

## Aplicación de técnicas de nanoindentación y EBSD en aceros con microestructuras complejas<sup>(\*)</sup>

M.A. Altuna\* e I. Gutiérrez\*

### Resumen

En el presente trabajo, se ha estudiado el comportamiento mecánico de aceros con microestructuras ferrítico-perlíticas y ferrítico-martensíticas y la relación de estas con la microestructura. Se han obtenido las diferentes microestructuras mediante tratamientos térmicos. Mediante metalografía cuantitativa se ha determinado la fracción volumétrica de cada fase y el tamaño de grano de la ferrita. Para la caracterización mecánica, se han realizado ensayos de tracción. Con el fin de analizar el comportamiento mecánico de cada fase, se ha utilizado la técnica de nanoindentación. Se ha observado que la ferrita tiene mayor dureza si se encuentra en una microestructura ferrítico-martensítica que si está en una ferrítico-perlítica. Por ello, se ha estudiado el efecto que tiene la presencia de martensita en las características de la ferrita. En este estudio se han aplicado técnicas de EBSD/OIM, con las que se han analizado las desorientaciones presentes en el interior de los granos de ferrita.

### Palabras clave

Endurecimiento ferrita. Martensita. Nanoindentación. EBSD.

## Application of nanoindentation and EBSD techniques in complex microstructures steels

### Abstract

In the present work, the mechanical behaviour of ferritic-perlitic and ferritic-martensitic steels has been studied. These microstructures have been obtained with different thermic treatments. For this study, the volumetric fraction of each phase and the ferrite grain size have been quantified by metallography. For mechanical characterization, tensile tests have been carried out and the nanoindentation technique has been used to analyze the mechanical behaviour of each phase. The nanohardness of ferrite increases when the ferrite is surrounding by the martensite instead of the pearlite. In order to study the effect of the martensite in the ferrite, the misorientations inside the ferrite grain have been analyzed by the technique EBSD/OIM.

### Keywords

Strengthening of ferrite. Martensite. Nanoindentation. EBSD.

## 1. INTRODUCCIÓN

Los aceros duales están constituidos básicamente por una matriz ferrítica en la que se encuentran dispersas islas de martensita<sup>[1 y 2]</sup>. La microestructura dual puede obtenerse directamente tras la laminación en caliente<sup>[3 y 4]</sup> o calentando un acero ferrítico-perlítico hasta una temperatura perteneciente al rango intercrítico  $\alpha/\gamma$ , seguido de enfriamiento rápido que permita transformar a martensita las regiones de austenita<sup>[2 y 5]</sup>. La presencia de esta fase dura hace que estos aceros presenten una alta resistencia y la ferrita, al ser una fase blanda, es la que le aporta al acero unas propiedades buenas de ductilidad. Los duales también se ca-

racterizan por presentar una gran conformabilidad, debido a que presentan un valor pequeño de  $\sigma_y/UTS$  con un alto coeficiente de endurecimiento.

Los ensayos de tracción dan información sobre el comportamiento global del material, pero si se pretende profundizar en el análisis del comportamiento de estos aceros se requieren técnicas más finas de ensayo y observación. En principio, la técnica de nanoindentación parece una técnica adecuada para evaluar las propiedades mecánicas de recubrimientos<sup>[6]</sup> o de microestructuras mixtas dado que permite la realización de indentaciones de unos cuantos nanómetros de profundidad. El método desarrollado por Oliver y Pharr<sup>[7]</sup> permite determinar la dureza y el módulo

(\*) Trabajo recibido el día 26 de octubre de 2006 y aceptado en su forma final el día 31 de mayo de 2007.

\* CEIT y TECNUN (Universidad de Navarra). Pº Manuel de Lardizabal, 15, 20018 Donostia-San Sebastián. Email: aaltuna@ceit.es.

elástico a partir de las curvas carga-desplazamiento obtenidas por nanoindentación. La aplicación de estas técnicas en aceros con diferentes microestructuras ha permitido establecer que existe una relación entre los valores de nanodureza y las características mecánicas determinadas mediante ensayos de tracción, aunque hay que tener en cuenta efectos de tamaño de indentación<sup>[8]</sup>. Un estudio realizado por Rodríguez *et al.*<sup>[9]</sup> en aceros con microestructuras mixtas reveló que el valor de nanodureza en la ferrita aumentaba cuando pasaba de estar en una estructura ferrito-perlítica a estarlo en una ferrito-martensítica. Por otro lado, Choi *et al.*<sup>[10]</sup> realizaron medidas de nanodureza en un acero ferrito-martensítico obteniendo valores medios de nanodureza de 2 y 2,9 GPa para la ferrita con tamaño de grano normal y ultrafino (1-2 mm), respectivamente, y de 5,7 GPa para la martensita. Estos autores, también estudiaron la variación de la nanodureza dentro de los granos de ferrita y observaron un ligero endurecimiento en las cercanías del borde del grano. Delincé *et al.*<sup>[11]</sup> estudiaron las diferentes contribuciones que tienen lugar en el endurecimiento del material, teniendo en cuenta el efecto de tamaño de la indentación, el endurecimiento intrínseco de la ferrita y el endurecimiento producido por la martensita.

En el presente trabajo se pretende profundizar en el estudio del efecto de la coexistencia de ferrita y de martensita presente en las microestructuras duales y para ello se han utilizado técnicas de nanoindentación y de EBSD. Con esta última técnica se ha pretendido investigar la posible deformación inducida en la ferrita por el incremento de volumen que se produce en la transformación austenita-martensita. También se han tenido en cuenta otros factores, tales como la presencia de carbono en solución en ferrita tras el enfriamiento aplicado en los tratamientos térmicos realizados para la obtención de las microestructuras duales.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

En el presente trabajo se ha estudiado un acero cuya composición se muestra en la tabla I. Este acero, con estructura ferrito-perlítica de partida, se ha sometido

a dos tratamientos térmicos consistentes en el calentamiento y mantenimiento durante 20 min en atmósfera de argón, a las temperaturas de 710 °C y 730 °C, respectivamente, seguido en ambos casos de temple en agua.

