



**Análisis microestructural del acero AISI/SAE A2 tratado térmicamente bajo condiciones de
Q&P**

Laura Isabel Vargas Rendón

Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de Ingeniera de Materiales

Asesores

Claudia Patricia Serna Giraldo, Doctor (PhD)

Oscar Eduardo Ríos Díez, Doctor (PhD)

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería

Ingeniería de Materiales

Medellín, Antioquia, Colombia

2022

Cita	Laura Isabel Vargas Rendón [1]
Referencia	[1] L. Vargas, “Análisis microestructural del acero AISI/SAE A2 tratado térmicamente bajo condiciones de Q&P” Trabajo de grado profesional, Ingeniería de Materiales, Universidad de Antioquia, Medellín, Antioquia, Colombia, 2022.
Estilo IEEE (2020)	



Grupo de Investigaciones Pirometalúrgicas y de Materiales (GIPIMME).



Repositorio Institucional: <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia - www.udea.edu.co

Rector: John Jairo Arboleda Céspedes.

Decano/Director: Francisco Vargas Bonilla.

Jefe departamento: Francisco Javier Herrera Builes.

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

Agradecimientos

Al concluir mi ciclo académico de pregrado quiero extender un profundo agradecimiento a quienes hicieron posible esta etapa, aquellos que caminaron junto a mí y fueron inspiración y apoyo en todo momento:

A la profesora Claudia Patricia Serna, gracias por creer en mí, por la paciencia y la entera disposición que mantuvo a pesar de las dificultades, por inculcarme el amor por la investigación y por abrirme las puertas de GIPIMME que fue mi casa de aprendizaje durante 3 años.

A Oscar Eduardo Ríos, no solo por aceptar ser mi co-asesor, si no por todos los momentos que compartimos, por permitirme ser su auxiliar de investigación durante tanto tiempo, por la paciencia en todo momento, por resolver mis dudas con tanta disposición y por mostrarme todas las caras de la investigación.

A Andrés Felipe Santacruz, por su apoyo y disposición para ayudarme en todo momento, por ir los sábados al laboratorio para que yo pudiera trabajar, y amenizar los días de trabajo con las mil y una conversación y sus diferentes temas, y por todos los conocimientos compartidos en temas de metalografía y química.

A Mateo Montoya, por la ayuda oportuna siempre que lo necesité, por resolver todas mis dudas con paciencia y con la mayor disposición.

A mis amigos de carrera, Cami, Isa, Juan y Xime solo tengo palabras de agradecimiento hacia ustedes, ha sido un camino largo, pero con su compañía este periodo se disfrutó en cada etapa y se hizo más ameno y alegre.

Por último, pero no menos importante a mis padres que han estado apoyándome, dándome fuerzas para seguir cuando sentía que la vida se tornaba difícil, por confiar cada segundo en mí; pero especialmente a mi mamá, que ha sido mi motor, mi guía, mi luz en momentos de angustia, por confiar en mí ciegamente, por educarme y por estar presente en este camino de la vida.

TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN.....	6
ABSTRACT	7
I. INTRODUCCIÓN	8
II. OBJETIVOS	9
III. MARCO TEÓRICO.....	10
<i>A. Tratamiento térmico de temple y revenido.....</i>	11
<i>B. Austemperado.....</i>	12
<i>C. Tratamiento térmico de Quenching and Partitioning.....</i>	15
<i>D. Acero AISI/SAE A2.....</i>	18
IV. METODOLOGÍA	21
<i>A. Revisión de literatura y base de datos.....</i>	21
<i>B. Material de estudio.....</i>	21
<i>C. Tratamientos térmicos.....</i>	22
1) Cálculo de temperaturas críticas: Ac1, Ac3, Ms.....	23
2) Austenización: Tamaño de grano y distribución de carburos.....	24
3) Tratamiento de temple y revenido.....	24
4) Tratamiento de austemperado.....	25
5) Tratamiento de QT.....	25
6) Tratamiento de PT.....	25
<i>D. Análisis microestructural.....</i>	26
1) Microscopía óptica.....	26
2) Ataque a color.....	26
2.1. Reactivo Hann.....	26
2.2. Reactivo Beraha's.....	26
2.3. Reactivo Nital 2%.....	27
3) Microscopía electrónica.....	27

4) Difracción de rayos x (DRX).....	28
5) Cuantificación por análisis de imagen.....	28
<i>E. Dureza y microdureza Vickers.....</i>	<i>29</i>
V. RESULTADOS.....	30
<i>A. Caracterización material de partida.....</i>	<i>30</i>
<i>B. Caracterización microestructural de los tratamientos térmicos.....</i>	<i>30</i>
1) <i>Tratamiento de Temple.....</i>	31
2) <i>Tratamiento de Revenido.....</i>	33
3) <i>Tratamiento de Austemperado.....</i>	36
4) <i>Tratamiento de Q&P.....</i>	42
VI. CONCLUSIONES.....	53
REFERENCIAS	55

RESUMEN

En la búsqueda de nuevas rutas de procesamiento que brinden la posibilidad de alcanzar un mejor balance de propiedades, en la última década ha ganado mayor espacio la utilización de tratamientos térmicos de baja temperatura, como lo son el austemperado y el tratamiento de temple y partición de carbono (Q&P – por sus siglas en inglés). Dentro de la familia de los aceros de herramientas, el acero AISI/SAE A2 ha mostrado una notable mejora en los niveles de tenacidad al ser sometido a estos tratamientos, lo que ha favorecido un incremento notable de la vida útil en trabajo de piezas fabricadas en este material. Uno de los mayores problemas para entender dicha mejoría radica en la dificultad para lograr una adecuada interpretación de las fases producto de transformación. Con base en esto, en el presente trabajo se sometió el acero comercial AISI A2 a ciclos de austemperado y Q&P, las estructuras producto de reacción fueron caracterizadas por medio de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, difracción de rayos X y medidas de dureza y microdureza Vickers. Con la interacción de estas técnicas y los conocimientos cinéticos de las transformaciones objeto de estudio, en los tratamientos de austemperado y Q&P del acero comercial AISI/SAE A2, se logró establecer una ruta de caracterización, que permite una adecuada identificación e interpretación del aporte individual o cooperativo de cada una de las fases producto de transformación.

***Palabras clave* — Tratamientos térmicos, austemperado, temple y partición de carbono, acero de herramientas.**

ABSTRACT

In the search for new processing routes that offer the possibility of achieving a better balance of properties, in the last decade the use of low temperature heat treatments, such as austempering and quenching and partitioning (Q&P) cycle, has gained recognition. Within the family of tool steels, AISI/SAE A2 steel has shown a remarkable improvement in toughness levels when is heat treated by austempering or Q&P, which has favored a significant increase in the working life of parts developed in this material. One of the major problems to understand this improvement lies in the difficulty of achieving an adequate interpretation of the transformation phases. Based on this, in the present work, AISI A2 commercial steel was subjected to austempering and Q&P heat treatments, the reaction product structures were characterized by means of optical microscopy, scanning electron microscopy, X-ray diffraction, hardness and Vickers microhardness measurements. With the interaction of these techniques and the kinetic knowledge of the transformations under study, in the austempering and Q&P treatments of AISI/SAE A2 commercial steel, it was possible to establish a characterization route, which allows an adequate identification and a better interpretation of the individual or cooperative contribution of each of the transformation product phases.

***Keywords* — Heat treatment, austempering, quenching and partitioning, tool steels.**

I. INTRODUCCIÓN

La microestructura endurecida de los aceros de herramientas para deformación en frío está compuesta principalmente por una matriz de martensita fresca (MF) + austenita (AR) y gran cantidad de carburos (K) no disueltos en la matriz [6]. Esta microestructura es ideal para aplicaciones que demanden alto desgaste abrasivo y adhesivo. Además, existen algunas aplicaciones más especializadas que requieren mantener los niveles de dureza y resistencia, a la vez de una buena tenacidad, que ayude a soportar las altas tasas de impacto que se generan (v.g. proceso de troquelado), lo que reduce en gran medida el desempeño de este tipo de aceros.

En función de esto, y gracias a las últimas investigaciones y desarrollos en el área de los tratamientos térmicos, el Grupo de Investigaciones Pirometalúrgicas y de Materiales – Gipimme - de la Universidad de Antioquia, ha logrado con éxito la aplicación del tratamiento de Q&P sobre el acero de herramienta AISI/SAE A2. Los resultados preliminares han mostrado un aumento notable en la tenacidad (> 80% en los valores de energía de impacto Charpy), sin un decaimiento importante en la dureza. Esto se debe a la combinación microestructural que se logra al tener una matriz compuesta por: martensita revenida (MR) + MF + AR + bainita (B). Esta combinación microestructural permite una combinación ideal de alta resistencia a la tensión, buena tenacidad y un alto coeficiente de endurecimiento por deformación. La mejora en la tenacidad se debe a la presencia de la bainita (B) y a la capacidad de la AR de transformarse en MR ante la aplicación de esfuerzos/deformaciones externas, lo cual a su vez aumenta el coeficiente de endurecimiento por deformación [7]. La alta resistencia mecánica se deriva de la presencia de las fases de la transformación austenítica (B y MR), las cuales actúan como un refuerzo (sumado a los carburos) de la matriz.

Dentro de los aspectos relevantes para una adecuada interpretación y análisis de la relación microestructura/propiedades en este tipo de materiales, se encuentra la necesidad de desarrollar un método de caracterización inequívoca que permita identificar cada una de las fases presentes, ya que las morfologías de la B, MF y la MR son similares. Por ende, con la realización del presente proyecto se buscó establecer una ruta de caracterización, que involucre técnicas químicas y térmicas, que permitieran identificar cada una de las fases producto de la transformación mediante Q&P del acero comercial AISI/SAE A2, y de esta manera poder brindar una mejor interpretación

del aporte individual o cooperativo de cada una de estas estructuras, en el comportamiento mecánico.

II. OBJETIVOS

A. Objetivo general

Establecer una ruta de caracterización microestructural que permita identificar las fases producto de aplicar el tratamiento de Q&P en el acero AISI/SAE A2.

B. Objetivos específicos

- Definir condiciones de tratamiento térmico de Q&P para el acero AISI/SAE A2 que favorezca principalmente la formación de estructuras compuestas por martensita y bainita.
- Identificar mediante técnicas metalográficas las diferentes estructuras formadas en el acero AISI/SAE A2 sometido a tratamiento térmico de Q&P.
- Establecer el efecto de los parámetros de tratamiento térmico de Q&P con las microestructuras formadas en el acero AISI/SAE A2.

III. MARCO TEÓRICO

Un acero de herramienta es un tipo de acero utilizado en la elaboración de herramientas que tienen como objetivo conformar, fabricar, dar forma y/o cortar una pieza fabricada de acero u otros materiales. En sus inicios, los aceros de herramientas eran simples aceros al carbono, pero fue hasta 1868 y principios del siglo XX donde comenzaron a desarrollarse aceros más complejos y de alta aleación compuestos por altas cantidades de tungsteno, cromo, molibdeno, vanadio, y manganeso, logrando de esta forma satisfacer necesidades que requieren mayor exigencia y buen control dimensional.

La mayoría de los aceros de herramientas son productos forjados, pero existen algunos aceros que son producto de la fundición convencional y la pulvimetalurgia. Este último proceso permite obtener en primer lugar una distribución y tamaño de carburos más homogénea y, en segundo lugar, la fabricación de aleaciones que no se pueden obtener por métodos convencionales. Sin embargo, sin importar el método de fabricación todos los aceros obtenidos son sometidos a estrictos controles de calidad por lo que los precios de los aceros de herramientas suelen ser elevados [1].

Con el desarrollo creciente de la ciencia, se ha buscado obtener mejores propiedades como respuesta a las mayores exigencias mecánicas que se requieren para las diferentes aplicaciones de los aceros, las cuales se favorecen a partir de diferentes procesos, entre ellos: los tratamientos térmicos, especialmente tratamientos a baja temperatura, tales como el temple y partición (Q&P- quenching and partitioning- por sus siglas en inglés) y el austemperado; obteniendo así una excelente alternativa para favorecer un balance ideal entre resistencia/ductilidad. Asimismo, la caracterización microestructural permitirá entender la relación de las propiedades producto de la transformación en aceros de herramientas sometidos a tratamientos térmicos, por ello el tema de caracterización microestructural es de suma importancia para comprender el aporte individual y/o cooperativo de cada fase.

Para optimizar las propiedades del acero se puede recurrir a la modificación de los parámetros de tratamiento térmico [9], ya que, además, de los tratamientos convencionales de transformación bainítica y de temple y revenido (Q&T- por sus siglas en inglés), se han desarrollado nuevos tratamientos mediante la reducción de la temperatura de transformación a un nivel cercano o incluso más bajo que la temperatura teórica de inicio de transformación martensítica (M_s). En este sentido, en los últimos años se ha prestado cada vez más atención al papel del carbono en el

fortalecimiento del acero. La supersaturación en carbono está involucrado en varios mecanismos de fortalecimiento de los aceros de ultra alta resistencia, independientemente de la cinética de transformación [4]. En la transformación de austenita a martensita fresca o ferrita bainítica, se sabe que el carbono se difunde desde la martensita fresca o ferrita bainítica recién formada hasta la austenita circundante. Este fenómeno, conocido como partición del carbono se ha utilizado para desarrollar el ciclo de tratamiento térmico Q&P [10] y será abordado en este apartado, así como también se explicarán fenómenos ocurridos en los tratamientos térmicos de austemperado y temple y revenido, sobre el acero AISI/SAE A2.

A. Tratamiento térmico de temple y revenido

El temple es el proceso en el cual el acero se calienta normalmente a una temperatura mayor a la temperatura crítica superior -Ac3- con posterior enfriamiento hasta temperatura ambiente, evitando entrar en la zona de transformaciones difusivas: ferrita y perlita, con el objetivo de formar martensita. Bajo esta ruta de procesamiento se busca principalmente aumentar la resistencia y la dureza del material. La dureza de la martensita depende de la cantidad de carbono presente y varía de 45 a 67 Rockwell C [9]; entre mayor contenido de carbono tenga el material más dura será la martensita obtenida. La martensita es fuertemente magnética y al tener una dureza elevada es completamente frágil [10]. El principal objetivo de la adición de elementos aleantes es aumentar la templabilidad del acero, es decir, la capacidad de endurecer, y la profundidad a la que ocurre el endurecimiento, este endurecimiento estará relacionado además con la capacidad del acero de formar martensita. Los elementos de aleación pueden caracterizarse como formadores de carburo o no formadores de carburo; elementos como el níquel, el silicio, el aluminio y el manganeso, tienen poca o ninguna tendencia a aparecer en la fase de carburo y permanecen esencialmente en solución en la ferrita y sólo tienen un efecto menor en la dureza del revenido. El endurecimiento debido a la presencia de estos elementos se produce principalmente a través del endurecimiento en solución sólida de la ferrita o del control del tamaño de grano de la matriz. Los elementos formadores de carburo (cromo, molibdeno, tungsteno, vanadio, tantalio, niobio y titanio) retrasan el proceso de ablandamiento mediante la formación de carburos de aleación.

Como se explicó en el párrafo anterior, una pieza de acero puede endurecerse mediante el tratamiento térmico de temple. Sin embargo, se considera normalmente que en esta condición la pieza es demasiado frágil para ser utilizada directamente, la fragilidad que aporta el temple puede

disminuir y aumentar la tenacidad por medio de la aplicación de un ciclo de revenido, posterior al temple. Este consiste en un calentamiento dentro de un amplio intervalo de temperaturas, en el rango de 149°C a 255°C, aunque pueden ser considerablemente más altas dependiendo de las sollicitaciones finales del componente [11]. Tras la transformación a martensita fresca, cualquier revenido posterior no dará lugar a la transformación a bainita o perlita. La reacción de revenido permite que el carbono de la red de martensita supersaturada, forme partículas de cementita en los límites de grano austenítico previos o entre las laminas y placas de martensita. Es la disminución del contenido de carbono en la martensita lo que resulta en el aumento de la ductilidad y la tenacidad, así como en la disminución de la dureza obtenidos con el temple. Cabe aclarar que, en el revenido solo se modifican los niveles de fragilidad a cambio de disminuir en unos grados la dureza. [10], [12]. El efecto general de los elementos de aleación en el revenido es un retraso de la tasa de ablandamiento, especialmente a las temperaturas de revenido más altas. Así, para alcanzar una dureza determinada en un periodo de tiempo dado, los aceros aleados requieren temperaturas de revenido más elevadas que los aceros al carbono; el efecto de los elementos formadores de carburos es mínimo a bajas temperaturas de revenido, en las que se forma Fe_3C ; sin embargo, a temperaturas más altas, se forman carburos de aleación, y la dureza disminuye lentamente con el temple.

B. Austemperado

El austemperado es un tratamiento térmico que consiste en la transformación isotérmica de una aleación ferrosa, realizado a temperaturas de sostenimiento entre 210°C-390°C, en este proceso el acero es enfriado desde su temperatura de austenización en un baño generalmente de sales, este proceso se ilustra en la figura 1 en el diagrama tiempo-transformación- temperatura (TTT) con la línea discontinua. La temperatura del isotérmico se encuentra a temperaturas entre 250°C y 500°C por un determinado tiempo para favorecer la transformación de austenita a bainita como se evidencia en el diagrama TTT del acero AISI A2 en la figura 2.

