



**UNIVERSIDAD
DE ANTIOQUIA**

**Caracterización microestructural del acero de herramienta tipo S sometido a
tratamientos isotérmicos de baja temperatura mediante técnicas
electroquímicas y microscópicas**

Jisel Yanine Ibargüen Lobo

Trabajo de grado presentado para optar al título de Ingeniero de Materiales

Asesor

Oscar Eduardo Ríos Diez, Doctor (PhD) en Ingeniería de Materiales

Universidad de Antioquia
Facultad de Ingeniería
Ingeniería de Materiales
Medellín, Antioquia, Colombia
2025

Cita	(Ibargüen Lobo, J, 2025)
Referencia	Ibargüen Lobo, J. (2025). <i>Caracterización microestructural del acero de herramienta tipo S sometido a tratamientos isotérmicos de baja temperatura mediante técnicas electroquímicas y microscópicas</i> [Trabajo de grado profesional]. Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia.
Estilo APA 7 (2020)	



Grupo de Investigación. Investigaciones Pirometalúrgicas y de Materiales (GIPIMME)
Sede de Investigación Universitaria (SIU).

Biblioteca Carlos Gaviria Díaz

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

Universidad de Antioquia - www.udea.edu.co

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

A lo largo de este proceso, he contado con la colaboración y apoyo de muchas personas, a quienes me gustaría expresar mi más sincero agradecimiento:

En primer lugar, quiero agradecer al profesor Oscar Eduardo Ríos por ser mi asesor y por brindarme la oportunidad de formar parte del grupo de investigación, así como por su constante apoyo y orientación en cada fase de este trabajo.

Agradezco al profesor Andrés Santacruz por su valiosa ayuda y apoyo académico, siempre dispuesto a compartir sus conocimientos y experiencia, los cuales fueron esenciales para mi desarrollo.

A mis compañeros del laboratorio, Cami, Vivi, Jhon, Alejo, Lucho y Albert, por su ayuda incondicional y su disposición para colaborar, lo cual hizo que cada desafío fuera más llevadero y que el ambiente de trabajo fuera siempre ameno.

A mis amigos de toda la vida, Leider y Jonnier, por estar siempre ahí, brindándome su apoyo y amistad en los momentos más difíciles, siempre creyendo en mí, y a los que hice en el camino, Sher, Juan, Mariana, Sergio y Santiago, por su compañía, apoyo y por añadir nuevas perspectivas a mi vida.

A mis padres, Eile y Carlos, por su amor, sacrificio y confianza inquebrantable. Gracias por enseñarme a perseverar y por estar siempre a mi lado en cada paso de este camino. Y especialmente, a mi mamá, que ha sido mi mayor apoyo y motivación. Su amor y confianza incondicional me han dado la fuerza para seguir adelante, y su guía ha sido fundamental en los momentos más difíciles. Gracias por ser la razón detrás de todo lo que soy y todo lo que he logrado.

A mis hermanas, Nana y Jadí, por su apoyo incondicional y por ser una fuente constante de inspiración y motivación.

Finalmente, a mis sobrinos, Thomas y Alicia, por su alegría y energía que siempre lograron alegrar mis días y darme fuerzas para seguir adelante.

A todos ustedes, mi más profundo agradecimiento.

Tabla de contenido

Resumen	10
Abstract	11
I. Introducción	12
II. Planteamiento del problema	14
III. Objetivos	15
IV. Marco teórico	16
A. Tratamiento de temple y partición (Q&P).....	17
B. Austemperado.....	19
C. Martensita.....	21
D. Martensita revenida	22
E. Bainita	24
F. Austenita retenida.....	25
G. Carburos	27
H. Ataque electroquímico y EP.....	28
V. Metodología	32
A. Revisión bibliográfica	32
B. Material de estudio	32
C. Dilatometría.....	34
D. Difracción de rayos X (DRX)	34
E. Tratamientos térmicos a nivel de laboratorio	35
1) Temple y partición (Q&P).....	35
2) Austemperado.....	36
F. Análisis microestructural.....	37
1) Ataque químico a color	37

a) Reactivo Nital al 2%:	37
b) Reactivo Berahas:.....	37
2) Electro pulido	38
3) Electro ataque	38
4) Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	38
G. Dureza	39
VI. Resultados y análisis	40
A. Dilatometría.....	40
B. Difracción de rayos X (DRX)	44
C. Análisis microestructural.....	46
D. Dureza	53
VII. Conclusiones	55
Referencias	56

Lista de tablas

Tabla I. Electrolitos utilizados para EP y EA en aceros herramienta.	30
Tabla II. COMPOSICIÓN QUÍMICA: ACERO DE HERRAMIENTA TIPO S MODIFICADO 1 (SM1)	33
Tabla III. COMPOSICIÓN QUÍMICA: ACERO DE HERRAMIENTA TIPO S MODIFICADO 2 (SM2)	33
Tabla IV. Cuantificación de martensita revenida en el SM1 y SM2.....	43
Tabla V. Cuantificación de austenita retenida en el SM1	45
Tabla VI. Cuantificación de las fases para el SM1.	52
Tabla VII. Durezas en hv30	54

Lista de figuras

Fig. 1 Esquema del tratamiento térmico de Q&P. Donde C_i , C_γ , C_m representan la cantidad de carbono en la aleación inicial, austenita y martensita respectivamente. QT y PT son la temperatura de temple y partición respectivamente [17].	18
Fig. 2 Esquema del tratamiento térmico de austemperado. Donde F: Ferrita, P: perlita, B: Bainita, TAT P: Temperatura de sostenimiento [19].	20
Fig. 3 Micrografías MEB de la microestructura de martensita en listones en estado temple (indicada con flechas blancas), observadas mediante imágenes electrones secundarios para: a) el acero con Nb, b) el acero con NbMo, mostrando los PAGs (límites representados con líneas discontinuas naranjas) y un límite de paquete (en rojo) [24]. Donde PAG: Grano austenítico previo (Por sus siglas en inglés - Prior Austenite Grain).	22
Fig. 4 Micrografías MEB de las muestras tratadas mediante el proceso Q&P (a) y mediante el proceso HDQP a temperaturas de temple de 200°C (b), 250°C (c), 300°C (d), 330°C (e) y 350°C (f) [25].	23
Fig. 5 Imágenes TEM en campo luminoso: (a) bainita superior obtenida a 500°C durante 1800s, acero AC-BS; (b) bainita inferior obtenida a 375°C durante 1800s, acero MC-BS; (c) bainita inferior obtenida a 375°C durante 1100s, acero MC-AS; (d) microestructura bainítica obtenida a 250°C durante 30h, acero AC-AS. Donde: MC (Medio carbono) = 0.30 % de C, AC (alto carbono) = 0.98 % de C, BS (bajo silicio) = 0.25 % de Si y AS (alto silicio) = 1.47 % de Si (% masa) [26].	25
Fig. 6 Micrografías electrónicas de barrido de electrones secundarios (MEB-SE) que muestran la morfología heterogénea de la austenita retenida, la fase más ligera, de un acero nanobainítico de composición química 1C-2.5 Si-0.75 Mn-0.5 Cr (% masa) y se trató isotérmicamente: (a) 250°C y (b) 350°C [26].	26
Fig. 7 Imagen MEB (contraste SE) que muestra la microestructura del acero para trabajo en frío de referencia X90CrMoV18 [28].	27
Fig. 8 La relación típica entre la densidad de corriente y el voltaje para el electropulido y electroataque [30].	29
Fig. 9 Mapa de contraste de bandas (BC) por EBSD de soldaduras de acero inoxidable dúplex FDX 27 tras: a) pulido mecánico (puntos no indexados: 6.6%) con presencia de rayaduras (flechas azules) y signos de deformación superficial, y b) pulido electrolítico (puntos no indexados: 3.6%). c) patrones que sugieren efectos de deformación inducida por el pulido mecánico y, d) un mapa BC de alta calidad obtenido tras el pulido electrolítico [31].	30
Fig. 10 Esquema del tratamiento de Q&P realizado.	36
Fig. 11 Esquema del tratamiento de austemperado realizado.	37

Fig. 12 Curvas dilatométricas que muestran la determinación experimental de las temperaturas críticas de transformación: (a) descripción de la determinación de Ac1 y Ac3 durante el calentamiento continuo del SM1; (b) descripción de la determinación de Ms durante el enfriamiento del SM1; (c) descripción de la determinación de Ac1 y Ac3 durante el calentamiento continuo del SM2; (d) descripción de la determinación de Ms durante el enfriamiento del SM2.....	41
Fig. 13 Dilatometrías. (a) Cambio relativo en la longitud con respecto a la temperatura simulando el austemperado para el SM1; (b) Cambio relativo en la longitud con respecto a la temperatura simulando el austemperado para el SM2; (c) Gráfico de nucleación y crecimiento simulando el austemperado para el SM1 y (d) Gráfico de nucleación y crecimiento simulando el austemperado para el SM2.	42
Fig. 14 Dilatometrías. (a) Cambio relativo en la longitud con respecto a la temperatura simulando el Q&P para el SM1; (b) Cambio relativo en la longitud con respecto a la temperatura simulando el Q&P para el SM2; (c) Gráfico de nucleación y crecimiento simulando el Q&P para el SM1 y (d) Gráfico de nucleación y crecimiento simulando el Q&P para el SM2.....	44
Fig. 15 Difractogramas del SM1(a) Q&P con tiempo de partición de 60 minutos; (b) Austemperado con tiempo de sostenimiento de 60 minutos.	45
Fig. 16 Micrografías del SM1 tras el tratamiento de austemperado a 300 °C con tiempos de sostenimiento de 30 y 60 minutos. Las imágenes (a–d) corresponden al tratamiento de 30 minutos y las (e–h) al de 60 minutos. Las técnicas de preparación y observación aplicadas son: (a, e) muestra electropulida y atacada con Nital al 2 %; (b, f) microscopía electrónica de barrido (MEB); (c, g) ataque con Nital al 2 % sin electropulido; y (d, h) ataque con reactivo de Beraha.....	48
Fig. 17 Micrografías del SM2 tras el tratamiento de austemperado a 300 °C con tiempos de sostenimiento de 30 y 60 minutos. Las imágenes (a–d) corresponden al tratamiento de 30 minutos y las (e–h) al de 60 minutos. Las técnicas de preparación y observación aplicadas son: (a, e) muestra electropulida y atacada con Nital al 2 %; (b, f) microscopía electrónica de barrido (MEB); (c, g) ataque con Nital al 2 % sin electropulido; y (d, h) ataque con reactivo de Beraha.....	49
Fig. 18 Micrografías del SM1 tras el tratamiento de Q&P con tiempos de sostenimiento de 30 y 60 minutos. Las imágenes (a–d) corresponden al tratamiento de 30 minutos y las (e–h) al de 60 minutos. Las técnicas de preparación y observación aplicadas son: (a, e) muestra electropulida y atacada con Nital al 2 %; (b, f) microscopía electrónica de barrido (MEB); (c, g) ataque con Nital al 2 % sin electropulido; y (d, h) ataque con reactivo de Beraha.	50
Fig. 19 Micrografías del SM1 tras el tratamiento de Q&P con tiempos de sostenimiento de 30 y 60 minutos. Las imágenes (a–d) corresponden al tratamiento de 30 minutos y las (e–h) al de 60 minutos. Las técnicas de preparación y observación aplicadas son: (a, e) muestra electropulida y atacada con Nital al 2 %; (b, f) microscopía electrónica de barrido (MEB); (c, g) ataque con Nital al 2 % sin electropulido; y (d, h) ataque con reactivo de Beraha.	51

Fig. 20 Gráfico voltaje vs densidad de corriente del SM2 después del tratamiento de Q&P con condiciones: QT= 150°C t= 20s, PT= 300°C t= 60 min.53

Fig. 21 Micrografías obtenidas por microscopia óptica del SM2 después del tratamiento de Q&P con condiciones: QT = 150 °C, t = 20 s; PT = 300 °C, t = 60 min, reveladas con EA con un tiempo de sostenimiento de: (a) 3 min; (b) 6 min.53

Resumen

El presente trabajo tuvo como objetivo principal evaluar la efectividad del electropulido (EP) y del electroataque (EA) como técnicas de preparación y revelado para la identificación de fases en aceros de herramienta tipo S modificados, tratados térmicamente mediante procesos de austemperado y temple y partición (Q&P – por sus siglas en inglés quenching and partition). Los aceros estudiados fueron modificados principalmente con variaciones en los contenidos de silicio (Si) y cromo (Cr). Inicialmente, mediante análisis dilatométricos, se determinaron las condiciones óptimas de tratamiento térmico, identificando claramente las temperaturas críticas de transformación (M_s , A_c1 y A_c3). Posteriormente, se emplearon condiciones controladas de EP, usando electrolitos específicos compuestos por ácido fosfórico, ácido sulfúrico y glicerina, así como tiempos variables de ataque; adicionalmente, se llevaron a cabo EA con soluciones ácidas basadas en ácido crómico al 10%. Las muestras fueron caracterizadas por microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (MEB) y difracción de rayos X (DRX), con el fin de correlacionar la morfología de las fases con los parámetros de preparación superficial. Los resultados evidenciaron que la técnica de EP permite eliminar eficazmente la deformación mecánica superficial, mejorando la calidad del ataque químico posterior. No obstante, se observaron limitaciones en muestras con alto contenido de martensita, debido a la elevada reactividad electroquímica de esta fase y a la segregación química inherente al material, lo que incrementó la heterogeneidad microestructural. Asimismo, el EA con ácido crómico mostró dificultades asociadas a la formación de capas de óxido superficial que impedían un revelado claro de las fases. En conjunto, se concluyó que el EP, complementado con ataque químico convencional, es una herramienta prometedora para mejorar la diferenciación de fases en aceros de herramientas tratados térmicamente, mientras que el EA requiere ajustes adicionales en sus parámetros operativos para una aplicación efectiva.

Palabras clave: Electropulido, Electroataque, Dilatometría, Aceros herramienta tipo S modificados, Tratamientos térmicos, Segregación química, Martensita, Austenita retenida, Microscopía electrónica de barrido.

Abstract

The main objective of this work was to evaluate the effectiveness of electropolishing (EP) and electroetching (EA) as preparation and revealing techniques for phase identification in modified S-type tool steels, thermally treated by austempering and quenching and partitioning (Q&P) processes. The steels studied were primarily modified with variations in silicon (Si) and chromium (Cr) content. Initially, dilatometric analysis was used to determine the optimal thermal treatment conditions, clearly identifying the critical transformation temperatures (M_s , A_{c1} , and A_{c3}). Subsequently, controlled EP conditions were applied using specific electrolytes composed of phosphoric acid, sulfuric acid, and glycerin, as well as varying etching times; additionally, EA was performed with acidic solutions based on 10% chromic acid. The samples were characterized by optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), and X-ray diffraction (XRD) to correlate phase morphology with surface preparation parameters. The results demonstrated that the EP technique effectively eliminates superficial mechanical deformation, improving the quality of the subsequent chemical etching. However, limitations were observed in samples with high martensite content due to the electrochemical reactivity of this phase and the inherent chemical segregation in the material, which increased microstructural heterogeneity. Furthermore, EA with chromic acid showed difficulties associated with the formation of superficial oxide layers that hindered clear phase revelation. In conclusion, it was determined that EP, complemented by conventional chemical etching, is a promising tool for improving phase differentiation in thermally treated tool steels, while EA requires additional adjustments in its operational parameters for effective application.

Keywords: Electropolishing, Electroetching, Dilatometry, Modified S-type tool steels, Thermal treatments, Chemical segregation, Martensite, Retained austenite, Scanning electron microscopy.

I. Introducción

En la industria metalúrgica y en particular en el ámbito de los aceros para herramientas, la optimización de las propiedades mecánicas y térmicas es crucial para garantizar un rendimiento superior en aplicaciones demandantes. El acero de la familia Tipo S, con modificaciones en el contenido de silicio —con el fin de evitar la precipitación excesiva de carburos de hierro durante los ciclos isotérmicos— y cromo —para mejorar los niveles de templabilidad y resistencia mecánica— es ampliamente utilizado en herramientas de corte y matrices, debido a su alta dureza y resistencia al desgaste [1]. Sin embargo, la mejora continua de sus propiedades mecánicas requiere un conocimiento profundo de su microestructura, especialmente después de la aplicación de tratamientos térmicos avanzados como el Q&P y el austemperado.

El tratamiento térmico de Q&P ha ganado atención en la última década por su capacidad para producir microestructuras complejas que combinan buenos niveles de resistencia mecánica y tenacidad [2]. Este tratamiento involucra un proceso de enfriamiento rápido (temple) realizado en el rango comprendido entre M_s (inicio de transformación martensítica) y M_f (final de transformación martensítica), seguido de un sostenimiento isotérmico o partición, lo que promueve la estabilización de la austenita retenida (AR) junto con la formación de fases duras como la martensita fresca (MF), la martensita revenida (MR) y la bainita (B). Sin embargo, la identificación precisa y diferenciación de estas fases, particularmente la MR y la B, presenta desafíos significativos debido a sus características morfológicas y composiciones similares [3], [4].