Para la caracterización microestructural, se ha recurrido a la microscopía óptica y electrónica de barrido (SEM). Los estudios mediante SEM se han llevado a cabo con un microscopio Philips XL-30. Para la preparación metalográfica, las muestras se han pulido con pasta de diamante hasta 1 mm y atacado posteriormente con nital al 2 %. La fracción volumétrica y el tamaño de grano de la ferrita se han determinado mediante el método de conteo de puntos y el método de la longitud media interceptada<sup>[12]</sup>, respectivamente. Para cada caso, se han medido como mínimo 600 granos.

Para la caracterización mecánica, se han mecanizado dos probetas de tracción para cada tratamiento. Estas probetas presentaban una sección rectangular uniforme de 3x4 mm y una longitud de trabajo de 17 mm. Todos los ensayos se han llevado a cabo a temperatura ambiente en una máquina electromecánica INSTRON 4505 con control de posición. La velocidad de la cruceta ha sido de 1 mm/min, siendo la velocidad de deformación correspondiente de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Para realizar los ensayos de nanoindentación se ha utilizado un NanoIndenterII (Nano Instruments). En el tratamiento de los datos obtenidos para su posterior conversión en valores de nanodureza se ha utilizado el método descrito por Oliver y Pharr<sup>[7]</sup>. Se ha utilizado como indentador una punta de diamante Berkovich y una profundidad de indentación de 250 nm. En cada muestra ensayada, en áreas representativas de la muestra, las nanoindentaciones han sido regularmente distribuidas en matrices de al menos de 200 puntos, siendo la distancia entre ellas de 8 mm. Pevio a la realización del ensayo de nanodureza, las muestras se han electropulido en una solución de 10 % de perclórico en ácido acético glacial, aplicando un voltaje de 20 V durante un tiempo entre 1-3 min. Después del ensayo, las muestras han sido atacadas con 2 % níquel y observadas en el SEM para asociar cada huella a la fase correspondiente.

Para la caracterización mediante Difracción de Electrones Retrodispersados (EBSD) se ha utilizado

**Tabla I.** Composición del acero (% en peso)

*Tabla I. Steel composition (wt %)*

C	Si	Mn	S	P	Al	Cu	Ni	N	Cr	Sn	V
0,1	0,19	0,96	0,009	0,014	0,006	0,38	0,28	0,0104	0,12	0,026	0,03

un equipo TSL Pegasus 4000 (OIM 4000 con cámara CCDDigiView III). El sistema EBSD/OIM permite interpretar los patrones de difracción formados por electrones retrodispersados procedentes de un punto de la superficie de la muestra<sup>[13 y 14]</sup>. Se han realizado barridos de 60 x 60 mm<sup>2</sup>, utilizando un paso de 0,2 mm para, luego, obtener imágenes de calidad y mapas de orientación. Las imágenes de calidad proporcionan información cualitativa de la microestructura, es decir, estos mapas describen la calidad de los patrones de difracción, que está relacionado con la distribución de la deformación en la microestructura. Se ha adoptado el criterio de definir los granos utilizando una tolerancia mínima de 15°. Se han trazado también perfiles de desorientación “punto a punto” que considera la desorientación entre puntos contiguos y la desorientación “punto a origen” que tiene en cuenta la desorientación relativa de un punto referido al de otro que se ha tomado como origen. La primera magnitud permite evaluar la desorientación local, a una escala comparable con el tamaño del paso seleccionado para la realización de la medida y la segunda proporciona información sobre el gradiente de desorientación en el interior de un grano. La preparación de la muestra para EBSD ha sido la misma que la utilizada para los ensayos de nanoindentación.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el presente trabajo, se parte de un acero laminado en caliente, cuya microestructura ferrito-perlítica se muestra en la figura 1 a). En la tabla II se muestran los resultados obtenidos de la caracterización microestructural realizada. Puede verse que el tamaño de grano de ferrita supera ligeramente las 17 mm, mientras que la fracción volumétrica de perlita es de un 12 %, aproximadamente. Tras el tratamiento realizado a la temperatura de 710 °C, la microestructura final está, también, constituida por ferrita y perlita (Fig. 1b)). Dado que esta temperatura de calenta-

