

ESTUDIO DE LA RELACIÓN ENTRE LA MICROESTRUCTURA Y LA DIFUSIÓN DE  
HIDRÓGENO EN ACEROS DE BAJO CONTENIDO DE CARBONO

Diego Andrés Martínez Castro

Wilmer Hernán Figueredo Orduz

Trabajo de Grado para Optar al Título de Ingeniero Metalúrgico

Directora

Ana María Pérez Ceballos

Doctora en Ingeniería

Codirectores

Mauricio Rincón Ortiz

Doctor en Ciencia y Tecnología de Materiales

Yesenia Rátiva Melo

Magíster en Ingeniería de Materiales

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físicoquímicas

Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales

Bucaramanga

2025

### **Dedicatoria**

A mis padres y mi hermano, quienes han estado incondicionalmente durante toda mi vida y han sido el apoyo en momentos difíciles, a quienes debo lo que soy como persona y ciudadano del mundo.

*Diego Andrés Martínez Castro*

### **Dedicatoria**

A mis padres y hermanos, cuyo apoyo incondicional y ejemplo de esfuerzo y dedicación han sido mi mayor guía a lo largo de este camino. Gracias por su amor, paciencia y por creer en mí incluso en los momentos de mayor dificultad. Cada logro alcanzado es reflejo del sacrificio, los valores y las enseñanzas que me han brindado. Por ellos, y gracias a ellos, sigo buscando superarme día a día, con la convicción de que todo esfuerzo tiene sentido cuando se hace por quienes más queremos.

*Wilmer Hernán Figueredo Orduz*

### **Agradecimientos**

Los autores de este trabajo agradecen a la Dra. Ana María Pérez Ceballos por su confianza y paciencia durante el desarrollo de este trabajo

A la Ing. Yesenia Rátiva Melo por la paciencia, acompañamiento, guía y enseñanzas en el desarrollo de este trabajo.

Al Dr. Mauricio Rincón Ortiz por su ayuda y asesoría, así como por su colaboración al inicio de este proyecto.

Al grupo de investigación GIMAT y a sus integrantes, con quienes aprendí y compartí momentos agradables.

A la Universidad Industrial de Santander y la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales por los años de enseñanza y por hacer parte del desarrollo tecnológico y científico del país.

**Tabla de Contenido**

	<b>Pág.</b>
Introducción .....	11
1. Objetivos.....	13
1.1 Objetivo General.....	13
1.2 Objetivos Específicos.....	13
2. Fundamentación teórica .....	14
2.1 Interacción del hidrógeno con el material.....	14
2.2 Daño por hidrógeno en aceros .....	16
2.2.1 Ataque por hidrógeno .....	17
2.2.2 Fisuración inducida por hidrógeno .....	18
2.2.3 Fragilización por hidrógeno.....	18
2.3 Atrapamiento de hidrógeno en los aceros.....	19
2.4 Permeación electroquímica de hidrógeno.....	22
2.5 Aceros al carbono .....	25
2.5.1 Aceros de bajo carbono.....	27
3. Metodología .....	27
3.1 Preparación de probetas .....	27
3.2 Caracterización metalográfica .....	28
3.3 Permeación electroquímica de hidrógeno.....	28
3.4 Ensayo de microdureza.....	30
4. Resultados y análisis .....	31
4.1 Caracterización microestructural .....	32

4.2 Permeación electroquímica de hidrógeno .....	36
4.3 Efecto de la microestructura .....	41
5. Conclusiones .....	44
6. Recomendaciones .....	46
Referencias Bibliográficas .....	47

**Lista de Tablas**

	<b>Pág.</b>
Tabla 1 <i>Nomenclatura y espesor de muestras</i> .....	32
Tabla 2 <i>Composición química de los aceros estudiados</i> .....	32
Tabla 3 <i>Tamaño de grano promedio de los aceros</i> .....	35
Tabla 4 <i>Microdureza de los aceros estudiados</i> .....	35
Tabla 5 <i>Coefficientes de difusión aparente y tiempo tangente de cada acero</i> .....	39
Tabla 6 <i>Flujo y solubilidad aparente de cada acero</i> .....	40
Tabla 7 <i>Número de sitios de atrapamiento de hidrógeno de las muestras</i> .....	44

**Lista de Figuras**

	<b>Pág.</b>
Figura 1 <i>Energía potencial del hidrógeno en un sitio intersticial y una trampa</i> .....	21
Figura 2 <i>Esquema de celda de permeación electroquímica</i> .....	23
Figura 3 <i>Principio de método para determinación del coeficiente de difusión</i> .....	24
Figura 4 <i>Diagrama hierro-carburo de hierro</i> .....	26
Figura 5 <i>Celda real utilizada para el desarrollo de este trabajo</i> .....	29
Figura 6 <i>Espaciamiento recomendado por ASTM E384 para ensayos de microdureza</i> .....	31
Figura 7 <i>Micrografías de las muestras suministradas, 200X</i> .....	33
Figura 8 <i>Resultados de permeación electroquímica de hidrógeno para cada acero</i> .....	37
Figura 9 <i>Estado estacionario y transitorio para cada acero</i> .....	41

## Resumen

**Título:** Estudio de la relación entre la microestructura y la difusión de hidrógeno en aceros de bajo contenido de carbono \*

**Autor:** Diego Andrés Martínez Castro, Wilmer Hernán Figueredo Orduz \*\*

**Palabras Clave:** Difusión de hidrógeno, Microestructura, Permeación electroquímica.

**Descripción:** Este trabajo de investigación aborda el estudio del comportamiento difusivo del hidrógeno en aceros de bajo carbono con microestructuras equiaxiales y alargadas, utilizando la técnica de permeación electroquímica de hidrógeno desarrollada por Devanathan y Stachurski. Se extrajeron dos muestras de tres aceros distintos los cuales fueron decapados mecánicamente mediante papel abrasivo de distinta granulometría. Posteriormente se realizó la caracterización de los materiales mediante microscopía óptica y ensayos de microdureza. Luego se aplicó un recubrimiento de níquel en la superficie de entrada de cada muestra. Para la permeación electroquímica de hidrógeno se utilizó como electrolito NaOH 0,1M (según lo recomendado por la norma ASTM G148) en ambas celdas con una adición de 0,2g de  $As_2O_3$  en la celda de generación con el fin de evitar la recombinación del hidrógeno. Los ensayos de caracterización evidenciaron que una microestructura con granos más pequeños, así como deformaciones producto de un trabajo mecánico influyen en la dureza de los aceros. Asimismo, se confirmó que la difusión de hidrógeno en aceros de bajo carbono y baja aleación está controlada por el tamaño de grano y el grado de deformación plástica, donde una microestructura con granos equiaxiales gruesos presenta mayor permeabilidad al hidrógeno que aquellas con granos finos o alargados producto del trabajo mecánico.

---

\* Trabajo de Grado

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales. Ingeniería Metalúrgica. Director: Ana María Pérez Ceballos. Doctora en Ingeniería. Codirectores: Yesenia Rátiva Melo. Magíster en Ingeniería de Materiales. Mauricio Rincón Ortiz. Doctor en Ciencia y Tecnología de Materiales

### Abstract

**Title:** Study of the relationship between microstructure and hydrogen diffusion in low-carbon steels\*

**Author(s):** Diego Andrés Martínez Castro, Wilmer Hernán Figueredo Orduz\*\*

**Key Words:** Hydrogen diffusion, Microstructure, Electrochemical permeation.

**Description:** This research project addresses the study of hydrogen diffusion behavior in low-carbon steels with equiaxial and elongated microstructures, using the electrochemical hydrogen permeation technique developed by Devanathan and Stachurski. Two samples were extracted from three different steels, which were mechanically stripped using abrasive paper of different grain sizes. The materials were then characterized using optical microscopy and microhardness tests. A nickel coating was then applied to the inlet surface of each sample. For the electrochemical hydrogen permeation, 0.1M NaOH was used as the electrolyte (as recommended by ASTM G148) in both cells with the addition of 0.2g of As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in the generation cell in order to prevent hydrogen recombination. The characterization tests showed that a microstructure with smaller grains, as well as deformations resulting from mechanical work, influences the hardness of steels. It was also confirmed that hydrogen diffusion in low-carbon and low-alloy steels is controlled by grain size and the degree of plastic deformation, where a microstructure with coarse equiaxial grains has greater hydrogen permeability than those with fine or elongated grains resulting from mechanical working.

---

\* Degree Work

\*\* Faculty of Physical-Chemical Engineering. School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Metallurgical Engineering. Director: Ana María Pérez Ceballos. Doctor of Engineering. Co-directors: Yesenia Rátiva Melo. Master of Materials Engineering. Mauricio Rincón Ortiz. Doctor of Materials Science and Technology.

## Introducción

Desde la década de 1970, la comunidad científica comenzó a alertar sobre un cambio en las condiciones climáticas del planeta; los estudios muestran que en los últimos treinta años hubo un aumento de aproximadamente 50% en las emisiones de dióxido de carbono, una tendencia que continúa en aumento (Moran, 2020). Este incremento ha desencadenado una crisis ambiental, generando un cambio constante en las dinámicas sociales y económicas que implican la urgente necesidad de una transición energética. Actualmente, el hidrógeno está abriéndose paso como una gran alternativa energética, con la expectativa de que su implementación conllevará una significativa reducción en las emisiones de gases de efecto invernadero y en la producción de calor durante los procesos de generación de energía (Moreno & Vargas, 2013).

La producción, almacenamiento y transporte de hidrógeno conllevan unos retos que requieren un conocimiento detallado de los tipos de aceros utilizados en cada una de estas operaciones, especialmente por el comportamiento difusivo que presenta este elemento (Ovejero, J. 2016). La permeación del hidrógeno en el interior de los metales está estrechamente relacionada con procesos de corrosión y la reducción de protones en la interfase metal-disolución (Borbón, B. 2006). Esta interacción del hidrógeno con los aceros puede dar lugar a distintos tipos de daños como el ataque por hidrógeno, fisuración inducida por hidrógeno y fragilización por hidrógeno (Ovejero, J. 2016). Algunos de estos daños pueden ser reversibles, pero también pueden provocar fallas catastróficas con consecuencias económicas y de vidas humanas.

Por lo tanto, la selección de aceros adecuados es de vital importancia, no solo en términos de sus propiedades mecánicas y su comportamiento en entornos con hidrógeno, sino también en

lo que respecta a su viabilidad económica. En este proyecto se tiene como objetivo principal el estudio de un acero ferrítico con microestructuras tanto de grano alargado como equiaxial, con el propósito de evaluar la influencia de la microestructura en la permeación del hidrógeno. Esto con el ánimo de contribuir al desarrollo de estas investigaciones sobre aceros en entornos con presencia de hidrógeno en el país.

## **1. Objetivos**

### **1.1 Objetivo General**

Determinar el efecto de la microestructura sobre la velocidad de difusión de hidrógeno en aceros de bajo carbono.

### **1.2 Objetivos Específicos**

Analizar las distintas microestructuras de los aceros ferríticos a estudiar.

