



# EVALUACIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS EN RECUBRIMIENTOS GALVANIZADOS POR DOBLE INMERSIÓN EN CALIENTE SOBRE ACERO AL CARBONO

## EVALUATION OF MECHANICAL PROPERTIES IN OF DOUBLE-DIP GALVANIZED COATINGS ON CARBON STEEL

Yraima Rico O.<sup>1,\*</sup>, Edwain Carrasquero<sup>2</sup>, Jaime Minchala<sup>3</sup>

### Resumen

Poco se conoce sobre las condiciones operacionales, la microestructura y propiedades de los recubrimientos fabricados por doble inmersión en caliente. Este trabajo tiene como objetivo evaluar propiedades mecánicas de recubrimientos Zn/Zn-5%Al aplicados por la técnica de doble inmersión en caliente, variando los tiempos de inmersión en los baños líquidos. Para la evaluación se realizaron perfiles de microdureza Vickers y ensayos de doblez. Los perfiles de microdureza para diferentes tiempos de inmersión presentan similitudes, mostrando gran heterogeneidad debido a las características microestructurales. Se observa que al aumentar el tiempo de inmersión disminuye el ángulo crítico y el tiempo de inmersión no influye significativamente en la densidad de grietas confinadas y no confinadas. Se concluye que la ductilidad de los recubrimientos se ve influenciada por el espesor total de los mismos, y posiblemente por el espesor de las diferentes zonas y esfuerzos residuales, siendo las muestras recubiertas con tiempo de inmersión de 60 segundos, las que presentan mejor comportamiento ante el ensayo de doblez.

**Palabras clave:** microgrietas, doble inmersión, recubrimientos galvanizados

### Abstract

Little is known about the operational conditions, the microstructure and properties of the coatings manufactured by hot double-dip. The objective of this work is to evaluate the mechanical properties of Zn / Zn-5%Al coatings applied by the hot double-dip technique, varying the immersion times in liquid baths. For the evaluation, Vickers microhardness profiles and bending tests were made. The microhardness profiles for different immersion times show similarities, exhibiting great heterogeneity due to the microstructural characteristics. It is observed that increasing the immersion time decreases the critical angle, and the immersion time does not significantly influence the density of confined and unconfined cracks. It is concluded that the ductility of the coatings is influenced by their total thickness, and possibly by the thickness of the different areas and residual stresses, with the samples being coated for a 60 s immersion time, which present better behavior in the bending test.

**Keywords:** Microcrack, double-dip, galvanized coatings.

<sup>1,\*</sup> Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Universidad Nacional Experimental Politécnica «Antonio José de Sucre», Barquisimeto, Venezuela. Autor para correspondencia ✉: iraricovi@unexpo.edu.ve, iraima.rico@gmail.com.

<http://orcid.org/0000-0002-6670-7741>.

<sup>2</sup> Grupo de Investigación en Caracterización, Procesamiento y Protección de Materiales, Facultad de Ciencias de la Ingeniería, Universidad Estatal de Milagro, Ecuador <http://orcid.org/0000-0001-6551-7316>.

<sup>3</sup> Facultad de Sistemas y Telecomunicaciones, Universidad Estatal Península de Santa Elena, Ecuador

<http://orcid.org/0000-0002-9427-738X>.

Recibido: 25-04-2019, aprobado tras revisión: 20-06-2019

Forma sugerida de citación: Rico O., Y.; Carrasquero, E. y Minchala, J. (2019). «Evaluación de propiedades mecánicas en recubrimientos galvanizados por doble inmersión en caliente sobre acero al carbono». INGENIUS. N.º 22, (julio-diciembre). pp. 80-89. DOI: <https://doi.org/10.17163/ings.n22.2019.08>.

## 1. Introducción

Luego de los procesos de galvanizado en caliente, las piezas de acero recubierto pueden ser sometidas a deformaciones plásticas en procesos de prensado, estampado o doblado. Estos procesos causan una gran deformación en la estructura de los aceros, que a su vez pueden inducir el inicio y la propagación de grietas en los recubrimientos. Una vez que las grietas avanzan, sus aberturas proporcionan pasajes de aire y humedad que conducen a reacciones de oxidación adversas y corrosión tanto en los recubrimientos como en los sustratos de acero. El comportamiento mecánico de recubrimientos galvanizados sobre aceros puede alterar el rendimiento de la respuesta de este ante operaciones que ameriten deformación plástica.

Mientras que el comportamiento ante la corrosión de los aceros galvanizados ha sido rigurosamente investigado, el comportamiento mecánico de los recubrimientos galvanizados es actualmente limitado [1].

Los recubrimientos galvanizados en caliente, en general, son complejos sistemas de múltiples capas que constan de fases o capas con diferentes propiedades termomecánicas, haciendo difícil el análisis del comportamiento mecánico del sistema recubierto acero/recubrimiento; además, debe agregarse a esta dificultad la falta de información sobre las propiedades termomecánicas de las fases individuales que constituyen el recubrimiento, así como de las propiedades de las intercaras [2].

Las fallas en los recubrimientos galvanizados en caliente han sido relacionadas con los esfuerzos residuales que se generan en la fabricación de los mismos. Las microgrietas inducidas en el proceso de solidificación ocurren a menudo en el recubrimiento galvanizado debido al gran desajuste entre los coeficientes de expansión térmica del recubrimiento de zinc y el sustrato de acero, esto puede influir significativamente en la densidad de grietas que se forman en la capa de zinc, y en la posterior delaminación del recubrimiento bajo carga [3].

Son diversas las propiedades mecánicas que pueden ser evaluadas en los recubrimientos. Las propiedades tanto plásticas como elásticas son importantes para una aplicación o exigencia específica. La ductilidad de los recubrimientos depende de factores tales como tamaño de grano, orientación cristalográfica, temperatura de trabajo, espesor del recubrimiento, composición química, morfología y distribución de las fases que constituyen la microestructura del recubrimiento [4].

El proceso de doble inmersión consiste en sumergir el acero de manera consecutiva, en dos baños líquidos con diferentes composiciones químicas es importante mencionar que la mayoría de los procesos de galvanizado por inmersión en caliente son procesos de inmersión simple o única inmersión, donde el acero es sumergido en un baño de composición química es-

pecífica que confiere al recubrimiento sus propiedades mecánicas, químicas y físicas.

