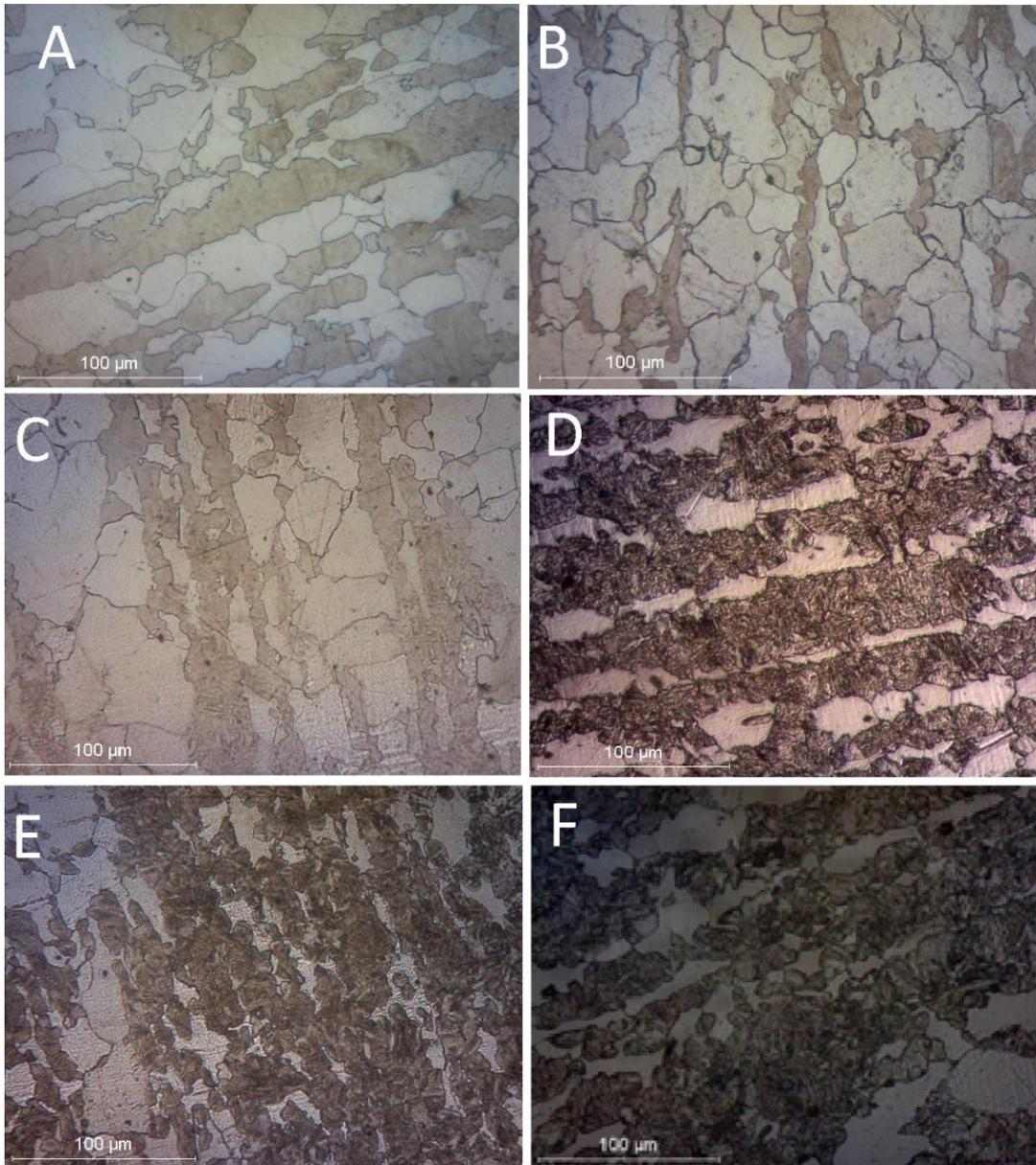


Figura 13. Resultados de las micrografías obtenidas de los tratamientos hechos a 800 °C atacadas con Nital-3 A) Muestra tratada a 15 minutos templada en agua. B) Muestra tratada a 15 minutos templada en agua con SDS. C) 10 minutos, temple en agua. D) 10 minutos, temple en agua con SDS. E) 5 minutos, temple en agua. F) 5 minutos temple en agua con SDS. Todas las micrografías fueron tomadas con el ocular de 50x.

La última muestra templada en agua, tratada a 800 °C (figura 13-E) es la que recibió calentamiento durante 5 minutos. Esta muestra produjo una micrografía muy particular donde se alcanzan a distinguir láminas afiladas en la fase opaca. La fase blanca es ferrita, que en este tratamiento adquirió una morfología afilada que podría tratarse de ferrita de placas intergranulares.

Además de haberse analizado las micrografías utilizando análisis metalográfico con microscopía óptica, se fotografiaron utilizando MEB. Estos resultados se presentan en la figura 14. En la muestra tratada durante 15 minutos (Figura 14. B y C) puede observarse una microestructura compuesta por dos fases. Una de color blanco que es ferrita y una fase más opaca. En esta microestructura se notan ferritas con morfología menos acicular que en su contraparte templada en agua. Sin embargo, aún se observan ambas fases alineadas, lo cual puede atribuirse al trabajado mecánico previo y que no fue eliminado durante el normalizado.

Durante el tratamiento de 10 minutos las diferencias entre las muestras templadas en SDS y las templadas en agua se acentuaron (Figura 14.D y E). Para el caso de la muestra templada en SDS, se observa que se presentan dos fases, una de color blanco, que corresponde a ferrita y una segunda con bordes afilados que pueden ser agujas de Bainita o martensita. Esta segunda fase formada se distingue de la formada durante el temple en agua en que hay un mayor número de estructuras afiladas.

El tratamiento a 5 minutos y temple con SDS (Figura 14. G) produjo una microestructura parecida a la obtenida a 10 minutos con el mismo temple, sin embargo, la proporción de fase opaca es mucho mayor que en los otros tratamientos. La ferrita presente tiene morfologías afiladas y distorsionadas por la transformación de la  $\alpha'$ .

Al analizar las imágenes obtenidas a través de MEB para la muestra tratada durante 5 minutos y temple en agua (Figura 15) se observa que el conglomerado de láminas dentro de la fase opaca se trata de una mezcla de fases. Las imágenes, junto con el cambio de propiedades mecánicas (presentadas más adelante), sugieren que se trata de una fase compuesta de una mezcla por  $\alpha'$  y bainita inferior. La proporción en que estas fases están presentes y cambian con la temperatura y tiempo de tratamiento es difícil de dilucidar ya que se trata de microestructuras parecidas.

Para observar el efecto que tiene la temperatura de tratamiento y distinguir las fases presentes, se analizaron las muestras obtenidas a 720 °C, 760 °C y 800 °C y tratadas durante 5 minutos mediante MEB. Estas imágenes se presentan en la figura 15. La proporción en que las fases se encuentran es difícil de dilucidar ya que la martensita y la bainita superior tienen morfologías similares. En la figura 14 se presentan los resultados obtenidos del análisis con MEB donde la  $\alpha$  se observa como una fase de color gris y de textura lisa.

Las muestras templadas utilizando la mezcla de SDS y agua tienen microestructuras diferentes a las observadas en las muestras templadas en agua. A medida que se aumentó la temperatura de tratamiento la proporción de ferrita disminuye mientras que la de la mezcla de Martensita y Bainita aumenta, esto ocurre en ambos medios de temple. Estos cambios microestructurales se ven reflejados en las propiedades mecánicas del material discutidas en otra sección (véase en resultados, el apartado para propiedades mecánicas) y fueron cuantificados utilizando un analizador de imágenes (véase en resultados, el apartado para la cuantificación de fases).