Determinar la permeabilidad del hidrógeno en aceros de bajo carbono mediante permeación electroquímica.

Estudiar el efecto de las morfologías equiaxial y alargada en aceros ferríticos sobre la permeabilidad del hidrógeno.

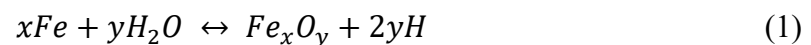
## 2. Fundamentación teórica

A continuación, se presenta un análisis teórico de los conceptos básicos relacionados con el proceso de difusión del hidrógeno en aceros, que incluye las bases necesarias para comprender la interacción entre el acero y el hidrógeno, así como los efectos que el H produce en el acero.

### 2.1 Interacción del hidrógeno con el material

La difusión del hidrógeno en los aceros se produce cuando estos se encuentran expuestos a ambientes que contienen hidrógeno, ya sea en forma de electrolitos acuosos ( $H_2O$ ) o en atmósferas gaseosas ricas en hidrógeno molecular ( $H_2$ ). Para que el hidrógeno pueda difundirse a través de la red cristalina del metal, es necesario que se encuentre en estado atómico (H), lo cual le permite comportarse como un soluto intersticial. Esta capacidad de difusión se debe a su reducido tamaño y alta movilidad, características que favorecen su penetración en la microestructura del acero.

Es más común encontrar aceros expuestos a un medio acuoso donde el hidrógeno se obtiene a través de un proceso de oxidación del metal, generando una liberación de hidrógeno atómico de la siguiente manera:



Una vez que el hidrógeno se encuentra en estado atómico, interactúa con la superficie del metal, donde tiene lugar el proceso de absorción. En este punto, los átomos de hidrógeno pueden

ser incorporados a la red metálica o, alternativamente, recombinarse entre sí para formar moléculas de  $H_2$  (Ovejero García, 2016).

La solubilidad del hidrógeno en los metales, en especial en los aceros, se encuentra gobernada por la Ley de Sieverts, la cual establece que la concentración de un gas diatómico disuelto en un metal es proporcional a la raíz cuadrada de su presión parcial, de la siguiente manera:

$$C_H = k(P_{H_2})^{1/2} \quad (2)$$

Donde  $C_H$  es la concentración del hidrógeno disuelto ( $\text{mol}/\text{cm}^3$ ),  $P_{H_2}$  es la presión parcial del hidrógeno molecular en el entorno, y  $k$  es una constante de proporcionalidad dependiente de la temperatura y del material. Esta ley se aplica bajo condiciones de equilibrio y supone que el gas se disuelve en forma atómica.

Adicionalmente, la solubilidad del hidrógeno puede verse influenciada por diversos factores, entre los cuales se destacan la temperatura, la naturaleza química del metal y su estructura cristalina. Estas variables modifican la constante de solubilidad condicionando así la cantidad de hidrógeno que puede ser absorbida en estado atómico bajo determinadas condiciones de presión y temperatura.

La difusión del hidrógeno dentro del material ocurre por migración de átomos a través de su estructura cristalina. La fuerza impulsora de este movimiento proviene de un gradiente de potencial químico, el cual puede originarse por un gradiente de concentración de hidrógeno en la red, por un gradiente en la componente hidrostática de un campo de tensiones elásticas o por un gradiente de temperatura. En consecuencia, la migración de átomos de hidrógeno se produce desde regiones con alto potencial químico hacia zonas de menor potencial (Ovejero García, 2016).

La difusión continuará hasta que se llegue al equilibrio y se elimine el gradiente de concentración de hidrógeno. La velocidad a la que esto ocurra será controlada por el gradiente de concentración de hidrógeno y el coeficiente de difusión  $D$ . Este coeficiente de difusión se puede expresar por la ecuación de *Arrhenius* de la siguiente manera:

$$D = D_0 e^{-Q/RT} \quad (3)$$

Donde  $D_0$ : termino pre-exponencial

Q: energía de activación

R: constante universal de los gases

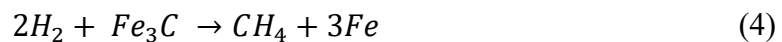
T: temperatura absoluta

## 2.2 Daño por hidrógeno en aceros

La exposición de aceros a ambientes con presencia de hidrógeno suele generar efectos indeseables en sus propiedades, especialmente en sus propiedades mecánicas. Entre las consecuencias más comunes se encuentran la pérdida de ductilidad, así como la disminución de su capacidad de deformación plástica, lo que conduce a que el material alcance la fractura en un menor intervalo de deformación. De manera general, el daño asociado a esta interacción puede clasificarse en tres categorías principales: el ataque por hidrógeno, la fisuración inducida por hidrógeno y la fragilización por hidrógeno. A continuación, se presenta una breve descripción de cada uno de estos mecanismos.

### 2.2.1 Ataque por hidrógeno

El ataque por hidrógeno (APH) es un tipo de daño que se presenta en aceros expuestos a temperaturas elevadas (superiores a 200 °C) y altas presiones de hidrógeno (en torno a 700 kPa). Bajo estas condiciones, se favorece la descarburación del acero, proceso en el que el carbono presente en solución sólida o en forma de carburos se libera. El hidrógeno atómico, al difundirse a través de la red cristalina, reacciona con este carbono liberado formando moléculas de metano (CH<sub>4</sub>) de acuerdo con la ecuación 4. Debido a su gran tamaño, estas moléculas no pueden difundirse por la estructura, quedando atrapadas en zonas de alta energía, como límites de grano o interfaces inclusión–matriz, donde generan microcavidades cuya coalescencia conduce a la fisuración interna del material.



La descarburación en un acero produce la disminución en propiedades como la resistencia mecánica, mientras la formación de metano agudiza aún más el problema, una completa fisuración puede afectar drásticamente la resistencia mecánica y la ductilidad de un acero pasando de valores como 400 MPa a 170 MPa y la elongación de un 30% a valores nulos (Ovejero Garcia, 2016).

A diferencia de otros tipos de daño inducidos por hidrógeno, los producidos por el APH son irreversibles y pueden derivar en la falla catastrófica del componente afectado. Este mecanismo se ve notablemente reducido en aceros inoxidable y en aceros aleados con elementos formadores de carburos, tales como Cr, Mo, W, V, Ti y Nb. La presencia de estos elementos favorece la formación de carburos estables, lo que disminuye la cantidad de carbono libre disponible para reaccionar con el hidrógeno y generar metano (CH<sub>4</sub>).

### **2.2.2 Fisuración inducida por hidrógeno**

La fisuración inducida por hidrógeno (FIH), también conocida como *blistering* o ampollado, es un fenómeno que se presenta a temperatura ambiente y en ausencia de tensiones. Se origina cuando el hidrógeno, generado a partir de reacciones de oxidación en la superficie del metal, se difunde hacia el interior y se recombina en interfaces inclusión–matriz, formando moléculas de H<sub>2</sub>. Dado que estas moléculas poseen un tamaño demasiado grande para difundirse a través de la red cristalina, se acumulan, originando presiones internas que generan la formación de fisuras o ampollas. El tamaño de estas discontinuidades aumenta proporcionalmente con la cantidad de hidrógeno molecular generado.

Este fenómeno suele presentarse con mayor frecuencia en aceros de bajo límite elástico, menor a 600 MPa, típicamente aceros al carbono, cuando operan en medios que favorecen la absorción de hidrógeno, por ejemplo, como sucede en presencia de H<sub>2</sub>S en fase húmeda. Las ampollas, si bien generalmente no provocan fallas catastróficas en el componente, pueden detectarse con facilidad mediante ensayos no destructivos como la inspección por ultrasonido y, en casos de daño severo, incluso por inspección visual directa

### **2.2.3 Fragilización por hidrógeno**

La fragilización por Hidrógeno (FPH), también conocida como *Hydrogen Embrittlement*, constituye uno de los daños más frecuentes asociados a la presencia de hidrógeno en los aceros. Este fenómeno se manifiesta principalmente en el deterioro de las propiedades mecánicas del material, en particular la ductilidad y la tenacidad, lo que en muchos casos conduce a la fractura catastrófica del componente afectado. La severidad de la FPH depende de factores como la

cantidad de hidrógeno absorbido en el metal, la presencia de tensiones, ya sean externas o internas, y la microestructura del acero.

En cuanto mayor sea la presencia de hidrógeno en una pieza, menor será la magnitud de las tensiones necesaria para que se produzca la FPH, de igual manera, si la pieza se encuentra expuesta a elevadas tensiones, ya sean tensiones aplicadas (externas) o tensiones residuales (internas), menor será la concentración de hidrógeno necesaria para que se produzca la FPH, a la vez, las microestructura del metal está estrechamente relacionada con este fenómeno, siendo las microestructuras de temple o martensíticas las más susceptibles a la FPH, las estructuras ferríticas presentan una susceptibilidad media, mientras la estructura austenítica resulta la menos vulnerable.

La fragilización por hidrógeno presenta una gran dificultad en su detección, ya que no suele ser identificable mediante ensayos no destructivos convencionales, dado que las microfisuras generadas pueden ser muy pequeñas o encontrarse en fases tempranas de formación. Esto conlleva que un componente con cierta concentración de hidrógeno, al ser puesto en funcionamiento bajo la acción de tensiones, pueda desarrollar de manera repentina este fenómeno, reduciendo drásticamente su capacidad de deformación plástica y llevándolo incluso a la fractura catastrófica.

### **2.3 Atrapamiento de hidrógeno en los aceros**

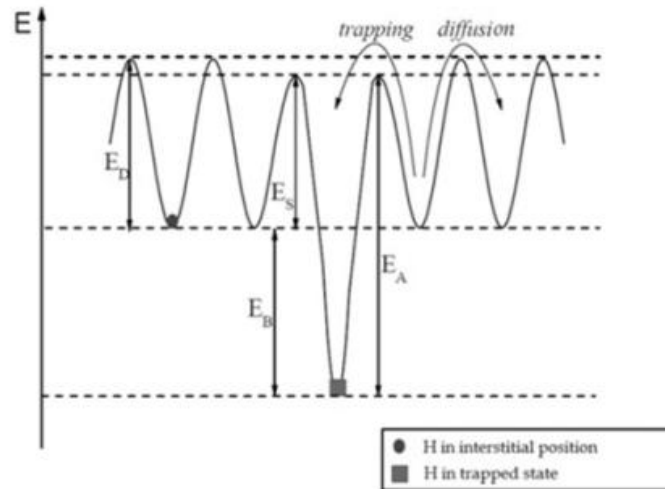
En los aceros, el hidrógeno no se distribuye de manera homogénea como ocurriría en una red ideal de hierro puro. Además de ocupar los sitios intersticiales de la red cristalina, tiende a concentrarse en zonas con mayor afinidad para su acumulación, como límites de grano, dislocaciones, vacancias y otras irregularidades microestructurales. Estos sitios se denominan “trampas de hidrógeno” y el fenómeno asociado se conoce como atrapamiento de hidrógeno (*Hydrogen trapping*).

