

## LA AUTORRADIOGRAFIA DE TRITIO COMO FORMA DE DETECCION DEL HIDROGENO EN ACEROS

J.J. González

Departamento de Ciencias e Ingeniería de la Tierra, el Terreno y los Materiales  
E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria  
(Santander)

**Resumen.** El problema de la detección del hidrógeno en los metales es, desde siempre, una cuestión compleja con difícil solución. Si además se pretende encontrar localizaciones preferenciales del mismo en las microestructuras, resulta muy trabajoso poner a punto técnicas que proporcionen viabilidad a este tipo de análisis y de estudios. La autorradiografía de tritio se ha mostrado como una técnica útil en este sentido, puesto que en la hipótesis de un comportamiento análogo de hidrógeno y tritio a nivel difusividad y atrapamiento en microestructuras metálicas, la detección de este último puede ser realizada merced a sus propiedades de descomposición radiactiva con emisión de una partícula subatómica dotada de carga eléctrica. La modelización de los fenómenos de Corrosión Bajo Tensión como decohesiones y roturas del material en la zona plástica de fondo de fisura, en la cual se supone una concentración importante de hidrógeno, puede recibir un sensible impulso gracias a esta técnica mediante la cual es posible cuantificar concentraciones relativas de tritio a nivel macroscópico sobre la superficie de probetas sometidas a CBT en medios agresivos tritiados. Experiencias llevadas a cabo de este modo proporcionan resultados esperanzadores para tamaños grandes de zonas plásticas y han dado lugar a un importante trabajo en este sentido en forma complementaria a los ensayos clásicos en Corrosión Bajo Tensión.

### 1. INTRODUCCION

El papel desempeñado por el hidrógeno en procesos de fragilización de ciertos metales y aleaciones metálicas es bien conocido a todos los niveles [1]. En particular, en lo que se refiere a la Corrosión Bajo Tensión en aceros de alta resistencia, existen hoy en día muchas teorías [2,3] que relacionan estos procesos con la entrada, el atrapamiento y el deterioro producido por el hidrógeno en las microestructuras.

El efecto fragilizante del hidrógeno en la CBT se le supone muy asociado a la zona plástica de fondo de fisura, puesto que esta zona reúne condiciones suficientes para ser susceptible de una especial fragilización, como son alto estado tensional y gran cantidad de defectos debidos a la deformación plástica. Esta fragilización se concreta en una propagación de fisuras producto de roturas y decohesiones a nivel de esta zona plástica, de modo que el ta-

maño de zona plástica y su microestructura se han revelado como de gran importancia en la caracterización de estos fenómenos [4].

Todos los razonamientos llevados a cabo de acuerdo con la hipótesis del daño por hidrógeno en CBT de aceros de alta resistencia son, en general, acordes con la realidad experimental y ello da lugar a que esta teoría sea generalmente aceptada. No obstante, la presencia física real de una elevada concentración de hidrógeno en las zonas plásticas de fondo de fisura es una cuestión que invita a ser verificada directamente con los medios disponibles en cada caso, de forma que para seguir adelante en las modelizaciones de los fenómenos de CBT relacionados con el hidrógeno es útil que exista la certeza de que las premisas básicas de partida son tal y como se las supone.

La detección del hidrógeno dentro de las estructuras cristalinas con enlace metálico es una tarea difícil, y su ten-

dencia adicional al atrapamiento en los defectos de la microestructura le configuran como un elemento químico de muy especiales características y comportamiento en solución sólida. Las técnicas que intentan demostrar la presencia y cuantificar la concentración del mismo no de forma global en una masa de material, sino de forma selectiva en una cierta zona del mismo (zona plástica de fondo de fisura) se basan fundamentalmente en la estrategia de exponer al material a la presencia de una mezcla controlada de hidrógeno y alguno de sus isótopos más pesados (deuterio y tritio) y más fácilmente detectables.

Admitiendo que las difusividades y solubilidades en la red cristalina y la tendencia al atrapamiento en los defectos de la misma es similar o parecida en el caso del hidrógeno que en el caso de sus isótopos pesados, al llevar a cabo la detección de estos últimos merced a alguna de sus propiedades diferenciales, se hace indirectamente una evaluación de la presencia del hidrógeno en las microestructuras metálicas. Así, con las limitaciones correspondientes de estas detecciones se puede avanzar en el estudio y en la confirmación de las hipótesis hechas sobre el papel del hidrógeno en la CBT.