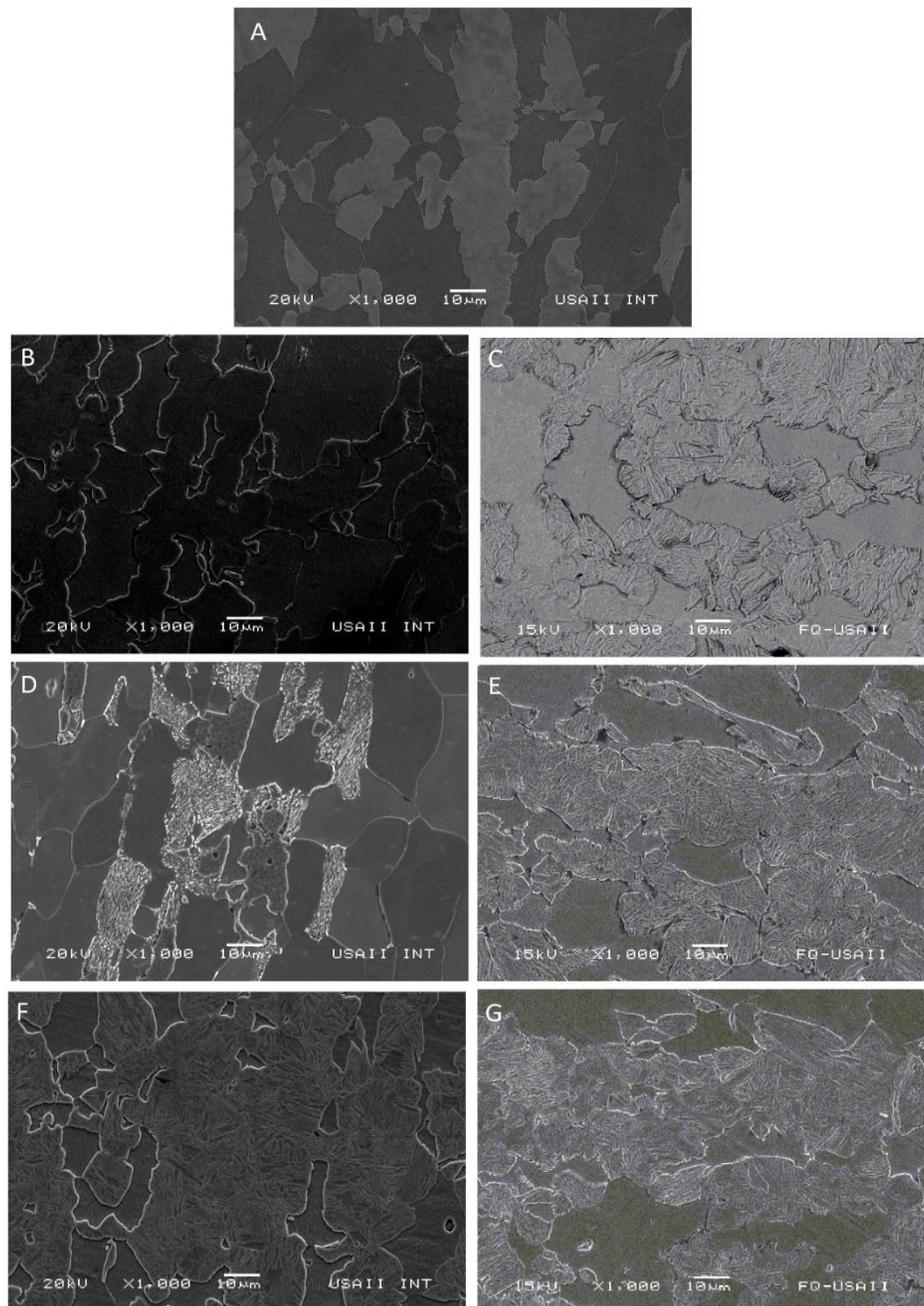


Figura 14. Micrografías obtenidas mediante MEB para las muestras tratadas a 800 °C durante 5, 10 y 15 minutos en los dos medios de temple. A) Muestra normalizada. B) Tratamiento 15 minutos y templada en agua. C) 15 minutos, temple en mezcla de agua con SDS. D) 10 minutos temple en agua. E) 10 Minutos, temple en agua con SDS. F) 5 minutos temple en agua. G) 5 minutos y temple en agua con SDS.

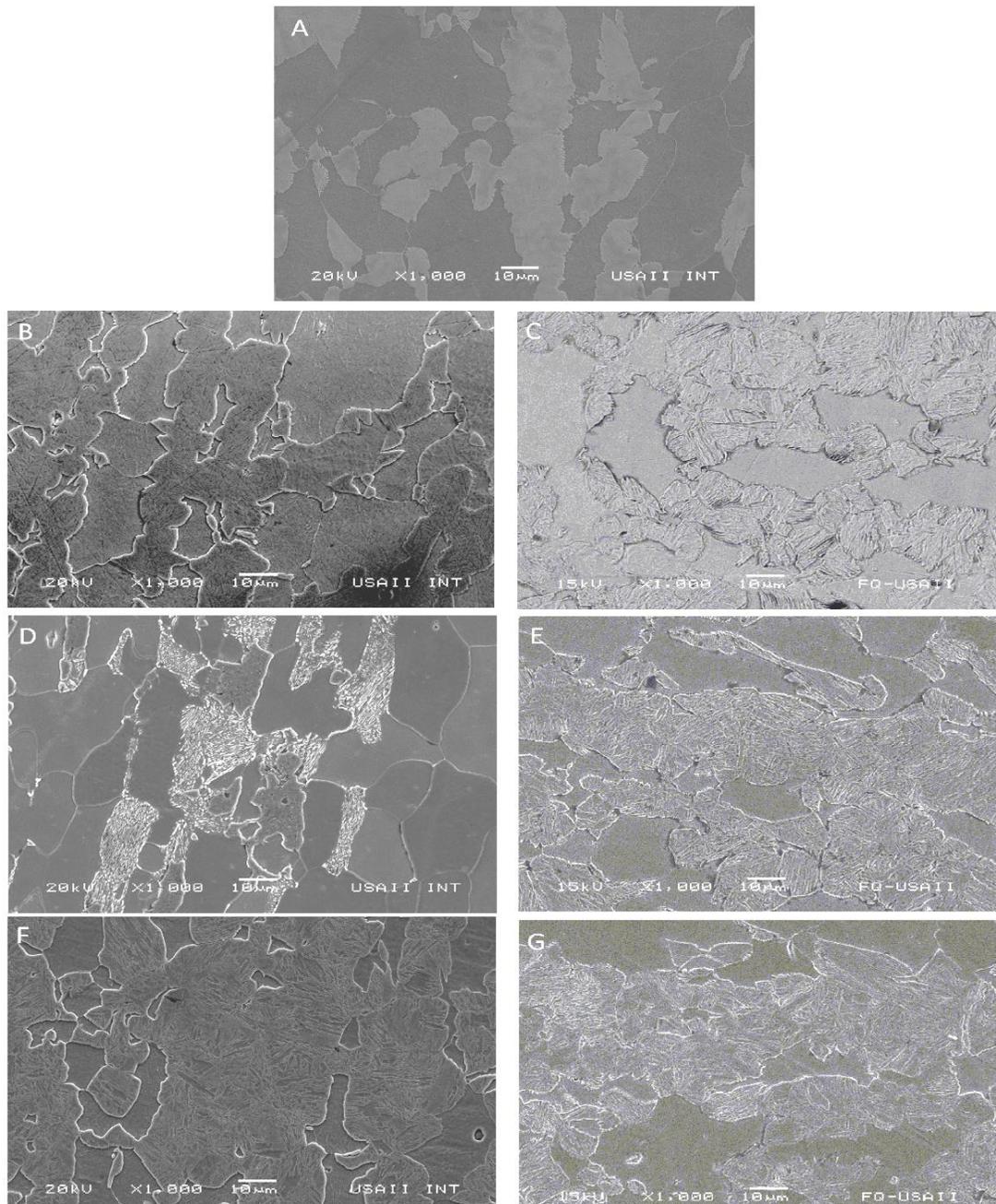


Figura 15. Imágenes de MEB, muestras tratadas durante 5 minutos. A. Muestra normalizada. B. Muestra tratada a 720 °C y temple en agua. C. 720 °C Temple en mezcla de agua con SDS. D. 760 °C y temple en agua. E. 760 °C y temple en mezcla SDS. F. 800 °C y temple en agua. G. 800 °C Temple en mezcla SDS.

En la figura 16 se presenta una zona de la muestra tratada a 800 °C, durante 5 minutos y templada en SDS donde encerrado en un círculo rojo se señala una zona donde la microestructura está compuesta principalmente por martensita. Es notoria y distinguible de la bainita por su microestructura característica pero solo a mayores aumentos de los alcanzados por técnicas de microscopía óptica. Igualmente se puede observar que la fase está compuesta por una mezcla de microestructuras, bainita y martensita.

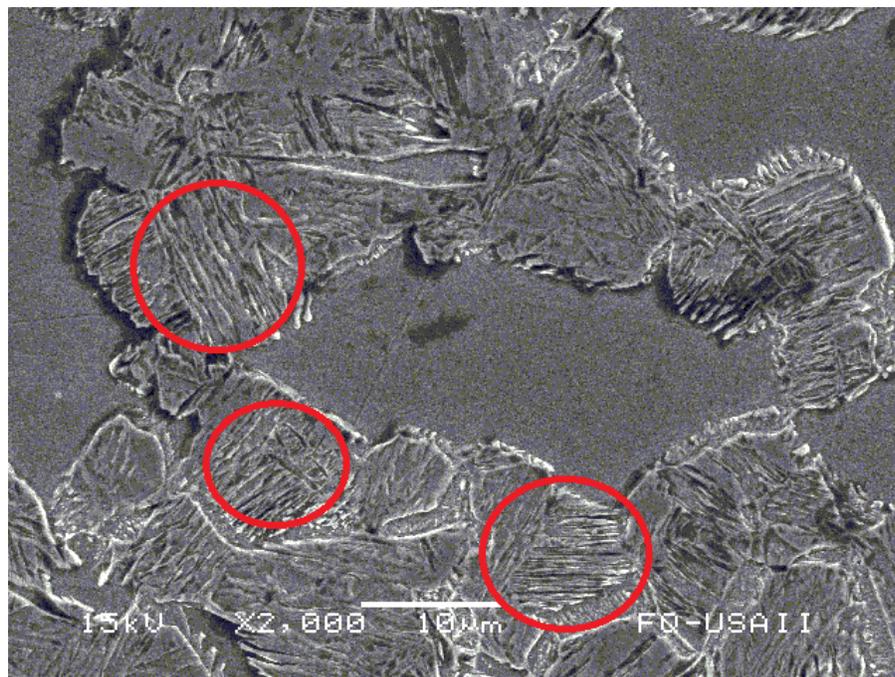


Figura 16. Imagen de MEB para la muestra tratada a 800 °C y templada en SDS. En rojo se señalan algunas zonas martensíticas.