Los primeros en estudiar y proponer la existencia de estos sitios extraordinarios o “trampas” fueron Darken y Smith en su artículo publicado en año 1949 en la revista *Corrosion* con el nombre de “*Behavior of hydrogen in steel during and after immersion in acid*”. En este trabajo plantearon que dichas trampas corresponden a regiones de la red cristalina capaces de retener y almacenar hidrógeno atómico, lo que modifica la velocidad de difusión de este a través del acero e incrementa su solubilidad, ya que se presentan nuevos puntos de almacenamiento de hidrógeno.

Desde un punto de vista termodinámico, las trampas pueden describirse como sitios que poseen un nivel menor de energía libre que los sitios intersticiales regulares de la red, lo que favorece el almacenamiento de hidrógeno en estos sitios. En la figura 1 podemos observar una descripción grafica del fenómeno termodinámico del atrapamiento de hidrógeno en donde la energía de activación para la desorción  $E_A$ , se trata de la energía requerida para que un átomo de hidrógeno abandone el sitio de atrapamiento,  $E_D$  es la energía necesaria para que se dé la difusión de hidrógeno a través de una red ideal,  $E_S$  representa un punto de silla donde el átomo de hidrógeno se encuentra cerca de una trampa y debido a que  $E_S < E_D$  este preferentemente difundirá hacia la trampa,  $E_B$  es la energía de enlace de la trampa, la cual varía dependiendo de las características de la trampa.

**Figura 1**

*Energía potencial del hidrógeno en un sitio intersticial y una trampa*



*Nota.* La figura muestra un esquema de energías potenciales en el caso de un sitio normal de la red, así como la de una trampa. Fuente: Van de Voorde, Marcel. (2021).

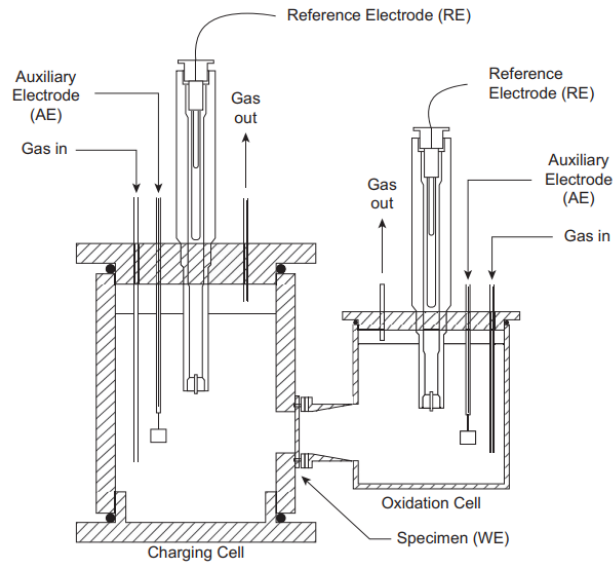
Dichas trampas pueden clasificarse en reversibles e irreversibles. Las trampas irreversibles se caracterizan por presentar una probabilidad muy baja de que el hidrógeno atrapado pueda escapar y difundirse a través de la red cristalina, debido a la alta energía de desorción que requieren. En contraste, en las trampas reversibles el escape del hidrógeno resulta mucho más probable, ya que la energía de desorción asociada es significativamente menor.

Este comportamiento convierte las trampas reversibles en una especie de reservorios dinámicos, capaces de liberar hidrógeno hacia la red y, por lo tanto, de actuar como fuentes adicionales para el proceso de difusión dentro del metal.

## **2.4 Permeación electroquímica de hidrógeno**

El ensayo de permeación electroquímica de hidrógeno es una técnica ampliamente utilizada para estudiar la difusión de este elemento en un material deseado, ya que permite evaluar su entrada, difusión a través de su microestructura y salida de la muestra analizada.

La técnica de permeación electroquímica de hidrógeno fue desarrollada por Devanathan y Stachurski (1962), con el propósito de cuantificar el transporte de hidrógeno a través de materiales metálicos. En este método, una lámina del material bajo estudio se dispone como electrodo de trabajo (WE) y actúa como barrera común entre dos celdas electroquímicas acopladas, tal como se ilustra en la Figura 2. En una de ellas, denominada celda de carga, el hidrógeno se genera mediante polarización catódica, promoviendo su absorción en el metal. En la otra, denominada celda de detección, se registra la cantidad de hidrógeno que permea a través de la lámina y el tiempo requerido para dicho proceso. Esta configuración permite determinar parámetros cinéticos asociados a la difusión del hidrógeno y evaluar la susceptibilidad del material a fenómenos de fragilización.

**Figura 2***Esquema de celda de permeación electroquímica*

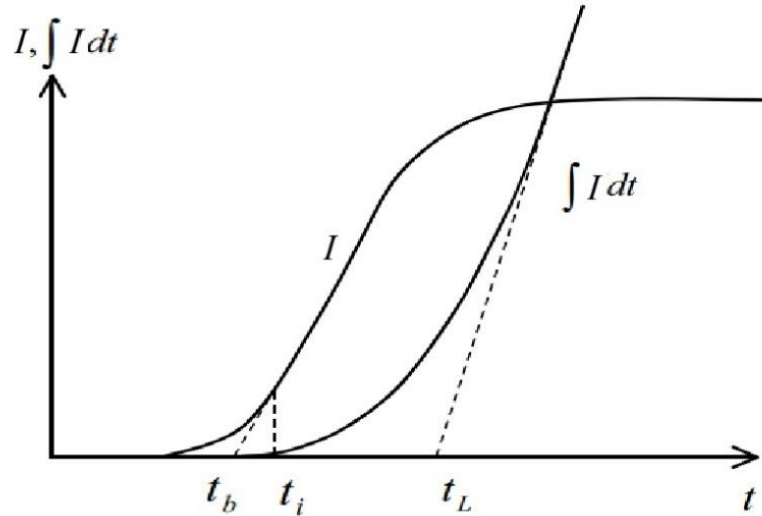
*Nota.* La figura muestra un diagrama esquemático de una celda de permeación o celda Devanathan-Stachurski. Fuente: Papavinasam, Sankara. (2014).

Cuando la concentración de hidrógeno en la superficie de la membrana en contacto con el electrolito de la celda de entrada cambia, es posible medir dicha variación como un flujo de hidrógeno en la superficie opuesta, es decir, la superficie de la membrana en la celda de salida (Pérez, 2006).

Los datos recolectados a partir de la información en la celda de detección serán tratados de tal forma que la traza de corriente continua en el circuito del potenciostato anódico indique la tasa instantánea de permeación de hidrógeno. (Nagumo & Michihiko, 2023), En la figura 3 se observa el comportamiento de la corriente de salida una vez es activado el potencial catódico. Al observar esta corriente de salida en función del tiempo, se determina tanto el “time lag” como el tiempo tangente (tb).

**Figura 3**

*Principio de método para determinación del coeficiente de difusión*



*Nota.* En la figura se muestra la densidad de corriente de salida al igual que el tiempo tangente y el “time lag”. Fuente: Nagumo & Michihiko. (2023).

El tiempo tangente ( $t_b$ ) se calcula como la intersección de la recta tangente en el punto de inflexión con el nivel inicial donde el flujo de hidrógeno sea cero y representa el tiempo que le toma a la primera partícula de hidrógeno ser detectada en la celda.

$$t_b = 0,5 \frac{L^2}{\pi^2 D} \quad (5)$$

En donde  $L$  representa el espesor de la membrana usada y  $D$  es el coeficiente de difusión.

De igual forma, se plantea el “time lag”, que se define como el tiempo necesario para alcanzar un flujo de hidrógeno en estado estacionario, después de un repentino cambio de las condiciones iniciales. La cantidad de hidrogeno que emerge a la celda de detección se define como

$\int I dt$ , al representar esta cantidad en función del tiempo se observa como la pendiente de esa curva crece hasta obtener un valor constante, la intersección de esta línea extrapolada con el eje del tiempo es el denominado time lag.

$$t_{lag} = \frac{L^2}{6D} \quad (6)$$

En donde L representa el espesor de la membrana usada y D es el coeficiente de difusión. Es entonces posible calcular un valor para el coeficiente de difusión aparente  $D_{ap}$  a partir de las ecuaciones de  $t_b$  y  $t_{lag}$ , ecuaciones 5 y 6.

## 2.5 Aceros al carbono

El acero es uno de los materiales más usados en la industria a través del tiempo gracias a sus propiedades físico-mecánicas, el acero se define como una aleación de hierro y carbono con un porcentaje en peso de carbono como máximo de 2%. De igual forma, es posible incorporar diferentes elementos de aleación, como el Mn, Cr, Mo, Ni, entre otros, con el fin de modificar sus propiedades y optimizar su desempeño en una aplicación específica.

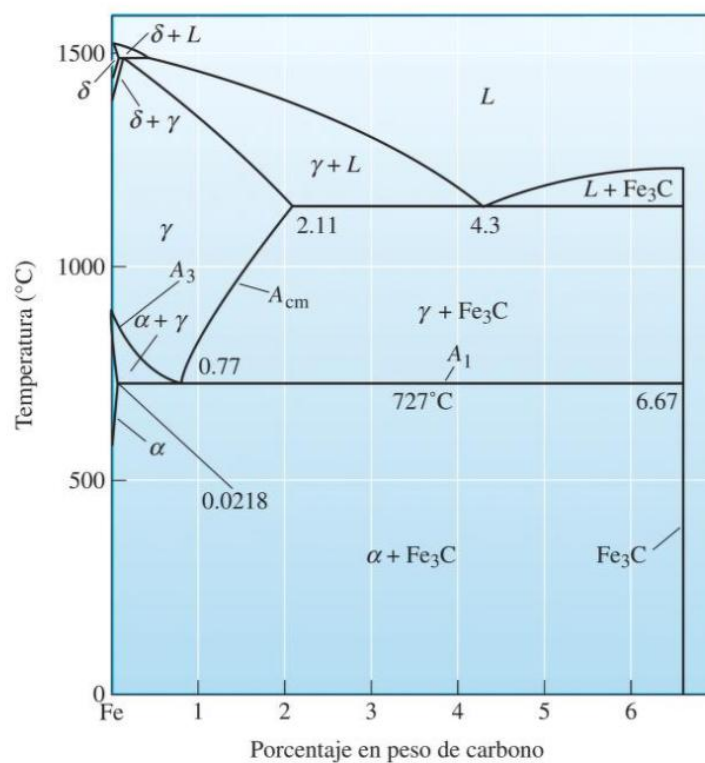
Las aleaciones hierro-carbono que contienen entre 0,03% y 1,2% de carbono, junto con un contenido de manganeso entre 0,25% y 1,00%, además de pequeñas cantidades de otros elementos de aleación, son denominadas aceros al carbono. (Smith et al., 2022)

El hierro es un elemento alotrópico, lo que quiere decir que al enfrentarse a cambios de temperatura este puede presentar distintas estructuras cristalinas, esto siempre que se mantenga la presión atmosférica.