Por otro lado, el tratamiento térmico de austemperado también ha captado considerable interés en la industria metalúrgica por su capacidad para generar microestructuras que ofrecen una combinación adecuada entre resistencia y tenacidad. El austemperado consiste en un sostenimiento isotérmico en un rango de temperaturas específico (entre M_s y B_s – inicio de transformación bainítica), después de un calentamiento inicial en la región austenítica [5], [6]. Este proceso permite la formación de una microestructura compuesta por bainita, austenita retenida y carburos, lo que mejora significativamente las propiedades mecánicas del acero. Sin embargo, al igual que en el tratamiento de Q&P, la identificación precisa y la diferenciación de las fases presentes, especialmente la B y la AR, plantea desafíos técnicos [7].

En estudios previos realizados en el grupo de investigación GIPIMME (Grupo de Investigaciones Pirometalúrgicas y de Materiales) de la Universidad de Antioquia, se ha observado que la

identificación microestructural de las fases mencionadas en aceros tratados mediante Q&P y austemperado no se logra con facilidad utilizando técnicas convencionales [8]. Esto dificulta el ajuste preciso de los parámetros del tratamiento térmico y, por ende, la optimización de las propiedades del material.

La justificación de este proyecto radica en la necesidad de establecer técnicas de análisis microestructural más efectivas que permitan diferenciar con precisión las fases presentes en el acero de herramienta tipo S después de los tratamientos de Q&P y austemperado. Este conocimiento es fundamental para correlacionar las propiedades mecánicas obtenidas con la microestructura resultante, lo que a su vez contribuirá al desarrollo de aceros para la fabricación de herramientas con mejores características de desempeño.

Para abordar este desafío, se propone un enfoque combinado que incluye el uso de técnicas de MO y MEB, así como el desarrollo y aplicación de métodos de EA específicos para resaltar las diferencias microestructurales entre las fases de interés. El trabajo se llevó a cabo en varias etapas: primero, se realizaron tratamientos térmicos de Q&P y austemperado en muestras del acero de herramienta tipo S; luego, se aplicaron técnicas de análisis microestructural convencionales y de EA; finalmente, se evaluó la efectividad de estas técnicas para la identificación y diferenciación de las fases MR, MF, B y AR.

II. Planteamiento del problema

Los tratamientos térmicos de Q&P y austemperado han demostrado ser procesos eficaces para mejorar las propiedades mecánicas de los aceros, a partir de los cuales es posible obtener microestructuras complejas que pueden combinar fases como MF, MR, B y AR [7], [9]. Estas fases inducen cambios en algunas propiedades del material como la dureza, la tenacidad y la resistencia al desgaste de los aceros, características críticas para su aplicación en herramientas de corte y fabricación de matrices [6], [9]. Sin embargo, la correcta identificación y diferenciación de estas fases tras los tratamientos térmicos mencionados es un desafío considerable.

En aceros de herramientas, en particular los del tipo S, la MR y la B presentan características morfológicas y composicionales que dificultan su distinción a través de métodos de análisis microestructural convencionales [10]. La similitud en la apariencia bajo técnicas de microscopía estándar, así como las limitaciones en el contraste entre estas fases, impiden una evaluación precisa de la microestructura final. Esta incapacidad para diferenciar claramente las fases resulta en un conocimiento incompleto de la microestructura, lo cual dificulta la optimización del tratamiento térmico y, por ende, limita el potencial de mejora en las propiedades del material [11].

El problema que se abordará en este trabajo radica en la necesidad de validar técnicas de análisis microestructural que permitan identificar y diferenciar de manera precisa las fases MR, MF, B y AR en el acero de herramienta tipo S, tras ser sometido a tratamientos isotérmicos de baja temperatura. Este es un paso crítico para poder correlacionar las propiedades mecánicas con la microestructura resultante, lo que a su vez es fundamental para el diseño de aceros de herramientas con propiedades optimizadas.

Sin un método confiable, rápido y asequible para identificar estas fases, la optimización de los parámetros de los tratamientos térmicos se ve limitada, lo que podría afectar el desempeño de los aceros en aplicaciones industriales. Por ello, es fundamental establecer un método que permita distinguir las fases sin necesidad de implementar técnicas que pueden llegar a ser más costosas, garantizando así un equilibrio entre precisión, eficiencia y viabilidad económica.

III. Objetivos

A. Objetivo general

Establecer una ruta de caracterización microestructural que permita identificar las fases producto de aplicar tratamientos isotérmicos de Q&P y austemperado en el acero de herramienta tipo S.

B. Objetivos específicos

- Definir condiciones de tratamiento térmico de Q&P y austemperado para el acero de herramienta tipos S, que favorezca la formación de estructuras compuestas por martensita, austenita retenida y bainita.
- Caracterizar por medio de técnicas de microscopia y difracción de rayos X, las fases producto de ciclos isotérmicos de baja temperatura en el acero de herramienta tipo S.
- Evaluar el efecto de la preparación de muestras mediante técnicas electroquímicas en la caracterización de las fases producto de aplicar ciclos isotérmicos de baja temperatura en el acero de herramienta tipo S.

IV. Marco teórico

Los aceros de herramientas son aleaciones base hierro diseñadas para ofrecer una alta dureza, resistencia al desgaste y tenacidad, lo que los hace ideales para aplicaciones que implican cortar, formar, estampar y mecanizar materiales a distintas temperaturas [12]. Se clasifican principalmente en varias categorías en función de sus propiedades y aplicaciones específicas: aceros para trabajo en frío, aceros para trabajo en caliente, aceros de alta velocidad, aceros resistentes a los golpes y aceros para moldes.

Estos aceros pueden presentar una amplia gama de composiciones químicas, desde bajos contenidos de elementos aleantes hasta aquellos con altos contenidos de elementos de aleación. Sin embargo, una característica común, es su capacidad de mejorar sus propiedades mediante tratamientos térmicos, en particular el temple y el revenido, lo que representa una mejora significativa en sus prestaciones después de estos procesos [12].

Los aceros de herramientas se pueden fabricar utilizando procesos de fabricación tanto convencionales como modernos. Los métodos convencionales incluyen la fundición, la forja y el mecanizado, mientras que los métodos no convencionales implican técnicas como la fusión selectiva por láser (SLM por sus siglas en inglés - selective laser melting), la deposición directa de energía (DED por sus siglas en inglés - direct energy deposition) y la fusión selectiva por haz de electrones (SEBM por sus siglas en inglés - selective electron beam melting) [13]. Estos métodos avanzados permiten la producción de piezas con geometrías complejas y propiedades de material optimizadas.

Para mejorar sus características, los aceros de herramientas se someten a diversos tratamientos térmicos. Los tratamientos convencionales incluyen el temple y el revenido, mientras que los tratamientos no convencionales pueden incluir tratamientos isotérmicos de baja temperatura como el Q&P y el austemperado. El tratamiento de Q&P optimiza las propiedades mecánicas al estabilizar las microestructuras de MF, MR y AR, mientras que el austemperado forma una estructura bainítica (B) con buena tenacidad, en los casos en los que se inhibe la precipitación de carburos [5], [14]. Estos procesos tienen como objetivo maximizar el rendimiento de los aceros de herramientas en aplicaciones industriales exigentes.

En este apartado se abordará en detalle los fundamentos de los tratamientos de Q&P y austemperado, así como la formación y características de las principales fases producto, incluyendo

MF, MR, AR, B y carburos. Además, se analizarán las técnicas de preparación de muestras utilizadas para la posterior caracterización microestructural, con énfasis en métodos electroquímicos como el EP y el EA, los cuales optimizan la calidad superficial y facilitan la identificación de las fases en el microscopio óptico.

A. Tratamiento de temple y partición (Q&P)

El tratamiento isotérmico de baja temperatura Q&P es un proceso destinado a mejorar la relación resistencia-tenacidad en aceros avanzados de alta resistencia (AHSS por sus siglas en inglés - advance high-strength steel), en particular los aceros con plasticidad inducida por transformación (TRIP por sus siglas en inglés - transformation induced plasticity steel) y dúplex (DP por sus siglas en inglés - dual-phase) [14]. El proceso comienza con un temple, enfriando el acero desde la temperatura de austenización, la cual puede estar por encima de A_{c3} o A_{c1} , dependiendo de si se busca una austenización parcial o total, hasta una temperatura, denominada temperatura de temple (QT por sus siglas en inglés - quenching temperature), que se encuentra entre la temperatura de inicio de la martensita M_s y M_f (ver figura 1). Dentro de este rango, parte de la austenita se transforma en MF a través de una transformación displaciva, donde los átomos de hierro se reorganizan en una estructura tetragonal centrada en el cuerpo sin que se produzca ninguna difusión de carbono[14]. En consecuencia, la MF formada durante esta etapa inicial está sobresaturada con carbono.

La determinación de M_s es clave para predecir la fracción de martensita formada en un proceso de enfriamiento. Una de las formas más utilizadas para modelar la evolución de la fracción de martensita es la ecuación de Koistinen y Marburger (KM), que describe la relación entre la temperatura y el porcentaje de transformación martensítica mediante la Ecuación 1 [15], [16].

$$f = 1 - e^{\alpha(M_s - QT)} \quad \text{(Ecuación 1)}$$

Donde f es la fracción de martensita formada, QT es la temperatura de temple, M_s es la temperatura de inicio de la martensita y α es un parámetro empírico que depende de la composición química del acero. Este modelo es ampliamente utilizado para predecir la fracción de martensita remanente en aceros tratados térmicamente y ha demostrado ser útil en procesos como Q&P.

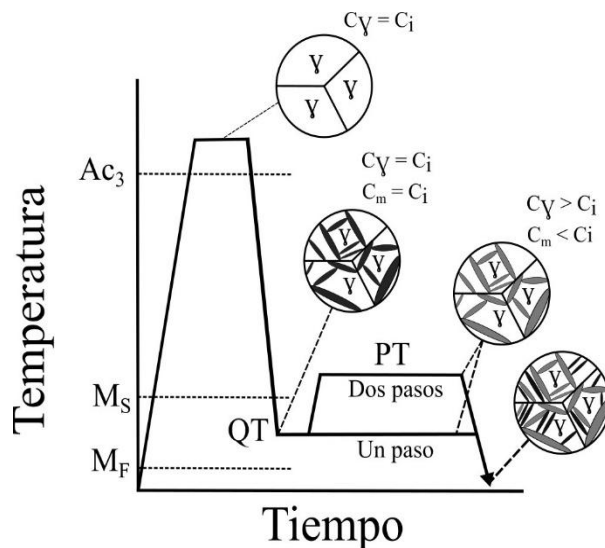


Fig. 1 Esquema del tratamiento térmico de Q&P. Donde C_i , C_γ , C_m representan la cantidad de carbono en la aleación inicial, austenita y martensita respectivamente. QT y PT son la temperatura de temple y partición respectivamente [17].

Después del enfriamiento controlado, el acero se somete a una etapa de partición a una temperatura que puede ser igual a la temperatura QT en un proceso de un solo paso, o mayor a QT o a M_s en un proceso de dos pasos, denominada temperatura de partición (PT por sus siglas en inglés - partitioning temperature). Durante esta etapa, el carbono se difunde desde la MF hacia la austenita metaestable [17]. Este proceso de partición de carbono estabiliza la austenita al aumentar su contenido de carbono, lo que evita que se transforme en MF durante las etapas de enfriamiento posteriores. Sin embargo, la parte de la austenita que no se logra estabilizar durante la partición se transforma en MF, mientras que la MF que pierde carbono durante la partición se denomina MR. El fenómeno físico clave en esta etapa es la difusión atómica del carbono, que migra dentro de la microestructura. Si el material posee un alto contenido de elementos como el silicio o el aluminio, este movimiento puede ocurrir sin la formación de carburos, ya que estos elementos inhiben la precipitación de estos [17].

Un concepto importante dentro de la teoría de partición del carbono es el paraequilibrio restringido (CPE por sus siglas en inglés - constrained paraequilibrium). Se refiere a una condición en la que se produce la difusión del carbono entre la martensita y la austenita retenida sin una redistribución significativa de átomos sustitucionales [18]. En este estado, el enriquecimiento de carbono en la austenita ocurre sin formación de carburos, lo que contribuye a su estabilidad y garantiza su presencia en la microestructura final.

El tratamiento de Q&P produce una microestructura que consiste en una matriz de MR junto con una fracción de AR y MF. Es posible que la presencia de austenita retenida (AR) mejore la tenacidad del material, al mismo tiempo que permite que la martensita revenida (MR) conserve su elevada resistencia mecánica [14]. En el caso de un tratamiento Q&P en dos pasos realizado a temperaturas por encima de la M_s , también puede formarse B. Esta combinación de fases logra un equilibrio óptimo entre resistencia mecánica y tenacidad, lo que permite que el acero absorba eficazmente la energía sin comprometer su integridad estructural. Estas características los hacen ideales para aplicaciones exigentes en industrias como la automotriz.

B. Austemperado

El tratamiento de austemperado es un proceso diseñado para mejorar la resistencia mecánica y la tenacidad del acero al obtener una microestructura bainítica en lugar de martensita. El proceso comienza con el calentamiento del acero hasta la temperatura de austenización, asegurando la transformación completa o parcial de la microestructura en austenita, dependiendo de la composición del material y los requerimientos específicos de la aplicación (ver figura 2). Posteriormente, el acero es enfriado rápidamente hasta una temperatura intermedia, por encima de M_s , pero dentro del rango en el que la transformación bainítica puede ocurrir [19]. Este enfriamiento suele realizarse en un baño de sales fundidas, que actúa como medio de temple y permite una transferencia térmica rápida y uniforme, evitando gradientes térmicos pronunciados en la pieza [20]. La temperatura de austemperado varía según la composición del acero y el uso final de la pieza, pero en el caso de los aceros para herramientas, suele estar entre 250°C y 400°C [5]. Sin embargo, estos valores pueden ser mayores o menores dependiendo de la composición química del material, ya que la presencia de ciertos elementos de aleación puede influir en la cinética de transformación bainítica y en la estabilidad de la austenita retenida.

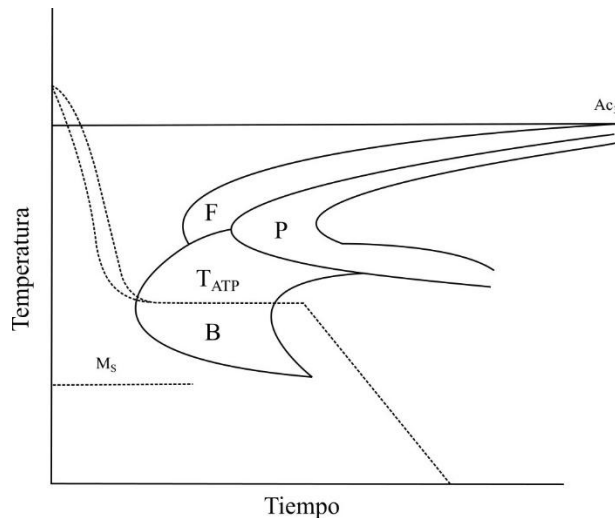


Fig. 2 Esquema del tratamiento térmico de austemperado. Donde F: Ferrita, P: perlita, B: Bainita, T_{ATP}: Temperatura de sostenimiento [19].

Una vez alcanzada la temperatura intermedia, el acero se mantiene a esta temperatura durante un tiempo suficiente para que ocurra la transformación de la austenita en B. Durante esta etapa isotérmica, el fenómeno físico clave es la transformación bainítica, la cual ocurre mediante un mecanismo de crecimiento displacivo de las placas de ferrita, acompañado de una redistribución del carbono dentro de la microestructura. En este proceso, la B se forma a partir de la austenita sin la difusión de átomos sustitucionales, lo que la distingue de otras transformaciones difusivas [21]. A medida que se forma la B, el carbono difunde hacia la austenita circundante, aumentando su estabilidad. En aceros con altos contenidos de elementos como el silicio o el aluminio, la precipitación de cementita se retrasa, permitiendo la obtención de una microestructura bainítica libre de carburos, lo que mejora la tenacidad del material [5].

El producto final del tratamiento de austemperado depende de la composición química, así como del tiempo y la temperatura de sostenimiento. Si el tiempo de sostenimiento es insuficiente, pueden coexistir fases como MF y AR, junto con B. En contraste, si el tiempo de sostenimiento es adecuado, se obtiene una microestructura predominantemente bainítica, caracterizada por una distribución homogénea de ferrita bainítica y AR. Sin embargo, esto solo ocurre si hay suficiente contenido de silicio y/o aluminio, elementos que inhiben la precipitación de carburos. En ausencia de estos elementos de aleación, no se logra estabilizar la austenita, y en su lugar precipitan carburos, cuya distribución depende de si se trata de bainita superior o bainita inferior. Dependiendo de la temperatura de sostenimiento, se puede obtener una mezcla de bainita superior (formada

típicamente para aceros de herramientas entre 350°C y 400°C, caracterizada por ser más gruesa y menos resistente) o bainita inferior (formada usualmente para aceros de herramientas entre 250°C y 350°C, más fina y resistente) [22]. Esta combinación de fases mejora la tenacidad del material en comparación con estructuras totalmente martensíticas. Además, el austemperado minimiza las distorsiones dimensionales que suelen presentarse en los tratamientos convencionales de temple y revenido, reduciendo la necesidad de procesos de rectificación posteriores y optimizando la estabilidad dimensional de los componentes tratados [20].