#### 4.5 Cuantificación de fases

Se analizaron todas las muestras utilizando el programa Imagen-Pro Plus v.6.0.0.260 en 5 micrografías a 50 aumentos para cada tratamiento. El software reconoce el número de píxeles asociados a un color y los compara con el número de píxeles totales, dando una un aproximado de la proporción de fases obtenidas a través de los tratamientos térmicos y los medios de temple. Para este análisis solo se logró medir la proporción de píxeles correspondientes a la fase ferrita, que presentan un color más homogéneo, mientras que, para la fase compuesta por láminas de carburo de hierro, no fue posible ya que el software no logra distinguir las láminas entre sí, provocando errores en la determinación. Estos mismos errores se minimizan al cuantificar ferrita ya que el borde de grano ayuda a distinguir una fase de otra.

Se analizaron tres micrografías para cada condición de tiempo, temperatura y medio de temple con el fin de poder generar una desviación estándar para las proporciones de fases y su margen de error que se reporta en la figura 17 y en la tabla 7.

Tabla 7: Proporción media de ferrita aproximada encontrada en cada una de las muestras junto con sus desviaciones estándar utilizando el analizador de imagen Image-Pro Plus.

<b>Medio de temple</b>	<b>Agua</b>			<b>Agua con SDS</b>		
	Tiempo de tratamiento (minutos)			Tiempo de tratamiento (Minutos)		
Temperatura de tratamiento	5	10	15	5	10	15
720°C	66.7±7.4	10.2±8.9	73.3±5.2	64.4±10.6	70.0±8.3	71.3±4.7
760°C	50.4±12.9	53.4±7.3	54.5±7.7	48.8±8.2	53.6±3.7	53.9±4.8
800°C	22.2±8.0	27.2±17.3	32.0±1.6	22.0±6.3	27.0±10.1	28.2±3.4

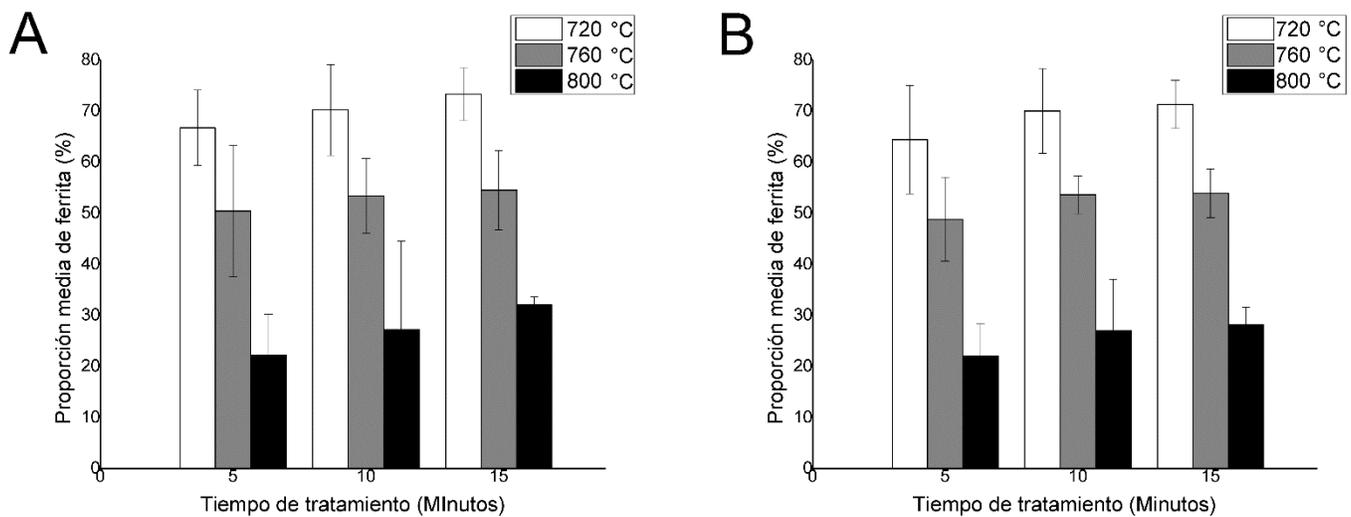


Figura 17. Proporción media de ferrita aproximada encontrada en cada una de las muestras utilizando el analizador de imagen Image-Pro Plus. A) Muestras templadas en agua. B) Muestras templadas en la mezcla de agua con SDS.

Al observar los resultados de la cuantificación se observa que el método utilizado no es confiable ya que la desviación estándar es tan grande que no permite observar ninguna diferencia entre las temperaturas de tratamiento. Por ejemplo, al comparar los resultados obtenidos a 720 °C con los de 760 °C durante cinco minutos y templados en agua, se observa que el error hace que los resultados se traslapen, dando a entender que las proporciones medias de ferrita obtenidas con el tratamiento son iguales, independientemente de la temperatura de tratamiento.

Lo anterior es un resultado incongruente con los obtenidos de dureza y los ensayos de tensión, presentados más adelante, ya que si las muestras tuvieran la misma proporción de ferrita, no deberían observarse cambios drásticos en sus propiedades mecánicas. De manera análoga, se pueden observar estas incongruencias al comparar las demás temperaturas incluso dentro del mismo medio de temple.

A pesar de haberse observado que el método no es lo bastante sensible como para observar la diferencia en cuanto a la cantidad de ferrita, se puede notar la clara influencia de la temperatura de tratamiento. Al aumentar la temperatura, se observa una menor proporción de ferrita. Dando una buena explicación a las propiedades mecánicas observadas.

#### 4.6 Condiciones de fragilización

Una vez obtenida la curva de polarización catódica se puede reconocer las zonas en las que el régimen de control sea mixto y con una tendencia al régimen de control por activación.

Para producir la máxima cantidad de hidrógeno, se buscó trabajar a una densidad de corriente igual a  $1.9 \text{ A/cm}^2$  y estar dentro del valor límite, manteniendo el régimen mixto que tienda a un control difusional y alejándonos del régimen de control por activación. Para distinguir los regímenes de control que operan en cada segmento de la curva de polarización se determinó la pendiente en cada punto de curva y se graficó contra el cambio de potencial.

La zona donde la pendiente tiende a cero es la zona controlada por el régimen de control de transferencia de carga, mientras que la zona donde los valores de la pendiente tienden a un valor de  $-0.13$  corresponde al régimen de control por transferencia de masa y nos señala la tendencia hacia la intensidad de corriente límite. El régimen de control mixto se observa en la zona que va de  $0.1 \text{ A/cm}^2$  a  $3.16 \text{ A/cm}^2$ .