Sin embargo, las condiciones operacionales en el proceso de fabricación, la microestructura y propiedades de los recubrimientos galvanizados por doble inmersión Zn/Zn-5%Al han sido muy poco estudiados. Es conocido que los baños Galfan®(Zn-5%Al) proporcionan mayor resistencia a la corrosión y mejor ductilidad que los baños de Zn convencionales, estas cualidades podrían encontrarse en la zona externa del recubrimiento, una vez realizada la segunda inmersión, sin la necesidad de cambiar los sistemas de fluxado en la preparación del acero. La información referente a la posible aplicación industrial, de los recubrimientos por doble inmersión ha sido poco difundida, pero se estima puedan ser utilizados en componentes, inmersos en ambientes corrosivos más severos donde los recubrimientos tradicionales de Zn puro presentan un menor desempeño protector.

En tal sentido, este trabajo de investigación tiene como objetivo evaluar propiedades mecánicas de recubrimientos Zn/Zn-5%Al aplicados por la técnica de doble inmersión en caliente variando los tiempos de inmersión en los baños líquidos.

## 2. Materiales y métodos

Para el desarrollo de la investigación se emplearon muestras de acero AISI 1020 de 100 mm x 38 mm x 3 mm. Las superficies de las muestras se desengrasaron con NaOH al 17 % por 5 minutos a 60 °C; para el decapado se sumergieron en una solución de ácido clorhídrico al 18 % por 1,5 minutos a 80 °C, finalmente, por un tiempo de 5 minutos se sumergieron en una solución de 30 g/600 ml de cloruro de amonio para el fluxado a una temperatura de 70 °C y se secaron con aire a temperatura ambiente. El proceso de galvanización por doble inmersión en caliente de las muestras de acero, se realizó de manera experimental en un horno eléctrico vertical el cual contenía dos crisoles con cada uno de los baños líquidos: El baño tipo I de Zn puro y el baño tipo II de Zn - 5 % en peso de Al (Galfan®), la temperatura de los baños se ubicó en 550 °C ± 10 °C.

La temperatura de trabajo fue determinada mediante ensayos previos, donde se encontró que a temperaturas inferiores la fluidez de los baños de inmersión era notablemente baja, dificultando el proceso de inmersión y emersión de las muestras de acero en los baños líquidos.

Es importante destacar que la evaluación microestructural del recubrimiento por doble inmersión, bajo las mismas condiciones operacionales fue reportada previamente [5], las características microestructurales descritas en [5] serán tomadas como referencia en este trabajo.

Los recubrimientos Zn/Zn-5%Al; se realizaron con diferentes tiempos de inmersión: 30 s en cada baño (Zn puro y Zn con 5 % en peso de Al) para un tiempo total de inmersión de 60 s; 45 s en cada baño para un tiempo total de inmersión de 90 s y 60 s de inmersión en cada baño para un tiempo total de inmersión de 120 s, se galvanizaron 3 muestras para cada tiempo total de inmersión. En la Tabla 1 se pueden observar los parámetros del proceso de galvanizado por doble inmersión.

Las secciones transversales de las muestras galvanizadas por doble inmersión fueron preparadas mediante métodos convencionales, corte con disco abrasivo, desbaste con papel de lija y pulido mecánico con suspensión de alúmina, para determinar los espesores de los recubrimientos mediante microscopía óptica y realizar perfiles de microdureza Vickers.

**Tabla 1.** Parámetros del proceso de galvanizado por doble inmersión

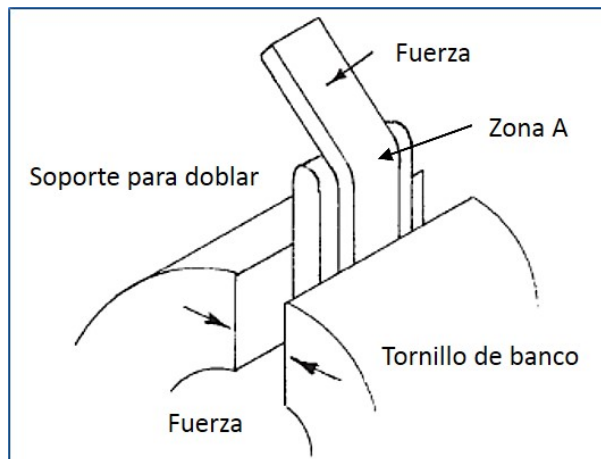
Parámetros operacionales	
Composición química de los baños	Baño tipo I: 100 % Zn Baño tipo II: Zn-5 % en peso Al
Tiempo de inmersión en cada baño	30, 45 y 60 s
Tiempo total de inmersión	60, 90 y 120 s
Modo de inmersión	Quieto
Temperatura de los baños	550 °C ± 10 °C
Enfriamiento luego de la extracción	Aire quieto

Los ensayos de microdureza Vickers se realizaron tomando mediciones desde la intercara acero/recubrimiento a través del recubrimiento hasta la superficie del mismo, con una carga de 50 g, se realizaron seis perfiles de microdureza para cada tiempo total de inmersión, realizando indentaciones cada 50 µm aproximadamente y se graficaron los valores obtenidos versus la distancia para cada tiempo total de inmersión.

Para evaluar la ductilidad relativa de los recubrimientos, las muestras fueron deformadas hasta el ángulo crítico; entendiéndolo como el ángulo bajo el cual se observa visualmente al momento del ensayo, el inicio del agrietamiento macroscópico del recubrimiento en la zona crítica de deformación [6]. El arreglo utilizado para el ensayo de doblez es el arreglo B de ensayos semiguados sugerido por la norma ASTM E-290 [7], ver la Figura 1.

Posteriormente, se examinaron las secciones transversales de las muestras ensayadas mediante microscopía óptica, con la finalidad de identificar los diferentes tipos de grietas y describir cualitativa y cuantitativamente el daño inducido por la flexión. Para esto se determinó la densidad de las grietas (número

de grietas/mm) formadas perpendicularmente a la intercara acero/recubrimiento, en la zona tensionada de las muestras. Estas mediciones se realizaron a lo largo de un arco de 20 mm de longitud, simétrico al máximo punto de flexión (Zona A), como se muestra en la Figura 1 [8].



**Figura 1.** Esquema del ensayo de flexión norma ASTM E-290. Arreglo B para prueba de doblez semiguada de muestras finas con un extremo retenido, la zona A será la zona examinada [7].

Por otra parte, se realizó un análisis estadístico de los resultados, mediante análisis de varianza (ANOVA) unidireccional, comparando los factores de probabilidad obtenidos con el estadístico F de Fisher, para un porcentaje de confiabilidad del 95 %. Se relacionaron los tiempos totales de inmersión con el espesor del recubrimiento, el ángulo crítico y la densidad de grietas confinadas y grietas no confinadas.