A partir de este punto, se dejarán de tratar los aspectos específicos de los tratamientos térmicos para centrarse en la descripción de las principales fases resultantes de estos procesos.

C. Martensita

La transformación martensítica es un fenómeno caracterizado por un cambio estructural de la austenita en martensita sin que ocurra difusión atómica apreciable y se da entre M_s y M_f . Este proceso ocurre de manera displaciva, lo que significa que los átomos de hierro se reorganizan de manera coordinada en una nueva estructura sin la necesidad de difusión de carbono u otros elementos intersticiales [23]. La transformación se produce a altas velocidades y es impulsada por una fuerza motriz térmica o mecánica que genera un cambio en la disposición cristalina del material.

Desde el punto de vista morfológico, la martensita adopta diferentes formas dependiendo de la composición del acero y las condiciones de transformación. En los aceros hierro-carbono, la martensita presenta una estructura tetragonal centrada en el cuerpo (BCT), debido a la sobresaturación de carbono en la red cristalina. La morfología de la martensita suele manifestarse en placas delgadas o en forma de listones, con una disposición característica que puede depender de la densidad de apilamiento y de la energía de falla de apilamiento del material (ver figura 3) [23], [24]. Ópticamente, la martensita se observa como una red de estructuras aciculares que atraviesan el grano original de austenita, formando patrones entrelazados que pueden parecer una estructura en aguja o en láminas finas. En aceros con alto contenido de carbono, las placas de martensita tienden a ser más delgadas y abundantes debido a la mayor distorsión de la red cristalina causada por la sobresaturación de carbono. En contraste, en aceros con menor contenido de

carbono, la martensita adopta una morfología de listones más gruesos y menos densamente distribuidos dentro del grano austenítico [23].

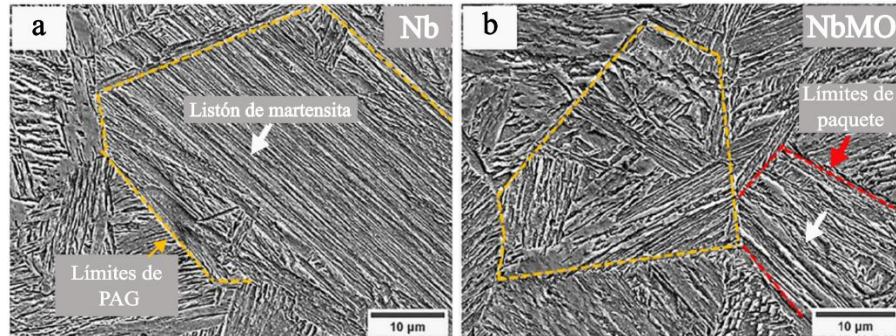


Fig. 3 Micrografías MEB de la microestructura de martensita en listones en estado temple (indicada con flechas blancas), observadas mediante imágenes electrones secundarios para: a) el acero con Nb, b) el acero con NbMo, mostrando los PAGs (límites representados representados con líneas discontinuas naranjas) y un límite de paquete (en rojo) [24]. Donde PAG: Grano austenítico previo (Por sus siglas en inglés - Prior Austenite Grain).

Las características de la fase martensítica incluyen una alta dureza y resistencia mecánica, pero también una menor tenacidad en comparación con otras microestructuras. Esta fase es metaestable a temperatura ambiente y su estabilidad depende de la cantidad de carbono retenido y de la presencia de tratamientos térmicos posteriores, como el revenido. En aleaciones con baja energía de falla de apilamiento, la nucleación de la martensita puede ocurrir directamente a través de defectos como fallas de apilamiento, sin la necesidad de mecanismos de deformación previos [23]. Además, en ciertos sistemas, la transformación martensítica puede ser termoelástica o semi-termoelástica, lo que implica la posibilidad de reversibilidad parcial o total de la transformación bajo determinadas condiciones térmicas y mecánicas.

D. Martensita revenida

La MR es el resultado de un tratamiento térmico diseñado para mejorar la tenacidad y ductilidad de la martensita formada tras el temple, reduciendo su fragilidad sin perder significativamente su resistencia mecánica. Durante el revenido, el acero es calentado a temperaturas moderadas, permitiendo que la microestructura experimente cambios controlados. El fenómeno físico clave en este proceso es la difusión del carbono desde la martensita sobresaturada hacia defectos cristalinos y la precipitación de carburos finamente dispersos. Esta redistribución del carbono alivia las

tensiones internas generadas durante la transformación martensítica, reduciendo la fragilidad del material y mejorando su estabilidad térmica y mecánica. En el proceso de Q&P, la MR se forma cuando la MF pierde carbono durante la etapa de partición (ver figura 4). Esta martensita experimenta un revenido parcial debido a la difusión del carbono hacia la austenita metaestable, modificando sus propiedades mecánicas y su estabilidad térmica [25].

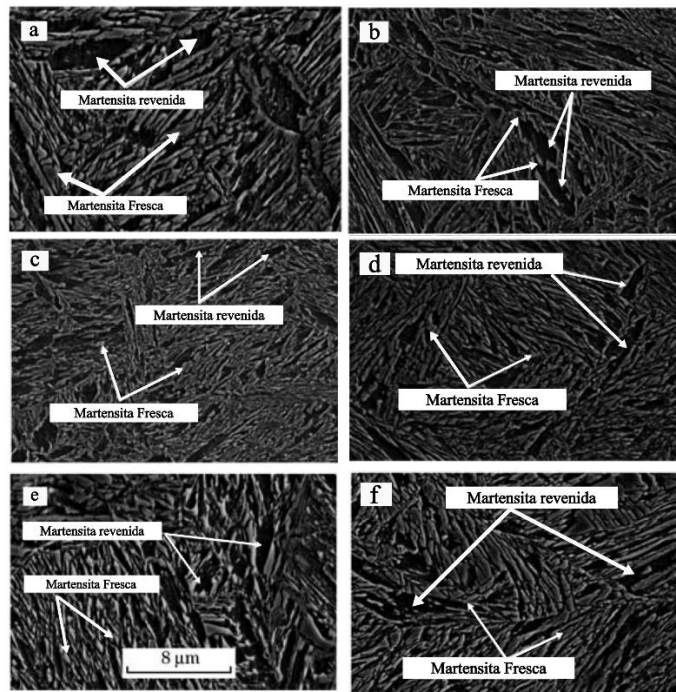


Fig. 4 Micrografías MEB de las muestras tratadas mediante el proceso Q&P (a) y mediante el proceso HDQP a temperaturas de temple de 200°C (b), 250°C (c), 300°C (d), 330°C (e) y 350°C (f) [25].

Desde el punto de vista morfológico, la MR muestra una evolución significativa en comparación con la MF. Inicialmente, la estructura tetragonal centrada en el cuerpo (BCT) de la martensita se relaja progresivamente hacia una configuración más cercana a la estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC) a medida que el carbono se difunde y precipita en forma de carburos. Bajo el microscopio, la microestructura presenta una disminución en la densidad de dislocaciones y una distribución homogénea de partículas de carburos, las cuales pueden formarse en los límites de los listones de martensita o en su interior. En el caso del tratamiento Q&P, la MR puede presentar una morfología refinada debido a la combinación del enfriamiento y la partición del carbono, lo que

puede resultar en una distribución de carburos más uniforme y una mayor estabilidad de la AR [25].

Las características de la MR incluyen un equilibrio mejorado entre resistencia y ductilidad, con una notable reducción en la fragilidad en comparación con la martensita sin tratar. La presencia de carburos dispersos contribuye al refuerzo del material, proporcionando resistencia al desgaste y estabilidad térmica, especialmente en aceros diseñados para aplicaciones a alta temperatura. En el tratamiento Q&P, la MR desempeña un papel clave en la optimización de la resistencia y tenacidad del acero, ya que su microestructura influye en la estabilidad de la AR y en la respuesta mecánica del material durante su uso [25].

E. Bainita

La bainita es una microestructura compleja que se forma en aceros cuando la austenita se transforma a temperaturas intermedias, entre B_s y M_s . Su formación ocurre por un mecanismo de crecimiento displacivo de las placas de ferrita, lo que significa que los átomos sustitucionales se reorganizan de manera coordinada sin difusión apreciable, mientras que el carbono se redistribuye en la austenita residual. Este fenómeno de transformación incompleta limita la cantidad de bainita que puede formarse a una temperatura dada, ya que la concentración de carbono en la austenita se estabiliza antes de alcanzar el equilibrio termodinámico [26].

Desde el punto de vista morfológico, la bainita se clasifica comúnmente en bainita superior y bainita inferior. La bainita superior, también conocida como bainita plumosa, se forma a temperaturas más altas y consiste en agregados de placas de ferrita separadas por carburos dispuestos en capas continuas o en matrices de partículas. En contraste, la bainita inferior se forma a temperaturas más bajas y se distingue por la presencia de lajas o placas de ferrita con carburos dispersos dentro de su estructura, generalmente alineados en ángulos característicos respecto al eje de crecimiento (ver figura 5) [26].

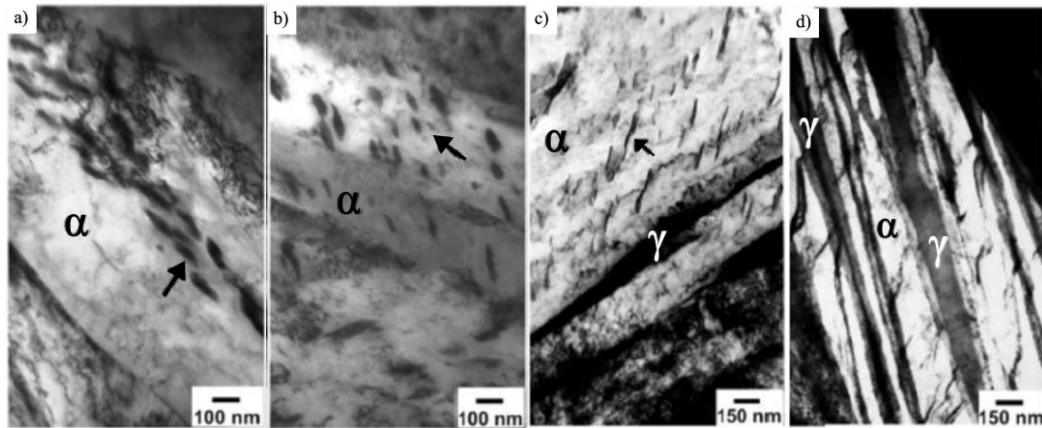


Fig. 5 Imágenes TEM en campo luminoso: (a) bainita superior obtenida a 500°C durante 1800s, acero AC-BS; (b) bainita inferior obtenida a 375°C durante 1800s, acero MC-BS; (c) bainita inferior obtenida a 375°C durante 1100s, acero MC-AS; (d) microestructura bainítica obtenida a 250°C durante 30h, acero AC-AS. Donde: MC (Medio carbono) = 0.30 % de C, AC (alto carbono) = 0.98 % de C, BS (bajo silicio) = 0.25 % de Si y AS (alto silicio) = 1.47 % de Si (% masa) [26].

Las características de la bainita dependen de su morfología y del contenido de carbono en la austenita retenida. La presencia de carburos en la bainita superior puede reducir su ductilidad, mientras que la bainita inferior, con una distribución más fina de carburos, presenta una mayor resistencia y tenacidad. En aceros con elementos como silicio y aluminio, que inhiben la formación de cementita, es posible obtener bainita “libre de carburos”, lo que mejora la resistencia a la fatiga y al impacto. Además, la estabilidad térmica de la bainita y su resistencia a la deformación plástica la hacen adecuada para aplicaciones estructurales y de desgaste severo [26].

F. Austenita retenida

La AR es una fase metaestable presente en la microestructura de los aceros después de ciertos tratamientos térmicos, como el austemperado y el Q&P. Su formación y estabilidad dependen de la concentración de carbono en la fase austenítica y de la velocidad de enfriamiento. Durante el enfriamiento, la austenita puede transformarse completamente en martensita, pero si el contenido de carbono es lo suficientemente alto, una fracción de esta austenita se estabiliza y permanece sin transformarse [26]. Este fenómeno ocurre porque el aumento en la concentración de carbono desplaza la M_s a valores más bajos, evitando que la transformación se complete a temperatura ambiente.

Desde el punto de vista morfológico, la AR puede presentarse en diferentes formas dependiendo del tratamiento térmico y la composición química del acero. Generalmente, la austenita retenida se encuentra en forma de láminas delgadas entre las subunidades de ferrita bainítica o como bloques más gruesos separados de la matriz bainítica. Si bien esta morfología es característica de la transformación bainítica, también resulta relevante para la transformación martensítica en procesos como el temple y partición (Q&P), donde la estructura final combina martensita y austenita retenida. (ver figura 6) [26]. Su distribución y tamaño influyen en las propiedades mecánicas del material. En aceros nanobainíticos, por ejemplo, la austenita retenida aparece como una fase más ligera en las micrografías electrónicas de barrido, lo que indica su dispersión dentro de la microestructura [26].

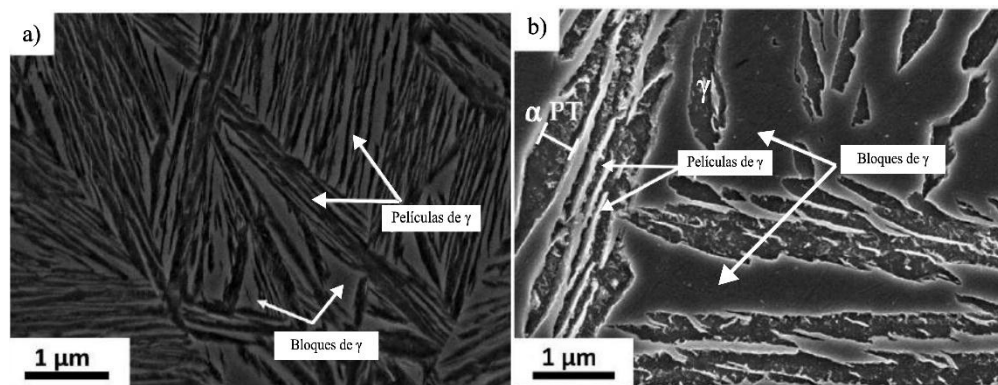


Fig. 6 Micrografías electrónicas de barrido de electrones secundarios (MEB-SE) que muestran la morfología heterogénea de la austenita retenida, la fase más ligera, de un acero nanobainítico de composición química 1C-2.5 Si-0.75 Mn-0.5 Cr (% masa) y se trató isotérmicamente: (a) 250°C y (b) 350°C [26].

Las características mecánicas de la austenita retenida están directamente relacionadas con su estabilidad y contenido de carbono. Cuando es mecánicamente estable, puede soportar deformación sin transformarse en martensita, contribuyendo a la tenacidad del material. Sin embargo, en condiciones de tensión elevada, la AR puede transformarse en martensita a través del efecto TRIP, lo que mejora la resistencia del material y su capacidad de absorción de energía [14]. La estabilidad de la austenita retenida es un factor clave en el diseño de aceros avanzados, ya que su presencia puede optimizar el balance entre resistencia y tenacidad, además de mejorar el desempeño frente a fenómenos de fatiga y desgaste.

G. Carburos

Los carburos en aceros tratados mediante el proceso de Q&P desempeñan un papel fundamental en la estabilidad microestructural y en las propiedades mecánicas del material. Durante la etapa de partición, el carbono presente en la martensita sobresaturada puede difundir hacia la austenita, contribuyendo a su estabilización. Sin embargo, esta difusión compite con la precipitación de carburos, lo que puede limitar la cantidad de carbono disponible para la estabilización de la austenita retenida [27]. En el caso del tratamiento de austemperado, la precipitación de carburos depende de la temperatura y del tiempo de sostenimiento. En aceros con alto contenido de silicio o aluminio, la formación de carburos puede suprimirse, promoviendo la estabilización de la austenita y dando lugar a una microestructura de bainita libre de carburos. En cambio, en sistemas donde no hay suficientes elementos inhibidores, los carburos pueden precipitar dentro de la ferrita bainítica o en los límites de fase, afectando la resistencia y ductilidad del material [26].

Desde el punto de vista morfológico, los carburos pueden presentarse en diversas formas y tamaños según el tipo de tratamiento térmico y la composición química del acero. Se han identificado principalmente carburos de tipo θ (cementita) y χ , los cuales se forman a diferentes temperaturas de partición y con cinéticas específicas (ver figura 7) [27], [28]. Los carburos θ tienden a precipitar en la martensita revenida en forma de placas delgadas, mientras que los carburos χ pueden aparecer en forma de partículas esféricas incrustadas en la austenita. En el tratamiento de austemperado, la morfología de los carburos también varía, y en ciertos casos pueden aparecer en forma de agregados finos dentro de la ferrita bainítica, o en los límites de grano, afectando la estabilidad de la microestructura final [26].