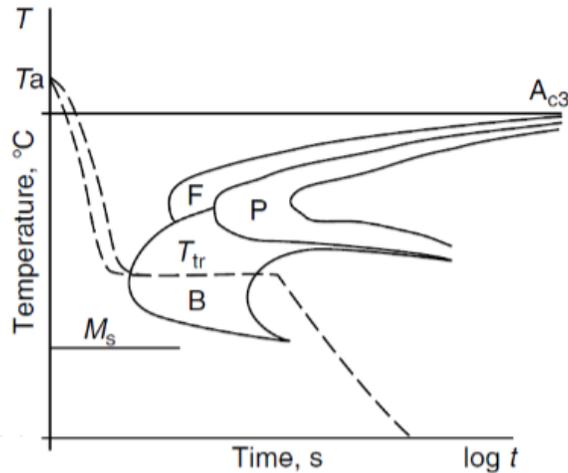


Fig. 1. Esquema del tratamiento térmico de austemperado sobre el diagrama TTT (tiempo-temperatura-transformación). [6]

La bainita fue descubierta en 1930 por Davenport y Bain mientras estudiaban la descomposición de la austenita [1]. Esta estructura, se caracteriza por presentar una morfología de placas de ferrita bainítica, separadas por lajas y/o partículas de cementita o austenita retenida. De acuerdo con la temperatura de transformación se pueden favorecer morfologías distintas: bainita superior, bainita inferior o bainita libre de carburos, como se ilustra en la figura 3. La bainita superior se caracteriza por formarse a temperaturas más altas (300°C - 390°C) y su morfología se caracteriza por estar formada por una serie de lajas paralelas de ferrita, separadas por capas de carburo continuas o semicontinuas, este tipo de ferrita bainítica crece sobresaturada en carbono, sin embargo, debido a la alta movilidad del carbono a las temperaturas de formación de estas microestructuras, este es capaz de difundirse a la austenita vecina y posteriormente precipitar entre las subunidades de ferrita, generalmente como carburo de hierro (cementita) [11]. Por su parte, la bainita inferior se forma a temperaturas más bajas que la bainita superior (entre 210°C - 300°C aproximadamente), temperaturas de transformación que están próximas a M_s como se ilustra en la figura 6, en este caso se reduce la movilidad del carbono, de tal forma que no todo es capaz de difundirse a la austenita vecina, produciéndose la precipitación de carburos dentro y entre las placas de ferrita bainítica, en las que la ferrita toma la forma de lajas o placas y contiene una distribución intra-ferrítica de partículas de carburo.[2]

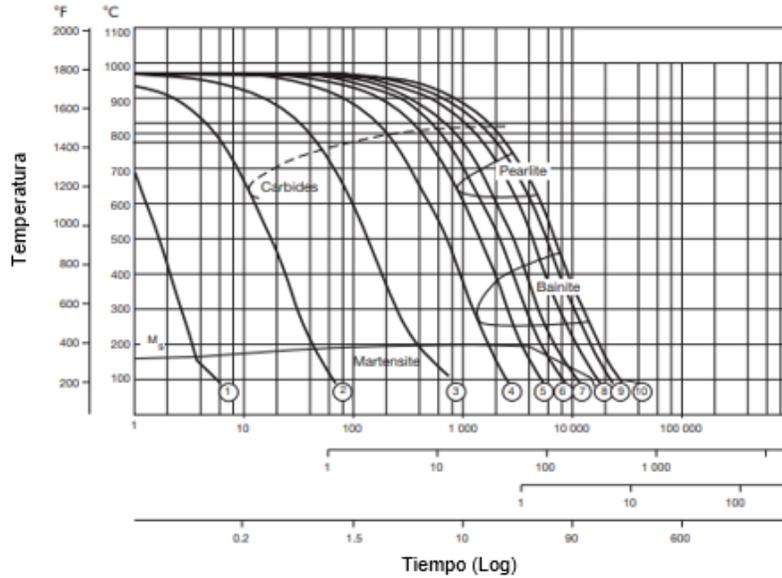


Fig. 2. Diagrama TTT del acero AISI A2 austenizado a 950°C (tomado del catálogo del acero Rigor) [3].

Las morfologías de la bainita superior e inferior tienen procesos similares de transformación, ya que, en ambos casos, la transformación inicia con la nucleación de las placas de ferrita bainítica en las fronteras de grano austenítico. Este tipo de transformación está acompañada por una deformación cizallante, muy similar a la que ocurre durante la transformación martensítica. [4]

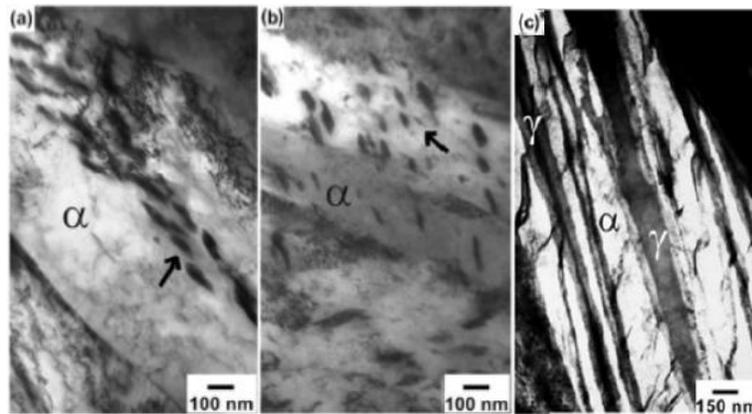


Fig. 3. Imágenes TEM en campo luminoso de (a) bainita superior -500°C durante 30 min; (b) bainita inferior -375°C durante 20 min. (c) microestructura bainítica libre de carburos 250°C durante 30h.[5]

Si el acero presenta en su composición química una cantidad suficiente de elementos inhibidores de formación de cementita (como Si o Al), entonces es posible suprimir la precipitación de carburos durante la transformación, de tal forma que se obtendría una microestructura de bainita superior

compuesta de ferrita bainítica y austenita retenida, denominada bainita libre de carburos, como se ilustra en la figura 3c.

La obtención de bainita mediante el tratamiento térmico de austemperado en el acero ofrece varias ventajas potenciales: aumento cooperativo de la ductilidad, la tenacidad y la resistencia a una dureza determinada y reducción de la distorsión [6].

C. Tratamiento térmico de Q&P

El Q&P es un tratamiento térmico emergente que inicialmente fue concebido en el estudio de transformaciones isotérmicas en aceros de transformación inducida por plasticidad (TRIP) [2], como resultado se obtiene una microestructura muy fina conformada por B / AR / MF-MR lo que aporta un adecuado balance entre resistencia y ductilidad. Los elementos más esenciales para ejecutar un tratamiento térmico de Q&P podrían resumirse en dos: 1) Elementos de aleación adecuados que permitan controlar la formación de carburos y 2) un temple interrumpido para transformar una fracción de la austenita en martensita, generalmente esta temperatura de descomposición se encuentra en un rango entre M_s y M_f . [3]

Para lograr esta transformación el material se somete a un ciclo que puede ejecutarse en una o dos etapas, tal y como ilustra en la figura 4, para la ejecución del presente trabajo en particular el tratamiento fue realizado en dos etapas de la siguiente manera: 1) ciclo de temple (QT, por sus siglas en inglés), etapa en la que se genera una formación parcial de martensita, con un temple a una temperatura que se encuentre entre M_s y M_f , y 2) ciclo de partición (PT, por sus siglas en inglés), etapa en la cual se incrementa la temperatura del tratamiento con el objetivo de facilitar el enriquecimiento en C de la austenita que no transforma durante la etapa de QT, a partir de la martensita preformada. El fenómeno de partición del carbono se ha utilizado como eje central en el desarrollo y optimización de esta ruta térmica para procesamiento de materiales férreos [4]. La transformación de austenita en MF y/o B depende esencialmente de la composición química del acero y de las características de la austenita de alta temperatura (tamaño de grano y estabilidad) [8]. La microestructura final dependerá de la influencia mutua de estos factores. El objetivo con estos materiales al aplicar el ciclo de Q&P como ruta de procesamiento es, lograr mediante el sostenimiento isotérmico a temperaturas por debajo y por encima de M_s , enriquecer en carbono la austenita mediante un particionamiento de este elemento a partir de la martensita primaria y así

lograr la retención de pequeñas cantidades de austenita a temperatura ambiente, mejorando considerablemente sus propiedades de impacto y resistencia.

En el caso de los aceros Q&P en los que el tratamiento comienza con austenización total, se logra obtener una relación entre tamaño de grano austenítico y tamaño de carburos primarios precipitados, en el que alguno de los dos favorecerá o afectará las propiedades mecánicas [13].

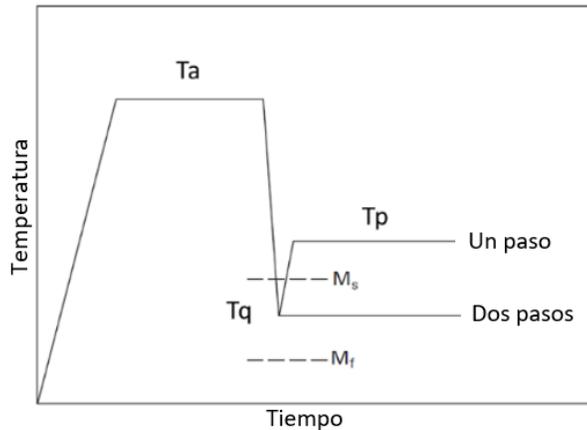


Fig. 4. Esquema del tratamiento térmico de Q&P. [4]

Para calcular la fracción de austenita que transforma en martensita (v_{M_s}) se recurre a modelos cinéticos, como el creado por Koistinen and Marburger (KM) en 1959 [5], sin embargo, esta ecuación ha sido modificada por diferentes investigadores para lograr resultados con mayor precisión, en el estudio de Diego-Calderón et al., [6] se propuso utilizar la ecuación de KM modificada por Van Bohemen, la cual se muestra en la ecuación 1.

$$v_{M_s} = 1 - e^{(-\alpha_M \cdot (T_{KM} - QT))} \quad \text{Ecuación 1}$$

$$T_{KM} = 462 - 273_{X_C} - 26_{X_{Mn}} - 16_{X_{Ni}} - 13_{X_{Cr}} - 30_{X_{Mo}} \quad \text{Ecuación 2}$$

$$\alpha_M = 0.224 - 0.0107_{X_C} - 0.0007_{X_{Mn}} - 0.00005_{X_{Ni}} - 0.00012_{X_{Cr}} - 0.0001_{X_{Mo}} \quad \text{Ecuación 3}$$

Donde α_M es un parámetro de velocidad que depende únicamente de la composición química tal y como se desprende de la ecuación 3, T_{KM} es la temperatura de inicio de transformación martensítica teórica- M_s - y la cual puede ser calculada a partir de la ecuación 2, finalmente, QT es la temperatura de temple.

Hillert y Agren [7], [8] propusieron en sus estudios que la partición del carbono, desde la martensita hacia la austenita está controlada por el llamado equilibrio de carbono restringido, mediante el cual la difusión de carbono desde la martensita hacia la austenita termina cuando el potencial químico del carbono en la interfaz martensita-austenita es el mismo en ambas fases, asumiendo una interfaz estacionaria. La figura 5 muestra un diagrama Fe-C con extrapolación de Hultgren (formada por la extrapolación de las líneas Ae3 y Acm) la extrapolación de Hultgren es útil para identificar la zona donde la austenita está saturada con respecto a ambas fases, ferrita y cementita. Entender la cinética de la partición de carbono es de vital importancia para comprender el ciclo térmico de Q&P, inicialmente debe asumirse que las fracciones de austenita y martensita fueron estabilizadas antes de la partición y que ambas permanecen inmóviles; una condición termodinámicamente ideal sería aquella en la cual todo el carbono reside en la austenita después de la partición, pero las condiciones ideales rara vez logran obtenerse.

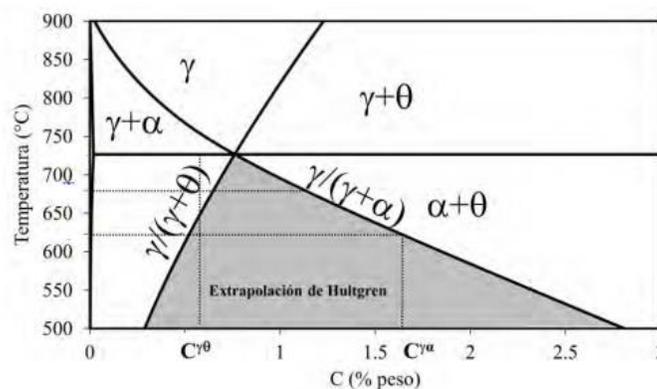


Fig. 5. Diagrama de fases Fe-C con extrapolación de Hultgren. [7], [8]

Aunque la partición del carbono como fenómeno general se conoce hace mucho tiempo, con el Q&P este fenómeno se utilizó por primera vez en el año 2002, en un estudio realizado por Gallangher et al., [11], [12] para controlar la microestructura transformada a partir de la adición de elementos aleantes como el Si, P, y Al con temperatura de austenización parcial y total.

Al realizar este tipo de tratamientos isotérmicos en dos pasos (ver Figura 6a), es decir, llevando el material a una temperatura por debajo de M_s durante un corto tiempo de sostenimiento se obtiene martensita templada o fresca y posteriormente elevando la temperatura a un punto por debajo de B_s , o levemente por encima de M_s ocurre un fenómeno en el cual la martensita templada transforma a martensita particionada o revenida, es decir, que al final del tratamiento de Q&P en dos pasos se logra obtener una estructura compuesta por: bainita + martensita revenida + martensita templada + austenita + carburos. Sin embargo, esta misma microestructura se ve favorecida cuando el

tratamiento se ejecuta en un solo paso. En este sentido, se ha identificado que la martensita previamente formada favorece el aumento de los puntos de nucleación [14], además, de generar una estructura que genera excelentes combinaciones de resistencia/tenacidad. La figura 6b muestra secuencialmente el modelo de nucleación de ferrita bainítica (B) a partir de austenita (AR) y con la presencia de martensita particionada previamente formada. Se puede observar como la martensita particionada formada dentro del grano austenítico sirve como un punto de nucleación preferente para la bainita, incluso ocurriendo primero la nucleación allí, que en los límites de grano austeníticos. [16].

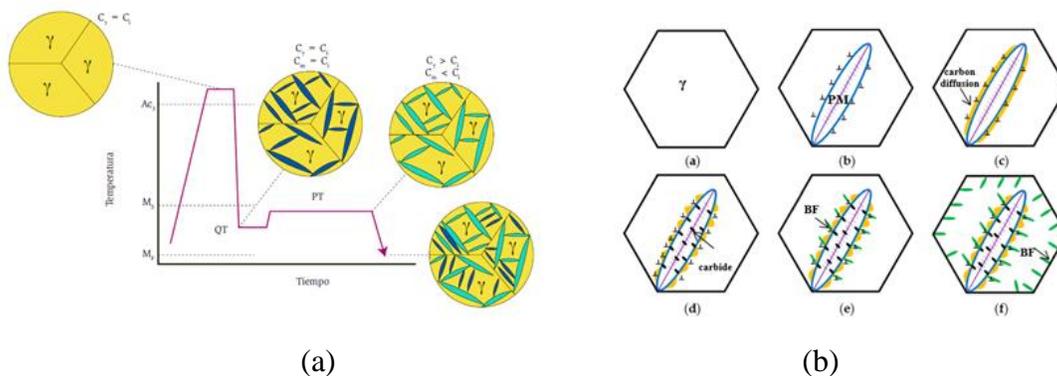


Fig. 6. (a) Esquema de tratamiento Q&P [15] y (b) Modelo de secuencia de formación de bainita en presencia de martensita previamente formada [16].

D. Acero AISI/SAE A2

Los aceros para herramientas de trabajo en frío listados bajo el símbolo A cubren un amplio rango de carbono (0.70-1.05% en peso) y elementos aleantes, todos poseen alto endurecimiento y muestran un alto grado de estabilidad dimensional en tratamientos térmicos. De las clasificaciones listadas en este grupo, el acero AISI/SAE A2 es el más ampliamente utilizado. Este se caracteriza por ser grado herramienta de media aleación, aleado con cromo, molibdeno y vanadio (medio C, medio Cr), de temple al aire que alcanza durezas comprendidas en el rango de 60-62 HRC. Su resistencia al desgaste se encuentra entre la de los aceros de herramientas de temple al aceite (O1) y los aceros de herramientas de alto Cr/C (D2) [9]. El acero AISI A2 ofrece una combinación de buena tenacidad y moderada resistencia al desgaste, muy estable después del endurecimiento, alta resistencia a la compresión. Este acero se ha usado ampliamente por muchos años en una variedad de aplicaciones de trabajo en frío que requieren buena resistencia a la abrasión, donde los aceros de alto Cr/C sufren desastillado o fractura. Es de fácil maquinado en estado recocido y como los

otros aceros herramienta de temple al aire, exhibe mínima distorsión durante el temple, haciéndolo una excelente elección para herramientas de configuración complicada; sin embargo, al ser endurecidos en aire no permiten controlar la velocidad de enfriamiento.

El acero para herramientas AISI/SAE A2 es utilizado generalmente en piezas de máquinas de herramienta, tales como: cuchillas, punzones y matrices de forja; y su propiedad de resistencia al desgaste ha hecho que sea utilizado ampliamente en la industria aeroespacial, así como también puede utilizarse para fabricar herramientas de corte. [19]

En lo referente al tratamiento térmico, este acero se somete a temperatura de austenización generalmente en atmósferas gaseosas, sin embargo, lo más recomendable es utilizar un horno de alto vacío para evitar la oxidación y decarburación de la muestra.

