

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales

"Efecto de la deformación plástica y de la temperatura durante la etapa de partición en el tratamiento térmico de temple y partición (Q&P) de un acero de fase compleja"

TESIS

Para optar por el grado académico de: Maestra en Ciencia e Ingeniería de Materiales

> PRESENTA: Ing. Sylvia Nathalie Orduz Pérez

> TUTOR PRINCIPAL: Dr. Antonio Enrique Salas Reyes Facultad de Química

MIEMBROS DEL COMITÉ TUTOR: Dr. José Reyes Gasga Instituto de Física

Dr. Gabriel Ángel Lara Rodríguez Instituto de Investigaciones en Materiales

Ciudad Universitaria, CDMX, Febrero 2024



Universidad Nacional Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor. Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales – UNAM Acuerdo del Comité Académico del 28 de junio de 2023

Declaración de Autoría

Yo, Sylvia Nathalie Orduz Pérez hago constar que esta tesis titulada, <u>"Efecto de la deformación plástica y de la temperatura durante la etapa de partición en el tratamiento térmico de temple y partición (Q&P) de un acero de fase compleja" y el trabajo presentado en ella son de mi autoría, asimismo,</u>

Yo confirmo que:

Este trabajo fue hecho totalmente durante el periodo de mis estudios de <u>Maestría</u> en el Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales (PCeIM) de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM).

Ninguna parte del presente trabajo ha sido usada para algún tipo de grado o certificación en la UNAM, ni en alguna otra Institución.

Cuando se ha citado el trabajo de otros autores, siempre se ha dado la fuente de origen. Con la excepción de dichas citas, la totalidad de la información contenida en el presente trabajo es de mi autoría.

He reconocido todas las fuentes de ayuda usadas en este trabajo.

Cuando el trabajo fue hecho en colaboración con otros, he especificado cuáles fueron sus contribuciones.

Afirmo que el material presentado no se encuentra protegido por derechos de autor y me hago responsable de cualquier reclamo relacionado con la violación de derechos de autor.

Hago constar que el trabajo que presento es de mi autoría y que todas las ideas, citas textuales, datos, ilustraciones, gráficas, etc., sacados de cualquier obra o debidas al trabajo de terceros, han sido debidamente identificados y citados en el cuerpo del texto y en la bibliografía.

Acepto que, en caso de no respetar lo anterior puedo ser sujeto de sanciones universitarias.

Nombre	Alumno	Sylvia	Nathalie	Orduz	Pérez
Firma:	Gro				
	0				

Nombre del Tutor: Dr. Antonio Enrique Salas Reyes

Fecha: 15 de noviembre, 2023



PROTESTA UNIVERSITARIA DE INTEGRIDAD Y HONESTIDAD ACADÉMICA Y PROFESIONAL (Graduación con trabajo escrito)

De conformidad con lo dispuesto en los artículos 87, fracción V, del Estatuto General, 68, primer párrafo, del Reglamento General de Estudios Universitarios y 26, fracción I, y 35 del Reglamento General de Exámenes, me comprometo en todo tiempo a honrar a la Institución y a cumplir con los principios establecidos en el Código de Ética de la Universidad Nacional Autónoma de México, especialmente con los de integridad y honestidad académica.

De acuerdo con lo anterior, manifiesto que el trabajo escrito titulado:

"Efecto de la deformación plástica y de la temperatura durante la etapa de partición en el tratamiento térmico de temple y partición (Q&P) de un acero de fase compleja"

que presenté para obtener el grado de -----Maestria----- es original, de mi autoría y lo realicé con el rigor metodológico exigido por mi programa de posgrado, citando las fuentes de ideas, textos, imágenes, gráficos u otro tipo de obras empleadas para su desarrollo.

En consecuencia, acepto que la falta de cumplimiento de las disposiciones reglamentarias y normativas de la Universidad, en particular las ya referidas en el Código de Ética, llevará a la nulidad de los actos de carácter académico administrativo del proceso de graduación.

Atentamente Sylvia Nathalie O/duz Pérez 52246298-8

(Nombre, firma y Número de cuenta de la persona alumna)

Reconocimientos

A la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM) por ser un espacio de aprendizaje público, gratuito y de calidad.

Al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT) por financiar mi estancia en el país para el desarrollo del proyecto de investigación.

Al Posgrado de Ciencia e Ingeniería en Materiales (IIM) por la calidad de los cursos brindados y la invaluable oportunidad de aprender de destacados científicos mexicanos.

A mi tutor, Dr. Enrique Salas por su excepcional empatía y generosidad al orientarme. Sus lecciones han trascendido el contexto académico, enseñándome la importancia del sentido humano en el laboratorio: antes de ser buena investigadora, debo ser excelente persona. Gracias por su tiempo invertido y la orientación realizada en pro de los resultados obtenidos.

A mi comité tutoral: Dr. José Reyes Gasga (IF-UNAM) y Dr. Gabriel Ángel Lara (IIM-UNAM), por facilitarme y orientarme en el uso de sus laboratorios durante la etapa experimental.

A los miembros de la mesa sinodal: Dr. Gonzalo González, Dr. Ignacio Figueroa, Dra. Guillermina González y Dr. Rafael González, por sus observaciones y valiosos aportes en la revisión del contenido de este trabajo.

Al laboratorio de Microscopía del departamento de Metalurgia-UNAM y del Instituto de Física-UNAM representado en la Dra. Guillermina González Mancera, y IQ. Samuel Tehuacanero Núñez por el apoyo y el tiempo invertido los resultados requeridos del microscopio electrónico de barrido.

Al Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN (CINVESTAV- Saltillo) por enseñarme la manera tan innovadora de hacer ciencia con el sector industrial en México. Además de la generosa oportunidad de utilizar el laboratorio mecánico y el de microscopía para enriquecer los resultados de este trabajo.

A la Corporación Mexicana de Investigación en Materiales (COMIMSA- Saltillo), en particular al Dr. Hector Hernández por dedicar su tiempo y brindarme la oportunidad de realizar la caracterización mecánica mediante la técnica de nanodureza.

Dedicatoria

A Dios porque su gracia hacia mí es inmensurable, ha cumplido a lo largo del tiempo los deseos de mi corazón, es mi fortaleza en momentos de reflexión, es mi protector y es mi completo proveedor.

A mis papás: Roberto y María Rosa, por invertir tiempo, esfuerzo y recursos en pro de mi formación personal, por ser mi apoyo en el cumplimiento de mis sueños, por animarme en días difíciles y brindarme un lugar seguro al cual regresar.

A mi hermano, Roberto Carlos por ser mi compañero de lucha, e impulsarme constantemente a amar lo que hago.

A mi novio, Mauricio, por motivarme a ver con optimismo los retos propuestos, y por acompañarme con paciencia en los días difíciles.

Índice

Lista	a de	Figuras	3
Lista	a de	Tablas	6
Lista	a de	Anexos	7
Abr	evia	ituras	8
1.	Inti	roducción	9
1.1	1.	Justificación	10
1.2	2.	Hipótesis	10
1.3	3.	Objetivos	11
	Ob	jetivo general	11
	Ob	jetivos específicos	11
2.	An	tecedentes	12
3.	Rev	visión de la literatura	18
3.2	1. T i	ransformaciones de fase en aceros AHSS	18
	3.1.	1. Transformación martensítica	18
	3.1.	2. Transformación bainítica	22
	3.1.	3. Estabilidad de austenita retenida	27
3.2	2. Pá	articularidades del tratamiento térmico de temple y partición.	28
	3.2.	1. Austenización	29
	3.2.	2. Templado (QT)	31
	3.2.	3. Partición (PT)	33
3.3	3. Ef	fecto de los elementos de aleación y microaleación en las transformaciones de fase	35
4.Ma	ater	iales y metodología experimental	38
4.2	1.	Materiales	38
4.2	2.	Caracterización microestructural	39
4.3	3.	Caracterización estructural	41
	Dif	racción de rayos-X (DRX)	41
	Dif	racción de electrones retrodispersados (EBSD, Electron Backscatter Diffraction)	43
4.4	4.	Análisis térmico	46

	Dil	atometría	46
4	4.5.	Diseño y desarrollo de tratamiento térmico Q&P	48
	Paı	rámetros de diseño	52
4	1.6.	Aplicación de tratamiento térmico de temple y partición (Q&P)	55
4	1.7.	Caracterización mecánica	57
	Mi	crotracción	57
	Mi	crodureza	58
	Na	nodureza	59
5.	Re	sultados y discusión	59
Ę	5.1.	Resultados de la Caracterización de Aceros en Estado de Suministro	60
	Est	imación de fases en la microestructura mediante JMatPro	60
	An	álisis estructural	62
	Tar	naño de grano	64
	Ca	racterización microestructural	66
	Res	sultado de los ensayos de microdureza Vickers	68
5	5.2.	Resultados de la Caracterización de Aceros con Tratamiento Térmico Q&P	69
	Res	sultados de la caracterización estructural	69
	Tar	naño de grano	73
	An	álisis de la matriz por microscopía	74
	An	álisis de la matriz mediante técnica OIM-EBSD	79
5	5.3.	Resultados de la Caracterización Mecánica de los aceros tratamos térmicamente	89
6.	Co	nclusiones	95
7.	Re	ferencias	97
8. /	Anex	OS	111

Lista de Figuras

Figura 1. Estimación de cargas en carrocería experimental mediante análisis de elementos finitos en parabrisas
delantero y vigas de parachoques: (a) Sección de refuerzo de pilar B, (b) Sección de refuerzo pilar A y (c) Sección de
balancín [6]
Figura 2. Contraste de propiedades mecánicas obtenidas para aceros avanzados AHSS [15]13
Figura 3. Esquema del tratamiento temple y partición Q&P: (1) Temperatura de austenización, (2) Etapa de temple 1,
(3) Etapa 2 de partición y (4) Templado final a temperatura ambiente. A: Austenita, M1: Martensita primaria, M2:
Martensita secundaria, C: Carbono ^[23] 15
Figura 4. (a) Micrografía por MEB, (b) Mapa de fases EBSD del acero procesado Q&P (Fe-0.2C-4.0Mn-1.6Si-1.0 Cr %
en peso). Los autores denotaron γ como austenita retenida) y α como la martensita primaria/fresca representadas
con color rojo y verde respectivamente en el inciso b ^[25]
Figura 5. Modelo propuesto en la literatura de estructura en la interfaz martensita-austenita: (a) Martensita deslizada
y (b) Martensita maclada. ^[44,46]
Figura 6. Transformación de celdas unitarias de la austenita a la martensita ^[48]
Figura 7. Imágenes adquiridas mediante FE-MEB EBSD: (a) Martensita en listones de aceros de bajo carbono.
Izquierda: Imágenes 3D de paquetes de martensita. Derecha: Figura de calidad de imagen y (b) Martensita en placas
de una aleación Fe con 28.5 at% Ni. Izquierda: Esquema 3D de la distribución de placas. Derecha: Calidad de imagen
^[44]
Figura 8. (a) Mapa de la distribución del carbono en un acero X38CrMoV5-1 por espectroscopía de masa y (b)
Representación de clúster de carbono en la muestra [44]22
Figura 9. Ilustración esquemática de la microestructura de la bainita superior en inferior ^[49] 23
Figura 10. Microestructuras MEB que muestran las 3 clase de bainita clasificadas por Bramfitt-Speer B1, B2, B3 ^[50,51] 24
Figura 11. Microestructura de racimos de bainita superior: (a) Microscopía óptica y de trasmisión en campo claro y
oscuro y (b) Esquematización de subunidades en la "punta" de los racimos de bainita [52]
Figura 12. Representación esquemática del crecimiento de racimos de bainita superior [50]: (a) Crecimiento de listones
de ferrita supersaturada, (b) Migración de carbono, (c) Principio de nucleación en los bordes de la ferrita, (d)
Crecimiento de bainita sin silicio, y (e) Crecimiento de bainita con silicio
Figura 13. Recopilación y adaptación de austenitas retenidas reportadas en la literatura mediante microscopía óptica
(MO) y electrónica de barrido (MEB) y electrónica de trasmisión (MET): (a) MO de acero bainítico templado en un
baño de sales [66]. (b) MO de acero para trabajo en caliente AISI H13 [67] y (c,d) MEB y MET de acero sometido a
transformación bainítica A 300 °C durante 24h ^[68]
Figura 14. Ilustración esquemática del tratamiento térmico Q&P para producir microestructuras que contienen
austenita retenida incluyendo partición para 1 y/o 2 pasos [41]
Figura 15. Tamaño de grano característico de acero de avanzado de tercera generación Q&P ^[40] con límites de grano
> 10°. Notación: Azul, Austenita y Rojo, Martensita
Figura 16. Esquema de equilibrio de energía libre de Gibbs respecto a contenido de carbono que muestra la
construcción tangente común de equilibrio metaestable entre martensita y austenita [21]
Figura 17. Perfil de concentración promedio de C, Si y Mn en la interfase austenita-martensita ^[87] 35
Figura 18. Representación del efecto de aleantes en diagrama TTT [76]

Figura 19. (a) Diagrama de diseño del ciclo termo-mecánico y mecánico (b) Vista en estado de suministro poste la deformación plástica inicial	rior a
F igura 20. Microscopios utilizados para caracterización microestructural: (a) Microscopio óptico Olympus PMG Microscopio digital Keyence VHX-970F y (c) Microscopio electrónico de barrido de Ultra-Alta resolución JSM-7	; 3, (b) 7800F. 41
Figura 21. Difractómetro Bruker D8 Advance Eco	42
Figura 22. Histograma de IQ. Muestra de ejemplo B0P1-XD	44
Figura 23. Histograma de IQ Normalizada. Muestra de ejemplo B0P1-XD	45
Figura 24. Dilatómetro de temple LINSEIS modelo L78 RITA	47
Figura 25. Curvas experimentales de dilatometría para la determinación de las temperaturas intercríticas: (a) A	Acero
CP-B0 en calentamiento, (b) Acero CP-B0 en enfriamiento, (c) Acero CP-B3 en calentamiento, (d) Acero CP- enfriamiento y (e) Tabla de resumen	B3 en 50
Figura 26. Interfaz de software ImatPro 7.0. empleado en el análisis térmico.	51
Figura 27. Curvas teóricas generadas mediante el software de simulación termodinámica JMatPro. Tempera	atura-
Tiempo-Transformación (TTT): (a) CP-B0, (b) CP-B3. Curvas de enfriamiento continuo (CCT) (c) CP-B0, y (d) C Temperaturas Ms y Mf determinadas teóricamente.	CP-B3.
Figura 28. Resumen de condiciones experimentales establecidas para el tratamiento térmico de temple y partic & P en aceros de fase compleja B0 y B3	ión Q
Figura 29. Evidencia de aplicación del tratamiento térmico de temple y partición: (a) Láminas rectificadas a 2.	5 mm
de espesor, (b) Graduación de paso en laminadora, (c) Monitoreo de temperatura en baño de sales a 350 °C	y (d)
Etapas de trabajo para la aplicación del tratamiento térmico: 1. Horno para el calentamiento a la temperatu	ıra de
austenización a 920 °C, 2. Baño de sales con termopares acoplados en las resistencias y el baño para garanti	zar la
temperatura de partición (Muestras P1) y temple inicial (Muestras P2), 3. Horno para etapa de partición a 600 °	C y 4.
Baño de aceite a temperatura ambiente para templado final.	56
Figura 30. Muestras de ensayo de microtracción: (a) Condiciones bajo norma ASTM D1708 y (b) Estado supe real.	rficial 57
Figura 31. Máquina Universal de ensayos MTS- QTEST/100: (b y c) Ubicación de extensómetro para microtra	cción. 58
Figura 32. Ensayo de Microdureza: (a) Microdurómetro Vickers Future Tech F11-7 y (b) Huella de indent Vickers	tación 58
Figura 33. Ensayo de Nanodureza: (a) Mesa antivibratoria, (b) Controlador de software y (c) Indentador Berko	ovich. 59
Figura 34. Diagrama de fases en equilibrio estimado mediante software de simulación termodinámico JMatPro	: (a, c,
e) Aceros sin boro CP-B0 y (b, d, f) Aceros con 60 ppm de boro CP-B3	61
Figura 35. Patrón de difracción de rayos-X de muestras en estado de suministro: en gris, B0 (sin boro); en rojo, B3 60 ppm de B)	3 (con 62
Figura 36. Imagen MEB-EBSD de muestras en estado de suministro. Mapa de fases (a) CP-B0, (b) CP-B3, Imag polos inversa (c) CP-B0 y (d) CP-B3.	;en de 64
Figura 37. Imagen por microscopía óptica de muestras bajo condición de colada (a) CP-B0 y (b) CP-B3 ^[106] .) In de calidad promedio de grano obtenida por MEB-EBSD de muestras en estado de suministro a 2000x (c) CP-B0	nagen , y (d)
	00

Figura 38. Micrografías de MO de acero de fase compleja después de ser atacado con Lepera modificado, RD
(Dirección de laminado) y TD (Dirección transversal o perpendicular al laminado): (a) B0-RD, (b) B0-TD, (c) B3-RD,
y (d) B3-TD
Figura 39. Micrografías de MEB de acero de fase compleja después de ser atacado con Lepera modificado: (a) B0-TD
7000x y (b) B0-TD 1500x
Figura 40. Resumen de micro durezas en material de partida69
Figura 41. Patrones de difracción por Rayos-X de acero avanzado de fase compleja tratado térmicamente por temple-
partición de 1 paso (B0P1XD, B0P1CD, B3P1XD, B3P1CD) y 2 pasos (B0P2XD, B0P2CD, B3P2XD, B3P2CD)
Figura 42. Imagen MEB-EBSD. Mapa de fases para la distinción de austenita retenida (verde)
Figura 43. Imagen MEB-EBSD. Imagen de polos inversa de muestras con tratamiento térmico de temple y partición.
Figure 44 Resumen de tamaños de grano obtenidos nor Imagen de calidad (IO)
Figura 45. Resumen de tamaños de grano obtenidos por imagen de candad (1Q).
Figura 45. Intagen WED-ED5D. (a) intagen de candad de indestras boi FCD, y (b) Distribución de taniano de grano.
Figura 46. Micrografías de caracterización microestructural para muestras sometidas a tratamiento térmico de temple
v partición O&O de 1 v 2 paso (Superior) Microscopía óptica 50X (Inferior) Microscopía digital 2000X 75
Figura 47. Micrografías MEB-Electrones secundarios de Martensita en bloques B3P2CD: (a) 2500x. (b) 8000x
Figura 48. Micrografías MEB-Electrones secundarios de Martensita en bloques B0P2XD: (c) 2500x, (d) 8000x,
Figura 49. Micrografías MEB-Electrones secundarios. Identificación de la bainita: B3P1- XD (a) 1000x, (b) 5000x v (c)
B0P2-CD a 5000x
Figura 50. Distribución normal de muestra B0P1-XD obtenida a partir imagen de calidad (IO) mediante método
estadístico multimodal
Figura 51. Análisis estadístico multimodal de fases "puras": (a) IO v (b) Distribución de fases
Figura 52. Análisis estadístico multimodal de fases de acero con tratamiento térmico O&P de 1 paso
Figura 53. Análisis estadístico multimodal de fases de acero con tratamiento térmico O&P de 2 pasos
Figura 54. Microanálisis EDS de Límites de grano en la muestra B3P2XD
Figura 55. Microanálisis EDS de precipitados enriquecidos en Mo y Nb
Figura 56. Microanálisis EDS de precipitados enriquecidos en Mo en los límites de grano
Figura 57. Superficie de fractura obtenida del ensavo de microtracción uniaxial a temperatura ambiente mediante
electrones secundarios: (a) B0P1-CD, (b) B0P2-CD, (c) B3P1-CD, y (d) B3P2-CD
Figura 58. Resumen de microdurezas medidas en los aceros de fase compleja tratados térmicamente por temple y
partición
Figura 59. Resumen de curvas de carga-desplazamiento de los ensayos de nanoindentación para las muestras con
tratamiento térmico de 1 paso
Figura 60. Resumen de curvas de carga-desplazamiento de los ensayos de nanoindentación para las muestras con
tratamiento térmico de 2 pasos

Lista de Tablas

Tabla 1. Composición y microestructuras de aceros avanzados de tercera generación reportados en la literatura (A:	
Austenita, F: Ferrita, M: Martensita, M ¹ : Martensita primaria, y RA: Austenita retenida) ^[20] 1	4
Tabla 2. Caracterización composicional y microestructural de aceros avanzados de alta resistencia seleccionados	
[AHSS] ^[40] 1	8
Tabla 3. Resumen de temperaturas M _s donde se forma la primera martensita durante el enfriamiento y su dureza	
Vickers aproximados ^[43] 1	9
Tabla 4. Composición química (% en peso) del acero CP en estado de suministro. 3	8
Tabla 5. Proceso de preparación de muestras metalográficas para microscopía óptica y electrónica de barrido 4	0
Tabla 6. Protocolo de ataque químico con Lepera modificado en aceros CP [1]. 4	0
Tabla 7. Resumen de condiciones para difracción de rayos-X. 4	2
Tabla 8. Parámetros utilizados para MEB-EBSD4	3
Tabla 9. Resumen de condiciones experimentales de tratamientos térmicos realizados por dilatometría. 4	7
Tabla 10. Resumen de condiciones experimentales para la determinación de las temperaturas intercríticas Ac1, Ac3,	
M _s y M _f de los aceros CP-B0 y CP-B34	8
Tabla 11. Resumen de condiciones experimentales para el tratamiento térmico de temple y partición (Q&P) 5	4
Tabla 12. Cuantificación de austenita retenida mediante DRX y MEB-EBSD 6	3
Tabla 13. Tamaño de grano a partir de condiciones de suministro. Condición de colada tomada de un trabajo previo)
^[106] 6	5
Tabla 14. Estimación de austenita retenida mediante DRX y MEB-EBSD de muestras tratadas térmicamente por	
temple y partición7	1
Tabla 15. Microdurezas calculadas para muestras de referencia 8	1
Tabla 16. Resumen de las propiedades mecánicas medidas mediante ensayo de tracción uniaxial de B0 y B3 tratada	s
térmicamente por temple y partición con deformación plástica durante la partición8	9
Tabla 17. Nanodurezas resultantes de las curvas carga-desplazamiento. 9	5