## 2. LA AUTORADIOGRAFIA DEL TRITIO

De acuerdo con lo expuesto en el apartado anterior, las técnicas de detección del hidrógeno por medio de su isótopo más pesado,  $T_1^3$ , se basan en la introducción artificial en las microestructuras metálicas de una proporción alta de tritio junto al hidrógeno, procedente en general de un medio acuoso (agua tritiada).

La actividad del tritio está asociada a la inestabilidad de su núcleo (un protón y dos neutrones) que tiene tendencia a emitir una partícula  $\beta$  (electrón) y transformarse en helio  $He_2^3$  ya estable siendo su período de semidesintegración en torno a los doce años. Al ser el tritio un elemento radiactivo las manipulaciones necesarias han de hacerse con precaución en zonas aisladas y la actividad máxima admisible se encuentra limitada; no obstante esta limitación es suficientemente alta como para poder obtenerse resultados útiles. Por otra parte, la adherencia del tritio sobre las superficies metálicas es alta (tritio adsorbido) y es preciso dejar pasar ciertos períodos de tiempo antes de poder manipular libremente las muestras sometidas a la presencia de este elemento.

Al igual que el hidrógeno, el tritio que penetra en la red cristalina es un intersticial con una cierta solubilidad en ella y una alta tendencia al atrapamiento en los accidentes microestructurales de la misma, siendo su movilidad (difusión y atrapamiento) función directa de la temperatura. Su tendencia a permanecer atrapado o a escapar de

las trampas hacia la red y al exterior es función de la profundidad de las mismas o, equivalentemente, de la energía asociada a ellas. Clásicamente son considerados como trampas de baja energía los defectos cristalinos lineales (dislocaciones) en tanto que son trampas de energía más alta las interfases de la red (carburo-ferrita) los precipitados incoherentes, los bordes de grano, las inclusiones no metálicas, las microcavidades y otras discontinuidades de tipo tridimensional.

La facilidad de detección del tritio se basa en su radioactividad, y hay dos formas básicas de realizar esta detección. Por un lado están los contadores clásicos que hacen una detección global del tritio contenido en una cierta muestra metálica introducida en una cámara o recinto de control; y por otro lado las películas  $\beta$ -sensibles que, puestas en contacto físico con la superficie de la muestra, permiten tras una exposición y un revelado, la observación de la actividad del tritio atrapado y su distribución en la microestructura, según el poder de resolución del sistema.

En ambos casos citados cabe destacar que la detección descrita permite observar y cuantificar actividades del tritio que se encuentre muy próximo a la superficie del material, en una profundidad del orden de 1 a 3  $\mu\text{m}$ , puesto que a partir de ahí la emisión de una partícula  $\beta$  es imperceptible en el exterior del metal. Las observaciones en el interior de las muestras precisan un corte de forma que la zona a estudiar sea visible, con las dificultades inherentes a dicha operación, susceptible de afectar a la distribución del tritio en el entorno de la zona de corte.

Se denomina generalmente autorradiografía de tritio a la operación de detección de la presencia y concentración del mismo por medio de películas de tipo  $\beta$ -sensible, situadas sobre la superficie de la muestra. Hay dos versiones de dicha operación: autorradiografía por emulsión y por film.

La primera de ellas, consiste en depositar sobre la muestra una delgada película de emulsión fotográfica que queda en espera de que sea activado el proceso de precipitación de la plata a partir de su sal por los electrones emitidos. Tras una operación de revelado pueden observarse por microscopía electrónica de barrido (MEB) sobre la probeta los granos de plata que muestran los sitios preferenciales de localización del tritio en la microestructura (bordes de grano, precipitados, inclusiones, etc) con una gran resolución; no obstante no permite observar desde una perspectiva macroscópica la distribución del mismo en una probeta tipo DCB sometida a un proceso de CBT en medio tritiado.

La autorradiografía por film se realiza depositando sobre la superficie de la probeta un trozo de film de tamaño adecuado y manteniendo esa situación durante un cierto tiempo de exposición. Finalmente una operación de revelado permite al film mostrar en forma visible la información sobre el tritio presente en la microestructura. Dicha información puede ser analizada bajo un punto de vista cualitativo, mediante positivado en papel fotográfico y observación directa, o bajo un punto de vista cuantitativo mediante un análisis por microdensitometría óptica que permite establecer con precisión el grado de oscurecimiento del film durante la exposición. La resolución obtenida con el film es menor que la que permite la emulsión, no obstante es posible hacer observaciones macroscópicas de la distribución del tritio sobre una probeta clásica de tipo DCB y en especial analizar lo que sucede sobre las regiones superficiales exteriores de las zonas plásticas del fondo de la fisura propagada en CBT.