El tratamiento de temple por sí solo no logra aportar un balance adecuado de propiedades mecánicas, ya que en este caso la austenita en solución transforma a martensita y se da la formación de carburos, los cuales no se logran disolver en su totalidad a temperatura de austenización, por ende permanecerán remanentes a temperatura ambiente; por ello, se sugiere que el acero sea sometido a revenido inmediatamente después del temple en un rango de temperaturas entre 175°C-540°C, temperaturas entre 175°C-230°C son las recomendadas para obtener una máxima resistencia a la pieza, y entre 370°C-400°C para una máxima resistencia al impacto; como se observa en la figura 7, alrededor de los 500°C el acero presenta un leve incremento en la dureza en comparación con la pérdida de dureza característica que se evidencia en temperaturas menores, seguida de un nuevo decaimiento de la dureza, este efecto es conocido como endurecimiento secundario y está relacionado con la formación de precipitados a la temperatura de revenido.

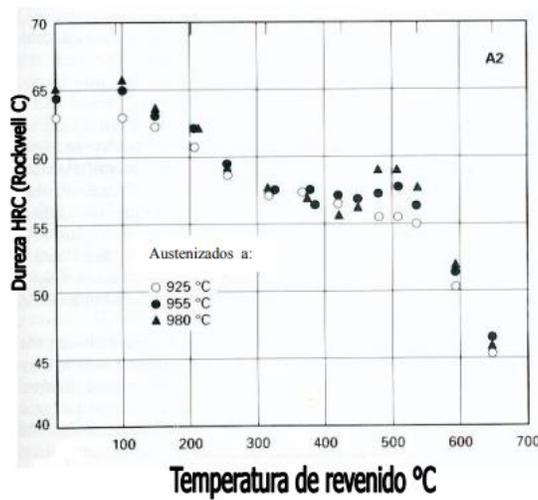


Fig. 7. Efecto del revenido en el acero AISI/SAE A2. [10]

En los últimos años se ha evaluado la respuesta que presentan aceros de herramientas al ser sometidos a tratamientos térmicos de baja temperatura y se han comparado las propiedades con las obtenidas mediante temple y revenido, entre esos tratamientos se encuentra el Q&P; Zhou et al., [20] aplicaron estos dos tratamientos (temple + revenido y Q&P) en un acero de herramientas M50 que contiene alto porcentaje de carbono y de elementos aleantes con la finalidad de evaluar la tenacidad y resistencia, encontrando que es viable aplicar tratamiento de Q&P en acero con alto contenido de carbono y bajo contenido de silicio, ya que se logró mejorar la tenacidad del acero en un 93% respecto al tratamiento de temple y revenido convencional, sin sacrificar los altos niveles de resistencia. Tobón et al., [21] demostraron que es posible obtener una microestructura multifásica compuesta por carburos, martensita fresca y particionada (revenida), bainita y austenita retenida al aplicar Q&P en el acero de herramientas AISI/SAE A2, lo que se traduce en un buen balance de propiedades mecánicas, con miras a ser aplicado como herramienta de conformado.

Según lo reportado en la literatura al aplicar Q&P en este tipo de aceros es posible obtener carburos secundarios dentro de la bainita y dispersos en la matriz; un parámetro fundamental a controlar en el ciclo de Q&P es la temperatura de quenching (QT) ya que, controlando la QT es posible obtener fracciones de martensita altas cuando la temperatura es menor o bajas cuando la temperatura es mayor.

La limitación en estos aceros radica en su caracterización microestructural ya que las morfologías de las fases martensita fresca, martensita particionada y bainita, obtenidas mediante Q&P son similares, lo que impide un correcto análisis de cada una de las fases formadas, a partir de allí surge la necesidad de realizar este trabajo de investigación con el fin de establecer una ruta de caracterización que involucre métodos metalográficos, que incluyan ataques químicos, térmicos y ópticos que permitan identificar y diferenciar cada una de las fases; además de complementar el análisis con la técnica de difracción de rayos X (DRX), ya que a partir de los difractogramas es posible cuantificar la cantidad de austenita retenida y el contenido en carbono de la austenita retenida a partir de modelos matemáticos como las expresiones desarrolladas por Dyson y Holmes, y Cohen [22] y completar el análisis con la cuantificación de las microestructuras restantes mediante la técnica ASTM E562-11 de conteo por puntos[23].

IV. METODOLOGÍA

En el siguiente apartado se muestra la ruta empleada y pasos necesarios para obtener los resultados del presente trabajo investigativo, el cual se basó en una revisión bibliográfica constante en el tema de los tratamientos térmicos abordados y sus variables más críticas, el material empleado y los reactivos químicos necesarios para realizar los ataques; posterior a la elección de los ataques con mejor resultado se procedió a realizar la caracterización microestructural para cada condición de tratamiento térmico, la cual se fundamentó en una combinación de técnicas de caracterización, entre las cuales se encuentran microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (MEB), difracción de rayos X (DRX), y finalmente dureza y microdureza Vickers para complementar las técnicas de microscopía y el análisis que surgió de los análisis con los diferentes reactivos.

A. Revisión de literatura y bases de datos

Con el uso de los recursos bibliográficos que dispone la base de datos de la Universidad de Antioquia como Sciencedirect, SCOPUS, KNOVEL, entre otras; se construyó toda la base teórica requerida para el desarrollo del proyecto, basada en libros y artículos científicos actuales; además durante la ejecución del trabajo se hizo una revisión constante que permitió tener conocimientos suficientes sobre los fenómenos metalúrgicos y las transformaciones de fase que ocurren en los tratamientos térmicos. Así como de los métodos químicos y térmicos empleados para caracterizar las estructuras producto de transformación.

B. Material de estudio

El material usado para esta investigación es el acero de herramienta AISI A2, comercializado por la marca Uddeholm. Dicha casa matriz utiliza la denominación Rigor para este acero. El acero en estado de entrega se encuentra en estado recocido, en chapas de 12.7 mm de espesor. A partir de dichas láminas se extrajeron las probetas para los diferentes ensayos de tratamiento térmico de caracterización. En la Tabla I se muestra la dureza y composición química reportadas por el fabricante [15] y medida mediante espectrometría de emisión óptica (EEO) en un equipo Bruker Magellan Q8. El acero fue suministrado con un tratamiento de recocido blando que proporciona

una microestructura dúctil de ferrita-perlita y carburos esferoidizados, lo cual facilita los procesos de tratamiento térmico a ejecutar en este tipo de materiales.

El acero de estudio fue seleccionado gracias a las últimas investigaciones desarrolladas en el área de los tratamientos térmicos, en el Grupo de Investigaciones Pirometalúrgicas y de Materiales – Gipimme - de la Universidad de Antioquia, trabajo en el cual se buscó una alternativa para mejorar el desempeño en condiciones de desgaste e impacto de aceros de herramientas para la conformación mecánica de algunas piezas del sector de procesos de conformado en frío para la producción de piezas para el sector de la herrería, se formuló el desarrollo de un trabajo de investigación de maestría enfocado en la evaluación del austemperado y (Q&P) en aceros de herramientas tipo AISI D2 y AISI A2, lo cual abrió la posibilidad de profundizar en esta línea de los tratamientos térmicos en aceros comerciales [24] y de la cual se evidenció que el acero AISI A2 presentaba morfologías en la microestructura muy similares, las cuales al ser reveladas con reactivos químicos convencionales no presentaba un buen contraste dificultando su diferenciación, por ello se planteó la tarea de investigar acerca de una de caracterización microestructural eficaz.

TABLA I
PROPIEDADES DE LOS ACEROS EN ESTADO DE ENTREGA. TOMADO DE CATÁLOGOS UDEHOLM

Acero	Normas equivalentes	Dureza	Composición química					
			%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%V
AISI A2	BA2, F5227	215 HB	1	0.3	0.6	5.3	1.1	0.2
AISI A2- Experimental			0.88	0.37	0.63	5.24	0.97	0.26

C. Tratamientos térmicos

Para la ejecución de los tratamientos térmicos de Q&P, temple y revenido y austemperado las probetas fueran cortadas en cubos de 1cm de lado aproximadamente, en función de los equipos disponibles para la aplicación de los tratamientos térmicos y para facilitar la etapa de caracterización, la totalidad de las muestras fueron austenizadas a 950°C durante 45 minutos. En la Tabla II se presentan las condiciones para los tratamientos térmicos de Q&P (denotados con la letra Q), austemperados (denotados con la letra A), temple (denotado con la letra T) y temple y revenido (denotado con las letras T+R). La velocidad de calentamiento para todas las condiciones fue de 10°C/s y la velocidad de enfriamiento en los tratamientos térmicos de austemperado y Q&P fue de 35°C/s. Por otro lado, en el tratamiento térmico de temple la velocidad de enfriamiento fue más severa (aproximadamente 100°C/s).

TABLA II
CONDICIONES DE TRATAMIENTO TÉRMICOS (TEMPERATURA Y TIEMPO)

Material	QT(°C)	PT(°C)	Revenido(°C)	Tiempo (min)	
				QT	PT
T	25	-	-	-	-
T+R	25	-	250	-	-
Q1	170	250	-	2	90
Q2	150	250	-	2	60
Q3	170	300	-	2	120
Q4	150	300	-	2	90
A1	-	300	-	-	240
A2	-	250	-	-	180

La transformación de austenita en martensita y/o bainita depende esencialmente de la composición química del acero y de las características de la austenita de alta temperatura (tamaño de grano y estabilidad) [8]. La microestructura final depende de las influencias mutuas de estos factores. Para optimizar las propiedades del acero se puede recurrir a la modificación de los parámetros de tratamiento térmico:

1) Cálculo de temperaturas críticas: Ac1, Ac3, Ms.

Con el fin de establecer condiciones iniciales de procesamiento para los tratamientos térmicos de Q&P y austemperado, se hizo uso de ensayos dilatométricos realizados en trabajos previos llevados a cabo por el grupo de investigación Gipimme de La Universidad de Antioquia [21], [24], en los cuales las temperaturas Ac1 y Ac3 calculadas a partir de la composición química con las ecuaciones 4 y 5 [2], [18] se compararon con las determinadas mediante dilatometría en el trabajo desarrollado por Tobón [24]. En dicho trabajo se utilizó un acero con idéntica composición química y estado de partida. Los ensayos dilatométricos se llevaron a cabo en muestras cilíndricas de 4mm de diámetro por 10mm de longitud, en un dilatómetro de alta resolución Bahr 805A. Las muestras fueron austenizadas, templadas y/o transformadas mediante Q&P y austemperado. A partir de las curvas dilatométricas se determinó la temperatura crítica superior de austenización (Ac3), utilizando la metodología de C. de Andrés et al. [25], y la temperatura de inicio de la martensita Ms, bajo la metodología desarrollada por Sourmail [26] et al.

$$Ac1 (^{\circ}C) = 723 - 10.7 (\%Mn) - 16.9 (\%Ni) + 29.1 (\%Si) + 16.9 (\%Cr) + 290 (\%As) - 7.5 (\%Mo)$$

Ecuación 4

$$Ac3 (^{\circ}C) = 910 - 203 \left(\% \frac{C1}{2} \right) - 15.2 (\%Ni) + 44.7 (\%Si) + 104(\%V) + 31.5 (\%Mo) + 13.1 (\%W)$$

Ecuación 5

Las temperaturas de sostenimiento en el austemperado y en el tratamiento de Q&P se definieron a partir del diagrama Tiempo-Temperatura-Transformación (TTT) del acero e información reportada en la literatura, buscando la nariz bainítica en el menor tiempo posible (lo cual se obtiene a una temperatura de 300°C -ver Figura 5-).

Además, se utilizó la curva dilatométrica de la transformación bainítica a 300°C para el acero A2 obtenidas por Tobón [24], con el fin de establecer el tiempo óptimo de proceso, con miras a utilizar estas condiciones para el ciclo térmico de austemperado.

2) *Austenización: Tamaño de grano y distribución de carburos*

Con las temperaturas críticas definidas y calculadas, el acero AISI/SAE A2 se calentó a una velocidad de 10°C/s en un horno de resistencias eléctricas y atmósfera de vacío. La temperatura de austenización seleccionada fue 950°C ya que, en estudios desarrollado por Tobón et al., [21] se demostró que a temperaturas mayores o excesivamente elevadas puede resultar una distorsión de la microestructura, crecimiento de grano austenítico anormal, pérdida de ductilidad y baja resistencia [18]. El ciclo de austenización se realizó en vacío para evitar la descarburación del acero.

3) *Tratamiento de temple y revenido*

El tratamiento térmico convencional de temple y revenido se realizó con el fin de tener un punto de partida desde el punto de vista microestructural de las características de la martensita atérmica y revenida, y por ende tener una referencia comparativa con los tratamientos de Q&P y austemperado, esta condición se ejecutó con la misma temperatura de austenización (950°C/45min) y se enfrió en aceite a temperatura ambiente. Posterior a ello se realizó el ciclo de revenido a 250°C/120min y se dejó enfriar a temperatura ambiente.

4) Tratamiento de Austemperado

En el sostenimiento isotérmico para esta condición de tratamiento térmico se utilizaron las mismas temperaturas del ciclo de PT (250°C y 300°C) para tener un punto de comparación entre los tratamientos térmicos, con la diferencia de que sus tiempos son más prolongados como se evidencian en la tabla 2.

5) Tratamiento de QT

Para establecer la temperatura de QT se empleó la ecuación desarrollada por Koistinen y Marburger y ajustada por Van Bohemen (ecuación 1) [7]. Para el desarrollo experimental de la etapa de QT es importante controlar que la fracción de martensita atérmica formada durante esta etapa no supere un 0.4, ya que, a partir de este valor, de acuerdo con lo reportado en la literatura [27], el balance resistencia/ductilidad se pierde, debido a que la fracción final de austenita que se logra preservar a temperatura ambiente es demasiado baja [28]. Inicialmente, para poder establecer una temperatura ideal para ejecutar el ciclo de QT se debía conocer la temperatura Ms del material, la cual depende de la composición química. En este sentido, se hizo uso del análisis dilatométrico, que arrojó un valor para Ms de 195°C. Las temperaturas de QT seleccionadas fueron 150°C y 170°C, estas temperaturas de QT fueron seleccionadas gracias al empleo de la ecuación de KM donde se suponen valores teóricos del volumen de fracción de martensita no mayor a 0.4.

6) Tratamiento de PT

La temperatura de partición se definió a partir del diagrama TTT del acero e información reportada en la literatura, buscando la nariz bainítica en el menor tiempo posible (300°C), durante el tratamiento de Q&P se utilizaron sales de nitrato de sodio y nitrato de potasio en relación 1/1, las cuales se estabilizaron a la temperatura establecida para el tratamiento. Al finalizar las muestras fueron enfriadas en agua. Las temperaturas de PT seleccionadas fueron 250°C y 300°C, la temperatura de 250°C fue seleccionada para favorecer una estructura bainítica más fina y por ende no promover una caída muy drástica en la dureza, por su lado, la temperatura de 300°C fue seleccionada debido a que es la temperatura que requiere menor tiempo para transformar de austenita a bainita. Además, esta diferencia de temperaturas permitió evaluar la respuesta de formación de fases con relación a las temperaturas de los tratamientos térmicos.

D. Análisis microestructural

Para evaluar la microestructura inicial y la microestructura formada durante los tratamientos térmicos, las secciones de las probetas se prepararon con lijas de tamaño de grano número ASTM 120, 240, 320, 400, 600, 1000 y 1200 seguido de pulido en paño con partículas de alúmina de $1\mu\text{m}$ y $0.3\mu\text{m}$, de acuerdo a la norma de preparación de muestras ASTM E3-11[29].

1) Microscopía óptica

Para un correcto análisis microestructural mediante MO y MEB se empleó el reactivo Nital al 2%, típico por ser utilizado en la mayoría de aceros, además, fue necesario realizar una exhaustiva búsqueda de reactivos. Para la identificación de las fases por la técnica de microscopía óptica se utilizaron los reactivos Beraha's y Hann envejecido a 200°C , que lograron atacar la muestra a color y/o en su defecto resaltar una fase más que otra. El microscopio óptico empleado fue marca NIKON MA100, con aumento hasta 1000X con observación de campo claro.

2) Ataque a color

2.1. *Reactivo Hann:* El reactivo Hann se preparó con 10ml de agua, 8.33ml de etanol, 13.3ml de HCl (65%), y 1.6g de CuCl_2 , el tiempo de ataque siempre osciló entre 10 y 15 segundos para todas las muestras, posterior a ello se sometieron a un ciclo de envejecimiento a 200°C durante 120 minutos; este reactivo se escogió debido a su aplicación en aceros de herramientas para trabajo en frío; con este ataque a color es posible distinguir la bainita formada, la cual presenta una coloración oscura que contrasta con las demás fases.[30]

2.2. *Reactivo Beraha's:* El reactivo Beraha's se preparó con 100ml de agua, 1ml de HCl (65%) y 1g de metabisulfito de potasio, el tiempo promedio para este ataque osciló entre los 10-15 segundos, el reactivo Beraha's tiene un tiempo de vida corto, así que se aseguró una preparación fresca cada vez que se realizaba el proceso de ataque en las muestras (lo mismo se realizó con el reactivo Hann ya que no estaba reportado su tiempo útil de vida), con este ataque fue posible distinguir entre martensita revenida y martensita fresca, la martensita particionada al tener menor contenido de carbono toma una coloración oscura, tonalidades entre café y rojo, y la martensita fresca presenta una coloración amarilla; la

bainita también fue coloreada con este reactivo en tonalidades azules; con este ataque el contraste entre los carburos y las fases es bastante eficiente.[30]

2.3. *Reactivo Nital 2%*: El reactivo Nital se preparó con 3.07ml de ácido nítrico (HNO₃), al 65%, aforando a 100ml con metanol al 95%; este reactivo es bastante empleado para la identificación de fases en los aceros, las fases de mayor contenido de carbono presentan coloraciones más claras y/o brillantes, por otro lado, las regiones con menor contenido de carbono se resaltan en una tonalidad oscura, caso de la bainita [30].