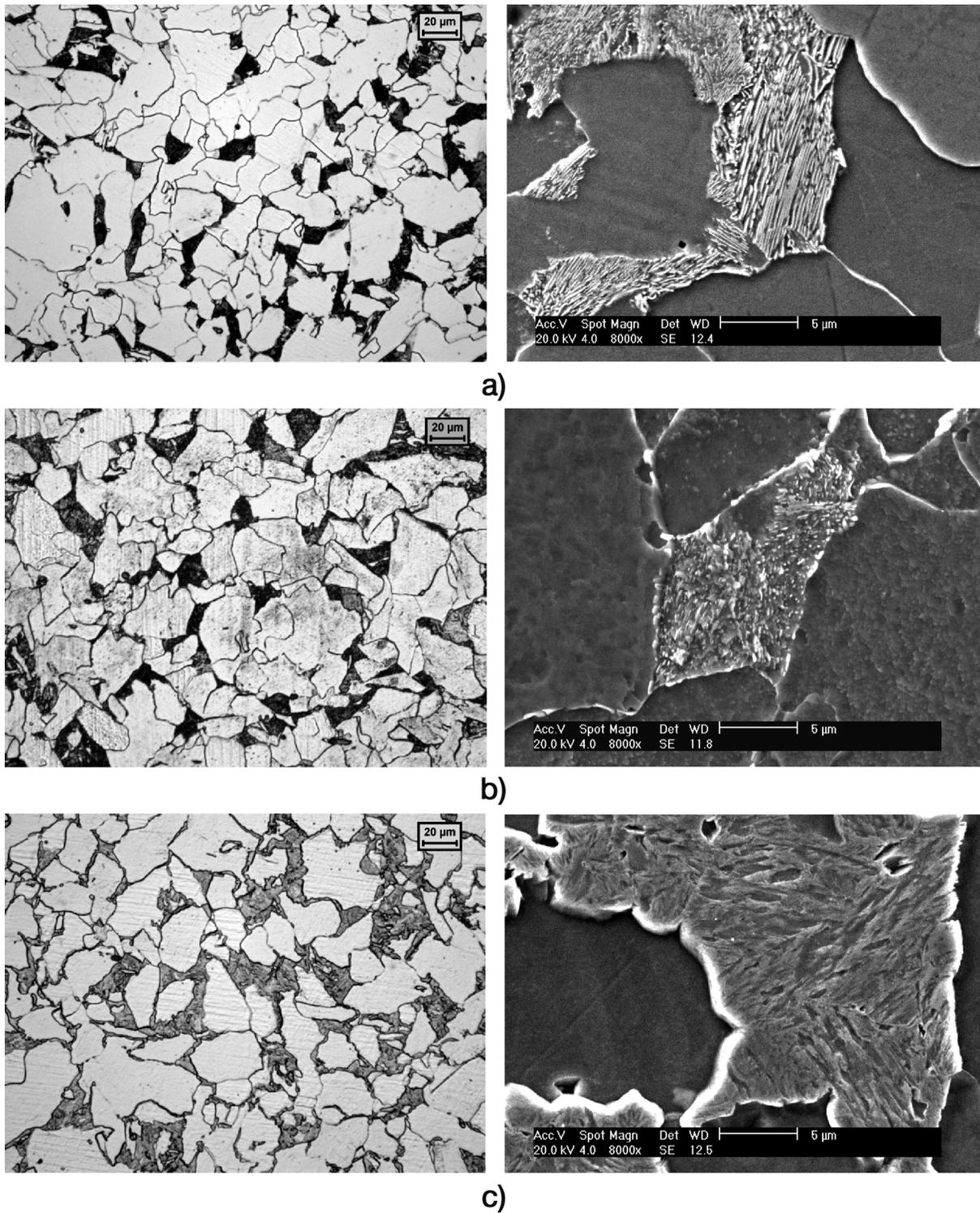
miento es inferior a la  $A_{c1}$  (temperatura eutectoide), necesaria para el inicio de la transformación austenítica, tras este tratamiento la microestructura es básicamente la misma que la que se tenía de partida. Los datos mostrados en la tabla II muestran que ni la fracción volumétrica de perlita ni el tamaño de grano de ferrita se han visto afectados de forma significativa por el tratamiento. Sin embargo, a mayores aumentos se observa que la cementita presente en la perlita no adopta la clásica disposición laminar, sino se presenta en forma globular. Esto es lógico si se tiene en cuenta que al calentar el acero a temperaturas cercanas a la temperatura de austenización, se produce la esferoidización de la cementita inducida por la minimización de la energía superficial asociada a las intercaras cementita-ferrita que conlleva este cambio de morfología<sup>[15-17]</sup>. La de 730 °C supera ligeramente la  $A_{c1}$  y, por ello, es de esperar que se produzca una austenización parcial del acero en las regiones ocupadas inicialmente por la perlita y por carburos. Esto se confirma experimentalmente, al observarse que la microestructura final obtenida tras el temple es de tipo ferrito-martensítico (Fig. 1c)). La perlita presente en la microestructura de partida ha sido totalmente sustituida por martensita. La ligera disminución de la fracción volumétrica de ferrita que se produce durante el tratamiento puede indicar también una austenización incipiente de esta fase posiblemente en las regiones ricas en carbono. También se observa un ligero crecimiento del tamaño de grano de ferrita.

Los valores del límite elástico, resistencia a la tracción y alargamiento, obtenidos por los ensayos de tracción realizados sobre el material inicial y tras los tratamientos aplicados, se recogen en la tabla III. Si se comparan el material de partida con el tratamiento realizado a 710 °C, se puede ver que la microestructura ferrito-perlítica de partida tiene un límite elástico de unos 345 MPa, una resistencia a la tracción de 519 MPa y un alargamiento de 32 %. Tras el tratamiento térmico realizado a 710 °C, se observa un aumento significativo del límite elástico y de la

**Tabla II.** Parámetros microestructurales (fracción volumétrica y el tamaño de grano de la ferrita) para distintas temperaturas de tratamiento

*Tabla II. Microstructural parameters (volumetric fraction and the ferrite grain size) for different treatments*

Acero	Microestructura	fv Ferrita (%)	fv Perlita (%)	fv Martensita (%)	$D_{\alpha}$ ( $\mu$ m)
MP	F+P	88±1	12±1		17,4±3,0
710	F+P	87±1	13±1		17,2±1,7
730	F+M	82±1		18±1	19,3±2,0



**Figura 1.** Microestructuras obtenidas mediante microscopía óptica y SEM para distintos tratamientos: a) Material de partida; b) 710 °C y c) 730 °C.

*Figure 1. Optical and SEM micrographs obtained for different treatments: a) initial; b) 710 °C and c) 730 °C.*

resistencia a la tracción, pasando éstos a alcanzar valores de 465 y 598 MPa respectivamente, mientras que el alargamiento presenta una ligera disminución,

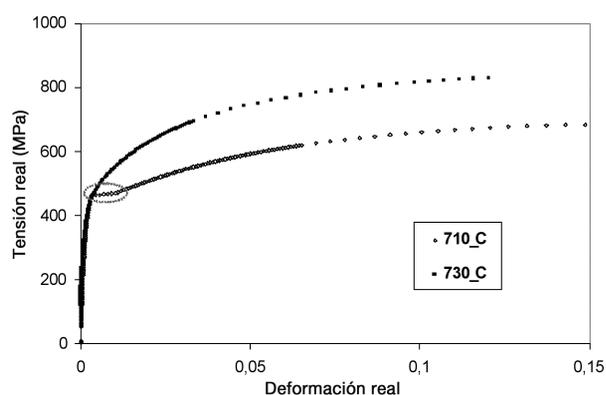
27 %. Cabe destacar que, aún presentando la misma fracción volumétrica y el mismo tamaño de grano de ferrita que en el material de partida, las característica

**Tabla III.** Propiedades mecánicas y nanodurezas medias de cada fase en diferentes microestructuras

*Tabla III. Mechanical properties and average nanohardness of phases for different microstructures*