Los tiempos de exposición de las películas (emulsión y film) en contacto con el material tritiado son en general largos, pudiendo oscilar entre unos pocos días cuando la actividad del mismo es alta, y cinco o seis semanas cuando la actividad del material tritiado es más baja.

### 3. PROCEDIMIENTO OPERATIVO

La manipulación experimental de medios tritiados con tal elemento radiactivo requiere unas precauciones especiales y debe ser llevada a cabo bajo un riguroso control por personal suficientemente capacitado. Sin embargo, cuando las actividades son bajas, el peligro disminuye y las muestras pueden ser manipuladas con precauciones muy inferiores. Es por ello que toda operación con agua tritiada ha de ser llevada a cabo en el interior de un recinto aislado con ventilación forzada permanente y control riguroso de la actividad interna.

La puesta en marcha de un ensayo de Corrosión Bajo Tensión sobre una probeta tipo DCB en un medio agresivo basado en agua tritiada, en general soluciones al 3,5% NaCl con un pH variable según el ensayo, se realiza en tres fases diferenciadas. La primera de ellas consiste en la puesta en carga de la probeta prefisurada por fatiga y la protección de ciertas partes de la misma (sistema de tornillos, roscas, etc) que evite al máximo la adsorción del tritio sobre las superficies metálicas aumentando la actividad del conjunto de forma inútil.

En segundo lugar, el ensayo de CBT propiamente dicho se lleva a cabo dentro del recinto aislado donde, adicionalmente, existen células de ensayos de pequeño tamaño y material transparente en las que se introducen probeta tensionada y medio agresivo tritiado, pudiendo ponerse

en marcha si es necesario un sistema electroquímico de carga catódica de tritio e hidrógeno para acentuar el efecto agresivo. Tras un tiempo de exposición a la CBT en torno a varias horas, se interrumpe el proceso y se extrae la probeta, que una vez lavada debe ser dejada en reposo dentro de la cámara un período de uno o dos días hasta que el tritio adsorbido emigre en su mayor parte y la actividad de la probeta disminuya suficientemente.

Finalmente en la tercera fase la probeta es extraída de la cámara aislada, se verifica la propagación de la fisura, pudiendo ser o no destensionada según se precise, y se lleva a cabo una limpieza general en papel abrasivo y un pulido con diamante hasta brillo espejo en la cara que va a ser expuesta a la emulsión o al film  $\beta$ -sensible.

Tras estas operaciones en las que el hidrógeno-tritio adsorbido y atrapado débilmente ha escapado en su totalidad, se coloca la película sobre una cara de la muestra, con interposición de una delgada capa que protege de la corrosión al material ferroso, y se sitúa el conjunto en una caja cerrada (con ausencia de luz) a baja temperatura ( $-20^{\circ}\text{C}$ ) y con un vacío de  $10^{-2}$  torr para permitir la exposición durante días o semanas. A la temperatura citada se intenta que el hidrógeno-tritio que resta atrapado en la probeta no siga escapando y sea factible su detección.

Finalmente la película impresionada ha de ser revelada, con la probeta en el caso de emulsiones o sin ella en el caso del film. Se puede hacer una nueva deposición de película, o bien se puede elevar la temperatura de la probeta para provocar una salida parcial del tritio y volver a hacer deposiciones, comprobándose así su movilidad y el grado de profundidad de las trampas, así como cualquier otra manipulación que pueda reportar resultados útiles.

### 4. RESULTADOS

Sobre muestras de acero AISI 4120 de composición química dada por la Tabla I se mecanizaron probetas de tipo DCB (double cantilever beam) de 38 mm de longitud que fueron sometidas a un tratamiento térmico de normalización con austenitización a  $860^{\circ}\text{C}$  durante 1 hora y enfriamiento al aire ambiente. La microestructura resultante, de ferrita y perlita posee una dureza media de 210 unidades Vickers, y su caracterización en Corrosión Bajo Tensión permitió conocer el valor umbral en el factor de intensidad de tensiones, de  $135 \text{ MPa m}^{1/2}$  y el tamaño teórico de la zona plástica en dicho umbral, de  $6000 \mu\text{m}$ .