Lista de Anexos

Anexo 1. Resumen de las funciones de los elementos aleantes y microaleantes en los aceros de temple y partición [90-
^{94]}
Anexo 2. Imagen MEB-EBSD. Mapas de fases para la distinción de austenita retenida (verde) en tratamiento térmico
de 1 paso (P1)
Anexo 3. Imagen MEB-EBSD. Mapas de fases para la distinción de austenita retenida (verde) en tratamiento térmico
de 2 pasos (P2)
Anexo 4. Imagen MEB-EBSD. Imagen de polos inversa de muestras con tratamiento térmico de temple y partición
de 1 paso (P1) 114
Anexo 5. Imagen MEB-EBSD. Imagen de polos inversa de muestras con tratamiento térmico de temple y partición
de 2 pasos (P2)
Anexo 6. Imagen MEB-EBSD. Imagen de Calidad de muestras con tratamiento térmico de temple y partición de 1
paso (P1)
Anexo 7. Imagen MEB-EBSD. Imagen de Calidad de muestras con tratamiento térmico de temple y partición de 2
pasos (P2)
Anexo 8. Microscopía óptica de muestras con tratamiento térmico de temple y partición de 1 y 2 pasos a 50X, Flecha
roja presencia de precipitado
Anexo 9. Microscopía digital de muestras con tratamiento térmico de temple y partición de 1 y 2 pasos a 50X,
Flecha roja presencia de precipitado119
Anexo 10. Microscopía electrónica de barrido de muestras con tratamiento térmico de temple y partición de 1 y 2
pasos a 2000X
Anexo 11. Condiciones de tratamiento térmico para la generación de fases puras por dilatometría. (a) Martensita,
(b) Bainita, (c) Ferrita+Martensita
Anexo 12. Curvas de esfuerzo-deformación de muestras deformadas durante la partición 122
Anexo 13. Curva de carga-profundidad de los aceros de fase compleja tratados térmicamente con partición de 1
paso
Anexo 14. Curva de carga-profundidad de los aceros de fase compleja tratados térmicamente con partición de 2
pasos

Abreviaturas

AHSS Advanced High Strength Steels, Aceros Avanzados de Alta Resistencia **ULSAB-AVC** UltraLight Steel Auto Body- Advanced Vehicle Concepts, Carrocería de acero ultraligera **Q&P** *Quenching and Partitioning,* Templado y Partición **CP** *Complex Phase Steel,* Acero de Fase Compleja MS Martensitic Steel, Aceros martensíticos **TRIP** *Transformation Induced Plasticity Steel*, Aceros de Plasticidad Inducida por Transformación **TWIP** Twinning Induced Plasticity Steel, Aceros de Plasticidad Inducida por Maclaje SSs, Aceros avanzados de segunda generación **RA** Retained Austenite, Austenita Retenida TTT Time Temperature Transformation diagram, Diagrama de Tiempo-Temperatura-Transformación EDS Energy-dispersive X-ray spectroscopy, Fluorescencia de rayos-X por energía dispersiva **QT** *Quench Temperature,* Temperatura de templado **RD** *Rolling Direction*, Dirección de laminado **MEB** Scanning Electron Microscopy, Microscopía electrónica de barrido **MET** *Transmission Electro Miscrocopy*, Miscroscopía electronica de trasmisión EBSD Electron BackscatterDiffraction, Difracción de electrones FCC Face-centered Cubic Structure, Estructura Cúbica Centrada en las Caras **HCP** Hexagonal Close-Packed Structure, Estructura Hexagonal Compacta BCC Body-centered Tetragonal Structure, Estructura Cúbica Centrada en el Cuerpo **BCT** Body-centered Cubic Structure, Estructura Tetragonal Centrada en el Cuerpo **TFCM** Phenomenological Theory of Martensite Crystallography, Teoría Fenomenológica de la Cristalografía de la Martensita

1. Introducción

En el dinámico escenario de la industria automotriz, donde las demandas de seguridad, eficiencia de combustible y responsabilidad ambiental son imperativas, la búsqueda de materiales avanzados representa un novedoso campo de estudio. En respuesta a los rigurosos estándares establecidos por ULSAB-AVC, han surgido aceros de alta resistencia que se erigen como pilares esenciales para la optimización del diseño mecánico de vehículos.

En este contexto, surge el acero de temple y partición. Este acero, sometido al tratamiento térmico propuesto por Speer y colaboradores ^[21], exhibe propiedades mecánicas excepcionales, con una resistencia mecánica que alcanza hasta 1700 MPa y una ductilidad máxima potencial del 25%. Sin embargo, la complejidad inherente a la composición, microestructura y control de parámetros en la producción de estos aceros plantea desafíos sustanciales.

En este trabajo se busca caracterizar un acero AHSS, centrándose en la comparación de variables clave: la microaleación de boro, la temperatura experimental de partición vinculada al tratamiento térmico y la deformación plástica en relación con condiciones específicas de suministro y tratamiento térmico durante la partición. La exploración de estas variables proporcionará una comprensión más nítida de cómo se puede mejorar y personalizar el rendimiento del material para cumplir con las exigencias de la industria automotriz.

La estructura de este trabajo abarcará una sección introductoria de antecedentes para contextualizar la clasificación de los aceros AHSS, seguida de una revisión exhaustiva de la literatura. Esta revisión no solo abordará las transformaciones esperadas en la microestructura, sino que también destacará la importancia del control preciso de los parámetros experimentales y sus posibles efectos. Finalmente, el trabajo se enfocará en el proceso experimental, abordando la caracterización del material desde su estado de suministro, explorando las variantes de aleaciones mediante la aplicación del tratamiento térmico propuesto, y culminando con una detallada caracterización mecánica de las muestras.

1.1. Justificación

Debido a requerimientos relacionados con urbanización, movilidad y estilo de vida, las industrias de transporte y de construcción requieren desarrollo de materiales económicamente asequibles, que cumplan con las disposiciones de diseños estructurales. Por medio de los aceros AHSS se busca cumplir con los estándares internacionales relacionados con seguridad, costo y cuidado del medio ambiente. Así, los aceros de tercera generación de fase compleja que aún están en investigación son vistos como materiales con gran potencial debido a la combinación de propiedades mecánicas tales como su alta resistencia y buena ductilidad.

A nivel experimental se buscará estudiar el efecto del boro en un acero de tercera generación con relación a su transformación austenítica durante el tratamiento térmico de temple y partición (Q&P), así como la identificación de los posibles precipitados no metálicos formados. Adicionalmente, una deformación plástica aplicada durante la etapa de partición tanto de 1 como de 2 pasos donde se buscará evaluar su posible incidencia en la migración de especies químicas mediante la generación de energía adicional asociada a la multiplicación de defectos cristalinos en cada cristal, principalmente a las dislocaciones, para promover la mejora en su resistencia mecánica y su ductilidad.

1.2. Hipótesis

Es posible la generación de defectos cristalinos (por ejemplo, dislocaciones y vacancias) mediante un procesamiento termo-mecánico de laminado en tibio realizado durante la etapa de partición del tratamiento térmico de temple y partición (Q&P) en un acero de fase compleja que facilita la migración de especies atómicas desde las fases duras hacia las más blandas en pro de una mejora en sus propiedades mecánicas.

1.3. **Objetivos** Objetivo general.

Evaluar el efecto de la deformación plástica durante la operación metalúrgica de partición en un acero experimental avanzado de alta resistencia (AHSS) de fase compleja (CP) microaleado con boro al ser sometido a procesamiento térmico de temple y partición (Q&P) de 1 y 2 pasos.

Objetivos específicos.

- 1. Evaluar la influencia del tratamiento termo-mecánico y mecánico del acero CP en estado suministro por medio de la caracterización microestructural y estructural.
- Diseñar las condiciones experimentales requeridas para la aplicación del tratamiento térmico Q&P (de 1 y 2 pasos) con deformación plástica, empleando herramientas de simulación termodinámica e información especializada reportada en la literatura.
- 3. Determinar la naturaleza microestructural, estructural y el efecto de la microadición de boro en el acero CP tras el tratamiento térmico Q&P (de 1 y 2 pasos) con deformación plástica.
- 4. Medir la resistencia mecánica del acero CP posterior al tratamiento térmico con deformación plástica mediante ensayos de tracción uniaxial, microdureza y nanodureza.

2. Antecedentes

En las últimas décadas debido a los exigentes estándares de la industria automotriz, se ha generado una fuerte competencia entre los productores de materia prima como lo son la industria siderúrgica y metalúrgica para producir materiales de baja densidad con alta resistencia a los choques ^[1,2]. Una de las respuestas de la industria siderúrgica a los requerimientos de dicho mercado, ha sido crear ULSAB-AVC (UltraLight Steel Auto Body- Advanced Vehicle Concepts) para promover en el diseño de materiales la seguridad de los pasajeros, el bajo costo, la eficiencia del combustible y la responsabilidad ambiental ^[3,4]. Los aceros avanzados de alta resistencia AHSS (Advanced High Strengh Steel) surgen de este proceso de innovación que combinan la alta resistencia mecánica, la capacidad de conformado y la ductilidad que facilitan la producción de piezas como placas, vigas de parachoques y vigas de refuerzo como se evidencia en la simulación reportada por V. Sanic ^[5-7] (ver **Figura 1**.)



Figura 1. Estimación de cargas en carrocería experimental mediante análisis de elementos finitos en parabrisas delantero y vigas de parachoques: (a) Sección de refuerzo de pilar B, (b) Sección de refuerzo pilar A y (c) Sección de balancín^[6].

Los aceros AHSS son aleaciones sofisticadas que se diferencian del resto por su microestructura multifásica que incluye la presencia de microconstituyentes como lo son la martensita, la bainita, la ferrita de grano ultrafino y la austenita retenida ^[8] generada a partir de composiciones químicas cuidadosamente seleccionadas, y de procesamientos termo-mecánicos, térmicos y/o mecánicos que permiten alcanzar esfuerzos de cedencia superiores a 400 MPa y un esfuerzo máximo a tracción mayor a 600 MPa, de ahí que se posibiliten diseños que soporten mayores cargas en secciones transversales de menores espesores ^[9-15].

Tal como se evidencia en la **Figura 2**, los AHSS están clasificados por generaciones: la primera, la segunda y la tercera. La primera generación incluye aceros como lo son los martensíticos (MS, Martensitic Steels), los aceros de fase compleja (CP, Complex Phase) y los aceros de plasticidad inducida por transformación (TRIP, Transformation Induced Plasticity), al ser de baja aleación, tienen limitado su costo de producción lo que hace que sea atractivo para los fabricantes de automóviles. La baja ductilidad de los aceros de la primera generación representa su principal desventaja y es una de las razones por las que se desarrollaron los aceros de segunda generación (SSs).



Figura 2. Contraste de propiedades mecánicas obtenidas para aceros avanzados AHSS [15].

Los SSs partieron de la adición de aleantes como el manganeso (12-30% en peso) para estabilizar la austenita a temperatura ambiente ^[16]. Así, se promovió la plasticidad inducida por maclaje (TWIP,

Twinning Induced Plasticity) y diferentes grados de aceros inoxidables austeníticos. Aunque los aceros de la segunda generación sobresalen por tener excelentes propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión (para el caso de los inoxidables), su uso en la industria automotriz es condicionado por su alto costo ^[10,16]. Finalmente, mediante la mejora por tratamientos térmicos de la primera generación, se produjo la tercera generación buscándose combinar las ventajas de las generaciones anteriores ^[17-19]. Como se evidencia en la **Tabla 1**, la tercera generación tiene típicamente 2 o 3 fases en su microestructura y una aleación limitada. Entre los materiales prometedores, se encuentran los aceros de medio Manganeso y los aceros de temple y partición, que específicamente se estudiarán en este proyecto de investigación.

Tabla 1. Composición y microestructuras de aceros avanzados de tercera generación reportados en la literatura (A: Austenita, F: Ferrita, M: Martensita, M¹: Martensita primaria, y RA: Austenita retenida) ^[20].

Acero	Microestructuras	Composición química (% en peso)			
	M ¹ +RA	Fe- (0.25-0.28) C-(2.5-3.0) Mn-(1.5-2.0) Si-(0.02-0.15) Cr.			
		Fe-0.21 C-0.29 Mn-1.75 Si- 1.03 Cr- 2.86 Ni-0.31 Mo-0.05 Nb.			
	M+ RA+ carburo	Fe- (0.20-0.30) C- (3.0-5.0) Mn- 1.6 Si.			
Q&P		Fe- (0.20-0.30) C -4.0 Mn- 1-6 Si- 1.0 Cr.			
	M+F+RA	Fe-0.19 C- 1.61 Mn- 0.35 Si- 1.1 Al.			
	F+ RA	Fe- 0.1 C- 7.0 Mn- 0.5 Si.			
De medio	F+ M+ RA	Fe- 0.09 C- 4-6 Mn.			
manganeso		Fe- 0.05C- 6.15 Mn- 1.5 Si.			

Los aceros de temple y partición (Q&P) fueron propuestos en el 2003 por Speer y col. ^[21] siendo un material sobresaliente debido al potencial de propiedades mecánicas alcanzadas a bajo costo. El tratamiento térmico de temple y partición puede ser descrito en dos etapas. La primera etapa consiste en calentar el acero de interés hasta una temperatura donde el acero esté completa o parcialmente austenizado, esto para hacer un enfriamiento muy rápido hasta alcanzar una temperatura entre Ms

correlacionada al inicio de formación de la martensita y la temperatura final M_f. Este rango previamente mencionado, está definido por las curvas de temperatura-tiempo-transformación (TTT) para la composición del acero que se quiera tratar. La segunda etapa, la de partición, requiere un sostenimiento isotérmico bien sea a la misma temperatura final de templado (proceso de 1 paso) o a una temperatura superior (proceso de 2 pasos) para finalmente templar hasta alcanzar la temperatura ambiente. La **Figura 3** representa el tratamiento térmico Q&P descrito.



Figura 3. Esquema del tratamiento temple y partición Q&P: (1) Temperatura de austenización, (2) Etapa de temple 1, (3) Etapa 2 de partición y (4) Templado final a temperatura ambiente. A: Austenita, M1: Martensita primaria, M2: Martensita secundaria, C: Carbono ^[23].

La martensita de los aceros Q&P puede estar clasificada en dos categorías: martensita revenida o primaria (M¹, revenida durante la etapa de partición) formada en el primer templado, y la martensita sin revenir, secundaria o martensita fresca (M², generada durante la segunda etapa del tratamiento térmico). La bainita y/o los carburos pueden aparecer dependiendo de los parámetros específicos de diseño durante el Q&P, siendo el contenido de carbono el elemento con mayor influencia para modificar la microestructura final y las fracciones de fases resultantes ^[11]. Normalmente, los aceros Q&P tienen un sistema de composición ternaria Fe-C-Mn, donde el carbono es inferior al 0.5% en peso y el manganeso inferior al 5% en peso ^[26-28]. Así también se utilizan pequeñas proporciones de silicio y/o aluminio inferior al 3% en peso para retardar la precipitación de carburos durante la partición y favorecer el enriquecimiento de la austenita ^[11,28].

Al comparar los aceros de tercera generación, los aceros Q&P se destacan por su resistencia alcanzada al llegar a los 1700 MPa mientras que los aceros de medio manganeso logran los 1400 MPa. Al comparar la ductilidad, se obtienen valores máximos de 25 y 40% respectivamente resaltándose un mejor comportamiento de los aceros de medio manganeso ^[13]. En estos dos aceros, la estabilidad mecánica de la austenita retenida depende de su composición, su tamaño de grano, su forma, su distribución espacial en la microestructura, la densidad de dislocaciones y su orientación cristalográfica con respecto a la dirección en la que se aplique la carga ^[11,29]. Peng y col. ^[30] han identificado cierto tipo de recristalización dinámica que refina los granos, engrosa la martensita y aumenta la densidad de dislocaciones mediante la aplicación de un tratamiento térmico de temple-partición-deformación-revenido (D-Q-P-T). Al compararse las propiedades mecánicas de los aceros experimentales con y sin deformación, se ha obtenido una mayor resistencia a la tracción al ser deformado de 1388.22 respecto 1330.45 MPa y mejor porcentaje de alargamiento de 17.72 y 13.64% respectivamente, atribuido a la nucleación de martensita en los límites de grano debido al efecto de la deformación, y la alta densidad de dislocaciones que obstaculizaría el crecimiento de martensita.



Figura 4. (a) Micrografía por MEB, (b) Mapa de fases EBSD del acero procesado Q&P (Fe-0.2C-4.0Mn-1.6Si-1.0 Cr % en peso). Los autores denotaron γ como austenita retenida) y α' como la martensita primaria/fresca representadas con color rojo y verde respectivamente en el inciso b ^[25].

Otros autores como De Diego y col. ^[33], han analizado el efecto de los parámetros de procesado en la microestructura tales como, la composición de fases, tamaño, fracción de volumen de los diferentes microconstituyentes, textura y contenido en carbono de la austenita retenida relacionándola con las propiedades mecánicas obtenidas, donde han identificado que La cantidad de austenita retenida

resultante se ve directamente afectada por la temperatura de partición. Por otro lado, trabajos adicionales están siendo publicados debido a la complejidad de los cambios al inducir cierta deformación plástica a los aceros con previo tratamiento térmico Q&P. Se tiene registro que, en el 2009, se realizó el primero acero Q&P laminado en frío procesado industrialmente por la siderúrgica china Baosteel donde se alcanzó una resistencia a la tracción superior a 980 MPa y una ductilidad superior al 15%. En el 2012, el acero que venía siendo investigado por Baosteel comenzó a comercializarse con éxito. En los últimos años, un grado de acero Q&P continúa en desarrollo debido a que se busca alcanzar una resistencia a la tracción superior a los 1300 MPa [^{32,33}].

Respecto al efecto de elementos microaleantes Takahama y col. ^[31,32] han analizado mediante un modelo matemático, la influencia de la migración de la interfase martensita-austenita en la cinética de partición del carbono reportando posibles efectos de las movilidades de las interfases en la migración de especies químicas durante la partición. En el caso del boro, su uso se da en cantidades de ppm debido a posibles cambios estructurales debido a la precipitación de carburos (Fe,Cr)₂₃(C,B)₆, nitruros (BN) y óxidos, puede considerarse el elemento intersticial más grande o el sustitucional más pequeño ya que la relación de tamaño atómico de boro-hierro es ≤ 0.6 para intersticial y ≥ 0.85 lo que promueve su segregación en los límites de grano. Esto disminuye la energía en los límites de grano y conduce a la reducción de posibles sitios de nucleación favorables de perlita y ferrita. Además, ante una ruta de enfriamiento adecuada el boro facilita la transformación bainítica que mejora la tenacidad y la resistencia ^[12,35-37]. Dado que este proyecto de investigación está enfocado en evaluar los efectos del boro como microaleante en la transformación de austenita, la valoración de su efecto en el tratamiento térmico Q&P será tema de análisis.

3. Revisión de la literatura

3.1. Transformaciones de fase en aceros AHSS

El desarrollo de los aceros avanzados se basa en la selección de aleantes, y la generación de microestructuras multifásicas con el objetivo de alcanzar propiedades mecánicas preestablecidas en la etapa de diseño. La **Tabla 2** proporciona una visión de la composición y los constituyentes característicos de diversos aceros seleccionados para las tres generaciones ^[40].

Con relación a los aceros avanzados de tercera generación de fase compleja CP, se reconoce que sus criterios de análisis están enfocados en la obtención de microestructuras multifásicas sofisticadas que emplean rutas de procesamiento tales cómo el tratamiento térmico Q&P explicado a profundidad más adelante.

Tabla 2. Caracterización composicional y microestructural de aceros avanzados de alta resistencia seleccionados (AHSS) ^[40].

Clasificación		Composición			Constituyentes de fase			
AHSS	Designación del acero	C[%]	Si y/o Al [%]	Mn [%]	Austenita [%]	Ferrita[%]	Bainita[%]	Martensita[%]
1a Generación	TRIP de bajo C	0.10-0.30	1.0-2.0	1.0-2.0	5 a 15	40 a 60	35 a 45	-
2a Generación	Acero de Mn alto	0.10-0.60	0-3.0	>14	100	-	-	-
3a Generación	Acero Q&P	0.10-0.30	1.0-2.0	1.5-3.0	5 a 20	-	0 a 35	60 a 95
3a Generación	Acero de Mn medio	0.05-0.40	1.0-3.0	3.0-12	20 a 60	40 a 80	-	-

A continuación, se abordarán las transformaciones de las fases esperadas pasando por la formación de martensita, bainita, y la austenita retenida.