Acero	Tracción				Nanoindentación		
	Límite elástico (MPa)	UTS (MPa)	Alargamiento a rotura (%)	Coefficiente endurecimiento (GPa)	H Ferrita	H Perlita	H Martensita (GPa)
MP	345	519	32	0,15	2,72±0,53	4,38±0,78	—
710	465	598	27	0,15	2,95±0,46	4,74±0,53	—
730	458	745	17	0,17	3,17±0,64	—	9,73±1,59

mecánicas han incrementado significativamente tras el tratamiento a 710 °C en el que se ha producido la globulización de la perlita y en el que ha podido variar la concentración de elementos en solución, especialmente el carbono. Para el tratamiento realizado a 730 °C, debido a la presencia de la martensita, la resistencia a la tracción aumenta notablemente, alcanzándose un valor de 745 MPa. Sin embargo, este mismo aumento no se refleja en el límite elástico y el valor alcanzado por este último es muy similar al obtenido tras el tratamiento realizado a 710 °C. Este comportamiento se explica si se comparan las correspondientes curvas de tracción (Fig. 2). Las curvas de tracción correspondientes a las microestructura ferrito-perlítica muestran una meseta inicial asociada a la formación de bandas de Lüders<sup>[15 y 18]</sup> resultantes de la presencia en el acero de elementos intersticiales (carbono y nitrógeno) en solución sólida<sup>[19]</sup>. Durante el ensayo de tracción, ocurre la segregación de estos elementos a las dislocaciones, con lo que se

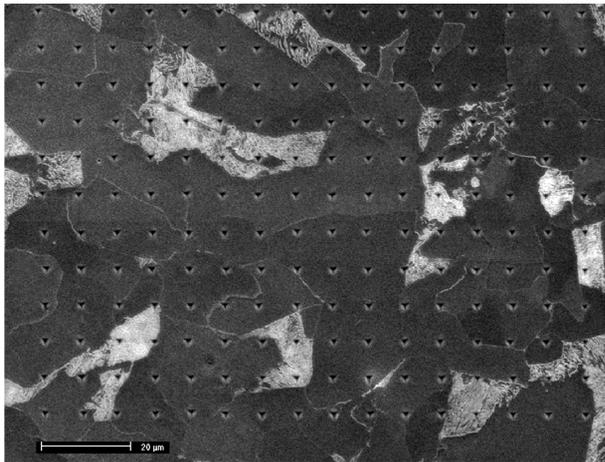


**Figura 2.** Curvas de tracción para los tratamientos realizados a 710 °C y 730 °C.

*Figure 2. Flow curves for the treatments at 710 °C y 730 °C.*

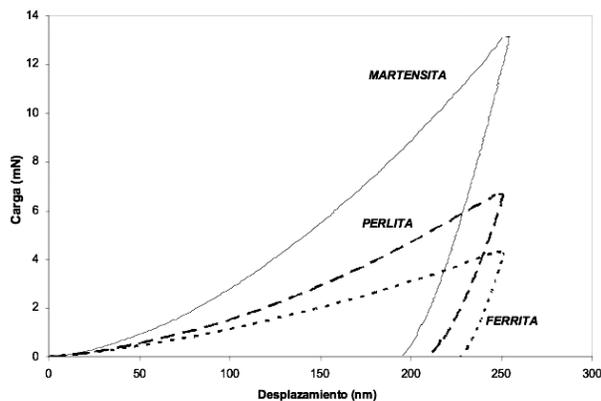
bloquea el avance del deslizamiento. Cuando estas bandas se propagan de un extremo a otro de la muestra, se recupera el comportamiento normal de la curva tensión-deformación. En los aceros duales, suele ser habitual que la deformación del material se produzca de forma más homogénea y que, en consecuencia, desaparezca la meseta de la curva de tracción<sup>[20 y 21]</sup>. La desaparición de la meseta hace que al calcularse el límite elástico para un 0,2 % de deformación plástica, el valor obtenido en un acero dual sea menor que el determinado para un acero ferrito-perlítico que suele coincidir aproximadamente con la tensión en la meseta. En cambio, debido a que el coeficiente de endurecimiento es más grande en los aceros duales con respecto a los aceros ferrito-perlítico<sup>[22]</sup>,  $n = 0,17$  y  $n = 0,15$  para el tratamiento de 730 °C y 710 °C, respectivamente, el acero dual se endurece más durante el ensayo de tracción y, en consecuencia, la resistencia a la tracción obtenida es más elevada, como se observa en la tabla III.

Las curvas de tracción dan el comportamiento global del material bifásico pero no proporcionan información sobre el comportamiento de las fases. Como se ha mencionado en apartados previos, para el estudio del comportamiento de las fases constituyentes se han realizado ensayos de nanoindentación. En la figura 3 se muestra un ejemplo de la matriz de nanoindentación utilizada para el material ferrito-perlítico y, en la figura 4, se muestra un ejemplo de las curvas carga-desplazamiento características obtenidas para las fases ferrita, perlita y martensita. A partir de estas curvas, se han calculado los valores de nanodureza, H, (Tabla III). Para el cálculo de las durezas de las fases no se han tenido en cuenta las indentaciones que son dudosas o que caen en las juntas de grano, debido a que estas indentaciones presentan valores normalmente más elevados<sup>[10, 23 y 24]</sup>. En la tabla III se muestran los valores medios obtenidos para cada fase. La ferrita, que es la fase más blanda presenta unos valores medios en el rango 2,7-3,2 GPa,



**Figura 3.** Matriz de nanoindentación para el material partida.

*Figure 3. Nanoindentation array in initial material.*



**Figura 4.** Curvas carga-desplazamiento para las tres fases para una indentación de 250 nm.

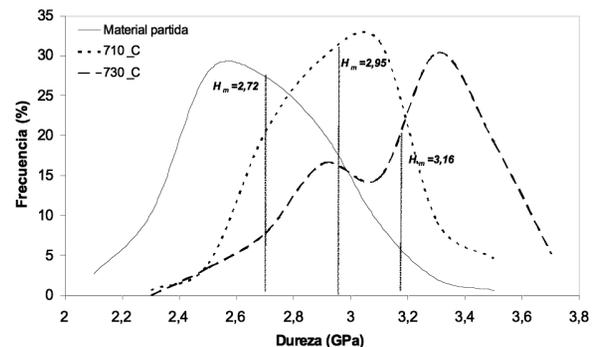
*Figure 4. Nanoindentation load-depth curves for ferrite, pearlite and martensites phases for an indentation depth of 250 nm.*

dependiendo del material, la perlita se encuentra entre 4,3-4,8 GPa y, por último, la martensita da un valor medio de 9,73 GPa. La elevada dureza de la martensita se relaciona con la sobresaturación del carbono intersticial en la red cristalina y con la presencia de una elevada densidad de dislocaciones, siendo imposible separar la contribución de cada uno de estos dos términos por estar interrelacionados<sup>[25]</sup>.