Estas probetas DCB fueron posteriormente puestas en carga hasta un nivel adecuado en el factor de intensidad de tensiones ( $175 \text{ MPa m}^{1/2}$ ) y recubiertas con laca en sus cantos y en los tornillos de forma que el contacto

dencia adicional al atrapamiento en los defectos de la microestructura le configuran como un elemento químico de muy especiales características y comportamiento en solución sólida. Las técnicas que intentan demostrar la presencia y cuantificar la concentración del mismo no de forma global en una masa de material, sino de forma selectiva en una cierta zona del mismo (zona plástica de fondo de fisura) se basan fundamentalmente en la estrategia de exponer al material a la presencia de una mezcla controlada de hidrógeno y alguno de sus isótopos más pesados (deuterio y tritio) y más fácilmente detectables.

Admitiendo que las difusividades y solubilidades en la red cristalina y la tendencia al atrapamiento en los defectos de la misma es similar o parecida en el caso del hidrógeno que en el caso de sus isótopos pesados, al llevar a cabo la detección de estos últimos merced a alguna de sus propiedades diferenciales, se hace indirectamente una evaluación de la presencia del hidrógeno en las microestructuras metálicas. Así, con las limitaciones correspondientes de estas detecciones se puede avanzar en el estudio y en la confirmación de las hipótesis hechas sobre el papel del hidrógeno en la CBT.

## 2. LA AUTORADIOGRAFIA DEL TRITIO

De acuerdo con lo expuesto en el apartado anterior, las técnicas de detección del hidrógeno por medio de su isótopo más pesado,  $T_1^3$ , se basan en la introducción artificial en las microestructuras metálicas de una proporción alta de tritio junto al hidrógeno, procedente en general de un medio acuoso (agua tritiada).

La actividad del tritio está asociada a la inestabilidad de su núcleo (un protón y dos neutrones) que tiene tendencia a emitir una partícula  $\beta$  (electrón) y transformarse en helio  $He_2^3$  ya estable siendo su período de semidesintegración en torno a los doce años. Al ser el tritio un elemento radiactivo las manipulaciones necesarias han de hacerse con precaución en zonas aisladas y la actividad máxima admisible se encuentra limitada; no obstante esta limitación es suficientemente alta como para poder obtenerse resultados útiles. Por otra parte, la adherencia del tritio sobre las superficies metálicas es alta (tritio adsorbido) y es preciso dejar pasar ciertos períodos de tiempo antes de poder manipular libremente las muestras sometidas a la presencia de este elemento.

Al igual que el hidrógeno, el tritio que penetra en la red cristalina es un intersticial con una cierta solubilidad en ella y una alta tendencia al atrapamiento en los accidentes microestructurales de la misma, siendo su movilidad (difusión y atrapamiento) función directa de la temperatura. Su tendencia a permanecer atrapado o a escapar de

las trampas hacia la red y al exterior es función de la profundidad de las mismas o, equivalentemente, de la energía asociada a ellas. Clásicamente son considerados como trampas de baja energía los defectos cristalinos lineales (dislocaciones) en tanto que son trampas de energía más alta las interfases de la red (carburo-ferrita) los precipitados incoherentes, los bordes de grano, las inclusiones no metálicas, las microcavidades y otras discontinuidades de tipo tridimensional.

La facilidad de detección del tritio se basa en su radioactividad, y hay dos formas básicas de realizar esta detección. Por un lado están los contadores clásicos que hacen una detección global del tritio contenido en una cierta muestra metálica introducida en una cámara o recinto de control; y por otro lado las películas  $\beta$ -sensibles que, puestas en contacto físico con la superficie de la muestra, permiten tras una exposición y un revelado, la observación de la actividad del tritio atrapado y su distribución en la microestructura, según el poder de resolución del sistema.

En ambos casos citados cabe destacar que la detección descrita permite observar y cuantificar actividades del tritio que se encuentre muy próximo a la superficie del material, en una profundidad del orden de 1 a 3  $\mu m$ , puesto que a partir de ahí la emisión de una partícula  $\beta$  es imperceptible en el exterior del metal. Las observaciones en el interior de las muestras precisan un corte de forma que la zona a estudiar sea visible, con las dificultades inherentes a dicha operación, susceptible de afectar a la distribución del tritio en el entorno de la zona de corte.