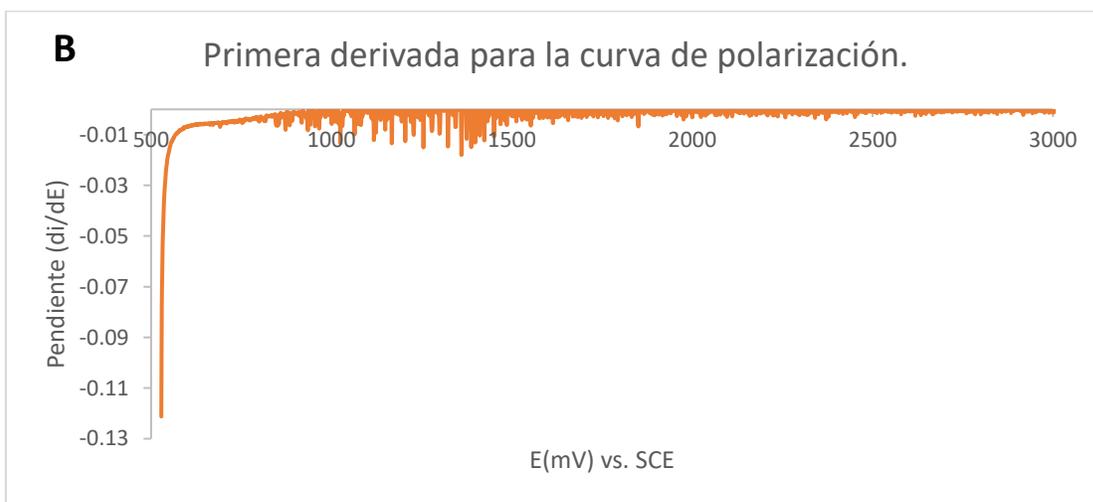
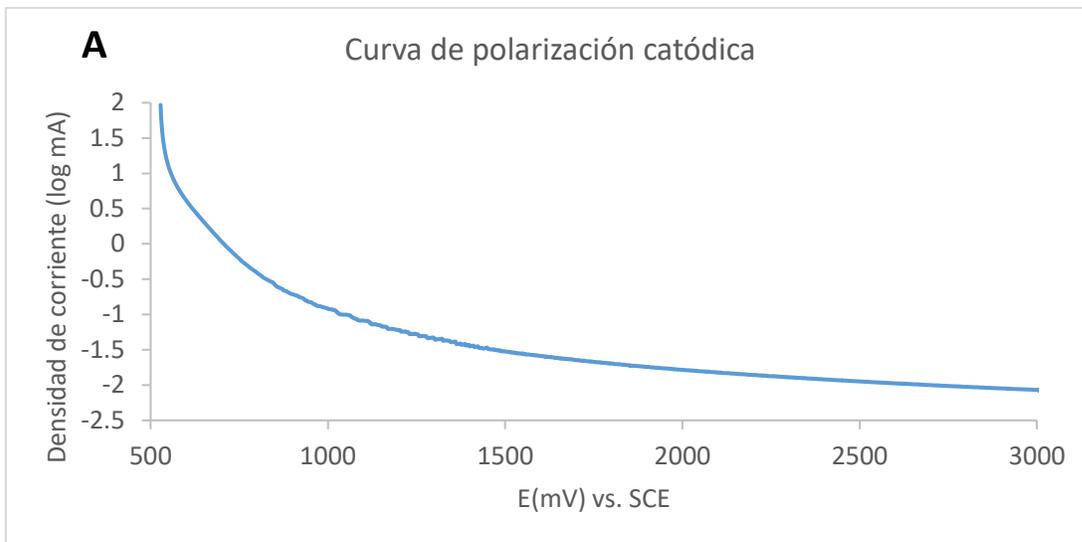


Figura 18. A. Curva de polarización catódica obtenida con electrolito soporte de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.1 M con ánodo de acero inoxidable 316-L y cátodo de acero 1018. B. Primera derivada de la curva de polarización graficada contra el cambio de potencial.

Para determinar el tiempo idóneo de cargado de hidrógeno se utilizaron monedas de acero AISI/SAE 1018 normalizadas. Su área de contacto con la disolución era igual a  $13.33 \text{ cm}^2$ , por lo que la intensidad de corriente utilizada fue de 1.058 A y la celda empleada estuvo constituida de la misma manera que la usada en el cargado. De este tratamiento se obtuvo que el tiempo en el cual el hidrógeno permea y se observa el efecto en

sus propiedades mecánicas es a partir de 20 minutos y se hace más notorio a medida que pasa el tiempo. Se empleó un tiempo de 120 minutos con el fin de observar el mayor efecto.

En la figura 19 se presenta una micrografía de las muestras sometidas a las condiciones de fragilización antes mencionadas donde se observan las ampollas (Blisters en inglés) (Dong, Liu, & Cheng, 2009) formadas en la superficie del acero tras la exposición a la celda. Estas se producen cuando dentro de la estructura del metal, cerca de la superficie del metal, se acumulan los átomos de hidrógeno. Estos átomos nuclean y forman moléculas de hidrógeno ( $H_2$ ) en estado gaseoso. A medida que aumenta el número de átomos de hidrógeno, se forma una burbuja dentro de la red cristalina que desplaza los átomos del metal. Eventualmente esta burbuja llega a la superficie y es desorbida, dejando atrás una ampolla (Lynch, 2012).

El tamaño de las ampollas y la cantidad de estas parece ser independiente al tiempo de exposición, ya que se observaron iguales durante todo el lapso probado. Para eliminar el efecto que estas pudieran tener en la dureza de las muestras, se eliminaron desbastando y puliendo la superficie antes de realizar la medición.

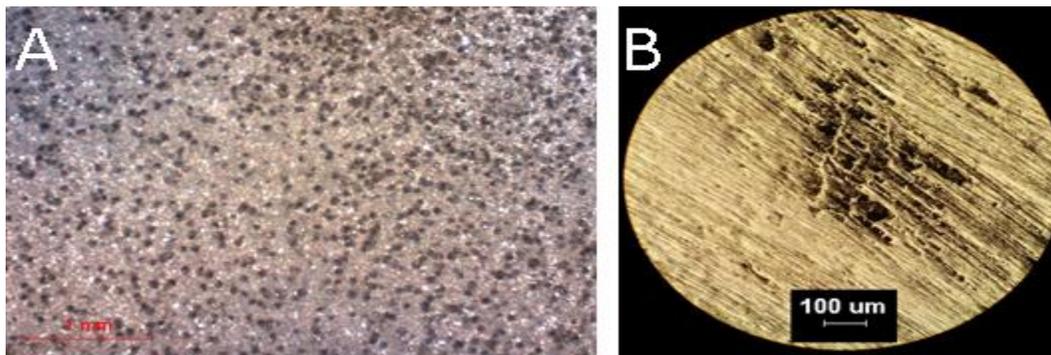


Figura 19. Micrografías donde se muestran las ampollas formadas durante la exposición a la celda electroquímica a distintos aumentos. A. Fotografía de las ampollas a 20x y B. Fotografía de las ampollas a 100x.

## 4.7 Propiedades mecánicas

A continuación se presentan los resultados de los ensayos de determinación de la resistencia a la penetración, los ensayos de tensión y su análisis.

### 4.7.1 Resistencia a la penetración

En la tabla 8 se encuentran los resultados de las mediciones de resistencia a la penetración para los distintos tratamientos térmicos separados por medio de temple. En esta tabla se puede observar que a medida que aumentó la temperatura de tratamiento, aumentó la dureza, este aumento llega a ser de hasta un 8.47% mayor con respecto a las muestras tratadas a 720 °C, mientras que el aumento alcanzó un 20% con respecto a las muestras normalizadas. También se puede observar que a medida que disminuye el tiempo de tratamiento, aumenta la dureza, este aumento representa un 5% de mayor dureza con el cambio de temperatura.

El incremento de propiedades mecánicas se atribuye al incremento de la fase compuesta por Martensita y Bainita. Igualmente, se puede observar un incremento en la desviación estándar de las mediciones a medida que disminuye el tiempo de tratamiento, esto es debido a la homogeneidad de la concentración de carbono dentro de la austenita, que da lugar a estructuras regulares a la hora de templar.

Tabla 8: Resultados de dureza para los tratamientos térmicos.

<b>Temperatura de tratamiento (°C)</b>	<b>Tiempo de tratamiento (minutos)</b>	<b>Dureza promedio Temple en Agua (HRA)</b>	<b>Dureza promedio. Temple en Agua con SDS (HRA)</b>
720	5	62.0± 4.5	63.0± 4.9
	10	60.5± 2.2	61.0± 3.5
	15	59.0± 1.1	59.7± 1.4
760	5	62.8± 2.9	65.0± 2.5
	10	62.2± 0.7	63.0± 1.9
	15	61.0± 1.6	62.5± 2.4
800	5	66.3± 3.5	67.9± 4.2
	10	65.8± 1.6	66.3± 2.1
	15	63.8± 2.6	65.7± 3.6

Al comparar medios de temple (Figura 20) podemos observar una mayor resistencia a la penetración en las muestras templadas en SDS, este aumento representa un 5% de las durezas obtenidas con un temple en agua. Esto se debe a que la mezcla pasa de una etapa de extracción de calor por capa de burbuja a una por turbulencia antes que el medio compuesto solo por agua, dando lugar a una extracción de calor más rápida, que se refleja en la formación de más Martensita-Bainita.