En las medidas de nanodureza es también importante mencionar la influencia que puede tener el tamaño de la huella. Como consecuencia del Efecto Tamaño en Indentación (ISE), el valor de nanodureza

va incrementando a medida que disminuye la profundidad de la huella<sup>[8]</sup>. Por ello, los valores obtenidos son comparables entre sí por haberse realizado con el mismo tamaño de huella (250 nm), pero no son directamente extrapolables a otros casos. En consecuencia, cuando se compara el valor de nanodureza a 250 nm con las propiedades obtenidas a tracción, se observa que no se cumple la relación de Tabor. Sólo para tamaños de huella elevados se cumple dicha relación<sup>[8]</sup>.

Las nanodurezas obtenidas para distintas fases son muy diferentes, pero si se estudia la misma fase en diferentes tratamientos, por ejemplo, la ferrita, las diferencias son pequeñas. En la tabla III se muestran los errores cometidos para el intervalo de confianza del 95 %. Según estos errores, las nanodurezas de ferrita de las tres muestras se solapan. La dispersión que existe en la obtención de valores de nanodureza es alta porque en el método de Oliver y Pharr<sup>[7]</sup> la nanodureza se calcula a partir del área del contacto y en el cálculo del área de contacto, únicamente se tiene en cuenta la profundidad de la indentación desde el primer punto de contacto con la superficie del material. Sin embargo, las muestras pueden experimentar fenómenos de acomodación plástica como pueden ser el efecto *pile-up* o el efecto *sink-in*. La consecuencia de dicho comportamiento, es un ligero error en el cálculo del área de contacto real y, por lo tanto, una dispersión en los valores de nanodureza. Las distribuciones de nanodurezas que se observan en la figura 5 muestran, además del solapamiento que existe en la ferrita para las tres muestras ensayadas cómo, a medida que aumenta la temperatura de tratamiento, la curva normal de nanodurezas se desplaza a la derecha, es decir, a valores más altos. En consecuencia, se observa un incremento sistemático de la dureza de la ferrita con la temperatura de tratamiento obteniendo valores medios de 2,72, 2,95 y 3,16 GPa para el material de partida, con



**Figura 5.** Distribución de valores de nanodureza de ferrita en diferentes microestructuras.

*Figure 5. Distribution of nanohardness' values of ferrite for different microstructures.*

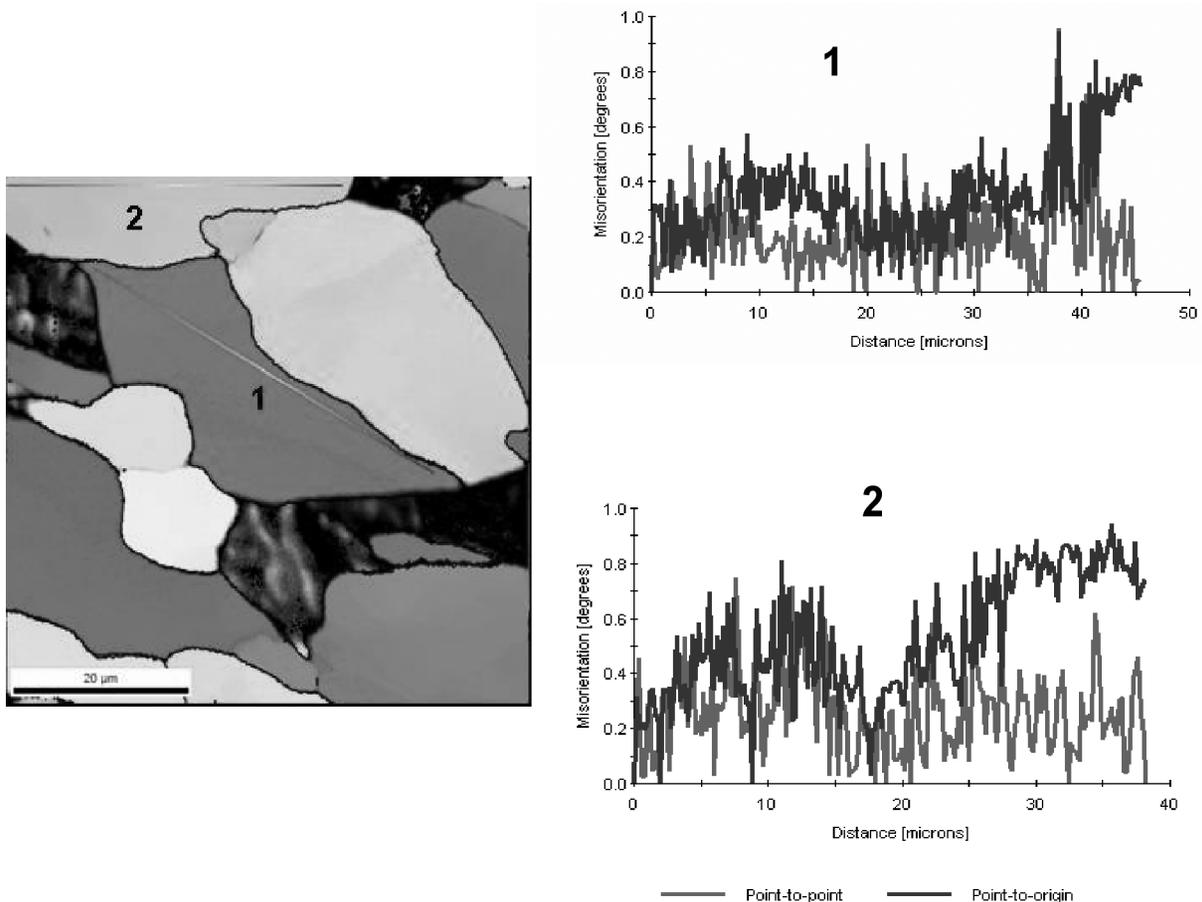
el tratamiento realizado a 710 °C y 730 °C, respectivamente.