3.1.1. Transformación martensítica

El nombre 'martensita' se estableció en honor al científico alemán Martens. Inicialmente, se empleó para describir el microconstituyente más duro de los aceros templados. En la actualidad, se utiliza para referirse a las transformaciones de fase en estado sólido resultantes de esfuerzos de cizallamiento

y a las transformaciones de desplazamiento posibles en aleaciones no ferrosas, metales puros, cerámicos, compuestos inorgánicos, gases solidificados y polímeros ^[43] (Ver la **Tabla 3**).

Desde finales de los ochenta, el estudio de la cristalografía de la martensita se ha basado en modelos matemáticos de minimización de la energía en la interfaz austenita-martensita. El objetivo es relacionar deformaciones micro y macroestructurales durante la transformación, promoviendo así el avance de las aleaciones con memoria de forma ^[44].

Aunque en su origen se empleó para describir el microconstituyente más duro de los aceros templados, en la actualidad se utiliza para referirse a las transformaciones de fase en estado sólido mediante la aplicación de cizallamiento, así como para las transformaciones de desplazamiento posibles en aleaciones no ferrosas, metales puros, cerámicos, compuestos inorgánicos, gases solidificados y polímeros.

Tabla 3. Resumen de temperaturas M_s donde se forma la primera martensita durante el enfriamiento y su dureza Vickers aproximados ^[43].

Composición	Ms[K]	Dureza [HV]
ZrO ₂	1200	1000
Fe-31Ni-0.23C (%en peso)	83	300
Fe-34Ni-0.22C (%en peso)	<4	250
Fe-3Mn-2Si-0.4C (%en peso)	493	600
Cu-15Al	253	200
Ar-40N2	30	

La morfología característica de la martensita en diversos sistemas de aleaciones se manifiesta a través de listones y placas. Estas microestructuras pueden presentar una alta densidad de dislocaciones, como se muestra en la **Figura 5a**, o de maclas, como se ilustra en la **Figura 5b**, denominadas subestructuras ^[44,47]. Mediante la Teoría Fenomenológica de la Cristalografía de la Martensita (TFCM), se ha denominado el concepto de plano de hábito como una interfaz definida que es un plano común entre la fase matriz (austenita) y la martensita. Esta interfaz, tiene la capacidad de moverse a

temperaturas menores de 500 K y de desplazarse a temperaturas altas comparada con la velocidad de las intercaras en la transformación que implica difusión produciendo dos tipos de intercaras: coherentes y semicoherentes.

La intercara coherente se obtiene por una deformación plana invariante por cizalladura, produciendo que los planos a ambos lados de la intercara tengan la misma estructura atómica. Las intercaras coherentes están libres de tensiones, ya que los planos interfaciales idénticos no presentan desajuste, siendo el caso ideal, algunos ejemplos son las transformaciones de estructura cristalina FCC (centrado en las caras) a HCP (hexagonal compacta)^[47].



Figura 5. Modelo propuesto en la literatura de estructura en la interfaz martensita-austenita: (a) Martensita deslizada y (b) Martensita maclada. ^[44,46].

El caso más general es el de la intercara semicoherente que termina la transformación en una estructura cristalina BCC (centrado en el cuerpo), ante la alta proporción de carbono y su ubicación en los sitios octaédricos, la celda termina siendo tetragonal centrada en el cuerpo.



Figura 6. Transformación de celdas unitarias de la austenita a la martensita [48].

Respecto a la morfología de la martensita, la martensita en listones es similar a cilindros agrupados donde cada listón tiene el mismo plano de hábito y relaciones de orientación. Su crecimiento se da adyacente y paralelo a los listones vecinos. En el caso de la martensita de placas, adquiere una forma lenticular debido a la subestructura de maclas paralelas (**Figura 7**).

La peculiaridad de las transformaciones de fase no difusionales implica que, mediante pequeños desplazamientos coordinados de cizalladura de los átomos (a distancias inferiores a las interatómicas), se produce una distorsión en la estructura cristalina conservándose la composición química de la fase resultante en comparación con la fase madre, como se ilustra en la **Figura 8**, ya que los átomos mantienen a sus vecinos relativos ^[41,45]. Esto no significa que los desplazamientos se den de manera simultánea, sino que la transformación es propagada mediante una interfase altamente móvil con velocidad alrededor de los 10⁵ cm/s ^[44].



Figura 7. Imágenes adquiridas mediante FE-MEB EBSD: (a) Martensita en listones de aceros de bajo carbono. Izquierda: Imágenes 3D de paquetes de martensita. Derecha: Figura de calidad de imagen y (b) Martensita en placas de una aleación Fe con 28.5 at% Ni. Izquierda: Esquema 3D de la distribución de placas. Derecha: Calidad de imagen ^[44].



Figura 8. (a) Mapa de la distribución del carbono en un acero X38CrMoV5-1 por espectroscopía de masa y (b) Representación de clúster de carbono en la muestra ^[44].

La transformación martensítica al no necesitar difusión a largas distancias, no solo se puede observar a altas temperaturas, sino que también y casi de manera instantánea a partir de los 100 K donde los movimientos de los átomos son insignificantes ^[40-44]. Según su cinética, estas transformaciones se pueden clasificar como atérmicas o isotérmicas. La formación de martensita atérmica ocurre debido a la reducción de la temperatura desde M_s hasta M_f mientras que la martensita isotérmica depende del tiempo de sostenimiento a una temperatura constante, por lo general la martensita atérmica es la que predomina.

Finalmente, las martensitas presentan una característica adicional: son reversibles solo para el caso de las aleaciones no ferrosas mediante un calentamiento que promueve el encogimiento de las placas hasta la fase madre. Para el caso de las aleaciones ferrosas no son reversibles debido que, al aumentar la temperatura, la martensita se transformaría por difusión a las fases más estables: ferrita, cementita o austenita.

3.1.2. Transformación bainítica

Mientras que la perlita se forma a temperaturas entre 550°-720 °C y la martensita requiere temperaturas relativamente bajas, dentro de un rango intermedio, la austenita se descompone en un producto microestructuralmente diferente a las mencionadas con anterioridad. Fue conocido con diferentes nombres hasta que finalmente se consolidó con la denominación de bainita, en honor a Bain, quién la descubrió mediante sus aportes en la construcción de diagramas TTT ^[49,50].

La microestructura de la bainita se caracteriza por la formación de finos agregados de placas (o listones) de ferrita supersaturada con carbono, conocidas como subunidades que, dependiendo de la temperatura de transformación, se difunde hacia la austenita residual, promoviendo la precipitación de carburos (bainita superior) o la precipitación de carburos dentro de la placa de ferrita (bainita inferior), como se observa en la **Figura 9**.

Dependiendo del tratamiento térmico al que es sometida, la bainita puede presentar características microestructurales diferentes a las establecidas en la clasificación de morfologías "clásica" ^[51]. Por esta razón, actualmente se utilizan atlas para facilitar su identificación. Además, otros investigadores como Bramfitt y Speer ^[51] (**Figura 10**) han propuesto un sistema de caracterización basado en la acicularidad de la ferrita en relación con precipitados interlaminares (B₁), partículas en películas interlaminares (B₂) y regiones discretas de la fase madre retenida (B₃) respectivamente.



Figura 9. Ilustración esquemática de la microestructura de la bainita superior en inferior [49].



Figura 10. Microestructuras MEB que muestran las 3 clase de bainita clasificadas por Bramfitt-Speer B1, B2, B3 [50,51].

La bainita nuclea en los bordes de grano de la austenita y crece formando clusters, listones o placas adyacentes una a la otra por "autocatálisis" o "nucleación simpática" es decir que la transformación de una partícula provoca la nucleación de otras que estén cerca, la agrupación de estos clusters es llamada "racimos" o sheaves de su traducción al inglés ^[52,53]. Su morfología se caracteriza en un nivel macroscópico por ser una placa en forma de cuña en las tres dimensiones con un espesor dependiente del límite de grano (ver **Figura 11**).



Figura 11. Microestructura de racimos de bainita superior: (a) Microscopía óptica y de trasmisión en campo claro y oscuro y (b) Esquematización de subunidades en la "punta" de los racimos de bainita ^[52].

La **Figura 12** representa esquemáticamente el crecimiento de los racimos de bainita en el grano de la fase madre. Las subunidades están caracterizadas por ser muy finas de grosor inferior a 1 μ m y longitud aproximada de 10 μ m). Al observarse por microscopía óptica, los racimos y subunidades tienen orientación cristalográfica idéntica, solo separadas por pequeños ángulos donde posibles fases tales como el cementita la austenita sin transforma o la martensita pueden ocupar regiones. En términos de la cinética que gobierna el proceso, la transformación bainítica es similar a la ferrita o a la perlita, pero en términos del efecto de la tensión y la deformación se comporta como la martensita, de ahí que sea difícil explicar el mecanismo de formación.

La temperatura a la que tiene lugar la transformación bainítica permite la difusión del exceso de carbono desde la subunidad hacia la austenita residual, iniciando la precipitación de bainita (**Figura 3.8.b, c**) en el borde de grano por esta razón es posible que las placas iniciales no contengan carburos. Posteriormente las placas se espesarán lateralmente por el crecimiento de la ferrita y la nucleación de carburos. La literatura sugiere que la bainita inferior es una mezcla eutectoide que requiere una transformación previa de la bainita superior, mientras que la bainita superior es el resultado de transformaciones de ledeburitas y perlitas ^[52].



Figura 12. Representación esquemática del crecimiento de racimos de bainita superior ^[50]: (a) Crecimiento de listones de ferrita supersaturada, (b) Migración de carbono, (c) Principio de nucleación en los bordes de la ferrita, (d) Crecimiento de bainita sin silicio, y (e) Crecimiento de bainita con silicio.

En el diseño de aceros aleados el efecto de arrastre de soluto está siendo considerado debido a que se genera una región en los diagramas TTT donde se promueven reacciones incompletas debido a la segregación de pequeñas cantidades de soluto en los límites de grano que retarda las reacciones mediante la adición de ciertos aleantes. Elementos aleantes como el silicio, manganeso, cromo, molibdeno, cobre, entre otros han evidenciado la reducción de la nucleación de la ferrita, así como el enriquecimiento de carbono de la austenita circundante.

3.1.3. Estabilidad de austenita retenida

La austenita no transformada que está presente en la microestructura a temperatura ambiente está designada como la austenita retenida (RA), para su estudio es necesario analizar su estabilidad mecánica y térmica. El concepto de estabilidad mecánica está relacionado a la resistencia de la austenita retenida a transformarse en martensita mediante deformación plástica (Transformation Induced Plasticity o conocido como efecto TRIP) mientras que la estabilidad térmica se relaciona con la tendencia a la formación de fases termodinámicamente más estables como consecuencia de la temperatura. En este punto, es importante destacar que el análisis de ambas estabilidades continúa siendo tema de investigación, al igual que la correlación entre ellas. La literatura ha reportado que los factores mencionados a continuación son influyentes, pero aún se continúa determinando sus alcances: la composición química (especialmente de los contenidos de carbono y manganeso), la morfología-tamaño de grano de la austenita, y la distribución de dislocaciones alrededor de la RA ^[66-69].

La **Figura 13** recopila las dos diferentes morfologías reportadas en la literatura de la austenita retenida bajo diferentes condiciones de procesamiento ^[66-68]:

- 1. Austenita en bloques (Block RA).
- 2. Austenita laminar (Film RA).

En los aceros bainíticos con alto contenido en silicio, por ejemplo, la austenita retenida está presente entre la unión de clusters de bainitas como bloques y también entre las placas de ferrita como láminas. Aunque la austenita retenida en bloques tiene un contenido de carbono mayor (1.14% en peso) respecto a la austenita retenida en láminas (0.64% en peso), la morfología laminar resulta ser más estable mecánicamente. Una de las explicaciones por las cuales se da este fenómeno está relacionada con las fases que rodean a la austenita retenida. Así, cuando la martensita rodea las láminas de austenita retenida, los esfuerzos de cedencia son mayores y se suprime la transformación de la austenita retenida.



Figura 13. Recopilación y adaptación de austenitas retenidas reportadas en la literatura mediante microscopía óptica (MO) y electrónica de barrido (MEB) y electrónica de trasmisión (MET): (a) MO de acero bainítico templado en un baño de sales ^[66]. (b) MO de acero para trabajo en caliente AISI H13 ^[67] y (c,d) MEB y MET de acero sometido a transformación bainítica A 300 °C durante 24h ^[68].

3.2. Particularidades del tratamiento térmico de temple y partición.

El tratamiento térmico de temple y partición fue introducido por Speer y col. en el 2003 ^[21] como una alternativa novedosa para producir aceros de tercera generación de alta resistencia (AHSS). El tratamiento térmico se ilustra en la **Figura 14** ^[41].



Figura 14. Ilustración esquemática del tratamiento térmico Q&P para producir microestructuras que contienen austenita retenida incluyendo partición para 1 y/o 2 pasos ^[41].

Para la selección de los parámetros experimentales, es importante definir tiempos y temperaturas para garantizar la microestructura deseada.

3.2.1. Austenización

La etapa de austenización suele ser la primera en la aplicación de un tratamiento térmico y es importante debido a sus implicaciones en los niveles de homogenización y crecimiento de grano. En el caso del tratamiento térmico Q&P, donde se busca estabilizar la austenita mediante enriquecimiento de carbono proveniente de las fases más duras, es imperativo que el carbono esté disponible para difundirse. Ante tiempos o temperaturas insuficientes de austenización puede precipitarse el carbono como carburo impidiéndose así la partición para la cual se aplica el tratamiento térmico ^[42].

Predicción de los parámetros requeridos para una correcta austenización.

Antiguamente, se solían utilizar fórmulas empíricas para predecir los rangos de austenización dependiendo de la composición de los materiales. En la actualidad, este proceso se ha simplificado gracias al uso de software de simulación termodinámica. Estos programas, basados en la composición química y el tamaño de grano del material en estado de suministro, permiten predecir las temperaturas críticas de transformación (Ae1, Ac1 y AC3) en el diagrama de fases correspondiente, facilitando así la selección de la temperatura en estado de equilibrio.

Cinética de formación de la Austenita

La técnica de dilatometría ha sido una técnica convenientemente utilizada para monitorear el progreso de la transformación de austenita. Cuando la microestructura inicial es ferrítica-perlítica, se observa la formación de austenita en dos etapas: La inicial, que corresponde a la disolución de perlita y la segunda que es la transformación de ferrita a austenita. La nucleación de austenita suele ser preferente en los puntos de intersección de cementita con los bordes de la colonia perlítica ^[43].

Cambios estructurales durante la austenización

La austenización es la transformación en el acero ferrítico con estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC) a la estructura cúbica centrada en las caras (FCC). La cementita y otros carburos se descomponen y carbono liberado se retiene dentro de la austenita en los sitios intersticiales lo que favorece una mayor solubilidad.
3.2.2. Templado (QT)

El templado o enfriamiento muy rápido suele darse en la segunda y última etapa del tratamiento térmico de temple y partición (Q&P), para entender las posibles fases formadas se recomienda la revisión de la sección 3.1.

Cuando el hierro está refinado y es de alta pureza (4 ppm de C), se considera que la falta de un número significativo de defectos en la estructura de la ferrita es la causa de la promoción de una transformación masiva da lugar a una transformación martensita esperada. A diferencia de las transformaciones difusionales convencionales, las transformaciones masivas ocurren a una velocidad que impide la difusión de largo alcance y por ende la composición química es igual a la de la fase madre. Para este caso, las transformaciones masivas no se obstaculizan por el límite de grano por lo que el tamaño de grano puede ser igual o superior al de la fase inicial ^[43].

En contraste, al ir aumentando los contenidos de carbono (desde los 0.013 % en peso) se evidencia que el mismo enfriamiento promueve la formación de defectos que facilitan la transformación martensítica. Este cambio composicional implica que el hierro ultrapuro, carece de fuerza motriz para la formación de un producto martensítico metaestable, de modo que el control composicional sea un factor importante en la obtención de una microestructura martensítica ^[43].

Efecto del tamaño de grano de la austenita madre en la formación de martensita

Aunque el tamaño de grano austenítico no afecta la proporción de austenita que se transforma a martensita, existe una relación entre el tamaño de la placa de martensita y el tamaño de grano de la fase madre. Grossmann y Stephenson encontraron que no solo se incrementó la templabilidad en microestructuras con granos más grandes, sino que los aceros con mayor templabilidad (por mayor aleación) fueron más sensibles a las variaciones de tamaño de grano. También se ha encontrado que,

CAPÍTULO 3. REVISIÓN DE LA LITERATURA

a tamaños de granos de austenita mayores, la tensión que se acumula entre los granos adyacentes facilite el agrietamiento por enfriamiento rápido ^[43]. Para el caso de un acero avanzado de tercera generación, los tamaños de grano esperadas están el rango de 1 µm a 2 µm de diámetro

(3.2)



Figura 15. Tamaño de grano característico de acero de avanzado de tercera generación Q&P^[40] con límites de grano > 10°. Notación: Azul, Austenita y Rojo, Martensita.

Predicción de la temperatura M_s y de la fracción transformada.

Al diseñar el tratamiento térmico de temple y partición, una de las etapas claves consiste en establecer la temperatura de temple ideal, para obtener austenita retenida a temperatura ambiente. La ecuación de Koistinen-Marburger (Ecuación K-M) se muestra en la **Ec. 3.1**. donde se asume que el 100% del carbono está en la martensita que migra hacia la austenita no transformada para estabilizarla^[43].

$$f_m = 1 - e^{\alpha (M_s - T_q)}$$
(3.1)

La ecuación K-M, se utiliza para predecir la fracción de martensita formada al enfriar por debajo de M_s , donde f_m es la fracción de martensita, T_q es la temperatura de temple y α es un parámetro estimado mediante la expresión empírica propuesta por Van Bohemen resumidas en la Ec. 3.2 y 3.3.

CAPÍTULO 3. REVISIÓN DE LA LITERATURA

$$\alpha = 27.2 - \sum_{i} S_{i} x_{i} - 19.8[1 - e^{(-1.56x_{C})}]$$
(3.2)

con,

$$S_i x_i = 0.14 x_{Mn} + 0.21 x_{Si} + 0.11 x_{Cr} + 0.08 x_{Ni} + 0.05 x_{Mo}$$
(3.3)

Cuyas unidades son × $10^{-3}K^{-1}$ y x_i es el porcentaje en peso (wt%) del elemento aleante *i*. De trabajos previos, se ha estimado α como una constante universal equivalente a 0.011.

Aunque en la bibliografía están reportadas diferentes ecuaciones para el inicio de la transformación martensítica, una de las más utilizadas debido a su precisión se enuncia a continuación:

$$M_s = 565 - \sum_i K_i x_i - 600[1 - e^{(-0.96x_c)}]$$
(3.4)

donde,

$$\sum_{i} K_{i} x_{i} = 31 x_{Mn} + 13 x_{Si} + 10 x_{Cr} + 18 x_{Ni} + 12 x_{Mo}$$
(3.5)

Es importante considerar al diseñar el tratamiento térmico que, al aumentar la cantidad de martensita previo a la etapa de partición, se tendrá a disposición de mayor cantidad de carbono disponible para la estabilización de austenita.

3.2.3. Partición (PT)

El principio fundamental del proceso de temple y partición (Q&P) consiste en transferir carbono desde una martensita sobresaturada a la austenita para estabilizar ambas fases en un equilibrio metaestable (ver **Figura 16**).

Teóricamente este fenómeno difusivo, ha sido explicado por Speer y col.^[21] mediante el criterio de equilibrio de carbono restringido (CCE Constrained-Carbon Equilibrium) que especifica dos condiciones requeridas para la partición descritas a continuación:



Figura 16. Esquema de equilibrio de energía libre de Gibbs respecto a contenido de carbono que muestra la construcción tangente común de equilibrio metaestable entre martensita y austenita^[21].

 El potencial químico del carbono en la martensita y austenita deben ser iguales (Ec. 3.6). Asimismo, no se contempla posibles reacciones competitivas como la precipitación de carburos.

$$\mu^{\alpha}_{CCE} = \mu^{\gamma}_{CCE} \tag{3.6}$$

2. La partición de carbono es posible solo si, la interfase martensita-austenita es fija y por ende ninguna fase crece dentro de la otra.

Al contrastar los enunciados, estudios recientes han demostrado:

Que la **Ec. 3.6** es incompleta para describir el equilibrio por lo que se necesita una restricción complementaria basado en el balance de masa de hierro y carbono como se observa:

Para el hierro:
$$f_{\gamma}^{CCE} (1 - X_{C-CCE}^{\gamma}) = f_{\gamma}^{0} (1 - X_{0}^{\gamma})$$
 (3.7)

$$Para \ el \ carbono: \ f_M^{CCE} X_{C-CCE}^{\alpha} + f_{\gamma}^{CCE} X_{C-CCE}^{\gamma} = X_C^0$$
(3.8)

$$Fracción \ total: f_M^{CCE} + f_V^{CCE} = 1 \tag{3.9}$$

CAPÍTULO 3. REVISIÓN DE LA LITERATURA

Donde $f_{\gamma}^{CCE} y X_{C-CCE}^{\gamma}$ es la fracción de austenita y carbono retenido en el equilibrio de carbono restringido, $f_{\gamma}^{0} y X_{0}^{\gamma}$ la fracción inicial de austenita y el contenido de carbono nominal de una aleación. Así la condición CCE estaría representada en 4 ecuaciones (**ec. 3.6-3.9**) para la determinación del carbono final y su concentración en la austenita y martensita posterior al particionado.