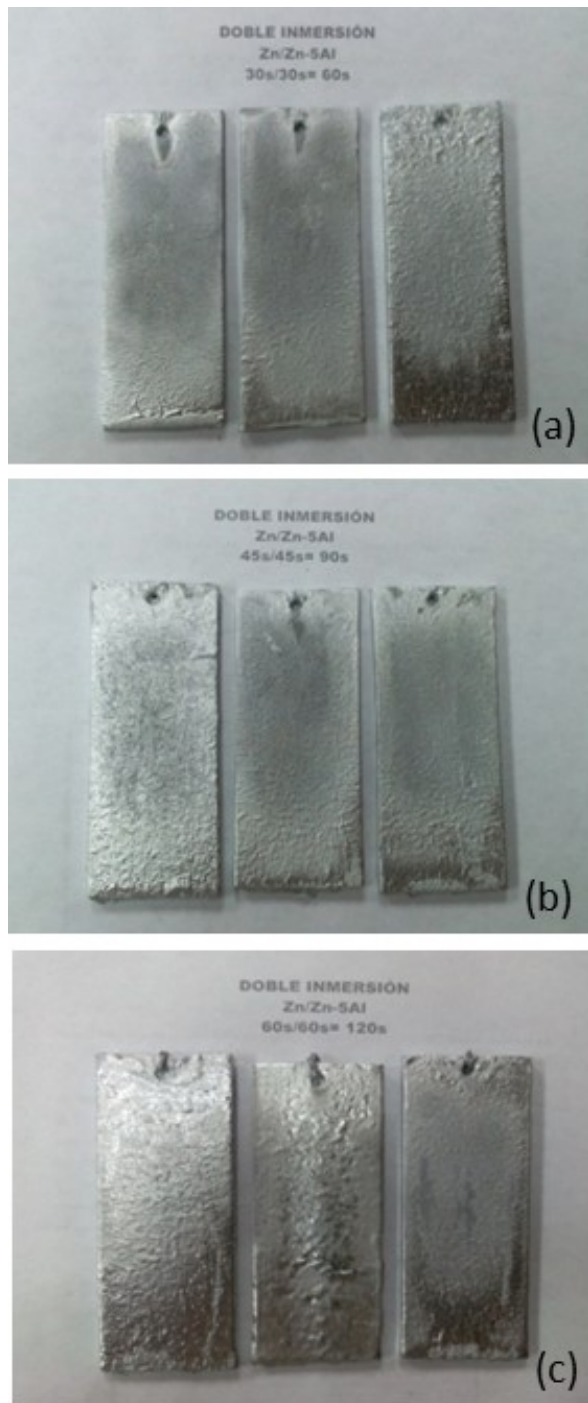
### 3. Resultados y discusión

Todos los recubrimientos obtenidos por el método de doble inmersión están acordes según lo especificado en la norma ASTM A-123: «Standard Specification for Zinc (Hot-Dip Galvanized) Coatings on Iron and Steel Products» [9], ver la Figura 2.

Los recubrimientos presentaron características superficiales comercialmente aceptables. Con respecto al acabado superficial, todas las muestras tienen continuidad, no presentan zonas sin recubrir y variada rugosidad; en cuanto a la apariencia superficial, los recubrimientos galvanizados por doble inmersión no presentan ampollas ni escoria.

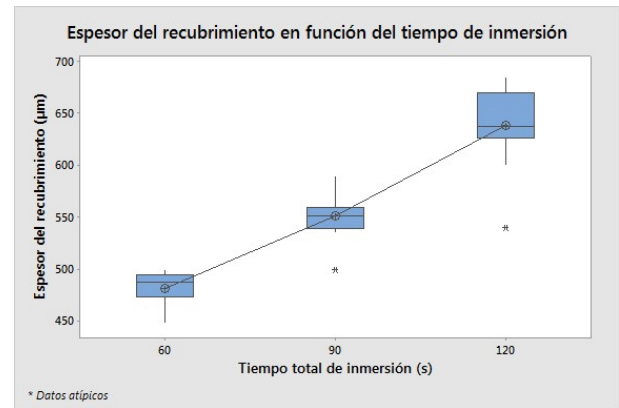
Los espesores de los recubrimientos fueron bastante grandes, ver la Figura 3 (450-650 µm), en comparación a los recubrimientos de zinc comerciales, que se encuentran por el orden de 100 µm. En la Figura 3 se puede observar claramente que los espesores de los recubrimientos varían significativamente con el tiempo total de inmersión y a medida que aumenta el tiempo

total de inmersión aumenta el espesor total del recubrimiento.



**Figura 2.** Muestras de acero recubiertas con la técnica de doble inmersión, para diferentes tiempos de inmersión a) 60 s, b) 90 s y c) 120 s.

El ANOVA realizado muestra que  $F_{experimental} = 171,51$  y  $F_{0,05}(2, 51) = 3,18$ ; por lo tanto,  $F_{experimental} > F_{0,05}(2, 51)$  y  $P_{experimental} < 0,05$ ; de esta manera, se rechaza la hipótesis nula y el espesor del recubrimiento varía significativamente con el tiempo total de inmersión.



**Figura 3.** Gráfica de caja del ANOVA para el espesor total de los recubrimientos galvanizados por doble inmersión en función del tiempo total de inmersión.

Los grandes espesores encontrados, en comparación a los recubrimientos de zinc comerciales, sugiere que la inmersión en el segundo baño (Zn-5%Al) y la reactividad o sinergia de ambos baños de inmersión, son determinantes en el aumento del espesor total del recubrimiento.

La reactividad de las especies químicas principalmente el Zn, Al y Fe y la cinética de crecimiento de las fases formadas en la segunda inmersión pueden ser factores preponderantes en el aumento del espesor de los recubrimientos galvanizados por doble inmersión. Otro factor importante que podría aumentar la velocidad de las reacciones y la cinética de crecimiento es la temperatura de trabajo, como se ha comentado la temperatura de trabajo fue de 550 °C, temperatura utilizada para los llamados galvanizados a «altas temperaturas».