En la figura 4 se puede observar el diagrama hierro-carburo de hierro hasta un 6,67% en peso de carbono donde encontramos el compuesto estequiométrico  $\text{Fe}_3\text{C}$ , carburo de hierro mejor conocido como cementita, si se analiza el comportamiento durante el enfriamiento o calentamiento se denotarán las transformaciones alotrópicas: la ferrita ( $\alpha$ ) y el hierro  $\delta$  presentan una estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC), mientras que la austenita ( $\gamma$ ) posee una estructura cúbica centrada en las caras (FCC).

**Figura 4**

*Diagrama hierro-carburo de hierro*



**Nota.** Diagrama de fase hierro-carburo de hierro. Fuente: Askeland et al., (2022).

### **2.5.1 Aceros de bajo carbono**

Los denominados aceros bajo carbono, o también conocidos como aceros dulces, son aquellos aceros con un contenido de carbono en peso no superior al 0,35%, con microestructura mayormente ferrítica, con trazas de perlita, las cuales aumentarán a mayor porcentaje de carbono que contenga el acero.

Aceros de bajo carbono son ampliamente usados en la industria gracias a sus propiedades mecánicas, ya que cuenta con una buena soldabilidad y maleabilidad, así como una buena tenacidad y ductilidad, gracias a estas propiedades y además de su bajo costo de producción son ampliamente usados en la industria, en especial el sector construcción, el sector automotriz y demás industrias.

## **3. Metodología**

A continuación, se describe la metodología realizada para determinar la influencia de la microestructura sobre la difusión de hidrógeno en aceros de bajo contenido de carbono.

### **3.1 Preparación de probetas**

Para el desarrollo de este trabajo se utilizaron dos probetas de tres aceros ferríticos distintos (6 muestras en total), de composición conocida, con dimensiones entre 32 y 36 mm de ancho y entre 30 y 34 mm de alto, extraídas de láminas de acero galvanizado de uso típico en construcción. El recubrimiento de zinc fue retirado mecánicamente. Dado que las muestras extraídas tenían un espesor menor a 1 mm se decidió utilizar papel de lija de uso metalográfico (Alúmina y carburo de silicio) ANSI P320 para no afectar significativamente la superficie de las probetas.

### 3.2 Caracterización metalográfica

La preparación metalográfica de las probetas se realizó bajo la norma ASTM E3 (ASTM, 2015) utilizando papel abrasivo de granulometría 320 hasta 1200 y un posterior pulido con pasta de alúmina con granulometría de 3 y  $1\mu\text{m}$  hasta tener una superficie especular para realizar la caracterización microestructural mediante microscopía óptica.

El revelado de la microestructura se realizó mediante ataque químico por inmersión durante 5 segundos en el reactivo nital (2 ml  $\text{HNO}_3$ , 100 ml Etanol 95%) según lo recomendado por la norma ASTM E407 (ASTM, 2023) para revelar bordes de grano para aleaciones de hierro como metal base. Se determinaron las características microestructurales de los tres aceros utilizando un microscopio óptico invertido Olympus GX71 del laboratorio de metalografía de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales de la UIS.

### 3.3 Permeación electroquímica de hidrógeno

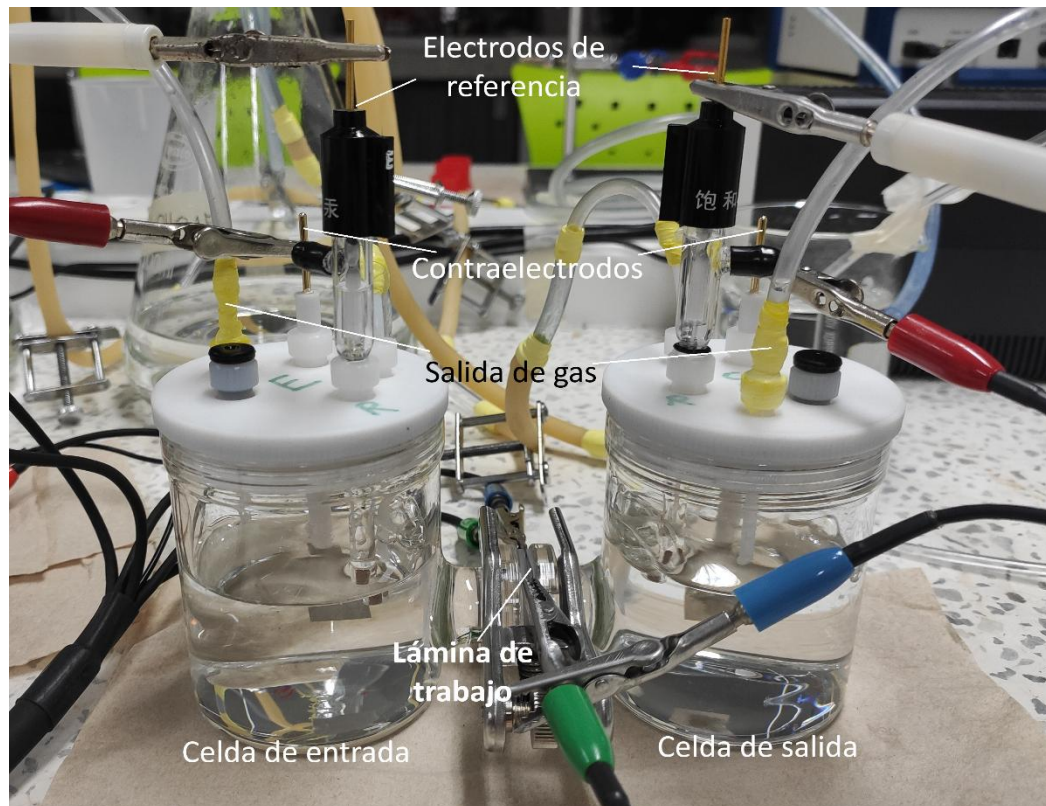
Previo a los ensayos de permeación, todas las muestras fueron lijadas con papel abrasivo de carburo de silicio con granulometría 1200 en ambas caras. Una vez alcanzado el acabado superficial requerido, se lavaron las muestras con agua destilada y jabón. Finalmente, se realizó un lavado en acetona y se secaron en aire frío. Posteriormente se realizó un recubrimiento de níquel en una de las caras de las muestras por medio de electrodeposición usando una solución de Watts modificada. Se utilizó una corriente de  $0,03\text{ A/cm}^2$  por un tiempo de 100 segundos para obtener un espesor de recubrimiento de aproximadamente  $1\mu\text{m}$ .

Los ensayos de permeación se llevaron a cabo mediante la técnica electroquímica desarrollada por Devanathan y Stachurski (1962). En este método, el material de estudio se dispone

como electrodo de trabajo, separando dos celdas electroquímicas independientes. En ambas celdas se emplearon electrodos de referencia de calomel saturado (SCE) y contraelectrodos de platino. Una de las celdas, denominada celda de entrada, se utilizó para la carga de hidrógeno mediante polarización catódica, mientras que la otra, denominada celda de detección o de salida, permitió registrar el flujo de hidrógeno emergente a través del material, tal como se ilustra en la Figura 5.

### Figura 5

*Celda real utilizada para el desarrollo de este trabajo*



Las condiciones tanto del electrolito como del potencial y la corriente en las que se realizó el ensayo de permeación electroquímica corresponden a lo recomendado en la norma ASTM G148

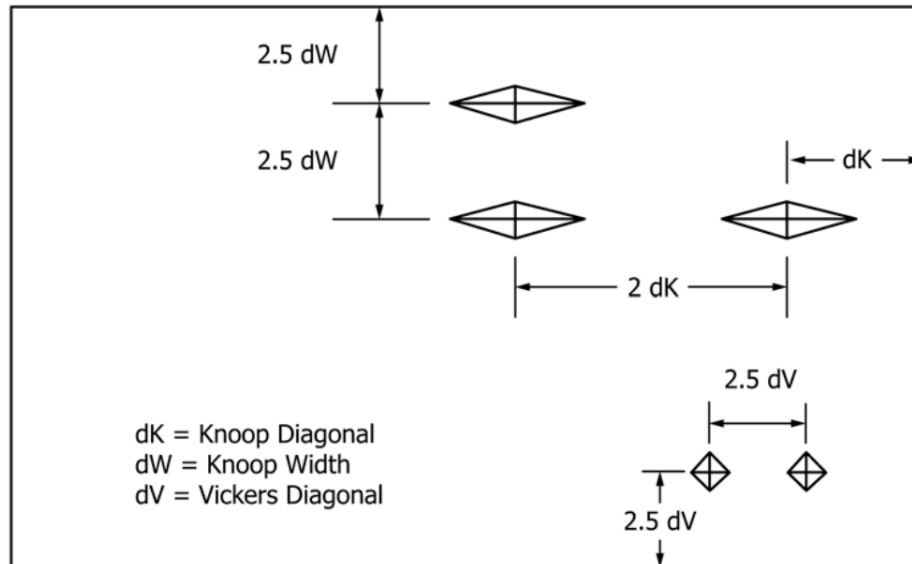
(ASTM, 2018). El área expuesta para todas las probetas fue de  $1.91\text{cm}^2$ . Para la generación de hidrógeno en la celda de carga se aplicó una densidad de corriente catódica de  $10\text{ mA/cm}^2$  mediante un potenciostato GAMRY Instruments 1010; mientras que en la celda de oxidación o detección se mantuvo un potencial constante de  $+300\text{mV}$  vs SCE mediante un segundo potenciostato marca GAMRY Instruments 1010. El electrolito utilizado para la generación de hidrógeno fue NaOH  $0,1\text{M}$  con una adición de  $0,2\text{g}$  de óxido de arsénico (III) ( $\text{As}_2\text{O}_3$ ), esta adición favorece el ingreso de hidrógeno a la lámina dado que evita la recombinación de hidrógeno adsorbido, es decir, con el  $\text{As}_2\text{O}_3$  se favorece la reacción del hidrógeno (como  $\text{H}^+$ ) y evita la formación de  $\text{H}_2(\text{g})$  (Zakroczymski et al., 1975); mientras en la celda de detección fue utilizada una solución  $0,1\text{M}$  de NaOH. Previo al inicio del ensayo de permeación, se desgasificaron las soluciones mediante inyección de nitrógeno y argón; asimismo, durante los ensayos se mantuvo dicha inyección de gas. Los ensayos fueron realizados a una temperatura de  $20 \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ .

### 3.4 Ensayo de microdureza

Se realizó un ensayo de microdureza Vickers bajo la norma ASTM E384 (ASTM, 2022) utilizando el microdurómetro Innovatest Nova 330 del laboratorio de metalografía de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales de la UIS. Dadas las condiciones de espesor de las muestras ( $0,02 - 0,07\text{ cm}$ ) para los ensayos se utilizaron fuerzas de  $0,05$  y  $0,1\text{ Kgf}$  e indentaciones previas en sitios alejados de la zona permeada con el fin de verificar que el espesor de las muestras no fuese una limitante. Una vez verificado que el espesor de las muestras no afectaba los resultados, se procedió a realizar cinco indentaciones en la superficie de salida y zona permeada de cada muestra. La figura 6 muestra los espaciamientos mínimos entre indentaciones recomendados por la norma ASTM E384.