El enunciado 2 implica que átomos sustitucionales se conservan en cada fase y el único elemento que difunde es el carbono. Sin embargo, se ha observado que la interfase no solo es móvil, sino también permeable. Siendo posible la migración de especies en dirección bilateral^[42]. La **Figura 17**, evidencia un ejemplo de migración átomos de carbono, silicio y manganeso al ser sometido a 400 ° durante 300 s ^[87].



Figura 17. Perfil de concentración promedio de C, Si y Mn en la interfase austenita-martensita^[87].

Al lograr seleccionar adecuadamente, la temperatura de partición (PT) y el tiempo de sostenimiento (Pt) en el calentamiento isotérmico, se posibilitará el diseño de aceros multifásicos con austenita retenida enriquecida en carbono a temperatura ambiente.

3.3. Efecto de los elementos de aleación y microaleación en las transformaciones de fase

El diseño de la composición química de los aceros típicos Q&P se basa en generar microestructuras con austenita retenida donde se evita la formación de carburos o cualquier transformación difusiva

CAPÍTULO 3. REVISIÓN DE LA LITERATURA

debido a que estas reducen la cantidad de carbono disponible para la estabilización de la RA y por ende las propiedades mecánicas para las cuales son diseñados ^[75]. La **Figura 18.** resume el efecto de los elementos aleantes en el desplazamiento de las curvas TTT.

El carbono como elemento aleante en mayor proporción además de disminuir la temperatura M_s, facilita la estabilización de la austenita a temperatura ambiente^[77]. Speer^[78] menciona que, al controlar la proporción de carbono y su contribución de pequeñas fracciones de RA, se favorece el endurecimiento por deformación. Por otro lado, la adición de Cr es requerida para reducir la difusividad del C en la austenita y ralentizar la descomposición de la austenita, se ha reportado recientemente como más efectiva que el Ni en la estabilización de la RA para tratamientos térmicos Q&P.

El silicio, el aluminio y el fósforo son elementos de aleación útiles que impiden las transformaciones por difusión, retrasando también la formación de cementita. Forouzan^[75] menciona que estos elementos al no poderse disolver en la cementita, terminan representando un retraso de la transformación de fases. Para la fabricación de aceros Q&P, de los elementos previamente mencionados el Si es el más efectivo porque a diferencia del Al no busca la descomposición más rápida de la austenita a bainita. Sin embargo, se requiere un control de su proporción para aceros que requieren ser galvanizados porque tiende a favorecer la formación de óxidos adherentes. Cuando las condiciones de operación requieren temperaturas de partición más altas a las del templado, el molibdeno es adicionado junto al silicio por tener un buen comportamiento con los productos laminados revestidos por inmersión en caliente donde la partición se logra junto con el revestimiento ^[75,77].

Al adicionar manganeso, se ralentiza la velocidad de transformación. Aunque utilizando el níquel la estabilización de la austenita resulta más eficaz durante tiempos más prolongados a temperaturas más altas, comercialmente se sigue utilizando el manganeso debido a sus costes de producción. En el caso del niobio se considera su efecto en cantidades pequeñas (alrededor de 0.1% en peso) debido a su

tenencia de formar carburos estables que restringen el tamaño de grano de la austenita y aumentan la temperatura de recristalización de esta.



Figura 18. Representación del efecto de aleantes en diagrama TTT^[76].

Por último y no menos importante el efecto del boro será considerado como elemento microaleante. En cuanto a la adición de boro, se ha evidenciado una mejora de las propiedades mecánicas a altas temperaturas debido a posibles transformaciones de fase de diferentes AHSS al aumentar su templabilidad cuando se utiliza en cantidades de partes por millón^[79]. Kim y col.^[80] han demostrado una mejora de la conformabilidad en caliente de un acero TWIP al microalearse con titanio, evitando la fragilización del límite de grano en el proceso de colada continua y promoviendo la formación de precipitados Ti (C, N) en lugar de BN. Tales estudios indican que la ductilidad en calidad se mejora cuando el boro se segrega en los límites de grano de la austenita porque inhibe la nucleación de ferrita y se aumenta la cohesión. El **anexo 1** resume los principales aleantes utilizados y su función dentro de los aceros Q&P.

4.Materiales y metodología experimental 4.1.Materiales

Las muestras utilizadas en este proyecto de investigación fueron dos aceros avanzados de fase compleja suministrados por el equipo de trabajo, obtenidos mediante una fusión al aire libre empleando chatarra de acero de composición conocida y ferroaleaciones mediante un horno de inducción electromagnética. La composición base del acero fue 0.15% C, 2% Mn y 0.6% Si con cantidades residuales de cromo, níquel, molibdeno y cobre, además de 0.015% de titanio y una alta adición de niobio equivalente a 0.15% en peso buscando favorecer la estabilización de la austenita. Así, los aceros identificados como CP-B0 y CP-B3 descritos en la **Tabla 4** obtuvieron esencialmente la misma composición con una diferencia de 60 ppm de boro.

Tabla 4. Composición química (% en peso) del acero CP en estado de suministro estimada mediante espectrometría de emisión por chispa.

Composición (% en peso)	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Мо	Ni	Al	Cu	Nb	Ti	В	Fe
CP-B0	0.16	0.59	1.94	0.02	0.03	0.44	0.40	0.12	0.01	0.06	0.15	0.01	0	Bal.
СР-В3	0.16	0.59	1.93	0.02	0.03	0.44	0.39	0.12	0.01	0.06	0.16	0.01	0.006	Bal.

Con el objetivo de propiciar un alivio de defectos de la colada, los aceros fueron sometidos a un ciclo de tratamiento termo-mecánico (laminado en caliente) y mecánico (laminado en frío) como se muestra en la **Figura 19.** De esta manera, las muestras en estado de suministro correspondieron a láminas con deformación plástica previa.



Figura 19. (a) Diagrama de diseño del ciclo termo-mecánico y mecánico (b) Vista en estado de suministro posterior a la deformación plástica inicial.

4.2. Caracterización microestructural

Debido a que las muestras se encontraban previamente deformadas, fue necesario identificar la dirección de laminado (RD), centrándose en la zona de interés correspondiente al área perpendicular a la RD, conocida como región transversal (TD). Las muestras fueron seccionadas utilizando un disco de diamante.

Como se describe en la **Tabla 5**, para revelar la microestructura la preparación siguió el desbaste convencional en papel lija SiC hasta P2000, un pulido con pasta de diamante y sílica coloidal hasta partículas de 0.04 micras y un ataque con Lepera modificado a 75 °C. Es importante mencionar que el tiempo de pulido varió para las probetas observadas debido a requerimientos en el acabado superficial

para las técnicas de microscopía (óptica y electrónica de barrido), y difracción de electrones retrodispersados.

Tabla 5. Proceso de preparación de muestras metalográficas para microscopía óptica y electrónica de barrido.

Paso	Proceso
1	Desbaste con lija SiC P80 a P2000
2	Pulido con pasta de diamante 3 a 1 μ m
3	Pulido sílica coloidal 0.04 µm
4	Ataque químico con Lepera modificado

La etapa del ataque químico requirió diferentes ensayos respecto a la concentración de los reactivos, los tiempos de exposición y la temperatura de trabajo, determinándose el protocolo que se describe a continuación:

Tabla 6. Protocolo de ataque químico con Lepera modificado en aceros CP [1].

Agente	Reactivo	Condiciones	Procedimiento
Lepera	-1 g de ácido pícrico	Temperatura	Paso 1: Hacer picral y solución acuosa
modificado	(C6H2OH(NO2)3).	75 °C picral y	con Na2S2O5.
	-1 g de metabisulfito de	punto de	Paso 2: Calentar los vasos por separados
Objetivo:	sodio (Na2S2O5).	ebullición	hasta alcanzar 75 °C.
Revelar	-25 ml de alcohol	solución	Paso 3: Verter la solución acuosa en el
microestruct	etílico(C2H6O)	acuosa	picral.
ura	-25 ml de agua	Tiempo	Paso 4: Sumergir la muestra en la
	destilada.	2 minutos	solución durante 2 minutos.
			Paso 5: Limpiar, y secar la muestra.

Las muestras fueron observadas en el microscopio óptico Olympus PMG 3, el microscopio digital Keyence VHX-970F y el microscopio electrónico de barrido de Ultra-Alta resolución JSM-7800F de emisión de campo equipado con fluorescencia de rayos-X por energía dispersiva (EDS) para microanálisis químicos puntuales, lineales y de área.



Figura 20. Microscopios utilizados para caracterización microestructural: (a) Microscopio óptico Olympus PMG 3, (b) Microscopio digital Keyence VHX-970F y (c) Microscopio electrónico de barrido de Ultra-Alta resolución JSM-7800F.

4.3. Caracterización estructural

Difracción de rayos-X (DRX)

A partir del ensayo de difracción de rayos-X (DRX) se procedió a analizar las fases presentes en la microestructura. La técnica se basó en la interpretación del espectro de intensidad vs ángulo de difracción, donde los picos generados correspondieron a estructuras cristalinas con direcciones interplanares características. Se utilizó el difractómetro Bruker D8 Advance Eco (ver **Figura 21**.) bajo las condiciones especificadas en la **Tabla 7**



Figura 21. Difractómetro Bruker D8 Advance Eco.

Tabla 7. Resumen de condiciones	para difracción de rayos-X.
---------------------------------	-----------------------------

Parámetro	Condiciones		
Tipo de ensayo	θ/2θ		
Rango de medición	20 a 120°		
Incrementos	0.02°		
Paso	4 s		

Para los aceros CP, se empleó el espectro para aplicar el método Rietveld mediante el software de análisis cristalográfico Match, con el propósito de cuantificar las fases de la microestructura. Las muestras ensayadas fueron sometidas a una limpieza superficial con SiC hasta P1500, seguida de una limpieza ultrasónica.

Difracción de electrones retrodispersados (EBSD, Electron Backscatter Diffraction)

La aplicación de esta técnica proporciona una amplia información cristalográfica de las muestras de estudio. En este trabajo experimental, se han utilizado el mapeo de fases (PM), la imagen de polos inversa (IPF) y la imagen de calidad (IQ) para obtener información de la localización de la austenita retenida, orientaciones cristalográficas preferenciales, tamaño de grano y estimación de fases respectivamente. La **Tabla 8** resume los parámetros experimentales seguidos en el microscopio electrónico de barrido.

Parámetro	Valo
Voltaie	20 kV

Tabla 8. Parámetros experimentales utilizados para MEB-EBSD.

Parametro	Valor
Voltaje	20 kV
Corriente	1x10-9 A
Vacío	9.6x10 ⁻⁵ Pa
Apertura del objetivo	25 µm
Ángulo de inclinación	73 °
Distancia de trabajo	18 mm
Tamaño de paso	4.75 μm
Tamaño de mapa	23.93x17.95 µm ²
No. de puntos	88400

El principio de funcionamiento del MEB-EBSD establece que, la muestra de análisis se coloca dentro de un microscopio de barrido (MEB) orientada hacia el detector e inclinada con un ángulo entre 70 y 75° con respecto al haz de electrones incidente. Así, se facilita la difracción de electrones retrodispersados (ER) que salen de la muestra hacia el detector. Cuando los ER difractan en direcciones preferenciales por la ley de Bragg, se forman patrones de bandas (o líneas de Kikuchi) que son indexadas mediante el software del equipo para dar información de los aspectos cristalográficos previamente mencionados ^[84,85].

En relación con el análisis de la imagen de calidad (IQ), a continuación, se explicará la metodología seguida en la aplicación del método estadístico multimodal para la estimación de fases. Según lo reportado por Jinghui WU y colaboradores ^[115], se identifican ciertos requisitos esenciales para lograr una interpretación más precisa del espectro IQ:

 Se sugiere realizar la delimitación de los bordes de grano para ángulos superiores a 15°. Esta práctica facilita el escaneo puntual del área contigua al límite de grano, permitiendo una mejor observación de los defectos en estos puntos críticos. Gráficamente siguiendo esta condición el diagrama del histograma resultante se describe en la Figura 22.



Figura 22. Histograma de IQ. Muestra de ejemplo B0P1-XD.

2. Debido a que la imagen de calidad es altamente sensible a factores operacionales incluyendo la preparación superficial y el procesamiento de imagen, la normalización de los valores IQ puede compensarlo. La Ecuación 4.1. y 4.2. indican la metodología para hacerlo analíticamente.

$$IQ_{Normalizada} = \frac{IQ_{inicial}}{IQ_{estandar}} \times 100$$
(4.1.)

$$IQ_{Normalizada} = \frac{IQ_{inicial} - IQ_{min}}{IQ_{máx} - IQ_{min}} \times 100$$
(4.2.)

 $IQ_{inicial}$ es el valor absoluto obtenido del experimento, y la $IQ_{estandar}$ es el valor de IQ promedio, la cual permite hacer la suposición de tener una estructura cristalina perfecta. De este modo, se obtiene un histograma con valores de IQ normalizados entre 0 y 100, facilitando la identificación de los IQ promedio presentes en la muestra y los reportados en la literatura.



Figura 23. Histograma de IQ Normalizada. Muestra de ejemplo B0P1-XD.

3. Aplicación de Distribución Normal y el Modelo multimodal.

El perfil de distribución de la IQ suele presentar una forma de campana Gauss característica, lo que lleva a la utilización de la distribución normal para suavizar y modelar los datos. Dado que la microestructura de los materiales puede estar compuesta por múltiples microconstituyentes, se emplea el modelo multimodal para descomponer la distribución total en varias distribuciones normales independientes. Cada una de estas distribuciones representa a un microconstituyente específico en la muestra, lo que permite un análisis detallado y una estimación cuantitativa de los componentes microestructurales. El modelo multimodal se describe así:

$$N = \sum_{i=1}^{k} n_i \tag{4.3.}$$

$$IQ \cong \sum_{i=1}^{k} ND(n_i, \mu_i, \sigma_i)$$
(4.4.)

$$\left| IQ - \sum_{i=1}^{k} ND(n_i, \mu_{i,}\sigma_{i,}) \right| \le \varepsilon$$
(4.5.)

Donde N es el número total de puntos escaneados; ε es el error mínimo aceptable y ND (n_i, μ_i, σ_i) es la aplicación de la distribución normal a los datos n_i con media μ_i , y desviación estándar σ_i . Al ajustar la distribución normal y satisfacer especialmente la última ecuación, se obtiene la representación de las distribuciones normales de cada constituyente en la microestructura.

4.4. Análisis térmico

Dilatometría

Esta técnica, conocida también como análisis termomecánico (TMA), mide las contracciones o dilataciones lineales de una muestra sólida en función de la temperatura. Esto facilita el análisis de procesos como la dilatación térmica, posibles transiciones de fase, reacciones químicas y densificación.

Los ensayos se llevaron a cabo en el dilatómetro LINSEIS modelo L78 RITA (ver Figura 24) para la medición de temperaturas de transformación y curvas dilatométricas a diferentes velocidades de

enfriamiento. Además, para complementar los datos obtenidos mediante la técnica MEB-EBSD, se llevaron a cabo simulaciones de tres tratamientos térmicos con el fin de obtener martensita, bainita y ferrita, respectivamente.



Figura 24. Dilatómetro de temple LINSEIS modelo L78 RITA.

 Tabla 9. Resumen de condiciones experimentales de tratamientos térmicos realizados por dilatometría (ver

 Anexo 8).

Objetivo	Tratamiento térmico
Formación de microestructura:	1.Calentamiento (20 °C/s)
Martensita	2. Austenización (T=950 °C, t=600 s)
	3. Enfriamiento (V= 100 °C/s hasta T=25 °C)
Formación de microestructura:	1.Calentamiento (20°C/s)
Bainita	2. Austenización (T=950 °C, 600s)
	3. Enfriamiento (V= 10 °C/s hasta T=450 °C)
	4. Sostenimiento (T=450 °C, t= 1200 s)
	5. Enfriamiento (V= 100 °C/s hasta T=25 °C)
Formación de microestructura con	1. Calentamiento (70 °C/s)

Ferrita+Martensita	2. Austenización (T=950 °C, t=300 s)	
	3. Enfriamiento (V= 20 °C/s hasta T=650 °C)	
	4. Sostenimiento (T=650 °C, t= 2700 s)	
	5. Enfriamiento (V= 100 °C/s hasta T=25 °C)	

4.5. Diseño y desarrollo de tratamiento térmico Q&P

Las temperaturas intercríticas de transformación son un punto clave en el diseño de los tratamientos térmicos, ya que proporcionarán información sobre la cinética y los mecanismos de transformación de fases en los aceros. Esto es esencial para el control de la microestructura y, por consiguiente, de las propiedades mecánicas resultantes. Para ello, se han determinado las temperaturas Ac₁, Ac₃, M_s y M_f de los aceros CP-B0 y CP-B3. **La Tabla 10** resume las condiciones experimentales requeridas del tratamiento térmico para la obtención de estos datos.

Tabla 10. Resumen de condiciones experimentales para la determinación de las temperaturas intercríticas Ac₁, Ac₃, M_s y M_f de los aceros CP-B0 y CP-B3.

Etapa	Condiciones
Calentamiento	20 °C/s hasta 1100 °C
Sostenimiento	1100 °C durante 600 s
Enfriamiento	200 °C/s hasta 25° C

La interpretación de los ciclos térmicos para la determinación de las temperaturas intercríticas se fundamenta en las curvas resultantes al graficar la derivada de la expansión térmica ($d\Delta L$) frente a la temperatura. Como se puede apreciar en la **Figura 25**, durante el proceso de calentamiento se identifican dos puntos de inflexión. El primero, que va desde una fase de dilatación a una ligera contracción, corresponde a la temperatura Ac₁ o al inicio de la transformación austenítica desde el

CAPÍTULO 4. MATERIALES Y DESARROLLO EXPERIMENTAL

punto eutectoide mientras que el segundo, que se extiende desde una leve contracción hasta la dilatación, está relacionado con el parámetro Ac₃ o la temperatura máxima de transformación austenítica. Al compararse los valores se observó para ambos casos consistencia de las temperaturas de austenización respecto a su contenido de boro.

En el caso del proceso de enfriamiento, la interpretación de los diagramas se realiza de derecha a izquierda, donde se pasa de una contracción a una dilatación, relacionada con el inicio de la transformación martensítica (Ms), y finalmente se observa un punto de inflexión para continuar con la contracción relacionada al fin de la transformación martensítica (Mf). En los casos de las temperaturas M_s y M_f se observa un leve incremento en la temperatura de transformación debido a la presencia del boro. Este aumento se debe a que el boro, como microaleante en los aceros HSLA, tiende a segregarse intersticialmente en los límites de grano de la austenita lo que conduce al retraso de la formación de ferrita y perlita y que a su vez promueve microestructuras bainíticas o martensíticas durante el enfriamiento [12,103-104].



Muestra	Ac1[°C]	Ac3[°C]	Ms [°C]	M _f [°C]	
CP-B0	733	831	398	234	e
CP-B3	738	873	410	263	

Figura 25. Curvas experimentales de dilatometría para la determinación de las temperaturas intercríticas: (a) Acero CP-B0 en calentamiento, (b) Acero CP-B0 en enfriamiento, (c) Acero CP-B3 en calentamiento, (d) Acero CP-B3 en enfriamiento y (e) Tabla de resumen.

Diagramas CCT y TTT

Para la predicción de las distintas fases o precipitados que se pueden formar, tomando en cuenta la composición química real de cada acero CP, se realizó un análisis teórico termodinámico de predicción de fases en equilibrio utilizando el software comercial JMatPro (Java-based Materials properties). La **Figura 26** muestra la interfaz de esta herramienta de apoyo de simulación termodinámica. Entre otros

posibles usos, se incluye los equilibrios de fases (zona estable y metaestable), propiedades de solidificación, propiedades mecánicas y transformaciones de fase.



Figura 26. Interfaz de software JmatPro 7.0. empleado en el análisis térmico.

A partir de la temperatura de austenización y el tamaño de grano promedio estimado en la sección 5.1.3, utilizando el software de simulación JMat Pro, se generaron los diagramas TTT y CCT, los cuales se resumen en la **Figura 27.** Se observó que, en presencia de boro, las curvas experimentaron un ligero desplazamiento hacia la derecha. Experimentalmente, este desplazamiento hacia la derecha indica una ralentización de las reacciones de difusión atómica que ocurren durante el enfriamiento. Una de las ventajas de este fenómeno es que, al retrasar la formación de fases más suaves, como la perlita, se pueden obtener microestructuras más finas con propiedades mecánicas mejoradas, como una mayor resistencia. Además, el boro puede mejorar la templabilidad del acero, lo que implica que el acero se endurecerá de manera más profunda durante el proceso de templado.



Figura 27. Curvas teóricas generadas mediante el software de simulación termodinámica JMatPro. Temperatura-Tiempo-Transformación (TTT): (a) CP-B0, (b) CP-B3. Curvas de enfriamiento continuo (CCT) (c) CP-B0, y (d) CP-B3. Temperaturas M_s y M_f determinadas teóricamente.

Parámetros de diseño

Para el diseño del tratamiento térmico de temple y particionado se tomaron en cuenta los siguientes parámetros:

- 1. Temperatura Ac₃+ 50 °C equivalente a 920 °C.
- 2. Temperatura de templado a temperatura inferior y superior a M_s para evaluar el efecto de la temperatura en la microestructura.

- 3. Velocidad de enfriamiento dependiente de la agitación. Para favorecer el templado inicial se utilizará un baño de sales y un posterior templado en aceite.
- 4. Tiempos y temperaturas de particionado buscarán evitar la precipitación de carburos.