Para el caso de los recubrimientos galvanizados por doble inmersión, es difícil determinar qué mecanismo controla la cinética del crecimiento total del recubrimiento, se estima que para el primer baño de inmersión (Zn puro) este sigue un comportamiento no lineal del crecimiento del espesor del recubrimiento con respecto al tiempo de inmersión como lo indica la literatura [2, 10, 11]; pero al introducir el acero en el segundo baño de inmersión que contiene 5 % en peso de aluminio, se podría dar lugar a la rápida formación de compuestos Fe-Al-Zn lo cual influye en el tipo de comportamiento de crecimiento del recubrimiento [5], aumentando la velocidad de crecimiento inicial, tal como lo muestra los grandes espesores obtenidos. Sin embargo, el tipo de cinética de crecimiento del recubrimiento galvanizado por doble inmersión sigue siendo no lineal, lo que indica que el mecanismo total que controla el crecimiento del recubrimiento es el mecanismo de difusión de las especies, a pesar de las reacciones químicas que puedan generarse en el segundo baño de inmersión. Se estima que la velocidad a la que ocurren estas reacciones puede determinar el crecimiento en el espesor del recubrimiento en el segundo baño de



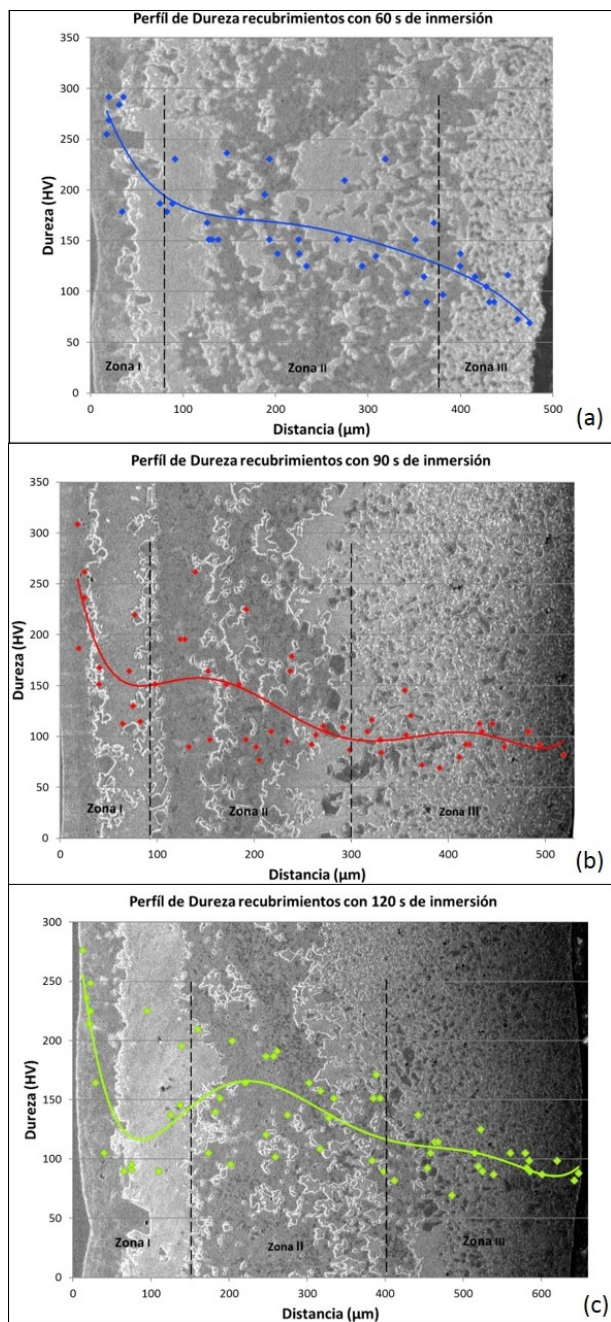
inmersión, pero no determina el tipo de cinética de crecimiento del mismo.

Las características microestructurales generales e independientes del tiempo total de inmersión, se describieron en [5]. Estos observaron que existen tres zonas definidas en los recubrimientos galvanizados por doble inmersión: Zona I, compuesta por la fase  $\delta$ , de morfología facetada en la intercara acero/recubrimiento, la cual varía significativamente con el tiempo total de inmersión y la fase  $\eta$ . La zona II, muestra alta heterogeneidad microestructural y consta principalmente de 3 fases, la fase  $\eta$  que se presenta como matriz, la fase  $\delta$  y compuestos ternarios Fe-Al-Zn microsegregados de morfología redondeada; y la zona III, consta de las fases  $\eta$  y compuestos  $\text{Fe}_2\text{Al}_5\text{Zn}_x$  de morfología redondeada.

Se evidencia en la Figura 4 que existe una tendencia similar de los valores de microdureza obtenidos para los tres tiempos totales de inmersión. En la zona I, específicamente, en el área adyacente a la intercara acero/recubrimiento las microdurezas son elevadas, con un promedio general de 254 HV, ya que corresponde a los valores de microdureza de la fase  $\delta$  ( $\text{FeZn}_{10}\text{Al}_x$  -  $\text{FeZn}_7\text{Al}_x$ ), posterior a esta área se observa una disminución considerable de los valores de microdureza con un promedio general de 119 HV, los cuales corresponden a la fase  $\eta$ ,  $\eta$  (Zn puro).

En la zona II existe una leve tendencia del aumento de la microdureza a valores entre 100-200 HV debido a la presencia de precipitados ternarios Fe-Al-Zn en una fase dura  $\delta$ , sin embargo, esta zona presenta una gran heterogeneidad microestructural y en consecuencia la variabilidad de los valores de microdureza es alta. Por último, en la zona III, la microdureza oscila alrededor de 100 HV, en una microestructura conformada básicamente por precipitados  $\text{Fe}_2\text{Al}_5\text{Zn}_x$  en una matriz de  $\eta$  prácticamente de Zn puro.

Los valores de microdureza para las fases  $\delta$  y  $\eta$  formadas en la zona I de los recubrimientos para cada tiempo total de inmersión, se asemejan a valores de microdureza reportados por otros autores [4, 10–14]. Para las zonas II y III es difícil encontrar referencia de valores de microdureza, especialmente para la zona II debido a la gran heterogeneidad de la microestructura presente; los valores de microdureza de la zona III se podrían comparar con valores de dureza en recubrimientos Galfan®, sin embargo, esta dureza puede variar dependiendo de las condiciones de enfriamiento del recubrimiento una vez extraído del baño, ya que se puede modificar la estructura eutéctica del mismo haciéndola más fina para enfriamientos más rápidos. Se ha encontrado que para recubrimientos con 4,5 % en peso de Al, las microdurezas se encuentran entre 75,1 a 76,2 HV [15], un poco menores a las encontradas en este estudio para la zona III, la cual se encuentra alrededor de 100 HV.