Considerando, en primer lugar, los dos materiales con microestructura ferrito-perlítica, se observa un ligero endurecimiento de la ferrita tras el tratamiento realizado a 710 °C. Esta temperatura de tratamiento está ligeramente por debajo de la eutéctico y, por lo tanto, es previsible que la solubilidad de carbono en la ferrita esté próxima a su valor máximo. La fracción atómica de carbono disuelto en ferrita en condiciones de equilibrio se puede estimar a partir de la siguiente ecuación<sup>[26 y 27]</sup>:

$$At. \% = 100.10^{(1.05-4040 / T)} \quad (1)$$

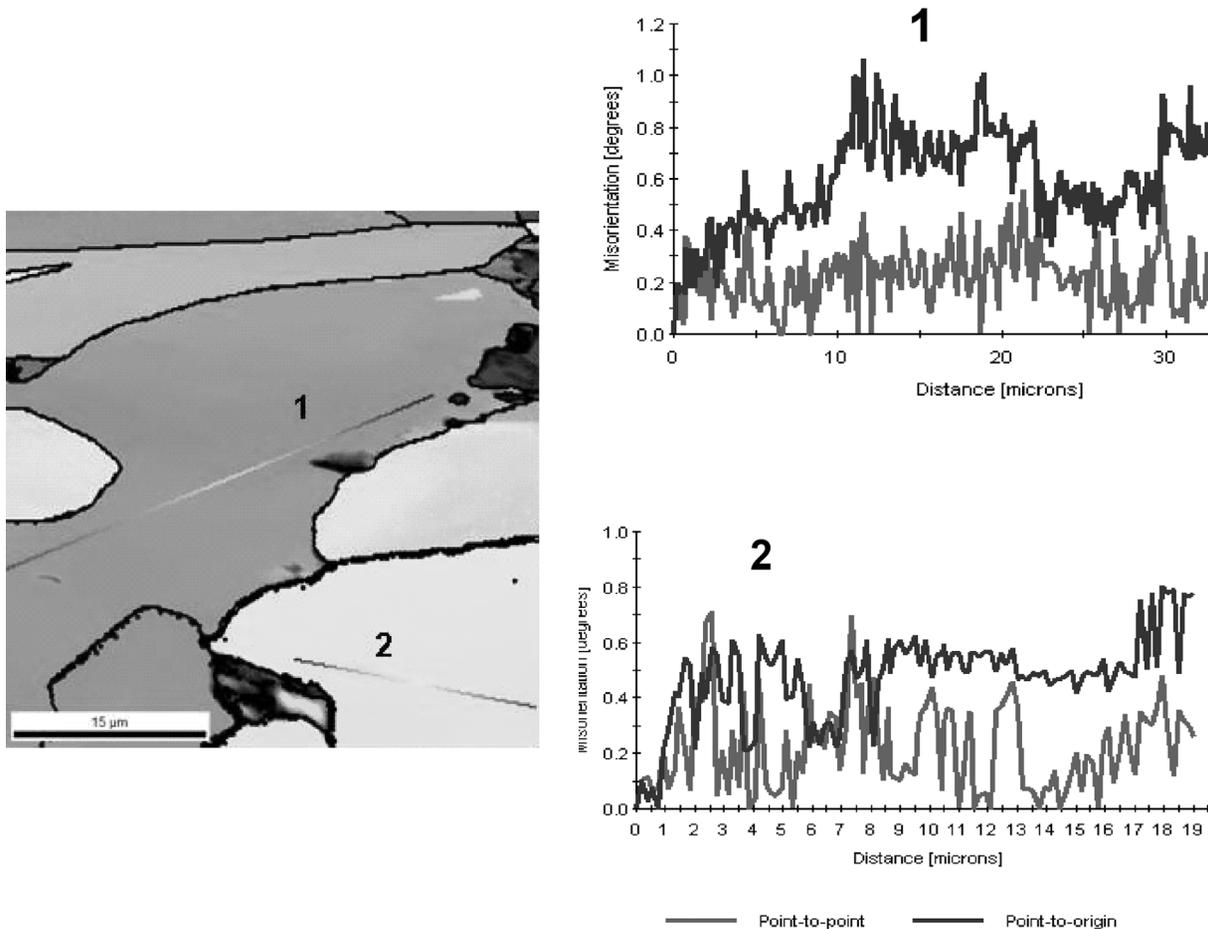
siendo T la temperatura en K. Aplicando esta ecuación se puede estimar que, aproximadamente, 0,019 % en peso de carbono está en solución sólida a la temperatura de 710 °C. Es bien conocido que el carbono

en solución contribuye al límite elástico del acero<sup>[28 y 29]</sup>, proporcionalmente a su concentración. El factor de proporcionalidad que se asocia a este elemento es aproximadamente 5.000. Es de esperar que el carbono en solución a 710 °C se mantenga en este mismo estado tras el temple. Sin embargo, en el material de partida, el enfriamiento relativamente más lento aplicado tras la deformación en caliente habrá propiciado la precipitación del carbono en forma de cementitas, dejando muy poco carbono en solución. Utilizando la concentración de carbono en solución a 710 °C estimada anteriormente, se puede deducir un incremento de 94 MPa en el límite elástico. Este valor se aproxima al incremento obtenido en el límite elástico si se comparan los datos de tracción del material de partida y tras el tratamiento 710 °C. En consecuencia, la presencia de carbono en solución sólida es la causante del aumento en la nanodureza de la ferrita a 710 °C con respecto al material de partida. Furnémont *et al.*<sup>[30]</sup>



**Figura 6.** Mapa de orientación y de calidad de imagen (superpuestos) y perfiles de desorientación “punto a punto” y “punto a origen” calculados a lo largo a las trazas 1 y 2. Material con microestructura ferrito-perlítica de partida.

*Figure 6. Grain orientation superposed to the image quality map and misorientation profiles (point to point and point to origin) obtained along the segments 1 and 2. Initial steel.*



**Figura 7.** Mapa de orientación y de calidad de imagen (superpuestos) y perfiles de desorientación “punto a punto” y “punto a origen” calculados a lo largo a las trazas 1 y 2. Material con microestructura ferrito-perlítica, tras tratamiento a 710 °C.

