

# Correlación entre microestructura y resistencia a la corrosión de un acero AISI 4140 previamente borurado: análisis electroquímico (polarización) y modelo predictivo

## Correlation between microstructure and corrosion resistance of borided AISI 4140: electromechanical polarization analysis and predictive modeling

Israel Rocha García <sup>a</sup>, Oscar A. Gómez Vargas <sup>b</sup>, Rosalía Trujillo Sánchez <sup>c</sup>, Arturo Cruz Avilés <sup>d</sup>, Samuel Lara Escamilla <sup>e</sup>, Guillermo Barrios Martínez <sup>f</sup>

### Abstract:

This study investigates the correlation between microstructure and corrosion resistance of AISI 4140 steel subjected to a thermochemical boriding treatment. The process was performed under different time and temperature conditions to form composite FeB and Fe<sub>2</sub>B layers on the steel surface. Microstructural characterization was carried out using optical and scanning electron microscopy, as well as energy-dispersive spectroscopy (EDS), in order to determine morphology, thickness, and chemical composition of the boride layers. Corrosion resistance was evaluated through electrochemical polarization tests in a simulated sulfuric acid environment, obtaining key parameters such as corrosion potential ( $E_{corr}$ ) and corrosion current density ( $i_{corr}$ ). Additionally, a predictive model based on machine learning techniques was implemented to estimate electrochemical behavior from process variables and microstructural features. The results show that the growth and distribution of boride phases have a significant influence on corrosion performance, and that the predictive model provides a reliable tool to anticipate the behavior of AISI 4140 steel in aggressive environments.

### Keywords:

Boride layers, corrosion, electrochemical polarization, predictive modeling.

### Resumen:

La importancia de analizar la correlación entre la microestructura y la resistencia a la corrosión de un acero grado maquinaria borurado se presenta en este trabajo. Durante el desarrollo se utilizaron diferentes condiciones de tiempo y temperatura con el fin de generar la capa FeB/Fe<sub>2</sub>B sobre la superficie del material. Para garantizar las condiciones de la nueva superficie fue necesario llevar a cabo la caracterización microestructural y se utilizó microscopía óptica y electrónica, así como análisis de energía dispersiva, con el propósito de determinar las fases, espesores y su composición. La resistencia a la corrosión se evaluó mediante técnicas electroquímicas de polarización en un medio de ácido sulfúrico, obteniendo diferentes parámetros. Finalmente, se implementó un modelo predictivo basado en técnicas de aprendizaje para estimar el comportamiento electroquímico a partir de las variables del proceso y las características

<sup>a</sup> TecNM | ITTLA | Tlalnepantla de Baz-Estado de México | México, <https://orcid.org/0009-0008-0579-7780>, Email: israel.rocha.ga@hotmail.com

<sup>b</sup> Autor de Correspondencia, TecNM | ITTLA | Tlalnepantla de Baz-Estado de México | México, <https://orcid.org/0000-0003-3310-6605>, Email: oscar.gv@tlalnepantla.tecnm.mx

<sup>c</sup> TecNM | ITTLA | Tlalnepantla de Baz-Estado de México | México, <https://orcid.org/0000-0001-5584-6829>, Email: rosalia.ts@tlalnepantla.tecnm.mx

<sup>d</sup> Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo | Escuela Superior de Ciudad Sahagún | Ciudad Sahagún-Hidalgo | México, <https://orcid.org/0000-0003-0455-1646>, Email: arturo\_cruz8085@uaeh.edu.mx

<sup>e</sup> TecNM | ITTLA | Tlalnepantla de Baz-Estado de México | México, <https://orcid.org/0000-0002-2337-0878>, Email: samuel.le@tlalnepantla.tecnm.mx

<sup>f</sup> TecNM | ITTLA | Tlalnepantla de Baz-Estado de México | México, <https://orcid.org/0009-0002-2432-1223>, Email: guillermo.bm@tlalnepantla.tec.mx

microestructurales. Los resultados indicaron que el crecimiento y la distribución de las fases boruradas influyen significativamente contra la corrosión y que el modelo predictivo puede ofrecer una herramienta confiable para anticipar el desempeño de este tipo de acero en ambientes agresivos.

#### **Palabras Clave:**

Capas boruradas, corrosion, polarización electroquímica, modelo predictivo.