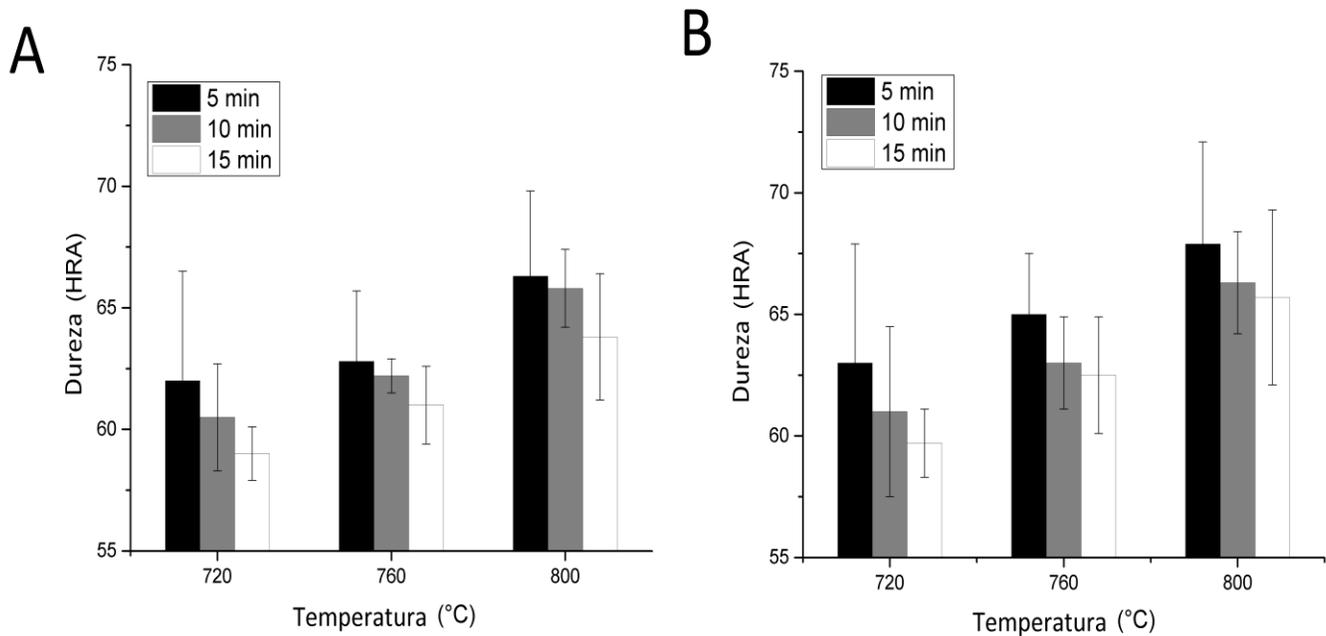


Figura 20. Dureza en función del tiempo de tratamiento térmico y medio de temple. A. Muestras templadas en agua y B. Muestras templadas en mezcla de SDS con agua a 2 °C.

Debido a que el medio de temple compuesto por agua y SDS produjo una mayor dureza, se seleccionó para ser fragilizado por hidrógeno. Las mediciones de dureza para las muestras tratadas y fragilizadas se encuentran en la figura 21. Se observa que las muestras fragilizadas presentan menor dureza que sus contrapartes no fragilizadas. Esta disminución se debe a la presencia de hidrógeno dentro de la matriz del metal, que altera los enlaces del hierro cerca de la superficie y esto se ve reflejado en sus propiedades mecánicas. De debe recalcar que la resistencia a la penetración es reflejo de otras propiedades como la plasticidad y su ductilidad, permitiendo observar que el (DH) afecta en varios niveles las propiedades del sólido.

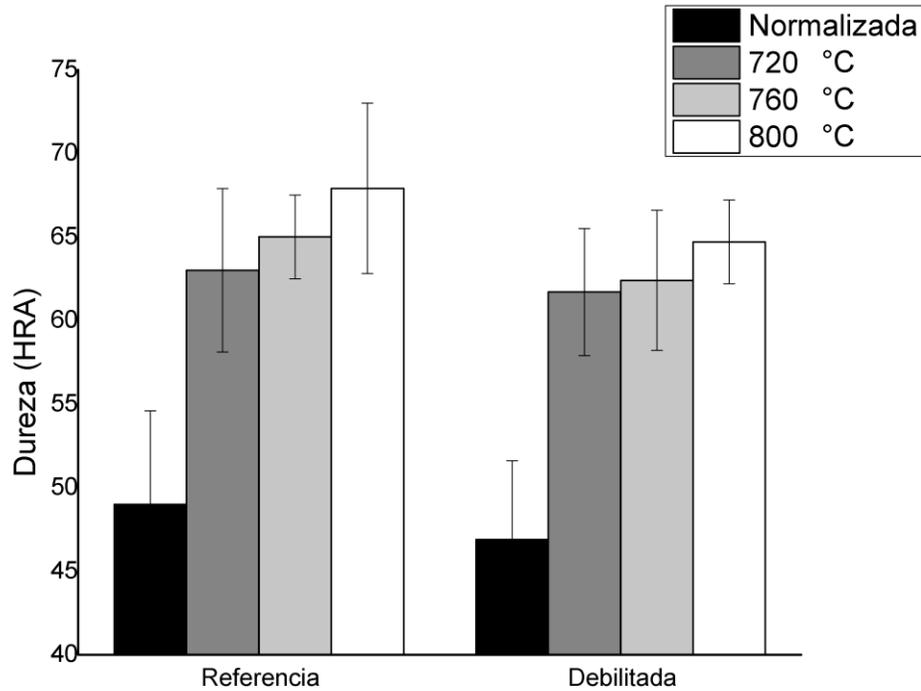


Figura 21. Dureza en función de la temperatura de tratamiento para las probetas de referencia y las debilitadas con hidrógeno.

#### 4.7.2 Ensayo de tensión

En la Figura 22 se muestran los resultados de los ensayos de tensión para las muestras tratadas y las fragilizadas. Lo primero que se observa es que a medida que aumentó la temperatura de tratamiento, la muestra se volvió más resistente y frágil. Esto se debe principalmente a la proporción de martensita presente en la muestra. Adicionalmente el módulo de Young cambia, siendo mayor a medida que aumenta la cantidad de martensita, esto quiere decir que al aumentar la proporción de esta fase el material se hace más rígido.

Con respecto a la pieza normalizada y en la tratada a 720 °C ocurre una deformación plástica que no se observa en las tratadas a 760 °C, 780 °C y 800 °C, mostrando como se pasa de una estructura dúctil a una frágil. Este cambio en el modo de fractura y en el comportamiento plástico se debe al cambio de microestructura.

Todos los cambios en propiedades mecánicas para los tratamientos térmicos con respecto a la muestra normalizada se observan gráficamente en la Figura 23. En esta figura se graficaron distintas propiedades en relación con la probeta que no recibió ningún tratamiento, es decir, se tomó el módulo de Young, la resistencia, el punto de fluencia y la deformación máxima de la probeta sin tratar como 100% de la propiedad y se relacionó con la misma propiedad, pero de las muestras tratadas térmicamente.

Tabla 9. Resultados de los ensayos de tensión.

<b>Tratamiento</b>		<b>Módulo de elasticidad promedio (GPa)</b>	<b>Punto de fluencia promedio (MPa)</b>	<b>Máxima resistencia a la tensión promedio (MPa)</b>
720 °C	Referencia	318.49	383.67	529.00
	Debilitada	122.73	350.63	528.66
760 °C	Referencia	828.00	553.00	691.00
	Debilitada	650.60	610.19	894.10
800 °C	Referencia	915.50	891.00	929.00
	Debilitada	897.41	395.76	630.33
Normalizada	Referencia	268.50	332.33	406.00
	Debilitada	217.13	283.47	335.86

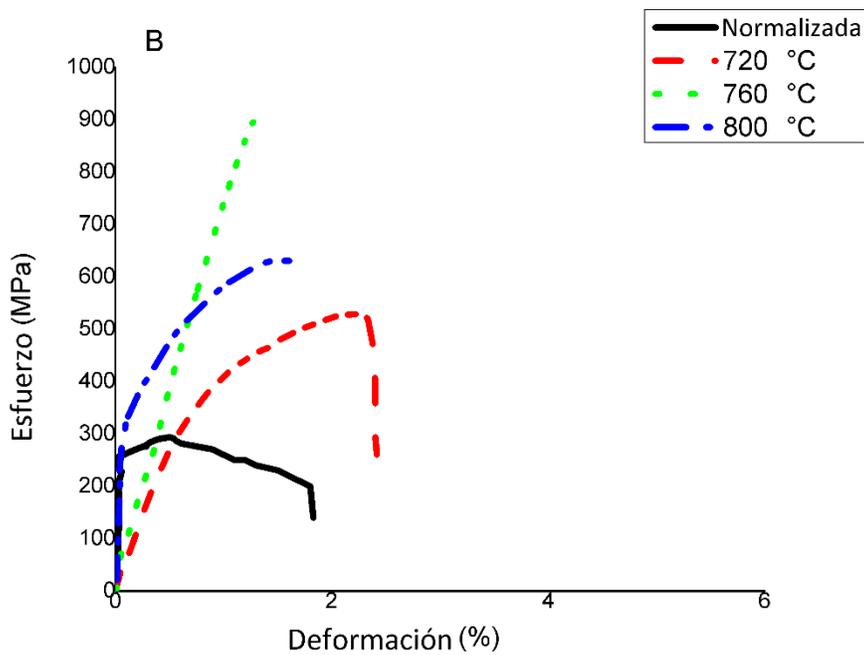
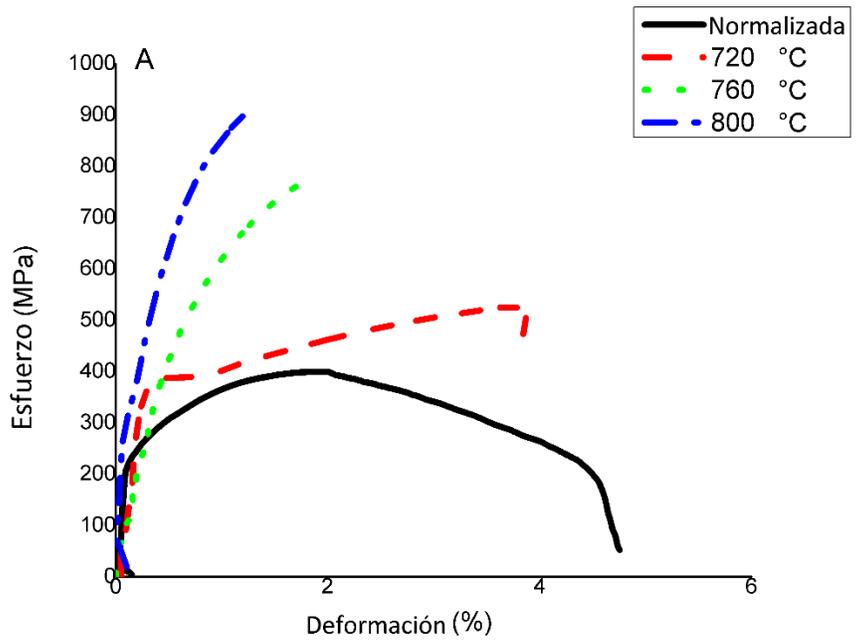