3) *Microscopía electrónica de barrido (MEB)*

Con el análisis mediante MEB fue posible caracterizar las morfologías con mayor aumento (5000X, 10000X y 20000X), para ello las muestras fueron atacadas con Nital al 2% en un rango de 15-20 segundos, a las muestras analizadas mediante MEB se les realizó ultrasonido en etanol durante 20 minutos, con la intención de eliminar residuos del pulido provenientes especialmente de la alúmina para que no intervinieran en el análisis microestructural, el MEB se llevó a cabo en un microscopio 6500 F JEOL FEG-SEM.

Las micrografías MEB tomadas a 10000 aumentos, sirvieron para determinar el espesor de la placa bainítica y austenítica, parámetro importante para analizar la microestructura en los tratamientos térmicos llevado a cabo. Para cada condición de partida se utilizó la metodología descrita por García- Mateo et al., [31]. El proceso se basa en la medición de intercepciones lineales en las micrografías MEB, empleando la ecuación 6, seguida de una corrección estereográfica aplicada a la intersección lineal media (LT), como se muestra en la ecuación 7.

$$t = 2 \frac{L_T^a}{\pi} \text{ Ecuación 6}$$

$$E = \frac{\pm 2\sigma_L^a}{\pi\sqrt{N}} \text{ Ecuación 7}$$

4) Difracción de rayos X (DRX)

Para la selección de los parámetros de DRX se llevó a cabo una revisión bibliográfica, en la cual se escogieron como parámetros las siguientes condiciones: ángulo 2θ entre 35° y 120° , con un paso estándar de 0.013° ; la fuente empleada fue de Cobre ($K\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$). La técnica de DRX se realizó en un equipo marca RIGAKU miniflex 60. Mediante esta técnica es posible determinar la fracción de austenita retenida y el contenido de carbono. Para llevar a cabo el ensayo las muestras deben ser cortadas en espesores menores de 3mm.

La fracción de austenita retenida se calculó de acuerdo a la norma ASTM E975-13[32]. El contenido de austenita retenida se evaluó mediante la comparación de intensidades correspondientes a los picos de difracción planos (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0) y (3 1 1) de la red FCC y los (1 1 0), (2 0 0), (2 1 1) y (3 1 0) de la red BCC, respectivamente; en este caso también se tiene en cuenta, en la cuantificación vía DRX, los picos difractados por las diferentes especies de carburos que se logren formar durante los tratamientos de Q&P y los presentes que no se disolvieron en austenización; para ello se empleó el software X'PERT HIGH SCORE PLUS; para este análisis fue necesario realizar una corrección de ángulo.

Por otro lado, el contenido de Carbono se calculó utilizando la ecuación de DYSON Y HOLMES [33], la cual se muestra a continuación:

$$a\gamma = 0.35780 + 0.0033C + 0.000095Mn + 0.00002Ni + 0.00006Cr + 0.00056Al \\ + 0.0003Mo + 0.00018V \quad \textbf{Ecuación 8}$$

5) Cuantificación por análisis de imagen

Una vez identificadas las fases presentes en la microestructura, se procedió a la medición de la fracción en volumen presente de cada una de las fases, para ello se recurrió a las imágenes obtenidas por MO, MEB dependiendo de la resolución necesaria para identificar la fase de interés, que sean representativas de toda la muestra. El procedimiento seguido para la medida de fracción de volumen se llevó a cabo mediante el procedimiento manual o “Método por conteo de puntos” descrito por la norma ASTM E562-11[23], en el cual se superpone una cuadrícula a la imagen que fue obtenida por un microscopio electrónico de barrido o una micrografía, y se cuenta el número

de puntos de prueba que caen dentro de la fase o el constituyente de interés y se dividen por el número total de puntos de la cuadrícula para obtener una fracción de puntos, normalmente expresada como porcentaje, para ese campo. La fracción de puntos media para n campos medidos da una estimación de la fracción de volumen del constituyente, las micrografías se tomaron en el mayor aumento posible para MO (1000X) y se tomó el promedio de 10 micrografías ópticas para medir la fracción de carburos, martensita fresca, martensita revenida, bainita y austenita retenida; o en su defecto por análisis digital utilizando programas de análisis de imágenes.

E. Microdureza y dureza Vickers

El análisis mecánico mediante la dureza se realizó por dos técnicas: dureza y microdureza Vickers; Las mediciones de dureza Vickers se realizaron en un durómetro NOVOTEST. Se realizaron al menos cinco medidas para cada muestra y se tomaron los valores medios. La carga utilizada fue de 30 kg durante 12 segundos. Igualmente se realizó la medida de la microdureza Vickers para las zonas que coloreaban diferente con el ataque Beraha's en cada muestra, bajo una carga de 100 g durante 15 segundos. El equipo utilizado es de marca SHIMADZU HMV-G 20DT y para el ensayo se siguieron los parámetros establecidos por la norma ASTM E92-82 [34].

V. RESULTADOS

A. Caracterización material de partida

La microestructura del acero en estado de entrega se muestra en la figura 8. Esta se caracteriza por presentar una matriz ferrítico-perlítica, en la cual la perlita se caracteriza por su forma típica de huella dactilar en ambas micrográficas, la ferrita se identifica fácilmente por presentarse con una tonalidad clara para el acero revelado con nital y una coloración azul para el acero atacado con Beraha's, con carburos esferoidizados dispersos por toda la matriz, estos corresponden principalmente a carburos de cromo, vanadio y hierro, según estudios reportados por J. Tobón et al., [21]. El tamaño promedio de estos en estado de entrega y su distribución fueron calculados mediante el uso del Software libre de análisis de imagen ImageJ arrojando un valor de $1.7\pm 1.0\mu\text{m}$ y un porcentaje en volumen de $6.6\pm 1.1\%$ respectivamente; para llevar a cabo esta medición se utilizó el reactivo Beraha's ya que con este reactivo se logra un mejor contraste y permite resaltar más nítidamente los carburos, tal y como se observa en la figura 8.b. Estudios reportados por Fontalvo et al., [35] mostraron que el valor teórico del porcentaje en volumen de carburos para el acero AISI A2 en estado recocido está en 7.5%, el cual no está muy distante del resultado obtenido en la presente investigación.

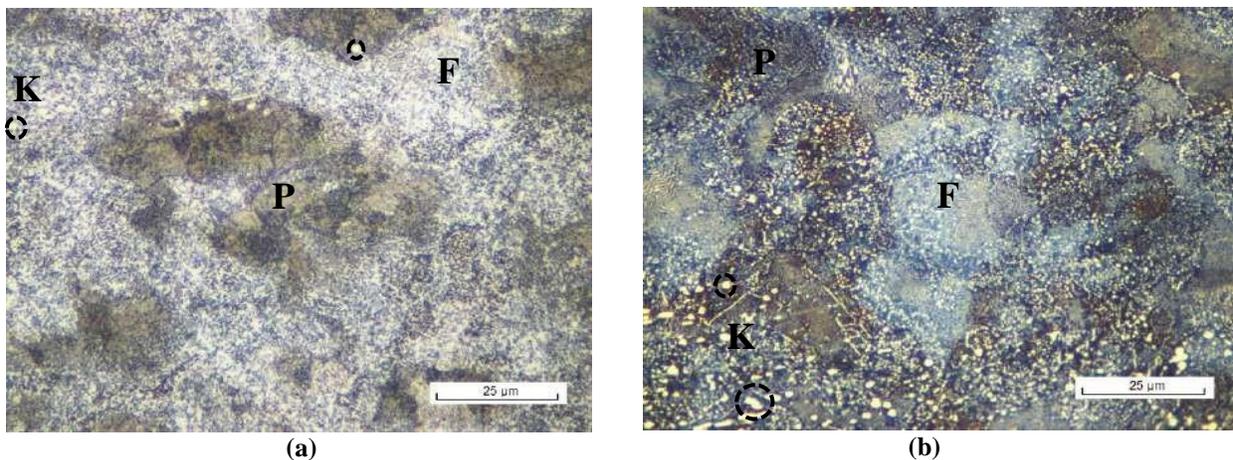


Fig. 8. Acero AISI A2 en estado de entrega. (a) Atacado con Nital 2%. (b). Atacado con BH. P: Perlita, F: Ferrita, K: Carburos.

B. Caracterización microestructural de los tratamientos térmicos

Los tratamientos isotérmicos que involucren la formación de diferentes fases a temperaturas relativamente bajas han sido estudiados e implementados por diferentes autores en aceros de alto contenido de carbono [4], dentro de dichos estudios se habla de tratamientos en los cuales se presenta la formación de martensita previa al ciclo de PT (tratamiento de Q&P) y transformación bainítica (austemperado). Con la ejecución de estos tratamientos se busca mejorar el balance resistencia / ductilidad, a partir de un adecuado balance de las fracciones de los diferentes productos de transformación, los cuales serán dominados por el contenido de carbono (composición química) y las condiciones de tratamiento térmico, esto último en pro de garantizar un adecuado comportamiento en función de la aplicabilidad del componente [36]. La formación de estas fases no solo dependerá de los tratamientos térmicos seleccionados, sino también de su composición química y de la distribución de los elementos aleantes en el material, como se mencionó anteriormente.

En las figuras del presente apartado (Fig. 9 – Fig. 17) se evidencia la presencia de bandas longitudinales, producto del ciclo de laminación que sufre el acero AISI A2 en su ruta de conformación en caliente. Estas bandas se caracterizan por la distribución de elementos sustitucionales, los cuales tienen un coeficiente de partición muy bajo, dificultando su difusión durante los procesos de solidificación, laminación en caliente y/o austenización previa al ciclo de revenido, austemperado y Q&P, lo que favorece una acumulación de estos solutos en las últimas zonas en solidificar. Durante este proceso los elementos sustitucionales se alinean en dirección del tren de laminación, lo que favorece una distribución homogénea en este sentido. Debido a la presencia de las bandas en el acero se generan zonas ricas (últimas zonas en solidificar – LTF por sus siglas en inglés) y zonas pobres (primeras zonas en solidificar – FTF por sus siglas en inglés) de elementos aleantes, lo cual repercute de manera directa sobre la cinética del tratamiento de temple, temple y revenido, Q&P y austemperado y por ende en las fases producto de transformación [37].

1) Tratamiento de Temple

El acero de herramientas AISI A2 típicamente se somete a ciclos de temple y revenido, con el fin de obtener durezas elevadas, resultado de la microestructura martensítica formada durante el

tratamiento térmico; por su alto contenido de carbono se le dificulta revelar su microestructura con reactivos convencionales, en este apartado se describe el efecto de los reactivos nital y Beraha's sobre la muestra bajo esta condición; como se observa en la figura 9.a, el reactivo nital permite diferenciar correctamente los carburos en la matriz (demarcados con la letra K); este reactivo tiene una preferencia por revelar estructuras de menor contenido de carbono, por ello dificulta la apreciación de las regiones o microestructuras que presentan alto contenido de carbono y por ende la matriz martensítica es de difícil apreciación, por otro lado, el reactivo Beraha's (figura 9.b) permite evidenciar la microestructura martensítica formada, además de contrastar correctamente los carburos embebidos en la matriz. Con el fin de caracterizar con mayor profundidad la microestructura obtenida se hizo uso de la técnica de caracterización MEB, en donde se pretendió caracterizar la morfología de la fase martensítica, la cual presenta una morfología de bloque, típica de la martensita fresca; el nital tiene una aplicación útil, porque preferentemente ataca la ferrita mientras deja la austenita y cementita intactas. En la micrografía de la muestra templada (figura 9.c) se dificulta un poco la visualización de la matriz martensítica debido al alto contenido de carbono presente en la muestra y a la ineficiencia del nital de revelar dicha microestructura, sin embargo, la visualización se lleva a cabo con este ataque porque otros ataques empleados oxidan la muestra, impidiendo el análisis de las fases presentes, a partir de esto, se logra apreciar los límites de grano, los carburos dispersos e identificar la matriz martensítica.

En las micrografías presentadas a lo largo de esta sección de caracterización microestructural de los tratamientos térmicos se evidencian las estructuras bandeadas, lo cual es característico del ciclo de conformado mediante el cual se procesa este tipo de materiales, como ya fue mencionado, en referencia a los trabajos que se encuentran en la literatura sobre aceros de herramientas, en su mayoría la ruta de procesamiento involucra procesos de conformación en caliente, generalmente a través de procesos de laminación [39]. Aquí vale la pena resaltar, que, en función de la ruta de procesamiento que registre el acero, mecánica o térmica, se pueden presentar implicaciones a nivel estructural, los cuales en procesos posteriores (ej. tratamientos térmicos) pueden alterar las cinéticas de transformación. El calentamiento y la deformación constante en el proceso de laminación presentan un impacto directo en la difusión del carbono y en la distribución de los elementos aleantes sustitucionales (Si, Cr, Mn). Un aspecto importante, es la dependencia de la severidad de las condiciones del proceso, sobre los niveles de segregación. A medida que aumenta la severidad de la deformación e incrementa la temperatura de trabajo, se va dando una mejor

distribución de los elementos, por ende, se tiene una estructura más homogénea. Por otro lado, si los procesos no son tan severos se generan patrones de segregación en forma de bandas longitudinales, con diferencias composicionales, las cuales también dependen en gran medida de la manera como se enfríe el acero [37]. Durante el laminado en caliente, la microestructura y las propiedades mecánicas del material cambian, estos cambios están determinados por condiciones como la composición química del material, el porcentaje de reducción el espesor de las secciones, la velocidad de los rodillos y la transferencia de calor del material.

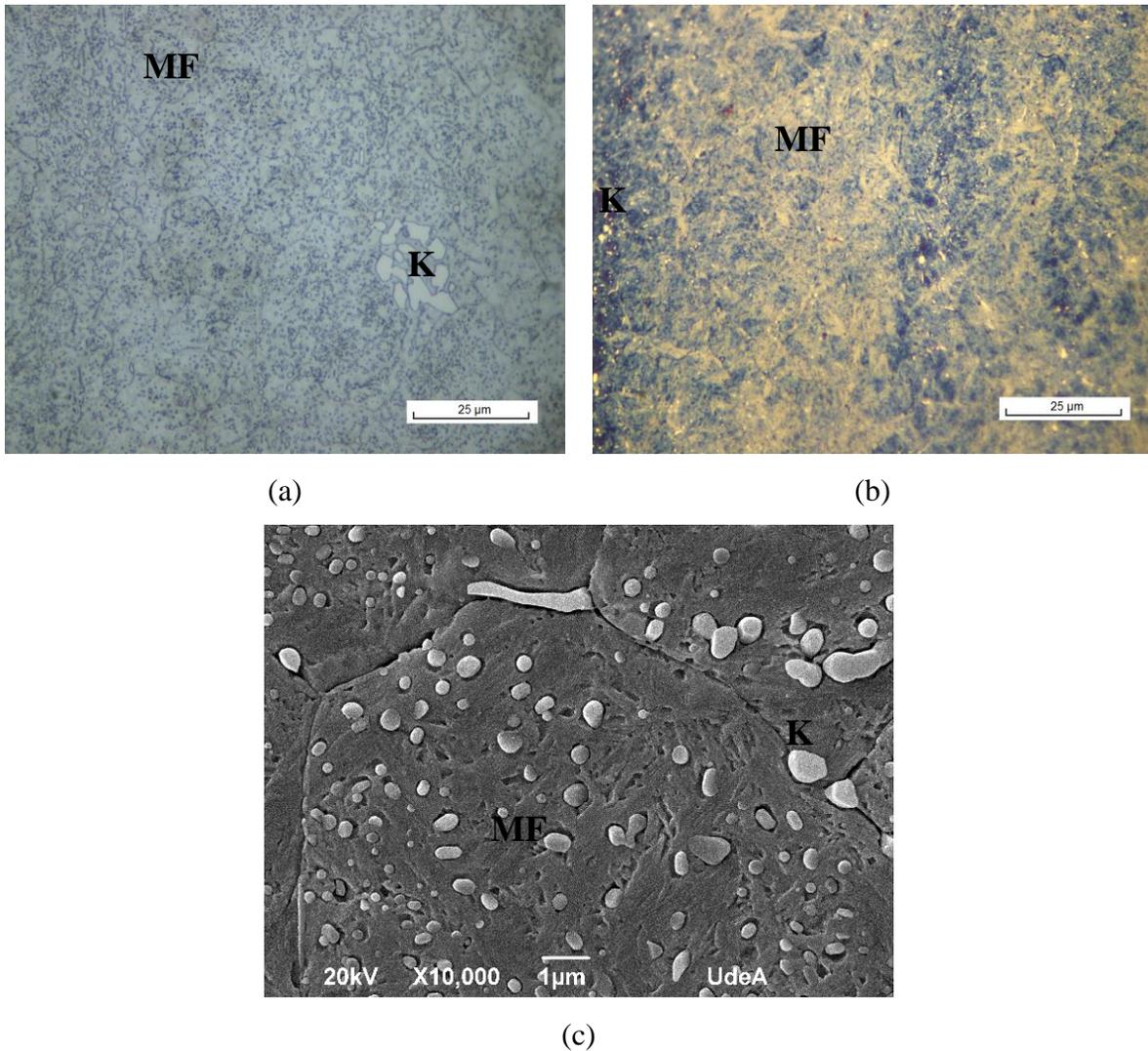
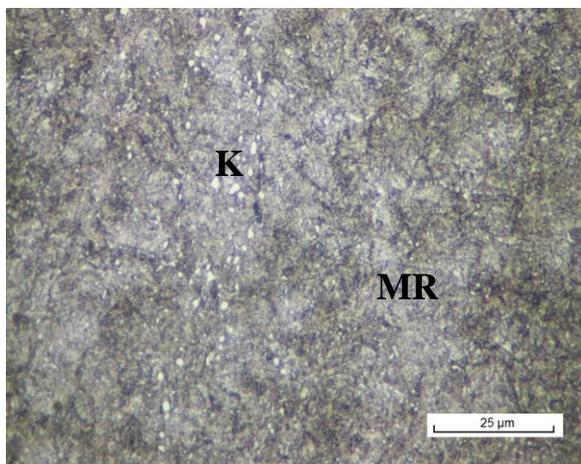


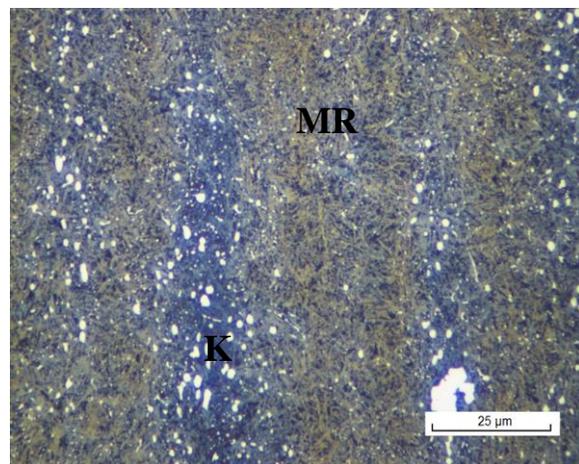
Fig. 9. Acero AISI A2 templado. (a) Atacado con Nital 2%. (b). Atacado con BH. (c) Micrografía MEB muestra templada. K: Carburos. MF: Martensita fresca.