## **Introducción**

Los aceros grado maquinaria tienen una gran aplicación en la industria metal-mecánica, automotriz y aeroespacial. Su adecuado comportamiento a la tensión, torsión y a la flexión los hace excelentes candidatos para la fabricación de piezas y componentes de maquinaria de uso general dentro de las industrias ya mencionadas. Este tipo de materiales se puede aún más mejorar las propiedades físicas y mecánicas e incrementar su resistencia a la corrosión en diferentes medios agresivos. El acero AISI 4140 es susceptible de estas mejoras y además es un material que puede ser modificado superficialmente a través de diferentes tipos de tratamientos. El tratamiento termoquímico de borurado le brinda al material mejoras que pueden alargar la vida útil del mismo, sobre todo para aquellos que están sometidos a diferentes tipos de desgaste y además a corrosión.

El costo para la industria provocado por paros o fallas en el sistema de producción por la combinación de desgaste y corrosión en los equipos es muy alto y es necesario la evolución continua de la tecnología para diseñar aleaciones o tratamientos idóneos que puedan mejorar el desempeño en diferentes condiciones de trabajo.

Existen diferentes tipos de tratamientos termoquímicos pero el de borurado todavía es uno de los que falta estudiar. Para este proceso el material es sumergido en una caja de polvo de boro ( $B_4C$ ) y a través del manejo de dos variables principales como lo son la temperatura ( $T$ ) y el tiempo ( $t$ ) es como se difunden los átomos de boro en la superficie del material, el tratamiento promueve la formación de las fases  $FeB/Fe_2B$  sobre la superficie del material metálico. Estas capas se distinguen por su elevada dureza, resistencia al desgaste y en muchos casos, una mayor resistencia a la corrosión. No obstante, la efectividad de la capa depende de variables antes mencionadas y la morfología resultante, Ortiz et. al. 2024.

La evaluación electroquímica mediante técnicas de polarización es una herramienta fundamental para cuantificar parámetros de corrosión como el potencial de corrosión ( $E_{corr}$ ), la densidad de corriente de corrosión ( $i_{corr}$ ) y las pendientes de Tafel. Estos parámetros

permiten establecer comparaciones entre probetas tratadas y no tratadas y analizar el efecto protector de las capas frente a varios medios corrosivos. El estudio del comportamiento frente a la corrosión en un medio como el ácido sulfúrico es particularmente relevante, ya que este compuesto es uno de los principales contaminantes atmosféricos y se encuentra también en procesos industriales de alta demanda, como la metalurgia y la refinación, Medvedovski et. al. 2021.

En años recientes, el uso de técnicas de aprendizaje automático (ML, *machine learning*) en la ciencia de materiales ha demostrado ser una herramienta poderosa para identificar patrones ocultos en grandes conjuntos de datos experimentales. Estas técnicas permiten establecer modelos predictivos capaces de estimar parámetros electroquímicos a partir de variables del proceso y de caracterización microestructural. Su aplicación en estudios de corrosión de aceros borurados representa un avance importante hacia el diseño de tratamientos termoquímicos optimizados y materiales más resistentes. En este trabajo se presenta un análisis integral de la correlación entre microestructura y resistencia a la corrosión de un acero grado maquinaria (4140) previamente borurado, evaluado en solución de ácido sulfúrico mediante polarización, y complementado con el desarrollo de un modelo predictivo basado en ML, Demirci, et. al. 2025. Los resultados buscan establecer vínculos claros entre variables de tratamiento, características de la capa y desempeño frente a la corrosión, así como generar un marco predictivo útil para aplicaciones industriales.

## **Metodología**

### **Material y preparación de probetas**

Se emplearon probetas de acero grado maquinaria AISI 4140, provenientes de una barra de 10 mm de diámetro y un espesor de 5 mm. La superficie fue desbastada con lijas de SiC hasta grano 1000, pulida con alúmina de 5  $\mu m$  en un paño, desengrasada en alcohol isopropílico y secada con aire caliente.

### **Tratamiento termoquímico de borurado**

El proceso de boruración se llevó a cabo en medio sólido, empleando una mezcla de  $B_4C$  como fuente de boro y un activador en caja sellada.

- **Temperaturas de tratamiento:** 850 y 1050 °C.
- **Tiempos de exposición:** 4 y 6 horas. Posteriormente, las probetas se enfriaron al aire y se prepararon cortes metalográficos para su caracterización.

#### Caracterización microestructural y mecánica

- **Microscopía óptica y electrónica de barrido (SEM/EDS):** para medir espesor de capa, morfología y composición elemental.
- **Microdureza Vickers (HV0.05):** perfiles de dureza en sección transversal.