Se denomina generalmente autorradiografía de tritio a la operación de detección de la presencia y concentración del mismo por medio de películas de tipo  $\beta$ -sensible, situadas sobre la superficie de la muestra. Hay dos versiones de dicha operación: autorradiografía por emulsión y por film.

La primera de ellas, consiste en depositar sobre la muestra una delgada película de emulsión fotográfica que queda en espera de que sea activado el proceso de precipitación de la plata a partir de su sal por los electrones emitidos. Tras una operación de revelado pueden observarse por microscopía electrónica de barrido (MEB) sobre la probeta los granos de plata que muestran los sitios preferenciales de localización del tritio en la microestructura (bordes de grano, precipitados, inclusiones, etc) con una gran resolución; no obstante no permite observar desde una perspectiva macroscópica la distribución del mismo en una probeta tipo DCB sometida a un proceso de CBT en medio tritiado.

La autorradiografía por film se realiza depositando sobre la superficie de la probeta un trozo de film de tamaño adecuado y manteniendo esa situación durante un cierto tiempo de exposición. Finalmente una operación de revelado permite al film mostrar en forma visible la información sobre el tritio presente en la microestructura. Dicha información puede ser analizada bajo un punto de vista cualitativo, mediante positivado en papel fotográfico y observación directa, o bajo un punto de vista cuantitativo mediante un análisis por microdensitometría óptica que permite establecer con precisión el grado de oscurecimiento del film durante la exposición. La resolución obtenida con el film es menor que la que permite la emulsión, no obstante es posible hacer observaciones macroscópicas de la distribución del tritio sobre una probeta clásica de tipo DCB y en especial analizar lo que sucede sobre las regiones superficiales exteriores de las zonas plásticas del fondo de la fisura propagada en CBT.

Los tiempos de exposición de las películas (emulsión y film) en contacto con el material tritiado son en general largos, pudiendo oscilar entre unos pocos días cuando la actividad del mismo es alta, y cinco o seis semanas cuando la actividad del material tritiado es más baja.

### 3. PROCEDIMIENTO OPERATIVO

La manipulación experimental de medios tritiados con tal elemento radiactivo requiere unas precauciones especiales y debe ser llevada a cabo bajo un riguroso control por personal suficientemente capacitado. Sin embargo, cuando las actividades son bajas, el peligro disminuye y las muestras pueden ser manipuladas con precauciones muy inferiores. Es por ello que toda operación con agua tritiada ha de ser llevada a cabo en el interior de un recinto aislado con ventilación forzada permanente y control riguroso de la actividad interna.

La puesta en marcha de un ensayo de Corrosión Bajo Tensión sobre una probeta tipo DCB en un medio agresivo basado en agua tritiada, en general soluciones al 3,5% NaCl con un pH variable según el ensayo, se realiza en tres fases diferenciadas. La primera de ellas consiste en la puesta en carga de la probeta prefisurada por fatiga y la protección de ciertas partes de la misma (sistema de tornillos, roscas, etc) que evite al máximo la adsorción del tritio sobre las superficies metálicas aumentando la actividad del conjunto de forma inútil.

En segundo lugar, el ensayo de CBT propiamente dicho se lleva a cabo dentro del recinto aislado donde, adicionalmente, existen células de ensayos de pequeño tamaño y material transparente en las que se introducen probeta tensionada y medio agresivo tritiado, pudiendo ponerse

en marcha si es necesario un sistema electroquímico de carga catódica de tritio e hidrógeno para acentuar el efecto agresivo. Tras un tiempo de exposición a la CBT en torno a varias horas, se interrumpe el proceso y se extrae la probeta, que una vez lavada debe ser dejada en reposo dentro de la cámara un período de uno o dos días hasta que el tritio adsorbido emigre en su mayor parte y la actividad de la probeta disminuya suficientemente.

Finalmente en la tercera fase la probeta es extraída de la cámara aislada, se verifica la propagación de la fisura, pudiendo ser o no destensionada según se precise, y se lleva a cabo una limpieza general en papel abrasivo y un pulido con diamante hasta brillo espejo en la cara que va a ser expuesta a la emulsión o al film  $\beta$ -sensible.