**Figura 6**

*Espaciamiento recomendado por ASTM E384 para ensayos de microdureza*



*Nota.* Tomado de ASTM International (2022).

#### 4. Resultados y análisis

Para facilitar la presentación de los datos, a continuación, en la tabla 1, se presenta la nomenclatura y espesor de las láminas de los aceros estudiados; dicha nomenclatura responde a la morfología mostrada más adelante en la figura 7, donde AE1 es por “acero equiaxial 1”, AE2 es por “acero equiaxial 2” y AA1 es por “acero alargado”.

**Tabla 1***Nomenclatura y espesor de muestras*

<b>Acero</b>	<b>Espesor muestra 1 (cm)</b>	<b>Espesor muestra 2 (cm)</b>
AE1	0,07	0,055
AA1	0,02	0,02
AE2	0,025	0,03

**4.1 Caracterización microestructural**

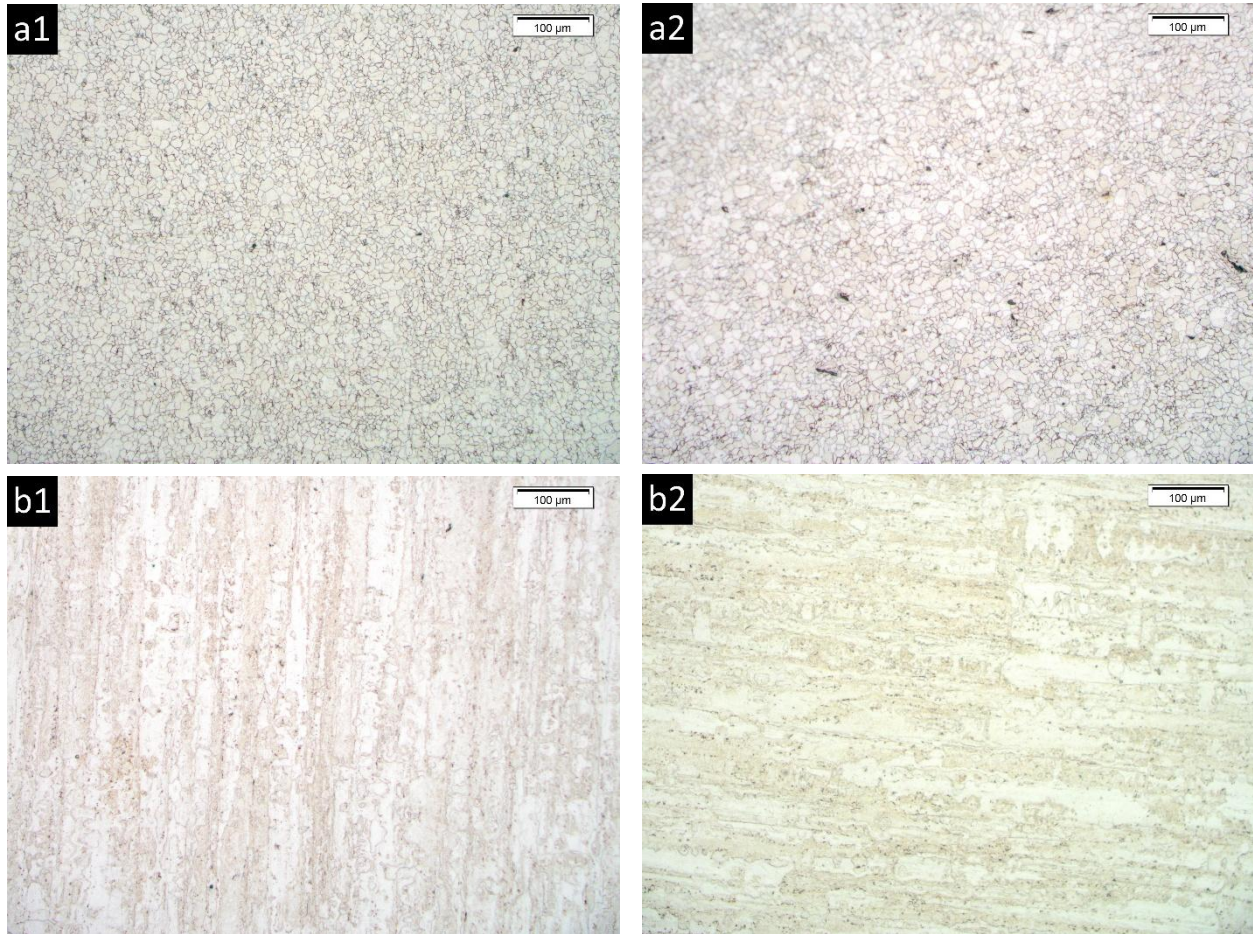
En la tabla 2 se presentan los valores de composición química para los aceros estudiados. Es posible anticipar, dado el bajo porcentaje de carbono, que para cada uno de los aceros la microestructura presentará una única fase que, según el diagrama Fe – Fe<sub>3</sub>C presentado anteriormente; corresponde a hierro alfa (Fe -  $\alpha$ ) o también llamada ferrita. Lo anterior se comprueba observando la figura 7.

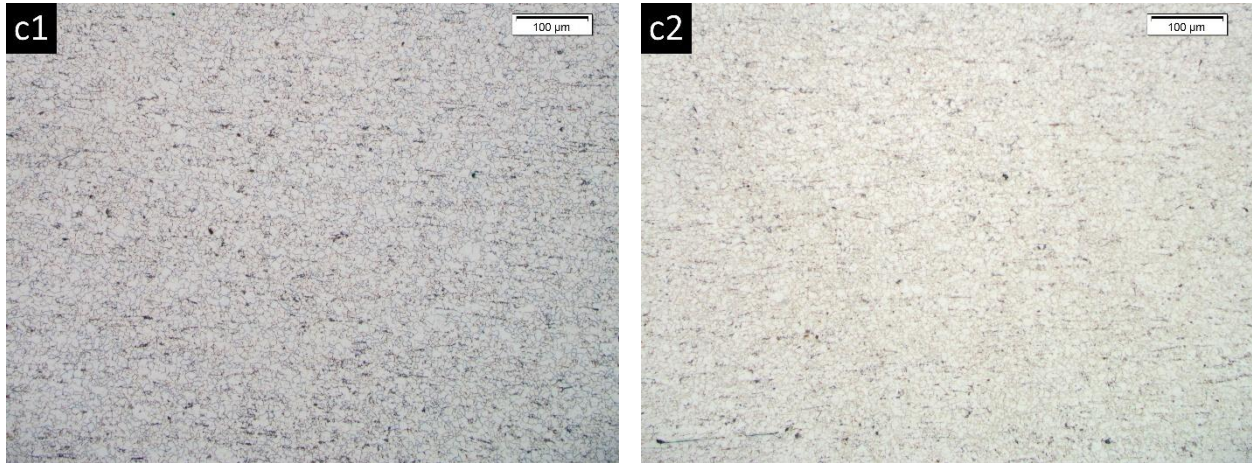
**Tabla 2***Composición química de los aceros estudiados*

<b>Acero</b>	<b>% Fe</b>	<b>% C</b>	<b>% Si</b>	<b>% Mn</b>	<b>% P</b>	<b>% S</b>
AE1	99,59	0,032	0,0022	0,227	0,014	0,0079
AA1	99,52	0,041	0,0038	0,237	0,039	0,012
AE2	99,54	0,068	0,015	0,215	0,019	0,007

**Figura 7**

*Micrografías de las muestras suministradas, 200X*





*Nota.* Micrografías ópticas de (a 1-2) AE1 muestras 1 y 2 respectivamente, (b 1-2) AA1 muestras 1 y 2 respectivamente y (c 1-2) AE2 muestras 1 y 2 respectivamente.

De acuerdo con el contenido de carbono de las muestras, la fase predominante en todos los aceros corresponde a ferrita, tal como era de esperarse. Sin embargo, es probable la existencia de trazas de cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) localizadas en los límites de grano, las cuales resultan indetectables mediante microscopía óptica. Esto se debe a que los aceros analizados no pertenecen a la categoría de ultra bajo carbono, cuya concentración típica es inferior a 30 ppm (0,003%) (Yadav et al., 2021).

Las Figuras 7a(1-2) y 7c(1-2), correspondientes a los aceros AE1 y AE2, muestran una microestructura ferrítica equiaxial, ligeramente más refinada en el acero AE2. En contraste, el acero AA1 (Figura 7b(1-2)) exhibe granos elongados con regiones aisladas de granos equiaxiales, lo que sugiere un historial de deformación plástica o un procesamiento termomecánico diferencial.

El tamaño de grano promedio se determinó mediante el método del intercepto lineal, de acuerdo con la norma ASTM E112 (ASTM, 2024). Los valores obtenidos para cada muestra se presentan en la Tabla 3 y constituyen la base para correlacionar la microestructura con el comportamiento de difusión y permeación del hidrógeno evaluado posteriormente.

**Tabla 3***Tamaño de grano promedio de los aceros*

<b>Acero</b>	<b>Tamaño de grano muestra 1 (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Tamaño de grano muestra 2 (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
AE1	$9,4 \pm 2,7$	$9,4 \pm 2,4$
AA1 (Longitudinal)	$78,6 \pm 15,1$	$61,1 \pm 20,4$
AA1 (Transversal)	$14,5 \pm 3,9$	$15,7 \pm 3,1$
AA1 (equiaxiales)	$20,6 \pm 8,2$	$19,7 \pm 4,9$
AE2	$6,7 \pm 1,9$	$6,7 \pm 1,6$

En concordancia con lo mostrado en las micrografías, el acero con mayor tamaño de grano es el AA1, seguido de los aceros equiaxiales 1 y 2. Los tamaños de grano de los aceros equiaxiales corresponden a números de grano ASTM G 10,5 para el acero AE1 y 11,5 para el acero AE2 (ASTM, 2024). Para efectos de propiedades mecánicas de las muestras se realizó un ensayo de microdureza, cuyos resultados se muestran en la tabla 4.

**Tabla 4***Microdureza de los aceros estudiados*

<b>Acero</b>	<b>Dureza muestra 1 (HV)</b>	<b>Dureza muestra 2 (HV)</b>
AE1	$126,8 \pm 2,4$	$147,7 \pm 6,1$
AA1	$243,23 \pm 6,3$	$234,8 \pm 11,1$
AE2	$150 \pm 4,2$	$161,2 \pm 7,8$

*Nota.* El ensayo de dureza de los aceros AE1 y AA1 fue realizado con una carga de 0,1 Kgf, mientras que para el acero AE2 fue utilizada una carga de 0,05 Kgf.

El ensayo de microdureza revela que los aceros equiaxiales presentan una dureza, a grandes rasgos, acorde a su tamaño de grano; es decir, a mayor tamaño de grano menor dureza y viceversa (Cajero-Medina & Melchor-Leal, 2022); con diferencias entre muestras, las cuales pueden explicarse por el trabajo mecánico realizado durante el lijado; el cual induce tensiones residuales en la superficie y depende de la fuerza aplicada (Yamamoto et al., 2004).