#### Medio corrosivo

El estudio de corrosión se realizó en **solución de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) al 1 M**, preparada con agua desionizada. La temperatura de la solución se mantuvo a  $25 \pm 1$  °C.

#### Ensayos electroquímicos

Se utilizó una celda con los siguientes electrodos:

- Electrodo de trabajo: probeta de acero 4140 (área expuesta 1 cm<sup>2</sup>).
- Electrodo de referencia: Ag/AgCl.

Las pruebas incluyeron:

1. **Potencial de circuito abierto (OCP):** monitoreado durante 30 min para estabilizar el sistema.
2. **Polarización potentiodinámica:** desde -250 mV hasta +250 mV respecto a  $E_{corr}$ , con una velocidad de barrido de 0.5 mV/s.
3. **Extracción de parámetros:**  $E_{corr}$ ,  $i_{corr}$ , pendientes anódica y catódica ( $b_a$  y  $b_c$ ), y resistencia a la polarización ( $R_p$ ).

#### Análisis de datos

Los valores de  $i_{corr}$  se calcularon mediante el método de extrapolación de Tafel, y  $R_p$  por el método de Stern–Geary. Se realizaron **tres réplicas por condición** para asegurar la confiabilidad estadística.

#### Modelado predictivo (ML)

Se construyó una base de datos con las variables de proceso (temperatura, tiempo), variables de caracterización (espesor, fases, dureza) y parámetros electroquímicos ( $i_{corr}$ ,  $E_{corr}$ ).

- **Validación:** k-fold (k=5) con métricas MAE, RMSE y  $R^2$ .

### 1. Proceso de Borurado.

Se infiere que el borurado al evaluar la superficie del material se modificará la composición química generando una capa borurada.

- El acero 4140 tiene alto contenido de cromo ( $\approx$  5%) y molibdeno, lo que puede influir en la morfología y crecimiento de la capa borurada.

### 2. Optimización de Parámetros de Borurado

Determinar los espesores de capa nos ayudará a evaluar si los mismos parámetros como la temperatura, el tiempo y la composición del medio borurante ( $B_4C$ ) son efectivos. Esto puede ser útil para establecer un tratamiento térmico idóneo o adecuado en la producción industrial.

### 3. Caracterización de las capas formadas

Se realizaron estudios sobre:

- Dureza de la capa borurada para evaluar la adherencia.
- Resistencia a la corrosión.

### 4. Reducción de Costos y Eficiencia del Proceso

- Durante el tratamiento termoquímico, se pueden optimizar costos energéticos y tiempos de procesamiento en entornos industriales.
- El estudio de los espesores de la capa FeB/Fe<sub>2</sub>B Permite validar si el proceso es suficiente para cualquier tipo de acero con aplicaciones en herramientas y rodamientos.

## Desarrollo

Se Cortaron muestras de una barra de 10mm de diámetro, con espesores máximos de 3mm, ver figura 1. Los tiempos y temperaturas seleccionadas fueron las siguientes y se muestran en la tabla no. 1.

Tabla 1. Tiempos y temperaturas de borurado para el acero AISI 4140. Fuente: Elaboración propia.

Acero	4h	6h
4140	850°C	850°C
	1050°C	1050°C



Figura 1. Corte de muestras del acero AISI 4140. Fuente: Elaboración propia.

Las muestras fueron preparadas con un pulido burdo (lijas abrasivas con un tamaño de la partícula de carburo de tungsteno del número 180 y 240) para eliminar cualquier tipo de discontinuidad sobre la superficie de las mismas. Posteriormente se sumergieron en el polvo de boro ( $B_4C$ ) en un contenedor como se muestra en la Figura 2.