2) Tratamiento de Revenido

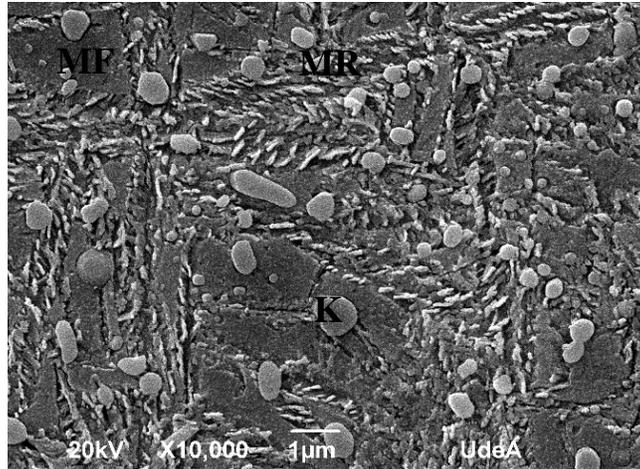
El ciclo de revenido posterior al temple permite obtener martensita revenida + austenita retenida + carburos como se ilustra en la figura 10. A partir de la interacción con nital la muestra ofrece un poco más de información en comparación con la muestra templada, lo que se atribuye a la liberación de carbono que sufre la martensita fresca para transformarse a martensita revenida, en la figura 10.a las regiones de coloración más oscura corresponden a regiones de menor contenido de carbono (martensita revenida) y las regiones de coloración más clara hacen alusión a la austenita retenida y martensita fresca, que durante el ciclo de temple no transformó; sin embargo el reactivo Beraha's (figura 10.b) permite resaltar las zonas bandeadas producto del proceso de transformación. Por otro lado, la figura 10.c logra ilustrar las morfologías con detalle de las estructuras, los carburos (denotados con la letra K), la región martensítica compuesta por: martensita revenida señalado por las letras MR y característica por presentar morfología de placas cortas, y la martensita fresca (señalizada con las letras MF) se caracteriza por su alto contenido de carbono, lo que proporciona un color oscuro dentro de la micrografía y una estructura de placa grande, en la cual aparece austenita retenida entre sus placas (Bloques de MA). Mediante esta técnica es posible entonces apreciar las morfologías martensíticas con mayor detalle.



(a)



(b)



(c)

Fig. 10. Acero AISI A2 templado y revenido. (a) Atacado con Nital 2%. (b). Atacado con BH. (c) Micrografía MEB muestra templada y revenida. MF: Martensita fresca. MR: Martensita revenida. K: Carburos.

La cuantificación de fases para los tratamientos de temple y temple y revenido se muestran en la Tabla III. La fracción de austenita retenida y el contenido de carbono calculados para los tratamientos térmicos de temple y temple y revenido fueron obtenidos a partir del análisis de difractogramas en el software High Score Plus, típicos por presentarse como la figura 11 lo ilustra para la muestra templada. Se evidencia que el porcentaje de carbono presenta un valor más elevado para la condición de temple, resultado que se respalda en la microestructura, la cual está compuesta por martensita fresca (rica en carbono), por su parte, el tratamiento térmico de temple y revenido al experimentar los fenómenos de liberación de carbono y liberación de tensiones residuales presenta menor contenido de carbono y la microestructura estará conformada principalmente por martensita revenida; del mismo modo la austenita disminuye para esta condición por una posible transformación durante la etapa de revenido de la austenita retenida.

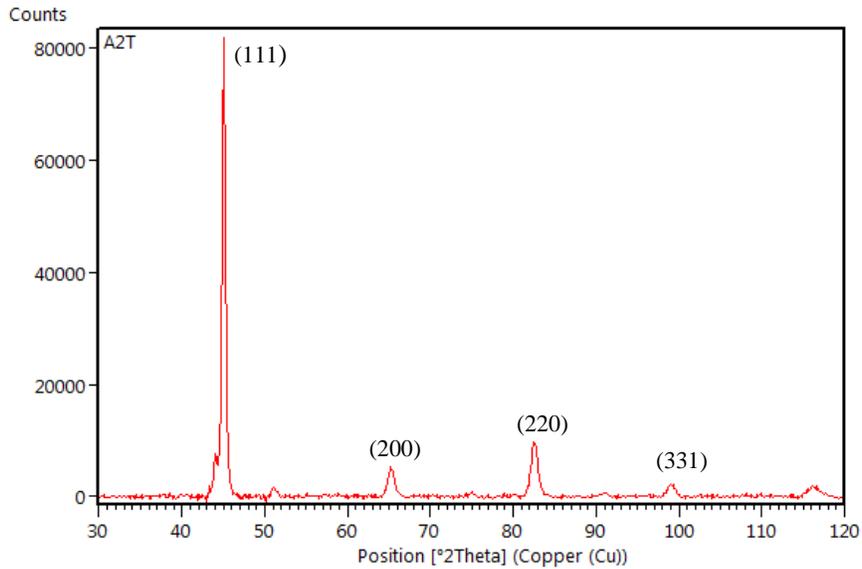


Fig. 11. Difractograma obtenido para la muestra templada.

TABLA III
CUANTIFICACIÓN DE FASES MUESTRA TEMPLADA Y TEMPLADA Y REVENIDA

	%K	%MR	%MF	%A. R	%C (wt) AR
T+R	7.02±3.3	74.62±2.8	-	18±3	0.8±0.12
T	6.64±1.2	-	75.53±2.8	17±3	1±0.12

En la Tabla IV se presentan los valores de dureza y microdureza, se observa que la dureza para la muestra templada es mayor en comparación a todos los tratamientos térmicos, dato que se corroborará en tablas posteriores, debido a que la martensita en esta condición se encuentra bastante sobresaturada en carbono, se observa además que en el tratamiento de revenido disminuye la dureza del material causado por la liberación de tensiones residuales generadas en el temple, la precipitación y difusión de varios carburos de Fe y otros elementos aleantes, que al precipitar deja una matriz de martensita de más bajo % de C [40]. Por otro lado, la microdureza de la martensita para el tratamiento térmico de temple tiene un valor mayor en comparación con la microdureza obtenida para el tratamiento de temple y revenido, además de ser más elevada si se compara este valor con los diferentes tratamientos térmicos, lo cual es totalmente esperado debido al efecto único

de la martensita fresca que posee una cantidad mayor de carbono en contraste con la martensita revenida del proceso de temple y revenido.

TABLA IV
VALORES DE DUREZA Y MICRODUREZA VICKERS PARA EL ACERO EN CONDICIONES DE TEMPLE Y TEMPLE Y REVENIDO

	T	T+R
Dureza (HV30)	919±8	746±8
Microdureza martensita	1108±74	878±39

3) *Tratamiento de Austemperado*

La microestructura obtenida al someter al acero AISI/SAE A2 a ciclos de austemperado en general está compuesta por bainita, martensita y carburos dispersos y embebidos en la matriz. Los resultados para la condición de 250°C se muestran en la figura 12. En la figura 12.a se evidencia que el reactivo Nital revela con mayor facilidad las zonas de alto contenido de carbono (microestructura bainítica) en tonalidades más oscuras, y las zonas claras que se presentan hacen alusión a zonas de mayor contenido de carbono (fase martensítica) y por ello su ataque no es tan efectivo. Por su lado, la figura 12.b muestra el efecto del reactivo Beraha's sobre el acero para esta condición, evidenciando la facilidad con la cual genera un depósito de color para cada estructura, la fase de coloración azul corresponde a bainita, la fase de coloración amarilla corresponde a la fase martensítica, los carburos por su parte no se ven afectados con este reactivo y en las micrografías se resaltan/contrastan con una coloración blanca característica de este tipo de agregados. La figura 12.c muestra el efecto del reactivo Hann envejecido sobre la muestra austemperada a 250°C, el reactivo Hann revela con mayor facilidad las zonas de bajo contenido de carbono, del mismo modo que el nital resalta con coloración oscura la fase bainítica. Por otro lado, la martensita y austenita retenida presentan una coloración clara (efecto similar al reactivo nital), pero más visible gracias al proceso de envejecimiento al cual se sometió, sin embargo, es complejo distinguir una de la otra mediante este reactivo.

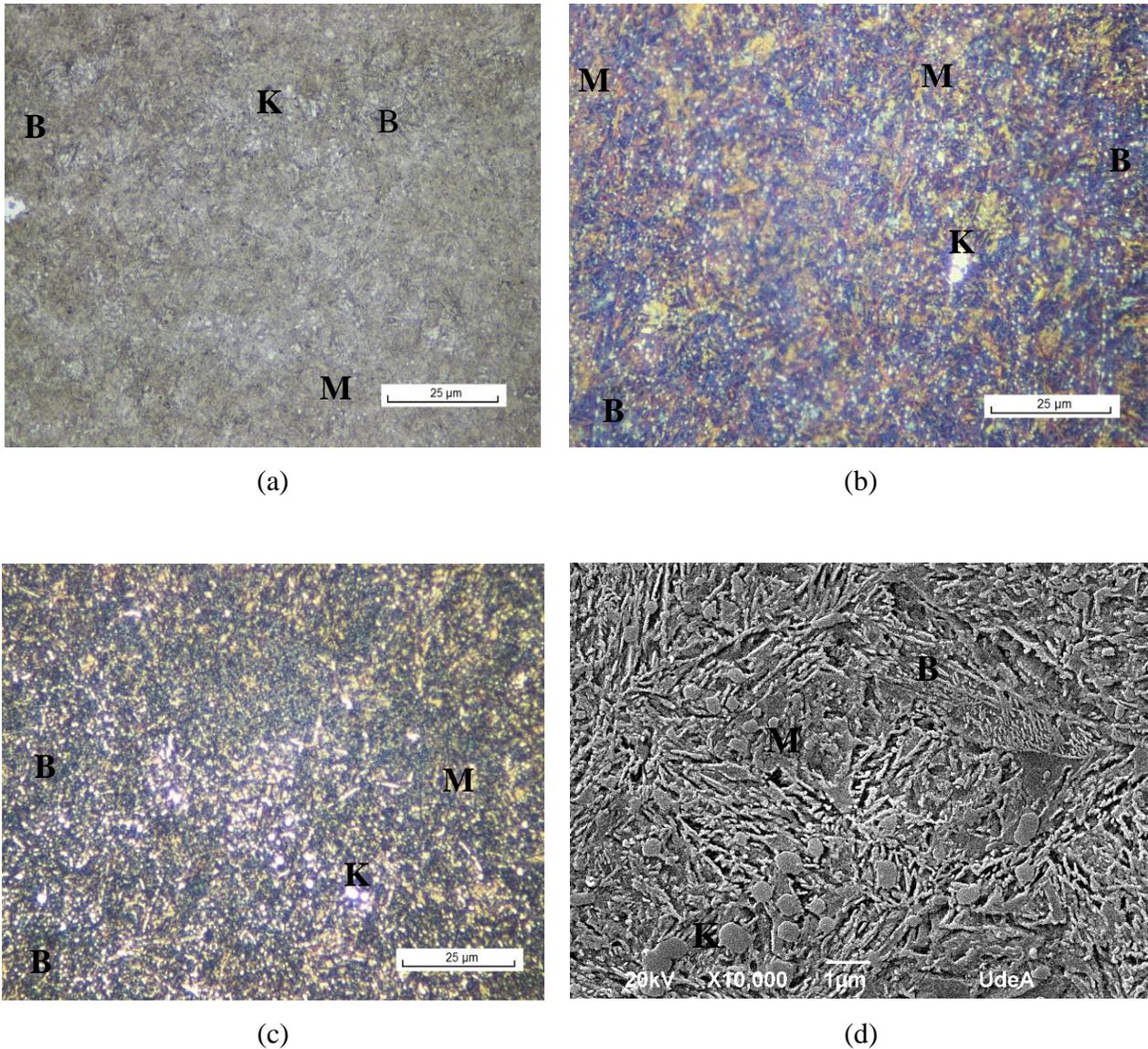
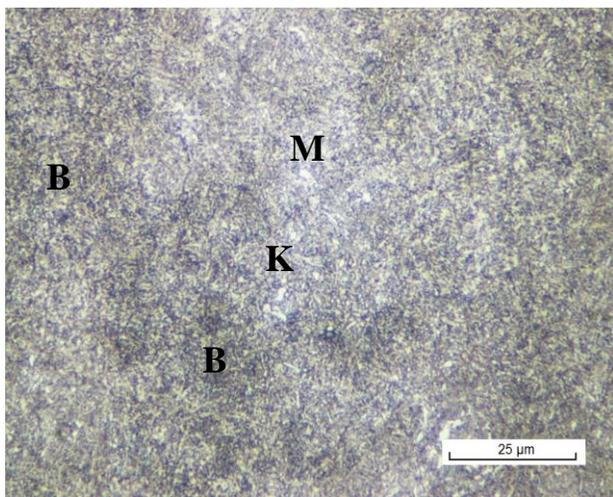


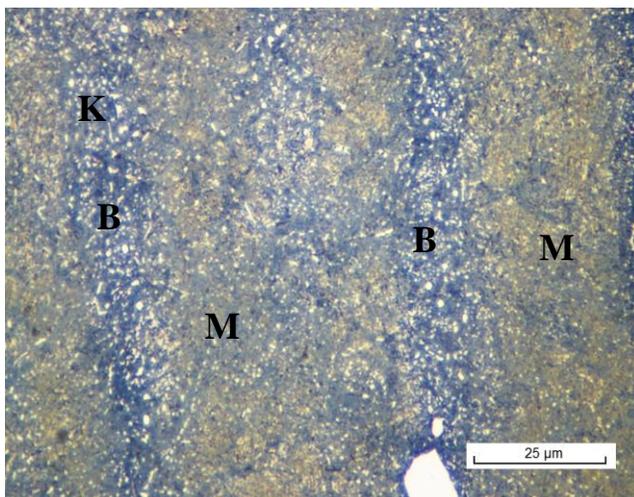
Fig. 12. Microestructura formada durante el austemperado a 250°C, revelada mediante (a) Nital 2%, (b) BH, (c) HN, (d) MEB. B: Bainita. M: Martensita. K: Carburos.

Con el fin de caracterizar con mayor profundidad la microestructura obtenida se hizo uso de la técnica de caracterización MEB, en donde se pretendió caracterizar la subestructura de la fase bainítica y morfología de placa, debido a las condiciones de operación: bajas temperaturas y altas concentraciones de carbono. Las micrografías MEB, también permiten distinguir las subunidades de bainita, estas tienen menos brillo, debido a su profundidad como respuesta a que es la fase con menos carbono. También se distinguen las placas de austenita retenida, las cuales presentan más brillo al estar más enriquecidas con carbono y por tanto se encuentran menos profundas que el resto de las fases en el acero. La observación microestructural con MEB, utilizando el contraste

electrónico secundario, requiere primero la creación de un contraste topográfico entre las diferentes fases por ataque químico. Como se observa en la figura 12.d, se corrobora la existencia de bainita y martensita; se observa que, las plumas de bainita se encuentran aisladas en el interior de los bloques de martensita los cuales poseen un brillo intermedio debido a que tiene una profundidad entre la bainita y la austenita retenida, debido posiblemente a las variaciones en el contenido de carbono consecuencia del tratamiento térmico aplicado. En este sentido, la bainita es de fácil identificación por presentar una estructura constituida por láminas (plumas), también se pueden evidenciar zonas con presencia de martensita. La región martensítica señalada con la letra M identifica bloques del agregado MA = martensita + austenita retenida, el cual se presenta en una alta probabilidad en este tipo de aceros y bajo esta condición de tratamiento térmico, la morfología de los carburos en forma esferoidizada se aprecia bajo la letra K y la región bainítica típica por su morfología en plumas señalizada por la letra B, la bainita que se forma en estos tratamientos isotérmicos es bainita inferior debido a la temperatura a la que se ejecuta el tratamiento y al alto contenido de carbono presente en su composición química; de igual forma ocurre y se presenta en la figura 13.d. Se aprecia que la microestructura bainítica obtenida en el tratamiento térmico 250°C es más fina en comparación con el austemperado a 300°C, cuya microestructura se muestra en la figura 13, este dato será corroborado con la medida de espesor de placa.