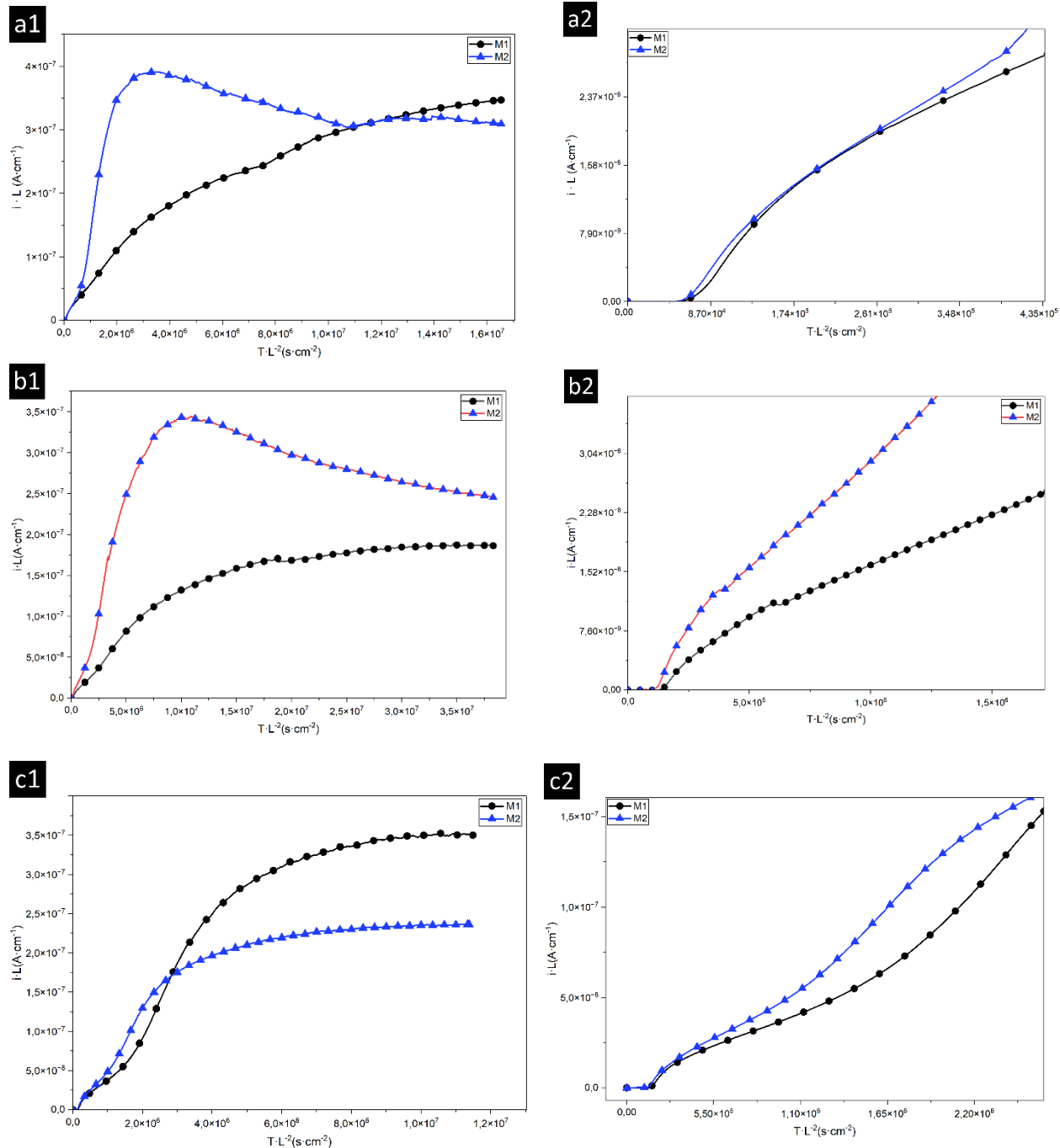
El acero AA1 mostró la mayor dureza esto puede explicarse por el efecto del laminado, en el cual los granos se deforman acumulando tensiones residuales, aumentando las propiedades mecánicas (Shaabani et al., 2024).

#### **4.2 Permeación electroquímica de hidrógeno**

Los resultados de permeación de hidrógeno para las muestras de cada acero se presentan en la Figura 8, donde se muestra la evolución del flujo de hidrógeno expresado en su equivalente farádico ( $A/cm^2$ ) a partir del momento en que se aplica una corriente catódica de  $10 mA/cm^2$  en la celda de entrada. Con el fin de facilitar la comparación y el análisis de los resultados, los valores de densidad de corriente y tiempo fueron normalizados con respecto al espesor ( $L$ ) de cada lámina estudiada, permitiendo así una evaluación más precisa del comportamiento difusivo del hidrógeno en los diferentes materiales.

**Figura 8**

*Resultados de permeación electroquímica de hidrógeno para cada acero*



*Nota.* Curvas de permeación de (a 1-2) estado estacionario y transitorio de las muestras 1 y 2 de AE1, (b 1-2) estado estacionario y transitorio de las muestras 1 y 2 de AA1 y (c 1-2) estado estacionario y transitorio de las muestras 1 y 2 de AE2.

En las curvas de la figura 8 es posible observar dos etapas; una primera etapa en la cual evoluciona el estado transitorio de la densidad de corriente registrada (vista del transitorio acercada en a2, b2 y c2), es decir, el flujo de hidrógeno y una segunda etapa en la que se observa un comportamiento parcialmente asintótico, pero sin llegar a estabilizarse en un valor fijo de corriente; teóricamente debería estabilizarse en un valor de corriente constante. Que no se llegue a un valor de corriente estacionario y que difiera entre muestras en tiempos prolongados puede explicarse por efectos superficiales tanto en la celda de carga como en la de detección, así como también el pretratamiento de la superficie, el cual puede generar diferentes tipos de oxidación superficial debido a trazas de vapor de agua que quedan atrapadas en vacíos microscópicos producidos por la deformación del pulido (Kiuchi & McLellan, 1989; Zafra et al., 2022). También es posible observar que en la figura 8b 1-2 incluso en el estado transitorio difiere, esto puede explicarse por el gas utilizado para el desaireado de las soluciones y efectos de turbulencia al verter la solución en las celdas tanto de entrada como de salida. Fue empleado nitrógeno previo al ensayo de permeación de la primera muestra del acero AA1 mientras que el gas utilizado para desairear la solución previo al ensayo de permeación de la segunda muestra fue argón; es posible que el argón, por presentar mayor densidad que el nitrógeno, haya evitado una recontaminación de la solución con oxígeno, lo que acelera procesos de oxidación que tienen lugar en la superficie de entrada generando inestabilidad en la absorción del hidrógeno (Van den Eeckhout et al., 2023).

Por tanto, el cálculo del coeficiente de difusión por el método de tiempo de retardo o time lag no pudo aplicarse.

A partir de estos transitorios se calculó el valor del coeficiente de difusión aparente ( $D_{app}$ ) mediante el método de breakthrough time o tiempo tangente ( $t_b$ ) planteado por Boes & Züchner (Boes & Züchner, 1975; Park et al., 2008); es posible utilizarlo dado que, se define como el tiempo necesario para que la primera partícula llegue al lado de detección luego de iniciada la carga de hidrógeno en la celda de entrada (Pérez, 2015; Nagumo & Michihiko, 2023). La tabla 5 muestra los valores obtenidos para cada muestra y para cada acero.

**Tabla 5**

*Coefficientes de difusión aparente y tiempo tangente de cada acero*

	$t_b$ M1	$t_b$ M2	$D_{app}$ M1	$D_{app}$ M2	Promedio
Acero	(s)	(s)	( $\times 10^{-7} \text{cm}^2/\text{s}$ )	( $\times 10^{-7} \text{cm}^2/\text{s}$ )	( $\times 10^{-7} \text{cm}^2/\text{s}$ )
AE1	217,21	186,05	11,429	8,237	$9,833 \pm 2,25$
AA1	54,96	47,88	3,687	4,232	$3,959 \pm 0,38$
AE2	93,19	122,34	3,398	3,727	$3,562 \pm 0,23$

Los valores obtenidos para cada muestra de los aceros concuerdan con los rangos obtenidos en distintos estudios para aceros con contenidos de hierro y carbono similares a los de este trabajo (Benassi, 2013; Park et al., 2008; Zafra et al., 2022). La máxima desviación de los resultados entre muestras resulta en el acero AE1, esto probablemente se deba a efectos de endurecimiento superficial por efecto del lijado, dado que la muestra 2 presenta una dureza ligeramente mayor. En

cuanto al acero AA1, cuyo transitorio entre muestras difiere, el método del tiempo tangente muestra que, a efectos de difusión, se obtienen comportamientos similares.

En la tabla 6 se muestra la permeabilidad para cada muestra de los aceros, así como la solubilidad aparente; calculadas según las ecuaciones  $J_{\infty}L = i_p^{\infty}L/nF$  y  $C_{app} = J_{\infty}L/D_{app}$  (Addach et al., 2009). Donde  $i_p^{\infty}$  es la densidad de corriente de permeación en el estado estacionario,  $D_{app}$  es el coeficiente de difusión aparente,  $n$  el número de electrones transferidos en la reacción,  $F$  la constante de Faraday (para el cálculo se utilizó como 96485 C/mol),  $L$  es el espesor de la probeta y  $J_{\infty}L$  la permeabilidad.

**Tabla 6**

*Flujo y solubilidad aparente de cada acero*

	$i_p^{\infty}$ M1	$i_p^{\infty}$ M2	$J_{\infty}L$ M1	$J_{\infty}L$ M2	$C_{app}$ M1	$C_{app}$ M2
Acero	( $\times 10^{-6}$ A/cm <sup>2</sup> )	( $\times 10^{-6}$ A/cm <sup>2</sup> )	( $\times 10^{-12}$ mol/cm·s)	( $\times 10^{-12}$ mol/cm·s)	( $\times 10^{-6}$ mol/cm <sup>3</sup> )	( $\times 10^{-6}$ mol/cm <sup>3</sup> )
AE1	5,17	6,79	3,75	3,87	3,28	4,69
AA1	9,23	12,4	1,91	2,57	5,19	6,07
AE2	13,6	7,74	3,52	2,41	10,37	6,46