Figura 22. A. Ensayos de tensión para las muestras prístinas. B. Ensayos para las muestras debilitadas.

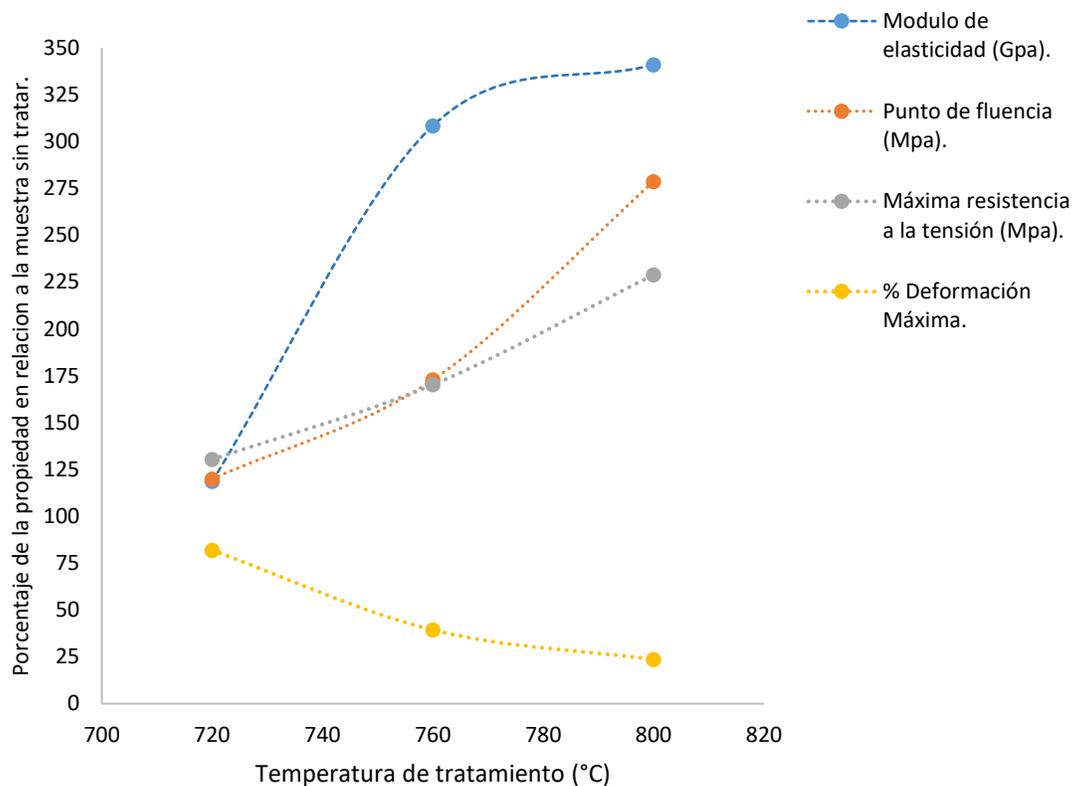


Figura 23. Relación de las propiedades mecánicas de las muestras tratadas térmicamente con la prístina.

Como se muestra la Figura 23, el módulo de elasticidad aumenta hasta en un 400% con respecto a la muestra sin tratar, mostrando un aumento significativo de rigidez. Caso análogo ocurre con el punto de fluencia y la máxima resistencia a la tensión, lográndose un aumento de 280% y 225% respectivamente.

Para el porcentaje de deformación máxima, el cambio fue al contrario, esto es, se pasa de una muestra elástica con una deformación máxima de 2.25% hasta un mínimo de 1%. Esto es evidencia del cambio de naturaleza dúctil de una estructura ferrita-perlita a una frágil compuesta por martensita-bainita-ferrita.

El aumento de resistencia, rigidez y punto de fluencia se relaciona directamente con el tratamiento, al temprar severamente el metal, los átomos intentan adoptar una posición de equilibrio, formando la martensita; al hacerlo, se producen en la estructura defectos puntuales y una distorsión de la red cristalina.

Los defectos puntuales y la distorsión de la red aumentan la resistencia por la asimetría de los enlaces del metal, haciendo que se requiera más energía para producir un desplazamiento de planos, una vez alcanzada esta energía, se mueven las dislocaciones hasta encontrarse y formar grietas, que provocan la disminución de ductilidad. Esto último se ve reflejado en el porcentaje de deformación máxima.

Al observar las curvas de tensión y la forma en que se fracturaron las muestras (Figura 22) se observa que existe un cambio de naturaleza dúctil del acero ferrítico a un comportamiento frágil compuesta por martensita. En la fractura de la pieza "Blanco" y la tratada a 720 °C se observa que se formaron deformaciones plásticas cercanas al borde donde se fracturó. Esta deformación tiene morfología de copa y es producto del deslizamiento de planos cristalinos.

En el caso de las fracturas para las piezas tratadas a 760 °C y 800 °C se observa una naturaleza más frágil. Da la impresión de que fueron arrancadas y esto se debe a que los planos de deslizamiento se encuentran tan tensionados que no permiten el movimiento de dislocaciones por la estructura, provocando grietas que se propagan fragilizando más la pieza finalizando en la fractura.

Estos resultados son la última confirmación de las transformaciones en estado sólido que ocurren con la temperatura en el acero.

Los ensayos de tensión para las probetas debilitadas se muestran en la Figura 22 B. En esta imagen se aprecia una pérdida de propiedades

mecánicas para las muestras normalizadas y tratadas térmicamente al compararlas con las muestras no fragilizadas.

Las muestras normalizadas y tratadas presentan una clara pérdida en su módulo de elasticidad, punto de fluencia, resistencia y en la deformación máxima, esta pérdida de propiedades puede desencadenar una falla.

De las muestras analizadas, solo la muestra tratada a 760 °C presentó un comportamiento diferente al de las demás muestras, presentó un aumento en su tensión de rotura (UTS por sus siglas en ingles). El aumento del UTS, no necesariamente conlleva un aumento de resistencia, ya que también ocurrió una disminución en el módulo de elasticidad y en su deformación máxima (Tabla 9).

El cambio en el módulo de Young se traduce como una pérdida de plasticidad. La deformación plástica se distingue de la elástica porque al dejar de aplicar el esfuerzo que la generó, el material regresa a su forma original. A nivel atómico, se dice que la deformación plástica se debe al juego que puede haber en los enlaces entre los átomos de hierro. Para que una deformación sea plástica, estos enlaces no deben romperse (Askeland, 1998). Al introducir hidrógeno en la muestra, el enlace hierro-hierro cambia, ya que este átomo tiene poca densidad electrónica y al estar rodeado de electrones del hierro, los atrae y los aleja del núcleo del hierro, haciendo al material menos plástico (Maier & Kaesche, 1989) (Wasim & Djukic, 2020).

#### 4.7.3 Índice de fragilización

Para determinar que muestra fue más sensible al daño por hidrógeno, se calculó un índice de fragilización por hidrógeno ( $I_{HE}$ ) definido por la ecuación (1).

$$I_{HE}(\%) = \frac{R_{REF} - R_{HE}}{R_{REF}} * 100 \quad (6)$$

Donde:

$R_{REF}$  simboliza el porcentaje de reducción de área de la muestra sin debilitar.