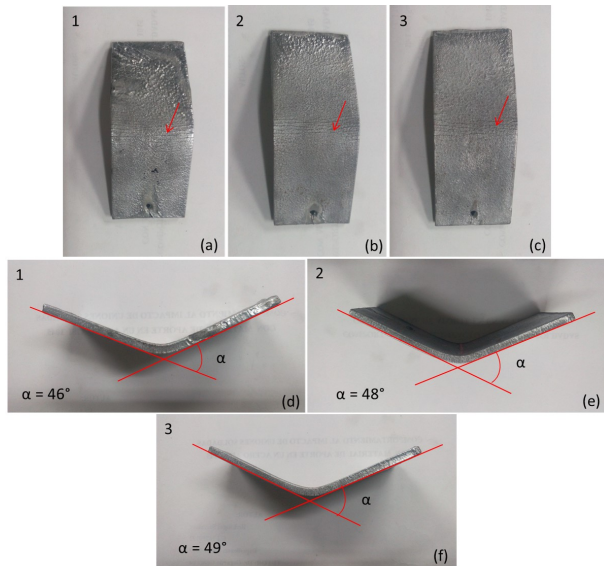


**Figura 4.** Perfiles de microdureza Vickers para los recubrimientos galvanizados por doble inmersión, con tiempo total de inmersión de: a) 60 s, b) 90 s y c) 120 s.

El espesor de cada zona en los recubrimientos galvanizados por doble inmersión, depende del tiempo de inmersión en cada baño; por lo tanto, la tendencia de los valores de microdureza para cada zona de los recubrimientos se amplía o reduce dependiendo de la longitud de cada zona, por ejemplo: la longitud de la zona III en los recubrimientos con un tiempo de inmersión de 60 s es bastante menor al ser comparada con la longitud de la zona III de los recubrimientos con 120 s de inmersión, por lo que la extensión o tendencia de los valores de microdureza en esta zona es más

amplia en los recubrimientos de 120 s de inmersión. Esta condición podría influir en el comportamiento mecánico de los recubrimientos, específicamente en la ductilidad de los mismos.

En la Figura 5 se observan las muestras recubiertas ensayadas por doblez hasta el ángulo crítico, para un tiempo total de inmersión de 60 s.

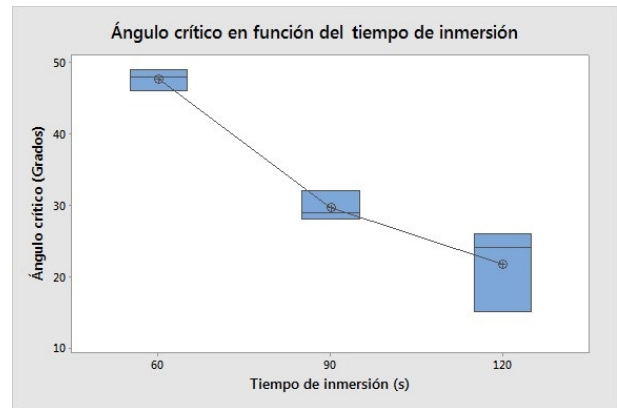


**Figura 5.** Muestras 1, 2 y 3 con recubrimientos galvanizados por doble inmersión, con un tiempo total de inmersión de 60 s, ensayadas por doblez donde se observa el ángulo crítico, vista superior (a, b y c) vista transversal (d, e y f).

Se muestran las superficies de máxima flexión en las muestras recubiertas ensayadas, vista superior, donde se puede observar el inicio del agrietamiento macroscópico del recubrimiento (señalado con flechas rojas) y se muestra el ángulo crítico para cada una de las muestras, vista transversal.

Para determinar la influencia del tiempo total de inmersión, sobre el ángulo crítico, se realizó un análisis de varianza ANOVA unifactorial, donde se establece como hipótesis nula para este experimento, que el ángulo crítico no varía con los tiempos totales de inmersión en los tres niveles de estudio; 60, 90 y 120 segundos.

En la Figura 6 se observa una gráfica de caja donde se muestran los resultados del ANOVA y la influencia del tiempo total de inmersión sobre el ángulo crítico de los recubrimientos galvanizados por doble inmersión. Se nota las medias y los intervalos según la desviación estándar que presentan los valores medidos de los ángulos críticos para cada tiempo total de inmersión, en vista de que las medias son significativamente diferentes las cajas representativas de cada nivel de estudio (60, 90 y 120 s) no se superponen.



**Figura 6.** Gráfica de cajas del ANOVA para el ángulo crítico en función del tiempo total de inmersión, en recubrimientos galvanizados por doble inmersión.

El ANOVA muestra que  $F_{experimental} = 38,93$  y  $F_{0,05}(2, 6) = 5,14$ ; por lo tanto,  $F_{experimental} > F_{0,05}(2, 6)$  y  $P_{experimental} < 0,05$ ; de esta manera, se rechaza la hipótesis nula y el ángulo crítico varía significativamente con el tiempo total de inmersión, se observa que a medida que aumenta el tiempo total de inmersión disminuye el ángulo crítico.

En recubrimientos gruesos, como los estudiados, la magnitud del esfuerzo residual depende del grosor del recubrimiento. Este esfuerzo residual se desarrolla durante la formación del recubrimiento y durante el posterior enfriamiento, generalmente se produce durante la formación de capas individuales, debido a las diferencias en el volumen molar de cada una de estas capas; así como durante el enfriamiento desde la temperatura de inmersión, debido al desajuste de las tensiones térmicas como resultado de diferencias en el coeficiente de expansión térmica del sustrato y las diferentes fases que constituyen el recubrimiento, estos esfuerzos residuales aumentan significativamente con el incremento del espesor del recubrimiento [2, 16].

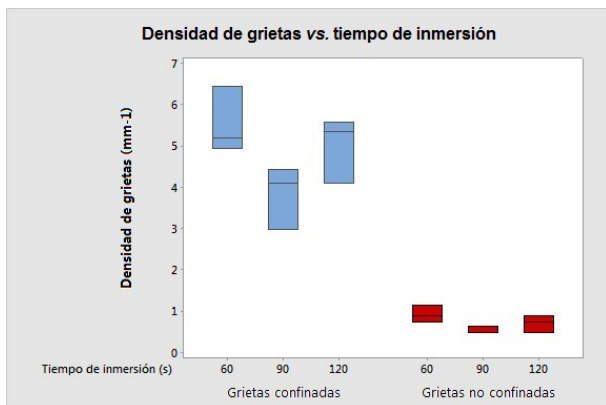
Debido a esto se espera que el ángulo crítico varíe con el espesor total del recubrimiento; para grandes espesores, se estima que mayor será el esfuerzo residual en los recubrimientos y, por lo tanto, las microgrietas preexistentes en la fase  $\delta$ , nuevas microgrietas formadas en la fase  $\delta$  durante la deformación y en otras zonas del recubrimiento sometidas a tensión en el estado de doblez; evolucionan a macrogrietas visibles a menores ángulos de doblez, al ser comparados con recubrimientos con menores espesores.