(a)



(b)

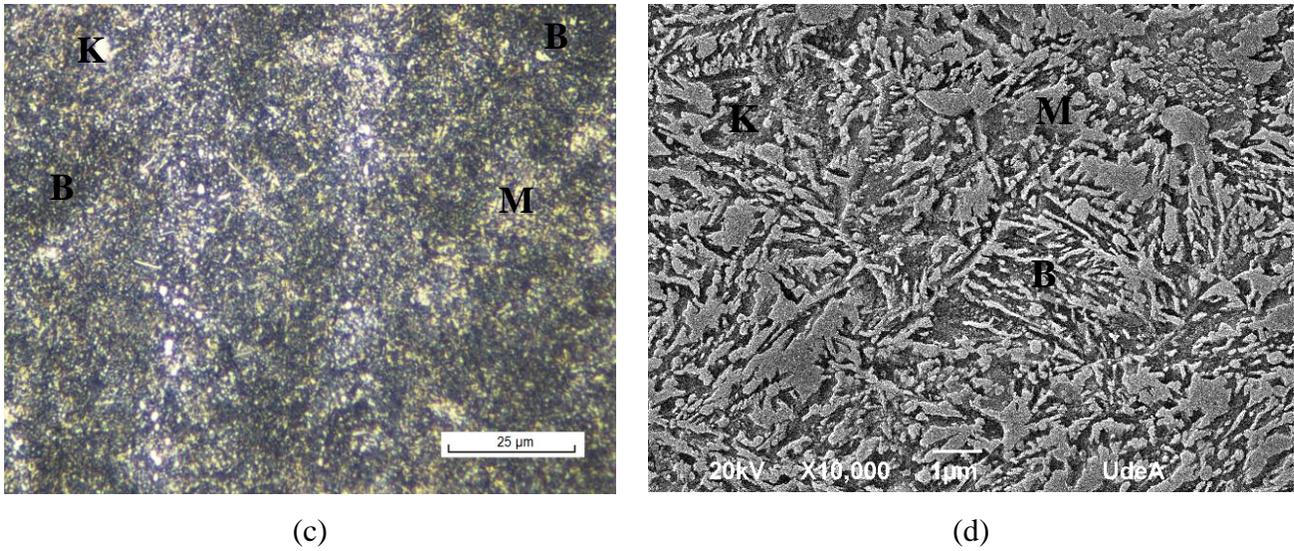


Fig. 13. Microestructura formada durante el austemperado a 300°C, revelada mediante (a) Nital 2%, (b) BH, (c) HN. B: Bainita. M: Martensita. K: Carburos.

La figura 13.a corrobora de nuevo que el reactivo nital tiene preferencia por identificar con mayor facilidad las zonas de alto contenido de carbono en tonalidades oscuras, y las zonas claras representan las regiones de mayor contenido de carbono. La figura 13.b muestra el efecto del reactivo Beraha's sobre el acero para la condición de 300°C, la fase de coloración azul corresponde a bainita, la fase de coloración amarilla corresponde a la fase martensítica, los carburos por su parte no se ven afectados con este reactivo y en las micrográficas se resaltan/contrastan con una coloración blanca característica de este tipo de agregados. En este caso se aprecian mayores zonas de coloración azul indicando más presencia y/o formación de la fase bainítica, lo cual concuerda con lo esperado. La figura 13.c muestra el efecto del reactivo Hann envejecido sobre la muestra, en la cual se observan con mayor facilidad las zonas de bajo contenido de carbono, del mismo modo que el Nital resalta con coloración oscura la fase bainítica. Por otro lado, la martensita y austenita retenida presentan una coloración clara (efecto similar al reactivo nital), pero es complejo distinguir una de la otra mediante este reactivo.

En la Tabla V se presentan los resultados de la cuantificación de fases para las dos condiciones de austemperado bajo los dos ataques realizados, se observa que, la cantidad de carburos permanece muy similar y mayor al estado de entrega por la formación de carburos secundarios, esta formación de carburos secundarios generalmente ocurre a temperaturas que comprenden rangos desde 250°C hasta temperaturas más elevadas (aproximadamente 1000°C), en dichas temperaturas los carburos

de transición comienzan a formar nuevas estructuras dando como resultados carburos secundarios, los cuales para este tipo de acero de herramientas generalmente son del tipo M_6C [35]. Por otro lado, la bainita para casi todas las condiciones permanece mayor respecto a la martensita fresca, con excepción del tratamiento a 250°C ; este resultado es totalmente esperado debido a que en la temperatura de 300°C se requiere menor tiempo para entrar en la región bainítica e iniciar su transformación como se ilustra en el diagrama TTT (Figura 2); además el tiempo seleccionado para 250°C fue corto, lo que favorece menor cantidad de la fase bainítica y una mayor fracción de martensita, producto de un temple temprano y la falta de estabilización de la fase austenítica; pero se ejecutó de esa manera para favorecer estructuras multifásicas y promover una adecuada caracterización de las fases de interés, al aplicar estos ciclos térmicos en aceros de herramientas. Debido al bandeado que presenta zonas ricas y pobres en elementos aleantes en el acero, los resultados de cuantificación con los diferentes reactivos difieren alrededor de un 5%; a partir del presente trabajo se dedujo que aunque el reactivo Beraha's permite diferenciar muy bien todas las fases, el reactivo Hann diferencia con mayor exactitud la bainita presente, así que pueden tomarse como referencia los valores de martensita revenida y martensita fresca cuantificados a partir de Beraha's y el valor cuantificado de bainita con el reactivo Hann. Cabe destacar que, en los resultados obtenidos en la cuantificación del porcentaje de austenita retenida global la cual estará distribuida en las microestructuras de martensita y bainita, y su contenido de carbono que el ciclo de austemperado ofrece la posibilidad de lograr una fracción mayor de austenita retenida al final del ciclo si se compara con la condición de temple y revenido, este resultado también se verá en las condiciones de Q&P, que serán analizadas más adelante. El %C para ambas condiciones presenta el mismo valor.

TABLA V
CUANTIFICACIÓN DE FASES DEL TRATAMIENTO TÉRMICO DE AUSTEMPERADO

	K	MF	B	A.R	%C(wt) A. R
A300 BH	7.2 ± 1.1	35.4 ± 3.1	34.3 ± 3.8	23 ± 3	0.9 ± 0.12
A300 HN	8.3 ± 2.4	33.3 ± 6.7	35.3 ± 4.7	23 ± 3	0.9 ± 0.12
A250 BH	7.9 ± 3.2	42.4 ± 13.4	26.5 ± 10.6	24 ± 3	0.9 ± 0.12
A250 HN	8.8 ± 2.8	36.9 ± 12.0	30.2 ± 13.4	24 ± 3	0.9 ± 0.12

Los espesores de las placas bainíticas fueron medidos y reportados en la Tabla VI, para las condiciones de austemperado arrojaron valores relativamente cercanos, siendo más gruesa la bainita para la condición de 300°C, lo que se debe principalmente a la temperatura seleccionada para ejecutar el tratamiento térmico, ya que la temperatura de 250°C requiere más tiempo para formar bainita y está más cercana a la temperatura de Ms.

TABLA VI
PROPIEDADES DEL ACERO AISI A2 BAJO TRATAMIENTO TÉRMICO DE AUSTEMPERADO.

	Espesor de placa (nm)	Dureza (HV30)	Microdureza
A250	122 ± 8.5	801±36	Microdureza bainita
			1050±69
			Microdureza martensita
			844±27
A300	153 ± 1.4	598±7	Microdureza bainita
			681±2
			Microdureza martensita
			688±8

Los valores de dureza y microdureza están altamente asociados con los fenómenos presentados durante el tratamiento térmico, en los valores de dureza para las condiciones de 250°C y 300°C se evidencia que el isotérmico a 250°C exhibe una dureza mayor respecto al austemperado con isotérmico de 300°C, producto de la fracción mayor de martensita formada para el isotérmico más bajo, además, para esta condición se obtiene bainita más refinada lo que contribuye a este valor de dureza superior, más un efecto combinado de las microestructuras (martensita y bainita). Adicional a ello, como la martensita a la temperatura de 300°C sufre un revenido mayor, disminuye su contenido de carbono y la dureza decae para dicha condición, favoreciendo la tenacidad del material, por eso, posiblemente la muestra de 300°C será más tenaz respecto a la muestra de 250°C.

4) *Tratamiento de Q&P*

Para el tratamiento térmico de Q&P se tienen 4 condiciones (Q1: 170°C/250°C, Q2: 150°C/250°C, Q3: 170°C/300°C, Q4:150°C/250°C), la microestructura para el acero AISI A2 tratado térmicamente bajo condiciones de Q&P en general está formada por carburos dispersos en la matriz, bainita, martensita fresca, martensita revenida y austenita retenida.

Las morfologías de las estructuras generadas al aplicar el ciclo de Q&P en el acero A2 presentan una alta similitud, lo que hace difícil su identificación, mediante el empleo de reactivos tradicionales para uso metalográfico como el Nital. Sin embargo, cuando se emplean reactivos a color este proceso se facilita. En el siguiente análisis es indispensable tener en cuenta que la cuantificación de martensita a partir de la ecuación de KM (ecuación 1) arrojó valores de 39% y 24% para las temperaturas de quenching de 150°C y 170°C respectivamente.

La microestructura en la condición de 170°C/250°C se muestra en la figura 14, en ella se observa que la microestructura está compuesta por martensita fresca, martensita revenida, carburos, bainita y austenita retenida, aproximadamente la mitad de la estructura está compuesta de bainita y la mitad restante distribuida en las demás fases (martensita fresca y revenida, austenita retenida y carburos) dato que se corrobora con las micrografías de la figura 14.b y con la cuantificación realizada en la Tabla VII, con el uso del ataque con Beraha's (figura 14.b). Es importante recordar que el reactivo Beraha's presenta la facilidad de depositar color en las diferentes fases de la siguiente manera: la martensita fresca presenta una coloración amarilla, la martensita revenida una coloración café-rojiza, la bainita se visualiza en una coloración azul y los carburos permanecen inalterados presentando un excelente contraste; por otra parte, el nital ataca preferencialmente fases pobres en carbono, puesto que a mayor contenido de carbono mayor es la resistencia al ataque químico, caso aplicable a la martensita y austenita retenida, fases ricas en carbono dentro de la estructura objeto de estudio, de este modo la micrografía revelada con nital 2% (figura 14.a) permite diferenciar la fase bainítica (región oscura) de las microestructuras restantes demarcadas por una región clara, fenómeno que se debe a la preferencia que tiene el reactivo por atacar zonas de bajo contenido de carbono, sin embargo, este reactivo presenta una dificultad para revelar con detalle cada una de las microestructuras en el acero de herramientas AISI A2. El reactivo Hann, por su parte presenta una preferencia similar a la del reactivo nital de atacar fases de menor contenido de carbono, sin embargo, para facilitar la diferenciación se somete a un ciclo de envejecimiento posterior al ataque de la muestra lo que posibilita que el reactivo oxide la fase de mayor contenido de carbono (martensita) brindándole una coloración clara pero más visible (figura 14.c), además, se resaltan con mayor facilidad los carburos presentes en comparación con el Nital, debido al mejor contraste que se tiene con las diferentes fases identificadas, razón fundamental para visualizar mucho mejor los carburos. En este caso la QT es más alta (170°C) y se pueden apreciar islas de MA (martensita

+ austenita retenida) más grandes y la fracción de martensita revenida es levemente menor y esto se percibe en los resultados plasmados en la Tabla V.

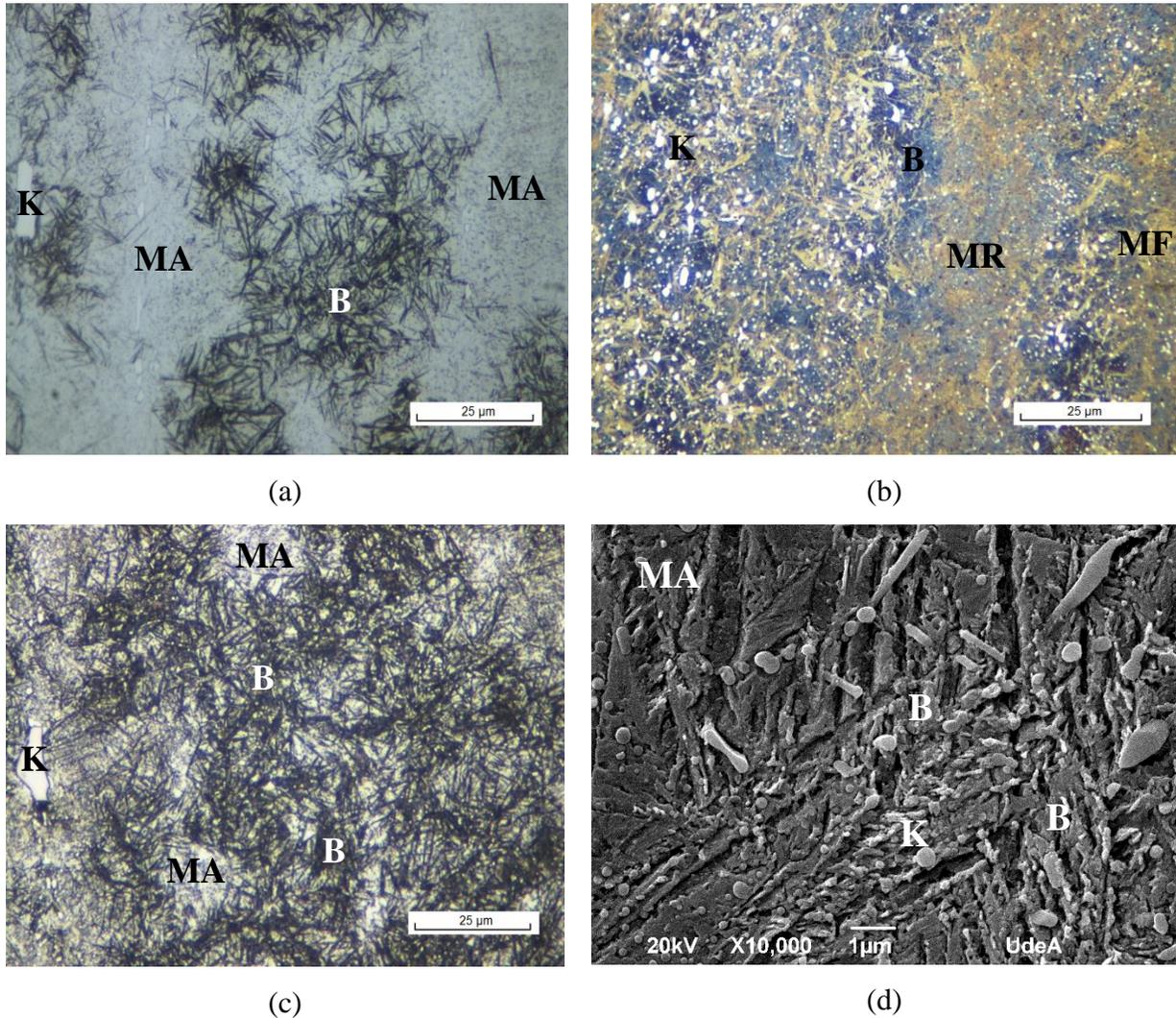
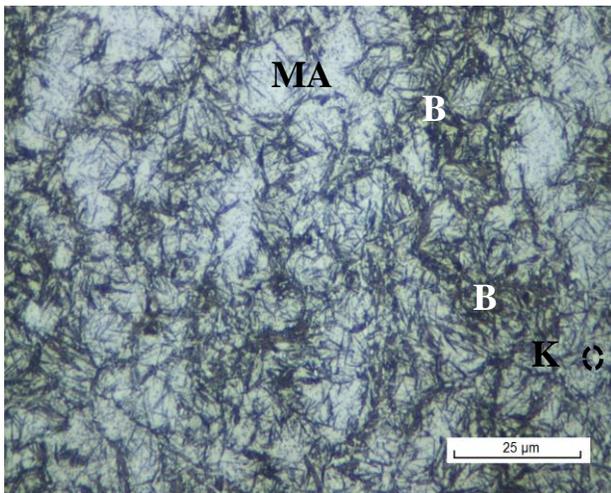


Fig. 14. Acero tratado térmicamente bajo condiciones de Q&P (170°C/250°C), atacado con: (a) Nital 2%. (b). Beraha's. (c). Hann. (d) Micrografía MEB. MR; Martensita revenida. MF: Martensita fresca. MA: Bloques de Martensita+austenita retenida. B: Bainita. K: Carburos.

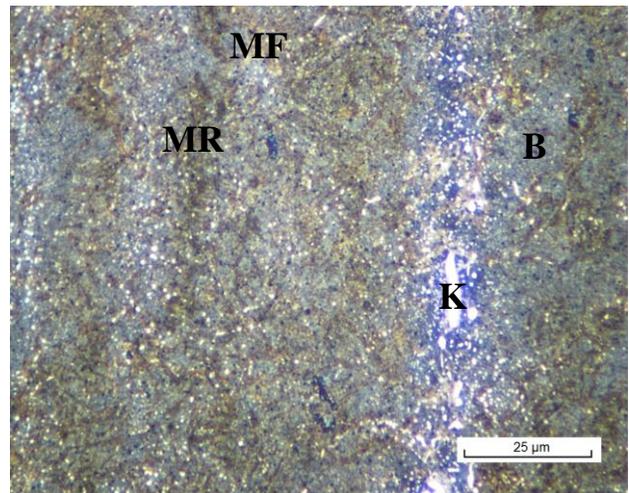
En la figura 14.d se muestra la micrografía MEB representativa de la microestructura, en la cual se identifica con mayor detalle las morfologías producto de aplicar el tratamiento térmico de Q&P en su condición de 170°C/250°C, la región demarcada con la letra K señala la morfología esferoidizada de los carburos, la región con la letra B señala la morfología bainítica, típica por mostrar forma de plumas y, finalmente, la región con las letras MA señala la región martensítica. Para este caso la bainita es inferior característica por formarse en las temperaturas a las cuales se ejecutan los tratamientos térmicos (250°C-350°C), y los fenómenos explicados y asociados

anteriormente se evidencian mucho mejor mediante esta técnica, entre más alta sea la temperatura de quenching se obtienen islas más pequeñas de MA (caso de la figura 14.d) en esta micrografía se dificulta la pre visualización de martensita revenida.