$R_{HE}$  el porcentaje de reducción de área de la muestra debilitada.

Este índice puede tomar valores de 0 a 100 donde el cero significaría que la muestra no presenta daño por hidrógeno, mientras que un 100 es un valor hipotético que querría decir que el material se comportó infinitamente dúctil. A medida que un material presenta un índice de debilitamiento por hidrógeno más alto, este será más sensible al daño. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 10.

Tabla. 10. Índice de debilitamiento por hidrógeno calculado.

Tratamiento:	Normalizada	720 °C	760 °C	800 °C
$I_{HE}$ (%)	19.27	9.07	11.17	30.48

De los datos mostrados en la tabla 10, se puede observar que la muestra más sensible a daño por hidrógeno fue la tratada a 800 °C, seguida de la muestra normalizada. Este comportamiento puede explicarse por la presencia de defectos en la estructura cristalina. En la muestra

normalizada, los límites de grano sirven como puntos de nucleación para el hidrógeno, dando lugar a una mayor sensibilidad que las muestras tratadas a 720 °C y 760 °C.

En la muestra tratada a 800 °C el daño fue mayor por la mayor proporción de martensita que contiene una mayor densidad de dislocaciones y estas a su vez favorecen la nucleación del hidrógeno.

#### 4.7.4 Fractografía

En la Figura 24 se presenta una muestra de las fracturas obtenidas para las muestras con y sin fragilización. En estas se observa claramente el daño que provocó el hidrógeno dentro de la estructura del acero ya que se pueden apreciar la formación de grietas y de "ojos de pez" (Figura 24 E), que son característicos de este tipo de daño y ocurren tras la acumulación de hidrógeno y su interacción con las dislocaciones durante el proceso de deformación (Robertson y otros, 2015).

Este análisis nos permite conocer más acerca del mecanismo que originó el daño por hidrógeno. En la Figura 24 A, se presenta una imagen de la fractura en la zona central de la muestra normalizada, en ella se observa un tipo de fractura dúctil con microcavidades equiaxiales formados durante el proceso de tensión simple. Adicionalmente se puede observar la coalescencia de microgrietas favorecida por la interacción de las fases.

Para las muestras tratadas a 720 °C presentadas en la Figura 24 B y C se observa un cambio en el modo de fractura. Se pasa de una fractura predominantemente dúctil a una fractura frágil tras el debilitamiento. Este comportamiento dúctil se debe a la formación de grietas que corren paralelas y pudieran estar localizadas en la interfase de la ferrita con la martensita-bainita.

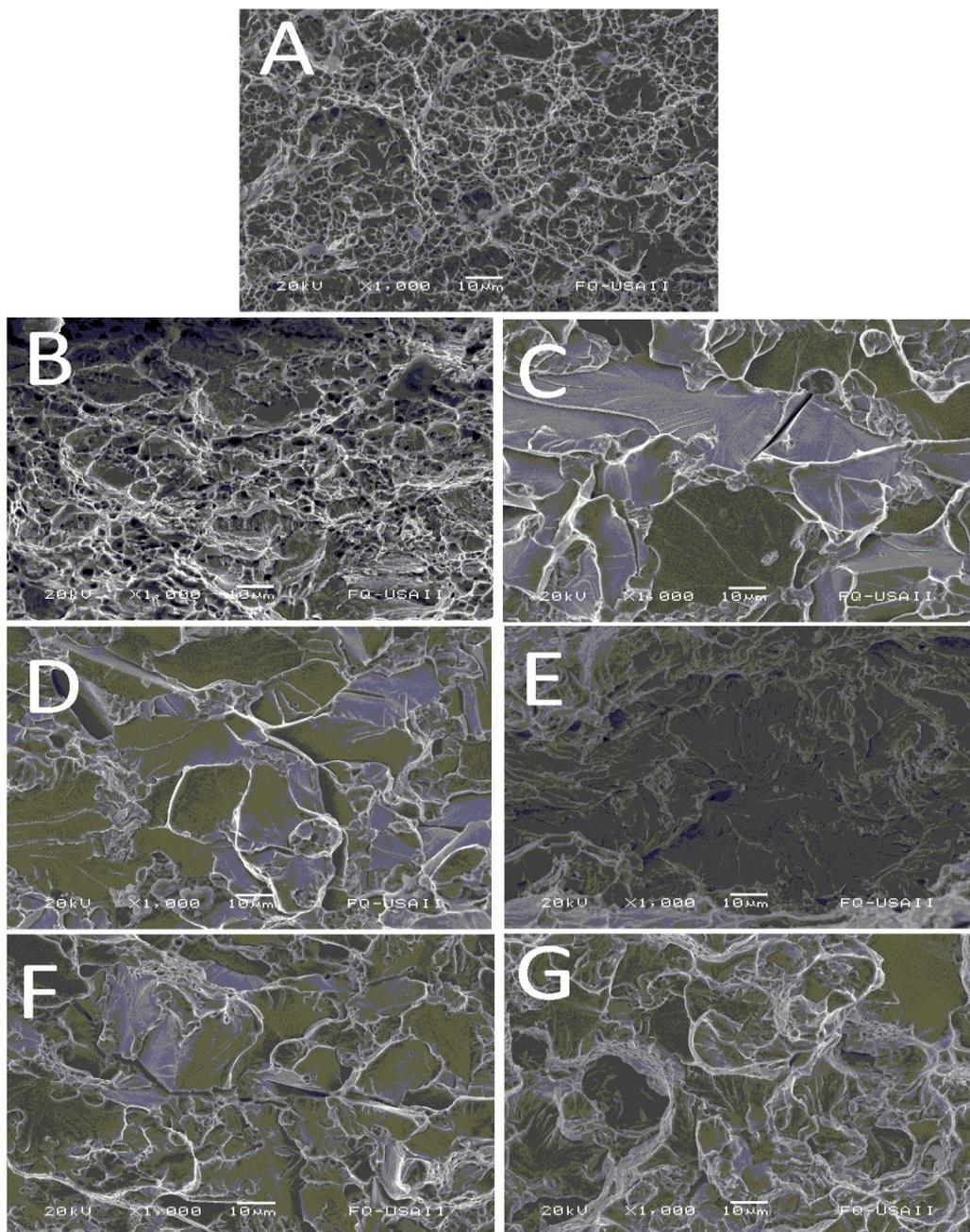


Figura 24. Imágenes de MEB donde se muestran las fracturas de las muestras tratadas durante 5 minutos y templadas en agua con SDS. A. Muestra normalizada. B. Muestra tratada a 720 °C. C. Muestra tratada a 720 °C y debilitada. D. Muestra tratada a 760 °C. E. 760 °C Debilitada. F. 800 °C. G. 800°C Debilitada.

Adicionalmente, la muestra fragilizada presenta grietas características por la acumulación de hidrógeno, sin embargo, no se observan microcavidades, que son características de altas acumulaciones de hidrógeno (Dwivedi & Vishwakarma, Hydrogen embrittlement in different materials, 2018), lo que sugiere que el mecanismo por el cual ocurrió el daño por hidrógeno fue el HEDE.

Las muestras tratadas a 760 °C no presentaron un cambio del tipo de fractura tan marcado como las tratadas a 720 °C (Fig. 24. D y E). Las fracturas a 760 °C son del tipo frágil, sin embargo, en la muestra debilitada se encontró una fractura con forma de "ojo de pez". Esta morfología se caracteriza por una fractura frágil rodeada por zonas dúctiles. En esta muestra se observa la presencia de pequeñas fracturas de aproximadamente 5  $\mu\text{m}$ . Este tipo de daño se asocia comúnmente al mecanismo HELP.

En la Figura 24 F y G se observa la zona central de la fractura de las muestras tratadas a 800 °C con un comportamiento frágil, y en la muestra debilitada se aprecian zonas de acumulación de hidrógeno que produjeron grietas y ampollas microscópicas, lo que nos indica que el mecanismo por el cual ocurrió el daño fue primordialmente HELP, donde el movimiento de las dislocaciones se ve asistido por la interacción con el hidrógeno. Debido al aumento de fase compuesta por martensita y bainita, se aumenta el número de sitios que puede ocupar el hidrógeno, lo que hace que el daño sea más fácil de observar.

## 5. Conclusiones

---

Los tratamientos térmicos realizados en las muestras conducen a un incremento significativo en dureza, resistencia, resistencia máxima a la tensión, módulo de elasticidad y una disminución en el porcentaje máximo de deformación.

Se observa que a tiempos más cortos de tratamiento se incrementa la dureza del acero. Este incremento se atribuye al incremento en la cantidad de Martensita obtenida tras el tratamiento.

El aumento de propiedades mecánicas al tratar las muestras a una mayor temperatura se atribuye a que a mayor temperatura, aumenta la proporción de austenita y por ende la de martensita al templar, mientras que los tiempos cortos de tratamiento provocaron austenita con distintas concentraciones de carbono, que a la hora de templar dieron como resultado martensita con mayores propiedades mecánicas.