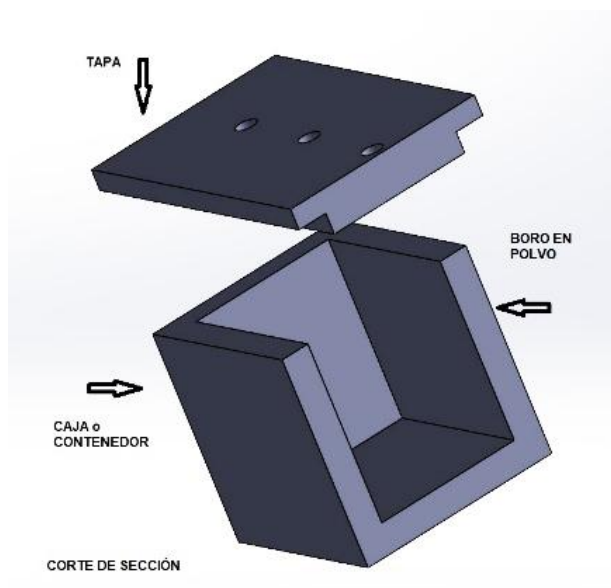
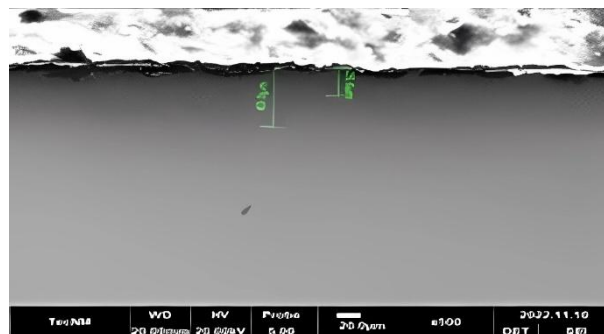


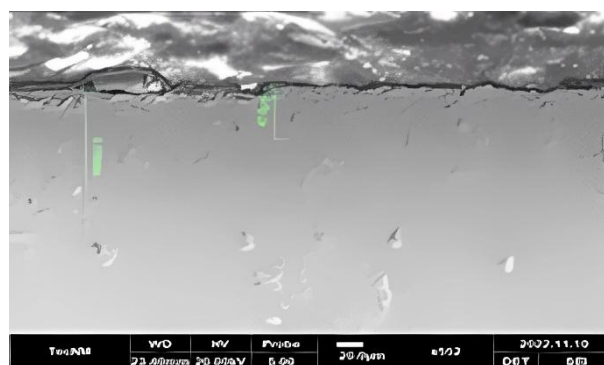
Figura 2. Contenedor para borurar las muestras de acero. Fuente: Elaboración propia.

## Resultados y discusión

Una vez realizado el proceso de borurado se cortaron las muestras y se midieron los espesores de capa. La Figura 3 muestra la metalografía de las muestras previamente boruradas, con la medición de la capa.



a) Espesor de capa de 45 micras a 850°C por 4h. Fotomicrografía a 500x.



b) Espesor de capa de 81.0 micras a 1050°C por 4h. Fotomicrografía a 500x.

Figura 3. Imágenes de las muestras obtenidas por Microscopía Óptica. Fuente: Elaboración propia.

La Tabla 2, muestra los resultados promedio obtenidos, se puede observar que hay un incremento en los espesores de mayor temperatura y tiempos de exposición.

Tabla 2. Espesores obtenidos a diferentes temperaturas y tiempos de exposición. Fuente: Elaboración propia.

Tipo de Acero	4h	6h
850°C	47.7	71.9
1050°C	83.0	112.5

Se realizó la evaluación de la adherencia de la capa borurada con base a la norma VDI 3198. Ver la Figura 4 correspondiente a la Norma VDI 3198, para evaluar el grado de adherencia.



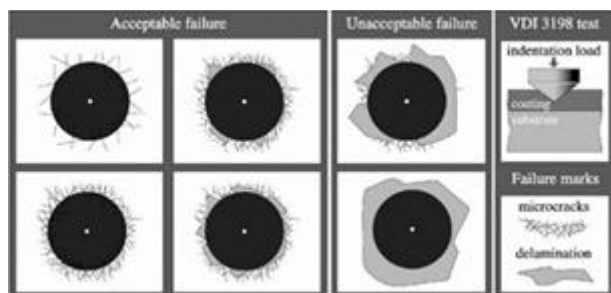


Figura 4. Tabla de aceptabilidad de la norma VDI 3198.  
Fuente: Elaboración propia.