En la figura 15 se muestran las micrografías del acero tratado en la condición 150°C/250°C, en la cual la temperatura QT es más baja. Se observa que la microestructura está compuesta por bainita, carburos, austenita retenida, martensita revenida y martensita fresca, las cuales se encuentran en islas o bloques de MA más finas; si se observa la figura 15.a esta información puede ser corroborada, ya que se visualiza mejor la distribución de la bainita y dentro de esta fase regiones de MA (región blanca en la micrografía) más finas en comparación con las islas de MA de la figura 9.a, esta temperatura baja de QT también hará que la fracción de martensita revenida sea más alta en comparación con la temperatura de QT: 170°C, como se observan en los valores reportados para Q2 en Tabla VII, además según lo reportado en la literatura y lo hallado en la ecuación de KM al realizar la cuantificación de fases cuanto más bajo sea QT se tendrá mayor cantidad de martensita [38], este dato logra corroborarse con la cuantificación realizada sobre las muestras atacadas con el reactivo Hann (Tabla VIII).



(a)



(b)

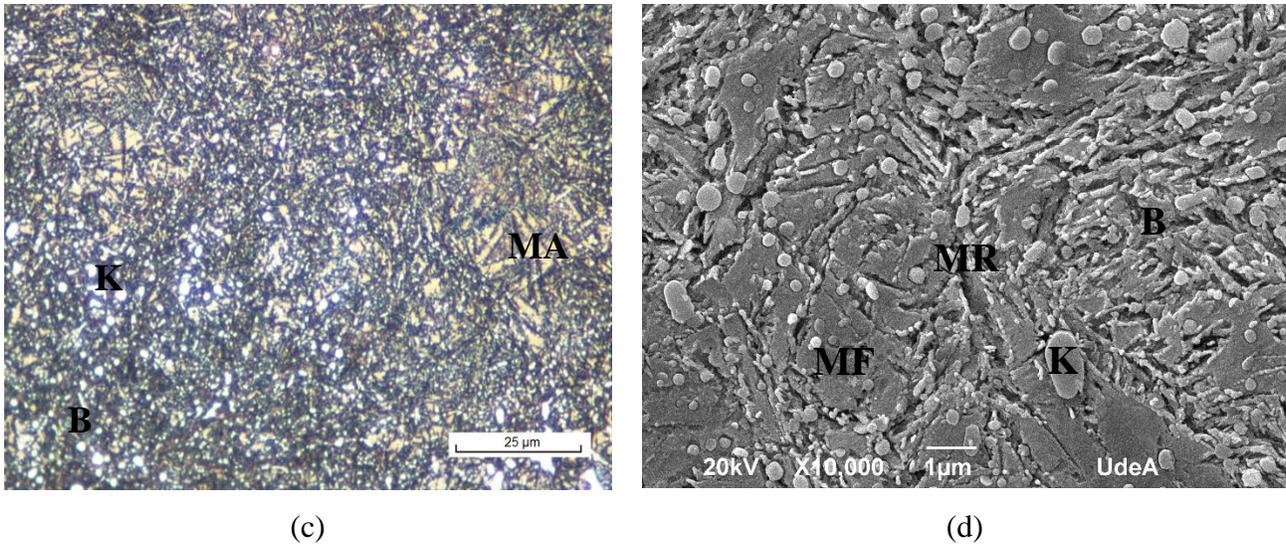


Fig. 15. Acero tratado térmicamente bajo condiciones de Q&P (150°C/250°C), atacado con: (a) Nital 2%. (b). Beraha's. (c). Hann. (d). Micrografía MEB. B: Bainita. MF: Martensita fresca. MR: Martensita revenida. MA: Bloques de martensita+austenita retenida. K: Carburos.

En la figura 15.d se muestra la micrografía MEB en la que identifica con facilidad las morfologías producto de aplicar el tratamiento térmico de Q&P (150°C/250°C), para este caso las regiones señaladas por la letra K evidencian la morfología esferoidizada de los carburos, la región con la letra B señala la morfología en forma de plumas de la bainita, la región con las letras MF identifica la región martensítica y finalmente, se aprecia martensita revenida (región denotada por las letras MR). Como en este caso puntual la temperatura de QT es más baja (150°C) las islas de MA tienden a ser más finas y logra apreciarse martensita revenida, situación que no se evidencia en la condición de 170°C/250°C.

En la figura 16 se muestran las micrografías para la condición 170°C/300°C, la microestructura consiste en martensita fresca, martensita revenida, austenita, bainita y carburos dispersos en la matriz. En la figura 17 se muestran las micrografías de la condición 150°C/300°C, la microestructura está compuesta de la misma manera que la condición 170°C/300°C, pero en diferentes proporciones como se presenta más adelante. En las condiciones 170°C/300°C y 150°C/300°C al presentar una temperatura de partición (300°C) mayor, se favorece la formación de bainita en mayor cantidad respecto a la temperatura de partición de 250°C, producto de los tiempos seleccionados, lo que da como resultado menor cantidad de martensita formada y por tanto

se favorece una mayor cantidad de bainita, estos resultados se discriminan en la Tabla VII para ambas condiciones; por su lado, para el reactivo Hann la cantidad de bainita es aproximadamente igual para ambas condiciones como se observa en la Figura 15.c y Figura 16.c, en la cual las regiones oscuras hacen referencia a la fase bainítica, dato que se corrobora en los resultados reportados en la Tabla VIII. En la figura 16.a se muestra la micrografía atacada con nital, la cual evidencia el mismo efecto que se presentó sobre el acero austemperado, en el cual la bainita puede distinguirse correctamente y donde no es fácil identificar las microestructuras restantes. Por su parte, la figura 16.b muestra el efecto del reactivo Beraha's sobre esta condición, donde la fase que presenta una coloración café – rojiza corresponde a la martensita revenida, la fase de coloración azul hace referencia a la fase bainítica, la fase de coloración amarilla corresponde a la martensita fresca y los carburos por su parte se contrastan muy bien con este reactivo y en las micrografías se resaltan por su color blanco. Por otro lado, el reactivo Hann envejecido ataca la fase bainítica con una coloración negra, como se muestra en la ilustración 16.c, y la martensita en coloración clara, adicionalmente, se observa que los carburos permanecen inalterados con este tipo de ataque, sin embargo, se presentan algunas zonas blancas que podrían ser austenita retenida, o agregado MA por el tipo de morfología (triangular) que presenta. Ambos reactivos (Beraha's y Hann) con sus coloraciones fueron reportados y estudiados del libro Metallography: Principles and practices [30]. En la figura 16.d se observa la micrografía MEB, la región designada con la letra K ilustra la morfología esferoidizada de los carburos, la región que se distingue con la letra B señala la morfología bainítica, que para este caso como en la condiciones anteriores también bainita es inferior, la región marcada con las letras MA señala los bloques de martensita (agregados MA = martensita + austenita retenida), el cual se presenta en una alta probabilidad en este tipo de aceros y bajo esta condición de tratamiento térmico, igual que en la condición de 150°C/250°C, la temperatura de partición para esta condición es más baja se obtienen islas más pequeñas de MA y se dificulta la pre visualización de martensita revenida.

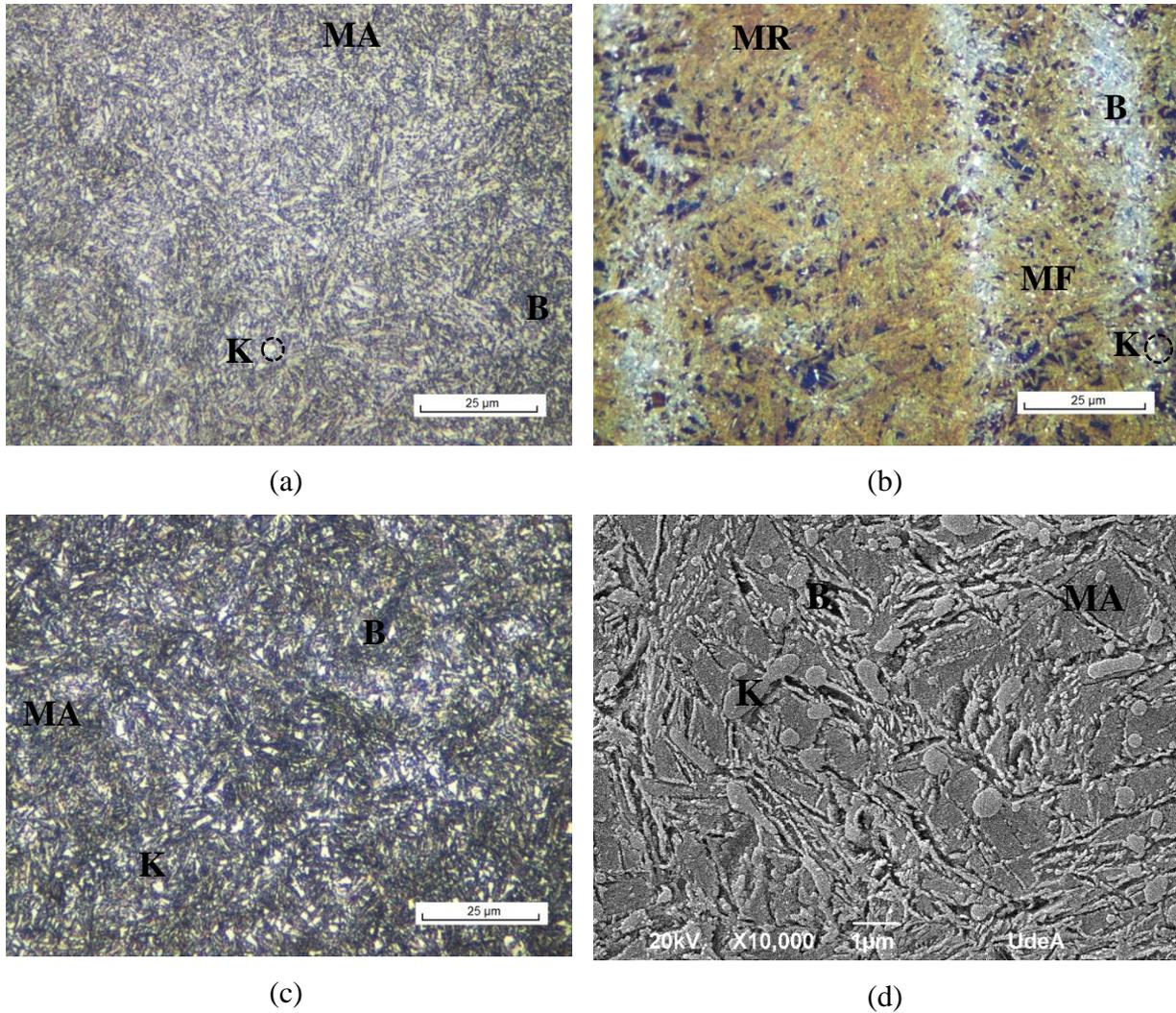


Fig. 16. Acero tratado térmicamente bajo condiciones de Q&P (170°C/300°C), atacado con: (a) Nital 2%. (b). Beraha's. (c). Hann. B: Bainita. MA: Bloques de martensita+austenita retenida. K: Carburos. MF: Martensita fresca. MR: Martensita revenida.

Las coloraciones ya mencionadas anteriormente aplican también para la condición de 150°C/300°C, sin embargo, el reactivo Beraha's presentó unas coloraciones diferentes para esta condición, la coloración azul sigue correspondiendo a la bainita formada, las regiones blancas harán referencia a los agregados de MA y la coloración café representa la martensita revenida, como en este caso la QT es menor (150°C) las islas o bloques de MA tendrán un tamaño mayor en comparación con las micrografías presentadas para la condición de 170°C/300°C (Figura 16a,b,c,d).

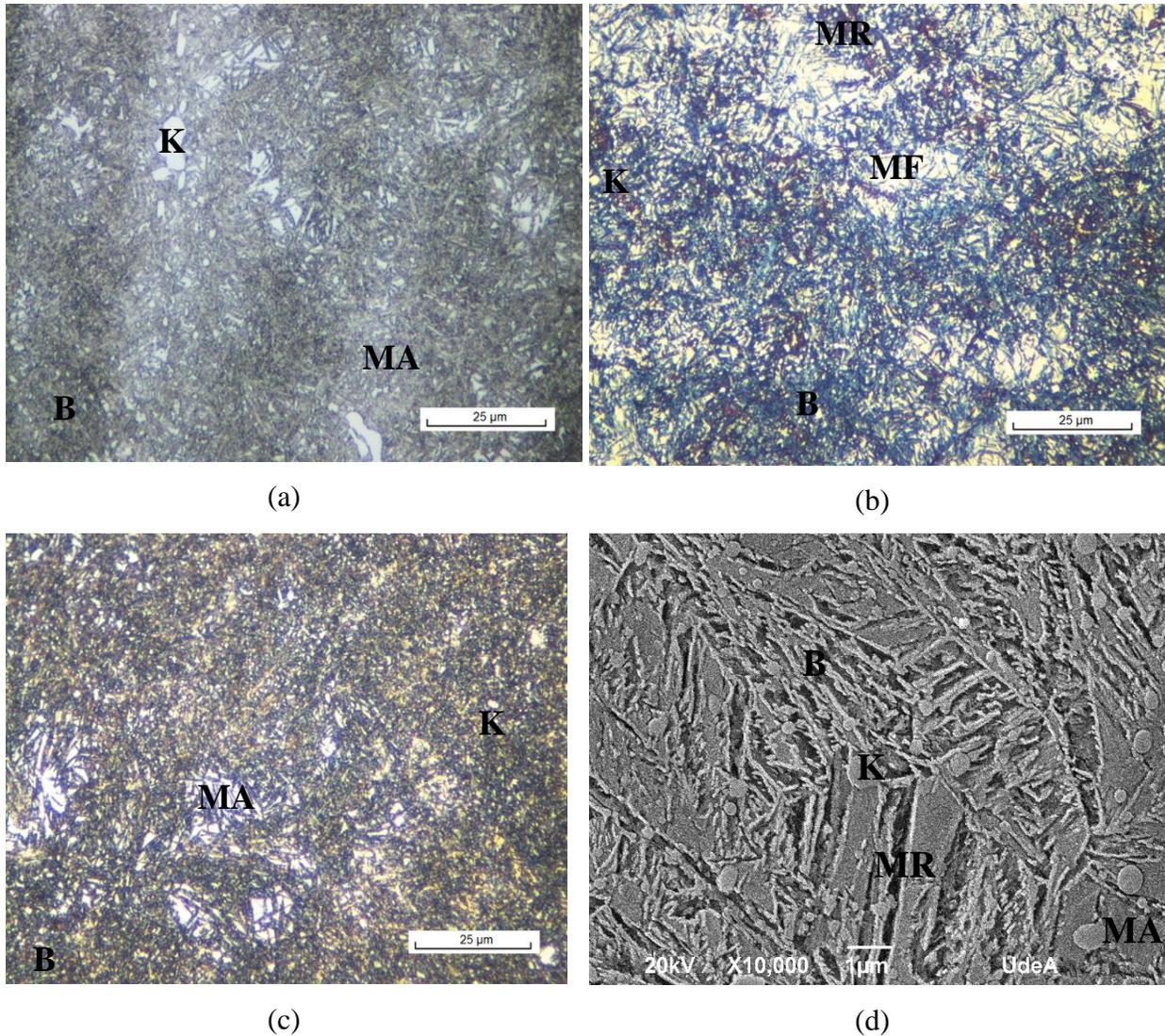


Fig. 17. Acero tratado térmicamente bajo condiciones de Q&P (150/300°C), atacado con: (a) Nital 2%. (b). Beraha's. (c). Hann. (d). Micrografía MEB. B: Bainita. K: Carburos. MR: Martensita revenida. MF: Martensita fresca. MA: Bloques de martensita+austenita retenida.

En la figura 17.d se ilustra la morfología con mayor detalle, las letras que señalizan las microestructuras tienen el mismo significado que para la condición de 150°C/250°C (figura 15.d) entre más alta sea la temperatura del isotérmico (300°C) se logra obtener con mayor facilidad bainita en la microestructura tal y como se aprecia en la figura 17.d; y como de QT es más baja (150°C) las islas de MA tienden a ser más finas y logra apreciarse martensita revenida.