Tras estas operaciones en las que el hidrógeno-tritio adsorbido y atrapado débilmente ha escapado en su totalidad, se coloca la película sobre una cara de la muestra, con interposición de una delgada capa que protege de la corrosión al material ferroso, y se sitúa el conjunto en una caja cerrada (con ausencia de luz) a baja temperatura ( $-20^{\circ}\text{C}$ ) y con un vacío de  $10^{-2}$  torr para permitir la exposición durante días o semanas. A la temperatura citada se intenta que el hidrógeno-tritio que resta atrapado en la probeta no siga escapando y sea factible su detección.

Finalmente la película impresionada ha de ser revelada, con la probeta en el caso de emulsiones o sin ella en el caso del film. Se puede hacer una nueva deposición de película, o bien se puede elevar la temperatura de la probeta para provocar una salida parcial del tritio y volver a hacer deposiciones, comprobándose así su movilidad y el grado de profundidad de las trampas, así como cualquier otra manipulación que pueda reportar resultados útiles.

### 4. RESULTADOS

Sobre muestras de acero AISI 4120 de composición química dada por la Tabla I se mecanizaron probetas de tipo DCB (double cantilever beam) de 38 mm de longitud que fueron sometidas a un tratamiento térmico de normalizado con austenitización a  $860^{\circ}\text{C}$  durante 1 hora y enfriamiento al aire ambiente. La microestructura resultante, de ferrita y perlita posee una dureza media de 210 unidades Vickers, y su caracterización en Corrosión Bajo Tensión permitió conocer el valor umbral en el factor de intensidad de tensiones, de  $135 \text{ MPa m}^{1/2}$  y el tamaño teórico de la zona plástica en dicho umbral, de  $6000 \mu\text{m}$ .

Estas probetas DCB fueron posteriormente puestas en carga hasta un nivel adecuado en el factor de intensidad de tensiones ( $175 \text{ MPa m}^{1/2}$ ) y recubiertas con laca en sus cantos y en los tornillos de forma que el contacto

con el medio agresivo tritiado fuera el mínimo indispensable. Durante la exposición durante dos horas al fenómeno de CBT en dicho medio, se llevó a cabo una carga catódica de tipo intensiostático a 10 mA/cm<sup>2</sup> con el fin de lograr una entrada importante de hidrógeno y tritio en el material. Esta exposición se produjo en el interior de una célula de metacrilato transparente conteniendo una solución 3,5 NaCl con una actividad de 0,5 Ci/cm<sup>3</sup>.

Después de la exposición la muestra fue dejada en espera en el recinto de trabajo hasta que su actividad descendió a niveles admisibles en dos días, y tras ello fue extraída, limpiada y preparada para la deposición del film  $\beta$ -sensible. Dicho film de Amersham (Hyperfilm <sup>3</sup> H) permaneció sobre la muestra durante varios días en el interior de una caja de bronce cerrada al vacío y mantenida a baja temperatura, tras lo cual fue revelado mediante un proceso fotográfico muy similar al convencional.

Los resultados obtenidos proporcionaron imágenes de calidad variable. Una de las más representativas se refleja en la figura adjunta junto a un esquema acotado de la probeta DCB empleada, tras una deposición de film de 40 días de duración hecha sobre la probeta 40 días después de la carga catódica.

La imagen autorradiográfica citada nos muestra el contorno de la probeta merced al tritio adsorbido que aún restaba en las aristas y en las caras de difícil acceso (zona de la entalla) de la misma, y refleja una actividad de tritio generalizada en toda la zona expuesta en su momento a la carga catódica. La microestructura de ferrita y perlita bandeada de laminación se reproduce ligeramente en la imagen autorradiográfica, lo cual revela a dicha microestructura como bastante proclive al atrapamiento de hidrógeno, el cual se produce preferentemente en las interfaces de las láminas de ferrita-cementita dentro de las estructuras perlíticas presentes en la misma.

La zona plástica de fondo de fisura se hace notar claramente puesto que se detecta una zona de fuerte marcaje en el film situada ante el frente de fisura, y de dimensiones coincidentes con las que teóricamente cabe esperar para dicha zona plástica en estado tensional de tensión plana que en este caso es general en todo el espesor de la probeta debido al fuerte tensionamiento y el bajo límite elástico. Esta evidencia confirma de algún modo que esta zona es lugar preferente de atrapamiento y ubicación del hidrógeno en los procesos de CBT, lo cual puede deberse bien al hecho del aumento de solubilidad del hidrógeno en la red cristalina a causa del estado tensional, o bien a la gran cantidad de defectos presentes en la red tras la deformación plástica.