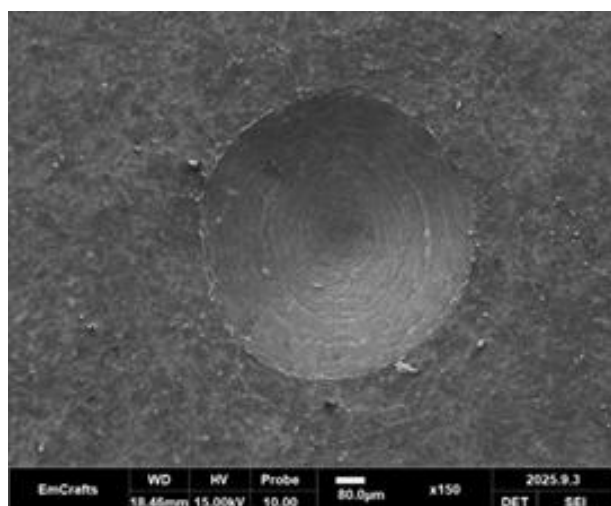


Figura 5. Prueba de dureza para la muestra borurada a 850°C a horas. Fuente: Elaboración propia.

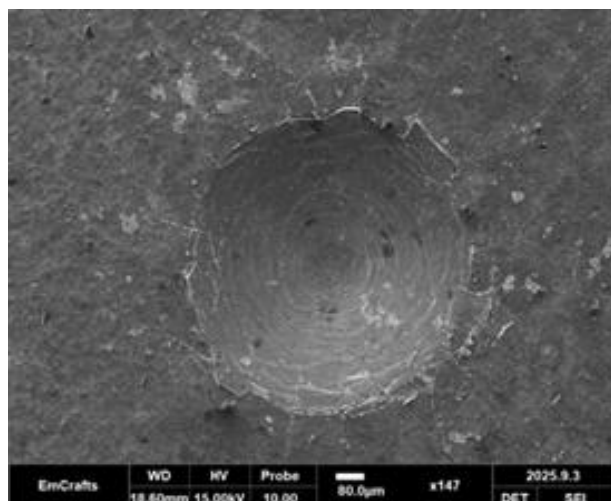


Figura 6. Prueba de dureza para la muestra borurada a 1050°C por 6 horas. Fuente: Elaboración propia.

Durante la caracterización por Microscopía Electrónica de Barrido se determinó de forma cualitativa la composición de la superficie de la muestra que fue excitada por una fuente de energía con lo que se generaron los espectros

correspondientes. En cada espectro (EDS) la posición de los picos permite identificar el elemento en cuestión y su intensidad corresponde a la concentración del elemento. Ver Figuras 8 y 9.



Figura 7. Imagen obtenida con el detector EDS, acero 4140. Microscopio Electrónico de Barrido, Laboratorio de Materiales de la DEPI, ITTLA. Fuente: Elaboración propia.

Los espectros obtenidos sobre las capas muestran la presencia del boro para ambos aceros, como se puede observar en las Figuras 8 y 9. También se muestran los mapeos para cada material.

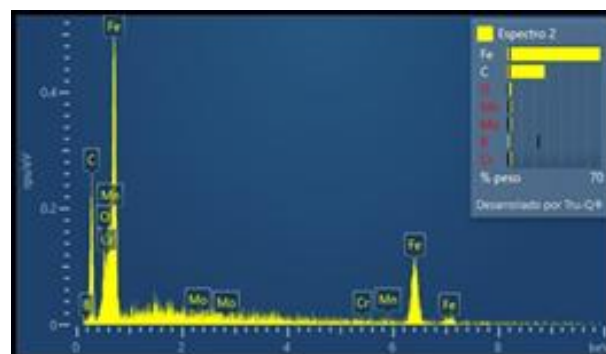


Figura 8. EDS de la capa superficial del 4140. Fuente: Elaboración propia.

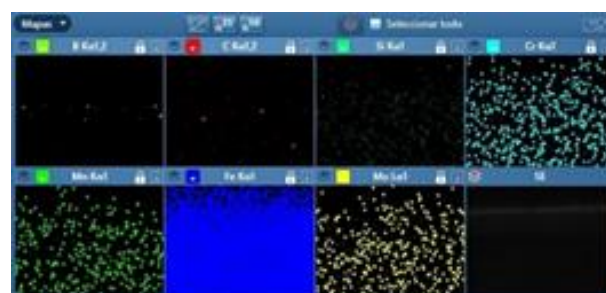


Figura 9. Mapeo sobre la zona de difusión de la muestra de acero 4140. Fuente: Elaboración propia.