La cuantificación de fases se recopila en las Tablas VII y VIII, del mismo modo que en el austemperado, el reactivo Beraha's permite diferenciar muy bien todas las fases y el reactivo Hann diferencia con mayor exactitud la bainita presente. Al comparar los valores de martensita experimentales con los calculados a partir de la ecuación de KM es posible ver que para las condiciones de 170°C/250°C y 150°C/250°C la suma de MR+MF arroja valores de 33.3% y 33.1% respectivamente, estos valores están cercanos y por debajo al valor teórico calculado (39%), en contraste vemos que las condiciones de 170°C/300°C y 150°C/300°C en el cual el valor teórico de martensita debía estar alrededor de 24% supera este valor para ambos casos, y el valor experimental está cercano a la fracción de 28.7 y 25% respectivamente, ambos resultados pueden estar relacionados con los gradientes químicos que presenta el acero producto de su línea de procesamiento mecánico, lo cual altera las cinéticas y cálculos teóricos de las microestructuras, además, en el calculo con la ecuación de KM se considera que después del tratamiento QT, en el isotérmico se completa la transformación bainítica, y posiblemente el tiempo del tratamiento en el isotérmico fue insuficiente y por eso transformó a martensita fresca después del ciclo PT, y aunque el valor no coincide con el teórico, coincide con la teoría de que a mayor temperatura de QT menor será la cantidad de martensita formada.

El porcentaje de carbono y austenita retenida global (distribuída en las microestructuras de martensita y bainita) para todas las condiciones exceptuando la condición de 150°C/300°C presenta un porcentaje de austenita retenida menor en comparación con los tratamientos térmicos de austemperado, este resultado radica en los niveles de movilidad del elemento C a las temperaturas de trabajo, lo cual modula la cinética de transformación en función de la estabilidad que se logra con las estructuras que se consolidan a través del proceso de transformación bainítica (PT – en el ciclo de Q&P). De otro lado, el %C es igual para las condiciones con la misma temperatura de QT; la austenita que no transforma durante el ciclo de QT se enriquece en más carbono durante la etapa de PT, logrando el mismo contenido que durante el austemperado según Tabla V. Para el tratamiento de 150°C/300°C como se tienen tiempos de PT prolongados posibilitan altas fracciones de bainita, que estará compuesta por ferrita bainítica y austenita retenida, lo que aumentará este porcentaje.

TABLA VII
CUANTIFICACIÓN DE FASES MUESTRA TRATADA TÉRMICAMENTE BAJO CONDICIONES DE Q&P
ATACADA CON BERAHA'S.

	K	MR	MF	B	A. R	%C(wt) A. R
170/250°C BH	7.7 ± 3.4	16 ± 7.1	17.3 ± 5.5	40.5 ± 5.6	18±3	0.9±0.12
150/250°C BH	4.5 ± 2.8	25.4 ± 4.7	7.4 ± 4.5	46.4 ± 2.8	16±3	0.8±0.12
170/300°C BH	3.2 ± 1.6	7.3 ± 3.0	21.4 ± 6.5	50.2 ± 6.6	18±3	0.9±0.12
150/300°C BH	3.5 ± 2.0	7.8 ± 2.4	17.2 ± 5.5	47.6 ± 6.7	24±3	0.8±0.12

TABLA VIII
CUANTIFICACIÓN DE FASES MUESTRA TRATADA TÉRMICAMENTE BAJO CONDICIONES DE Q&P
ATACADA CON HANN ENVEJECIDO

	K	M	B	A. R	%C
170/250°C HN	4.3 ± 2.6	41.7 ± 7.3	32.2 ± 9.0	18±3	0.9±0.12
150/250°C HN	5.4 ± 2.3	49.6 ± 4.4	28.2 ± 3.8	16±3	0.8±0.12
170/300°C HN	6.3 ± 2.8	38.4 ± 9.4	37.4 ± 8.3	18±3	0.9±0.12
150/300°C HN	6.4 ± 1.3	37.8 ± 3.2	31.7 ± 2.2	24±3	0.8±0.12

Determinar el espesor de la placa bainítica permite relacionar el efecto de la microestructura sobre las propiedades finales del material, el espesor de placa bainítica fue medido mediante la metodología descrita por García- Mateo et al., y reportado en la Tabla IX [31]. Se aprecia que para todas las condiciones de Q&P el espesor es menor en comparación con las condiciones de austemperado reportados en la Tabla VI, estos valores más finos repercutirán directamente en las propiedades mecánicas del material que serán analizadas en las tablas de dureza y microdureza.

TABLA IX
PROPIEDADES DEL ACERO AISI A2 BAJO CONDICIONES DE Q&P

	Espesor de placa (nm)	Dureza (HV30)	Microdureza	
170/250°C	75 ± 7	745±10	Microdureza bainita	862±21
			Microdureza martensita	787±35
150/250°C	102 ± 7	742±6	Microdureza bainita	848±15
			Microdureza martensita	800±16
170/300°C	97 ± 10	632±8	Microdureza bainita	722±12

			Microdureza martensita	666±6
			Microdureza bainita	880±30
150/300°C	70 ± 0.0007	732±7	Microdureza martensita	787±13

Los resultados de dureza y microdureza Vickers se muestran en la Tabla IX. En la tabla se observa que para los tratamientos térmicos de Q&P, 170°C/250°C, 150°C/250°C y 150°C/300°C presentan una dureza muy similar entre sí y valores muy cercanos a la muestra templada y revenida (Tabla III); la muestra 170°C/300°C presenta una dureza menor posiblemente por su temperatura de partición, a mayor temperatura las plumas de bainita son más gruesas lo que ayuda con una disminución en los valores de dureza, además al ser mayor la temperatura del PT la martensita atérmica se reviene de mayor manera, lo que suma a una pérdida mayor de dureza, además como su temperatura de QT es mayor (170°C) los bloques de MA presentan tamaños mayores en comparación con los bloques de MA formadas a temperaturas de QT menores (150°C) y cuando la microestructura presenta bloques más finos se ve reflejado en valores de dureza mayores.

La microdureza de la martensita es bastante cercana para los tratamientos térmicos de 170/250°C, 150/250°C, 150/300°C y A250 (Tabla VI), la similitud de las microdureza en las zonas martensíticas radica en que en el acero producto de Q&P la dureza la domina el efecto cooperativo de las martensitas producto de transformación (fresca y revenida) mientras que en el austemperado (A250) es una martensita fresca que por lo general se forma durante el enfriamiento hasta temperatura ambiente una vez finalizado el ciclo de austemperado, y queda siempre en morfología de bloque acompañado de austenita (bloques de MA), lo que ayuda a regular la dureza, y que sean tan similares a los obtenidos en la estructura producto del Q&P; las microdurezas de la martensita obtenidas en los tratamientos térmicos de Q3 y A3 (Tabla VI) son bastante similares, en primer lugar la temperatura del isotérmico es la misma para ambos y si se recurre a la Tabla V y la Tabla VII se encuentra que sus porcentajes de martensita y bainita son bastante semejantes y para este caso aplica lo explicado anteriormente del efecto cooperativo de las martensitas y el efecto de los bloques de MA.

VI. CONCLUSIONES

A partir de la combinación de métodos metalográficos tradicionales, de difracción de rayos X y de análisis de dureza fue posible establecer una secuencia de caracterización para el acero de herramienta AISI A2, sometido a tratamientos de austemperado y Q&P. En este sentido, la unión de las técnicas de caracterización por DRX, MO Y MEB, apoyadas en ataques químicos y por color: Beraha's y Hann envejecido, permitieron revelar y diferenciar la microestructura bainítica de la martensítica (atérmica y revenida), austenítica y de carburos presentes en el acero, gracias a los depósitos en color que se forma sobre cada fase con el reactivo Beraha's: azul bainita, café martensita y blanco austenita retenida y carburos. Lo cual genera la posibilidad de determinar cuantitativamente la cantidad relativa de cada fase en este tipo de aceros.

El reactivo Beraha's permitió identificar con mayor facilidad la martensita fresca de la martensita revenida, algo que no permiten los demás reactivos empleados. Adicionalmente atacó separadamente cada una de las fases presentes en la microestructura y brindó el mejor contraste con los carburos dispersos en la matriz. El reactivo Hann envejecido ataca de manera más eficiente la fase con menor contenido de carbono, en este caso, la bainita, separándola con una coloración oscura del resto de las fases constituyentes; y al ser envejecido aporta información de la fase martensítica total en el acero.

De acuerdo con este trabajo, las propiedades mecánicas dureza y microdureza, en aceros de herramientas, con estructura multifásica, están gobernadas por diversos factores. Dentro de los cuales, las temperaturas de QT y PT juegan un rol muy importante. Por lo tanto, su temperatura, y tiempo de sostenimientos son variables fundamentales. A QT más altos se obtiene menor cantidad de martensita y una fracción de bainita y austenita retenida mayor; a QT bajos ocurre lo contrario. A menores tiempos de sostenimiento en PT se logra maximizar la fracción de austenita retenida y bainita en detrimento de la martensita. Por su parte, tiempos de PT prolongados posibilitan altas fracciones de bainita, en caso de seleccionar un menor tiempo se promueve la formación de una estructura multifásica, de bainita, martensita, austenita retenida y carburos. En función de las fracciones que se logren entre fases duras y blandas, se optimizará la resistencia o la ductilidad del material.

REFERENCIAS

- [1] G. Aggen et al., *Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys*, vol. s7-II, no. 47. 1886.
- [2] F. N. Gallagher MF, Speer JG, Matlock DK, “Microstructure development in TRIP-sheet steels containing Si, Al, and P. [1] F. N. Gallagher MF, Speer JG, Matlock DK, ‘Microstructure development in TRIP-sheet steels containing Si, Al, and P.,’ Proc. 44 th Mech. Work. Steel Process. Conf., no. PA: ISS;” Proc. 44 th Mech. Work. Steel Process. Conf., no. PA: ISS; 2002., pp. 153-172., 2002.
- [3] L. Wang and J. G. Speer, “Quenching and Partitioning Steel Heat Treatment,” *Metallogr. Microstruct. Anal.*, vol. 2, no. 4, pp. 268–281, 2013, doi: 10.1007/s13632-013-0082-8.
- [4] J. G. Speer, F. C. Rizzo, D. K. Matlock, and D. V Edmonds, “The ‘Quenching and Partitioning’ Process: Background and Recent Progress 2. Background and Q & P Fundamentals,” vol. 8, no. 4, pp. 417–423, 2005.
- [5] E. A. Wilson and S. F. Medina, “Application of Koistinen and Marburger’s athermal equation for volume fraction of martensite to diffusional transformations obtained on continuous cooling 0-13%C high strength low alloy steel,” *Mater. Sci. Technol.*, vol. 16, no. 6, pp. 630–633, 2000, doi: 10.1179/026708300101508397.
- [6] I. De Diego-Calderón, M. Salib, N. Kabou, and A. Arlazarov, “Microstructure characterization of quenching and partitioning steels,” *Mater. Sci. Forum*, vol. 941 MSF, pp. 530–535, 2018, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.941.530.
- [7] M. Hillert, “On the definitions of paraequilibrium and orthoequilibrium gren,” vol. 50, pp. 697–699, 2004, doi: 10.1016/j.scriptamat.2003.11.020.
- [8] M. Hillert, “Reply to comments on “On the definition of paraequilibrium and orthoequilibrium,” vol. 52, pp. 87–88, 2005, doi: 10.1016/j.scriptamat.2004.08.026.
- [9] Aceros SISA, “Acero SISA A2,” pp. 11–12, 2012, [Online]. Available: <http://sisal.com.mx/pdf/Acero SISA S7.pdf>.
- [10] J. A. P. Patiño, “Tratamientos térmicos de los aceros,” *Univ. Autónoma Nuevo Leon. P. 1*, 1996, [Online]. Available: <http://libroelectronico.uaa.mx/capitulo-12-otras-vias/estructura-y-funcion-del.html>.

- [11] G. Parrish, *Carburizing: Microstructures and Properties*, ASM INTERN. ASM International, 1990.
- [12] G. L. Sharp, “ASM HANDBOOK: Heat Treating,” *ASTM Int.*, vol. 4, p. 2173, 1991, doi: 10.1201/9781315120577.
- [13] F. G. Caballero, “Very strong bainite,” vol. 8, pp. 251–257, 2004, doi: 10.1016/j.cossms.2004.09.005.
- [14] M. Hillert: “The Role of Interfacial Energy during Soloid State Phase Transformations” in *Thermodynamics and Phase Transformations, The Selected Works of Mats Hillert*, eds. J. Ågren, Y. Bréchet, C. Hutchinson, J. Philibert and G. Purdy, EDP Science, Les Ulis Cedex, France, 2006, p. 53.
- [15] U. Rigor, “Uddeholm rigor ®,” Uddeholm, pp. 1–12, 2015.
- [16] Y. Yang, Z. Chen, H. L. Qin, and Z. W. Han, “The new technology of preparation activated carbon from lignite”, vol. 483. 2014.
- [17] C. Caballero, Francisca and Miller, M, Garcia-Mateo, “Influence of transformation temperature on carbide precipitation sequence during lower bainite,” *Mater. Chem.*, vol. 146, pp. 50–57, 2014, doi: 10.1016/j.matchemphys.2014.02.041.
- [18] A. A. Gorni, “STEEL FORMING AND HEAT-TREATING HANDBOOK,” Socorro, Dec. 2019.
- [19] D. Kumar, K. Kumar, H. S. Payal, and K. K. S. Mer, “Mathematical modeling and analysis of productive aspects in Electro Discharge Machining of AISI A2 steel,” *Mater. Today, Proc.*, vol. 5, no. 11, pp. 24691–24701, 201, doi: 10.1016/j.matpr.2018.10.267.
- [20] L. Zhou, G. Tang, X. Ma, L. Wang, and X. Zhang, “Relationship between microstructure and mechanical properties of M50 ultra-high strength steel via quenching-partitioning-tempering process,” *Mater. Charact.*, vol. 146, no. October, pp. 258–266, 2018, doi: 10.1016/j.matchar.2018.10.009.
- [21] O. Ríos, J. Tobón, C. Serna, “Estudio de la evolución microestructural del acero AISI A2 sometido a tratamientos isotérmicos de Austemperado y Q&P,” *Revista Colombiana de materiales*, no. 15, pp. 106–112, 2020.
- [22] O. Ríos, “Determinación del comportamiento en fatiga y desgaste de un acero con bainita nanoestructurada libre de carburos en la capa carbo- austemperada y microestructura multifásica en el núcleo,” Universidad de Antioquia, 2020.

[23] ASTM International, “ASTM E562-11: Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count,” ASTM Int., no. C, pp. 1–7, 2011, doi: 10.1520/E0562-11.2.

[24] Jheison Andrés Tobón Aguirre, “Estudio de la evolución microestructural de los aceros de herramientas AISI A2 y D2 sometidos a tratamientos isotérmicos para aplicaciones de deformación en frío por impacto,” Universidad de Antioquia, 2022.

[25] F. G. Caballero, C. G. De Andrés, and C. Capdevila, “Application of dilatometric analysis to the study of solid-solid phase transformations in steels,” vol. 5803, no. February, 2002, doi: 10.1016/S1044-5803(02)00259-0.

[26] T. Sourmail and V. Smanio, “Determination of Ms temperature: methods, meaning and influence of the,” no. July 2016, 2013, doi: 10.1179/1743284713Y.0000000209.

[27] T. Domański and A. Bokota, “The numerical model prediction of phase components and stresses distributions in hardened tool steel for cold work,” *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 96–97, pp. 47–57, 2015, doi: 10.1016/j.ijmecsci.2015.03.013.

[28] Y. Wang, H. Geng, B. Zhu, Z. Wang, and Y. Zhang, “Carbon redistribution and microstructural evolution study during two-stage quenching and partitioning process of high-strength steels by modeling,” *Materials (Basel)*, vol. 11, no. 11, 2018, doi: 10.3390/ma11112302.

[29] ASTM International, “E3-11: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens 1,” ASTM Int., vol. I, pp. 1–12, 2011, doi: 10.1520/E0003-11.2.

[30] G. F. Vander, *Metallography: Principles and practices*. ASM International, 1999.

[31] C. Garcia-mateo et al., “Materials Characterization Analyzing the scale of the bainitic ferrite plates by XRD, SEM and TEM,” *Mater. Charact.*, vol. 122, pp. 83–89, 2016, doi: 10.1016/j.matchar.2016.10.023.

[32] ASTM INTERNATIONAL, “Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation E975-13.” pp. 1–7, doi: 10.1520/E0975-13.necessary.

[33] D.J. Dysom y B. Holmes, Effect of alloying additions on the lattice parameter of austenite, *J. Iron and Steel Inst.* 208 (1970) 469-474.

[34] ASTM INTERNATIONAL, “Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials 1 E92-82,” vol. 82, no. Reapproved 2003. pp. 1–9, 2015, doi: 10.1520/E0092-82R03E02.2.

[35] G. A. Fontalvo, R. Humer, C. Mitterer, K. Sammt, and I. Schemmel, “Microstructural aspects determining the adhesive wear of tool steels,” *Wear*, vol. 260, no. 9–10, pp. 1028–1034, 2006, doi: 10.1016/j.wear.2005.07.001.

[36] X. Jin “Quenching and Partitioning Heat Treatment: High- Strength, Low-Alloy,” no. June, 2016, doi: 10.1081/E-EISA-120051355.

[37] F. G. Caballero, “Aceros bainíticos avanzados: mecanismos de transformación y propiedades,” Universidad Complutense de Madrid, Facultad de Ciencias Químicas, 2013.

[38] M. J. Santofimia, L. Zhao, R. Petrov, C. Kwakernaak, W. G. Sloof, and J. Sietsma, “Microstructural development during the quenching and partitioning process in a newly designed low-carbon steel,” *Acta Mater.*, vol. 59, no. 15, pp. 6059–6068, 2011, doi: 10.1016/j.actamat.2011.06.014.

[39] D. G. Castillo, “Estudio de la conformabilidad en aceros AHSS y aceros de embutición,” *Cienc. los Mater. Ing. Metal.*, pp. 1–99, 2009.

[40] Y. M. LAJTIN, “X- TEMPLE Y REVENIDO,” in *Metalografía y Tratamientos Térmicos*, pp. 1–19.