Se ha relacionado el ángulo crítico en ensayos de doblez con el espesor total de la capa  $\delta + \zeta$ , fases adyacentes a la intercara acero/recubrimiento, para galvanizados tradicionales [6], encontrando que a medida que se incrementan los espesores de las capas intermetálicas Zn-Fe, se disminuye el ángulo crítico. Sin embargo, para los recubrimientos galvanizados por doble inmersión, se estima que el ángulo crítico de doblez no solo depende del espesor de la fase  $\delta$ ; si no

como ya se ha comentado tiene influencia significativa el espesor total del recubrimiento debido a los esfuerzos residuales que se generan en recubrimientos gruesos. Otro factor importante que podría influir en el ángulo crítico de doblez, son los espesores y tamaños de las diferentes zonas de los recubrimientos galvanizados por doble inmersión y por ende el mecanismo de formación y crecimiento de las microgrietas que se generen en cada una de estas.

Las grietas cuantificadas se clasificaron en dos tipos: no confinadas, las cuales se extienden a lo largo del recubrimiento y exponen el sustrato de acero a la atmósfera y confinadas, que no se extienden a lo largo de todo el espesor de los recubrimientos. Estas últimas se subclasificaron de manera cualitativa en los recubrimientos galvanizados por doble inmersión.

En la Figura 7 se puede observar una gráfica de caja donde se muestran los resultados del ANOVA y la influencia del tiempo total de inmersión sobre la densidad de las grietas confinadas y no confinadas de los recubrimientos galvanizados por doble inmersión. Se observan de igual manera las medias y los intervalos según la desviación estándar que presentan los valores medidos de las densidades de grieta para cada tiempo total de inmersión, en vista de que las medias no son significativamente diferentes las cajas representativas de cada nivel de estudio (60, 90 y 120 s) se superponen o solapan, lo que indica que cambios en los tiempos de inmersión no influyen significativamente en la densidad de grietas de ambos tipos.



**Figura 7.** Gráfica de caja del ANOVA para la densidad de las grietas confinadas y no confinadas en función del tiempo total de inmersión, en recubrimientos galvanizados por doble inmersión.

El ANOVA muestra que  $F_{experimental} = 3,59$  para la densidad de grietas confinadas, el  $F_{experimental} = 3,73$  para la densidad de grietas no confinadas y  $F_{0,05}(2,6) = 5,14$ ; por lo tanto, para ambos casos  $F_{experimental} < F_{0,05}(2,6)$  y  $P_{experimental} > 0,05$ ; de esta manera, se acepta la hipótesis nula y la densidad de grietas confinadas y grietas no confinadas no varían significativamente con el tiempo total de inmersión.

Para los recubrimientos galvanizados por doble inmersión ensayados hasta el ángulo crítico.

Sin embargo, es importante destacar que el ensayo de doblez aplicado a las muestras recubiertas por doble inmersión, para los diferentes tiempos totales de inmersión, se realizó hasta el ángulo crítico, el cual como se ha demostrado estadísticamente, varía significativamente con el tiempo total de inmersión. Por lo tanto, las muestras fueron ensayadas a diferentes ángulos, para los diferentes tiempos totales de inmersión, hasta el inicio del agrietamiento macroscópico; lo que implica que todas las muestras ensayadas presentan agrietamiento macroscópico en la zona crítica de deformación, ver la Figura 5. Esto podría explicar por qué la densidad de grietas no varía significativamente con el tiempo total de inmersión, todas las muestras recubiertas por doble inmersión fueron ensayadas por doblez hasta el agrietamiento macroscópico y, por lo tanto, tienen en promedio la misma densidad de grietas confinadas y no confinadas.

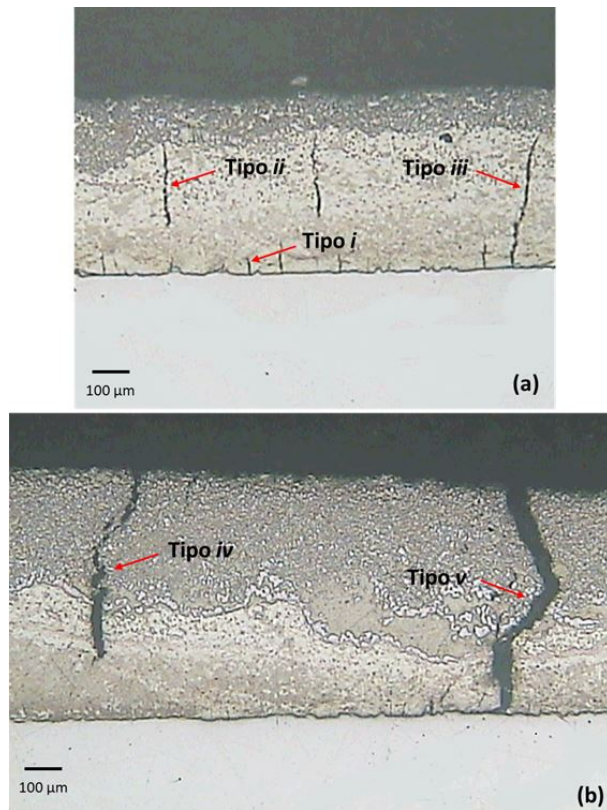
En los recubrimientos galvanizados por doble inmersión, independientemente del tiempo total de inmersión, ensayados por doblez hasta el ángulo crítico, se observaron las siguientes características generales y tipos de microgrietas perpendiculares al sustrato de acero, estudiadas de manera cualitativa:

- i. Grietas confinadas en la fase  $\delta$ , las cuales podrían ser a su vez divididas en microgrietas preexistentes al ensayo de doblez y microgrietas formadas en el ensayo de doblez (Figura 8a); estas representan la mayoría de las grietas confinadas.
- ii. Grietas confinadas que se presentan a lo largo de toda la zona II del recubrimiento, formadas en el ensayo de doblez, ver la Figura 8a.
- iii. Grietas confinadas que se extienden desde la fase  $\delta$  hasta el final de la zona II de los recubrimientos, estas grietas posiblemente sean producto del avance de las grietas tipo i, en el ensayo de doblez, ver la Figura 8a.
- iv. Grietas confinadas que se extienden desde la superficie en la zona III de los recubrimientos hasta la zona II, formadas en el ensayo de doblez, ver la Figura 8b.
- v. Grietas no confinadas las cuales se extienden a lo largo de todo el recubrimiento galvanizado por doble inmersión, ver la Figura 8b.