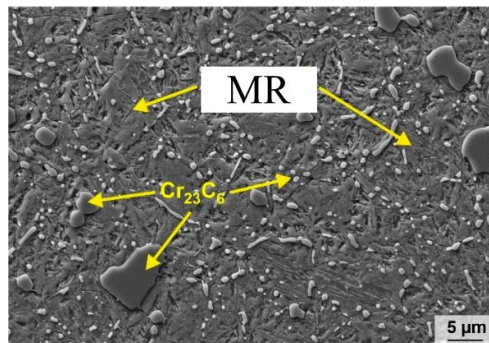


Fig. 7 Imagen MEB (contraste SE) que muestra la microestructura del acero para trabajo en frío de referencia X90CrMoV18 [28].

En términos de características, la presencia de carburos influye en la resistencia y ductilidad del acero. Una alta precipitación de carburos puede endurecer el material, pero también reducir la tenacidad del mismo. En el caso del proceso de Q&P, la precipitación de carburos en la austenita puede afectar su estabilidad térmica y mecánica, disminuyendo su capacidad de transformarse en martensita durante la deformación. Adicionalmente, la cantidad y el tipo de carburos presentes pueden ser modulados mediante la selección de la temperatura y el tiempo de partición, permitiendo así controlar las propiedades finales del acero [26], [27].

A partir de este punto, se abordarán los procesos de EP y EA, para luego enfocarse en la descripción del material a estudiar.

H. Ataque electroquímico y EP

El EA y EP son procesos utilizados para modificar la topografía y la composición química de la superficie de un material a través de reacciones electroquímicas controladas. Desde el punto de vista del fenómeno, ambos procesos se basan en la disolución controlada del material en una solución electrolítica bajo la aplicación de un potencial eléctrico [29], [30]. En el EA, el objetivo es revelar la microestructura del material al disolver selectivamente ciertas fases o regiones con diferente composición química. En el EP, la finalidad es suavizar la superficie eliminando rugosidades y defectos, logrando un acabado altamente reflectante. La disolución metálica en estos procesos puede ocurrir en diferentes estados electroquímicos: activo, pasivo y transpasivo, dependiendo del voltaje aplicado y la composición del electrolito [29].

Durante ambos procesos, la disolución del metal puede ocurrir en diferentes estados electroquímicos, según la composición del electrolito utilizado y el voltaje aplicado. Este fenómeno se rige por las leyes de Faraday, donde la cantidad de material disuelto es proporcional a la carga eléctrica aplicada. Esta relación se describe mediante la ecuación:

$$m = \frac{Mit}{zF}$$

En esta ecuación, m representa la masa del metal disuelto en gramos (g), M es el peso atómico del metal en gramos por mol (g/mol), I es la intensidad de corriente aplicada en amperios (A), t corresponde al tiempo de aplicación de la corriente en segundos (s), z es el número de electrones

involucrados en la reacción electroquímica, y F es la constante de Faraday, cuyo valor es de 96,485 culombios por mol (C/mol).

La curva densidad de corriente versus voltaje (curva I-V) es clave para comprender el comportamiento electroquímico durante estos procesos (ver figura 8). En la región activa o de ataque, la corriente aumenta linealmente con el voltaje debido a la disolución normal del metal. En la región pasiva o de pulido, la corriente se estabiliza, lo que indica la formación de una capa protectora que regula la disolución. En la región transpasiva o de ataque con picadura, la corriente vuelve a aumentar debido a la destrucción de la película pasiva y la aceleración de la disolución [29], [30]. Este comportamiento es fundamental para ajustar los parámetros del proceso y lograr un pulido eficiente sin dañar la microestructura del material.

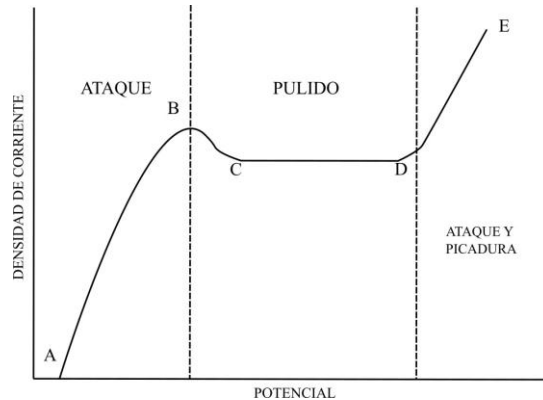


Fig. 8 La relación típica entre la densidad de corriente y el voltaje para el electropulido y electroataque [30].

Una comparación visual entre los efectos del pulido mecánico y el EP sobre la superficie del material se muestra en la figura 9, donde se evidencian rayas y deformaciones residuales tras el pulido mecánico, en contraste con la superficie uniforme y libre de defectos obtenida mediante EP [31].

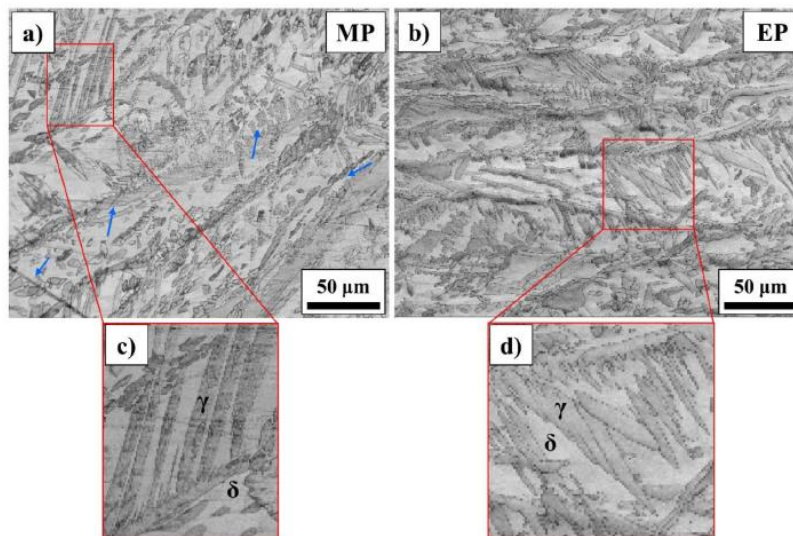


Fig. 9 Mapa de contraste de bandas (BC) por EBSD de soldaduras de acero inoxidable dúplex FDX 27 tras: a) pulido mecánico (puntos no indexados: 6.6%) con presencia de rayaduras (flechas azules) y signos de deformación superficial, y b) pulido electrolítico (puntos no indexados: 3.6%). c) patrones que sugieren efectos de deformación inducida por el pulido mecánico y, d) un mapa BC de alta calidad obtenido tras el pulido electrolítico [31].

En la literatura se han reportado estudios que emplean EP y EA para la preparación metalográfica de aceros y aleaciones con diferentes microestructuras, aunque las aplicaciones específicas en aceros de herramienta siguen siendo limitadas. A pesar de ello, se han identificado diversas formulaciones de electrolitos para el tratamiento de aceros al carbono, inoxidables y herramientas. Por ejemplo, el uso de soluciones compuestas por ácido fosfórico y ácido sulfúrico en distintas proporciones ha sido ampliamente reportado debido a su efectividad para eliminar la deformación superficial y generar acabados brillantes. Algunas variantes incluyen combinaciones con glicerina, ácido crómico o ácido láctico, dependiendo del tipo de acero y del objetivo del tratamiento (pulido o ataque).

A continuación, la Tabla I presenta un resumen de algunos electrolitos empleados en procesos de EP y EA, especificando sus condiciones operativas recomendadas según el tipo de acero estudiado.

Tabla I. Electrolitos utilizados para EP y EA en aceros herramienta.

Proceso	Tipo de acero o aleación	Electrolito	Condiciones operativas	Referencia
EP	Aceros inoxidables y herramienta (SKD11)	Ácido sulfúrico (15%), ácido fosfórico (63%), glicerina (10-15%)	6–20 V, 0.5–1 A/cm ² , 25–60 °C	[32]

EP	Aceros inoxidables y aleaciones metálicas	Ácido fosfórico (56%), ácido crómico (12%)	12–18 V, 0.5–2 A/cm ² , 30–50 °C	[33]
EP	Aceros dúplex y otras aleaciones	Ácido cítrico (150 g), H ₃ PO ₄ (600 mL), H ₂ SO ₄ (450 mL), agua destilada (300 g)	25 s, 15 V, 1 A/cm ² , ≈0 °C, agitación ligera	[31]
EP	Aceros (general)	Ácido láctico (33%), H ₃ PO ₄ (40%), H ₂ SO ₄ (13.5%)	10–20 V, 0.5–1.2 A/cm ² , 25–50 °C	[34]
EP	Aceros de bajo carbono	H ₃ PO ₄ y H ₂ SO ₄ en proporciones 450:550 mL o 600:400 mL	1.5–2.75 A/in ² , 40–60 °C, 10 s	[34]
EA	Aceros al carbono y herramienta	Ácido crómico (10%), ácido sulfúrico (2–5%)	5–12 V, 10–60 s, temperatura ambiente	[34]

V. Metodología

En esta sección se describe el procedimiento seguido y los pasos clave para obtener los resultados del presente estudio. La metodología se basó en una exhaustiva revisión bibliográfica sobre los tratamientos térmicos y sus variables más influyentes, así como en la selección del material, los parámetros de procesamiento y los reactivos químicos adecuados para los ataques metalográficos. Dado que se emplearon técnicas de EP y EA, se realizó un proceso de optimización para definir las condiciones más apropiadas. Una vez determinados los ataques con mejores resultados, se llevó a cabo la caracterización microestructural de las muestras en cada condición de tratamiento térmico. Para ello, se empleó una combinación de técnicas analíticas, incluyendo MO, MEB y DRX. Además, se realizaron mediciones de dureza con el fin de complementar los estudios microestructurales y proporcionar un análisis más detallado de los efectos de los tratamientos térmicos aplicados.

A. Revisión bibliográfica

Se realizó una exhaustiva revisión de la literatura científica y técnica utilizando las bases de datos especializadas de la Universidad de Antioquia, como KNOVEL, SpringerLink, Scopus y ScienceDirect. El objetivo de esta revisión fue identificar estudios previos sobre los tratamientos térmicos de Q&P y austemperado en aceros de herramientas, así como las técnicas de análisis microestructural más adecuadas para diferenciar las fases objeto de estudio: MR, MF, B y AR. Esta etapa permitió establecer un marco teórico sólido para definir los parámetros de tratamiento térmico y seleccionar las técnicas de análisis aplicadas en el presente estudio.

B. Material de estudio

El material utilizado en esta investigación corresponde a un acero de herramienta tipo S modificado, el cual fue producido en el Laboratorio de Fundición de la Universidad de Antioquia. Este acero fue diseñado y fabricado con el objetivo de evaluar su comportamiento en tratamientos térmicos avanzados como el austemperado y el tratamiento de Q&P, así como su caracterización microestructural.

El material fue obtenido mediante un proceso de fusión controlada, asegurando la adición precisa de elementos de aleación para alcanzar las composiciones químicas deseadas. Posteriormente, se llevaron a cabo procesos de colada y solidificación en condiciones específicas para garantizar una

microestructura homogénea y libre de defectos significativos. Luego de su fabricación, el acero fue sometido a un tratamiento de recocido con el fin de mejorar su maquinabilidad y facilitar la preparación de probetas para los ensayos posteriores.

Las composiciones químicas de los dos aceros modificados obtenidos en el laboratorio se presentan en las Tablas II y III, las cuales fueron determinadas mediante espectrometría de emisión óptica (EEO) en un equipo Bruker Magellan Q8.

Tabla II. COMPOSICIÓN QUÍMICA: ACERO DE HERRAMIENTA TIPO S MODIFICADO 1 (SM1)

Elemento	%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Mo	%Ni	%Cu	%Al	%As	%B
%w	0.804	1.152	0.641	0.019	0.0050	1.457	0.556	0.053	0.048	0.128	0.0033	0.0024
Elemento	%Co	%Nb	%Pb	%Sb	%Sn	%Ta	%Ti	%V	%W	%Zr	%Ca	%Fe
%w	0.013	0.0058	0.00050	< 0,00050	0.0032	< 0,0050	0.011	0.231	0.0067	< 0,00050	0.0010	94.85

Tabla III. COMPOSICIÓN QUÍMICA: ACERO DE HERRAMIENTA TIPO S MODIFICADO 2 (SM2)

Elemento	%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Mo	%Ni	%Cu	%Al	%As	%B
%w	0.823	2.420	0.655	0.021	0.0066	1.723	0.603	0.073	0.050	0.0040	0.0037	0.0018
Elemento	%Co	%Nb	%Pb	%Sb	%Sn	%Ta	%Ti	%V	%W	%Zr	%Ca	%Fe
%w	0.013	0.0072	0.0019	< 0,00050	0.0050	< 0,0050	0.0062	0.300	0.0058	< 0,00050	< 0,00010	93.28

Este acero se seleccionó para la investigación debido a su potencial en aplicaciones de alto desgaste e impacto en herramientas de conformado en frío. Su fabricación en el laboratorio permitió un control preciso de su composición y propiedades, lo que garantiza su idoneidad para los estudios experimentales planeados. La caracterización de su microestructura se realizó empleando técnicas de ataque químico y térmico, complementadas con difracción de rayos X para la cuantificación de fases. De este modo, se estableció una metodología rigurosa para la evaluación de la respuesta del material a distintos tratamientos térmicos.

C. Dilatometría

Se realizó análisis dilatométrico para determinar las temperaturas críticas (M_s , M_f , A_c1 y A_c3) de las muestras. Las probetas, con un tamaño de 4 mm de diámetro y 10 mm de altura, fueron sometidas a un ciclo térmico controlado utilizando un equipo de dilatometría marca DIL 402 C de Netzsch, que permite medir las expansiones térmicas de las muestras con alta precisión. En primer lugar, las probetas fueron calentadas a una velocidad constante de $5^\circ\text{C}/\text{min}$ hasta alcanzar la temperatura de austenización de 1000°C , donde se mantuvieron durante 5 minutos para asegurar una transformación completa a austenita. Posteriormente, se enfriaron a temperatura ambiente a una velocidad de $25^\circ\text{C}/\text{s}$, permitiendo así determinar las temperaturas críticas de transformación.

A continuación, se realizaron tratamientos térmicos para evaluar el comportamiento de los aceros SM1 y SM2 bajo condiciones de austemperado y Q&P. En ambos aceros, el ciclo de austemperado consistió en un calentamiento a $5^\circ\text{C}/\text{min}$ hasta 900°C , con un sostenimiento de 5 minutos, seguido de un enfriamiento a $25^\circ\text{C}/\text{s}$ hasta 300°C . Allí se mantuvieron durante 60 minutos para permitir la transformación bainítica, y finalmente se enfriaron a temperatura ambiente a la misma velocidad.

El tratamiento de Q&P, también idéntico para ambos materiales, incluyó un calentamiento inicial a $5^\circ\text{C}/\text{min}$ hasta 900°C con un sostenimiento de 5 minutos, seguido de un enfriamiento a $25^\circ\text{C}/\text{s}$ hasta 150°C (quenching), donde se mantuvieron 1 minuto. Luego, se recalentaron a $35^\circ\text{C}/\text{s}$ hasta 300°C para la etapa de partición, con un sostenimiento de 60 minutos, finalizando con un enfriamiento a temperatura ambiente a $25^\circ\text{C}/\text{s}$.

Para calcular el porcentaje de martensita formada a 150°C en ambos aceros, se utilizó la regla de la palanca aplicada sobre la curva dilatométrica, a modo experimental, mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Porcentaje transformado} = 100x \frac{M_s - T}{M_s - M_f}$$

D. Difracción de rayos X (DRX)

Para realizar la caracterización mediante DRX, las muestras fueron previamente cortadas en discos de espesores inferiores a 3mm. Los ensayos se llevaron a cabo en un difractómetro de rayos X marca Malvern PANalytical, modelo Empyrean 2012, equipado con un detector Pixel 3D y una

fuelle de radiación de cobre (Cu-K α , $\lambda = 1,541\text{\AA}$), operando a 45kV y 40mA. Se utilizó un goniómetro Omega 2 θ con plataforma en configuración de reflexión-transmisión y porta muestras tipo Spinner a 4rpm. Las mediciones se realizaron en un rango de ángulo 2 θ de 35° a 120°, con un paso angular de 0,02° y un tiempo de adquisición de 50 segundos por paso. Posteriormente, se llevó a cabo el análisis e interpretación de los difractogramas mediante el software X'Pert HighScore Plus, el cual permitió determinar la fracción de AR, así como calcular el contenido de carbono disuelto en la AR, aplicando modelos matemáticos apropiados para su cuantificación [35], [36], [37], [38].