*Figure 7. Grain orientation superposed to the image quality map and misorientation profiles (point to point and point to origin) obtained along the segments 1 and 2. for the treatment at 710 °C.*

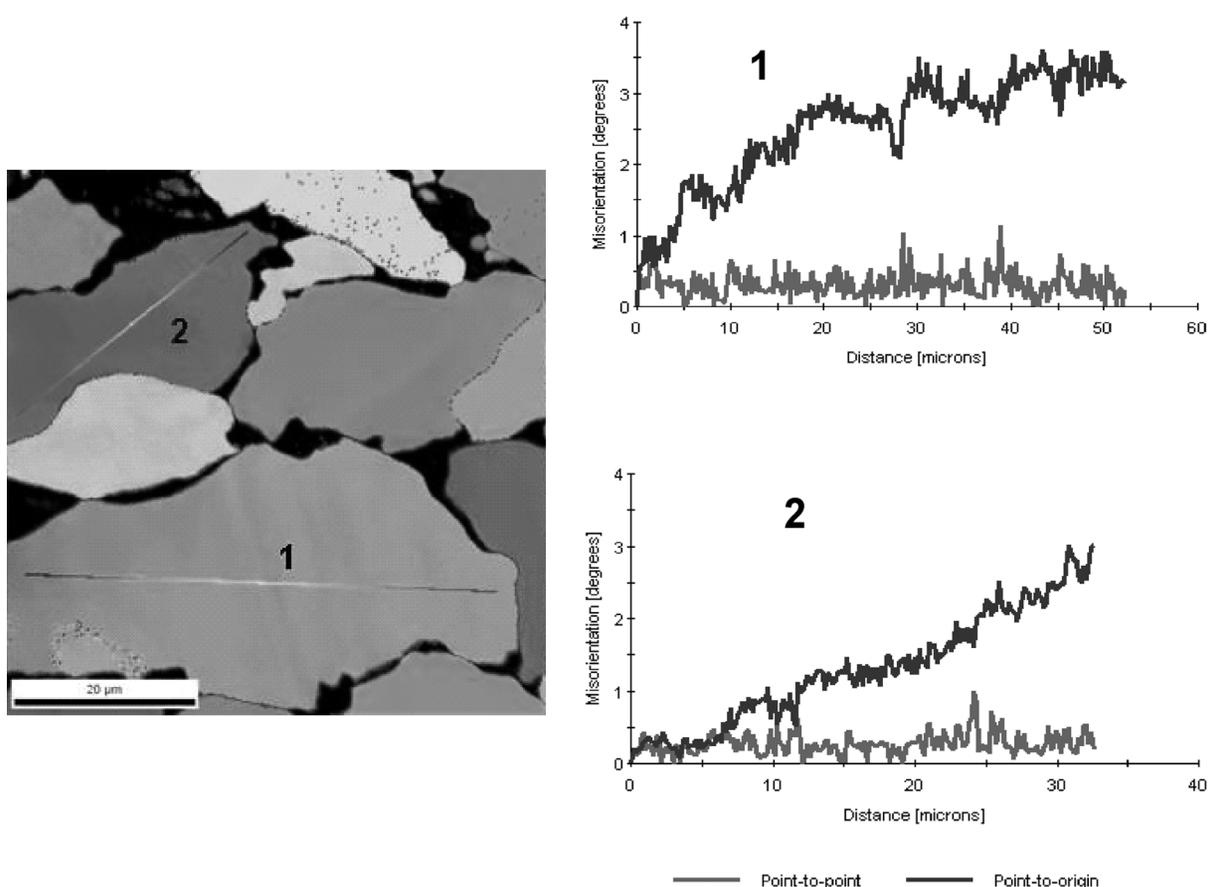
también observaron un endurecimiento de la ferrita producido por los elementos de solución sólida.

La segunda de las temperaturas seleccionadas para la realización de los tratamientos térmicos pertenece al rango intercrítico en el que se puede aplicar la siguiente ecuación para estimar en condiciones de equilibrio la concentración de carbono en solución en la ferrita a la temperatura de 730 °C [26 y 27]:

$$At. \% = 6,5594 \times 10^{-1} - 5,536 \times 10^{-4} T \quad (2)$$

Este cálculo permite estimar una concentración aproximada de 0,021 % en peso de carbono en solución. Esta concentración es sólo ligeramente superior a la estimada para la temperatura de 710 °C y no puede explicar la diferencia en valores de nanodureza observados. Sin embargo, como se ha comentado ante-

riormente, para el tratamiento de 730 °C, se obtiene una estructura dual constituida por ferrita y martensita. La ferrita es básicamente la misma que la presente en el material antes del tratamiento térmico debido a que esta temperatura de tratamiento supera en pocos grados a la temperatura eutectoide. Los datos de la tabla II confirman que la fracción de martensita formada en el enfriamiento coincide, aproximadamente, con la fracción de perlita presente en el material de partida. En la transformación austenita-martensita tiene lugar un cambio de volumen, que puede producir la distorsión en las fases cercanas a la martensita. Se ha observado, por ejemplo, que la ferrita presenta un mayor nivel de dislocaciones en la proximidad de las islas de martensita<sup>[31 y 32]</sup>. Si se comparan los valores de nanodureza obtenidos para los tratamientos de 710 °C y 730 °C, se observa que la ferrita de la microestructura dual (ferrito-martensítica) es más dura, posiblemente



**Figura 8.** Mapa de orientación y de calidad de imagen (superpuestos) y perfiles de desorientación “punto a punto” y “punto a origen” calculados a lo largo a las trazas 1 y 2. Material con microestructura ferrito-martensítica.

*Figure 8. Grain orientation superposed to the image quality map and misorientation profiles (point to point and point to origin) obtained along the segments 1 and 2 for the treatment at 730 °C.s*

debido a la distorsión que produce la formación de la martensita y, en consecuencia, endureciendo la ferrita del material de partida.

De momento, se ha utilizado microscopía electrónica de transmisión para observar fenómenos locales en las proximidades de la intercara con la martensita<sup>[31-33]</sup>. En el presente trabajo se ha pretendido obtener información a una escala más grande y, para ello, se ha llevado a cabo la caracterización mediante EBSD/OIM de los diferentes materiales estudiados. En las figuras 6-8, se muestran los mapas de orientación sobre los que se han superpuesto los mapas de calidad de imagen. La perlita y la martensita producen puntos con un índice bajo de calidad de imagen, por lo que aparecen en negro. Se ha utilizado una tolerancia de 15° para definir los mapas de orientación de las figuras anteriores. Por ello, se han definido los granos de ferrita. Sobre estos granos, se han hecho unas trazas al azar y se ha medido la des-

orientación “punto a punto” y “punto a origen”. Algunos ejemplos característicos de los gráficos obtenidos se muestran en las figuras citadas.