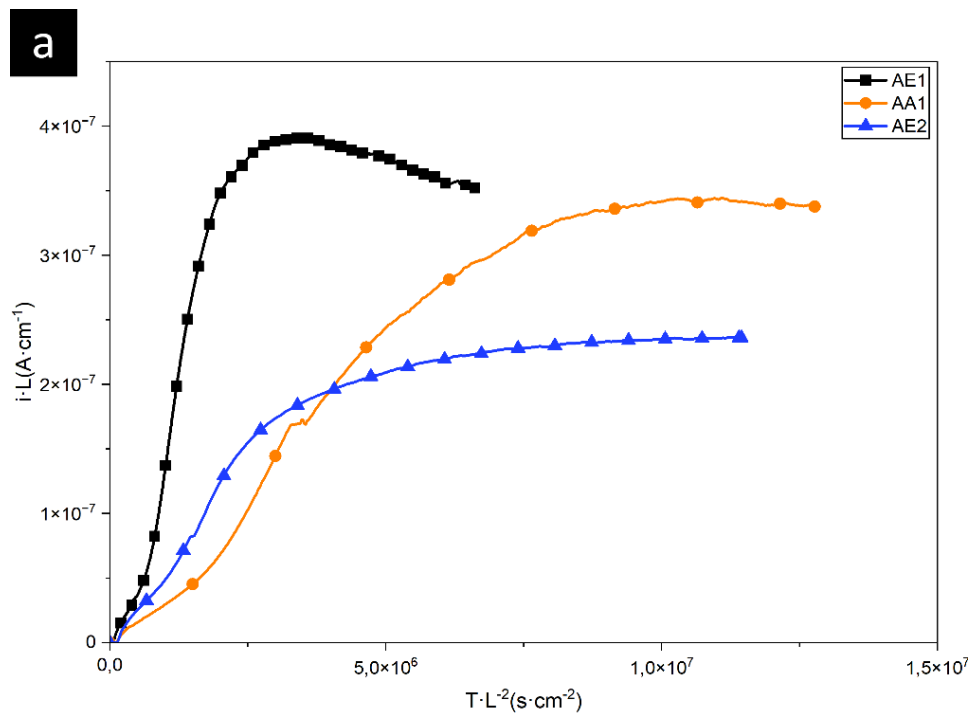
A partir de los resultados de la permeabilidad y del coeficiente de difusión se observa que en los aceros con microestructura equiaxial a medida que  $D_{app}$  y  $J_{\infty}L$  disminuyen  $C_{app}$  aumenta. Un estudio de Park, et al. (2008) asegura que existe una proporcionalidad inversa entre el atrapamiento de hidrógeno y la permeabilidad junto con el coeficiente de difusión. En el caso de este estudio sólo se observó dicha proporcionalidad inversa con el coeficiente de difusión.

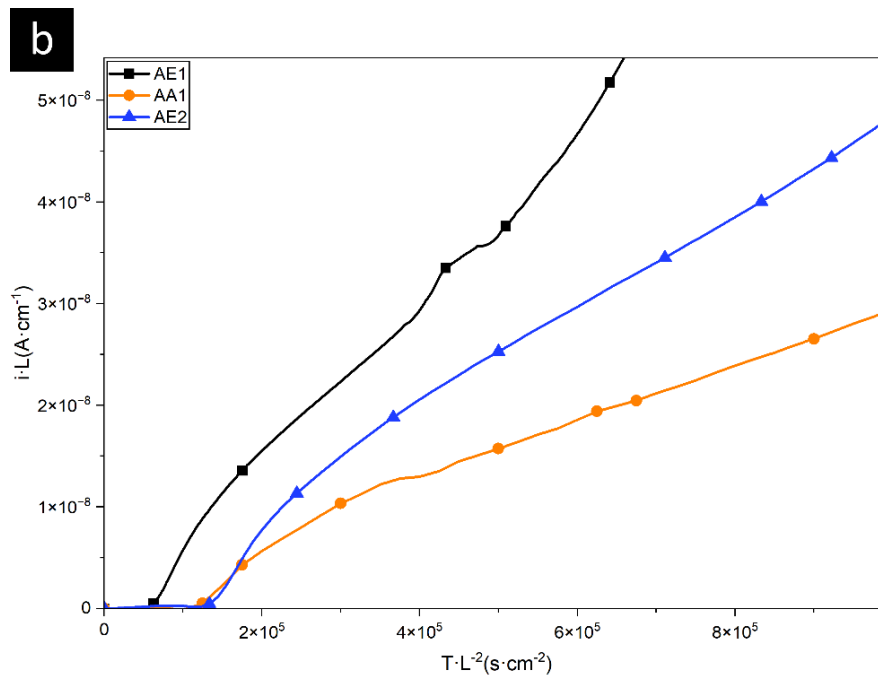
### 4.3 Efecto de la microestructura

Para analizar los efectos de la microestructura en la difusión de hidrógeno en los aceros estudiados, se presenta la comparativa de los tres aceros en la figura 9. Para relacionar los datos hasta ahora presentados, se normalizaron los valores de la densidad de corriente y el tiempo respecto al espesor de las muestras.

**Figura 9**

*Estado estacionario y transitorio para cada acero*





Se observa en la figura 9a que el acero AE1 presenta un transitorio mucho más rápido que los aceros AA1 y AE2, lo cual era de esperarse; ya que, si bien no es el acero con el mayor tamaño de grano, es el acero cuya dureza es, en promedio, la menor; como se observa en las tablas 3 y 4 lo que significa que presenta una menor densidad de dislocaciones (Drexler et al., 2020). Un menor tamaño de grano implica una mayor densidad de bordes de grano por unidad de volumen, lo que incrementa el número de sitios disponibles para el atrapamiento de hidrógeno, principalmente en trampas reversibles (Pressouyre, 1979). En consecuencia, el acero AE2, al presentar un tamaño de grano más fino, exhibe un coeficiente de difusión menor y, por tanto, una permeabilidad reducida al hidrógeno.

En la Figura 9b se observa un comportamiento similar en la zona transitoria inicial de los aceros AA1 y AE2. A pesar de la diferencia considerable en el tamaño de grano, ambos presentan coeficientes de difusión comparables. Este resultado puede atribuirse a la dureza del acero AA1,

ya que el trabajo de deformación plástica al que fue sometido incrementa la densidad de dislocaciones en su red cristalina, lo que conduce a un coeficiente de difusión más bajo.

Asimismo, en el régimen estacionario se evidencia que la densidad de corriente registrada para el acero AA1 es superior a la observada en AE2. Este comportamiento corrobora que el coeficiente de difusión en AA1 está influenciado por la alta densidad de dislocaciones —asociadas a su mayor dureza— (Drexler et al., 2020; Shaabani et al., 2024), mientras que en el acero AE2 la difusión está condicionada principalmente por los bordes de grano. Una densidad de corriente estacionaria más alta implica una mayor liberación de hidrógeno, lo cual concuerda con lo propuesto por Pressouyre (1979), quien señala que las dislocaciones actúan como trampas reversibles que facilitan la salida del hidrógeno, en tanto que los bordes de grano representan trampas parcialmente irreversibles donde parte del hidrógeno permanece retenido.

La cantidad de sitios o número de trampas de hidrógeno totales, mostrado en la tabla 7, puede ser calculado mediante la ecuación 7 (Zheng et al., 2022).

$$N_t = N_L \left( \frac{D_L}{D_{app}} - 1 \right) e^{-\frac{E_b}{RT}} \quad (7)$$

Donde  $N_t$  es la cantidad de sitios de atrapamiento de hidrógeno por unidad de volumen,  $N_L$ ,  $D_L$  y  $E_b$  son la densidad de sitios intersticiales en el acero, el coeficiente de difusión en ferrita pura y la energía de atrapamiento del hidrógeno tomado como  $5,2 \times 10^{29}$  sitios/m<sup>3</sup>,  $7,2 \times 10^{-5}$  y 0,3 eV respectivamente (Zheng et al., 2022; Haq et al., 2013).

**Tabla 7***Número de sitios de atrapamiento de hidrógeno de las muestras*

<b>Acero</b>	<b><math>N_t</math> Muestra 1 (<math>\times 10^{20} \text{cm}^{-3}</math>)</b>	<b><math>N_t</math> Muestra 2 (<math>\times 10^{20} \text{cm}^{-3}</math>)</b>
AE1	2,18	3,04
AA1	6,83	5,95
AE2	7,42	6,76

Los resultados muestran que los aceros AA1 y AE2 presentan un número significativamente mayor de sitios de atrapamiento que el acero AE1, lo que concuerda con la influencia de la densidad de dislocaciones y de los bordes de grano en la generación de trampas. Este comportamiento respalda las observaciones obtenidas a partir de las curvas de permeación, confirmando que tanto la microestructura como el historial de deformación del material desempeñan un papel determinante en la movilidad y retención del hidrógeno.

## 5. Conclusiones

El análisis microestructural realizado mediante microscopía óptica permitió identificar dos tipos de morfología en los aceros estudiados. Los aceros AE1 y AE2 presentaron una microestructura ferrítica equiaxial, mientras que el acero AA1 exhibió una morfología predominantemente elongada, resultado del trabajo de deformación plástica al que fue sometido. En todos los casos, la fase predominante correspondió a ferrita ( $\text{Fe-}\alpha$ ), coherente con el bajo contenido de carbono de las aleaciones.

Se evidenció que tanto el tamaño de grano como la deformación plástica influyen significativamente en la dureza de los materiales. El acero AE2, con granos más finos, y el acero AA1, con alta densidad de dislocaciones por deformación, presentaron mayores valores de dureza respecto al acero AE1, de grano más grueso.

Los ensayos de permeación electroquímica de hidrógeno mostraron que el coeficiente de difusión disminuye al reducir el tamaño de grano, debido al incremento de sitios de atrapamiento asociados a los bordes de grano. Este comportamiento se acompaña de un aumento en la solubilidad aparente, lo que indica una mayor retención de hidrógeno en microestructuras finas.

El acero AE1, con microestructura ferrítica gruesa, presentó el mayor coeficiente de difusión y la menor densidad de trampas, mientras que el acero AE2 mostró la menor permeabilidad al hidrógeno, atribuida a la mayor densidad de bordes de grano y a la presencia de trampas parcialmente irreversibles. En contraste, el acero AA1 exhibió una difusión intermedia, controlada principalmente por la alta densidad de dislocaciones, que actúan como trampas reversibles y facilitan la liberación del hidrógeno.

En conjunto, los resultados confirman que la movilidad y retención del hidrógeno en los aceros ferríticos están fuertemente determinadas por la naturaleza de los sitios de atrapamiento generados por la microestructura —bordes de grano y dislocaciones—, siendo el tamaño de grano y el historial de deformación variables críticas en la difusión y permeabilidad del hidrógeno.

## **6. Recomendaciones**

Dadas las inestabilidades presentadas en el flujo en estado estacionario es necesario investigar variables como el espesor de la lámina a ensayar como también recubrimientos en las superficies tanto de carga como de detección que afecten lo mínimo posible y aseguren la reproducibilidad de los ensayos

Adicionalmente, se recomienda el desaireado de las soluciones con argón y/o mezcla de nitrógeno – argón para evitar que se puedan recontaminar las soluciones empleadas en las celdas.