E. Tratamientos térmicos a nivel de laboratorio

1) Temple y partición (Q&P)

En base a los resultados dilatométricos, se procedió a replicar experimentalmente cada uno de los ciclos térmicos definidos en el apartado anterior. Para ello, se emplearon probetas de 1 cm \times 1 cm, procesadas en una mufla de referencia Thermo Scientific Lindberg Blue M, en la cual se garantizó una atmósfera controlada utilizando un medio sólido, con el objetivo de evitar procesos de decarburación durante el tratamiento térmico. El proceso de Q&P se realizó únicamente con tiempos de partición de 30 y 60 minutos. Las probetas fueron inicialmente austenizadas a 900 °C durante 30 minutos, seguidas de un enfriamiento rápido hasta 150 °C en un tiempo de 20 segundos, utilizando un baño de sales compuesto por una mezcla de nitrato de potasio y nitrito de sodio (50/50), mantenido en constante agitación para asegurar una temperatura homogénea. Posteriormente, se llevó a cabo la etapa de partición a 300 °C, sosteniendo las muestras durante los intervalos mencionados, también en el mismo baño de sales agitado. Para cada condición se procesaron 2 probetas, extrayendo una muestra en cada intervalo de tiempo con el fin de evaluar la evolución microestructural en función del tiempo de partición (ver Figura 10).

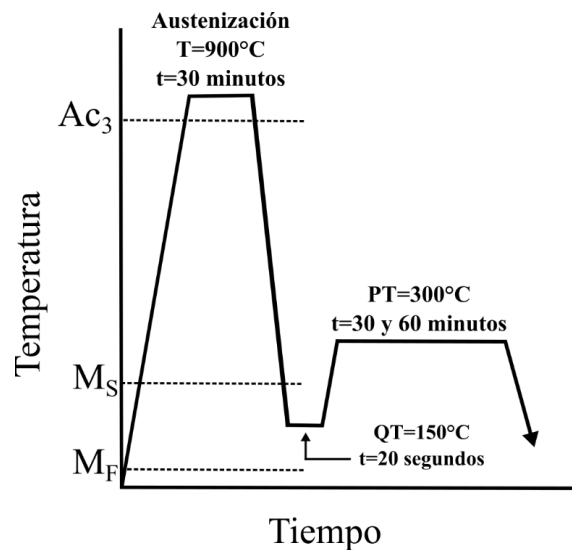


Fig. 10 Esquema del tratamiento de Q&P realizado.

2) Austemperado

Al igual que en el tratamiento Q&P, el proceso de austemperado se llevó a cabo en probetas del material de estudio, con dimensiones de $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$. Los tratamientos se realizaron utilizando una mufla Thermo Scientific Lindberg Blue M, bajo atmósfera controlada mediante medio sólido, con el fin de evitar la decarburación superficial. Las condiciones térmicas se definieron con base en los resultados dilatométricos, replicando el ciclo propuesto para este tratamiento. Las muestras fueron austenizadas a $900^{\circ}C$ durante 30 minutos y luego enfriadas rápidamente hasta $300^{\circ}C$, temperatura correspondiente a la región de transformación bainítica, donde se mantuvieron isotérmicamente durante 30 y 60 minutos. Se utilizaron dos probetas por cada condición de tratamiento, de las cuales se extrajo una muestra correspondiente a cada intervalo de sostenimiento, con el propósito de evaluar cómo evoluciona la microestructura en función del tiempo de austemperado (ver figura 11).

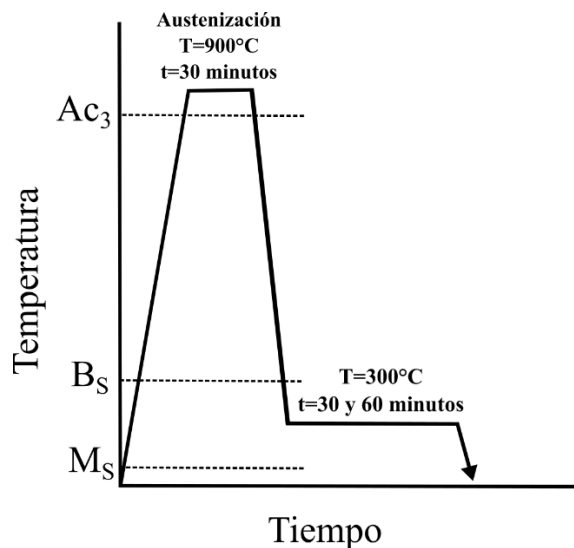


Fig. 11 Esquema del tratamiento de austemperado realizado.

F. Análisis microestructural

1) Ataque químico a color

a) Reactivo Nital al 2%:

Se preparó una solución de ataque químico compuesta por 3,07ml de ácido nítrico (HNO_3) al 65%, aforando a 100ml con metanol al 95%. Posteriormente, se sumergieron las muestras metalográficas previamente pulidas en la solución preparada, durante un tiempo promedio de 15 a 20 segundos. Tras el ataque químico, las muestras fueron enjuagadas con abundante agua destilada, seguidas de un lavado con alcohol etílico para detener por completo la acción del reactivo. Finalmente, se procedió a secar las muestras cuidadosamente con aire comprimido seco, para su posterior análisis microestructural mediante las técnicas de microscopía.

b) Reactivo Berahas:

Se preparó el reactivo Berahas disolviendo 1 g de metabisulfito de sodio en 100 ml de agua destilada, adicionando posteriormente 1 ml de ácido clorhídrico (HCl) al 65%. El reactivo debe ser preparado de manera fresca cada vez que se realice el ataque, dado su corto tiempo de vida útil. Las muestras previamente pulidas fueron sumergidas en la solución reactiva durante un tiempo promedio entre 10 y 15 segundos. Al finalizar el ataque químico, las muestras fueron lavadas inmediatamente con abundante agua destilada y luego con alcohol etílico para neutralizar completamente la reacción química y evitar una sobre oxidación. Finalmente, se secaron

cuidadosamente con aire comprimido seco, dejándolas listas para su análisis microestructural mediante microscopía óptica.

2) *Electro pulido*

Para la preparación de las superficies metálicas destinadas a la caracterización microestructural, se empleó un proceso de EP utilizando un sistema compuesto por una fuente de corriente continua, electrodos de acero inoxidable y un recipiente cerámico como celda de contención del electrolito. El electrolito utilizado fue una mezcla de ácidos formulada a partir de 51,4mL de ácido fosfórico, 51,4mL de glicerina y 17,2mL de ácido sulfúrico. Durante el proceso se aplicó un potencial constante de 20V, lo cual generó una corriente de aproximadamente 2,28A. Cada sesión de EP se realizó durante un tiempo de 3 minutos, lo que permitió obtener una superficie libre de deformación mecánica superficial, adecuada para posteriores análisis metalográficos y de ataque químico.

3) *Electro ataque*

Para el proceso de revelado microestructural mediante EA, se emplearon los mismos instrumentos utilizados durante el EP: una fuente de corriente continua, electrodos de acero inoxidable y un recipiente cerámico. En este caso, el electrolito utilizado fue una solución de ácido crómico al 10% en volumen. Las pruebas se realizaron con tiempos de aplicación de 3 y 6 minutos, según las condiciones de la superficie y el nivel de contraste deseado para la observación microscópica. Este procedimiento tuvo como objetivo resaltar las diferentes fases presentes en la microestructura sin inducir daño mecánico adicional en la muestra.

4) *Microscopía electrónica de barrido (MEB)*

Para llevar a cabo el análisis mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), las muestras previamente pulidas fueron sometidas a un ataque químico con Nital al 2% durante un tiempo entre 15 y 20 segundos. Posteriormente, para asegurar la eliminación completa de residuos provenientes del proceso de pulido (especialmente partículas de alúmina), las muestras fueron sometidas a un proceso de limpieza mediante ultrasonido sumergidas en etanol durante 20 minutos. Finalizada la limpieza, las muestras fueron secadas cuidadosamente con aire comprimido y analizadas en el equipo de Microscopía Electrónica de Barrido JEOL 6500 F para su observación microestructural a diferentes aumentos (generalmente a 5000X, 10000X y 20000X), utilizando electrones retro dispersos para obtener un adecuado contraste topográfico entre las fases presentes en el material.

G. Dureza

El análisis mecánico mediante dureza se realizó utilizando la técnica de dureza Vickers. Las mediciones fueron efectuadas en un durómetro NOVOTEST TB-BRV-D, aplicando una carga de 30 kgf durante un tiempo de 12 segundos. Para cada condición de tratamiento térmico, se realizaron al menos cuatro indentaciones, y se reportó el valor medio obtenido. Esta metodología permitió evaluar la respuesta mecánica global del material tratado, facilitando la comparación entre las distintas condiciones de austemperado y Q&P.

VI. Resultados y análisis

A. Dilatometría

Las curvas dilatométricas registradas para el material de estudio permitieron establecer las temperaturas críticas de transformación a partir de los cambios dimensionales registrados durante los ciclos térmicos (ver figura 12). Estas temperaturas se determinaron mediante la aplicación de la regla de la palanca sobre la curva de dilatación relativa, asistida por el análisis de su primera derivada, lo cual facilita la identificación precisa de las transiciones térmicas. Tal enfoque está respaldado por lo propuesto por Bräutigam–Matus et al. [39].

En particular, la temperatura Ac1 fue definida como el punto donde la expansión térmica de la muestra deja de comportarse linealmente debido al inicio de la formación de austenita, fenómeno que conlleva una contracción asociada a la disminución del volumen específico [39]. Posteriormente, Ac3 se identificó como el momento en el que la expansión vuelve a ser lineal, una vez que la transformación de ferrita y perlita en austenita se ha completado (ver figuras 12a y 12c) [39]. En cuanto al enfriamiento (ver figuras 12b y 12d), la aparición de la martensita se reconoció a través de una expansión repentina en la curva, atribuible al aumento de volumen característico de esta transformación sin difusión, siendo este punto marcado como Ms [39]. Este comportamiento ha sido ampliamente documentado en trabajos como los de Farahat et al. y García de Andrés et al. [40], [41], quienes resaltan la utilidad de estos métodos para interpretar la evolución microestructural de aceros bajo condiciones térmicas controladas.

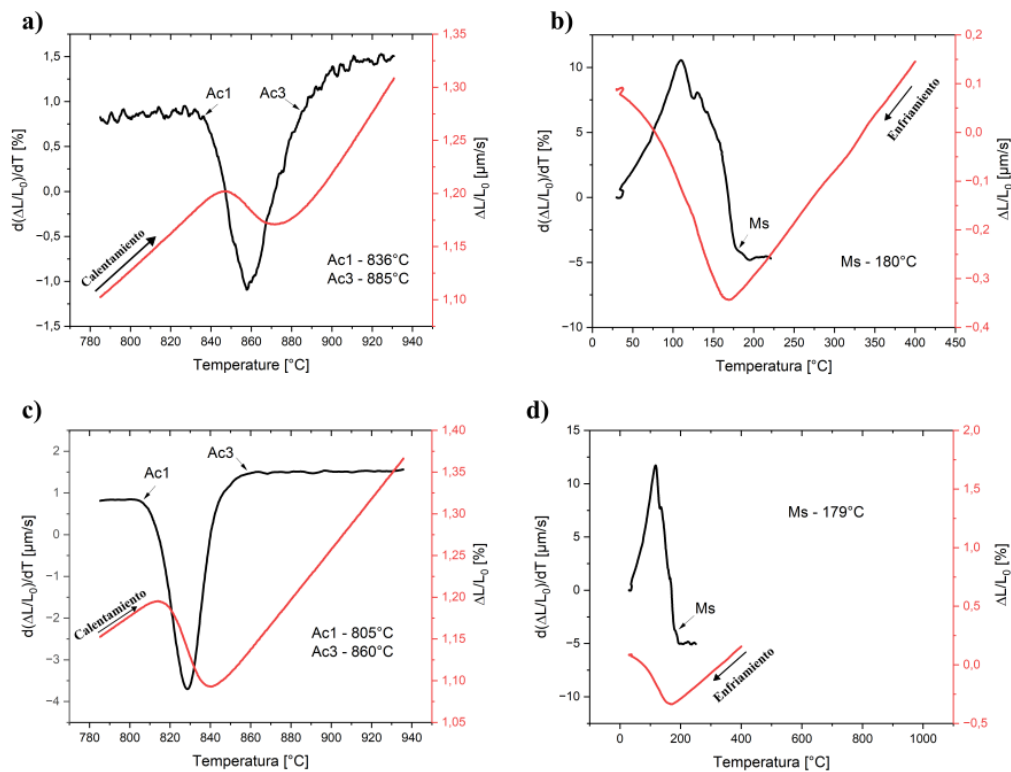


Fig. 12 Curvas dilatométricas que muestran la determinación experimental de las temperaturas críticas de transformación: (a) descripción de la determinación de Ac_1 y Ac_3 durante el calentamiento continuo del SM1; (b) descripción de la determinación de Ms durante el enfriamiento del SM1; (c) descripción de la determinación de Ac_1 y Ac_3 durante el calentamiento continuo del SM2; (d) descripción de la determinación de Ms durante el enfriamiento del SM2.

Durante el proceso de austemperado de los aceros objeto de estudio, se observa un comportamiento térmico característico que refleja la transformación de fase de la austenita en B (ver figuras 13a y 13b). De la dilatometría se puede observar que a 300°C se da una expansión volumétrica, fenómeno que se atribuye a la formación de B durante el tiempo de sostenimiento. Dado que solo se registra un único cambio volumétrico a la temperatura establecida para el tratamiento, se puede decir que la microestructura resultante es predominantemente bainítica.

Las figuras 13c y 13d muestran que la transformación total a bainita se alcanza aproximadamente a los 45 minutos para ambos aceros. Además, a partir de la pendiente inicial de la curva, puede estimarse que el tiempo de incubación (TI) de la bainita es de alrededor de 13 minutos. Este análisis se basó en la metodología propuesta por Santajuana et al., la cual establece criterios objetivos para

identificar el final de la transformación bainítica (EBT – por sus siglas en inglés end of the bainite transformation) mediante el análisis de la curva dilatométrica y su derivada [42].

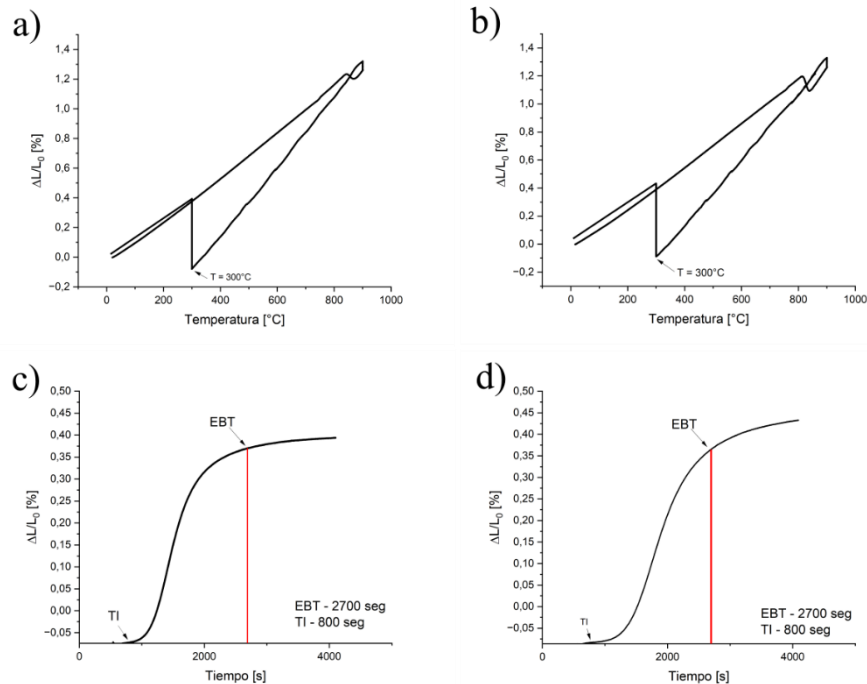


Fig. 13 Dilatometrías. (a) Cambio relativo en la longitud con respecto a la temperatura simulando el austemperado para el SM1; (b) Cambio relativo en la longitud con respecto a la temperatura simulando el austemperado para el SM2; (c) Gráfico de nucleación y crecimiento simulando el austemperado para el SM1 y (d) Gráfico de nucleación y crecimiento simulando el austemperado para el SM2.

En las figuras 14a y 14b se presentan las curvas dilatométricas obtenidas para ambos aceros durante la simulación del tratamiento térmico Q&P. Se pueden identificar claramente tres cambios volumétricos apreciables asociados a transformaciones de fase.

El primer cambio volumétrico apreciable está relacionado con la transformación de la fase austenítica durante el calentamiento, confirmando la formación completa de austenita antes del enfriamiento. Posteriormente, durante el enfriamiento rápido, se observa un segundo cambio volumétrico significativo cerca de los 150°C (QT), que se atribuye a la formación de MF. Al mantener la muestra durante 20 segundos en esta etapa isotérmica, se estabiliza una fracción de MF.

Aplicando la regla de la palanca sobre las curvas dilatométricas, se estimó la fracción de MR formada a partir del cambio volumétrico asociado a la transformación durante el enfriamiento [39]. Este cálculo se realizó para ambos aceros (Tabla IV).