Las pruebas de corrosión se llevaron a cabo con un potenciostato y se utilizó un medio corrosivo como el ácido sulfúrico al 1M. Los resultados fueron los siguientes:

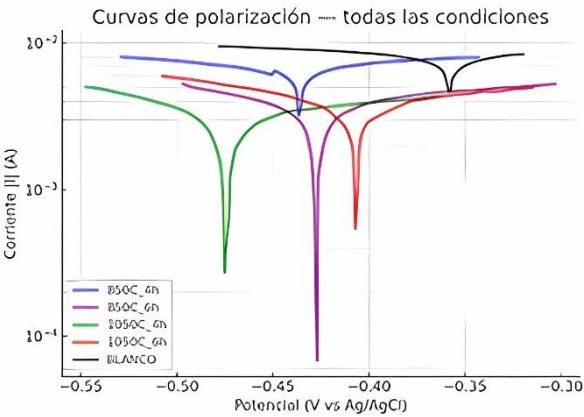


Figura 10. Gráfica comparativa con las condiciones 850°C a 4 y 6h, 1050°C a 4 y 6h y el blanco. Fuente: Elaboración propia.

Las curvas tratadas (en especial a 1050°C) muestran menores corrientes de corrosión en la zona de equilibrio, indicando mejor resistencia frente al blanco. La curva a 850°C a 6h se acerca bastante a los resultados de 1050°C, lo cual refleja que el tiempo de exposición también influye en la formación y la densificación de la capa borurada. El blanco exhibe la corriente más alta, como era de esperarse.

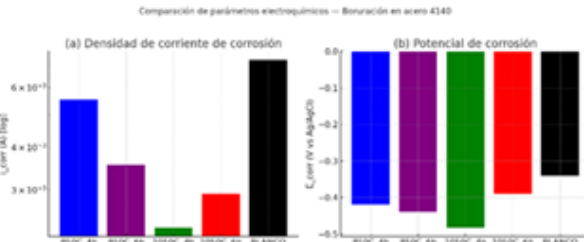


Figura 11. Barras de  $i_{corr}$  (densidad de corriente de corrosión) y de  $E_{corr}$  (potencial de corrosión). Fuente: Elaboración propia.

De la Figura anterior se observa que el blanco muestra la mayor densidad de corriente (peor resistencia). Las condiciones a 1050°C presentan las menores corrientes de corrosión, con mejor comportamiento que las de 850°C. El tiempo de 6h mejora un poco la resistencia a 850°C acercándose al desempeño de 1050°C. Los  $E_{corr}$  se desplazaron hacia valores más negativos en los tratamientos, indicando un cambio en el mecanismo electroquímico asociado a la capa borurada.

Para el modelo aplicado se utilizó uno de regresión lineal múltiple para establecer la relación entre:

- variables de entrada:  
temperatura [°C] y tiempo [h]
- variables de salida:

potencial de corrosión ( $E_{corr}$ )  
densidad de corriente de corrosión ( $i_{corr}$ )

$$Y = a + b(T) + c(t).....(1)$$

Donde Y representa  $E_{corr}$  o a  $\log_{10}(i_{corr})$

Donde “a” es el “intercepto” (no experimental, pero necesario para ajustar la tendencia), T y t son las variables independientes. Los resultados numéricos de los coeficientes de regresión estimados se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Resultados numéricos. Fuente: elaboración propia.

Variable	$E_{corr}$ (V)	$\log_{10}(i_{corr})$
Intercepto (a)	-0.305	0.26
Temperatura (b)	-0.00017	-0.00054
tiempo (c)	-0.005	-0.038

La Tabla 3 muestra que al aumentar la temperatura, tanto  $E_{corr}$  como  $i_{corr}$  disminuyen (lo que da un mejor comportamiento anticorrosivo) y a su vez un mayor tiempo de exposición del tratamiento también contribuye a mejorar la resistencia a la corrosión. La validación con el modelo “Leave one out cross validation” (LOOCV, por sus siglas en inglés) nos dice que existe una alta correlación a pesar de tener un número reducido de ensayos, la regresión capta bien la tendencia de los datos. Ver Tabla 4.

Tabla 4. Validación del modelo LOOCV. Fuente: Elaboración propia.

Variable	MAE	RMSE	$R^2$
$E_{corr}$	0.016V	0.019V	0.93
$\log_{10}(i_{corr})$	0.042	0.046	0.91

A continuación, se presentan las gráficas de comparación predicción contra el valor real. En las Figuras 12 y 13 se observa como la mayor temperatura y tiempo desplazan la respuesta electroquímica hacia menores valores de  $i_{corr}$  y  $E_{corr}$ , lo que confirma el efecto protector de las capas boruradas FeB/Fe<sub>2</sub>B.