Los análisis de microdensitometría óptica llevados a cabo sobre las zonas oscurecidas de los films impresionados por la radiación  $\beta$  permiten una cuantificación de la concentración de tritio presente en la microestructura que resulta ser proporcional a la densidad óptica. La cuantificación llevada a cabo sobre la probeta de la figura ha dado como resultado una concentración en ppm atómica de 0,02 en la zona plástica (valor máximo) y de 0,008 en las zonas alejadas del valor máximo dentro del marcaje general de fondo de la perlita. Asimismo, se pueden componer gráficos con perfiles de variación de dicha concentración a lo largo de líneas que cruzan la muestra.

Finalmente, admitiendo una proporcionalidad de concentraciones de tritio e hidrógeno en la microestructura y midiendo los contenidos medios de hidrógeno en una masa de este material, se pueden proponer datos numéricos para los valores absolutos de las cantidades de hidrógeno atrapado en dicha microestructura.

## 5. AGRADECIMIENTOS

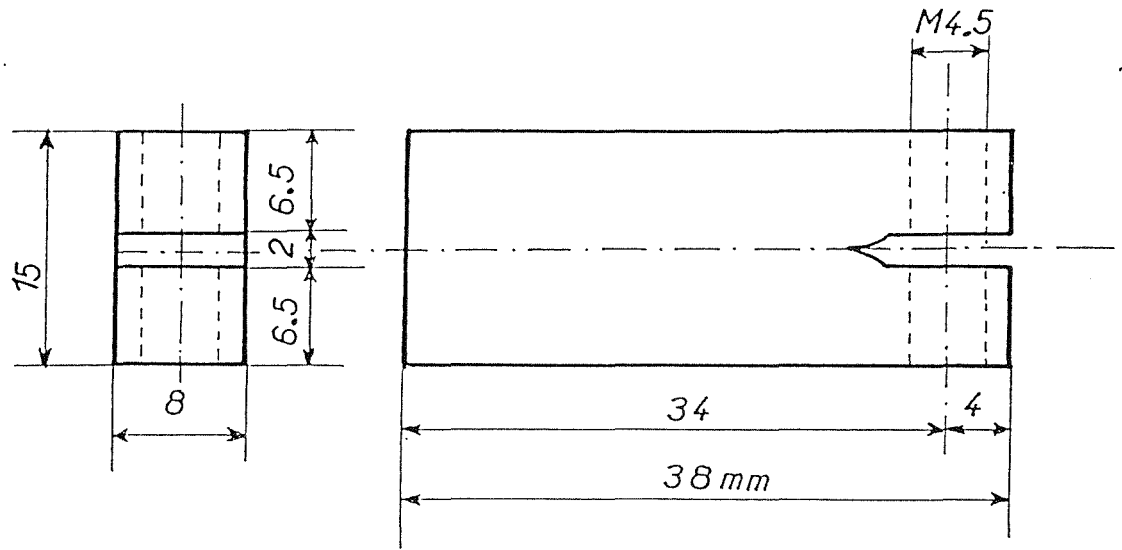
La realización de estos estudios y análisis por parte del autor ha sido posible por la concesión al mismo de una beca con cargo al Proyecto Mercurio, en el marco del acuerdo institucional de cooperación Científica y Cultural Hispano-Francesa.

## 6. BIBLIOGRAFIA

- [1] Hirth J.P., Met Trans. 11A, 861-890, 1980.
- [2] Chêne J. y Brass A.M., "Interactions hydrogène-metal en relation avec le processus de CSC". Ecole d'été CNRS, Bombannes, Eds. Phys. 159, Sept. 1990.
- [3] Thompson A.W. and Bernstein I.M., "The role of Metallurgical variables in hydrogen assisted environmental fracture", Advances in Corrosion Science and Technology, Vol 7, Ed. Fontana y Staehle, 1980.
- [4] Gutiérrez-Solana F., González J.J., Varona J.M., Biezma M.V., "Modelling the stress corrosion cracking of low alloy steels", Corrosion Science, Junio 1993, Pte. Publicación.

**Tabla I:** Composición química del acero AISI 4120

Elemento	C	P	S	Mn	Si	Cr	Mo
%	0,19	0,018	0,014	0,66	0,22	0,95	0,18



Geometría de la Probeta

bandas  
 fevita/perlita  
 consecuencia de  
 la laminación



Autorradiografía de 40 días después de la carga catódica