Tabla IV. Cuantificación de martensita revenida en el SM1 y SM2

Muestra	Fracción de MR formada (%)
SM1	23
SM2	20

Finalmente, el tercer cambio volumétrico, apreciado durante la etapa isotérmica del proceso Q&P, está asociado a la formación de B a la temperatura de tratamiento. Esta transformación bainítica es resultado del tiempo de sostenimiento isotérmico, permitiendo que la austenita remanente se transforme en B.

Además, a partir del análisis de la pendiente inicial de las curvas correspondientes (Figs. 14c y 14d), se estima que el tiempo de incubación (TI) para el inicio de la transformación bainítica es del orden de 10 minutos.

Al comparar las curvas mostradas en las Figuras 13c–d y 14c–d se observa una diferencia en el tiempo de incubación para la transformación bainítica, siendo mayor en la muestra austemperada (aproximadamente 13 minutos) que en la tratada mediante Q&P (aproximadamente 10 minutos). Esta variación puede atribuirse a la presencia previa de MF, la cual genera una alta densidad de defectos cristalinos y zonas de deformación en la austenita remanente, favoreciendo así la nucleación temprana de B. Estos defectos actúan como sitios de nucleación preferenciales, reduciendo la energía de activación requerida y acortando el tiempo de incubación [18], [43]. En contraste, la muestra austemperada inicia la transformación sin martensita preexistente, lo que implica una nucleación más homogénea y una cinética más lenta. Este comportamiento concuerda con lo reportado en la literatura, donde se reconoce que la martensita puede catalizar la transformación bainítica al inducir heterogeneidades estructurales en la matriz austenítica [44], [45].

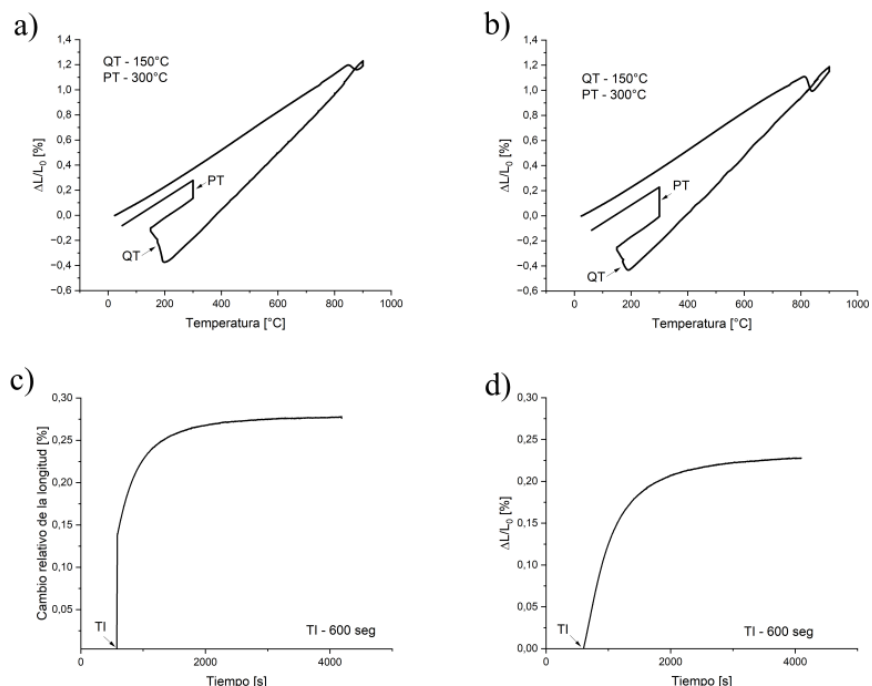


Fig. 14 Dilatometrías. (a) Cambio relativo en la longitud con respecto a la temperatura simulando el Q&P para el SM1; (b) Cambio relativo en la longitud con respecto a la temperatura simulando el Q&P para el SM2; (c) Gráfico de nucleación y crecimiento simulando el Q&P para el SM1 y (d) Gráfico de nucleación y crecimiento simulando el Q&P para el SM2.

B. Difracción de rayos X (DRX)

En los resultados obtenidos mediante DRX para el acero SM1, se observó que el porcentaje de carbono (%C) en la austenita es un factor determinante para su retención en la microestructura. Según lo indicado en la literatura [35], se requiere que el contenido de carbono en la austenita sea superior al 0.6% para que esta fase pueda ser retenida. En los aceros analizados, el contenido de carbono en la AR fue superior a 1% (ver Tabla V), lo que asegura la retención de una cantidad significativa de austenita en la microestructura tratada térmicamente.

El cálculo del volumen de austenita y del porcentaje de carbono en la austenita se realizó siguiendo el procedimiento descrito por Montoya Mejía et al. [35]. Según este método, el volumen de austenita se puede determinar a partir de la cuantificación de las fases en los difractogramas utilizando el análisis de Rietveld. A partir de los picos correspondientes a la austenita, se calculó el porcentaje de carbono en la AR utilizando el modelo de Nelson-Riley y la ecuación correspondiente [38]. Esta técnica permitió estimar la fracción volumétrica de la austenita retenida

y el porcentaje de carbono, siendo estos parámetros clave para entender la evolución microestructural de los aceros tratados en este estudio.

Por otro lado, el análisis de los difractogramas mostró la presencia de ruido, especialmente en las mediciones realizadas con una fuente de radiación de cobre ($\text{Cu-K}\alpha$), que genera una cantidad considerable de fluorescencia. Esta fluorescencia aumenta el ruido de fondo en el espectro y puede interferir con la interpretación precisa de los picos, tal como se observa en la Figura 15. Este fenómeno es bien conocido en los estudios de difracción de rayos X (DRX) cuando se utiliza una fuente de cobre, y es necesario tener en cuenta su influencia en la calidad de los resultados obtenidos. Sin embargo, no se trata exclusivamente de un efecto de la fuente en sí, sino de la interacción específica entre la radiación emitida por el ánodo de cobre y la matriz de hierro, como ocurre en las aleaciones ferrosas. [42].

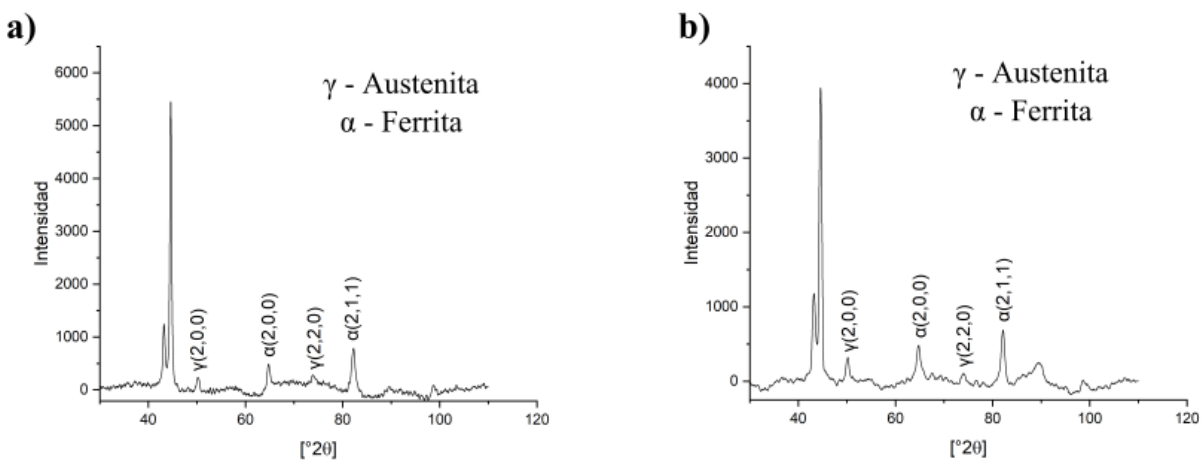


Fig. 15 Difractogramas del SM1(a) Q&P con tiempo de partición de 60 minutos; (b) Austemperado con tiempo de sostenimiento de 60 minutos.

Tabla V. Cuantificación de austenita retenida en el SM1

Tratamiento térmico	Volumen de Austenita (%)	Porcentaje de Carbono (%C)	Parámetro de red (Å)
Q&P	7,78	1,28	3,6041
Austemperado	9,95	1,01	3,5925

C. Análisis microestructural

En las micrografías obtenidas mediante MO y MEB (Figs. 16 a 19), se identificaron visualmente las principales fases presentes en los materiales objeto de estudio tratados térmicamente mediante austemperado y Q&P. Las fases fueron diferenciadas cromáticamente del siguiente modo: MR se señala con rosado, B con azul, AR con amarillo y las zonas en las que se observa segregación química, donde no es posible una identificación clara de fases, con verde.

La diferenciación visual de cada fase se logró gracias al uso combinado de técnicas de preparación superficial y reactivos de ataque químico. Se utilizaron soluciones de Nital al 2 % y el reactivo de Beraha, aplicados sobre muestras previamente electropulidas o pulidas mecánicamente. Según lo descrito en *Metalografía: Principios y Prácticas* [46], el Nital reacciona preferentemente con la martensita, generando un contraste oscuro debido a su elevada reactividad, mientras que la B muestra un tono más claro y uniforme, dependiendo de su morfología y estado de revenido. Por su parte, el reactivo de Beraha, compuesto principalmente por metabisulfito de potasio y ácido pícrico, genera interferencias de color que permiten distinguir fácilmente la AR con tonos azulados, y resaltar la MR en gamas grises intermedias. Esta diferenciación por color resultó especialmente útil en las observaciones por microscopía óptica de luz reflejada.

A partir del análisis de las micrografías obtenidas mediante MEB y ataque químico, se observó que las muestras con mayor contenido de MR presentaron mayores dificultades en la diferenciación de fases, particularmente tras el electropulido. Este fenómeno fue evidente en las muestras sometidas al tratamiento térmico de Q&P (Fig. 18 y Fig. 19), en donde se registró un mayor grado de oxidación superficial. Este efecto se atribuye a la alta densidad de defectos y elevada reactividad electroquímica de la MR, lo que provoca un ataque no uniforme posterior con Nital. En consecuencia, se produce una pérdida de definición que complica la distinción entre MR, B y AR. Además, el equipo utilizado para el electropulido no contaba con control preciso de voltaje y corriente, lo que pudo haber generado fluctuaciones durante el proceso, afectando la homogeneidad del acabado superficial [46], [47].

Una situación similar, aunque de menor severidad, se evidenció en las muestras tratadas mediante austemperado durante 60 minutos (Fig. 16e–h y Fig. 17e–h). Si bien el daño superficial fue más leve que en las muestras tratadas por Q&P, se detectó también una pérdida de definición tras el ataque químico. Esta limitación puede estar vinculada a la presencia de una segregación química significativa (como se observa en la figura 17h), la cual genera variaciones locales en la

composición que alteran la temperatura de transformación M_s . Como resultado, en regiones enriquecidas con elementos aleantes se formaron pequeños bloques de MR, incluso en condiciones que favorecen la transformación bainítica. Estas zonas segregadas, al ser más reactivas, son más propensas a oxidarse durante el electropulido, dificultando su posterior identificación en el análisis metalográfico.

Por el contrario, en las muestras austemperadas (Figs. 16 y 17), fue posible distinguir con mayor claridad las agujas de B y los bloques de MR, especialmente cuando se utilizaron muestras electropulidas y atacadas con Nital al 2%. En las regiones interpaquetarias también se observaron pequeños bloques de AR, como puede apreciarse en las Figuras 16 y 17, lo cual evidencia que en las muestras sometidas a austemperado se logró una mayor estabilización de esta fase, como se indicó en el ítem anterior al comparar los porcentajes de AR obtenidos en cada tratamiento.

En términos generales, se comprobó que para muestras con bajo contenido de MR, como las austemperadas, la preparación superficial por electropulido, seguida de ataque con Nital al 2 %, permitió una diferenciación más clara y precisa entre las fases presentes, en comparación con aquellas muestras preparadas únicamente por pulido mecánico. Esta mejora se debe a que el electropulido elimina la capa superficial afectada por deformación plástica, generando una superficie más uniforme que responde mejor al ataque químico, lo que se traduce en micrografías con mayor contraste y nitidez para su análisis por MO y MEB.

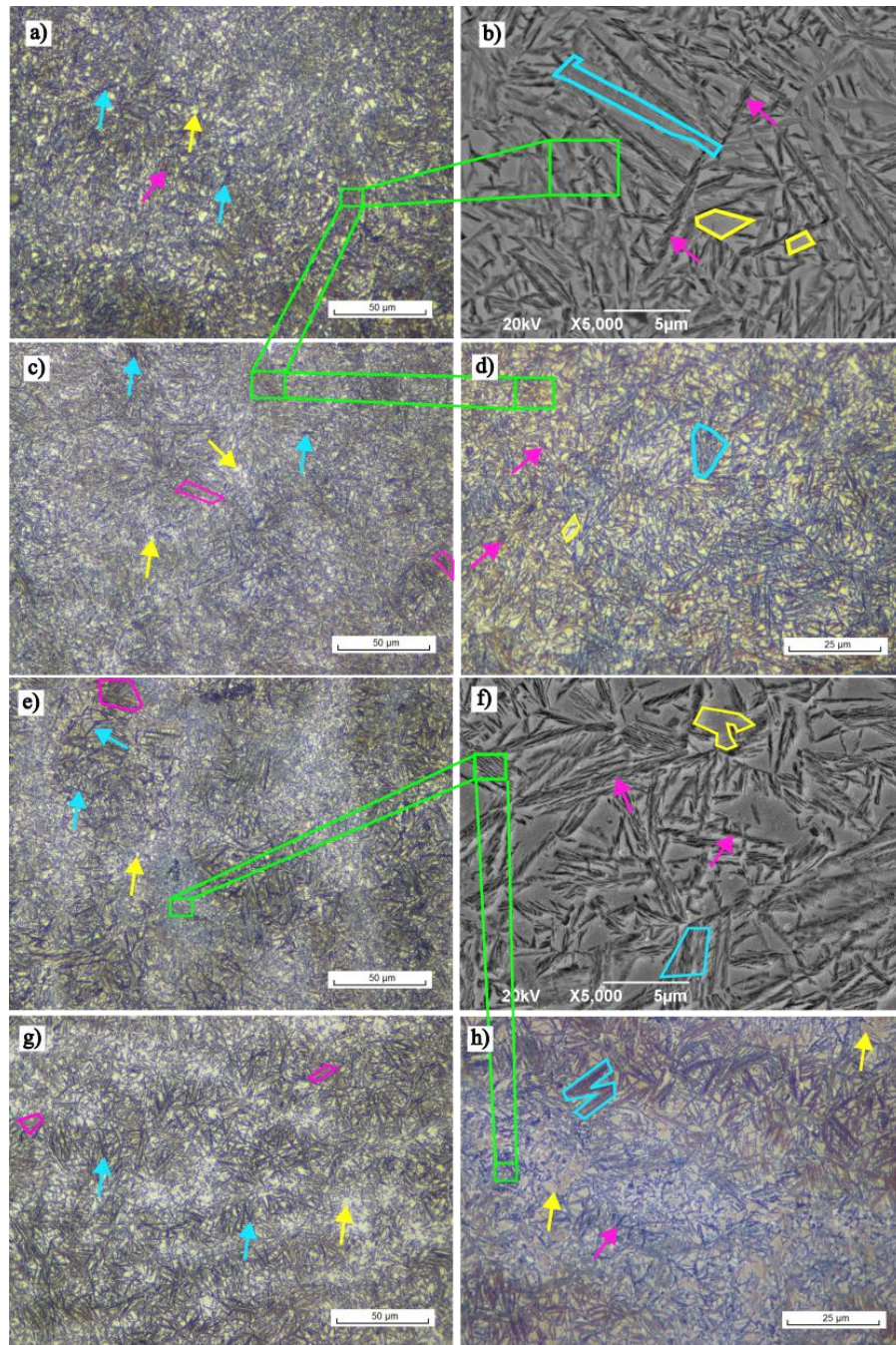


Fig. 16 Micrografías del SM1 tras el tratamiento de austemperado a 300 °C con tiempos de sostenimiento de 30 y 60 minutos. Las imágenes (a–d) corresponden al tratamiento de 30 minutos y las (e–h) al de 60 minutos. Las técnicas de preparación y observación aplicadas son: (a, e) muestra electropulida y atacada con Nital al 2%; (b, f) microscopía electrónica de barrido (MEB); (c, g) ataque con Nital al 2% sin electropulido; y (d, h) ataque con reactivo de Beraha.