La **Figura 28** y la **Tabla 11** resumen los parámetros para el tratamiento térmico y las nomenclaturas de las muestras usadas durante el proceso experimental.



Figura 28. Resumen de condiciones experimentales establecidas para el tratamiento térmico de temple y partición Q & P en aceros de fase compleja B0 y B3.

Tabla 11. Resumen de condiciones experimentales para el tratamiento térmico de temple y partición (Q&P)

	Condiciones generales						
	Vcalentamiento= 0.33 °C/s hasta 920 °C						
		thomogenización= 92	0 °C durante	e 600 s			
	Ttemplado 1=35	50 °C en baño de sal	les fundidas	(con agitación rápida)			
	Ttem	plado 2=25 °C en aceite	e (con agitaci	ón moderada)			
T.T.	T.T. Deformación ¿Boro? Nombre Condiciones de partición						
				Tpartición en baño de sales fundidas $=350~^\circ C$			
	No	No	B0P1-XD	t _{partición} = 300 s en baño de sales			
Partición		Sí (60 ppm)	B3P1-XD	Ttemplado 2 en aceite= 25 °C			
de 1				Tpartición en baño de sales fundidas= $350 \ ^\circ C$			
paso		No	B0P1-CD	$t_{\text{partición}}$ = 240 s + def. + 60 s			
	Sí	Sí (60 ppm)	B3P1- CD	deformación plástica 2 pasos			
				Ttemplado 2 en aceite= 25 °C			
				T Templado en baño de sales fundidas $=350~^\circ C$			
	No	No	B0P2-XD	V _{calentamiento} = 20 °C/min			
Partición		Sí (60 ppm)	B3P2- XD	Tpartición 2 en mufla $=600~^\circ C$			
de 2				t _{templado} = 300 s			
pasos				Ttemplado 2 en aceite= 25 °C			
				T Templado en baño de sales fundidas $=350~^\circ C$			
	Sí	No	B0P2-CD	V _{calentamiento} = 20 °C/min			
		Sí (60 ppm)	B3P2-CD	Tpartición en mufla= 600 °C			
				tpartición en mufla= $240 \text{ s} + 60 \text{ s}$			
				deformación plástica 2 pasos			
				t _{templado} = 300 s			
				Ttemplado 2 en aceite= 25 °C			

4.6. Aplicación de tratamiento térmico de temple y partición (Q&P)

Antes de aplicar el tratamiento térmico fue necesario rectificar las muestras que serían deformadas durante la partición, con el objetivo de tener un mismo paso graduado para la laminadora (**Fig. 29 a y b**). Por lo tanto, las láminas en estado de suministro se laminaron en frío hasta alcanzar un espesor muy cercano a 2.50 mm. Al mismo tiempo, se continuó el monitoreo de la temperatura en el baño de las sales mediante el uso de dos termopares (**Figura 29.c**) y un controlador para garantizar la temperatura de partición requerida.

La **Figura 29.d** muestra las secciones organizadas en el laboratorio para la aplicación del tratamiento térmico de temple y partición. Experimentalmente, se requirieron 5 secciones compuesta de: 2 muflas, un baño de sales, la laminadora y un baño de aceite. Todas las muestras fueron austenizadas a 920 ° C durante 10 minutos debido a la geometría de las muestras. Posteriormente como se especifica en la **Tabla 9**, las muestras se templaron en un baño de sales a 350 °C. Para el caso de las muestras B0P1 y B3P1, se mantuvo un sostenimiento isotérmico para completar la partición de 1 paso a esta temperatura, por su parte, las muestras B0P2 y B3P2 se templaron y después de 30 s, se introdujeron nuevamente en la mufla dispuesta a 600 °C.

La deformación plástica para la partición de 1 y 2 pasos se realizó en 2 pasos, alcanzando una deformación aproximada de 30% respecto al espesor inicial. Finalmente, el templado a temperatura ambiente, se realizó en el baño de aceite con agitación alta.



Figura 29. Evidencia de aplicación del tratamiento térmico de temple y partición: (a) Láminas rectificadas a 2.5 mm de espesor, (b) Graduación de paso en laminadora, (c) Monitoreo de temperatura en baño de sales a 350 °C y (d) Etapas de trabajo para la aplicación del tratamiento térmico: 1. Horno para el calentamiento a la temperatura de austenización a 920 °C, 2. Baño de sales con termopares acoplados en las resistencias y el baño para garantizar la temperatura de partición (Muestras P1) y temple inicial (Muestras P2), 3. Horno para etapa de partición a 600 °C y 4. Baño de aceite a temperatura ambiente para templado final.

4.7.Caracterización mecánica Microtracción

Los ensayos de microtracción uniaxial se realizaron para estimar el comportamiento mecánico de los aceros de fase compleja tratados térmicamente por temple y partición de 1 y 2 pasos con deformación plástica. Las muestras fueron mecanizadas por duplicado bajo la norma ASTM D1708. Mientras que la **Figura 30.a** resume las condiciones establecidas por norma, la sección b muestra el estado real superficial de las muestras ensayas.



Figura 30. Muestras de ensayo de microtracción: (a) Condiciones bajo norma ASTM D1708 y (b) Estado superficial real.

Respecto al equipo utilizado, se empleó la máquina universal de ensayos de marca MTS modelo QTEST/100 equipada con un extensómetro cuidadosamente dispuesto como se evidencia en la **Figura 31.** El ensayo se realizó a temperatura ambiente con una velocidad del cabezal de 1 mm/min.



Figura 31. Máquina Universal de ensayos MTS- QTEST/100: (b y c) Ubicación de extensómetro para microtracción.

Microdureza

Los ensayos de microindentación son realizados para evaluar y cuantificar la variación de dureza en una distancia corta. A partir de las condiciones establecidas por la norma ASTM E-384, las muestras de suministro fueron indentadas con una carga 100 g-f durante 10 segundos **(Figura 32)** cada 50 micras. Para poder realizar este ensayo fue necesario tener las probetas atacadas con Lepera modificado como se describió previamente en la **Tabla 4** y realizar un desplazamiento en la superficie para la obtención de 18 datos por muestra.



Figura 32. Ensayo de Microdureza: (a) Microdurómetro Vickers Future Tech F11-7 y (b) Huella de indentación Vickers.

Nanodureza

La nanoindentación es una técnica utilizada para medir las propiedades mecánicas a escala nanométrica. Se basa en la medida de la carga versus la profundidad de penetración al ser indentada una punta afilada y dura (generalmente de diamante) sobre el material (ver **Figura 33.**). A partir de esta prueba, se obtienen propiedades mecánicas importantes del material, incluyendo: dureza, módulo de elasticidad y módulo de fluencia. Para este trabajo, se limitará su uso a la estimación de la dureza y de energía.

Para el proceso experimental, se trabajó a partir de una carga de 300 mN, y un coeficiente de Poisson de 0.3. cada muestra se indentó 10 veces cada 500 nm



Figura 33. Ensayo de Nanodureza: (a) Mesa antivibratoria, (b) Controlador de software y (c) Indentador Berkovich.

5. Resultados y discusión 5.1.Resultados de la Caracterización de Aceros en Estado de Suministro

Estimación de fases en la microestructura mediante JMatPro

La **Figura 34** resume los diagramas de fases en equilibrio calculados mediante JMatPro en un rango desde la temperatura ambiente hasta los 1600 °C para los aceros CP-B0 y CP-B3. Se observa que la línea liquidus comienza a formarse desde los 1500 °C para ambos aceros, mientras que la línea solidus 1440 °C para el CP-B0 y los 1420 °C para el CP-B3, lo que significa que la microaleación de boro extiende la región bifásica líquido-sólido y como resultado promueve la segregación durante la solidificación. Esto se atribuye a que el boro interactúa con otros elementos en la aleación, lo que requiere más energía para que la aleación pase de estado líquido a estado sólido ^[81-83].

Cuando se contempla un enfriamiento lento desde los 700 °C, es importante tener en cuenta la precipitación de cementita. Esta fase es no deseada en el proceso de tratamiento térmico de temple y partición, ya que resulta de la migración del carbono desde las fases más duras hacia la formación de carburos en lugar de permanecer en la austenita retenida para estabilizarla a temperatura ambiente. De esta manera, estos datos preliminares resaltan la importancia de controlar cuidadosamente la velocidad de enfriamiento.

Finalmente, al estudiar los posibles precipitados presentes a temperatura ambiente, se observa la formación de precipitados del tipo M (C, N), M₂ (C, N) y MnS en ambas aleaciones, que corresponden a compuestos de carbonitruros y sulfuros, respectivamente. Es relevante destacar que, en el caso del acero CP-B3, la microaleación de boro desencadena adicionalmente la formación del compuesto M₃B₂. Estas observaciones son fundamentales para estimar los posibles precipitados presentes en la microestructura, así como el comportamiento de las aleaciones estudiadas a partir de su composición química y su velocidad de enfriamiento.



Figura 34. Diagrama de fases en equilibrio estimado mediante software de simulación termodinámico JMatPro: (a, c, e) Aceros sin boro CP-B0 y (b, d, f) Aceros con 60 ppm de boro CP-B3.

Análisis estructural

En este estudio estructural, se ha realizado una comparación entre las muestras CP-B0 y CP-B3 en su estado de suministro. La principal diferencia entre ellas radica en la presencia de una microaleación de 60 ppm de boro. Utilizando la técnica de difracción de rayos-X, se ha logrado identificar dos formas alotrópicas del hierro, mostrando valiosa información sobre su estructura cristalina (ver **Figura 35**).

El hierro alfa (α -Fe) está asociado a la martensita, la bainita y la ferrita ^[93,94,108], y para este caso encontrado en las orientaciones (110), (200), (211) y (220). Por otro lado, el hierro gamma (γ -Fe) con la austenita retenida, ha sido identificada exclusivamente en la orientación (111) ^[109]. La **Tabla 12** resume la cuantificación de la austenita retenida mediante de difracción de rayos-X y difracción de electrones retrodispersados. Por ambas técnicas, se identificó una relación inversa del contenido de boro y el porcentaje de austenita retenida estimada siendo en promedio de 7.6% y 3.6% para la muestra CP-B0 y CP-B3.



Figura 35. Patrón de difracción de rayos-X de muestras en estado de suministro: en gris, B0 (sin boro); en rojo, B3 (con 60 ppm de B).

CAPÍTULO 6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La presencia de la austenita retenida (RA) en las muestras se debe al diseño composicional de la aleación desde la colada^[106]. Teóricamente, se habría anticipado que la microaleación de manganeso, silicio, aluminio y niobio como elementos gammágenos promovieran la estabilización de la RA a temperatura ambiente, sin embargo, de acuerdo con lo reportado en la literatura, el niobio gobierna la cinética de transformación al desplazar las líneas Ac3 (hacia arriba) y Mf (hacia abajo), promoviendo una transformación martensítica incompleta^[110].

Tabla 12.	Cuantificación	de austenita	retenida	mediante	DRX y MEB-H	EBSD.

Condición	DRX [%]	EBSD [%]
CP-B0 (Con def. en caliente + temple+ def. en frío)	6.3	9.0
CP-B3 (Con def. en caliente + temple+ def. en frío)	3.0	4.2

Respecto a la localización de la RA en mapas de fase por EBSD, la **Figura 36 (a,b)** muestra que los sitios preferentes de estabilización de la fase son las dislocaciones y los límites de grano. Esto debido a que, la deformación plástica en caliente mediante la recuperación dinámica promueve el apilamiento de precipitados y elementos soluto como el carbono en los sitios de alta energía, favoreciendo la estabilización de la fase de interés ^[127-128].

La **Figura 36 (c,d)** por su parte, muestra un mapa de figuras de polos inversa (IPF), donde los colores en el diagrama representan la policristalinidad del material a partir de la deformación plástica en caliente y en frío. Las orientaciones preferenciales corresponden a (001) <100>, (112) <111> y (001) <110>.

CAPÍTULO 5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN



Figura 36. Imagen MEB-EBSD de muestras en estado de suministro. Mapa de fases (a) CP-B0, (b) CP-B3, Imagen de polos inversa (c) CP-B0 y (d) CP-B3.

Tamaño de grano

Los valores del tamaño de grano desde la condición de suministro se resumen en la **Tabla 13**. Como puede observarse, a partir de la condición de colada, se obtuvieron tamaños de grano correspondientes a 206.54 y 140.37 µm para los aceros CP-B0 y CP-B3, respectivamente. Tal como se habría anticipado en trabajos previos, la microaleación del boro favoreció el refinamiento del tamaño de grano en la colada ^[82,83,103,106,]. Sin embargo, al aplicarse la deformación en caliente, el temple y el trabajo en frío, la correlación del refinamiento y la influencia del boro como microaleante no se

CAPÍTULO 5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

visualizó. Aun así, al comparar los resultados bajo la última condición se evidenció una reducción drástica a 1.97 y 3.65 µm, lo que representó una disminución de aproximadamente 100 veces su tamaño de grano inicial identificándose a su vez tamaños de grano no uniformes (ver **Figura 37**).

La explicación de este fenómeno radica en el procesamiento del material. Tras la colada inicial, las muestras se sometieron a una deformación plástica en caliente, lo que favoreció una recuperación dinámica que reordenó las dislocaciones mediante la formación de estructuras estables en subgranos. Luego, con la deformación plástica en frío, debido a la alta densidad de subestructuras, se alcanzó un punto en el que las dislocaciones móviles no se absorbieron ni aniquilaron entre sí, lo que resultó en una acumulación de defectos lineales en el cristal. Estas dislocaciones interactuaron entre sí, generando nuevos obstáculos y, como consecuencia, tamaños de grano más finos ^[30,83].

Es esencial destacar que, bajo estas condiciones, los aceros, aunque poseen una alta resistencia mecánica y dureza, no resultan viables para su uso práctico debido a la alta concentración de dislocaciones, baja tenacidad y resistencia a la fatiga ^[88]. En este trabajo, se introdujo una alta deformación como condición inicial para analizar el impacto de la subestructura y el tamaño de grano en las transformaciones de fase al aplicar el tratamiento térmico de temple y partición.

Condición	Tamaño de grano [µm]	Imagen
CP-B0 (Colada) [106]	206.5 ± 95.7	5.1. 3.a
CP-B3 (Colada) [106]	140.4 63.0	5.1.3. b
CP-B0 (Con def. en caliente + temple+ def. en frío)	$1.9 \pm 1.5^{*}$	5.1.3. c
CP-B3 (Con def. en caliente + temple+ def. en frío)	3.6 ± 0.9*	5.1.3. d

Tabla 13. Tamaño de grano a partir de condiciones de suministro. Condición de colada tomada de un trabajo previo [106]. *Diámetro promedio de Feret.

CAPÍTULO 5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN



Figura 37. Imagen por microscopía óptica de muestras bajo condición de colada (a) CP-B0 y (b) CP-B3^[106].) Imagen de calidad promedio de grano obtenida por MEB-EBSD de muestras en estado de suministro a 2000x (c) CP-B0, y (d) CP-B3.

Caracterización microestructural

La **Figura 38** muestra un resumen de micrografías ópticas obtenidas de los aceros en condición de procesado termo mecánico de laminado en caliente+ temple+ laminado en frío. Estas micrografías se tomaron de cortes realizados en las direcciones tanto paralelas como perpendiculares a la dirección de rolado. Mediante la coloración del proceso de ataque con Lepera Modificado y de acuerdo con lo reportado en la literatura ^[88-91], puede ser posible la identificación de la martensita por su color blanco o azul, y de la bainita por presentar colores cafés.


Figura 38. Micrografías de MO de acero de fase compleja después de ser atacado con Lepera modificado, RD (Dirección de laminado) y TD (Dirección transversal o perpendicular al laminado): (a) B0-RD, (b) B0-TD, (c) B3-RD, y (d) B3-TD.

Por microscopía electrónica de barrido, a su vez se identificó que la matriz de las muestras consiste principalmente de martensita y bainita. Siguiendo lo reportado por Kumar ^[95] y Graux ^[97], la identificación de las fases se lleva a cabo mediante el estudio de su morfología. Se observó que la martensita se forma en bloques (M_b) y como agujas (M_a), la bainita por su parte se observa como unidades aciculares delgadas (b).



Figura 39. Micrografías de MEB de acero de fase compleja después de ser atacado con Lepera modificado: (a) B0-TD 7000x y (b) B0-TD 1500x

En la **Figura 39.b** a su vez, evidenció la presencia de precipitados no metálicos con la morfología alargada y de partículas elipsoidales continuas, característicos de los carburos de niobio. Es altamente reconocido que, aunque el niobio se utiliza como elementos de aleación en los aceros AHSS debido a su capacidad para refinar el tamaño de grano durante la laminación en caliente, su alta afinidad con el carbono y el nitrógeno tiende a promover la precipitación de carburos con estequiometría Nb (C, N) altamente perjudiciales para las aplicaciones que requieren deformación plástica o como en nuestro caso de estudio, el efecto TRIP.

Resultado de los ensayos de microdureza Vickers

La microdureza de los aceros en estado de suministro se midió siguiendo los parámetros recomendados por la norma ASTM E384^[38], especificados en la sección 4.6.1. Se observa que la microdureza de las muestras CP-B0 y CP-B3 se encuentra en el rango de 530 HV con una desviación de ±30 HV. Esto se debe a la homogeneización microestructural lograda durante el tratamiento termomecánico en caliente y al endurecimiento posterior debido a las deformaciones en frío. Además,

el templado contribuyó a promover las transformaciones adifusionales de bainita y martensita, lo que también incrementa la dureza del material.

Bajo esta condición de procesamiento, y dados los resultados obtenidos de microdureza, una posible aplicación preliminar de este material estaría asociado a condiciones de desgaste^[100-102].



Figura 40. Resumen de micro durezas en material de suministro.

5.2. Resultados de la Caracterización de Aceros con Tratamiento Térmico Q&P

Resultados de la caracterización estructural

La **Figura 41** resume los espectros de difracción de rayos-X para las muestras tratadas térmicamente mediante temple y partición. Se consideran tres variables principales en este análisis: el contenido de boro (B0 sin boro o B3 con 60 ppm), la temperatura de partición (P1 para un paso a 350 °C y P2 para dos pasos a 600 °C) y la deformación plástica durante la partición (XD sin deformación y CD con deformación).



Figura 41. Patrones de difracción por Rayos-X de acero avanzado de fase compleja tratado térmicamente por temple-partición de 1 paso (B0P1XD, B0P1CD, B3P1XD, B3P1CD) y 2 pasos (B0P2XD, B0P2CD, B3P2XD, B3P2CD).

Así, se logró identificar dos formas alotrópicas del hierro en el material analizado. El hierro alfa (α -Fe) se relacionó con fases como la martensita y la bainita, presentando picos de difracción en las orientaciones (110), (200), (211) y (220). Por otro lado, el hierro gamma (γ -Fe) se asoció con la austenita retenida y se identificó únicamente en la orientación (111). Aunque se ha reportado en la literatura que la austenita retenida puede estar presente en otras orientaciones, como la (200), (220), (311) y (222), no fue posible distinguirla bajo las condiciones de ensayo. Este hallazgo resalta la importancia de abordar el proceso experimental con cuidado, y considerar posibles limitaciones en la detección de las fases presentes mediante esta técnica, especialmente debido a su baja concentración en la muestra.

El tratamiento térmico de temple y partición se aplica para promover la difusión de carbono desde fases más duras, como la martensita, hacia las más blandas como la austenita con el fin de estabilizarla

a temperatura ambiente, por esta razón, se generó un interés particular en cuantificar esta fase de manera precisa. La **Tabla 14.** resume su cuantificación mediante difracción de rayos-X y electrones retrodispersados.

Tabla 14. Estimación de austenita retenida mediante DRX y MEB-EBSD en muestras tratadas térmicamente por temple y partición.

Boro	Deformación	Т. Т	Nombre	DRX [%]	EBSD [%]	
No	No		B0P1-XD	3.0	5.4	
No	Sí	1	B0P1-CD 3.2		6.1	
60 ppm	No	paso	B3P1-XD	1.1	4.5	
60 ppm	Sí		B3P1-CD	1.5	6.1	
No	No		B0P2-XD	1.9	6.3	
No	Sí	2	B0P2-CD	4.5	7.2	
60 ppm	No	pasos	B3P2-XD	1.4	5.2	
60 ppm	Sí		B3P2-CD	2.1	6.5	

Al comparar los resultados obtenidos a través de ambos métodos, se revela un patrón interesante: la estabilización de la austenita retenida (RA) se favoreció a menores contenidos de boro. Esto es especialmente notable bajo condiciones experimentales específicas, como la partición de un solo paso a 350 °C (con la excepción de B0P2-CD) y la deformación plástica durante la partición.

Respecto a la localización de la RA, la **Figura 42 y el Anexo 2** muestran colonias agrupadas en los límites de grano de alto ángulo. Esto se explica mediante el anclado de solutos en sitios de altas energía (tales como las subestructuras y los límites de grano) que favorecen la estabilización de la fase de interés a temperatura ambiente debido a proceso difusivos característicos de la partición.



Figura 42. Imagen MEB-EBSD. Mapa de fases para la distinción de austenita retenida (verde).

Por otra parte, a través del análisis de imágenes IPF, se logró una identificación preliminar de orientaciones cristalográficas preferencias de los granos en (001), (122), (111) y (223). Estas observaciones se correlacionaron con la paleta de colores del triángulo de referencia, lo que permitió una mejor comprensión de la textura. Las muestras evidencian predominantemente una estructura de tipo BCC, y su microestructura no presenta una orientación preferencial. El tamaño y la forma de los granos son heterogéneos, por lo que se espera que la distribución estándar reportada del tamaño de grano sea amplia.