El agrietamiento macroscópico de los recubrimientos constituye el paso previo a la falla, generalmente por delaminación, de los recubrimientos galvanizados; sin embargo, en las muestras recubiertas por doble inmersión ensayadas por doblez hasta el ángulo crítico, no se evidenció delaminación macroscópica del recubrimiento. Se determinó en la base de algunas de las



grietas no confinadas, el inicio del agrietamiento longitudinal o paralelo al sustrato en la intercara acero/recubrimiento.



**Figura 8.** Micrografías ópticas de los tipos de microgrietas encontradas en los recubrimientos galvanizados por doble inmersión ensayados hasta ángulo crítico. a) Recubrimiento con 60 s de tiempo total de inmersión se muestran las microgrietas tipo i, ii y iii. b) Recubrimiento con 120 s de tiempo total de inmersión se muestran las microgrietas tipo iv y v.

Es importante destacar que no se notó en ninguna de las muestras recubiertas por doble inmersión, agrietamiento longitudinal dentro de las zonas descritas o entre estas, lo que implica una excelente cohesión entre las zonas formadas en cada uno de los baños de inmersión.

A pesar de que en el presente estudio no se realizaron observaciones del comportamiento en la iniciación y propagación de las grietas para diferentes ángulos de doblez; según lo observado en los recubrimientos galvanizados por doble inmersión ensayados hasta el ángulo crítico; la iniciación y propagación de las grietas se podría describir de la siguiente manera:

En primer lugar, una vez recubiertas por doble inmersión las muestras de acero, se tiene una gran cantidad de esfuerzos residuales en el recubrimiento, esfuerzos que aumentan con el espesor total de los recubrimientos y trae como consecuencias la formación de microgrietas confinadas en la fase  $\delta$  de la zona I, microgrietas tipo i, preexistentes al ensayo de doblez,

las cuales generalmente son perpendiculares al sustrato de acero, para un ángulo de doblez de  $0^\circ$ ,  $\alpha_0$ .

Una vez que comienza la deformación de las muestras recubiertas por doble inmersión en el ensayo de doblez, se generan nuevas microgrietas en la fase  $\delta$  tipo i y posiblemente comiencen a generarse de manera simultánea microgrietas que se extienden a lo largo de toda la zona II, microgrietas tipo ii, para ángulos de doblez  $\alpha_0 > \alpha_0$ , es importante recordar que la fase  $\delta$  es una de las fases más duras en los recubrimientos por doble inmersión, con un promedio de microdureza de 254 HV. La zona II presenta microdurezas alrededor de 100-200 HV, con una gran heterogeneidad microestructural, la misma está compuesta por las fases  $\delta$ ,  $\eta$  y precipitados ternarios Fe-Al-Zn. Estos últimos podrían actuar como concentradores de esfuerzos que facilitan el crecimiento y propagación de las grietas, lo que implicaría presentar áreas críticas para la formación de estas nuevas microgrietas tipo ii.

El avance de las grietas preexistentes y las formadas en el ensayo de doblez, en la fase  $\delta$  hacia la zona II del recubrimiento galvanizado por doble inmersión, requiere que estas microgrietas atraviesen la fase  $\eta$  en la zona I, esta fase es blanda y las microgrietas podrían tener la tendencia a bloquearse en ella y no avanzar hacia la zona II de los recubrimientos, de hecho, la mayoría de estas grietas parece que quedan como grietas confinadas tipo i, y representan la mayoría de las microgrietas confinadas observadas en los recubrimientos por doble inmersión; esto podría explicar la diferencia entre la densidad de grietas confinadas y no confinadas (Figura 7). Quizás solo una pequeña cantidad de estas grietas tipo i supere el esfuerzo crítico necesario para avanzar a través de la fase  $\eta$ , y una vez en la zona II (zona con mayor dureza que la fase  $\delta$ ) continua avanzado hasta el final de esta, convirtiéndose en grietas de tipo iii, para ángulos de doblez  $\alpha_2 > \alpha_1$ .

Por otra parte, en la dirección opuesta, desde la superficie del recubrimiento en la zona III, a pesar de que esta zona presenta microdureza  $\approx 100$  HV, con una matriz blanda de  $\eta$  y precipitados duros de  $Fe_2Al_5Zn_x$  se inician y propagan microgrietas hacia el sustrato de acero, microgrietas producto de las tensiones generadas por el ensayo de doblez; esta zona es sometida a la mayor tensión durante el ensayo y se generan grietas tipo iv; estas grietas formadas en la superficie penetran hacia la intercara acero/recubrimiento, para ángulos de doblez  $\alpha_3 > \alpha_2$ .

Con un aumento en la tensión aplicada y por ende en el ángulo de doblez, hasta el ángulo crítico  $\alpha_{crit} > \alpha_3$ , posiblemente grietas tipo ii y iii, y las microgrietas generadas en la superficie tensionada tipo iv, se encuentren generando las grietas tipo v, grietas no confinadas que se extienden a lo largo de todo el recubrimiento, las cuales se hacen evidentes macroscópicamente en la superficie de los recubrimientos galvanizados por doble inmersión. Generalmente



en este momento el espacio entre las grietas transversales disminuye y las grietas tipo v se extienden o crecen en la dirección longitudinal adyacente a la intercara acero/recubrimiento generando el inicio de la delaminación del recubrimiento galvanizado.

Como se ha comentado anteriormente se estima un incremento de los esfuerzos residuales, que se generan en la fabricación de los recubrimientos galvanizados por doble inmersión, con el aumento del espesor total del recubrimiento. Por ejemplo, para recubrimientos con 120 s de tiempo total de inmersión se ha observado que, el espesor de las zonas en general, es mayor que para los recubrimientos con tiempos totales de inmersión de 90 y 60 s, por lo tanto, se estima que los posibles esfuerzos residuales que se generan en cada una de las zonas descritas en los recubrimientos aumentan con el espesor de estas. Por otra parte, las microgrietas confinadas en los recubrimientos ensayados por doblez representan la mayoría de las grietas observadas y descritas para los recubrimientos galvanizados por doble inmersión y son estas microgrietas las que evolucionan y crecen hasta convertirse en grietas no confinadas. A pesar de que la densidad de microgrietas confinadas y no confinadas no varía con el tiempo total de inmersión en las muestras ensayadas hasta el ángulo crítico, como se ha demostrado estadísticamente; los espesores de cada una de las zonas de los recubrimientos parecen sí aumentar con el tiempo de inmersión. El espesor de cada zona podría determinar la evolución y crecimiento de las grietas confinadas, determinando así el ángulo crítico. Las microgrietas tipo i, ii y iii, podrían para recubrimientos más gruesos, tener mayor longitud en zonas más tensionadas lo que ayudaría a que estas puedan evolucionar más fácilmente a microgrietas tipo v.