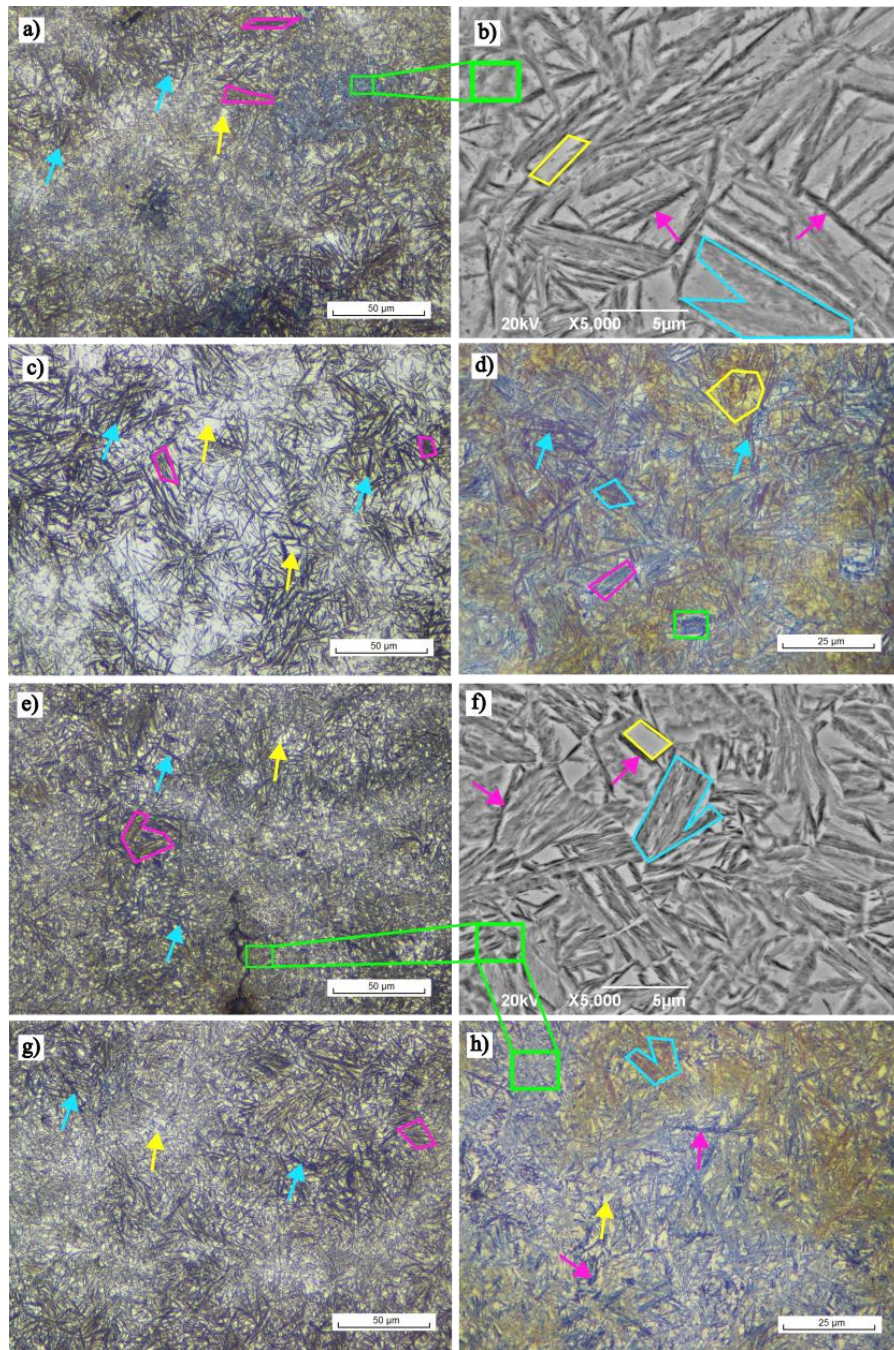


Fig. 17 Micrografías del SM2 tras el tratamiento de austemperado a 300 °C con tiempos de sostenimiento de 30 y 60 minutos. Las imágenes (a–d) corresponden al tratamiento de 30 minutos y las (e–h) al de 60 minutos. Las técnicas de preparación y observación aplicadas son: (a, e) muestra electropulida y atacada con Nital al 2 %; (b, f) microscopía electrónica de barrido (MEB); (c, g) ataque con Nital al 2 % sin electropulido; y (d, h) ataque con reactivo de Beraha.

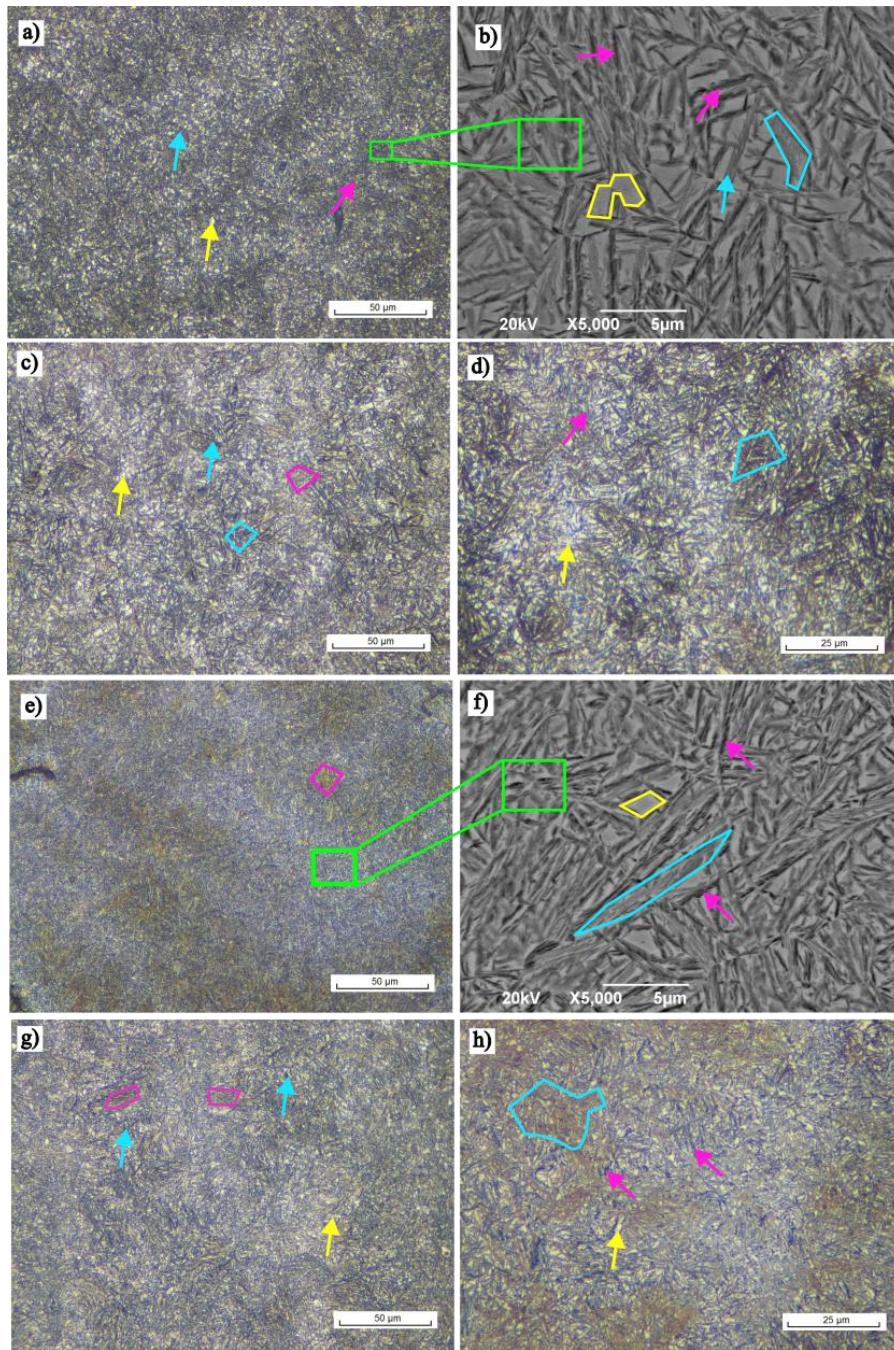


Fig. 18 Micrografías del SM1 tras el tratamiento de Q&P con tiempos de sostenimiento de 30 y 60 minutos. Las imágenes (a–d) corresponden al tratamiento de 30 minutos y las (e–h) al de 60 minutos. Las técnicas de preparación y observación aplicadas son: (a, e) muestra electropulida y atacada con Nital al 2%; (b, f) microscopía electrónica de barrido (MEB); (c, g) ataque con Nital al 2% sin electropulido; y (d, h) ataque con reactivo de Beraha.

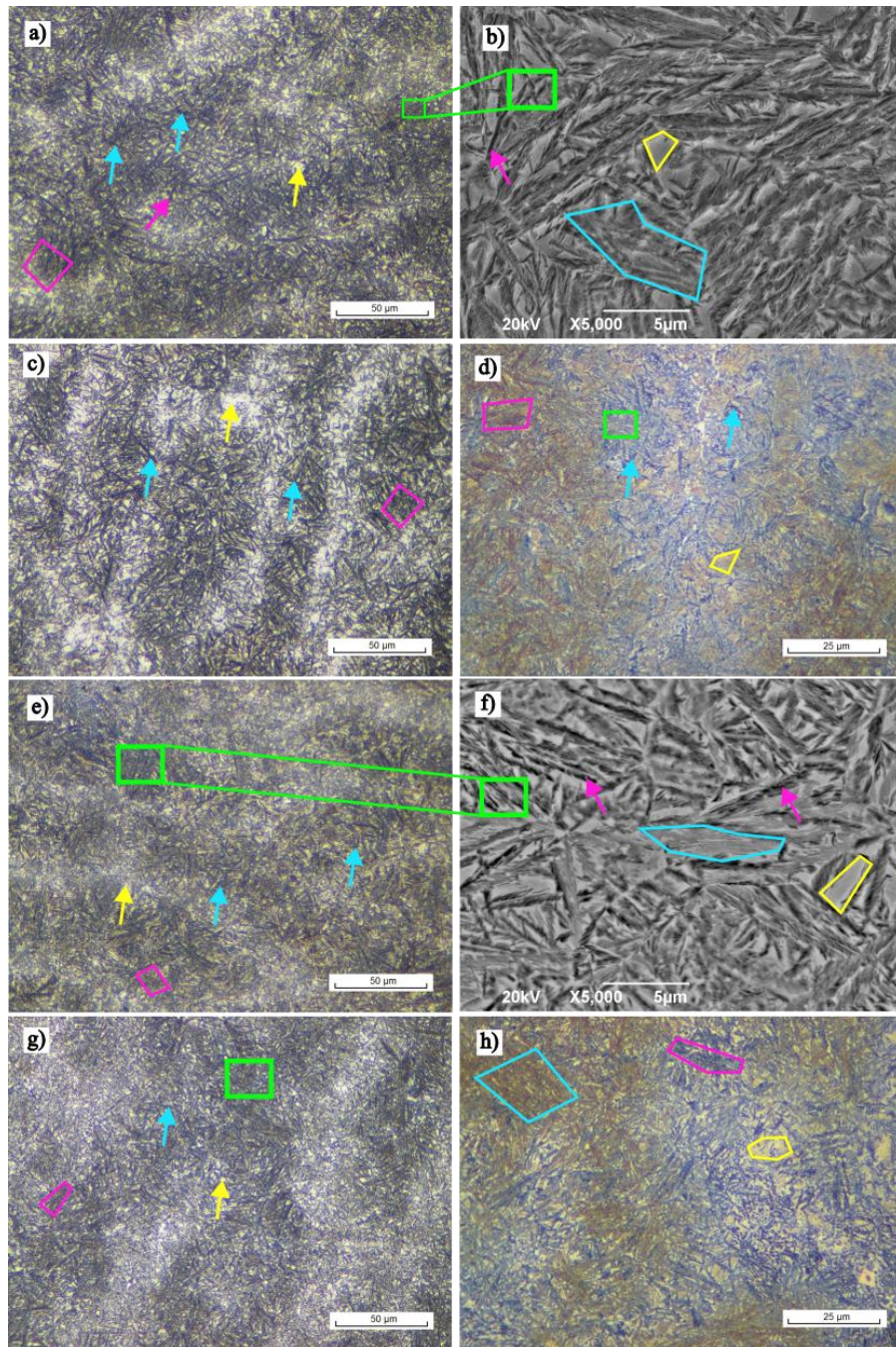


Fig. 19 Micrografías del SM1 tras el tratamiento de Q&P con tiempos de sostenimiento de 30 y 60 minutos. Las imágenes (a–d) corresponden al tratamiento de 30 minutos y las (e–h) al de 60 minutos. Las técnicas de preparación y observación aplicadas son: (a, e) muestra electropulida y atacada con Nital al 2 %; (b, f) microscopía electrónica de barrido (MEB); (c, g) ataque con Nital al 2 % sin electropulido; y (d, h) ataque con reactivo de Beraha.

El análisis del balance de fases para el acero SM1 revela diferencias marcadas en la fracción de AR, MR y B según el tratamiento térmico aplicado (ver Tabla VI). En la muestra tratada mediante Q&P, se obtuvo una fracción de AR del 7,78 % y una fracción de MR del 23 %, calculada experimentalmente mediante la regla de la palanca aplicada sobre la curva dilatométrica. En contraste, en la muestra austemperada, la fracción de AR fue ligeramente superior (9,95 %), mientras que no se evidenció presencia de MR, como era de esperarse para un tratamiento totalmente isotérmico sin etapa de enfriamiento brusco. Por diferencia, se estimó que la fracción restante corresponde a B, siendo significativamente mayor en la muestra austemperada (90,05 %) frente a 69,22 % en la tratada por Q&P. Esta diferencia puede estar asociada al tiempo efectivo disponible para la transformación bainítica en el tratamiento austemperado, donde no hay competencia con la formación de martensita. En conjunto, los resultados muestran que el tratamiento Q&P conduce a una microestructura compuesta por B, AR y una fracción considerable de MR, mientras que el austemperado promueve una mayor conversión de la austenita en bainita, con mayor estabilización de AR.

Es importante señalar que el análisis de DRX se realizó únicamente para el acero SM1, ya que no se llevó a cabo este análisis en el acero SM2, no se realizó una cuantificación de las fases en este último.

Tabla VI. Cuantificación de las fases para el SM1.

Muestra	Tratamiento	Fracción de AR (%)	Fracción de MR (%)	Fracción de B (%)
SM1	Q&P	7,78	23	69,22
	Austemperado	9,95	0	90,05

En el caso de las piezas sometidas a EP seguido del EA, no fue posible realizar un análisis metalográfico adecuado. A pesar de utilizar tanto los parámetros recomendados en el libro *Principios y Prácticas Metalográficas* [46] como aquellos obtenidos experimentalmente a partir de la curva de voltaje versus densidad de corriente (ver figura 20), no se logró una diferenciación clara de las fases presentes en las muestras. Esto se debió a la formación de una capa de óxido superficial durante el EA, la cual, al intentar ser removida con los reactivos comúnmente sugeridos, resultaba en un sobre ataque de la muestra (ver figura 21a). Con el fin de mitigar este efecto, se

tomó la decisión de reducir el tiempo de sostenimiento durante el ataque de 6 a 3 minutos, buscando así minimizar la formación de dicha capa. Sin embargo, incluso con esta modificación, no se logró distinguir con claridad las fases bajo el microscopio (ver figura 21b).

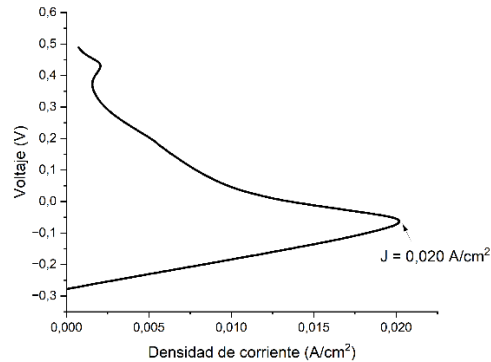


Fig. 20 Gráfico voltaje vs densidad de corriente del SM2 después del tratamiento de Q&P con condiciones: $QT = 150^{\circ}C$ $t = 20s$, $PT = 300^{\circ}C$ $t = 60$ min.

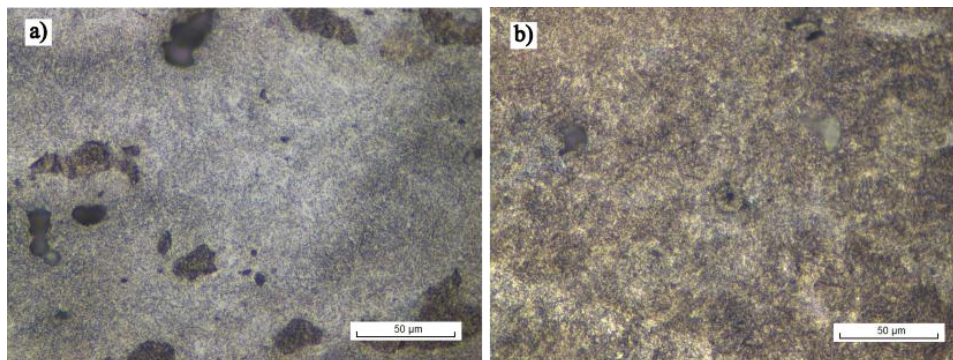


Fig. 21 Micrografías obtenidas por microscopia óptica del SM2 después del tratamiento de Q&P con condiciones: $QT = 150^{\circ}C$, $t = 20$ s; $PT = 300^{\circ}C$, $t = 60$ min, reveladas con EA con un tiempo de sostenimiento de: (a) 3 min; (b) 6 min.