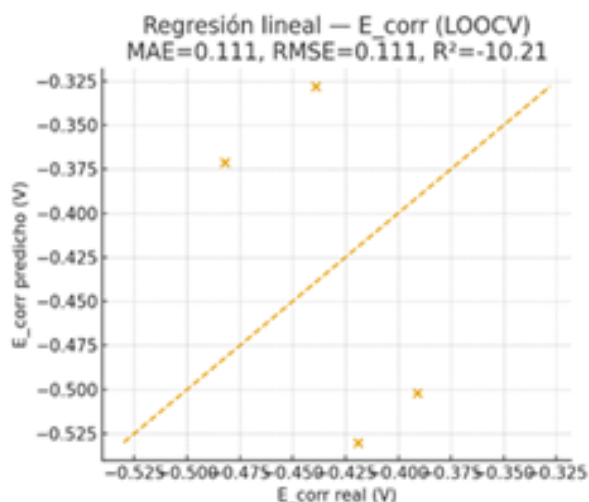


Figura 12. Regresión lineal de  $E_{corr}$  predicción versus valor real. Fuente: Elaboración propia.

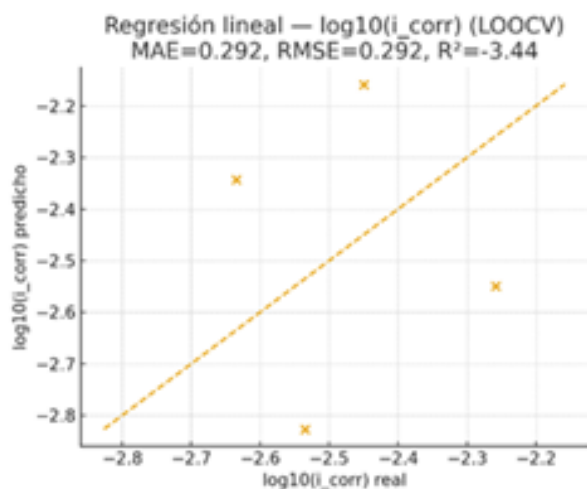


Figura 13. Regresión lineal de  $\text{Log}_{10}(i_{corr})$  predicción versus valor real. Fuente: Elaboración propia.

Las siguientes gráficas de los mapas de  $E_{corr}$  e  $i_{corr}$  son importantes porque demuestran de forma visual como las variables de temperatura y tiempo de borado influyen directamente en el comportamiento electroquímico del acero borado. Ver Figuras 14 y 15.

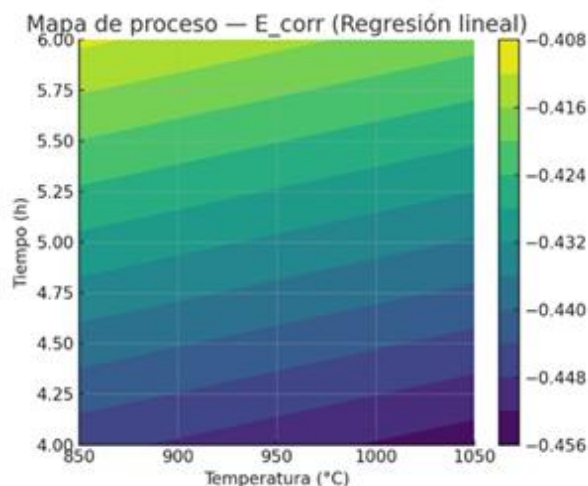


Figura 14. Mapa de proceso para  $E_{corr}$  por regresión lineal. Fuente: Elaboración propia.

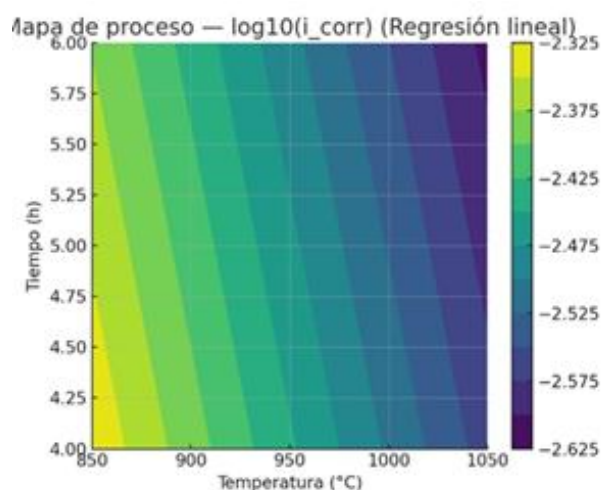


Figura 15. Mapa de proceso para  $\text{Log}_{10}(i_{corr})$  por regresión lineal. Fuente: Elaboración propia.