Por lo tanto, se estima que, para recubrimientos más gruesos, con posibles esfuerzos residuales en tensión, las microgrietas confinadas evolucionan y crecen hasta convertirse en grietas no confinadas para ángulos menores de doblez, al ser comparados con recubrimientos menos gruesos.

Entonces la ductilidad relativa de los recubrimientos galvanizados por doble inmersión se ve significativamente influenciada por el espesor total de los recubrimientos, y posiblemente el espesor de las diferentes zonas de los recubrimientos y los esfuerzos residuales presentes en cada una de estas influyan en esta propiedad, donde se observa una disminución significativa del ángulo crítico a medida que aumenta el tiempo de inmersión.

#### 4. Conclusiones

Los tiempos totales de inmersión utilizados en el estudio, son estadísticamente influyentes en los espesores totales de los recubrimientos y en el ángulo crítico;

pero no así en la densidad de grietas encontradas en las muestras ensayadas por doblez hasta el ángulo crítico.

La ductilidad relativa de los recubrimientos galvanizados por doble inmersión se ve influenciada por el espesor total de los recubrimientos, y posiblemente el espesor de las diferentes zonas de los recubrimientos y los esfuerzos residuales presentes en cada una de estas influyan en esta propiedad, donde se observa una disminución significativa de 54 % del ángulo crítico a medida que aumenta el tiempo total de inmersión, siendo las muestras recubiertas con tiempo total de inmersión de 60 segundos, las que presentan mejor comportamiento ante el ensayo de doblez.

#### Referencias

- [1] R. Parisot, S. Forest, A. Pineau, F. Grillon, X. Demonet, and J.-M. Maigne, "Deformation and damage mechanisms of zinc coatings on hot-dip galvanized steel sheets: Part i. deformation modes," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 35, no. 3, pp. 797–811, Mar 2004. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1007/s11661-004-0007-x>
- [2] E. Tzimas and G. Papadimitriou, "Cracking mechanisms in high temperature hot-dip galvanized coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 145, no. 1, pp. 176–185, 2001. [Online]. Available: [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(01\)01323-8](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(01)01323-8)
- [3] V. Kuklík and J. Kudláček, "2 - hot-dip galvanizing," in *Hot-Dip Galvanizing of Steel Structures*. Boston: Butterworth-Heinemann, 2016, pp. 7–16. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100753-2.00002-1>
- [4] A. Marder, "The metallurgy of zinc-coated steel," *Progress in Materials Science*, vol. 45, no. 3, pp. 191–271, 2000. [Online]. Available: [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(98\)00006-1](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(98)00006-1)
- [5] Y. Rico and E. J. Carrasquero, "Microstructural evaluation of double-dip galvanized coatings on carbon steel," *MRS Advances*, vol. 2, no. 62, pp. 3917–3923, 2017. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1557/adv.2017.608>
- [6] S. Ploypech, P. Jearanaisilawong, and Y. Boonyongmaneerat, "Influence of thickness of intermetallic layers on fracture resistance of galvanized coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 223, pp. 1–5, 2013. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.02.017>
- [7] ASTM, *ASTM E290 - 14 Standard Test Methods for Bend Testing of Material for*

- Ductility*, ASTM International, West Conshohocken, PA ASTM Std., 2014. [Online]. Available: <http://bit.ly/2ZHgBvY>
- [8] Y. Rico O and E. Carrasquero, “Efecto de la composición química en el comportamiento mecánico de recubrimientos galvanizados por inmersión en caliente: una revisión,” *INGENIUS*, no. 18, pp. 30–39, 2017. [Online]. Available: <https://doi.org/10.17163/ings.n18.2017.04>
- [9] ASTM, *ASTM A123 / A123M-17, Standard Specification for Zinc (Hot-Dip Galvanized) Coatings on Iron and Steel Products*, ASTM International, West Conshohocken, PA Std., 2017. [Online]. Available: <http://bit.ly/2N4adgP>
- [10] C. E. Jordan and A. R. Marder, “Fe-Zn phase formation in interstitial-free steels hot-dip galvanized at 450 °C: Part i 0.00 wt% Al-Zn baths,” *Journal of Materials Science*, vol. 32, no. 21, pp. 5593–5602, Nov 1997. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1023/A:1018680625668>
- [11] P. Pokorny, J. Kolisko, L. Balik, and P. Novak, “Reaction kinetics of the formation of intermetallic Fe-Zn during hot - dip galvanizing of steel,” *Metallurgy*, vol. 55, no. 1, pp. 111–114, 2016. [Online]. Available: <http://bit.ly/2XyXZAU>
- [12] S. Ploypech, Y. Boonyongmaneerat, and P. Jearanaisilawong, “Crack initiation and propagation of galvanized coatings hot-dipped at 450 °C under bending loads,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 206, no. 18, pp. 3758–3763, 2012. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.03.029>
- [13] M. Dutta, A. K. Halder, and S. B. Singh, “Morphology and properties of hot dip Zn-Mg and ZnMg-Al alloy coatings on steel sheet,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, no. 7, pp. 2578–2584, 2010. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.10.006>
- [14] N. Parvini Ahmadi and E. Rafiezadeh, “Effect of aluminum on microstructure and thickness of galvanized layers on low carbon silicon-free steel,” *International Journal of Iron & Steel Society of Iran*, vol. 6, no. 1, pp. 25–29, 2009. [Online]. Available: <http://bit.ly/2ZBLLVh>
- [15] D. R. Raut and S. H. Poratkar, “Study the effect of aluminum variation on hardness & aluminum loss in Zn-Al alloy,” *International Journal of Modern Engineering Research (IJMER)*, vol. 3, no. 2, pp. 884–887, 2013. [Online]. Available: <http://bit.ly/2IxBPXc>
- [16] ASM, “Surface engineering,” ASM Interenational, 2002. [Online]. Available: <http://bit.ly/2KD2RyT>