D. Dureza

Los resultados de dureza Vickers obtenidos para el acero SM1 indican que el tratamiento de Q&P con partición a $300^{\circ}C$ durante 30 minutos genera el mayor valor de dureza (538 HV30), seguido de cerca por el tratamiento de austemperado a $300^{\circ}C$ durante 60 minutos (533 HV30), como se muestra en la Tabla VII. En el caso del Q&P, esta dureza se asocia a la combinación de MR (23 %), una fracción moderada de B (69,22 %) y AR (7,78 %). En ambos tratamientos, parte de la austenita que no se transformó en B se convirtió en MF, lo cual se considera en el cálculo de la B total. En

cambio, la muestra austemperada no presentó MR, y su microestructura estuvo dominada por una mayor fracción de B (90,05 %) y una mayor proporción de AR (9,95 %). La diferencia de dureza entre ambos tratamientos puede estar relacionada con la naturaleza de las fases presentes: en Q&P, la presencia de MR contribuye significativamente al endurecimiento, mientras que, en el austemperado, a pesar de contener más B, esta puede presentar una morfología de plumas ligeramente más grandes, reduciendo su efecto endurecedor. En el caso del acero SM2, la mayor dureza se alcanzó con el tratamiento de austemperado de 30 minutos (607 HV30), superando incluso a los valores obtenidos con Q&P. Este comportamiento podría estar vinculado a una transformación bainítica más eficiente en tiempos cortos y a la formación de plumas de bainita de morfología más fina. En ambos materiales se observó una leve disminución de la dureza al aumentar el tiempo de tratamiento a 60 minutos, lo que puede atribuirse al crecimiento de las fases, al revenido progresivo de la MF (en el caso del Q&P), o a la descomposición parcial de la B. Estos resultados reflejan la sensibilidad del equilibrio de fases y su morfología frente al tiempo de tratamiento térmico, y su impacto directo en las propiedades mecánicas.

Tabla VII. Durezas en hv30

Probeta	Tratamiento térmico	Dureza (HV30)	Desviación estándar (HV30)
Acero tipo S modificado 1	Austemperado T: 300°C t: 30 minutos	497	20
	Austemperado T: 300°C t: 60 minutos	533	2
	Q&P QT: 150°C t: 20 s; PT: 300°C t: 30 min	538	17
	Q&P QT: 150°C t: 20 s; PT: 300°C t: 60 min	512	19
Acero tipo S modificado 2	Austemperado T: 300°C t: 30 minutos	607	7
	Austemperado T: 300°C t: 60 minutos	554	11
	Q&P QT: 150°C t: 20 s; PT: 300°C t: 30 min	558	7
	Q&P QT: 150°C t: 20 s; PT: 300°C t: 60 min	550	9

VII. Conclusiones

Los tratamientos térmicos de Q&P y austemperado aplicados a los aceros de herramienta tipo S modificados permitieron obtener microestructuras compuestas por MR, B y AR, cuya proporción varió de acuerdo con la composición química y el tipo de tratamiento térmico empleado. El análisis microestructural, apoyado por técnicas de MO, MEB, EP y ataques químicos selectivos (Nital al 2 % y Beraha), permitió una identificación precisa de las fases en muestras con baja segregación química. No obstante, en aquellas con mayor segregación química, especialmente en los tratamientos de Q&P, se observó una oxidación superficial durante el EP, lo que dificultó la diferenciación microestructural. Este fenómeno se atribuyó no solo a la elevada reactividad electroquímica de la MR, sino también a la presencia de zonas localizadas afectadas por la segregación química, en las cuales la temperatura M_s varía significativamente. En estas regiones, se forma MF más fina y reactiva, cuya alta densidad de defectos y mayor superficie específica la hace más susceptible al sobreataque durante el proceso de EP, dificultando su posterior identificación mediante ataque químico. Además, este comportamiento también puede estar relacionado con la falta de precisión en el control de voltaje y corriente del equipo de EP, lo que genera variaciones en las condiciones del proceso y contribuye a la aparición de artefactos superficiales.

La caracterización por DRX confirmó que el contenido de carbono en la austenita retenida es superior al 1 %, lo que favorece su estabilidad a temperatura ambiente. En cuanto a las propiedades mecánicas, se observó una clara relación entre la composición química de los aceros y su respuesta al tratamiento térmico. El acero SM2, con mayor contenido de elementos de aleación, alcanzó mayores valores de dureza, siendo el tratamiento de austemperado por 30 minutos más efectivo para este material, mientras que el acero SM1 alcanzó su máxima dureza con el tratamiento Q&P. Además, el tratamiento Q&P mostró mayor estabilidad frente a la variación del tiempo de partición, a diferencia del austemperado, cuya dureza disminuyó al prolongar el tiempo de tratamiento.

En conjunto, los resultados permitieron establecer una correlación entre la evolución microestructural, la cinética de transformación, la preparación metalográfica y las propiedades mecánicas. Este estudio contribuye significativamente a la comprensión y optimización de tratamientos térmicos en aceros de herramienta, y resalta el valor del EP como técnica de preparación superficial para una caracterización metalográfica más precisa.

Referencias

- [1] E. E. M. Valenzuela, F. R. Torres, and A. C. Franco, “Cambio de las propiedades mecánicas del acero mediante tratamiento térmico de temple, para manufactura de elementos de máquinas,” *South Florida Journal of Development*, vol. 3, no. 5, pp. 6138–6147, Oct. 2022, doi: 10.46932/sfjdv3n5-034.
- [2] I. de Diego-Calderón, I. Sabirov, J. M. Molina-Aldareguia, C. Föjer, R. Thiessen, and R. H. Petrov, “Microstructural design in quenched and partitioned (Q&P) steels to improve their fracture properties,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 657, pp. 136–146, Mar. 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.01.011.
- [3] F. Hajyakbary, M. J. Santofimia, and J. Sietsma, “Influence of the partitioning treatment on the mechanical properties of a 0.3c-1.5si-3.5mn Q&P steel,” in *Advanced Materials Research*, Trans Tech Publications, 2014, pp. 224–229. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.922.224.
- [4] F. HajyAkbar, M. J. Santofimia, and J. Sietsma, “Optimizing mechanical properties of a 0.3C-1.5Si-3.5MnQuenched and partitioned steel,” in *Advanced Materials Research*, 2014, pp. 100–104. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.829.100.
- [5] O. Ríos-Diez, C. P. S. Giraldo, and R. Aristizábal-Sierra, “Development of steel castings to be heat treated by carbo-austempering,” *Ingeniare*, vol. 28, no. 4, pp. 718–730, 2020, doi: 10.4067/S0718-33052020000400718.
- [6] A. García Ramírez, V. López Hirata, M. Saucedo Muñoz, J. De Jesús García, and E. Meza García, “Transformaciones de fases durante el tratamiento térmico de austemperizado en un acero 0.41%C - 0.7%Mn - 2.15%Si - 0.013%Al”, doi: 10.29057/icbi.v10iEspecial7.
- [7] C. Tobon, R. Aristizábal Sierra, and O. eduardo Ríos Diez, “ESTUDIO MICROESTRUCTURAL DE UN ACERO FUNDIDO ALTO CARBONO-ALTO SILICIO SOMETIDO A TRATAMIENTOS TÉRMICOS DE AUSTEMPERADO Y Q&P,” *Revista Colombiana de Materiales*, vol. 1, no. 19, pp. 25–36, Sep. 2022, doi: 10.17533/rcm/udea.rcm.n19a03.

- [8] L. Isabel, V. Rendón, and O. E. Ríos Díez, “Análisis microestructural del acero AISI/SAE A2 tratado térmicamente bajo condiciones de Q&P.” [Online]. Available: www.udea.edu.co
- [9] A. de P. Silva, L. C. Cândido, V. B. Trindade, and P. H. G. Dornelas, “ANÁLISE DOS EFEITOS DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS DE TÊMPERA E PARTICIONAMENTO, NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE TRÊS AÇOS C-MN DE APLICAÇÃO API,” *Tecnol Metal Mater Min*, vol. 16, no. 4, pp. 504–511, 2019, doi: 10.4322/2176-1523.20191816.
- [10] M. Hernandez Hernandez, V. H. Mercado Lemus, and J. Terrazas Gutiérrez, “Importancia del Tratamiento Térmico en el Análisis de la Microestructura del Acero H13 para Texturizado,” *Ciencia Latina Revista Científica Multidisciplinar*, vol. 8, no. 1, pp. 11557–11568, Apr. 2024, doi: 10.37811/cl_rcm.v8i1.10461.
- [11] L. Pereira De Jesus and C. G. Zimmer, “Avaliação microestrutural em matriz de aço ferramenta: com e sem falha em serviço Microstructural evaluation of a tool steel die: with and without service failure.”
- [12] Christian. Höjerslev, *Tool steels*. Risø National Laboratory, 2001.
- [13] P. Nandwana, “Additive Manufacturing of Tool Steels,” *Additive Manufacturing Processes*, pp. 366–373, Aug. 2020, doi: 10.31399/ASM.HB.V24.A0006576.
- [14] R. N. Penha and Y. F. S. Marins, “Quenching and partitioning heat treatment: the third generation of advanced high-strength steel,” *Research, Society and Development*, vol. 11, no. 10, p. e346111031903, Aug. 2022, doi: 10.33448/rsd-v11i10.31903.
- [15] J. S. Erickson and J. R. Low, “A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels*.”
- [16] T. Sourmail and V. Smanio, “Determination of Ms temperature: Methods, meaning and influence of ‘slow start’ phenomenon,” *Materials Science and Technology (United Kingdom)*, vol. 29, no. 7, pp. 883–888, Jul. 2013, doi: 10.1179/1743284713Y.0000000209.
- [17] J. G. Speer, F. C. Rizzo Assunção, D. K. Matlock, and D. V Edmonds, “The ‘Quenching and Partitioning’ Process: Background and Recent Progress,” 2005.

- [18] J. Speer, D. K. Matlock, B. C. De Cooman, and J. G. Schroth, "Carbon partitioning into austenite after martensite transformation," *Acta Mater*, vol. 51, no. 9, pp. 2611–2622, May 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(03)00059-4.
- [19] K. Hayrynen, K. Brandenberg, J. R. Keough, and L. Vegas, "Carbo-Austempering™- A New Wrinkle? SAE International Off-Highway Congress co-located with CONEXPO-CON/AGG," 2018.
- [20] A. Clark, "Scholarship at UWindsor Scholarship at UWindsor Electronic Theses and Dissertations Theses, Dissertations, and Major Papers 2013 Comparison of Austempering and Quench-and-Tempering Comparison of Austempering and Quench-and-Tempering Processes for Carburized Automotive Steels Processes for Carburized Automotive Steels," 2013. [Online]. Available: <https://scholar.uwindsor.ca/etd>
- [21] Z. Ławrynowicz, "An investigation of the mechanism of bainite transformation in experimental 0.2c-1v-2mn steel," *Advances in Materials Sciences*, vol. 12, no. 2, Jan. 2013, doi: 10.2478/v10077-012-0005-4.
- [22] F. G. CABALLERO, C. GARCÍA-MATEO, J. CHAO, M. J. SANTOFIMIA, C. CAPDEVILA, and C. García de ANDRÉS, "Effects of Morphology and Stability of Retained Austenite on the Ductility of TRIP-aided Bainitic Steels," May 2008, doi: <https://doi.org/10.2355/ISIINTERNATIONAL.48.1256>.
- [23] Z. Xu and T. Y. Hsu F&\$h@, "SCIENCE IN CHINA (Series E) Martensitic transformation fcc (Y) +hcp (8) *," 1997.
- [24] A. Chakraborty, R. F. Webster, and S. Primig, "Lath martensite substructure evolution in low-carbon microalloyed steels," *J Mater Sci*, vol. 57, no. 22, pp. 10359–10378, Jun. 2022, doi: 10.1007/s10853-022-07275-9.
- [25] C. feng Meng *et al.*, "Microstructure and mechanical properties of 20Si2CrNi3MoV steel treated by HDQP process," *Journal of Iron and Steel Research International*, vol. 24, no. 11, pp. 1137–1142, Nov. 2017, doi: 10.1016/S1006-706X(17)30165-6/METRICS.
- [26] O. Ríos Diez, "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," p. 1, 2020, Accessed: Feb. 10, 2025.

[Online].

Available:

<https://dialnet.unirioja.es/servlet/tesis?codigo=331741&info=resumen&idioma=SPA>

- [27] S. Ebner, R. Schnitzer, C. Suppan, A. Stark, H. Liu, and C. Hofer, “Characterization of carbides in Q&P steels using a combination of high-resolution methods,” *Mater Charact*, vol. 163, May 2020, doi: 10.1016/j.matchar.2020.110242.
- [28] J. Zeisig, V. Shtefan, L. Giebeler, U. Kühn, A. Gebert, and J. K. Hufenbach, “A Newly Designed High-Strength Tool Steel with High Wear and Corrosion Resistance,” *Materials*, vol. 16, no. 5, Mar. 2023, doi: 10.3390/ma16051941.
- [29] S. J. Lee, Y. M. Lee, and M. F. Du, “The polishing mechanism of electrochemical mechanical polishing technology,” in *Journal of Materials Processing Technology*, Sep. 2003, pp. 280–286. doi: 10.1016/S0924-0136(03)00720-9.
- [30] E. Gadalińska and W. Wronicz, “Electropolishing procedure dedicated to in-depth stress measurements with x-ray diffractometry,” *Fatigue of Aircraft Structures*, vol. 2016, no. 8, pp. 65–72, Jun. 2016, doi: 10.1515/fas-2016-0004.
- [31] A. Baghdadchi, V. A. Hosseini, and L. Karlsson, “Identification and quantification of martensite in ferritic-austenitic stainless steels and welds,” *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 15, pp. 3610–3621, Nov. 2021, doi: 10.1016/j.jmrt.2021.09.153.
- [32] K. B. Hensel, “SURFACE TREATMENTS ELECTROPOLISHING.”
- [33] A. E. K. Mohammad and D. Wang, “Electrochemical mechanical polishing technology: recent developments and future research and industrial needs,” *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 86, no. 5–8, pp. 1909–1924, Sep. 2016, doi: 10.1007/s00170-015-8119-6.
- [34] George F. Vander Voort, “METALLOGRAPHY PRINCIPLES AND PRACTICE.”
- [35] M. Montoya Mejía, R. E. Aristizábal, and H. D. Machado, “PRODUCCIÓN DE AUSFERRITA NANOESTRUCTURADA EN FUNDICIONES NODULARES SIN ALEAR Y ALEADAS CON COBRE Y NIQUEL,” 2020.
- [36] “Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation,” Feb. 15, 2013, *ASTM International, West Conshohocken, PA*. doi: 10.1520/E0975-13.

- [37] Astm, “Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation 1,” vol. 3, pp. 1–7, 2008.
- [38] A. M. Ford and A. Bryant, “Precision X-Ray Diffractometry,” pp. 1–12, 2011.
- [39] K. Bräutigam-Matus, G. Altamirano, A. Salinas, A. Flores, and F. Goodwin, “Experimental determination of continuous cooling transformation (CCT) diagrams for dual-phase steels from the intercritical temperature range,” *Metals (Basel)*, vol. 8, no. 9, Sep. 2018, doi: 10.3390/met8090674.
- [40] A. I. Z. Farahat, “Dilatometry determination of phase transformation temperatures during heating of Nb bearing low carbon steels,” *J Mater Process Technol*, vol. 204, no. 1–3, pp. 365–369, Aug. 2008, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.11.097.
- [41] C. García De Andrés, F. G. Caballero, C. Capdevila, and L. F. A. ´ Lvarez, “Application of dilatometric analysis to the study of solid-solid phase transformations in steels.”
- [42] M. A. Santajuana *et al.*, “Quantitative assessment of the time to end bainitic transformation,” *Metals (Basel)*, vol. 9, no. 9, Sep. 2019, doi: 10.3390/met9090925.
- [43] Z. Jihua, C. Shuchuan, T. Y. Hsu, X. U. Zuyao, and) Shanghai, “AN INVESTIGATION OF INTERNAL FRICTION WITHIN THE INCUBATION PERIOD OF THE BAINITIC TRANSFORMATION,” 1989.
- [44] H. K. D. H. Bhadeshia, “BAINITE IN STEELS,” 2001.
- [45] J. G. Speer, A. M. Streicher, D. K. Matlock, F. Rizzo, and G. Krauss, “QUENCHING AND PARTITIONING: A FUNDAMENTALLY NEW PROCESS TO CREATE HIGH STRENGTH TRIP SHEET MICROSTRUCTURES.”
- [46] George F. Vander Voort, *METALLOGRAPHY PRINCIPLES AND PRACTICE*. 1999.
- [47] Fernando Guzman, “Análisis de aceros por microscopia óptica,” Jun. 2013.