Figura 43. Imagen MEB-EBSD. Imagen de polos inversa de muestras con tratamiento térmico de temple y partición. (b) Proyección estereográfica de referencia.

Tamaño de grano

En el estudio comparativo del tamaño de grano de las muestras sometidas a tratamiento térmico respecto a la condición de suministro, se observó que ni el contenido de boro ni el tratamiento térmico tuvieron un impacto significativo en la refinación del tamaño de grano. Más bien, se identificó que la deformación plástica durante la partición fue el factor determinante en este proceso. La **Figura 44.** resume los valores de tamaño de grano obtenidos mediante el análisis de la imagen de calidad.



Figura 44. Resumen de diámetro de Feret promedio obtenidos por Imagen de calidad (IQ).

Al comparar diferentes pares de muestras, tales como B0P1XD vs. B0P1CD, B0P2XD vs. B0P2XD, B3P1XD vs. B3P1CD y B3P2XD vs. B3P2CD, se observó que la deformación plástica contribuyó a refinar el tamaño de grano en casi un 22%. Esta disminución en el tamaño de grano se atribuye a la aplicación de deformación plástica durante la partición en frío (de 1 paso a 350 °C) y en tibio (de 2 pasos a 600 °C), que promovió una recuperación dinámica mediante el reacomodamiento y

aniquilación de dislocaciones producto del laminado. La microestructura tendiendo al equilibrio, forma una subestructura con límites de grano de bajo ángulo y de subgranos como se evidenció en las imágenes de calidad (ver **Anexo 4**).

Entre las muestras analizadas, se destacó la B0P1CD (sin boro, con partición de un paso y con deformación) con el tamaño de grano más reducido, equivalente a 1.84 µm. Es importante señalar que la alta desviación estándar en estas muestras se debe a la presencia de granos de diferente tamaño y geometría en la microestructura, una característica comúnmente observada en los aceros de fase compleja desde la colada. (ver **Figura 45**).



Figura 45. Imagen MEB-EBSD: (a) Imagen de calidad de muestras B0P1CD, y (b) Distribución de tamaño de grano (diámetro de Feret).

Análisis de la matriz por microscopía

La **Figuras 46**, **y el Anexo 5** resumen las micrografías obtenidas por microscopía óptica y digital de los aceros tratados térmicamente mediante el proceso de temple y partición en 1 y 2 pasos, con y sin deformación. Posterior a su preparación superficial, las muestras fueron sometidas a un ataque de contraste con Lepera Modificado utilizado en aceros multifase AHSS para la identificación de microestructuras complejas ^[90,91,106].



Figura 46. Micrografías de caracterización microestructural para muestras sometidas a tratamiento térmico de temple y partición Q&O de 1 y 2 paso. (Superior) Microscopía óptica 50X, (inferior) Microscopía digital 2000X.

Con base en la información recopilada de investigaciones previas ^[90,91,106] y las observaciones realizadas en los aceros, se ha logrado identificar que los colores verdes/azul y blanco están asociados con la fase martensítica, mientras que los colores naranjas/café indican la presencia de bainita en la microestructura.

Es relevante destacar que, aunque la técnica de ataque por contraste ha demostrado ser útil en la caracterización de aceros de alta resistencia (AHSS), el análisis microestructural a través de este método presenta dificultades significativas debido a la finura de la microestructura y a la respuesta

similar de los constituyentes al ataque químico. El tiempo de exposición al reactivo y el lapso entre el ataque y la observación microscópica son críticos, ya que las muestras pueden degradarse con el medio tal como se observa en el inciso c del **Anexo 5.b.** En términos generales, se ha identificado que las muestras analizadas presentan una matriz compuesta principalmente por martensita y bainita, con la presencia de precipitados.

Al comparar los resultados obtenidos mediante microscopía óptica y digital, se identificó que la variable con el mayor efecto en los cambios de las morfologías y colorimetría es la temperatura de partición de 600 °C. En específico, en las muestras B0P2 y B3P2, se ha observado lo que la literatura denomina Blocky Martensite (M_B) ^[112-115]. El mecanismo de formación se explica a partir de la transformación martensítica adifusional de la **Sección 3.1.1.** El grano madre de la austenita al dividirse en varios bloques resulta orientado paralelamente al mismo plano de hábito y a partir de la rotación de ángulo del cristal (inferior a 5°), se da la división a subgranos compuesto por listones individuales.

La **Figura 47a.** muestra la topografía de los paquetes de martensita en bloque mediante microscopía electrónica de barrido, utilizando electrones secundarios donde la superficie se caracteriza por ser lisa, continua y uniforme, compuesta por estructuras internas (listones).



Figura 47. Micrografías MEB-Electrones secundarios de Martensita en bloques B3P2CD: (a) 2500x, (b) 8000x.



Figura 48. Micrografías MEB-Electrones secundarios de Martensita en bloques B0P2XD: (c) 2500x, (d) 8000x. Por su parte, la **Figura 48.** muestra también la presencia de M^B y de la martensita en listones intragranulares que se identifica por presentar una orientación cristalográfica preferencial y una frontera de grano bien definida. El efecto de cada morfología sobre las propiedades mecánicas, siguen siendo tema de estudio.

Respecto a la bainita, se ha identificado la presencia de ésta en la matriz del acero como unidades delgadas o listones grandes con formas irregulares. La bainita es una microestructura que se formó como resultado de un mantenimiento isotérmico por debajo de la línea de transformación de la martensita (ver diagrama TTT en la **Figura 27**). La formación de la bainita en estos aceros de fase compleja se ha propuesto como un proceso de "autocatálisis", lo que significa que la transformación de la bainita se inicia y promueve a sí misma a partir de un núcleo inicial. En términos de la cinética que gobierna el proceso, la transformación bainítica es similar a la ferrita, pero en términos del efecto de la tensión y la deformación se comporta como la martensita, de ahí que sea difícil explicar el mecanismo de formación.



Figura 49. Micrografías MEB-Electrones secundarios. Identificación de la bainita: B3P1- XD (a) 1000x, (b) 5000x y (c) B0P2-CD a 5000x.

Según la propuesta de caracterización microestructural de Bramfitt y Speer^[51], se ha determinado que la bainita presente en estos aceros experimentales exhibe una morfología acicular con una precipitación "entrelazada" en bloque y película. La morfología acicular se refiere a una apariencia similar a listones o laths, lo que contrasta con la estructura laminar más común de la bainita convencional. La precipitación "entrelazada" se refiere a la disposición de las fases de ferrita y cementita en la bainita, donde estas se intercalan y entrelazan de manera compleja, creando una microestructura altamente intrincada.

Finalmente, aunque la austenita retenida resultaba ser la fase de mayor interés, no pudo ser identificada mediante esta técnica debido a su baja fracción en volumen. Sin embargo, al buscarse la RA en la microestructura se encontró información interesante de los precipitados mediante barridos líneales por MEB-EDS detallados más adelante.

Análisis de la matriz mediante técnica OIM-EBSD.

La realización del análisis OIM-EBSD es particularmente útil en el análisis de microestructuras complejas que, al ser estudiadas a partir de técnicas convencionales de caracterización metalográfica, son difíciles de identificar debido a su similitud morfológica. Esta técnica, está basada en la información proporcionada por la imagen de calidad (IQ) de las muestras. La IQ resulta ser un concepto arbitrario, pero empíricamente útil, que resume la calidad e intensidad de los patrones de Kikuchi obtenidos mediante la transformada de Haugh por difracción de electrones retrodispersados (EBSD).

En el contexto metalúrgico, como se describió en la **sección 3.1**, las transformaciones de fase martensítica y bainítica de los aceros de fase compleja dependen completamente de las velocidades de enfriamiento ^[43-50]. Aunque para ambos casos se mantenga la misma estructura cristalina, estas velocidades tienen efectos directos en la generación de defectos cristalinos particulares para cada fase ^[124-125]. En el caso de la martensita, las imperfecciones inherentes de las celdas promueven una densidad de dislocaciones en el orden de 10¹⁵ cm⁻² superior en un orden de magnitud a la bainita, así

como la acumulación de subgranos y celdas desplazadas debido a la presencia de átomos de carbono ^[125]. Estos defectos en el EBSD se ven reflejados en una disminución de la intensidad de las bandas de Kikuchi indexadas, y, por ende, una menor IQ promedio y una mayor nanodureza^[115].

Al aplicar el método estadístico multimodal para el análisis de fases complejas a partir de la IQ, propuesto por Wu y col. ^[115] y detallado en la **sección 4.3**, se obtiene la descomposición de la distribución normal "general" en varias distribuciones normales asociadas a las fases que componen la microestructura compleja como se muestra en la **Figura 50**.



Figura 50. Distribución normal de muestra B0P1-XD obtenida a partir imagen de calidad (IQ) mediante método estadístico multimodal.

La pregunta clave que surge es cómo diferenciar y asignar a cada distribución normal la fase a la cual corresponde. Para abordar este desafío, se diseñaron tratamientos térmicos de las fases esperadas en el acero de fase compleja (ver la **Tabla 9** de la sección 4 **y el anexo 9**). A través del análisis de los IQ promedios experimentales, se estableció una correlación con los IQ reportados en la literatura y los IQ promedio con Q&P. La **Figura 51** muestra los resultados obtenidos.



Figura 51. Análisis estadístico multimodal de fases "puras": (a) IQ y (b) Distribución de fases.

Se identificó que, mediante el diseño de los tratamientos térmicos, las fases tenían IQ promedios asociados, lo que permitió identificar los rangos de IQ normalizados (eje X) que correspondían a cada fase. Siendo para la martensita los valores entre 20 y 50, para la bainita entre 55 y 75, y para la ferrita valores superiores a 80. Además, la microdureza medida confirmó valores reportados de estas fases en la literatura ^[125-126], la **Tabla 15**, resume lo anterior descrito. Esta metodología experimental emerge como un método valioso para identificar y asignar cada curva de distribución normal a la fase específica de interés, lo que contribuye a una caracterización más precisa de las microestructuras de estudio ^[43-50,117-120].

Fase IQ promedio		Microdureza [HV]	Desviación estándar		
Martensita	20-50	395.39	20.78		
Bainita	55-75	313.19	20.28		
Ferrita	Mayores de 80	250.41	20.28		

Tabla 15. Resumen de datos IQ de fases a partir de diseño de tratamientos térmicos por dilatometría.

La importancia de la simetría en las distribuciones consideradas radica en la consistencia y repetibilidad de los IQ estimados. Con el fin de asegurar la consistencia de los resultados, se emplearon funciones gaussianas para suavizar las curvas. Al aplicar estas funciones a los datos, se logra una representación más suave y continua de las distribuciones, permitiendo una interpretación más clara y precisa de los patrones presentes en los resultados. Este enfoque se basa en la premisa de alcanzar un coeficiente de correlación superior a 0.9, lo cual constituye un estándar "seguro" en análisis estadísticos. Sin embargo, es relevante señalar que, a pesar de la eficacia general, se detectaron desafíos específicos en la muestra B0P1-CD. Este inconveniente se atribuye a posibles ruidos del histograma resultante.

Respecto a las distribuciones obtenidas, se puede observar en la **Figura 52 y 53** la aplicación del método multimodal aplicado a los IQ de las muestras con tratamiento térmico de partición de 1 paso y de 2 pasos respectivamente. Por su parte, la **Tabla 15** resume la estimación cuantitativa de las fases de estudio.



Figura 52. Análisis estadístico multimodal de fases de acero con tratamiento térmico Q&P de 1 paso.

	Cooficiento do	Fases			
Muestra		Martensita	Bainita		
	correlacion	(B+L)			
B0P1-XD	0.95	72.9	27.1		
B3P1-XD	0.92	73.3	26.7		
B0P1-CD	0.88	66.7	33.3		
B3P1-CD	0.90	65.3	34.6		
B0P2-XD	0.94	72.5	27.5		
B3P2-XD	0.93	71.1	28.9		
B0P2-CD	0.93	80.5	19.5		
B3P2-CD	0.98	92.9	7.1		

Tabla 16. Estimación de fases mediante método estadístico multimodal de IQ.



Figura 53. Análisis estadístico multimodal de fases de acero con tratamiento térmico Q&P de 2 pasos.

Al estudiar la descomposición de distribuciones, se observa una distinción en las martensitas según su morfología, siendo de bloques y acicular asociada a IQ entre 40 y 50, y valores de IQ menores de 35, respectivamente. Estos valores se han estimado, de acuerdo a la diferenciación de la ferrita y bainita reportada en la literatura de acuerdo a sus morfologías equiaxiales, aciculares y en placas. Se ha identiciado que para morfologías más aciculares, el IQ tiende a ser mínimo debido a la alta densidad de dislocaciones y presencia de subestructuras ^[115-120].

En cuanto a la bainita, se caracteriza por presentar valores de IQ en el rango de 55 a 75. Es relevante señalar que Javaheri ^[118] realizó una diferenciación entre la bainita superior y la bainita inferior en

aceros laminados de medio carbono, proporcionando una guía para identificar posibles tipos de bainita en la microestructura. Este análisis detallado de las fases a través de la IQ ofrece una herramienta valiosa para la caracterización precisa de las microestructuras en aceros de fase compleja.

En relación a la influencia de las condiciones de los tratamientos térmico y las fases obtenidas, se ha identificado que los tratamientos térmicos con partición de 2 pasos (600 °C) muestran una mayor proporción de martensita en bloques, como también se observó mediante microscopía óptica y electrónica en la secciones anteriores. Esto se atribuye a la aportación máxima de energía a temperaturas más elevadas y a la deformación plástica, lo que estaría correlacionado con mayores resistencias y durezas. Por otro lado, se identificó que los tratamientos térmicos de 1 paso y con deformación plástica en frío (a 350 °C) aunque promovieron transformaciones de desplazamiento, también favorecieron la migración de carburos característicos presentes en la bainita.

Estimación de la migración de especies mediante MEB-EDS

Continuando con la observación de la matriz, y los límites de grano, la evaluación de la migración de especies atómicas debido al tratamiento térmico y la deformación plástica, se identificaron varios aspectos:

 A pesar de que los límites de grano parecían diferenciarse de la matriz durante la observación por microscopía, se ha determinado que no siempre representan la precipitación de otras fases.
En lugar de ello, se atribuye esta aparente diferenciación a la morfología de las martensitas reveladas con el Lepera, ya que el elemento predominante relacionado es el hierro.



Figura 54. Microanálisis EDS de Límites de grano en la muestra B3P2XD.

 Contrario a las expectativas de identificar la RA a geometrías definidas, se observó precipitación caracterizada por un enriquecimiento notable de Molibdeno y Niobio con posible estequiometría como la que señaló JMatPro en la sección 5.1.

La diferencia en las morfologías observadas podría estar vinculada a la posición cristalográfica específica de cada precipitado. La **Figura 55**. resume de manera ilustrativa el caso de dos precipitados con composiciones similares pero con orientaciones cristalinas distintas, subrayando la importancia de la posición cristalográfica en la microestructura resultante.



Figura 55. Microanálisis EDS de precipitados enriquecidos en Mo y Nb.

 La microestructura reveló la presencia de morfologías particulares en los límites de grano (ver Figura 56). Al llevar a cabo microanálisis y evaluar las variaciones en la composición, se ha identificado una potencial segregación de soluto en estas áreas. Específicamente, se observó que las morfologías alargadas estaban estrechamente asociadas con elevados contenidos de molibdeno. Este vínculo entre la forma de las estructuras y la concentración de molibdeno sugiere una influencia directa de este elemento en la morfología de los límites de grano. Este hecho no solo respalda la teoría de arrastre de soluto, sino que también destaca la importancia del molibdeno en la configuración de la microestructura del material.



Figura 56. Microanálisis EDS de precipitados enriquecidos en Mo en los límites de grano.

5.3. Resultados de la caracterización mecánica de los aceros tratamos térmicamente

Los aceros avanzados de fase compleja de tercera generación representan una evolución significativa en la búsqueda de mejoras de las propiedades mecánicas y la ductilidad (tal como se mencionó en los antecedentes). Este avance tiene como objetivo primordial la optimización del diseño de componentes del chasis en la industria automotriz.

La realización del ensayo de microtracción uniaxial se configura como un medio fundamental para obtener información detallada sobre el comportamiento mecánico de estos aceros. Esta evaluación se lleva a cabo mediante la cuantificación del porcentaje de alargamiento. Simultáneamente, se evalúan aspectos cruciales de la resistencia mecánica, tales como el esfuerzo de cedencia (YS, Yield Strength) y la resistencia a la tracción máxima (UTS, Ultimate Tensile Strength). En el marco experimental, se ha procedido a cuantificar estas tres propiedades en los aceros que han sido sometidos a tratamientos térmicos de temple y partición. Específicamente, en aquellos aceros que experimentaron deformación durante la fase de partición. La información recabada se presenta en la **Tabla 16**, proporcionando una síntesis clara de los datos obtenidos en este estudio.

Tabla	17.	Propiedades	mecánicas	medidas	mediante	ensayo	de	tracción	uniaxial	de	B0 y	B3	tratadas
térmic	ame	nte por temple	e y particiór	n con defo	rmación pl	ástica du	ıran	te la parti	ición.				

Muestra	%Alargamiento	YS [MPa]	UTS [MPa]
B0P1-CD	17	1045	1068
B0P2-CD	6.5	1326	1345
B3P1-CD	6.9	1364	1394
B3P2-CD	9.7	929	1215

En relación con la primera propiedad, se observa un porcentaje de alargamiento relativamente bajo. Se atribuye esta observación no tanto a una limitación inherente de la ductilidad de los aceros, sino más bien a consideraciones vinculadas al mecanizado y diseño de la pieza seleccionada para la prueba. Este fenómeno se sustenta en el hecho de que, bajo las condiciones geométricas particulares de la muestra B0P1-CD, se lograron valores máximos de alargamiento de hasta un 17%.

Al examinar la superficie de las muestras después del ensayo de microtracción, en contraposición a la superficie de fractura dúctil anticipada, se identificó un mecanismo de fractura dúctil-frágil (ver la **Figura 57**). Este fenómeno se da debido a la existencia de una concentración de esfuerzos cercano a las mordazas, lo cual limitó la continuación de la deformación. En el centro de las cuatro muestras, se observa una superficie rugosa con microcavidades, características de la deformación plástica dúctil inducida por la carga. Por otro lado, la zona lisa y plana en los extremos está correlacionada con la propagación rápida de grietas. Esta observación resalta la importancia de tener en cuenta las condiciones geométricas específicas de las muestras en el análisis de la ductilidad del material.



Figura 57. Superficie de fractura obtenida tras el ensayo de microtracción uniaxial a temperatura ambiente mediante electrones secundarios: (a) B0P1-CD, (b) B0P2-CD, (c) B3P1-CD, y (d) B3P2-CD.

En relación con la segunda propiedad analizada, en la resistencia a la cedencia se observó que los aceros B0P2-CD y B3P1-CD alcanzaron valores superiores en comparación con el material que no

experimentó deformación plástica durante la partición ^[106]. En referencia a la resistencia máxima, la aleación B0P2-CD exhibió un comportamiento notable al alcanzar una resistencia máxima de 1364 MPa. Aunque no se evidenciaron mejoras significativas en las propiedades mecánicas respecto al tratamiento térmico sin deformación, la resistencia máxima alcanzada supera los 1100 MPa reportados para aceros de fase compleja de primera generación ^[15,129-131] debido a la austenita retenida estabilizada y la formación de martensita en bloques.

La comprensión de este fenómeno se da al examinar la presencia de la austenita retenida, evaluada a través de técnicas de difracción de rayos-X y electrones retrodispersados. La austenita retenida se localizó de manera específica en los bloques de la martensita, promoviendo a su vez, la partición de elementos sustitucionales e intersticiales como el carbono, el manganeso y el boro que promovieron la formación de soluciones sólidas, fortaleciendo la estructura cristalina de la fase. Así, se evidenció que la distribución y enriquecimiento de la austenita retenida promovió una mejora en el comportamiento mecánico.

En relación con las microdurezas medidas, se pudo constatar un beneficio adicional en los aceros sometidos a deformación plástica durante el proceso de partición. La aplicación de deformación en frío se reveló como un factor determinante al inducir una mayor densidad de dislocaciones, producto de la acumulación de energía interna en el material. Un aspecto destacado en este contexto es la significativa microdureza estimada para el acero B0P1-CD equivalente a 488.06 HV. Este resultado resalta la influencia positiva de la deformación plástica, particularmente en el incremento de la resistencia del material, manifestada a través de la medida de microdurezas, consolidando la importancia de la interacción entre la deformación y las propiedades mecánicas en la mejora de las aleaciones. La **Figura 58**, resume los datos medidos para todas las muestras.



Figura 58. Resumen de microdurezas medidas en los aceros de fase compleja tratados térmicamente por temple y partición.

El último ensayo de caracterización mecánica en el acero de estudio fue la nanodureza. Así se ha proporcionado una perspectiva detallada de las propiedades mecánicas a nivel nanométrico, revelando las distintas fases presentes en la microestructura del material. Se destacó la uniformidad en los datos, sugiriendo coherencia en las propiedades mecánicas entre las muestras.