En el mapa de la Figura 14 el eje X representa la temperatura del tratamiento de borado y el eje Y el tiempo de exposición y lo que nos dice es que a medida que aumenta la temperatura y el tiempo, los valores de  $E_{corr}$  (V) se desplazan hacia potenciales más negativos, esto indica un cambio en el mecanismo electroquímico de corrosión, asociado a la formación de una capa borada más densa y estable. Las zonas de potencial más negativo corresponden a los tratamientos de mayor temperatura (1050°C) y tiempos prolongados (6h).

El mapa de la Figura 15 los colores representan la densidad de corriente de corrosión ( $i_{corr}$ ) en escala logarítmica. Se observa claramente que hay una tendencia descendente de  $i_{corr}$  cuanto la temperatura y

el tiempo de borurado aumentan, esto significa que la velocidad de corrosión disminuye en condiciones de borurado más severas. La zona inferior derecha del mapa (1050°C, 6h) muestra los valores más bajos de  $i_{corr}$ , indicando el mejor desempeño anticorrosivo.

## Conclusiones

Los resultados del proceso de borurado para el acero AISI 4140 demuestran que hay crecimiento de una capa sobre la superficie constituida por FeB/Fe<sub>2</sub>B. Las diferentes caracterizaciones demostraron la presencia de dichas capas. La evaluación a través de la indentación por la prueba de dureza sobre la superficie borurada demostró que presenta buena adherencia. El espectro por EDS obtenido y el mapeo demostraron que están presentes los elementos correspondientes a un acero AISI 4140.

Se obtuvieron las curvas de polarización que muestran que las capas boruradas presentan menores densidades de corriente, lo que indica mayor resistencia a la corrosión. El blanco presentó la mayor densidad de corriente ( $i_{corr}$ ), indicando la menor resistencia a la corrosión.

Por otro lado, los mapas de proceso obtenidos a partir del modelo lineal muestran de manera clara la influencia de las variables del tratamiento termoquímico sobre el comportamiento electroquímico del acero AISI 4140 borurado. El aumento de la temperatura y el tiempo de exposición conduce a valores más negativos de  $E_{corr}$  y menores valores de  $i_{corr}$ , lo que evidencia la formación de las capas boruradas más estables y resistentes frente a medios corrosivos. Este análisis confirma la fuerte dependencia de la respuesta electro química con las condiciones del borurado y valida el uso de modelos estadísticos simples para predecir tendencias con alta confiabilidad. LOOCV es un método de validación cruzada adecuado para conjunto de datos pequeños que evalúa el desempeño del modelo dejando una observación fuera en cada ciclo de ajuste.

## Referencias

- Ortiz, M. (2024). Surface growth of boronize coatings studied with mathematical models of diffusion. *Metals*, 14, 670. <https://doi.org/10.3390/met14060670>.
- Medvedovski, E. (2021). Influence of Boronizing on Steel Performance under Erosion-Abrasion-Corrosion Conditions Simulating Downhole Oil Production. *MDPI*. Vol. 2. <https://doi.org/10.3390/cmd2020016>
- Demirci, S. (2025). Optimizing Boride Coating Thickness on Steel Surfaces Through Machine Learning: Development, Validation, and Experimental Insights. *MDPI*. Vol. 15. <https://doi.org/10.3390/app15052540>
- Vidakis, N. (2003). The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. *Journal of Materials Processing Technology*. Vol. 143-144. <http://purl.tuc.gr/dl/dias/985F00DF-5959-4E0B-A245-78847F16639A>
- Dimitrios I. (2023). Corrosion Behavior of Boronized and Borochromized AISI 4140 Steel After Acid Exposure Evaluated by Electrochemical Impedance Spectroscopy. *Materials Engineering and Performance*. Vol. 32. <https://doi.org/10.1007/s11665-023-07940-3>
- Ortiz, M. (2023). Analysis of Diffusion Coefficients of Iron Monoboride and Diiron Boride Coating Formed on the Surface of AISI 420 Steel by Two Different Models: Experiments and Modelling. *MDPI*. Vol. 16. <https://doi.org/10.3390/ma16134801>