### Referencias Bibliográficas

- Addach, H., Berçot, P., Rezrazi, M., & a, J. T. (2008). Study of the electrochemical permeation of hydrogen in iron. *Corrosion Science*.
- Alireza Shaabani, R. J., & Hosseinipour, S. J. (2024). Mechanical anisotropic behavior of low-carbon steel processed by asymmetric rolling *Heliyon*.
- Arenas-Salcedo, J. G., Godínez-Salcedo, J. G., González-Velázquez, J. L., & Huerta, J. M. M.-. (2020). Effect of Carbon Content and Microstructure on the Diffusion of Hydrogen in Low Carbon Steels In (Vol. vol, 15). *International Journal of ELECTROCHEMICAL SCIENCE* Instituto Politécnico Nacional, Escuela Superior de Ingeniería Metalúrgica, Departamento de Ingeniería Metalúrgica y Materiales, México.
- Askeland, D. R., Wright, W. J., Bhattacharya, D. K., Chhabra, R. P., Peralta Rosales, L., González Velázquez, J. A., & Ponciano Guzmán, J. N. (2022). *Ciencia e ingeniería de materiales*. Cengage Learning.
- ASTM. (2018). Standard Practice for Evaluation of Hydrogen Uptake, Permeation, and Transport in Metals by an Electrochemical Technique. In (Vol. G148-97).
- ASTM. (2022). Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials. In (Vol. E384-22).
- ASTM. (2023a). Standard Practice for Microetching Metals and Alloys In (Vol. E407-23).
- ASTM. (2023b). Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials In (Vol. E92-23).
- ASTM. (2024). Standard Test Methods for Determining Average Grain Size In (Vol. E112 – 24).
- ASTM. (2025a). Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens In (Vol. E3-11).

- ASTM. (2025b). Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel. In (Vol. E45-25).
- BOES, N., & ZOCHNER, H. (1975). ELECTROCHEMICAL METHODS FOR STUDYING DIFFUSION, PERMEATION AND SOLUBILITY OF HYDROGEN IN METALS *Journal of the Less-Common Metals*.
- Borodin, V. I., Lun-Fu, A. V., Kudiiarov, V. N., Lider, A. M., Sakvin, I. S., Bubenchikov, M. A., Ovchinnikov, V. A. (2021). Application of the Electrochemical Permeation Method for Hydrogen Diffusion Coefficient Determination in Pipeline Steel 10G2 *coatings*.
- Cajero-Medina, D. J., & Melchor-Leal, J. M. (2022). Effects of the sub-critical annealing in the microhardness and grain size of the AISI 12L14 steel In (Vol. Vol, 09). IJISSET - International Journal of Innovative Science, Engineering & Technology.
- Callister, W. D. (2009). *INTRODUCCIÓN A LA CIENCIA E INGENIERÍA DE LOS MATERIALES* (2 ed.). Limusa Wiley.
- Devanathan, M. A. V., & Stachurski, Z. (1962). The adsorption and diffusion of electrolytic hydrogen in palladium. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 270(1340), 90–102.  
<https://doi.org/10.1098/rspa.1962.0205>
- Dong, C. F., Li, X. G., Liu, Z. Y., & Zhang, Y. R. (2009). Hydrogen-induced cracking and healing behaviour of X70 steel. *Journal of Alloys and Compounds*, 484, 966–972.  
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.05.085>
- Drexler, A., Siegl, W., Ecker, W., Tkadletz, M., Klösch, G., Schnideritsch, H., Mori, G. K., Svoboda, J., & Fischer, F. D. (2020). Cycled hydrogen permeation through Armco iron—

- A joint experimental and modeling approach. *Corrosion Science*, 176, 109017.  
<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2020.109017>
- Du, Y., Wang, X. N., Du, Z. W., Gao, X. H., Wu, H. Y., & Du, L. X. (2024). Hydrogen diffusivity in dislocation, grain boundary, and lattice of  $\alpha$ -Fe based on electrochemical hydrogen permeation experiments and Maxwell-Garnett calculations. *Corrosion Science*.
- Eeckhout, E. V. d., Verbeken, K., & Depover, T. (2023). Methodology of the electrochemical hydrogen permeation test: A parametric evaluation *international journal of hydrogen energy*. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2023.04.211>
- GALÍNDEZ ESPINOSA, D. A. (2011). "INFLUENCIA DE LOS DIFERENTES COMPONENTES DE UN BAÑO WATTS EN LA ELECTRODEPOSICIÓN Y SOBRE LA MORFOLOGÍA DE LOS RECUBRIMIENTOS DE NÍQUEL CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA".
- Gao, Y., Peng, C., & Zhang, D. (2025). Numerical simulation of hydrogen permeation behavior in corrosion defect areas of hydrogen pipelines under electrochemical environment *International Journal of Hydrogen Energy*. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2025.150598>
- Haq, A. J., Muzaka, K., Dunne, D. P., Calka, A., & Pereloma, E. V. (2013). Effect of microstructure and composition on hydrogen permeation in X70 pipeline steels *international journal of hydrogen energy*.
- Hideaki Iwaoka, Makoto Arita & Zenji Horita (2017) Hydrogen diffusion in ultrafine-grained iron with the body-centered cubic crystal structure, *Philosophical Magazine Letters*, 97:4, 158-168, DOI: 10.1080/09500839.2017.1300702

- Hurtado Noreña, C., & Bruzzoni, P. (2010). Effect of microstructure on hydrogen diffusion and trapping in a modified 9%Cr–1%Mo steel. *Materials Science and Engineering: A*, 527(2), 410–416. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.08.064>
- Imdad, A. (2022). *Influencia de la microestructura en la permeación y en la fragilización por hidrógeno del acero 4140* Universidad de Oviedo].
- Islam, A., Li, Q., Storimans, E., Ton, K., Alam, T., & Farhat, Z. N. (2025). Effect of microstructure on hydrogen permeation and trapping in natural gas pipeline steels In. *NPJ Materials Degradation*.
- KIUCHI, K., & McLELLAN, R. B. (1982). THE SOLUBILITY AND DIFFUSIVITY OF HYDROGEN IN WELL-ANNEALED AND DEFORMED IRON In (Vol. vii, 31). *Acta metall*.
- Li, J., Oudriss, A., Metsue, A., Bouhattate, J., & Feaugas, X. (2017). Anisotropy of hydrogen diffusion in nickel single crystals: the effects of self-stress and hydrogen concentration on diffusion. *Scientific Reports*, 7(1), 45041. <https://doi.org/10.1038/srep45041>
- MANOLATOS, P., JEROME, M., DURET-THUALI, C., & COZE, J. L. (1995). THE ELECTROCHEMICAL PERMEATION OF HYDROGEN IN STEELS WITHOUT PALLADIUM COATING. PART I: INTERPRETATION DIFFICULTIES In (Vol. Vol. 37). *Corrosion Science*.
- Martinez-de-Guerenu, A., Arizti, F., Diaz-Fuentes, M., & Gutierrez, I. (2004). Recovery during annealing in a cold rolled low carbon steel. Part I: Kinetics and microstructural characterization In. *Acta Materialia: ELSEVIER*.
- Nagumo, Michihiko. (2023). *Fundamentals of Hydrogen Embrittlement (2nd Edition) - 4.1.1 Diffusion Coefficient Data*. Springer Nature. Retrieved from:

<https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt013NDLB2/fundamentals-hydrogen/diffusion-coefficient>

Ovejero García, J. (2016). *Degradación de los aceros por efectos del hidrógeno*. INSTITUTO DE ENERGÍA Y DESARROLLO SUSTENTABLE Comisión Nacional de Energía Atómica.

Papavinasam, Sankara. (2014). *Corrosion Control in the Oil and Gas Industry*. Elsevier. Retrieved from <https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpCCOGI006/corrosion-control-in/corrosion-control-in>

Park, G. T., Koh, S. U., Jung, H. G., & Kim, K. Y. (2008). Effect of microstructure on the hydrogen trapping efficiency and hydrogen induced cracking of linepipe steel *Corrosion Science*, 50.

Pérez, A. M. (2006). *Influencia de la microestructura sobre la difusión del hidrógeno en un acero de alto carbono [Universidad Nacional de General San Martín]*. Argentina.

Pérez, A. M. (2015). *Estudio de la difusión y fragilización por hidrógeno de un acero inoxidable súper dúplex [Universidad de Antioquia]*. Colombia.

Pressouyre, G. M. (1979). A classification of hydrogen traps in steel. *Metallurgical Transactions A*, 10(10), 1571–1573. <https://doi.org/10.1007/BF02812023>

Reyes Valdes, F. A. (2004). *EFFECTO DE LA MICROESTRUCTURA EN LAS CONDICIONES DE FLUJO DE HIDRÓGENO A TRAVÉS DE ACEROS AL CARBONO UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON*.

Rumiche, F., Indacochea, J. E., & Wang, M. L. (2007). Assessment of the Effect of Microstructure on the Magnetic Behavior of Structural Carbon Steels Using an Electromagnetic Sensor In (Vol. vol, 17). *Journal of Materials Engineering and Performance*.

Shirzadi, Amir Jackson, Susan. (2014). *Structural Alloys for Power Plants - Operational Challenges and High-Temperature Materials - 5.2.1 The Fe-C Phase Diagram*.

Elsevier. Retrieved from  
<https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt00U8DDG1/structural-alloys-power/fe-c-phase-diagram>

Smith, W. F., Hashemi, J., Murrieta Murrieta, J. E., Betzabe Altamirano, C., Silvia Betzabe Altamirano, C., & Oscar Vidal Arellano, T. (2022). *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de los materiales* (Cuarta edición ed.). McGraw-Hill.

Sobti, A., Chellappandian, R., Neelakantan, L., & Sankaran, S. (2025). On the comparative study of hydrogen permeation behavior between advanced high-strength steels with bainite and martensite-austenite microstructures *International Journal of Hydrogen Energy*. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2025.151501>

The Minerals, Metals & Materials Society. (2023). TMS 2023 152nd Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings - 89.2.2 Electrochemical Hydrogen Permeation Test. Springer Nature. Retrieved from: <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt013NBK31/tms-2023-152nd-annual/electrochemical-hydrogen>

Turnbull, A. (2015). Perspectives on hydrogen uptake, diffusion, and trapping, *International Journal of Hydrogen Energy*. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.06.147>

Van de voorde, M. (2021). *Hydrogen Storage for Sustainability, Volume II*. De Gruyter

Vtilkl, J., & Alefeld, G. (1978). Diffusion of Hydrogen in Metals. In.

Yadav, S., Kamal, A., Sinha, M., & Ghosh, S. (2021). Recrystallization in commercial grade interstitial-free steel, discussing criticality of martensite and massive ferrite nucleation along with mechanical property. *journal of materials research and technology*. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.10.036>

- YAMAMOTO, A., YAMADA, T., NAKAHIGASHI, S., LIU, L., TERASAWA, M., & TSUBAKINO, H. (2004). Effects of Surface Grinding on Hardness Distribution and Residual Stress in Low Carbon Austenitic Stainless Steel SUS316L. In (Vol. Vol. 44). ISIJ International.
- Zafra, A., Harris, Z., Sun, C., & Martínez-Pañeda, E. (2022). Comparison of hydrogen diffusivities measured by electrochemical permeation and temperature-programmed desorption in cold-rolled pure iron *Journal of Natural Gas Science and Engineering*. <https://doi.org/10.1016/j.jngse.2021.104365>
- Zakroczymski, T., Szklarska-Śmiałowska, Z., & Śmiałowski, M. (1975). Effect of arsenic on permeation of hydrogen through steel membranes polarized cathodically in aqueous solution. *Werkstoffe und Korrosion*, 26(8), 617–623.