Se probaron dos medios de temple, agua a 2 °C y una mezcla de agua con 2.1 g/L de SDS. De estos dos medios, la mezcla de SDS probó ser un medio más severo de temple y produjo una microestructura con una mayor proporción de martensita. Este comportamiento se debe a que el SDS actúa como tenzoactivo, disminuyendo el tiempo que dura la extracción de calor por capa de vapor.

La curva de polarización catódica para el acero AISI/SAE 1018 muestra que el régimen de control mixto se encuentra entre los 0.1 A/cm<sup>2</sup> a 3.16 A/cm<sup>2</sup>.

Las curvas de esfuerzo-deformación y el índice de fragilización mostraron que las microestructuras más sensibles al daño por hidrógeno son la muestra normalizada y aquella con la menor proporción de ferrita. Esta mayor sensibilidad de las muestras que contienen una mayor proporción

de martensita y bainita se asocia con el mayor número de dislocaciones de estas fases, mientras que en las muestras normalizadas al número de límites de grano y su alineación proveniente del proceso de maquinado del cual proviene la muestra.

## 6. Bibliografía

---

- Akanuma , H. (2005). he significance of the composition of excavated iron fragments taken from Stratum III at the site of Kaman-Kalehöyük, Turkey. *Anatolian Archaeological Studies*, 14:147-158.
- Askeland, D. R. (1998). *Ciencia e ingeniería de los materiales*. México: International Thomson Editores.
- ASM Handbook. (2013). *ASM Handbook, Volume 4A: Steel Heat Treating Fundamentals and Processes*. USA: ASM International.
- ASM International. (1996). *ASM Metals Handbook, volume 19: Fatigue and Fracture*. ASM.
- Bard, A. J., & Faulkner, L. R. (2000). *Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications*. John Wiley & sons Inc.
- Brück, S., Schippl , V., Schwarz, M., Christ, H.-J., Fritzen, C.-P., & Weihe, S. (2018). Hydrogen Embrittlement Mechanism in Fatigue. *Metals. MDPI*, 8, 339.
- Cain, T. (1993). *Endurecimiento, revenido y tratamiento térmico*. España: G. Gili.
- CANACERO. (2006). *Industria siderurgica-acero al carbono, alta resistencia baja aleacion y alta resistencia baja aleacion con formabilidad mejorada laminado en caliente, en calidad comercial, troquelado y estructural, en rollo-especificaciones y metodos de prueba*. México.
- Casabó I. Gispert, J. (2014). *Estructura atómica y enlace químico*. Barcelona, España: Reverté S.A.
- Chakraborty, S., Sarkar, I., Roshan, A., Surjya, K. P., & Chakraborty, S. (2019). Spray cooling of hot steel plate using aqueous solution of surfactant and. *Thermal Science and Engineering Progress*, 217-231.
- Chambers. (1979). *Diccionario científico y tecnológico*. . España: Ediciones Omega S.A.
- Corominas, J. (2018). *Breve Diccionario Etimológico de La Lengua Castellana*. España: Gredos.
- Depover, T., Hajilou, T., Wan, D., Wang, D., Barnoush, A., & Verbeken, K. (2019). Assessment of the potential of hydrogen plasma

- charging as compared to conventional electrochemical hydrogen charging on dual phase steel. *Materials science & engineering A*, 754 (2019) 613-621.
- Dong, C., Liu, Z., & Cheng, Y. (2009). Effects of hydrogen-charging on the susceptibility of X100 pipeline steel to hydrogen-induced cracking. *International Journal of Hydrogen Energy*, 9879-99884.
- Dwivedi, S. K., & Vishwakarma, M. (2018). Hydrogen embrittlement in different materials. *Hydrogen Energy Publications LLC*, 21603-21616.
- Dwivedi, S. K., & Vishwakarma, M. (2018). Hydrogen embrittlement in different materials: A review. *International Journal of Hydrogen Energy*, 21603-21616.
- González Mancera, G., & Noguez Amaya, M. E. (2009). *Principios de microscopia electronica de barrido y microanálisis por rayos X*. CDMX: Departamento de Ingeniería Química Metalúrgica, Facultad de Química. .
- Green, J. S., & Parkins, R. N. (1968). Electrochemical properties of ferrite and cementite in relation to stress corrosion of mild steels in nitrate solutions. *Corrosion*, 24(3):66-69.
- Groover, M. P. (2013). *Fundamentals of modern manufacturing*. EU: John Wiley & sons.
- Huang-Long, L., & Sammy Lap-Ip, C. (1991). Hydrogen embrittlement of AISI 4130 steel with an alternate ferrite/pearlite banded structure. *Materials science and engineering: A on science direct*, 193-201.
- Johnson, W. H. (1875). On some remarkable changes produced in iron and steel by the action of hydrogen and acids. *Proceedings of the royal society of london*.
- Khan, A. M., & Shah, S. S. (2008). Determination of critical micelle concentration (Cmc) of Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) and the effect of low concentration of pyrene on its Cmc using ORIGIN software. *Journal of Chemical Society*, Vol.30. No.2.
- Kishi, A., & Takano, N. (2010). Effect of hydrogen cathodic charging on fatigue fracture type 310S stainless steel. *Journal of physics: Conference series*, Vol. 240 #1.

- Koyama, M., Akiyama, E., Lee, Y.-K., Raabe, D., & Tsuzaki, K. (2017). Overview of hydrogen embrittlement in high-Mn steels. *International Journal of Hydrogen Energy*, 12706-12723.
- Lewis, R. J. (2001). *Condensed Chemical Dictionary*. United States of America: John Wiley & Sons, Inc.
- Li, Y., Tan, X., Hocking, K. R., Bo, X., Ren, H., Johannessen, B., . . . Zhao, C. (2020). Implanting Ni-O-VOx sites into Cu-doped Ni for low-overpotential alkaline hydrogen evolution. *Nature communications*, 2720 (2020).
- Luo, H., Su Sohn, S., Lu, W., Li, L., Li, X., Soundararajan, K. C., . . . Raabe, D. (2020). A strong and ductile medium-entropy alloy resists hydrogen embrittlement and corrosion. *Nature Communications*, 3081 (2020).
- Lynch, S. (2012). Hydrogen embrittlement phenomena and mechanisms. *Corrosion Reviews*, Volumen 30, Páginas 105–123.
- Maier, H., & Kaesche, H. (1989). Plastic Deformation: A major factor in Hydrogen Embrittlement of low alloy steel. *Material Science and Engineering*, 117.
- Miessler, L. G., & Donald, A. T. (2004). *Inorganic Chemistry*. EU: Pearson Education.
- Owczarek, E., & Zakroczymski, T. (2000). Hydrogen transport in a duplex stainless steel. *Acta Materialia*, 3059-3070.
- Qiang, C., Chandra, S., & McCahan, S. (2003). The Effect of Dissolving Salts in Water Sprays Used for Quenching a Hot Surface: Part 2—Spray cooling. *Journal of heat transfer*, Vol. 125 p.333-337.
- Robertson, I. M., Sofronis, P., Nagao, A., Martin, M., Wang, S., Gross, D., & Nygren, K. (2015). Hydrogen embrittlement understood. *The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International* .
- Rogers, H. C. (1968). Hydrogen Embrittlement of Metals. *Science*, Vol. 159, Tomo 3819, páginas 1057-1064.
- Sengupta, J. D., Thomas, B. G., Shin, H.-J., Lee, G.-G., & Kim, S.-H. (2006). A New Mechanism of Hook Formation during Continuous. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37, 1597-1611.
- Stern, M., & Geary, A. (1957). Electrochemical polarization. A theoretical analysis for the shape of polarization curves. *Journal of Electrochemical Society*, 41(1).

- Van den Eekhout, E., Depover, T., & Verbeken, K. (2018). The Effect of Microstructural Characteristics on the. *Metals*.
- Vander Voort, G. F. (2004). *ASM Handbook Volume 9: Metallography and Microstructure*. EEUU: ASM International.
- Venezuela, J., Qingjun, Z., Qinglong, L., Huixing, L., Mingxing, Z., Dargusch, M. S., & Atrens, A. (2018). The influence of microstructure on the hydrogen embrittlement. *Materials Today Communications*, 17 (2018) 1-14.
- Verhoeven, J. D. (1987). *Fundamentos de metalurgia física*. México: Limusa.
- Wasim, M., & Djukic, M. (2020). Hydrogen Embrittlement of low carbon structural steel at Macro-, Micro- and Nano-levels. . *International Journal of Hydrogen energy*, 45 (3) 2145-2156.
- Zhao, Y., Park, J.-M., Lee, D.-H., Song, E. J., Suh, J.-Y., Ramamurty, U., & Jang, J.-I. (2019). Influences of hydrogen charging method on the hydrogen distribution and nanomechanical properties of face-centered cubic high-entropy alloy: A comparative study. *Scripta Materialia*, 168 (2019) 76-80.