El número de indentaciones para cada muestra fue de 5. Se seleccionó un área libre de poros y se indentó siguiendo una cuadrícula de referencia con una distancia de 50 micras por cada medida por los que indentaron diferentes zonas (ver **Figura 59, 60** y **Tabla 17**). La consistencia en el comportamiento mecánico y la recuperación observada en las curvas de indentación de las ocho muestras refleja una uniformidad en la resistencia del acero. Sin embargo, la diferenciación en las nanodurezas reveló información crucial sobre la resistencia relativa de las fases. Con valores superiores a 8 GPa para la Martensita, entre 3 y 5 GPa para la Bainita, y entre 1 y 2.5 GPa para la Austenita Retenida, tal como se ha reportado también en trabajos previos^[122-124].

Este análisis exhaustivo no se limita a la cuantificación de la nanodureza; también investiga las energías elástica-plástica asociadas a cada fase, brindando una perspectiva más completa de las propiedades del material. La Martensita exhibe destacada energía elástica, reflejando su capacidad para soportar cargas antes de entrar en la región plástica permanente. En contraste, tanto la Bainita como la Austenita Retenida presentan preferentemente energía plástica, indicando una mayor capacidad para deformarse de manera permanente.



Figura 59. Resumen de curvas de carga-desplazamiento de los ensayos de nanoindentación para las muestras con tratamiento térmico de 1 paso.



Figura 60. Resumen de curvas de carga-desplazamiento de los ensayos de nanoindentación para las muestras con tratamiento térmico de 2 pasos.

En resumen, la combinación de nanodureza e identificación de fases en el acero de estudio ha proporcionado una comprensión enriquecida de su comportamiento mecánico. Este enfoque meticuloso no solo revela la dureza relativa de las fases, sino que también desentraña la naturaleza elástica y plástica específica asociada a cada componente microestructural, contribuyendo así a una caracterización exhaustiva de las propiedades mecánicas del material.

	Nanodureza H [GPa]				
Muestra	Martensita	Austenita			
B0P1-XD	-	2.6	1.45		
B0P1-CD	-	3.06	-		
B3P1-XD	10.3	3.1	-		
B3P1-CD	11.9	2.87	-		
B0P2-XD	-	-	2.2		
B0P2-CD	-	3.22	1.25		
B3P2-XD	-	2.5	-		
B3P2-CD	-	-	1.55		

Tabla 18. Nanodurezas resultantes de las curvas carga-desplazamiento.

6. Conclusiones

1. El tratamiento térmico y mecánico para la condición de suministro logró no solo refinar la microestructura sino también promover la recuperación dinámica y el anclamiento de precipitados y dislocaciones en los límites de grano. Este proceso favoreció la estabilización de la austenita retenida, específicamente asociada a la orientación (111).

2. Tal como lo mostraron las curvas de enfriamiento obtenidas por dilatometría, los tratamientos térmicos de temple y partición dependen completamente del control de la temperatura y de las velocidades de enfriamiento. A nivel experimental, se logró la obtención de una microestructura compuesta por martensita, bainita, austenita retenida y precipitados complejos. La observación de la microestructura de los aceros de fase compleja analizados solo fue posible tras garantizar una preparación metalográfica óptima mediante la técnica de ataque químico por contraste.

CAPÍTULO 6. CONCLUSIONES

3. La aplicación del tratamiento térmico de temple y partición tuvo como objetivo evaluar el efecto de la microaleación de boro, la temperatura de partición y la deformación plástica (en frío y en tibio). Los hallazgos fueron los siguientes:

- Se observó un favorecimiento de la estabilidad de la austenita en las aleaciones sin boro, con temperatura de partición de 350 °C y con la aplicación de deformación plástica durante la partición.
- El tamaño de grano demostró depender de la deformación plástica, ya que las dislocaciones actuaron como barreras facilitadoras de la formación de subgranos. Los tamaños de grano mínimo y máximo fueron de 1.84 μm y 3.22 μm, respectivamente, y estuvieron asociados a las muestras B0P1-CD y B3P2-XD.
- A través del análisis cualitativo de la microestructura mediante MEB-EDS, se identificó un enriquecimiento de la martensita en bloques en carbono, manganeso, niobio y boro en las aleaciones B0 y B3.
- El análisis OIM fue la técnica empleada para la cuantificación microestructural de las fases existentes, basándose en un análisis estadístico de los defectos identificados en la imagen de calidad obtenida por MEB-EBSD. Este análisis reveló la promoción de martensita en bloques durante la partición de dos pasos.
- Se identificó la presencia de carburos complejos compuestos de molibdeno y niobio en la microestructura, atribuible a la alta afinidad de los aleantes presentes en el acero.

5.El análisis del comportamiento mecánico se llevó a cabo mediante las técnicas de microtracción uniaxial, microdureza y nanodureza, revelando lo siguiente:

 La resistencia máxima alcanzada fue de 1324 MPa, y se evidenció una dependencia directa entre la UTS y el porcentaje de austenita retenida. Este fenómeno se atribuye a la migración de elementos que aportan resistencia a la fase. En cuanto a la ductilidad, no fue posible estimar el porcentaje máximo de alargamiento para todas las muestras debido a concentraciones de esfuerzos generadas durante el mecanizado. A pesar de ello, la muestra B0P1-CD mostró una deformación máxima del 17%.

- La microdureza estimada experimentó mejoras significativas bajo la condición de deformación plástica durante la partición.
- La nanodureza permitió cuantificar las durezas de las fases de interés, revelando valores superiores a 8 GPa para la martensita, entre 3.5 y 5 GPa para la bainita, y entre 1 y 2.5 GPa para la austenita retenida. Se destacó que la martensita se caracterizó por su energía elástica, mientras que la bainita y la austenita lo hicieron por su energía plástica.

7. Referencias

^[1] Kuziak, R., Kawalla, R., y Waengler, S: "Advanced high strength for automotive industry", *Archives of Civil and Mechanical Engineering, Vol 8* (2008) 103-117. Doi: 10.1016/S1644-9665(12)60197-6.

^[2] De Diego-Calderón, I., De Knijf, D., Molina-Aldareguia, J. M., Sabirov, I., Föjer, C., y Petrov, R: "Effect of Q&P parameters on microstructure development and mechanical behaviour of Q&P steels", *Revista de metalurgia, Vol. 51* (2015). Doi: 10.3989/revmetalm.035.

^[3] World Steel Association AISBL: "ULSAB-AVC", Bélgica, 2020, en: *www.worldautosteel.org/projects/ulsab-avc-2/*. Fecha de consulta: Septiembre de 2022.

^[4]Grajcar, A., Kuziak, R., y Zalecki, W.: "Third generation of AHSS with increased fraction of retained austenite for the automotive industry", *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, *Vol* 12 (2012) 334-341. Doi: 10.1016/j.acme.2012.06.011.

^[5] Tisza, M.: "Three generations of advanced high strength steels in the automotive industry", *En Vehicle and Automotive Engineering, Vol 3* (2021) *81-94*. Doi: 10.1007/978-981-15-9529-5_7.

^[6] Savic, V., Hector, L., Singh, H., Paramasuwom, M., Basu, U., Basudhar, A., y Stander, N.: "Development of a lightweight third-generation advanced high-strength steel (3GAHSS) vehicle body structure", *SAE International Journal of Materials and Manufacturing*, *Vol* 11 (2018) 303-313. Doi: 10.4271/2018-01-1026.

^[7] H. Föll, "Overview of Major Steels, classifying steels and the kinds of steels found in modern cars" en: *www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/iss/kap_9/advanced/t9_2_1b.html*. Fecha de consulta: Febrero 2023.

^[8] L.Samek, D. Krizan: "Steel-Material of choice for automotive lightweight applications",21st International Conference on Metallurgy and Materials (2012) 230-237.

^[9]M.W. Andure, S.C. Jirapure, L.P. Dhamande: "Advanced automobile material for light weight future – a review". International Conference on Benchmarks in Engineering Science and Technology, Published by International Journal of Computer Applications (2012), 15-22.

^[10] E. Billur, T. Altan: "Three generations of advanced high-strength steels for automotive applications", *Part III. Stamp. J.* (2014) 11-13.

^[11]Xia, P.: "High Strain Rate Mechanical Behaviour of Advanced High Strength Steels", Tesis doctoral, Universidad Politécnica de Madrid, España, 2020.

^[12] Bordeau, V.: "Relations quantitatives between chemical composition, microstructure and mechanical properties for bainitic steels", Tesis doctoral, National School of Mines in Paris, Francia, 2020.

^[13] Liang, X.: "The complex phase transformation of austenite in high strength linepipe steels and its influence on the mechanical properties", Tesis doctoral, University of Pittsburgh, Estados Unidos, 2020.

^[14] R. Kuziak, R. Kawalla, y S. Waengler: "Advanced high strength steels for automotive industry", *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, *8* (2008) 103-117. Doi: 10.1016/s1644-9665(12)60197-6.

^[15] C. Lesch, N. Kwiaton, y F.B. Klose: "Advanced high strength steels (AHSS) for automotive applications – tailored properties by smart microstructural adjustments", *Steel Research International*, *88* (2017) 1-21. Doi: 10.1002/srin.201700210.

^[16] Kalsar, R., Ray, R. K., y Suwas, S.: "Effect of alloying addition on deformation mechanism, microstructure, texture, and mechanical properties in Fe-12Mn-0.5C austenitic steel", *Materials Science* & Engineering. A, Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing A 729 (2018) 385-397. Doi: 10.1016/j.msea.2018.05.071.

^[17] Matlock, D. K., y Speer, J. G.: "Third Generation of AHSS: Microstructure Design Concepts", *Springer London* (2009) 185-205. Doi: 10.1007/978-1-84882-454-6_11.

^[18]Grajcar, A., Kuziak, R., y Zalecki, W.: "Third generation of AHSS with increased fraction of retained austenite for the automotive industry", *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, *12*(2012), 334–341. Doi: 10.1016/j.acme.2012.06.011.

^[19] Aydin, H., Essadiqi, E., Jung, I.-H., y Yue, S.: "Development of 3rd generation AHSS with medium Mn content alloying compositions", *Materials Science & Engineering. A Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing*, *564* (2013) 501–508. Doi: 10.1016/j.msea.2012.11.113.

^[20] Moor, E. D., Speer, J. G., Matlock, D. K., Kwak, J.-H., y Lee, S.-B.: "Effect of Carbon and Manganese on the Quenching and Partitioning Response of CMnSi steels", *ISIJ International*, *51* (2011) 137-144. Doi: 10.2355/isijinternational.51.137.

^[21] Speer, J., Matlock, D. K., De Cooman, B. C., y Schroth, J. G.: "Carbon partitioning into austenite after martensite transformation", *Acta Materialia*, *51*(2003) 2611–2622. Doi: 10.1016/s1359-6454(03)00059-4.

^[22] ArcelorMittal Company: "Third generation AHSS now available", April-June 2014, en: *automotive.arcelormittal.com/News/newsapriljune2014/3rdGenAHSSMay14*. Consultado: Junio de 2023.

^[23] Wang, F., Zhu, Y., Zhou, H., Jiang, B., y Wang, G.: "A novel microstructural design and heat treatment technique based on gradient control of carbon partitioning between austenite and martensite for high strength steels", *Science China Technological Sciences*, *56* (2013) 1847–1857. Doi: 10.1007/s11431-013-5206-5.

^[24] Zhu, Y., Wang, F., Zhou, H., Wang, G., y Jiang, B.: "Stepping-quenching-partitioning treatment of 20SiMn2MoVA steel and effects of carbon and carbide forming elements", *Science China Technological Sciences*, *55* (2012) *1838–1843*. Doi: 10.1007/s11431-012-4884-8.

^[25] Eun Jung Seo, Lawrence Cho, Yuri Estrin, y Bruno C. De Cooman: "Microstructure-mechanical properties relationshipsfor quenching and partitioning (Q&P) processed steel", *Acta Materialia*, 113 (2016) 124-139. Doi: 10.1016/j.actamat.2016.04.048.

^[26]C.Y. Wang, J. Shi, W.Q. Cao, y H. Dong: "Characterization of microstructure obtained by quenching and partitioning process in low alloy martensitic steels", *Materials Science and Engineering: A, Vol* 527 (2011) 3442-3449. Doi: 10.1016/j.msea.2010.02.020.

^[27] Seo, E. J., Cho, L., Estrin, Y., y De Cooman, B. C.: "Microstructure-mechanical properties relationships for quenching and partitioning (Q&P) processed steel". *Acta Materialia*, *113* (2016) 124–139. Doi: 10.1016/j-actamat.2016.04.048.

^[28] Matlock,D.K., Brautingam, V.E., y Speer, J.G.: "Application of the Quenching and partitioning (Q&P) process to a medium-carbon, High-Si Microalloyed Bar Steel", *Mater Sci Forum*, 426-432 (2003) 1089-1094. Doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.426-432.1089.

^[29] Borasi, L.: "Investigations of the Effects of different 'Q&P' parameters on the mechanical properties of AHSS", Tesis de maestría, Lulea University of Technology, Suecia, 2018.

^[30] Peng, Y., Liu, C., y Wang, N.: "Effect of deformation on microstructure and mechanical properties of medium carbon steel during heat treatment process", *Chinese Journal of Mechanical Engineering*, 34 (2021) 113-123. Doi: 10.1186/s10033-021-00634-8.

^[31] Santofimia, M. J., Speer, J. G., Clarke, A. J., Zhao, L., y Sietsma, J.: "Influence of interface mobility on the evolution of austenite–martensite grain assemblies during annealing", *Acta Materialia*, 57 (2009) 4548–4557. Doi: 10.1016/j.actamat.2009.06.024.

^[32] Takahama, Y., Santofimia, M. J., Mecozzi, M. G., Zhao, L., y Sietsma, J.: "Phase field simulation of the carbon redistribution during the quenching and partitioning process in a low-carbon steel", *Acta Materialia*, 60 (2012) 2916–2926. Doi: 10.1016/j.actamat.2012.01.055.

^[33] Software de simulación- JMatPro: "Manual de Jmat-Pro", 2022, en: *www.aeroexpo.online*. Consultado: Febrero de 2023.

^[34] Mohammed A., Tun N., Antti K., Vahid J., Henri T., Jaakko H., Mahesh S., y Jukka K: "Incompatible effect of B and B+Nb additions and inclusion's characteristics on the microstructure and mechanical properties of low-carbon steel", *Materials Science & Engineering A, Volume 819 (2021)*. Doi: 10.1016/j.msea.2021.141453.

^[35] Maitrepierre, D., Thivellier: "Influence of Boron on the Descomposition of Austenite in Low Carbon Alloyed Steels", *Metallurgical Transactions A*, 287(1975) 136-146.Doi: 10.1007/BF02667283.

^[36] Hiroshi Tamehiro, Masahiko Murata, y col.: "Optimum Microalloying of Niobium and Boron in HSLA Stell for Thermomechanical Processing", *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan, vol* 27 (1987) 120-129. Doi: 10.2355/isijinternational196(~~ ~0.

^[38] American Society for Testing and Materials-ASTM: "Standard test method for microindentation Hardness of materials", Bélgica, 2006, en: www.astm.org/standards/e384. Fecha de consulta: Marzo de 2023.

^[39] American Society for Testing and Materials-ASTM: *"Standard test methods for Tension testing of metallic materials"*, Estados Unidos, 2011, en: *www.astm.org/e0008_e0008m-22.html*. Fecha de consulta: Octubre de 2023.

^[39]Bleck, W., Brühl, F., Ma, Y., y Sasse, C.: "Materials and processes for the third-generation advanced high-strength steels", *BHM: Berg- Und Huttenmannische Monatshefte*, *164* (2019) 466–474. Doi: 10.1007/s00501-019-00904-y.

^[40] Zenji, N., Martensite transformation, Capítulo 4: "Transformation Temperature and Rate of Martensite Formation", Elsevier, 1978, Estados Unidos. 211-262.

^[41] Aoued, S.: "Study of the mechanism of carbon enrichment in austenite in Q&P steels", *Tesis Doctoral, Universidad de Bordeaux*, Bordeaux, Francia, 2019.

^[42] Bigg, T.D.: "Quenching and Partitioning a New Steel Heat Treatment Concept", *Tesis Doctoral*, *Universidad de Leeds*, West Yorkshire, Inglaterra, 2011.

^[43] Wayman, C.M., y Bhadeshia, H.K.D.H., Phase transformation in steels vol 2: Difussionless transformations high strength steels,modeling and advanced analytical techniques, capítulo 16: "Phase transformation, nondifussive", Elsevier Science Publishers, Estados Unidos, 2012. 1508-1550.

^[44] Espinoza, C.A.: "Transformación Martensítica y Efecto Memoria en Materiales Micro y Nanoestructurados", *Tesis de Maestría, Universidad Nacional de Cuyo*, San Carlos de Bariloche, Argentina, 2007.

^[45] E.A Torres-López, J. Arbeláez y Diego A. Hincapié: "General Aspects about the Martensite Transformation", *Scientific Electronic Library Online*, 31 (2013) 151-179.

^[46] Christian J.W: "Dislocation and phase transformations", *Le Journal of Alloys and Compounds*, 5 (1984), 94-124.

^[47] "Transformaciones de la austenita fuera del equilibrio", en: *www. Frro.utn.edu.ar*. Fecha de consulta: Marzo, 2023.

^[48] Cristian Viáfara, y Juan Manuel Vélez: "Transformación bainítica en aleaciones Fe-C", *Ingeniería y Ciencia*, 1, 2 (2005) 83-96.

^[49] Mesplont, C.: "Phase transformations and microstructure – mechanical properties relations in complex phase high strength steels", PhD Thesis, Université de Lille, France, 2017.

^[50] Bramfitt, B. L., y Speer, J. G.: "A perspective on the Morphology of Bainite", *Metallurgical Transactions A, Vol 21, A (1990) 817-829*. Doi: 10.1007/bf02656565.

^[51]Singh, S. B., Phase Transformation in Steels, Capítulo 10: "Mechanisms of bainite transformation in steels", En *Phase Transformations in Steels, India, 2012. Págs. 385-416.* Elsevier. Doi: 10.1533/9780857096104.3.385.

^[52] O. Higuera, J.L. Ttristancho, y L.C.Florez : "Isothermic transformation in steel", *Scientia et Techica año XIII*, 36 (2007) 437-441.

^[53] Aranda, M. M., Pimentel, G., Cornide, J., y Capdevila, C.: "Estudio de los mecanismos de descomposición isotérmica de austenita en perlita en un acero 0,44C-0,73Mn", *Revista de metalurgia*, 48 (2012) 132-146. *Doi*: 10.3989/revmetalm.1161.

^[54] Suresh, A.: "Theory of the Pearlite Transformation in Steels", *Tesis doctoral, University of Cambridge,* Cambridge, Inglaterra, 2011.

^[55] Engel, P.R.: "The effect of interrupted quenching n the pearlite transformation", *Tesis doctoral*, *Massachusetts Institute of Technology*, Massachusetts, Estados Unidos, 1973.

^[56] Dierk Raabe: "Nanostructure of pearlite steels", Alemania, 2020, en: *www.dierk-raabe.com/*. Fecha de consulta: Abril de 2023.

^[57] Khiratkar, V. N., Mishra, K., Srinivasulu, P., y Singh, A.: "Effect of inter-lamellar spacing and test temperature on the Charpy impact energy of extremely fine pearlite", *Materials Science & Engineering*. *A, Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing*, 754(2019) 622–627. Doi: 10.1016/j.msea.2019.03.121.
^[58] Capdevila Montes, C.: "Modelización de las transformaciones de origen difusional producidas por descomposición isotérmica de la austenita en un acero carbono manganeso (0,37C-1,45Mn) microaleado con vanadio y titanio", *Tesis doctoral, Universidad Complutense de Madrid*, Madrid, 1999.

^[59]Strangwood, M., Phase transformation in steels, Capítulo 6: "Fundamentals of ferrite formation in steels", Woodhead Publishing Limited, 2012,187-222.

^[60] Hulme-Smith, C.N.: "The thermal stability of bulk nanocrystalline steels", *Tesis doctoral, University of Cambridge,* Inglaterra, 2016.

^[61] C. Capdevila, F.G. Caballero y C. García de Andrés: "Modeling of kinetics of isothermal idiomorphic ferrite formation in a medium-carbon vanadium-titanium microalloyes steel", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32 (2001) 1591-1597. Doi: 10.1007/s11661-001-0137-3.

^[62] Yadav, S., Kamal, A., Sinha, M., y Ghosh, S.: "Recrystallization in commercial grade interstitial-free steel, discussing criticality of martensite and massive ferrite nucleation along with mechanical property", *Journal of Materials Research and Technology*, *15* (2021) 4750–4757. Doi: 10.1016/j.jmrt.2021.10.036.

^[63] S. Vezzú, M. Scappin, D.Boaretto, y G. Timelli: "On the effect of Slight Variations of Si, Mn, and Ti on Inclusion properties, Microestructure and Mechanical Properties of YS450C-Mn Steel Welds", *Metallography and Analysis*, (2019) 292-306. Doi: 10.1007/s13632-019-00536-1.

^[64] H.K.D.H. Bhadeshia: "Difussional formation of ferrite in iron and its alloys", Progress in Materials Science, 29 (1985) 321-386. Doi: 10.1016/0079-6425(85)90004-0.

^[65] S.Pashangeth, H. Kamiri, S.Gashemi y M. Somani: "Detection and estimation of Retained Austenite in a High Strength Si-Bearing Bainite-Martensite-Retained Austenite Micro-Composite Steel after quenching and bainitic holding (Q&B)", *Metals*, 9 (2019) 492-522. Doi: 10.3390/met9050492.