Los perfiles de desorientación obtenidos para las trazas realizadas en el interior del grano de ferrita, para los aceros ferrito-perlíticos muestran una desorientación “punto a punto” y “punto a origen” menor a 1°, lo que está dentro del rango de resolución del aparato (Figs. 6 y 7). Esto concuerda con lo esperable en un grano libre de deformación. Sin embargo, para el acero ferrito-martensítico, aunque la desorientación punto a punto sigue siendo muy pequeña (< 1°), el perfil de desorientación “punto a origen” muestra que la desorientación se va acumulando con la distancia, llegando a alcanzar una desorientación de hasta 5°. Esta acumulación de desorientación sólo se cumple para algunos de los granos de ferrita en los aceros ferrito-martensíticos y está asociada a gradientes de deformación. Esto es lógico, teniendo en cuenta que la

fracción del volumen de martensita es del orden del 15-20 %, y aunque las islas de martensita son pequeñas y rodean a muchos granos de ferrita, como se puede observar en la figura 8, no todos los granos de ferrita limitan con martensita y, en consecuencia, no presentan deformación.

#### 4. CONCLUSIONES

Las conclusiones más relevantes de este estudio han sido:

- El valor de nanodureza de ferrita aumenta tras aplicar un tratamiento. Cuando la temperatura de tratamiento es de 710 °C, el endurecimiento es debido al efecto de carbono en solución sólida y, para la temperatura de 730 °C, el endurecimiento se produce por el efecto de carbono en solución sólida y por la presencia de la martensita.
- En los aceros ferrito-perlíticos, la desorientación presente en el interior de un grano es menor que 1°, mientras que para los aceros ferrito-martensíticos, algunos granos de ferrita presentan desorientaciones de hasta 5°, lo que significa que la ferrita está deformada y, en consecuencia, endurecida.

#### Agradecimientos

Los autores agradecen a la Comunidad Europea (Proyecto CECA RFS-PR-02013) y a la CICYT por la financiación del presente trabajo.

#### REFERENCIAS

- [1] D. T. LLEWELLYN Y D. J. HILLIS, *Ironmaking Steelmaking* 23 (1996) 471-478.
- [2] A. J. ABDALLA, ET AL., *Rev. Bras. Aplic. de Vácio* 23 (2004) 52-57.
- [3] W. BLECK Y K. PHU-ON, *Mat. Sci. Forum* 500-501 (2005) 97-112.
- [4] J. LIS, A. K. LIS Y C. KOLAN, *J. Mater. Process. Tech.* 162 (2005) 350-354.
- [5] R. RODRIGUEZ, Tesis doctoral, Departamento de Materiales, Universidad de Navarra, San Sebastián, 2003.
- [6] M. A. GARRIDO-MANEIRO, A. J. LOPEZ-GALISTEO Y J. RODRIGUEZ, *Rev.Metal. Madrid* 40 (2004) 380-383.
- [7] W. C. OLIVER Y G. M. PHARR, *J. Mater. Res.* 7 (1992) 1.564-1.583.
- [8] R. RODRIGUEZ E I. GUTIERREZ, *Mater. Sci. Eng. A* 361 (2003) 377-384.
- [9] R. RODRÍGUEZ E I. GUTIERREZ, *VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos*, Vol. 8, Gandía, Valencia, España, 2002, pp. 87-96.
- [10] Y. CHOI, W. Y. CHOO Y D. KWON, *Scripta Mater.* 45 (2001) 1.401-1.406.
- [11] M. DELINCE, P. J. JACQUES Y T. PARDOEN, *Acta Mater.* 54 (2006) 3395-3404.
- [12] R. L. HIGGINSON Y C. M. SELLARS, *Worked Examples in Quantitative Metallography*, The Institute of Materials, Minerals and Mining, 1ª edición, Londres, Inglaterra, 2003, pp. 30-59.
- [13] D. J. DINGLEY Y D. P. FIELD, *Mater. Sci. Tech.* 13 (1997) 69-78.
- [14] F. J. HUMPHREYS, *J. Mater. Sci.* 36 (2001) 3.833-3.854.
- [15] R. W. K. HONEYCOMBE, *Steels: Microstructure and properties*, E. Arnold, 2ª edición, Londres, Inglaterra, 1995, pp. 30-59.
- [16] J. M. O'BRIEN Y W. F. HOSFORD, *Metall. Mater. Trans. A* 33 (2002) 1.255-1.261.
- [17] S. CHATTOPADHYAY Y C. M. SELLARS, *Acta Metall.* 30 (1982) 157-170.
- [18] H. TSUKAHARA Y T. IUNG, *Mater. Sci. Eng. A* 248 (1998) 304-308.
- [19] J. D. BAIRD, *Met. Rev.* 16 (1971) 1-18.
- [20] F. H. SAMUEL, D. DANIEL Y O. SUDRE, *Mater. Sci. Eng.* 92 (1987) 43-62.
- [21] I. A. EL-SESY Y Z. M. EL-BARADIE, *Mater. Lett.* 57 (2002) 580-585.
- [22] T. HUPER, ET AL., *ISIJ Int.* 39 (1999) 288-294.
- [23] T. OHMURA, K. TSUZAKI Y F. X. YIN, *Mater. Trans.* 46 (2005) 2.026-2.029.
- [24] Y. M. SOIFER, *Scripta Mater.* 47 (2002) 799-804.
- [25] G. KRAUSS, *Mater. Sci. Eng. A* 275 (1999) 40-57.
- [26] G. P. KRIELAART, ET AL., *Z. Metallk.d.* 85 (1994) 756-765.
- [27] H. JEHN, *Gases and Carbon in Metals*, Physik Daten. 1981, pp. 5-14.
- [28] T. GLADMAN, *The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels*, The Institute of Materials, 1ª edición, Londres, 1997, pp. 28-39.
- [29] F. B. PICKERING, *Physical Metallurgy and Design of Steels*, A. S. P. LTD. 1ª edición, Londres, Inglaterra, 1978, pp. 10-16.
- [30] Q. FURNEMONT, ET AL., *Mater. Sci. Eng. A* 328 (2002) 26-32.
- [31] N. K. BALLIGER Y T. GLADMAN, *Metal Science* 15 (1981) 95-108.
- [32] D. A. KORZEKWA, D. K. MATLOCK Y G. KRAUSS, *Metall. Trans. A* 15 (1984) 1221-1228.
- [33] I. GUTIERREZ, ET AL., *Property models for mixed microstructures*, *Technical Steel Research*, EUR 20880EN, European Commission, ISBN 92-894-6255-8, Luxembourg, 2003.