^[66] Shinde, T., y Dhokey, N. B.: "Influence of carbide density on surface roughness and quasi-stable wear behaviour of H13 die steel", *Surface engineering*, 33 (2017) 944–952. Doi: 10.1080/02670844.2017.1312739.

CAPÍTULO 8. REFERENCIAS

^[67] Hu.F., Wu. K.M., Rodionova,I: "Novel method for refinement to retained austenite in micro-nano structure bainitic steels, *Materials Science and Technology*", 33 (2017) 1360-1365. Doi: 10.1080/02670836.2017.1291165.

^[68] Podder, A.S.: "Tempering of a Mixture of Bainite and Retained Austenite", *Tesis doctoral, University of Cambridge,* Cambridge, Inglaterra, 2011.

^[69]Chiang, J.S.: "Effect of Microstructure on Retained Stability and Tensile Behaviour in an Aluminum-Alloyed TRIP steel", *Tesis de maestría, Queen's University*, Kingston, Canadá, 2012.

^[70]] J. Hidalgo, K.O Findley, y M.J. Santofimia: "Thermal and mechanical stability of retained austenite surroudend by martensite with different degrees of tempering", *Materials Science and Engineering A*, 690 (2017) 337-347. Doi: 10.1016/j.msea.2017.03.017.

^[71] Andrews, K. W: "The calculation of transformation temperatures and austenite-ferrite equilibria in steels", *Journal of the Iron and Steel Institute*",184 (1956) 414-427.

^[72] Steven W., y A.G. Heynes: "The temperature of formation of martensite and bainite in low-alloy steels. Some effects of chemical composition", *Journal of the Iron and Steel Institute*",183 (1956) 349-359.

^[73] Koistinen, D.P. y R.E. Marburger: "A general equation prescribing the extent of the austenitemartensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels", *Acta Metallurgica*, 7 (1959) 59-60.

^[74] Forouzan, F.: "Increasing phase transformation rate in advanced high strength steek applications", *Tesis doctoral, Universität des Saarlandes,* Saarbrücken, Alemania, 2019.

^[75] Ennis, B.: "A review of the effect of chemical and phase segregation on the mechanical behaviour of multi-phase steels", *arXiv* (2016).

^[76] Marco Thoma y Guntram Wagner: "Effect of Queching and Partitioning Heat Treatment on the Fatigue Behaviour of 42SiCr Steel", *Metals*, (2021) 1699-1710. Doi: 10.3390/met11111699.

^[77] A.E.Salas-Reyes, G. Altamirano-Guerrero, J.F. Chácez-Alcalá, A. Barba-Pigarrón, y col: "Influence of Bron Content on the Solidification Structure, Magnetic Properties and Hot Mechanical Behaviour in an Advanced As-Cast TWIP Steel", *Metals*, 20 (2020) 1230-1252. Doi: 10.3390/met10091230.

^[78] Kim, R., Bae, C., Ha, Y.-M., & Kim, J.: "Effect of titanium addition on high temperature workability of high manganese austenitic steel", *ISIJ International*, *58* (2018) *535-541*. Doi: 10.2355/isijinternational.isijint-2017-385.

^[79] Yamanaka, K., y Ohmori, Y.: "Effect of Boron on Transformation of Low-carbon Low-alloy steels", *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan, 17.2 (1977) 92-101.* Doi: 10.2355/isijinternational1966.17.92

^[80] Dou, G., Cao, R., Han, C., Guo, X., Jiang, Y., y Chen, J: "Effect of Boron Content on the Microstructure and Impact Thoughness of 12Cr1MoVR Low-Alloy Heat-Resistant Steel Weld Metals", *Materials*, *14* (2021) 926. Doi: 10.3390/ma14040926.

^[81] Komenda, J., Luo, C., y Lönnqvist, J.: Interaction of Carbon, Titanium, and Boron in Micro-Alloy Steels and its Effect on Hot Ductility", *Alloys 1* (2022) *133–148*. Doi: 10.3390/alloys1020009.

^[82] Dairo Mesa Grajales: "Principles and Applications of the Electron Back-Scattering Diffraction Technical (EBSD)", *Revista UTP*, (2010) 66-76. Doi: 10.23850/22565035.9.

^[83] Salas, A.E.: "Estudio de la ductilidad en caliente de aceros Fe-Mn-C-Si-Al de plasticidad inducida por maclaje (TWIP), *Tesis doctoral, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo*, México, 2014.

^[84] Instituto de cerámica y vidrio (ICV)-CSIC: "Dilatometría", España, 2023, en: *www.icv.csic.es/node/35* . Fecha de consulta: Agosto, 2023.

^[85]Y. Toji, H.Matsuda y col.: "Atomic scale of carbon partitioning between martensite and austenite by atome probe tomography and correlative transmission electron microscopy", *Acta Materialia* 65 (2014) 215-228. Doi: 10.1016/j.actamat.2013.10.064.

^[86] F.S. LePera: "Improved etching technique for the determination of percent martensite in high-strenght dual-phase steels", *Metallography* 12 (1979) 263-268. Doi: 10.1016/0026-0800(79)90041-7.

^[87]Ko, K. K., Jang, J. H., Tiwari, S., Bae, H. J., Sung, H. K., Kim, J. G., y Seol, J. B.: "Quantitative analysis of retained austenite in Nb added Fe-based alloy", *Applied Microscopy*, 52 (2022). *Doi*: 10.1186/s42649-022-00074-1.

CAPÍTULO 8. REFERENCIAS

bainitic

single-and complex phase steel", Materials Science and Technology (2009) 1391-1401.

^[89] Schönmaier, H., Pölzgutter, M., y Schnitzer, R.: "Etching methods for the microstructural characterization of a heat resistant 2.25Cr-1Mo-0.25V weld metal", *Praktische Metallographie*, *57* (2020) *5-30*. Doi: 10.3139/147.110597.

^[90] Dileep Chandran Ramachandran, Sung-Dae Kim, Joonoh Moon, Chang-Hoon Lee, Jun-Ho Chung, Elliot Biro, y Yeong-Do Park: "Classification of martensite-austenite constituents according to its internal morphology in high strength low alloy steel", *Materials Letters, Vol 278 (2020)*. Doi: 10.1016/j.matlet.2020.128422.

^[91] Kumar, S., y Singh, S. B.: "Evolution of microstructure during the quenching and partitioning (Q&P) treatment", *Materialia 18* (2021). Doi: 10.1016/j.mtla.2021.101135.

^[92] Kumar, S., y Singh, S. B.: "Quenching and Partitioning (Q&P) Steel: Alloy Design, Phase Transformation and Evolution of Microstructure", *Metallurgical and Materials Transactions A* 54(2023) 3134-3156. Doi: 10.1007/s11661-023-07110z.

^[93]Kumar, S., y Singh, S. B.: "Microstructure-property relationship in the quenching and partitioning (Q&P) steel", *Materials Characterization 196* (2023). Doi: 10.1016/j.matchar.2022.112561.

^[94] A. Navarro-López, J. Hidalgo, J. Sietsma y col.: "Characterization of bainitic/martensite structures in isothermal treatments below the M₈ temperature", *Materials Characterization* 128 (2017) 248-256. Doi: 10.1016/j.matchar.2017.04.007.

^[95] Graux, A., Cazottes, S., Castro, D. D., San-Martín, D., Capdevila, C., Cabrera, J. M., Molas, S., Schreiber, S., Mirković, D., Danoix, F., Fabrègue, D., y Perez, M.: "Design and development of Complex Phase Steels with Improved Combination of Strength and Stretch-Flangeability", *Metals* 10 (2020) 824-841. Doi: 10.3390/met10060824.

^[96] Knaislová, A., Rudomilova, D., Novák, P., Prošek, T., Michalcová, A., y Beran, P.: "Critical Assessment of Techniques for the Description of the Phase Composition of Advanced High-Strength Steels", *Materials* (2019) 4033. Doi: 10.3390/ma12244033.

^[97] Fatih Özen, y Salim Aslandar: "Mechanical and microstructural evaluation of resistance spot welded dissimilar TWIP/martensite steel joints", *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 113 (2021) 3473-3489. Doi: 10.1515/mt-2023-0148.

^[98] Diana Marulanda, JittrapornWongsa y Terence Langdon: "Microstructural evolution and microhardness in a low carbon steel processed by high -pressure torsion", *J Maters Res Technology 3* (2014) 344-348. Doi: 10.1533/9780857094551.65.

^[99] Sunil J. Raykar, Yogesh G. Chaugule, Viraj I. Pasare, Dipak A. Sawant, y Utkarsh N. Patil: "Analysis of microhardness and degree of work hardening (DHW) while turning Inconel 718 with high pressure coolant environment", *Materials Today 59* (2022) 1088-1093. Doi: 10.1016/j.matpr.2022.02.426.

^[100] Yang, R., Wu, G. L., Zhang, X., Fu, W. T., y Huang, X.: "Gradient microstructure and microhardness in a nitride 18CrNiMo7-6 gear steel", *Materials science and engineering*, 219 (2017). *Doi:* 10.1088/1757-899x/219/1/012047.

^[101] Dong Jun Mun, Eun Joo Shin, Young Won Choi, Jae Sang Lee, y Yang Mo Koo: "Effects of cooling rate, austenitizing temperature and austenite deformation on the transformation behaviour of high-strength boron steel", *Materials Science and Engineering A* 545 (2012) 214-224. Doi: 10.1016/j.msea.2012.03.047.

^[102] Sharma, M., Ortlepp, I., y Bleck, W.: "Boron in Heat-Treatable Steels: A review", *Steel Research International 90 (2019) 1-28*. Doi: 10.1002/srin.201900133.

^[103] Zheng, Q., Chen, H. S., Zhou, J., Wang, W., Xi, S. X., y Yuan, Y.: "Effect of boron element on microstructure and mechanical properties of 316L stainless steel manufactured by selective laser melting", *Journal of Materials Research and Technology* 26 (2023) 3744-3755. Doi: 10.1016/j.jmrt.2023.08.148.

^[104] H. Zakerinia, A. Kermanpur y A. Najafizadeh: "Color metallography for characterization of martensite and bainite in multiphase steels", *International Journal of Iron & Steel Society of Iran 6* (2009) 14-18. Doi: 10.3390/met11060855.

^[105] Salas-Reyes, A.E., Altamirano-Guerrero, G., Deaquino, R., Salinas, A., Lara-Rodriguez, G., Figueroa, I.A., González-Parra, J.R., y Mintz, B: "The Hot Ductility, Microstructure, Mechanical Properties and Corrosion Resistance in an Advanced Boron- Containing Complex Phase Steel Heat-

Treated Using the Quenching and Partitioning (Q&P) Process", *Metals*, 13 (2023) 257-281. Doi: 10.3390/met13020257.

^[106] Guzmán, A., y Monsalve, A.: "Effect of Bainitic Isothermal Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of a CMnSiAl TRIP Steel", *Metals 12* (2022) 655. Doi: 10.3390/met12040655.

^[107] Mostafapour, A., Ebrahimpour, A., y Saied, T.: "Identification of Retained Austenite, Ferrite, Bainite and Martensite in the Microstructure of TRIP steel", *International Journal of ISSI 13 (2016) 1-6*.

^[108]Qi, Li., y Weijie, Liu.: "Effect of Boron on Hot Ductility and Room- Temperature Tensile Properties of Microalloyed Steels with Titanium and Niobium", *Materials* 12 (2019) 2290. Doi: 10.3390/ma12142290.

^[109] Rodríguez Calvillo, P.: "Deformation analysis of high Si-steel during torsion and compression testing", *Tesis Doctoral, Universiteit Gent*, Bélgica, 2007.

^[110] Aoued, S., Danoix, F., Allain, S. Y. P., Gaudez, S., Geandier, G., Hell, J.-C., Soler, M., y Gouné, M.: "Microstructure and Competitive Reactions during Quenching and Partitioning of a Model Fe-C-Mn-Si alloy", *Metals* 12 (2020) 137. Doi: 10.3390/met10010137.

^[111] S. Morito, A.H. Pham, T. Hayashi, y T. Ohba.: "Blocky boundary analyses to identify martensite and bainite.", *Materials Today* 2(2015) 913-916. Doi: 10.1016/j.matpr.2015.07.430.

^[112]Padmanabhan, R., t Wood, W. E.: "On the occurrence of Blocky Martensite in 300M steel", *Materials Science & Engineering 66 (1984) 1-11*. Doi: 10.1016/0025-5416(84)90137-x.

^[113] Maki, T., Tsuzaki, K., y Tamura, I.: "The Morphology of Microstructure Composed of Lath Martensite in Steels", *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan 20 (1980) 207-214*. Doi: 10.2355/isijinternational1966.20.207.

^[114] Gallardo-Basile, F.-J., Naunheim, Y., Roters, F., y Diehl, M.: "Lath Martensite Microstructure Modeling: A High-Resolution Crystal Plasticity Simulation Study", *Materials* 14 (2021) 691. Doi: 10.3390/ma14030691.

^[115] Wu, J., Wray, P. J., Garcia, C. I., Hua, M., y Deardo, A. J.: "Image Quality Analysis: A New Method of Characterizing Microstructures", *ISIJ International* 45 (2005) 254-262. Doi: 10.2355/isijinternational.45.254. ^[116] Lopez, N., y Salinas, A.: "EBSD Investigation on Effect of Cooling Rate on Microstructures and Transformation Textures of High Strength Hot-rolled Steel Plates", *Journal of Iron and Steel Research International*, 23 (2016) 261-269. Doi: 10.1016/S1006-706X(16)30043-7.

^[117] Tao, X., y Eades, A.: "Alternatives of Image Quality (IQ) Mapping in EBSD". *Microscopy and Microanalysis: The Official Journal of Microscopy Society of America, Microbeam Analysis Society, Microscopical Society of Canada, Vol 8* (2002) 692-693. Doi: 10.1017/s1431927602106465.

^[118] Javaheri, V., Sadeghpour, S., Kaijalainen, A., Kamali, M. R., y Kömi, J.: "Effect of post-rolling cooling on the hot-rolled microstructure and texture of a new medium-carbon steel", *IOP Conferences Series: Materials Science and Engineering* 12 (2021) 1121. Doi: 10.1088/1757-899x/1121/1/012037.

^[119] Tervo, H., Kaijalainen, A., Javaheri, V., Kolli, S., Alatarvas, T., Anttila, S., y Kömi, J.: "Characterization of Coarse-Grained Heat-Affected Zones in Al and Ti-Deoxidized Offshore Steels", *Metals 10* (2020) 1096. Doi: 10.3390/met10081096.

^[120]Oñate, A. y col.: "Caracterización y procesamiento de un acero avanzado de alta resistencia de bajo contenido de carbono dopado con Nb mediante temple y partición con extraordinaria resistencia y absorción de energía", Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica-CIBIM, Madrid, 2022.

^[121] Bertolo, V., Jiang, Q., Scholl, S., Petrov, R. H., Hangen, U., Walters, C., Sietsma, J., y Popovich, V.: "A comprehensive quantitative characterisation of the multiphase microstructure of a thick-section high strength steel, *Journal of Materials Science*, 57 (2022) 7107-7126. Doi: 10.1007/s10853-022-07121-y.

^[122] Altuna, M.A., Gutiérrez I.: "Aplicación de técnicas de nanoindentación y EBSD en aceros con microestructuras complejas", Revista de Metalurgia 44 (2008) 19-28.

^[123] Breumier, S., Martinez Ostormujof, T., Frincu, B., Gey, N., Couturier, A., Loukachenko, N., Abaperea, P. E., y Germain, L.: "Leveraging EBSD data by deep learning for bainite, ferrite and martensite segmentation", *Materials Characterization*, *186* (2022). Doi: 10.1016/j.matchar.2022.111805.

^[124] Wang, Y., Hua, J., Kong, M., Zeng, Y., Liu, J., y Liu, Z.: "Quantitative analysis of martensite and bainite microstructures using electron backscatter diffraction: MARTENSITE AND BAINITE MICROSTRUCTURES", *Microscopy Research and Technique*, *79* (2016) 814-819. Doi: doi.org/10.1002/jemt.22703.

^[125] Zheng, Q., Chen, H. S., Zhou, J., Wang, W., Xi, S. X., y Yuan, Y.: "Effect of boron element on microstructure and mechanical properties of 316L stainless steel manufactured by selective laser melting", *Journal of Materials Research and Technology*, *26* (2023) 3744–3755. Doi: 10.1016/j.jmrt.2023.08.148

^[126] Saeidi, N., y Ekrami, A.: "Comparison of mechanical properties of martensite/ferrite and bainite/ferrite dual phase 4340 steels", *Materials Science & Engineering. A, Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing,* 523 (2009) 125-129. Doi: 10.1016/j.msea.2009.06.057

^[127] Taku Sakai, Andrey Belyakov, Rustam Kaibyshev, Hiromi Miura y, John J. Jonas: "Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions", *Progress in Materials Science, Volume 60* (2014) 130-207. Doi: 10.1016/j.pmatsci.2013.09.002.

^[128] Zhong L, Wang B, Hu C, Zhang J, Yao Y:"Hot Deformation Behavior and Dynamic Recrystallization of Ultra High Strength Steel", Metals, *11* (2021) *1239*. Doi: 10.3390/met11081239.

^[129] Renan de Melo Correia Lima, Flávia Tereza dos Santos Fernandes Tolomelli, Amy J. Clarke, Kester D. Clarke, Julio Cesar Spadotto, y Fernando Cosme Rizzo Assunção: "Microstructural characterization of a 1100 MPa complex-phase Steel", Journal of Materials Research and Technology, Vol. 17 (2022) 184-191. Doi: 10.1016/j.jmrt.2021.12.106.

^[130] T.B. Hilditch, T. de Souza, P.D. Hodgson: "Properties and automotive applications of advanced high-strength steels (AHSS)", Welding and Joining of Advanced High Strength Steels (2015) 9-28. Doi: 10.1016/B978-0-85709-436-0.00002-3.

^[131] Renan de Melo Correia y col.: "Microstructure characterization of a 1200 MPa Complex-Phase Steel", Mat. Res 26 (2023).

8. Anexos

Anexo 1. Resumen de las funciones de los elementos aleantes y microaleantes en los aceros de temple y partición [90-94].

Elemento	Función
С	Aleante principal (0.20-0.30% en peso)
	+Efecto endurecedor. Estabilizador de austenita.
	Altas concentraciones: Deteriora la soldabilidad, y promueve la
	precipitación de carburos
В	Microaleante (0 a 60 ppm)
	+Inhibidor de ferrita, refinador del tamaño de grano. Aumenta la
	templabilidad.
	Altas concentraciones:
Nb, Ti,V	Microaleante
	+ Refinador del tamaño de grano de la austenita. Mejora la tenacidad.
	Altas concentraciones: Promueve precipitación de NbC.
Mn	Aleante (<2% en peso)
	+Estabilizador de austenita. Débil formador de carburos. Aumenta la
	templabilidad.
	Altas concentraciones: Deteriora la soldabilidad.
Si	Aleante (<1.5 % en peso)
	+Elemento desoxidante. Retarda formación de Cementita.
	Altas concentraciones: Deteriora la capacidad de recubrimientos.
Ni	Aleante (<1% en peso)
	+Estabilizador de austenita, refinador de tamaño de grano, disminuye la
	tendencia de fractura durante el templado.
	Altas concentraciones: Alto costo.
Мо	Microaleante (0.2 a 0.4% en peso)
	+Mejora la templabilidad. Refinador de grano.
	Altas concentraciones: Promueve la formación de carburos y aumenta el
	costo.
Cr	Microaleante
	+iviejora la templabilidad. Kerinador de grano.
	Altas concentraciones: Promueve la formación de carburos y promueve
	engrosamiento de austenita retenida.

Anexo 2. Imagen MEB-EBSD. Mapas de fases para la distinción de austenita retenida (verde) en tratamiento térmico de 1 paso (P1).







Anexo 3. Imagen MEB-EBSD. Mapas de fases para la distinción de austenita retenida (verde) en tratamiento térmico de 2 pasos (P2).





Anexo 4. Imagen MEB-EBSD. Imagen de polos inversa de muestras con tratamiento térmico de temple y partición de 1 paso (P1)







Anexo 5. Imagen MEB-EBSD. Imagen de polos inversa de muestras con tratamiento térmico de temple y partición de 2 pasos (P2)



bP1-XD break BP1-X

Anexo 6. Imagen MEB-EBSD. Imagen de Calidad de muestras con tratamiento térmico de temple y partición de 1 paso (P1).

Anexo 7. Imagen MEB-EBSD. Imagen de Calidad de muestras con tratamiento térmico de temple y partición de 2 pasos (P2).



Anexo 8. Microscopía óptica de muestras con tratamiento térmico de temple y partición de 1 y 2 pasos a 50X, Flecha roja presencia de precipitado.



Anexo 9. Microscopía digital de muestras con tratamiento térmico de temple y partición de 1 y 2 pasos a 50X, Flecha roja presencia de precipitado.



Anexo 10. Microscopía electrónica de barrido de muestras con tratamiento térmico de temple y partición de 1 y 2 pasos a 2000X.





Anexo 11. Condiciones de tratamiento térmico para la generación de fases puras por dilatometría. (a) Martensita, (b) Bainita, (c) Ferrita+Martensita



Anexo 12. Curvas de esfuerzo-deformación de muestras deformadas durante la partición.



Anexo 13. Curva de carga-desplazamiento de los aceros de fase compleja tratados térmicamente con partición de 1 paso.



Anexo 14. Curva de carga-desplazamiento de los aceros de fase compleja tratados térmicamente con partición de 2 pasos.